THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE SUD

École doctorale n°602
Sciences Pour l'Ingénieur
Spécialité : Mécanique des solides, matériaux, structures, surfaces

Présentée par :

Sébastien GALISSON

Prise en compte des évolutions de la précipitation dans la modélisation de la dureté après soudage FSW d'alliages d'aluminium à durcissement structural de la série 2000, pour des applications aéronautiques

Thèse présentée et soutenue à Lorient le 17 juin 2022
Unité de recherche : Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDL) UMR CNRS 6027
Thèse n° : 631

Rapporteurs avant soutenance :

	Marie-Noëlle AVETTAND-FENOËL	Maître de conférences HDR – Polytech Lille
	Vladimir ESIN	Chargé de Recherche HDR – Mines Paris - PSL

Composition du Jury :

Président :	Pascal PAILLARD	Professeur des Universités – Polytech Nantes
Examinateurs :	Eric FEULVARCH	Professeur des Universités – Ecole Centrale de Lyon
	Hervé LAURENT	Professeur des Universités – Université Bretagne Sud

Dir. de thèse :	Philippe LE MASSON	Professeur des Universités – Université Bretagne Sud
Co-dir. de thèse :	Denis CARRON	Maître de conférences – Université Bretagne Sud
Co-dir. de thèse :	Georgios STAMOULIS	Maître de conférences – Université de Bretagne Occidentale

Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier mon directeur de thèse et mes deux encadrants. Merci à Philippe Le Masson de m'avoir transmis (une partie) de ses connaissances en thermique et notamment en diffusion de la chaleur. Merci à Denis Carron d'avoir été présent au quotidien pour nos discussions scientifiques autour de la métallurgie et de la modélisation de cette dernière. Je le remercie chaleureusement pour toutes tes remarques et corrections dont la justesse a permis au manuscrit et à ma réflexion de progresser. Merci à Georgios Stamoulis pour ses conseils sur le domaine de la mécanique même si cette partie a été écartée de la thèse.

Je tiens également à remercier Dassault Aviation pour le soutien apporté à cette thèse et plus particulièrement à Gilles Surdon, Responsable du Centre de Développement Exploratoire de Mérignac, de m'avoir permis de travailler sur ce sujet très enrichissant. Je remercie Joffrey Boursier et Pascal Bunel, membres du Centre de Développement Exploratoire, pour leurs disponibilités et également pour la réalisation des soudures nécessaire à cette thèse.

Je souhaite remercier le C-TEC de Constellium qui m'a permis de réaliser les soudures FSW sur les tôles de fortes épaisseurs. Je remercie plus particulièrement Julien Laye, ingénieur R&D, et Jean-Pierre Armenio, technicien, pour leurs temps et l'intérêt porté à mes travaux.

Je voudrais également remercier chaleureusement Éric Feulvarch pour le soutien apporté à cette thèse notamment sur la partie simulation thermomécanique. Je tiens également à remercier vivement Rodrigue Urvoy qui a réalisé son stage de Master 2 sur la simulation thermomécanique du soudage FSW. Merci pour ton implication et ton questionnement permanent pour réaliser les meilleures simulations possibles. Je souhaite également remercier chaleureusement Philippe Pilvin d'avoir accompagné Rodrigue et de nous avoir permis d'utiliser le logiciel SiDoLo. Je tiens à remercier la société ESI Group et plus particulièrement, Dr Yannick Vincent, pour l'utilisation du logiciel SYSWELD^{TM} qui a permis de réaliser l'ensemble des simulations du FSW. Je remercie également Fuorat Zakaria pour l'aide apportée à ma thèse lors de son stage de DUT 2 SGM. Je tiens à remercier Pascal Paillard de nous avoir permis d'accéder au duromètre automatique de l'IMN de Nantes et d'avoir accepté de présider mon jury de thèse.

J'aimerais remercier mes collègues du laboratoire IRDL. Tout d'abord, je remercie Célia Caër de l'IRDL Brest de m'avoir formé au MEB EBSD. Du côté de l'IRDL Lorient, je remercie les doctorants du PTR1, notamment Thomas Fruleux pour les bons moments passés autour du Keyence ! Merci à mes collègues du « quotidien » Mickaël, Jad, Constant, Gaëtan, Édouard, Anthony, Stephen, Maelenn, Marc, Ronan et à ceux que j'ai oubliés pour tous ces échanges scientifiques et moins scientifiques. Je tiens à remercier plus particulièrement Dylan Le Maux qui m'a fait découvrir la Salsa et Jordan Queval, mon « binôme » de thèse, avec qui j'ai échangé sur les bons moments, mais aussi sur les difficultés rencontrées durant cette thèse. Merci également à William Berckmans pour l'aide apportée concernant la partie expérimentale.

Je remercie les membres du jury et tout particulièrement les rapporteurs qui ont acceptés d'expertiser cette thèse.

Je tiens à remercier mes amis de Polytech Nantes, ce groupe « soudé » comme j'aime l'appeler composé de Mélisse, Gaël, Arnaud, Théo, Tanguy et Jean, vous êtes les meilleurs ne changez rien.

Pour terminer, je remercie ma famille et plus particulièrement mes parents et ma sœur pour tout le soutien apporté durant ces trois années de thèse.

Remerciements

Merci à vous, lecteurs, d’accorder un peu de votre temps pour lire le résultat de ces trois années.

Table des matières

Table des symboles 4
Caractères latins 4
Caractères grecs 7
Liste des abréviations 8
Introduction 9
1. Chapitre 1 : Synthèse bibliographique 11
1.1. Présentation des alliages d'aluminium d'étude 14
1.1.1. Familles d'alliages d'aluminium 14
1.1.2. Traitement thermique des alliages d'aluminium 14
1.1.3. Mécanismes de durcissement 16
1.1.4. L'alliage d'aluminium 2024 17
1.1.5. L'alliage d'aluminium 2050 29
1.2. Soudage par friction malaxage (FSW) 36
1.2.1. Principe 36
1.2.2. Microstructure de la zone soudée 39
1.2.3. Avantages et inconvénients du procédé 40
1.2.4. Soudage FSW de l'alliage 2024-T3 41
1.2.5. Soudage de l'alliage 2050-T34 47
1.3. Modélisation de la dureté post-soudage 54
1.3.1. Alliage 2024-T3 55
1.3.2. Alliage 2050-T34 64
1.4. Synthèse et démarches retenues 66
2. Chapitre 2 : Techniques expérimentales, essais de soudage et simulation thermique 69
2.1. Techniques expérimentales 71
2.1.1. Dureté 71
2.1.2. Mesure de résistivité électrique en température 72
2.1.3. Essais sur machine Gleeble 74
2.1.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) 76
2.1.5. MEB – EBSD 78
2.2. Essais de soudage 78
2.2.1. Présentation des configurations et paramètres utilisés 79
2.2.2. Instrumentation en thermocouples 82
2.2.3. Résultats expérimentaux 90
2.3. Simulation thermique 103
2.3.1. Modèle thermomécanique du soudage par friction malaxage 103
2.3.2. Trajectoire d'une particule dans le noyau 107

2.3.3. Étalonnage du modèle 109
2.3.4. Application au soudage de l'alliage 2024 112
2.3.5. Application au soudage de l'alliage 2050 116
2.4. Synthèse 119
3. Chapitre 3 : Modélisation de la dureté dans les joints soudés en alliage 2024-T3 120
3.1. Données expérimentales nécessaires à l'étalonnage des modèles 122
3.1.1. Données de Shercliff 122
3.1.2. Caractérisations complémentaires en résistivité électrique 123
3.2. Présentation et étalonnage des modèles avant maturation 128
3.2.1. Modèle de Myhr et Grong /Hersent 128
3.2.2. Modèle de Yan 141
3.3. Simulation d'essais anisothermes et du soudage FSW avant maturation 149
3.3.1. Essais anisothermes 149
3.3.2. Soudage FSW 151
3.4. Présentation et étalonnage des modèles de maturation 156
3.4.1. Modèle de [Robson 2006] 156
3.4.2. Modèle phénoménologique 159
3.5. Simulation d'essais anisothermes et du soudage FSW après maturation 165
3.5.1. Essais anisothermes 165
3.5.2. Soudage FSW 166
3.6. Synthèse 175
4. Chapitre 4 : Prédiction de la limite d'élasticité et de la dureté après revenu de l'alliage 2050-T34 soudé par FSW 177
4.1. Modélisation de la limite d'élasticité d'un alliage 2050-T34 lors d'un traitement thermique de revenu 178
4.1.1. Contribution des dislocations 178
4.1.2. Contribution de la solution solide 179
4.1.3. Contribution des précipités 180
4.1.4. Calcul de la contribution totale et comparaison avec la littérature 184
4.2. Prise en compte de différents états de départ 187
4.2.1. Simulation sans modification du modèle 187
4.2.2. Modifications apportées au modèle 189
4.3. Caractérisation de l'alliage 2050-T34 196
4.3.1. Essais de résistivité électrique à 20 °C/min 197
4.3.2. Essais de résistivité électrique isotherme 200
4.3.3. Caractérisation de joints soudés par FSW 202
4.4. Simulation des joints soudés par FSW 215

4.4.1. Comportement du noyau soudé 215
4.4.2. Application du modèle suivant les essais de [Malard 2015] 218
4.4.3. Application du modèle suivant les essais de résistivité électrique 221
4.5. Synthèse 227
Conclusion et perspectives 229
Conclusion 229
Perspectives 231
Bibliographie 234
Annexes 245

Table des symboles

Caractères latins

A_0	Constante liée aux potentiels sites de nucléation hétérogène dans le matériau	J.mol^{-1}
$A_1, A_2, C_p, C_{r1}, C_r, C_h$	Constantes	h^{-1}
A_3	Constante liée au durcissement par dislocations	MPa
b	Vecteur de Bürgers	nm
c	Concentration en élément d'addition dans la solution solide	%m
$\dot{\bar{c}}$	Evolution de la concentration de la solution solide normalisée	h^{-1}
$\bar{c}$	Concentration de la solution solide normalisée	-
C_0^{Cu}	Concentration initiale de Cu dans la solution solide	%at
C_0^{Mg}	Concentration initiale de Mg dans la solution solide	%at
c_1, c_2	Facteur pré-exponentiel	-
c_a	Concentration en élément d'addition dans la solution solide à l'équilibre	%m
$\bar{c}_a$	Concentration de la solution solide normalisée à l'équilibre	-
C_a	Constante de durcissement lié au rayon des précipités T_1	MPa
C_{a1}	Constantes de durcissement lié aux clusters	MPa
C_{Cu}	Teneur en Cu de la solution solide	%at
C_e^{Cu}	Concentration à l'équilibre de Cu dans la solution solide	%at
C_e^{Fe}	Concentration à l'équilibre de Fe dans la solution solide	%at
C_e^{Mg}	Concentration à l'équilibre de Mg dans la solution solide	%at
C_e^{Mn}	Concentration à l'équilibre de Mn dans la solution solide	%at
C_{eff}^{Cu}	Concentration effective de Cu dans la solution solide	%at
C_{eff}^{Mg}	Concentration effective de Mg dans la solution solide	%at
C_g^{Cu}	Composition atomique en Cu de l'alliage	%at
C_g^{Fe}	Composition atomique en Fe de l'alliage	%at
C_g^{Mg}	Composition atomique en Mg de l'alliage	%at
C_g^{Mn}	Composition atomique en Mn de l'alliage	%at
C_i	Concentration de l'élément i	%at
C_{Mg}	Teneur en Mg de la solution solide	%at
C_p	Capacité thermique massique	J.kg^{-1}.K^{-1}
c_s	Concentration en élément d'addition dans la solution solide après mise en solution	%m
C_s^{Cu}	Fraction atomique de Cu dans la phase S	%at
C_{ss}	Constantes de durcissement lié à la solution solide	MPa
d	Diamètre des précipités de phase S	nm
D	Tenseur du taux de déformation	-
D_{eq}	Taux de déformation équivalent	-
d_{GB}	Taille des grains	m
E	Emissivité	-
$E_{a,c}$	Energie d'activation pour la coalescence	J.mol^{-1}
E_{eff}	Energie d'activation effective pour la nucléation et la croissance	J.mol^{-1}
f_a	Fraction volumique de clusters à l'équilibre	-
f_{cl}	Fraction de co-clusters	-

f_d	Fraction volumique de clusters	-
$\bar{f}_d$	Fraction volumique normalisée de clusters	-
$\bar{f}_{d_0}$	Fraction volumique normalisée de clusters à l'état initial	-
f_{mat}	Fraction de zones GPB formées lors de la maturation	-
$\bar{f}_n$	Fraction normalisée de phase T_1	-
$\bar{f}_{n_{max}}$	Fraction maximale normalisée de phase T_1	-
f_s	Fraction de phase S	-
$\bar{f}_t$	Fraction normalisée de phase peu durcissante	-
$\dot{\bar{f}}_t$	Evolution de la fraction normalisée de phase peu durcissante	h^{-1}
$\bar{f}_{tm}$	Fraction maximale normalisée de phase peu durcissante	-
g	L'accélération de la pesanteur	$m.s^{-2}.g$
h	Epaisseur des précipités T_1	nm
$\bar{h}$	Epaisseur normalisée des précipités T_1	-
$\dot{\bar{h}}$	Evolution de l'épaisseur normalisée des précipités T_1	h^{-1}
h_c	Epaisseur critique des précipités T_1	nm
$h_{contact}$	Coefficient d'échange thermique à l'interface tôle-enclume	$W.m^{-2}.K^{-1}$
h_{ech}	Coefficient d'échange thermique	$W.m^{-2}.K^{-1}$
$\bar{h}_f$	Epaisseur normalisée des précipités à 50 % cisaillable et 50 % contournable	-
$\bar{h}_{tran}, \bar{h}_{tran2}$	Epaisseur normalisée des précipités cisaillables et contournables	-
H_v	Dureté totale	HV
Hv_{GPB}	Dureté provenant des zones GPB	HV
$H_{v_{max}}$	Dureté maximale provenant de la phase S et de la solution solide	HV
$H_{v_{maxGPB}}$	Dureté maximale provenant des zones GPB	HV
$H_{v_{min}}$	Dureté minimale après une forte coalescence	HV
$H_{v_{minGPB}}$	Dureté minimale provenant des zones GPB	HV
$H_{v_{\min ss}}$	Dureté minimale provenant de la solution solide	HV
$H_{v\,S}$	Fraction de durcissement provenant de la phase S	HV
I	Tenseur identité	-
K	Consistance du matériau	-
$k(T)$	Constante d'évolution de la précipitation	-
k_0	Constante pré-exponentielle pour la précipitation	s^{-1}
$k_{0,c}$	Constante pré-exponentielle pour la coalescence	s^{-1}
K_A	Coefficient de durcissement par déformation	MPa
k_c	Constante d'évolution pour la coalescence	$nm^3.s^{-1}$
K_{cl}	Coefficient de durcissement lié aux co-clusters	MPa
k_{Cu}	Coefficient de durcissement des atomes de Cu	MPa
K_{HP}	Coefficient de durcissement dans la loi de Hall Petch	$MPa.m^{1/2}$
k_i	Coefficient de durcissement de l'atome i	MPa/at%
k_{Mg}	Coefficient de durcissement des atomes de Mg	MPa
K_s	Durcissement lié à la phase S	MPa
L	Longueur traversée par le courant électrique	m
$\bar{l}_0$	Rayon moyen des précipités au début de la coalescence	m
$\bar{l}_c$	Rayon moyen des précipités pendant la coalescence	m
$\bar{l}_g$	Rayon moyen des précipités pendant l'étape de croissance	m
$\bar{l}_t$	Rayon moyen des précipités	m
m	Sensibilité à la vitesse de déformation	-

M	Coefficient de Taylor	-
$m_1, m_2, m_4, m_5, m_6, m_7, m_8$	Exposants	-
N	Exposant pour l'interaction entre dislocations et précipités	-
n_{GPB}, n_c, n_p	Exposant dépendant du temps équivalent	-
p	Pression hydrostatique	MPa
q	Densité du flux de chaleur	$W.m^{-2}$
Q	Valeur maximale du rayon normalisé des précipités T_1	-
Q_c	Energie apparente d'activation pour la croissance de la phase S	$kJ.mol^{-1}$
Q_{GPB}	Energie apparente d'activation pour la réversion des zones GPB	$kJ.mol^{-1}$
$Q_{malaxage}$	Terme source lié au malaxage de la matière	-
Q_S	Energie apparente d'activation pour la dissolution de la phase S	$kJ.mol^{-1}$
R	Constante des gaz parfaits	$J.mol^{-1}K^{-1}$
R_e	Résistance électrique du matériau	Ω
r_c	Rayon des précipités T_1 au pic de dureté	nm
r_d	Rayon des clusters	nm
$\bar{r}_d$	Rayon normalisé des clusters	-
$\dot{\bar{r}}_d$	Evolution du rayon normalisé des clusters	h^{-1}
r_{d_0}	Rayon des clusters à l'état de départ	nm
$\bar{r}_n$	Rayon normalisé des précipités T_1	-
$\dot{\bar{r}}_n$	Evolution du rayon normalisé des précipités T_1	h^{-1}
r_n	Rayon des précipités T_1	nm
S	Déviateur du tenseur des contraintes	MPa
S_e	Surface traversée par le courant électrique	m²
t	Temps	s
T	Température	K
t^*	Temps équivalent pour la dissolution de la phase S	S
t_c	Temps équivalent pour la croissance de la phase S	s
T_{eq}	Température de mise en solution	K
t_{GPB}	Temps équivalent pour la réversion des zones GPB	s
t_r	Temps de référence pour la réversion des zones GPB et la croissance de la phase S	s
t_r^*	Temps de référence pour la dissolution de la phase S	s
T_r	Température de référence pour la réversion des zones GPB et la croissance de la phase S	K
T_r^*	Température de référence pour la dissolution de la phase S	K
U_{1-2}	Tension mesurée entre deux points (1 et 2 ici)	V
v	Champ de vitesse	$m.s^{-1}$
V_a	Vitesse d'avance	mm/min
v_{cv}	Vitesse de convection	$K.m.s^{-1}$
V_r	Vitesse de rotation	Tr/min
x^S	Quantité de phase S	%at
x^T	Quantité de phase T	%at
x^{cl}	Quantité de co-clusters	%at
x^w	Quantité de phase ω	%at
X_c	Fraction de précipité équivalente (croissance phase S)	-
X_{Cu}	Fraction atomique de cuivre dans le précipité T_1	-
X_{GPB}	Fraction de durcissement provenant des zones GPB	-

X_{Li}	Fraction atomique de lithium dans le précipité T_1	-
X_{lim}	Fraction limite à l'équilibre de zones GPB formées lors de la maturation	-
X_{MAT}	Fraction de zones GPB formées lors de la maturation	-
$\bar{X}_{MAT}$	Fraction normalisée de zones GPB formées lors de la maturation	-
X_p	Fraction de précipité équivalente (dissolution phase S)	-

Caractères grecs

α	Coefficient de Taylor-Quinney	-
α_0^{cl}	Fraction de co-clusters à l'état initial	-
α^{cl}	Fraction de co-clusters transformée	-
α^S	Fraction de phase S transformée	-
γ_0	Constante	-
$\Delta\mu$	Différence de module de cisaillement entre la matrice et les co-clusters	GPa
ΔH^{cl}	Enthalpie de formation des co-clusters	kJ.mol^{-1}
ΔH^S	Enthalpie de formation de la phase S	kJ.mol^{-1}
ε	Déformation	-
η_i	Exposant d'empiètement	-
λ	Conductivité thermique	W.m^{-1}.K^{-1}
μ	Module de cisaillement de la matrice	MPa
μ_{Al}	Module de cisaillement de l'aluminium	GPa
$\mu_{dynamique}$	Viscosité dynamique	Pa.s
ν	Coefficient de poisson	-
ρ	Densité de dislocations	m^{-2}
$\bar{\rho}$	Densité de dislocations normalisée	-
$\dot{\bar{\rho}}$	Evolution de la quantité de dislocations normalisée	h^{-1}
ρ_{Cu}	Résistivité électrique dû au cuivre dans la solution solide	nΩ.m
ρ_e	Résistivité électrique	nΩ.m
$\bar{\rho}_e$	Résistivité électrique normalisée	-
ρ_i	Densité de dislocations à l'état trempé	m^{-2}
ρ_{Li}	Résistivité électrique dû au lithium dans la solution solide	nΩ.m
ρ_{PPT}	Résistivité électrique dû aux précipités	nΩ.m
ρ_s	Densité de dislocations à l'état T34	m^{-2}
ρ_{SS}	Résistivité électrique de la solution solide	nΩ.m
ρ_{T_1}	Résistivité électrique de la phase T_1	nΩ.m
ρ_v	Masse volumique	kg.m^{-3}
σ	Tenseur des contraintes de Cauchy	MPa
σ_Σ	Contrainte de cisaillement résolue critique	MPa
$\sigma_{cisaillement}$	Contrainte de cisaillement des précipités	MPa
$\sigma_{contournement}$	Contrainte de contournement des précipités	MPa
σ_{cl}	Contribution mécanique liée à la présence des co-clusters	MPa
σ_{dis}	Contribution mécanique liée à la présence de dislocations	MPa
σ_{HP}	Contribution mécanique liée à l'effet Hall Petch	MPa
σ_i	Contribution mécanique liée à la matrice d'aluminium	MPa
σ_p	Contribution mécanique liée aux précipités	MPa
σ_{p-d}	Contribution mécanique liée aux clusters	MPa
σ_{p-n}	Contribution mécanique liée aux précipités T_1	MPa
σ_r	Contribution mécanique liée au rayon des précipités T_1	MPa

$\dot{\sigma}_r$	Evolution de la contribution mécanique liée au rayon des précipités T_1	$MPa.h^{-1}$
σ_S	Contribution mécanique liée à la présence de la phase S	MPa
σ_{sb}	Constante de Stefan-Boltzmann	$W.m^{-2}.K^{-4}$
σ_{ss}	Contribution mécanique liée à la solution solide	MPa
σ_y	Limite d'élasticité	MPa

Liste des abréviations

AA	Alliage d'aluminium
ALE	Arbitrairement Lagrangien Eulérien
AS	Côté avance
BOT	Ligne du bas
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage
EBSD	Diffraction d'électrons rétrodiffusés
EF	Eléments finis
FSW	Soudage par friction malaxage
GP	Guinier-Preston
GPB	Guinier-Preston-Bagaryatski
KAM	Kernel Average Misorientation
MB	Métal de base
MEB	Microscopie électronique à balayage
MET	Microscope électronique en transmission
METHR	Microscope électronique en transmission à haute résolution
MID	Ligne du milieu
RK	Runge Kutta
RS	Côté recul
SAXS	Diffusion des rayons X aux petits angles
TC	Thermocouple
TOP	Ligne du haut
TTT	Temps, Température, Transformation
WD	Direction de soudage
ZAT	Zone affectée thermiquement
ZATM	Zone affectée thermo-mécaniquement

Introduction

L'une des préoccupations majeures de l'industrie des transports est l'allègement des structures. Cet allègement est nécessaire dans le contexte actuel pour diminuer la consommation énergétique, mais également pour limiter les rejets de gaz polluants. L'une des solutions est d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux afin de réduire les épaisseurs utilisées, ce qui, potentiellement, peut diminuer aussi les coûts de construction des pièces. Une autre solution est d'avoir recours aux alliages légers et notamment aux alliages d'aluminium.

Les alliages d'aluminium sont utilisés dans tous les domaines du transport (aviation, automobile, naval) pour leur faible densité alliée à de bonnes propriétés mécaniques. Vis-à-vis d'une pièce en acier, le choix de ces alliages permet de diminuer significativement la masse de la pièce. Leurs propriétés mécaniques élevées proviennent soit d'un durcissement par écrouissage, soit d'un durcissement par précipitation, ce dernier étant depuis de nombreuses années privilégié dans le domaine aéronautique. Cette thèse concerne les alliages de la série 2000 et plus particulièrement des alliages 2024 et 2050 durcissant par précipitation.

Actuellement dans le domaine aéronautique, l'assemblage de ces alliages est souvent réalisé par rivetage en raison de la difficulté de soudage de ces nuances. En effet, les alliages d'aluminium à durcissement par précipitation sont très sensibles aux phénomènes de fissuration à chaud et de porosités réduisant fortement la tenue mécanique des assemblages soudés. Cependant, le rivetage introduit lui aussi des problématiques de tenue notamment en fatigue et d'augmentation de la masse de l'assemblage. De plus cette technique augmente également les coûts de production. En effet, l'usinage nécessaire au rivetage, coûteux en temps machine, entraîne également une perte de matière sous forme de copeaux qui n'est que peu valorisée ce qui induit un surcoût matière. Une alternative pour réduire ce ratio « buy to fly » serait l'utilisation du procédé de soudage par friction malaxage. Cela permettrait par ailleurs d'utiliser certaines nuances disponibles en tôles de forte épaisseur pour créer des raidisseurs notamment. Là aussi, l'usinage serait fortement diminué.

Ce procédé de soudage par friction malaxage (FSW pour Friction Stir Welding) est un procédé récent mis au point par The Welding Institute (TWI) en 1991. Le soudage FSW se réalise en phase solide ce qui permet d'éviter de nombreux défauts liés au passage à l'état liquide des alliages d'aluminium. C'est pourquoi ce procédé est de plus en plus étudié avec une augmentation linéaire du nombre d'articles publiés depuis 10 ans d'après [Ma 2018]. Les travaux utilisant la simulation numérique sont également en forte augmentation. Leur objectif est tout d'abord de mieux comprendre et de simuler les interactions entre l'outil et la pièce responsables des champs thermiques s'établissant dans la pièce en cours de soudage. À ce titre, la simulation numérique thermomécanique du procédé FSW permet actuellement de bien décrire l'histoire thermique subie par le matériau [Robe 2017], [Feulvarch 2011], [Meyghani 2020]. À plus long terme, cet outil doit permettre la prédiction du comportement et des propriétés d'un assemblage soudé (comportement en fatigue, génération des contraintes internes, résistance à la corrosion, etc.).

Cette thèse réalisée en partenariat avec Dassault Aviation s'inscrit dans la partie FSW du projet NOUGAT (NOUvelle Génération d'Assemblages aéronauTiques) dont l'objectif est de développer des techniques d'assemblage innovantes pour l'industrie aéronautique. Un des objectifs de Dassault Aviation est de disposer d'un modèle aux éléments finis robuste

permettant de simuler pertinemment la thermique et les champs de déformation associés au procédé, mais également les propriétés mécaniques de l'assemblage soudé. Dans ce cadre la prédiction de la dureté après soudage constitue une première étape. Lors de ces travaux, outre son soutien financier, Dassault Aviation a fourni la matière nécessaire à la caractérisation des alliages 2024 à l'état T3 et 2050 à l'état T34. Les campagnes de soudage sur tôles minces en alliage 2024 ont été réalisées dans les locaux de Dassault Aviation à Mérignac. Le soudage de l'alliage 2050 en tôles épaisses a quant à lui été réalisé au C-TEC de Constellium à Voreppe. La thèse a enfin bénéficié d'une bourse conjointe Université Bretagne Sud - Université de Bretagne Occidentale.

Les travaux ont été menés avec pour objectif de prendre en compte les évolutions de l'état de précipitation dans la prédiction de la dureté après soudage des deux alliages à l'étude. Ces deux alliages présentant des comportements très différents, il a été nécessaire de les traiter séparément. En effet, pour l'alliage 2024, l'opération de soudage et notamment l'histoire thermique lors de cette opération entraîne des changements notables de l'état de précipitation générant des niveaux de dureté très différents immédiatement après soudage. À l'inverse, l'alliage 2050 ne présente pas de telles variations juste après soudage, mais voit sa dureté évoluer fortement lors du traitement de revenu post-soudage. Ainsi, deux modèles numériques différents doivent être mis en place pour pouvoir simuler les évolutions de dureté. Comme nous pourrons le voir au chapitre 1, il existe de nombreux modèles permettant de réaliser ce type de simulation avec prise en compte des évolutions de l'état de précipitation. Toutefois, afin d'être utilisable par l'industriel partenaire, la modélisation développée dans cette thèse doit pouvoir s'intégrer au modèle thermomécanique mis en place par [Feulvarch 2011], mais également présenter des temps de calcul maîtrisés.

Ce manuscrit est découpé en quatre chapitres.

Le chapitre 1 présente une synthèse de la bibliographie concernant les deux alliages à l'étude. Pour chaque alliage, la séquence de précipitation et les phases en présence dans le matériau à l'état de réception sont détaillées. De même les effets d'un traitement thermique sur l'état de précipitation, la dureté et la résistivité électrique sont présentés pour les deux alliages. Puis, le procédé de soudage par friction malaxage est décrit en détail avec une description fine des différentes zones du joint soudé. L'opération de soudage entraînant des évolutions de température et des déformations importantes, les effets de cette opération sur l'état de précipitation et les propriétés mécaniques du joint soudé sont analysés. Enfin, les modèles classiquement utilisés dans la littérature pour chacun des deux alliages sont décrits succinctement afin de définir la démarche adoptée dans cette thèse.

Dans un second temps, les méthodes expérimentales utilisées dans le cadre de cette étude sont présentées dans le chapitre 2. L'accent est mis sur le suivi de l'état de précipitation par la méthode de résistivité électrique facilement utilisable par l'industriel. De plus cette méthode présente l'avantage de ne pas nécessiter la réalisation de traitements thermiques interrompus pour caractériser les cinétiques de précipitation ce qui permet un gain de temps notable. L'utilisation d'une machine d'essais Gleeble permettant des essais complémentaires est aussi mise en avant. L'instrumentation en microthermocouples des tôles soudées par FSW et les résultats obtenus lors des essais de soudage sont également explicités dans cette partie. Enfin, l'étalonnage à l'aide des thermogrammes expérimentaux du modèle thermomécanique de [Feulvarch 2011] et les cycles thermiques de soudage calculés par le modèle sont présentés.

Le chapitre 3 est dédié à la simulation de l'évolution de l'état de précipitation et de la dureté après soudage de l'alliage 2024 à l'aide de deux types de modèles. Les équations utilisées par les différents modèles sont détaillées dans ce chapitre. L'étalonnage avec les données de la littérature et les résultats d'essais de traitement thermique complémentaires et d'essais de résistivité électrique sont également présentés. Dans un second temps, l'effet de la maturation sur la dureté est étudié et un modèle phénoménologique est mis en place pour la prédire. Les thermogrammes expérimentaux ainsi que les thermogrammes simulés par le modèle thermomécanique sont alors utilisés pour simuler les évolutions de dureté post-soudage de l'alliage. Les résultats des modèles avec et sans maturation sont enfin confrontés aux mesures de dureté obtenues sur les joints soudés.

Pour terminer, le chapitre 4 se concentre sur la simulation de l'évolution de l'état précipitation et de la dureté de l'alliage 2050 pendant le revenu post-soudage. Pour cet alliage, le modèle à variables internes décrit par [Li 2019] permettant de simuler le revenu d'un alliage 2050 à l'état T34 est utilisé. Ce modèle est ensuite adapté afin de pouvoir simuler différents états initiaux décrits dans la littérature. Les joints soudés par friction malaxage sont également caractérisés par résistivité électrique afin de suivre l'évolution de l'état de précipitation lors du revenu. Enfin, le modèle est appliqué au cas des joints soudés et la dureté simulée est comparée à la dureté expérimentale obtenue après le revenu.

Une conclusion et des annexes finalisent le document.

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

1.1. Présentation des alliages d'aluminium d'étude 14
1.1.1. Familles d'alliages d'aluminium 14
1.1.2. Traitement thermique des alliages d'aluminium 14
1.1.3. Mécanismes de durcissement 16
1.1.4. L'alliage d'aluminium 2024 17
1.1.4.1. Séquence de précipitation 17
1.1.4.2. Suivi des cinétiques de précipitation dans l'alliage 2024 24
1.1.5. L'alliage d'aluminium 2050 29
1.1.5.1. Séquence de précipitation 29
1.1.5.2. Suivi des cinétiques de précipitation par DSC 33
1.1.5.3. Conséquence d'un revenu sur la dureté et la conductivité électrique 34
1.2. Soudage par friction malaxage (FSW) 36
1.2.1. Principe 36
1.2.2. Microstructure de la zone soudée 39
1.2.3. Avantages et inconvénients du procédé 40
1.2.3.1. Avantages du procédé 40
1.2.3.2. Inconvénients du procédé 40
1.2.4. Soudage FSW de l'alliage 2024-T3 41
1.2.4.1. Évolution microstructurale et des propriétés mécaniques dans le joint soudé 41
1.2.4.2. Techniques d'investigation complémentaires aux mesures de dureté 44
1.2.5. Soudage de l'alliage 2050-T34 47
1.2.5.1. Évolution microstructurale et des propriétés mécaniques dans le joint soudé 47
1.2.5.2. Techniques d'investigation complémentaires 51
1.3. Modélisation de la dureté post-soudage 54
1.3.1. Alliage 2024-T3 55
1.3.1.1. Modèle par classes de précipités 55
1.3.1.2. Modèle semi-analytique de Myhr et Grong 59
1.3.1.3. Modèle semi-analytique de croissance de Hersent 62
1.3.1.4. Autres modèles 63
1.3.2. Alliage 2050-T34 64
1.4. Synthèse et démarches retenues 66

Dans ce premier chapitre, les généralités sur les alliages d'aluminium seront présentées en décrivant les familles d'alliages, leur traitement thermique et leurs mécanismes possibles de durcissement. Ensuite, l'étude se focalisera sur les deux alliages étudiés, à savoir l'alliage 2024 (Al-Cu-Mg) et l'alliage 2050 (Al-Cu-Li). Les séquences de précipitation et l'influence de celles-ci sur les propriétés des alliages (dureté, conductivité électrique, etc.) seront également développées. Dans un troisième temps, le principe du soudage par friction malaxage (FSW) et les conséquences de ce procédé sur les propriétés des deux matériaux d'étude seront explicités. Enfin les modèles permettant de simuler la dureté post-soudage seront présentés.

1.1. Présentation des alliages d'aluminium d'étude

1.1.1. Familles d'alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium ont l'avantage de posséder de bonnes propriétés mécaniques tout en ayant une densité relativement faible de 2,7 g/cm^3 contre 7,8 g/cm^3 pour les aciers. Ceci en fait des matériaux de choix pour le secteur aéronautique.

Il existe trois types de durcissement pour les alliages d'aluminium : le durcissement structural, le durcissement par solution solide et le durcissement par écrouissage. Le durcissement structural (ou par précipitation) est obtenu par formation d'un grand nombre de fins précipités qui vont faire obstacle au mouvement des dislocations et ainsi accroître la limite d'élasticité du matériau. Le durcissement par écrouissage est réalisé en augmentant la densité de dislocations par des opérations de déformation du matériau. Les dislocations vont se gêner mutuellement ce qui va alors durcir l'alliage.

Huit séries d'alliages d'aluminium sont définies selon les éléments d'alliages majoritaires ajoutés à l'aluminium. Ces différentes séries sont couramment classées suivant leurs types de durcissement (cf. Tableau 1-1). La série 8000 correspond à tous les autres alliages d'aluminium. Cette série peut être à durcissement structural ou à durcissement par écrouissage selon les éléments d'alliages. Dans la suite de cette étude, nous nous intéresserons uniquement au cas des alliages à durcissement structural correspondant à la série 2000.

Tableau 1-1 : Classement des différentes séries d'alliage d'aluminium suivant leur type de durcissement

Durcissement structural	Durcissement par solution solide	Durcissement par écrouissage
2000 : Al - Cu	5000 : Al - Mg	1000 : Al pur
6000 : Al – Mg - Si		3000 : Al - Mn
7000 : Al - Zn		4000 : Al - Si

1.1.2. Traitement thermique des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium à durcissement par précipitation sont très sensibles au traitement thermique subi [Dubost 1991]. En effet, celui-ci impacte directement l'état de précipitation et donc les propriétés mécaniques de l'alliage en question. Ces alliages peuvent être à différents états métallurgiques (cf. Tableau 1-2) définis par le traitement thermique.

Tableau 1-2 : Désignation des états métallurgiques et correspondance avec le traitement thermique subi selon la NF EN 515

Symbole	Traitement thermique
W	État trempé non stabilisé
T3	Trempé, écroui et mûri
T4	Trempé et mûri
T5	Stabilisé
T6	Trempé et revenu
T7	Trempé et sur-revenu
T8	Trempé, écroui et revenu

L'état W correspond à un état trempé, pour cela, le matériau subit un traitement thermique de mise en solution à haute température suivie d'une trempe. La mise en solution s'effectue à haute température afin de permettre la dissolution de tous les atomes de solutés et ainsi obtenir une solution solide homogène. La trempe est alors nécessaire pour éviter la formation de précipités grossiers au cours du refroidissement qui diminuerait les propriétés mécaniques finales de l'alliage.

L'état T3 correspond à un matériau trempé, écroui et mûri. Après le traitement thermique de mise en solution et trempe, un écrouissage suivi d'une étape de maturation à température ambiante est réalisé. Ceci permet d'augmenter la dureté de l'alliage via la formation de petits amas (ou clusters) d'atomes et/ou de zones de Guinier-Preston (GP). Cet état correspond à l'état de livraison de nos alliages, il sera donc développé par la suite pour chacun des deux matériaux à l'étude.

Le traitement thermique de revenu permettant d'atteindre l'état T8 est réalisé à une température modérée comprise généralement entre 100 et 200 °C (cf. Figure 1-1). Ce traitement thermique est exécuté à partir de l'état T3 et permet d'obtenir l'optimum des propriétés mécaniques en favorisant une précipitation de phase durcissante fine.

Enfin les autres états métallurgiques sont des variantes de ces trois états effectués selon le cahier des charges du client utilisateur.

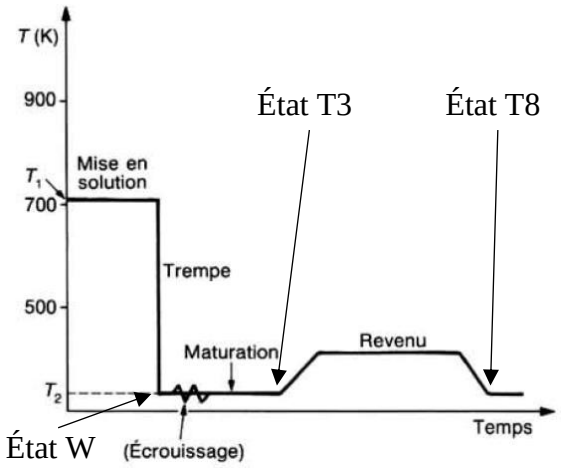


Figure 1-1 : Schéma de principe d'un traitement thermique T8 d'après [Dubost 1991]

1.1.3. Mécanismes de durcissement

La limite d'élasticité d'un alliage à durcissement structural dépend de plusieurs contributions. Chacune de ces contributions est représentative d'un mécanisme traduisant une opposition au déplacement des dislocations qui va augmenter la limite d'élasticité du matériau.

Dislocations

Les dislocations vont jouer un rôle durcissant lorsqu'un écrouissage va augmenter leur densité. Dans ce réseau plus dense, les dislocations mises en mouvement par la contrainte de service appliquée ont un mouvement plus difficile car elles interagissent avec le champ de contrainte des dislocations initialement créées dans le matériau. L'accroissement de la densité des dislocations va alors avoir pour effet d'augmenter la limite d'élasticité du matériau. La loi de Kocks-Mecking [Mecking 1981] permet de décrire l'évolution de la limite d'élasticité en fonction du taux de dislocation.

$$\sigma_{dis} = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \qquad 1\text{-}1$$

avec M le facteur de Taylor, α une constante, μ le module de cisaillement de la matrice et b le vecteur de Bürgers. La densité de dislocations est représentée par la lettre ρ.

Taille de grains

Le mouvement des dislocations est également freiné par les joints de grains. Pour franchir un joint de grains une dislocation doit en effet changer de plan de glissement ce qui nécessite un incrément de contrainte. La multiplication des joints de grains associée à la diminution de la taille des grains permet ainsi d'augmenter la limite d'élasticité du matériau qui s'exprime selon la loi de Hall-Petch.

$$\sigma_{HP} = \sigma_0 + \frac{K_{HP}}{\sqrt{d_{GB}}} \qquad 1\text{-}2$$

avec σ_0 et K_{HP} des constantes caractéristiques de l'alliage et d_{GB} le diamètre moyen des grains.

Solution solide

La présence d'atomes en substitution ou en insertion dans le réseau cristallin cubique à faces centrées de l'aluminium crée des distorsions du réseau cristallin. Ces distorsions élastiques vont s'opposer au mouvement des dislocations et ainsi augmenter la limite d'élasticité du matériau [Dubost 1991]. Le durcissement par solution solide est important à l'état trempé et beaucoup plus faible après un traitement de revenu. En effet, les atomes de solutés sont moins présents dans la solution solide, mais plus dans les précipités durcissants. [Nabarro 1967] a établi une formule permettant de calculer le durcissement par solution solide en fonction des éléments présents :

$$\sigma_{ss} = \sum_i k_i C_i^{2/3} \qquad 1\text{-}3$$

avec k_i une constante liée à l'élément i et C_i la concentration atomique de l'élément i. Cette équation est largement reprise par de nombreux auteurs [Myhr 2001], [Simar 2012], [Chobaut 2015].

Précipités

Enfin, le dernier type de durcissement correspond au durcissement par précipitation. Selon leur taille et leur niveau de cohérence avec la matrice, les précipités peuvent être franchis par les dislocations de deux manières (cf. Figure 1-2).

Le cisaillement des précipités est possible uniquement lorsque ceux-ci sont cohérents ou semi-cohérents avec la matrice. Ceci est en règle générale le cas pour des précipités de petite taille avec un rayon r inférieur au rayon critique. Il est alors possible de calculer le durcissement provenant du cisaillement des précipités à l'aide de l'équation suivante :

$$\sigma_{cisaillement} = c_3 f^m r^n \quad 1\text{-}4$$

avec c_3, m et n des constantes. f correspond à la fraction de précipités et r au rayon de ceux –ci. [Shercliff 1990] indique que, pour la plupart des interactions particules-dislocations, m et n valent 0,5.

Pendant le traitement thermique, l'épaisseur et le diamètre des précipités augmente. Lorsque la taille de ceux-ci dépasse le rayon critique, le franchissement des précipités par les dislocations ne se fera plus par cisaillement, mais par contournement. Le passage au contournement des précipités va avoir tendance à diminuer la limite d'élasticité du matériau. Comme pour le cisaillement, il est possible d'exprimer la contribution des précipités contournés à la limite d'élasticité du matériau. En considérant en première simplification des précipités sphériques cette loi s'exprime par (avec c_4 une constante à définir) :

$$\sigma_{contournement} = c_4 \frac{f^{1/2}}{r} \quad 1\text{-}5$$

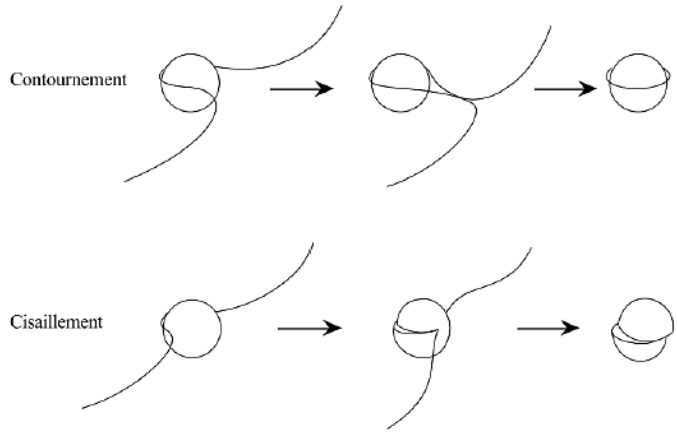


Figure 1-2 : Mécanismes de franchissement d'un précipité par une dislocation [Gerold 1979]

1.1.4. L'alliage d'aluminium 2024

Les alliages d'aluminium de la série 2000 sont composés majoritairement d'aluminium et de cuivre. Le 2024 est couramment classé dans la catégorie des alliages Al-Cu-Mg qui sont les trois principaux éléments de cet alliage (cf. Tableau 1-3). Dans cette étude, cet alliage est utilisé à l'état T3, c'est à dire écroui puis mûri à température ambiante après traitement de mise en solution et trempe.

Tableau 1-3 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2024 NF EN 573-1

Si (%m)	Fe (%m)	Cu (%m)	Mn (%m)	Mg (%m)	Cr (%m)	Zn (%m)	Ti (%m)	Al (%m)
0,5	0,5	3,8-4,9	0,3-0,9	1,2-1,8	0,1	0,25	0,15	Complément

1.1.4.1. Séquence de précipitation

Différents auteurs ont étudié la séquence de précipitation de cet alliage. La première à avoir été proposée est celle de Bagaryatskii en 1952 [Bagaryatskii 1952] : Solution solide sursaturée α → zones GPB → S'' → S' → S. Mais d'autres auteurs ont fait par la suite état de la présence

de clusters ou d'autres phases comme les phases S1 et S2 avec un grand nombre de séquences de précipitation différentes. Avant d'aller plus loin dans leur présentation, il est utile de décrire les différents précipités rencontrés.

Description des différents types de précipités

Zones GPB

Les zones GPB (pour Guinier-Preston-Bagaryatski) sont décrites comme étant des lamelles ou des disques de très faibles tailles (de l'ordre du nanomètre) précipitant selon les plans {100} de la matrice d'aluminium [Wang 2017]. Leur faces sont parfaitement cohérentes avec la matrice d'après [Charai 2000] (cf. Figure 1-3). Cet auteur précise qu'il est assez difficile de les observer compte tenu de leur taille qu'il évalue à 4 nm de longueur et 0,2 nm d'épaisseur. [Silcock 1960] a décrit les zones GPB comme étant de petits cylindres de 1 à 2 nm de diamètre et de longueur de 4 à 8 nm. Cet auteur a également décrit la structure de cette phase comme étant tétragonale avec a=0,55 nm et c=0,404 nm. Cette structure a depuis été remise en question par [Wang 2005]. De son côté, [Mondolfo 1976] a proposé une maille cristalline avec un empilement de couches composé d'une couche d'atomes de cuivre, d'une couche d'atomes de magnésium et deux couches d'atomes d'aluminium selon la direction 〈021〉 (cf. Figure 1-4). D'après [Wang 2005], aucune des structures citées précédemment n'a été détectée par MET (Microscopie Électronique en Transmission) ou bien par METHR (Microscopie Électronique en Transmission à Haute résolution). Pour lui, cela provient soit de la proximité des rayons atomiques des atomes Cu et Mg, soit d'un arrangement aléatoire des atomes dans les différentes couches. De plus en plus d'auteurs ne considèrent plus cette phase et le terme de co-clusters de Cu-Mg est de plus en plus utilisé en remplacement [Starink 2009].

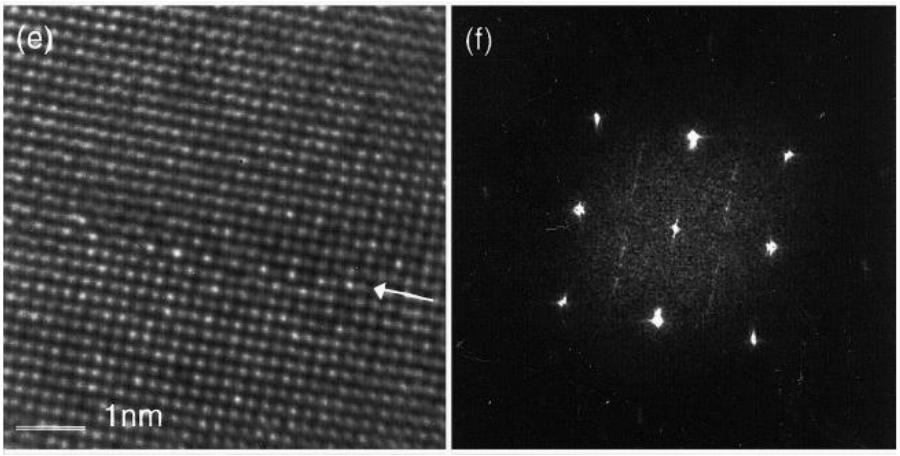


Figure 1-3 : Image haute résolution d'une zone GPB obtenue par METHR et transformée de Fourier associée [Charai 2000]

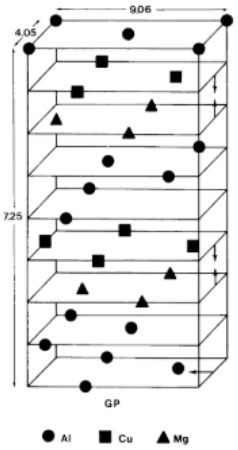


Figure 1-4 : Structure cristallographique des zones GPB [Mondolfo 1976]

Co-clusters Cu-Mg

La formation de co-clusters[1] de type Cu-Mg est de plus en plus souvent décrite comme étant la première étape de la séquence de précipitation. [Wang 2005] rappelle que la distinction entre les zones GPB et les co-clusters de Cu-Mg n'est pas très claire. D'après lui, elle se base sur la taille, la forme ou encore la composition de celles-ci, mais il reste très difficile de les différencier expérimentalement. [Charai 2000] a observé ces co-clusters de Cu-Mg (cf. Figure 1-5), il a pu remarquer que les taches de diffraction ne sont pas discrètes, mais plutôt diffuses. [Charai 2000] a déterminé une taille moyenne de 1,7 ± 0,3 nm pour des co-clusters riches en cuivre et en magnésium. Compte tenu d'un ratio Cu : Mg non constant d'un co-cluster à l'autre, il n'a pu proposer une composition chimique précise.

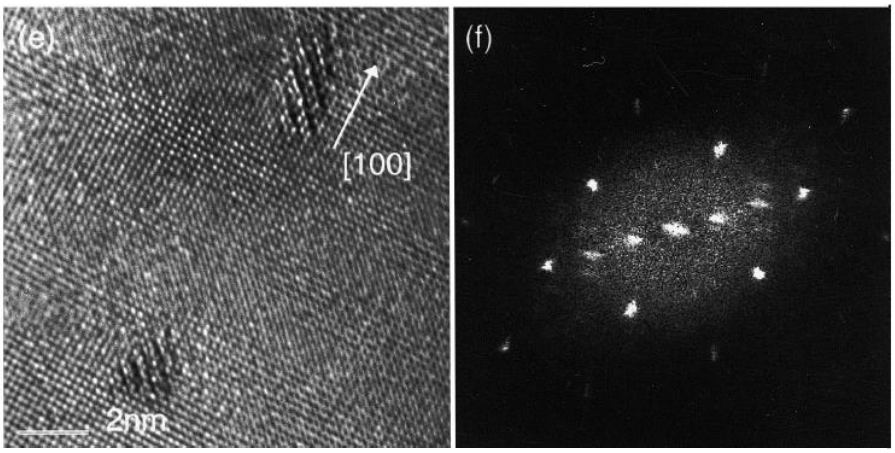


Figure 1-5 : Image haute résolution des clusters et transformée de Fourier associée obtenue par METHR [Charai 2000]

Zones GPB2

Les zones GPB2 sont des phases de structure intermédiaire entre les zones GPB et la phase S' d'après [Shih 1996]. Cet auteur poursuit en détaillant la structure cristalline des zones GPB2, celles-ci étant similaire à celle des zones GPB, mais avec différents paramètres de maille. Cette structure devrait également être partiellement ordonnée contrairement aux zones GPB. Comme les zones GPB2 sont très proches en structure des zones GPB, il conclut qu'il est préférable d'utiliser le terme GPB2 plutôt que S''. [Wang 2005] ne différencie pas la phase S'' des zones GPB2 et rappelle que de nombreux auteurs n'ont pas réussi à constater la présence de ces

[1] le terme cluster sera réservé pour des atomes de même nature (ex : Cu-Cu)

phases. [Kovarik 2004] a pu observer les zones GPB2 en MET et METHR, il a également pu définir leur structure cristalline qui est orthorhombique avec les paramètres suivants a=1,212 nm, b=0,404 nm, c=0,404 nm (cf. Figure 1-6).

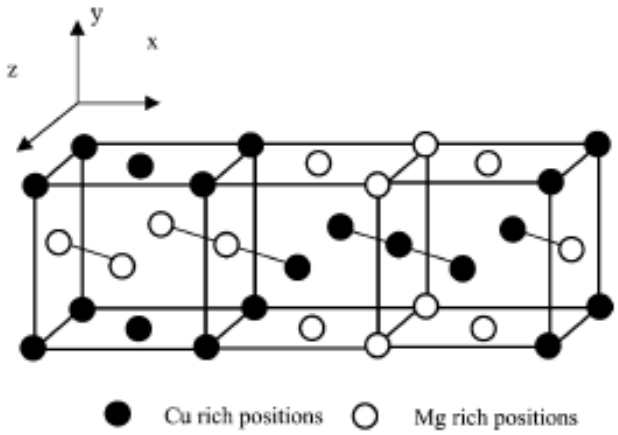


Figure 1-6 : Structure cristallographique des zones GPB2 [Kovarik 2004]

Phase S''

La phase S'' est une phase métastable qui est un précurseur des phases S' et S. Cette phase est analogue aux zones GPB2 et les deux phases sont souvent confondues. Son existence est encore incertaine [Genevois 2005]. [Charai 2000] a observé une phase S'' incohérente avec la matrice (cf. Figure 1-7). Il décrit également la structure de cette phase comme étant monoclinique avec les paramètres de maille suivants a=b=0,320 nm, c=0,254 nm. [Wang 2005] a analysé les résultats obtenus par [Charai 2000] et est en désaccord avec la structure qui selon lui ne permettrait pas d'expliquer les images obtenues par METHR.

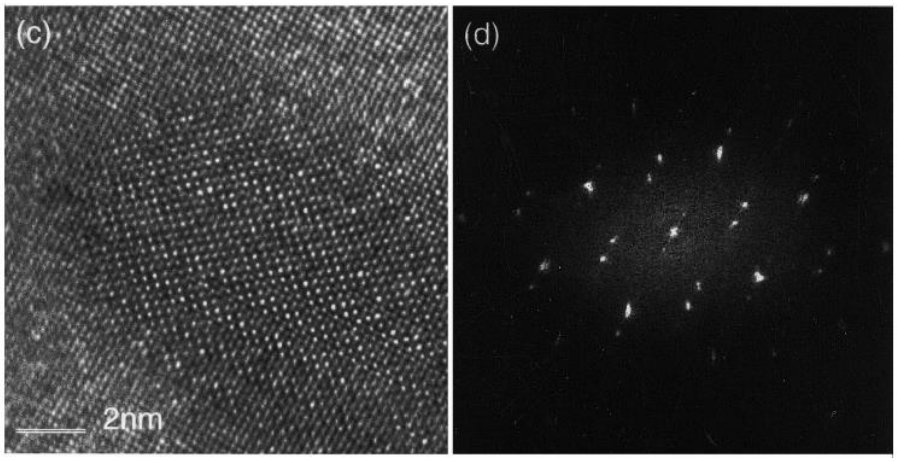


Figure 1-7 : Image haute résolution de la phase S'' et transformée de Fourier associée obtenue par METHR [Charai 2000]

Phase S'

La phase S' est un précurseur de la phase S. Cette phase S' est généralement considérée comme étant une phase S légèrement distordue [Genevois 2005]. [Charai 2000] décrit la phase S' comme étant une phase semi-cohérente avec la matrice (cf. Figure 1-8) dont la structure cristalline serait orthorhombique avec b=0,89 nm et c=0,76 nm. [Shih 1996] et [Zahra 1990] précisent que la précipitation de la phase S' se fait préférentiellement sur les dislocations.

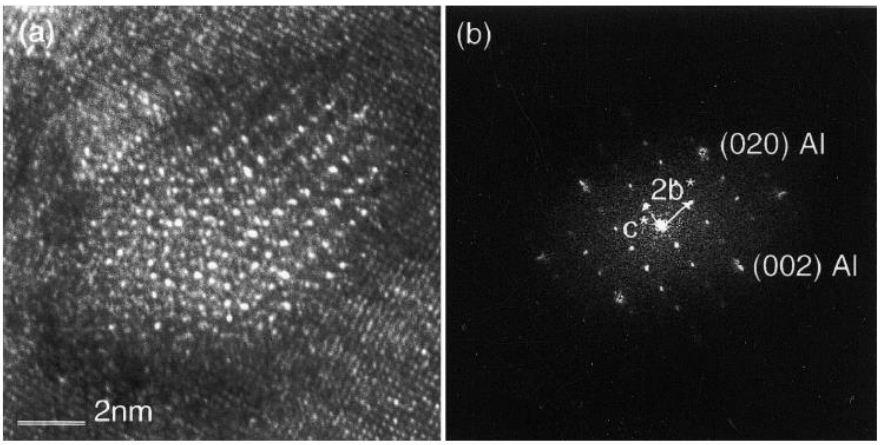


Figure 1-8 : Image haute résolution de la phase S' et transformée de Fourier associée obtenue par METHR [Charai 2000]

Phase S

La phase S dont la composition est Al_2CuMg est la dernière phase se formant lors d'un traitement thermique d'un alliage 2024. Cette phase d'équilibre est cohérente avec la matrice et conduit à une amélioration des propriétés mécaniques. [Perlitz 1943] a été le premier auteur à décrire une structure cristalline orthorhombique avec a=0,400 nm, b=0,923 nm et c=0,714 nm. [Charai 2000] a pu observer la cohérence de la phase S avec la matrice et déterminer des paramètres de maille très proches de ceux de [Perlitz 1943] (cf. Figure 1-9).

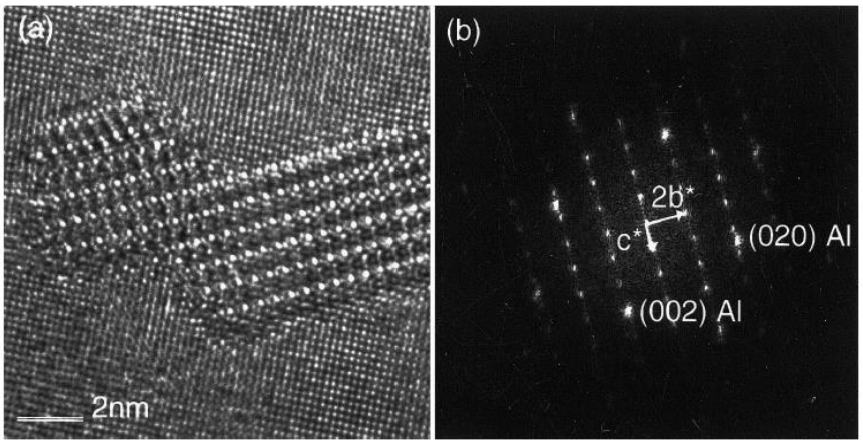


Figure 1-9 : Image haute résolution de la phase S et transformée de Fourier associée obtenue par METHR [Charai 2000]

[Genevois 2005] a dressé un tableau récapitulant les types de maille cristallographique recensés dans la littérature. Les différences concernent principalement le groupe d'espace et le nombre d'atomes par maille. Enfin, [Wang 2005] a étudié ces structures cristallines (cf. Figure 1-10), et en conclut que le modèle de Mondolfo serait le plus pertinent et le plus proche de ce qui est couramment observé en METHR.

Des travaux plus récents font état de deux types de phases S avec une phase S1 ayant les orientations cristallographiques classiques et une phase S2 ayant une orientation décalée d'environ 4 ° à 7 ° [Wang 2007], [Winkelman 2007]. D'après [Styles 2012], la phase S2 serait sous forme de bâtonnets et ses paramètres correspondraient bien à ceux décrits par [Perlitz 1943]. La phase S1 serait quant à elle sous forme de lattes et serait moins stable que la phase S2. [Wang 2007] décrit la précipitation de la phase S de type 2 comme étant dépendante du traitement thermique, de la déformation à froid et de la composition chimique de l'alliage. D'après lui, un échantillon déformé à froid formera uniquement la phase S de type 1, de même

l'augmentation de la teneur en Si favoriserait la précipitation de la phase S1 au détriment de la phase S2. Enfin, la phase S2 a été observée seulement pour des durées de traitement thermique longues [Zhang 1989] (6 h à 250 °C), [Radmilovic 1999] (100 h à 190 °C) et [Kovarik 2006] (16 h à 200 °C).

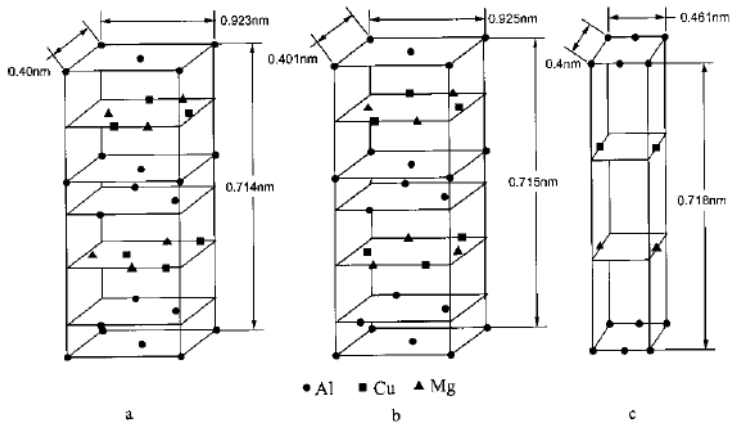


Figure 1-10 : Structure cristallographique de la phase S selon a)[Perlitz 1943] b) [Mondolfo 1976] c) [Yan 1990]

Séquences de précipitation proposées dans la littérature

[Genevois 2004], [Mishra 2016], [Legrand 2015], [Briez 2019] ont fait une synthèse de multiples sources concernant les séquences de précipitation dans l'alliage 2024 au cours d'un maintien à température. Les discussions portent sur l'ordre d'apparition des différentes phases et la présence des zones GPB [Zahra 2002], [Starink 2006], des zones GPB2 et des phases S'' et S'.

De nombreux auteurs s'accordent à dire que la première étape de la séquence de précipitation consiste en l'apparition de clusters et co-clusters (cf. Tableau 1-4). Trois types de clusters et co-clusters, de type Cu-Cu, Mg-Mg ou bien Cu-Mg, peuvent se former dans cet alliage d'après [Marceau 2010]. Seuls [Shih 1996] et [Ives 1983] proposent une séquence de précipitation sans formation de co-clusters.

Après la formation des co-clusters, les avis divergent, certains auteurs décrivant la formation de zones GPB [Reich 2001] [Mishra 2016] tandis que d'autres auteurs considèrent la formation de zones GPB2 / S'' [Wang 2005] [Wang 2006]. Par la suite de nombreux auteurs détaillent une séquence de précipitation en plusieurs branches. C'est notamment le cas de [Charai 2000], [Genevois 2005] et [Khan 2008]. [Charai 2000] et [Genevois 2005] s'accordent à dire que les co-clusters riches en cuivre vont donner lieu à la formation de zones GPB et que les co-clusters riches en magnésium vont engendrer des précipités de phase S. [Shih 1996] et [Ives 1983] ont décrit des séquences de précipitation différentes suivant la température du traitement thermique de revenu. Ceux-ci décrivent une précipitation de zones GPB plutôt à basse température et la formation de phase S à des températures plus élevées. En complément [Ives 1983] a également proposé un diagramme TTT de la précipitation dans un alliage d'aluminium 2024. D'après lui, ce diagramme doit être pris avec précaution, car les domaines de transformation ne sont qu'indicatifs (cf. Figure 1-11). À haute température (200 à 450 °C), la première phase à être créée est la phase S aux joints de grains. Puis, la phase S' se forme sur les dislocations et les dispersoïdes et se transforme au cours du temps en phase S. À plus basse température (50 à 200 °C), les zones GPB sont les premières à apparaître et vont ensuite évoluer en phase S'. Plus

récemment, des auteurs se sont mis à distinguer deux phases S différentes, dénommées S1 (type 1) et S2 (type 2).

Tableau 1-4 : Récapitulatif des séquences de précipitation observées dans la littérature

Référence	Composition de l'alliage	Séquence de précipitation
[Reich 2001]	1,7at.% Mg 1,1at.% Cu	SSSα → Cu-Mg clusters → GPB zone → S
[Charai 2000]	2,03m.% Cu 1,28m.% Mg 2,1m.% Cu 1,3m.% Mg	SSSα → co-clusters riches en magnésium → S' → S SSSα → co-clusters riches en cuivre → GPB zone → S''
[Wang 2006]	2,81m.% Cu 1,05m.% Mg	SSSα → Cu-Mg co-clusters → GPB2/S" → S
[Shih 1996]	3,8-4,9m.% Cu 1,2-1,8m.% Mg	30°C : SSSα → GPB → GPB + GPB2 → GPB2 110 à 190 °C : SSSα → GPB → GPB + GPB2 → GPB2 + S' → GPB2 + S' + S → S' + S → S 240 °C : SSSα → GPB + GPB2 → GPB + GPB2 + S' → S' + S → S
[Ives 1983]	3,8-4,9m.% Cu 1,2-1,8m.% Mg	150 à 450 °C : SSSα → S'→ S 20 à 250 °C : SSSα → GPB → S'
[Mishra 2016]	3,8-4,9m.% Cu 1,2-1,8m.% Mg	SSSα → solute clusters → solute clusters + GPB zone → solute clusters + GPB zone +S → S
[Legrand 2015]	3,8-4,9m.% Cu 1,2-1,8m.% Mg	SSSα → co-clusters/GPB → S' (S)
[Genevois 2005]	3,8-4,9m.% Cu 1,2-1,8m.% Mg	SSSα → co-clusters riches en cuivre → GPB (/GPB2/S''?) SSSα → co-clusters riches en magnésium → S' (S)
[Khan 2008]	3,8-4,9m.% Cu 1,2-1,8m.% Mg	SSSα → Cu : Mg co-clusters/GPB zone SSSα → GPB2/S'' → S'/S
[Wang 2005]		SSSα → co-clusters / GPB → GPB2 / S'' → S' / S
[Bagaryatskii 1952]		SSSα → GPB zones → S'' → S' → S
[Wang 2007]	4,2m.% Cu 1,5m.% Mg	SSSα → co-clusters → S''/GPB2 → S (type 1) → S (type 2)

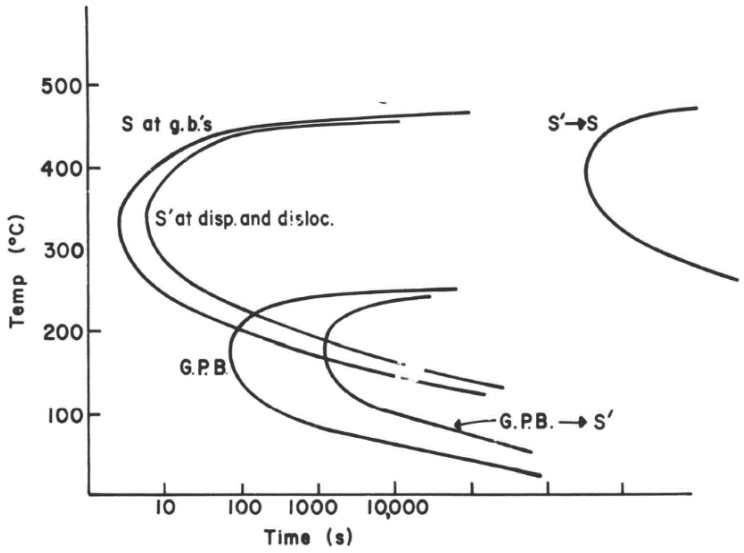


Figure 1-11 : Diagramme TTT d'un alliage2024 [Ives 1983]

Enfin, certains auteurs n'ont pas pu identifier toutes les phases décrites précédemment. C'est le cas de [Khan 2008], [Wang 2005] et [Genevois 2005] au cours d'observations en MET et en METHR. Ils ont donc décidé de rassembler certains états de précipitation, comme la phase S' et la phase S ou encore les zones GPB2 et la phase S''. Cette hypothèse a été alors adoptée par

[Genevois 2005] et [Legrand 2015] pour diminuer les temps de calcul permettant la simulation de la précipitation en ayant moins de phases à prendre en compte. De même dans la suite de l'étude, nous reprendrons la séquence de précipitation proposée par [Legrand 2015] afin de faciliter la simulation en prenant en compte l'évolution de deux phases uniquement, la phase S et les zones GPB / co-clusters. La phase S et la phase S' seront assimilées comme étant une seule phase tout comme les zones GPB et les co-clusters. Ainsi, en accord avec la littérature, la précipitation dans le matériau à l'état T3 sera considéré comme essentiellement composé de zones GPB / co-clusters tandis que la phase S'(S) sera majoritairement présente à l'état T6.

1.1.4.2. Suivi des cinétiques de précipitation dans l'alliage 2024

Utilisation de la calorimétrie différentielle à balayage

Outre l'utilisation de la microscopie électronique, de nombreux auteurs ont étudié la séquence de précipitation dans cet alliage au travers d'essais de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique permet en chauffant ou refroidissant un échantillon à faible vitesse (typiquement de 10 à 50 °C/min) de suivre les transformations de phase à l'état solide (endothermique ou exothermique), caractéristiques des changements de l'état de précipitation dans l'alliage.

Pour le cas de l'alliage d'aluminium 2024 à l'état trempé, on peut observer deux pics de dissolution (transformation endothermique) et deux pics de précipitation (transformation exothermique) sur les courbes DSC (cf. Figure 1-12). D'après [Shih 1996], le pic A correspond à la précipitation des zones GPB. Pour [Briez 2019] et [Zhang 2014], il traduirait la création de co-clusters. Dans notre cas, ce pic ne sera pas présent puisque l'on part d'un matériau à l'état T3 ce qui implique que la formation de zones GPB ou de co-clusters a déjà eu lieu lors de la maturation. Ensuite, on observe un double pic de réversion (noté B et C), le premier pic serait dû à la réversion[2] des zones GPB et le second à celle des zones GPB2 ou à la dissolution de la phase S'' puisqu'elles sont difficiles à différencier [Jena 1989], [Shih 1996], [de Abreu 2017] et [Yang 2011]. [Briez 2019], [Zhang 2014] et [Gao 2002] attribuent ce double pic à la réversion des co-clusters et des zones GPB. On peut également noter que certains auteurs observent uniquement un pic correspondant à la réversion des zones GPB pour [Genevois 2004] ou à la réversion des co-clusters et à la dissolution de la phase S'' pour [Wang 2006]. Enfin, tous les auteurs s'accordent à dire que les deux derniers pics (D et E) correspondent à la précipitation de la phase S (ou S'(S)) puis à la dissolution de cette même phase. [Wang 2007] a observé un dédoublement du pic de précipitation de la phase S lors d'essais en DSC. Il a relié le premier pic à la précipitation de la phase S1 et le deuxième à celle de la phase S2.

[2] Le terme réversion sera attribuée à la disparition des phases métastables (zones GPB) et des co-clusters et le terme dissolution à celle des phases d'équilibre (S', S)

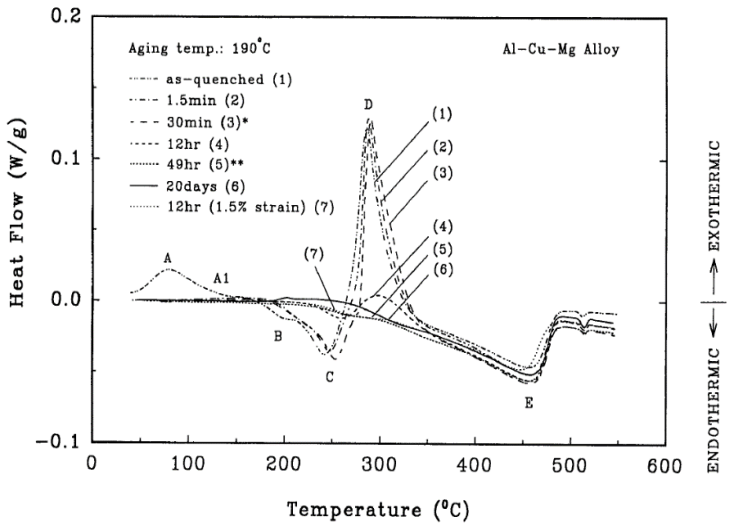


Figure 1-12 : Courbes de calorimétrie différentielle à balayage d'un alliage 2024 à l'état trempé et après différents temps de maintien à 190 °C (chauffe à 10 °C/min) [Shih 1996]

[Mishra 2016] et [Wang 2006] ont également établi des domaines de température pour la précipitation et la réversion / dissolution des zones GPB et de la phase S (cf. Tableau 1-5). Ces valeurs sont issues d'essais en DSC couplés à une analyse en microscopie électronique en transmission. Selon eux, les zones GPB se forment à basse température et jusqu'à 160 °C. Elles se dissolvent ensuite à partir de 180 °C ce qui correspond au pic endothermique observé sur les diagrammes obtenus en DSC. La phase S précipite d'après les analyses entre 260 et 320 °C et elle est dissoute au-delà de cette température.

Tableau 1-5 : Températures de précipitation et dissolution des différentes phases présentes dans l'alliage 2024 [Mishra 2016], [Wang 2006]

Phase	Température (°C)	
	Précipitation	Dissolution / réversion
GPB zones	T_{amb} - 160	180 et au-delà
S (Al_2CuMg)	260 - 320	320 et au-delà

Evolution de la dureté

De nombreux auteurs ont étudié l'effet de la durée du traitement thermique sur la dureté d'un alliage 2024. Ces mesures ont été couplées à des analyses en MET ou en DSC afin d'attribuer les évolutions de dureté à l'évolution de l'état microstructural et donc à l'état de précipitation de l'alliage. La Figure 1-13 présente l'évolution de dureté classiquement observée lors d'un traitement thermique entre 110 et 240 °C pour ce type d'alliage en partant de l'état trempé [Ebrahimi 2017], [Reich 2001], [Wang 2005], [Shih 1996] et [Marceau 2010]. La première augmentation de dureté est souvent décrite comme étant responsable d'environ 60 % de la dureté maximale [Ringer 2000]. Ensuite, un palier de dureté est constaté, la durée de ce palier diminuant quand la température du traitement thermique croît. Après ce plateau, un second pic est observé qui correspond au maximum de dureté de l'alliage. Enfin, la dureté baisse lors de la coalescence des précipités.

Il est communément admis que l'augmentation de la dureté de la phase I (cf. Figure 1-13) provient de la formation de co-clusters Cu-Mg [Wang 2005], [Reich 2001], [Starink 2005] et [Marceau 2010]. De plus, [Marceau 2010] suggère que la composition ainsi que la taille des co-clusters ont une influence significative sur l'augmentation de dureté. Ainsi, d'après lui, les co-

clusters les plus durcissants sont constitués de 3 à 10 atomes et ont un ratio Mg : Cu supérieur à 2.

Le plateau de dureté correspondant à la phase II (cf. Figure 1-13) provient de la croissance des co-clusters [Reich 2001], [Wang 2005] et [Marceau 2010]. Ce dernier a observé que la taille maximale des co-clusters est passée de 22 atomes après un traitement thermique de 60 secondes à 150 °C à 43 atomes après un traitement thermique d'une heure à 150 °C. Il a également pu noter une augmentation de la densité des petits co-clusters (< 20 atomes). Cependant, ceux-ci ont un ratio Mg : Cu plus faible ce qui entraîne une baisse de l'effet durcissant.

Enfin, le pic de dureté que l'on peut constater dans la phase III (cf. Figure 1-13) provient de la précipitation de phase S [Reich 2001], [Wang 2005] et [Shih 1996]. D'après [Wang 2005] et [Shih 1996], il peut y avoir coexistence de la phase S avec les zones GPB et les zones GPB2.

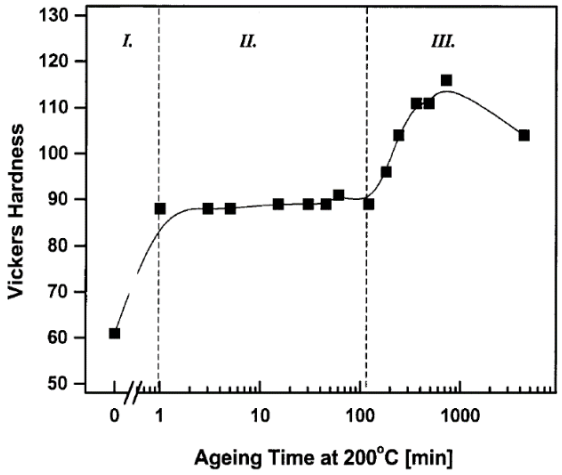


Figure 1-13 : Évolution de la dureté au cours d'un traitement thermique à 200 °C pour un alliage de composition Al-1,7 at.% Mg-1,1 at.% Cu [Reich 2001]

[Shih 1996] et [Ebrahimi 2017] ont étudié l'effet de la température du traitement thermique sur la dureté du matériau en partant de l'état trempé (cf. Figure 1-14). Ils ont pu constater que l'augmentation de la température permet de diminuer le temps nécessaire à l'obtention de la dureté maximale. Enfin, on peut observer que lorsque la température de traitement thermique croît, la dureté maximale atteinte a tendance à baisser.

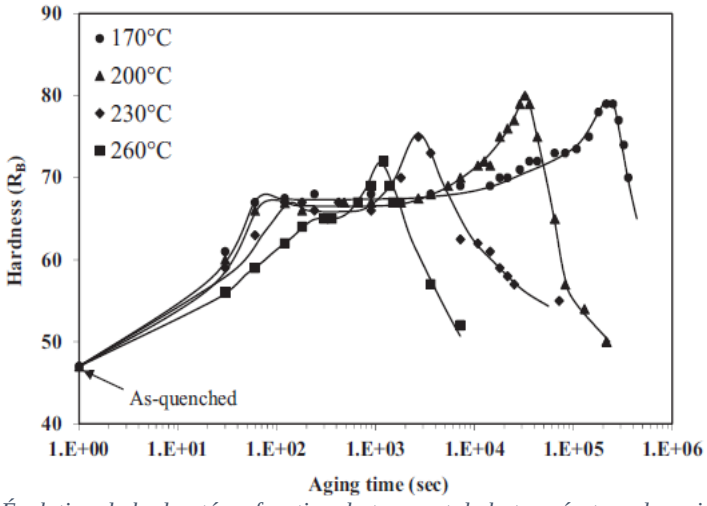


Figure 1-14 : Évolution de la dureté en fonction du temps et de la température de maintien pour un alliage 2024 à l'état trempé [Ebrahimi 2017]

Evolution de la conductivité électrique

La dureté n'est pas la seule propriété à évoluer avec la durée de traitement thermique. La conductivité électrique varie également lors de celui-ci. En effet, pendant le traitement thermique, la phase S va précipiter et va appauvrir la matrice en élément d'addition (Cu et Mg). La matrice va ainsi se rapprocher de la composition de l'aluminium et de sa conductivité électrique. La conductivité électrique de l'alliage va donc augmenter lors de la précipitation de la phase S. Ce phénomène a pu être observé par plusieurs auteurs [Briez 2019], [Lee 2007], [Preston 2004]. Ces auteurs ont tout d'abord constaté un palier de conductivité électrique (cf. Figure 1-15) attribué à l'augmentation de taille des co-clusters ou des zones GPB. Ensuite, on peut distinguer deux zones, une première augmentation rapide de la conductivité électrique provenant de la précipitation de la phase S'(S). La seconde hausse de la conductivité électrique est plus faible et serait due à la coalescence des précipités S'(S) favorisant la conductivité électrique dans une moindre mesure [Briez 2019].

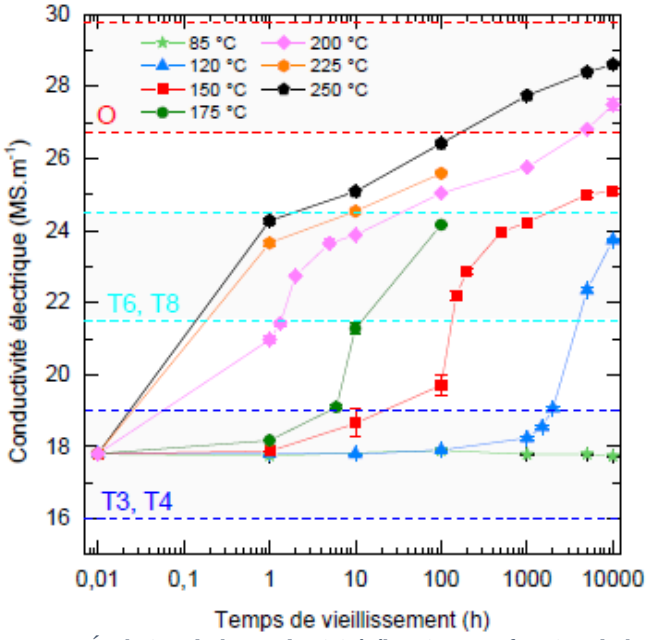


Figure 1-15 : Évolution de la conductivité électrique en fonction de la durée du traitement thermique à différentes températures pour un alliage 2024-T3 [Briez 2019]

Quelques auteurs ont étudié l'évolution de la conductivité électrique pendant un traitement thermique à température constante en partant d'un état trempé. Ils ont alors observé dans les premiers instants du traitement thermique une légère diminution de la conductivité électrique. [Shih 1996] a pu constater cette baisse sur des alliages d'aluminium 2024 (cf. Figure 1-16). En corrélant avec les résultats obtenus en DSC et en MET, il en a conclu que cette diminution serait due à la formation des zones GPB. [Sato 2003] a également observé le même phénomène via une augmentation de la résistivité électrique (et donc une diminution de la conductivité) pour des alliages d'Al-Cu-Mg avec différents éléments d'addition lors de la maturation à température ambiante. La présence de ces éléments d'addition va jouer le rôle de catalyseur de la formation des zones GPB et peut également influer sur leur quantité formée et donc sur l'amplitude de l'augmentation de résistivité électrique. D'après [Rosen 1982] et [Briez 2019], cette augmentation de la résistivité électrique lors de la formation des zones GPB est due à un effet de taille permettant aux zones GPB d'agir comme des centres diffusants piégeant les électrons. Toutefois, l'effet de la formation des zones GPB sur la conductivité électrique est bien plus faible que celui de formation de la phase S.

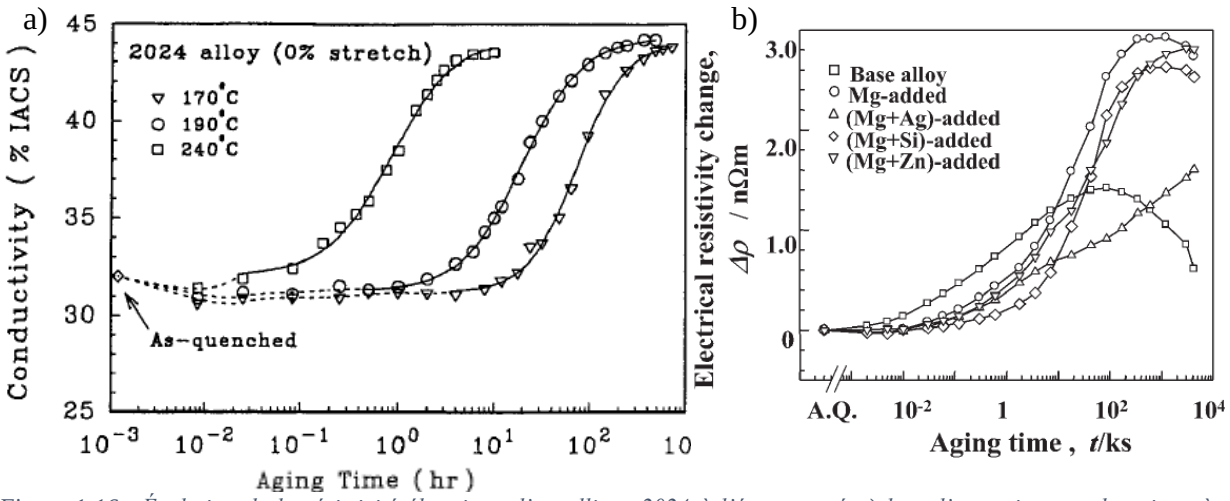


Figure 1-16 : Évolution de la résistivité électrique d'un alliage 2024 à l'état trempé a) lors d'un traitement thermique à différentes températures [Shih 1996] b) lors de la maturation à température ambiante [Sato 2003]

Comme la conductivité électrique et la dureté sont très liées à l'état de précipitation dans cet alliage, [Briez 2019] a décidé de comparer les deux évolutions (cf. Figure 1-17). [Briez 2019] a ainsi pu constater que le changement de pente pour la conductivité électrique est situé au-delà du pic de dureté. Cela lui permet de définir un domaine de conductivité électrique (jusqu'à 23 MS/m) où la phase S est en croissance. Au-delà de cette valeur, la phase S commence à coalescer ce qui entraîne une baisse des propriétés mécaniques de l'alliage 2024 d'après l'auteur.

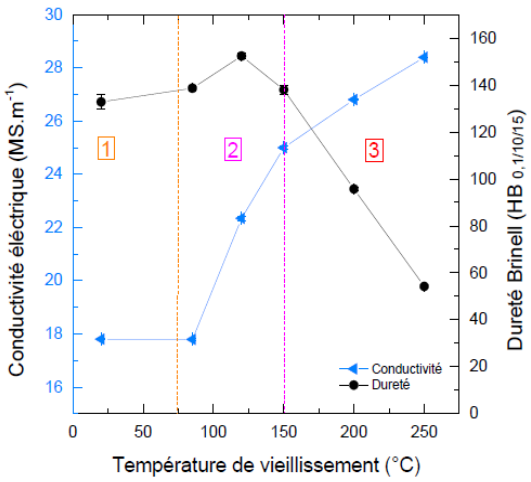


Figure 1-17 : Comparaison de l'évolution de dureté et de conductivité électrique lors d'un traitement thermique de 5000 h à différentes températures d'un alliage 2024-T3 [Briez 2019]

Cet auteur est allé plus loin en reliant les évolutions de la limite d'élasticité à l'ambiante et la conductivité électrique après différents traitements thermiques (temps, température) en partant de l'état T3 ou de l'état T8 (cf. Figure 1-18). On peut constater une très bonne corrélation entre les évolutions des deux propriétés et ce, quel que soit l'état de départ (ici T3 ou T8). Cet auteur a ainsi pu établir deux droites de tendance pour relier l'évolution de conductivité électrique à l'évolution de limite d'élasticité pour la partie précipitation de la phase S et pour la partie coalescence de cette même phase. Ce travail lui a permis de définir des cartographies reliant la durée d'histoire thermique avec l'état microstructural et les propriétés mécaniques obtenues. Cette étude peut permettre un point de comparaison pour les cycles thermiques FSW en ZAT (zone affectée thermiquement) à des températures inférieures à 250 °C. Toutefois, dans le cadre

de cette thèse, les températures atteintes sont supérieures (jusqu'à 350 °C dans la ZAT) à celles étudiées par [Briez 2019] et les temps de traitement thermique bien plus courts. Si l'on désire utiliser la mesure de conductivité ou résistivité électrique comme suivi de l'évolution de la microstructure, il est donc nécessaire de compléter les données de [Briez 2019] dans la gamme de temps et de température correspondant au soudage FSW.

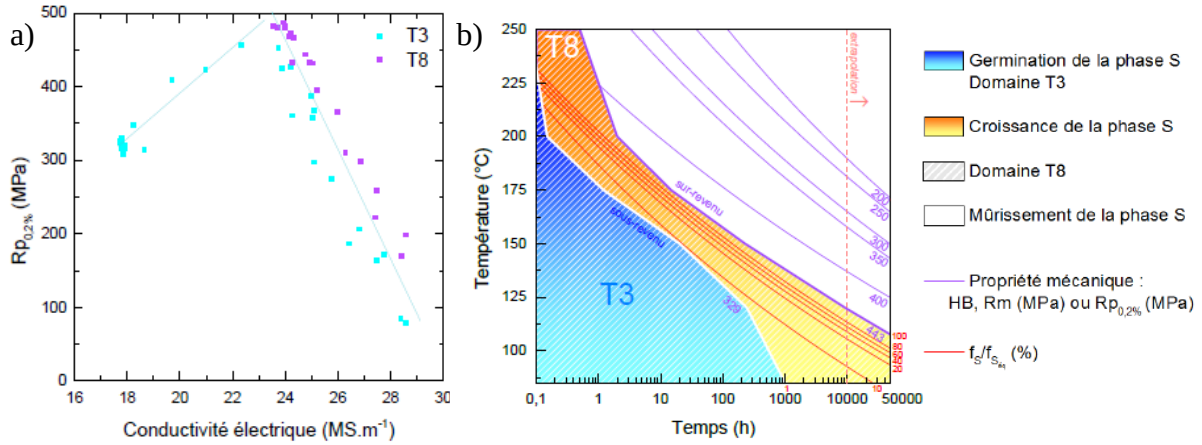


Figure 1-18 : a) Comparaison entre les mesures de conductivité électrique et la limite d'élasticité après traitement thermique de l'alliage 2024 à l'état T3 et T8 [Briez 2019] b) Cartographie reliant le temps passé à température et les domaines de transformations microstructurales de l'alliage

1.1.5. L'alliage d'aluminium 2050

L'alliage 2050 est couramment classé dans la catégorie des alliages Al-Cu-Li qui sont les trois principaux éléments le constituant (cf. Tableau 1-6). Ce matériau sera soudé à l'état T34 ce qui signifie qu'il aura été trempé après le traitement de mise en solution puis déformé de 3,5 % et enfin mûri à température ambiante. Il subira après soudage un traitement thermique de revenu pour atteindre l'état T8 afin d'obtenir les propriétés mécaniques optimales.

Tableau 1-6 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2050 AMS 4372-2019

Li (%m)	Cu (%m)	Mg (%m)	Mn (%m)	Zr (%m)	Ag (%m)	Al (%m)
0,7-1,3	3,2-3,9	0,2-0,6	0,2-0,5	0,06-0,14	0,2-0,7	Complément

1.1.5.1. Séquence de précipitation

La séquence de précipitation dans cet alliage est moins sujette au débat que celle de l'alliage 2024. Toutefois, deux séquences de précipitation ont été observées dans la littérature. La première a été proposée par [Dubost 1991] et reprise par [Proton 2012]. Cette séquence de précipitation n'est pas particulière à l'alliage 2050, mais est décrite pour tous les alliages Al-Li-Cu avec un rapport atomique Li/Cu inférieur à 1. Est alors considérée la séquence de précipitation suivante :

Solution solide sursaturée→ δ' (Al_3Li) → T'→ T1 (Al_2CuLi)

Dans cette séquence, la phase T' est aussi appelée T_B' ou θ', car sa structure cristallographique est proche de celle de la phase T_B ($Al_{7,5}Cu_4Li$) et de la phase θ' (Al_2Cu).

Cependant, une autre séquence de précipitation, cette fois-ci propre à l'alliage 2050, a été proposée par [Chung 2018]. Cette séquence est composée de deux étapes, la première correspond à la création de zones GP ayant différentes orientations. Ces orientations sont caractéristiques de précipités (T_1, θ' et S) qui se formeront ensuite lors d'un traitement thermique. [Araullo-Peters 2014] a constaté, pour des durées de traitement thermique très

courtes, la présence de la phase T_1 au niveau des dislocations. À l'inverse, la phase S et la phase θ' ont été observées pour des durées de traitement thermique plus importantes.

Solution solide sursaturée →GP (T_1) → T_1
→GP (θ'') → θ'
→GPB → S

[Wang 2020] a quant à lui étudié un alliage dans la gamme de composition du 2050 avec différents états de départ et a pu observer des différences concernant les phases présentes dans le matériau. Ainsi pour un alliage à l'état trempé (« WQ ») et donc avec une faible densité de dislocations, des zones GP et des co-clusters Cu-Mg peuvent être observés après des durées de revenu courtes à 155 °C. De plus, les atomes de Cu, Mg et Ag vont s'accumuler au niveau des dislocations. Ces derniers agiront comme précurseur de la précipitation de la phase T_1 au niveau des dislocations. Ainsi, aux temps longs, la phase T_1 est observable tout comme la phase θ' formée à partir des zones GP et la phase σ ($Al_5Cu_6Mg_2$) formée à partir des co-clusters Cu-Mg. L'augmentation de la densité de dislocations (« PD sample ») permet de réduire la formation de zones GP et de co-clusters Cu-Mg en mobilisant plus d'éléments au niveau des dislocations. Ainsi, pour les durées de revenu longues, la phase T_1 est alors plus fine et en quantité plus importante. De même, la quantité de phase θ' est fortement réduite et la phase σ n'a pas été observée par l'auteur. Enfin, pour un alliage avec un taux de dislocation important et une maturation (« PD-NA sample ») correspondant à l'état T34, l'auteur a pu observer avant le traitement thermique la présence de co-clusters Mg-Ag. Ceux-ci agiraient également comme sites de germination pour la phase T_1 ce qui mènerait à une précipitation de la phase T_1 encore plus importante avec des tailles de précipités réduites.

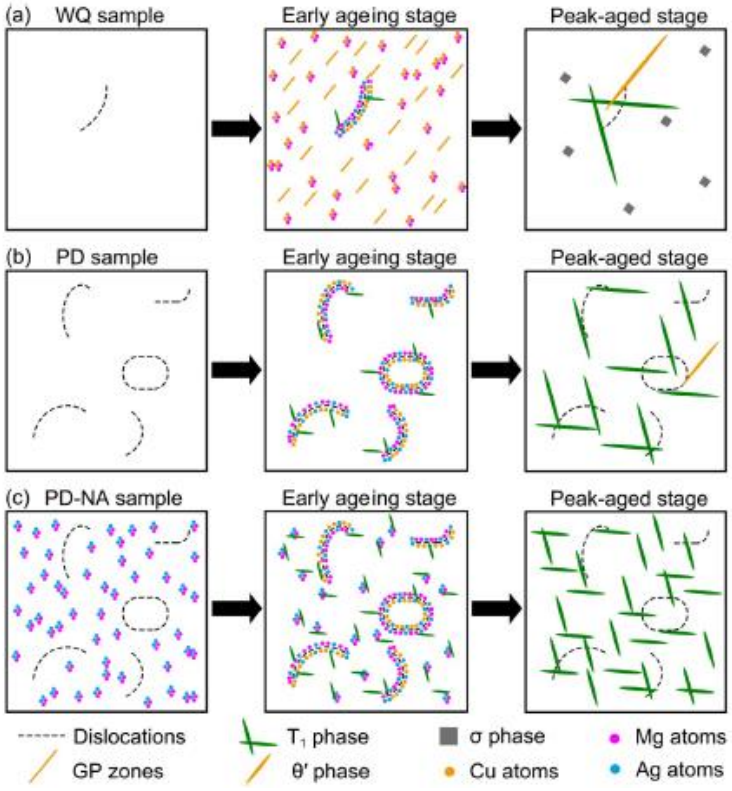


Figure 1-19 : illustration de l'évolution microstructurale suivant l'état de départ de l'alliage [Wang 2020]

La précipitation dans cet alliage s'avère donc complexe. Toutefois, la phase T1 est connue pour être majoritairement responsable de la forte augmentation des propriétés mécaniques dans cet alliage [Deschamps 2013]. Notre étude se concentrera principalement sur cette phase afin de pouvoir simuler au mieux la dureté du matériau. Ainsi, l'alliage à l'état T34 sera considéré comme composé majoritairement de clusters et de zones GP tandis que la phase T_1 sera quant à elle majoritaire dans le matériau à l'état T8.

Description des différents types de précipités

Zones GP et GPB

Plusieurs auteurs ont observé les zones GP précurseurs de la phase T_1 ou de la phase θ'. [Chung 2018] a également observé des zones GPB précurseurs de la phase S (cf. Figure 1-20) qui ont été décrites dans la partie 1.1.4.1. Les zones GP(T_1) sont considérées comme étant des précurseurs de la phase T_1. Cette phase se forme sur les plans $(1\bar{1}1)_{Al}$ et $(1\bar{1}\bar{1})_{Al}$, elle est décrite par [Gao 2015] comme étant composée d'une couche atomique d'aluminium située entre deux couches atomiques de cuivre. De la même manière, les zones GPB(θ'') sont des précurseurs de la phase θ' d'après [Chung 2018]. Cette phase se formerait selon le plan $(020)_{Al}$ et serait composée d'une couche atomique de cuivre.

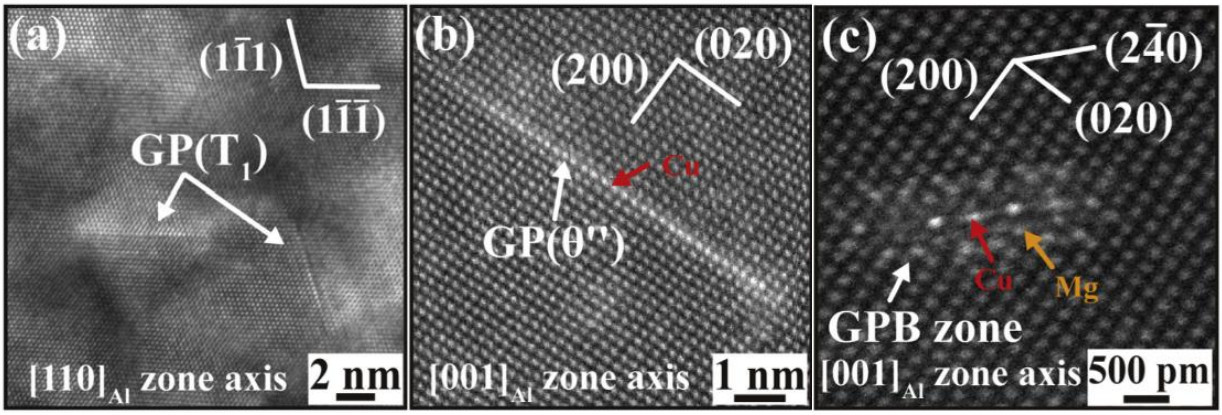


Figure 1-20 : Image des zones GP précurseurs de la phase T_1, de la phase Θ' et de la phase S obtenue par METHR dans un alliage 2050 [Chung 2018]

Phase δ'

D'après [Dubost 1991] et [Shen 2006], la phase δ' est cohérente avec la matrice avec un faible écart paramétrique avec le réseau de la matrice. De plus, [Dubost 1991] décrit cette phase comme étant de forme sphérique (cf. Figure 1-21). [Decreus 2010] nous rappelle que les origines de la précipitation de cette phase ne sont pas encore bien connues. On sait néanmoins que la germination de ces précipités s'effectue rapidement et à température ambiante après la trempe. Cette phase n'est pas présente dans l'alliage 2050 d'après [Chung 2018].

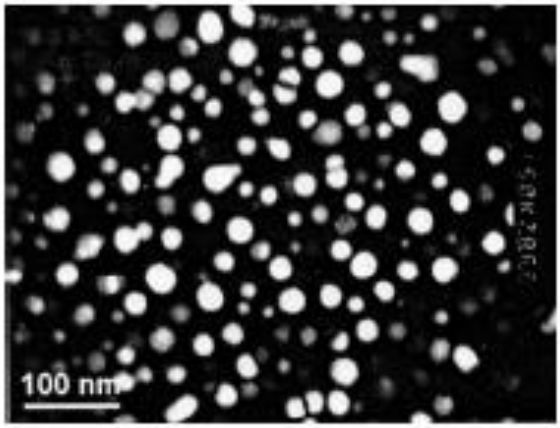


Figure 1-21 : Image en microscopie électronique en transmission de la phase δ' dans un alliage 2090 [Shen 2006]

Phase T'

[Dubost 1991] a décrit la phase T' comme étant des plaquettes parallèles aux plans $\{100\}_{Al}$ (cf. Figure 1-22). Cette phase est très semblable aux phases T_B' et θ'. [Proton 2012] ajoute que la composition de cette phase est $Al_2Cu(Li)$ donc avec la possibilité de présence d'atomes de lithium. [Satnfort 1985] a déterminé la structure cristallographique de cette phase. D'après lui, la phase T' possède une structure tétragonale avec a=0,575 nm et c=0,608 nm. Il a également mesuré la composition de cette phase et a obtenu un ratio $C_{Cu} : C_{Al}$ compris entre 0,5 et 1 dû aux incertitudes de mesure. Cette phase n'est pas identifiée dans l'alliage 2050 par [Chung 2018].

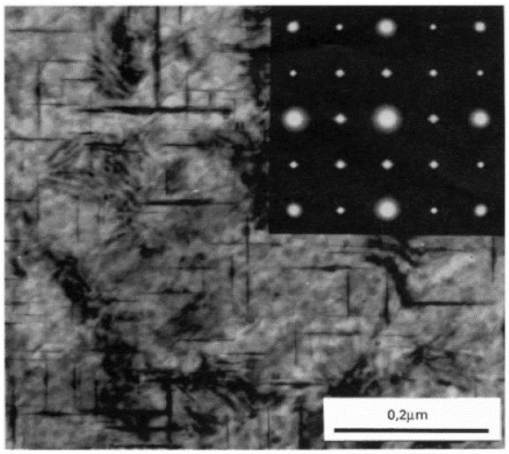


Figure 1-22 : Image de la phase T' parallèle aux plans $\{100\}_{Al}$ et de la phase T_1 suivant $\{111\}_{Al}$ dans un alliage 2090 [Dubost 1991]

Phase Θ'

La phase θ' est une phase métastable et semi-cohérente avec la matrice d'après [Yoshimura 2003]. La composition de cette phase est Al_2Cu, sa structure cristallographique est tétragonale avec a=0,404 nm et c=0,580 nm (cf. Figure 1-23). Cette phase contribue de façon importante aux propriétés mécaniques pour les alliages Al-Cu. Dans le cas d'un alliage Al-Cu-Li comme l'alliage 2050, la phase θ' n'est pas connue pour jouer un rôle important sur le plan des propriétés mécaniques. Ceci serait en partie dû à la présence d'une faible quantité de cette phase dans ce type d'alliage.

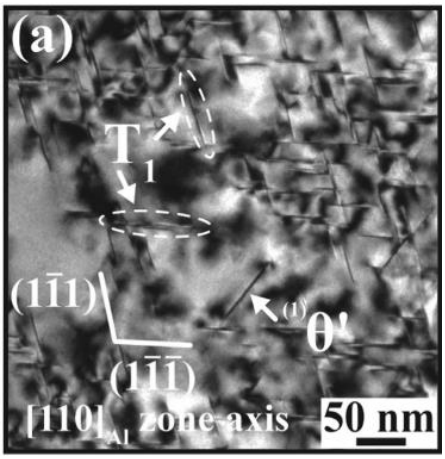


Figure 1-23 : Image de la phase Θ' obtenue par METHR dans un alliage 2050 [Chung 2018]

Phase T_1

La phase T_1 précipite sous forme de fines plaquettes hexagonales dans les plans $\{111\}_{Al}$ d'après [Dubost 1991]. La nucléation de cette phase se fait principalement aux joints de grains et au niveau des dislocations. [Cassada 1991] a étudié la croissance des précipités T_1, il a pu observer que la nucléation se fait par un mécanisme de dissociation des dislocations. Il a aussi constaté qu'une déformation mécanique engendrant une augmentation du taux de dislocations favorise la précipitation de la phase T_1. Ces conclusions ont également été rapportées par [Zhiguo 2005] et [Decreus 2013]. [De Geuser 2014] rappelle que les précipités T_1 sont très fins avec une épaisseur de 1 à 2 nm pour une longueur d'environ 50 nm (cf. Figure 1-24 de [Decreus 2013]**)**. [Zhiguo 2005] et [Huang 1998] ont étudié l'effet de la présence de magnésium et d'argent sur la précipitation. Ils ont pu en conclure que l'ajout de ces deux éléments encourage la formation de précipité T_1. En effet, il existe une forte affinité entre les atomes de Li et d'Ag et entre ceux de Mg et de Cu ce qui permet aux co-clusters Mg-Ag de favoriser la précipitation de la phase T_1 comme a pu le constater [Wang 2020].

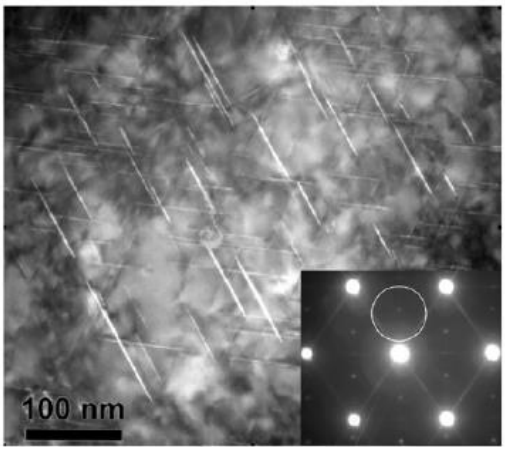


Figure 1-24 : Image de la phase T_1 obtenue par METHR [Decreus 2013]

1.1.5.2. Suivi des cinétiques de précipitation par DSC

De nombreux auteurs ont étudié la séquence de précipitation d'un alliage 2050 à l'état T34 au travers d'essais en DSC (cf. Figure 1-25). Les différents auteurs s'accordent à dire que le premier pic de dissolution (A) apparaissant autour de 140 °C est dû à la réversion des zones GP. Pour [Sidhar 2017], [Entringer 2019] et [Milagre 2018], le second pic situé à 220 °C (B)

serait dû à la dissolution de la phase δ'. Toutefois, [Sidhar 2016] explique que pour un alliage Al-Cu-Li avec une concentration en lithium inférieure à 1 %, la formation de la phase δ' n'est pas possible. [Malard 2015] et [Avettand-Fènoël 2016] attribuent ce deuxième pic (B) à la réversion d'autres types de clusters. [Deschamps 2017] a étudié cette zone de dissolution sur trois alliages de composition différente compris dans le domaine de l'alliage 2050, le premier est composé de 0,7 %m de Li et 0,3 %m de Mg (nommé alliage de base), un alliage avec un taux de magnésium plus important avec 0,6 %m et un alliage avec davantage de lithium (1,4 %m). Pour le matériau de base, le second pic de dissolution (B) serait dû à la réversion des zones GP et de clusters contenant du magnésium. Ce pic (B), pour l'alliage avec un taux élevé de magnésium, est attribué à la dissolution des zones GPB. Enfin, pour l'alliage riche en lithium, le premier pic de dissolution (A) serait dû à la perte d'ordre de la solution solide d'Al-Li et le second pic (B) est attribué à la dissolution des précipités δ'. Après ces deux pics de dissolution, on remarque un pic de précipitation (C) qui provient de la formation de la phase T_1. Les différents auteurs s'accordent à dire que le deuxième pic de précipitation (D) est dû à l'épaississement des précipités T_1. On observe ensuite une large zone endothermique (G) qui correspond à la dissolution de la phase T_1. Dans cette zone de dissolution, on peut constater deux zones moins endothermiques que le reste (E et F). Ces zones seraient dues d'après [Avettand-Fènoël 2016] à la compétition entre la dissolution de la phase T_1 et la précipitation de la phase θ' (E) puis à la précipitation de la phase S (F).

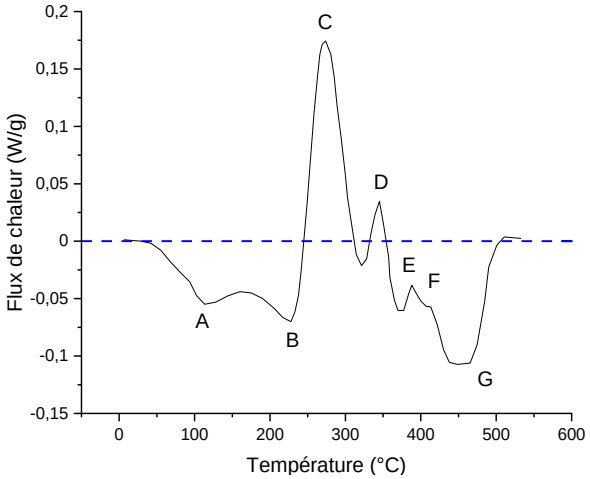


Figure 1-25 : Courbe DSC d'un alliage 2050-T34 extraite de [Malard 2015]

1.1.5.3. Conséquence d'un revenu sur la dureté et la conductivité électrique

L'effet d'un traitement thermique à 155 °C permettant d'atteindre l'état T8 de l'alliage 2050 a été étudié par de nombreux auteurs. [Malard 2015] a pu observer une baisse de la dureté dans les premiers instants du traitement thermique dû à une réversion des clusters / co-clusters présents dans le matériau à l'état T34 (cf. Figure 1-26). La dureté augmente ensuite brutalement au bout de 2 heures de traitement thermique. Cette forte hausse de la dureté provient de la précipitation de la phase T_1. Le pic de dureté est atteint après 20 à 30 h de traitement thermique à 155 °C. Le diamètre des précipités a alors atteint un palier. La dureté commence à diminuer lorsque le traitement thermique dépasse les 100 heures à 155 °C, phénomène correspondant à l'épaississement des précipités de phase T_1.

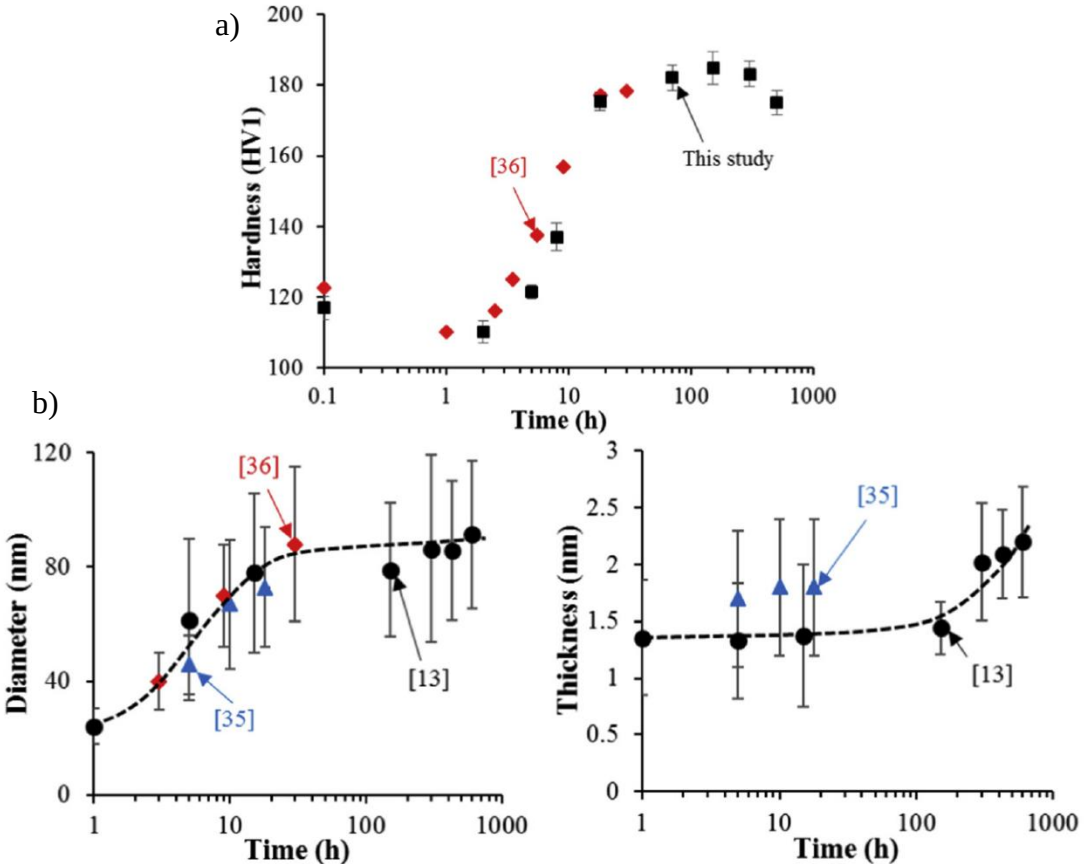


Figure 1-26 : a) évolution de la dureté lors du traitement thermique à 155 °C d'un AA 2050-T34 [Li 2019] (« this study »), [Proton 2014] (36), b) évolution du diamètre de l'épaisseur des précipités T_1 au cours du traitement thermique [Yan 2018] (13), [Chung 2018] (35) et [Proton 2014] (36)

L'évolution de la résistivité électrique d'un Al-Cu-Li en fonction de la température et du temps de traitement thermique a été étudiée par [Thompson 1973]. On peut constater que la résistivité électrique croît lors du maintien en température. [Thompson 1973] attribue cette hausse à la précipitation de la phase T_1 (cf. Figure 1-27). L'auteur nous explique également que l'évolution de la résistivité électrique est plus importante quand la température augmente. D'après lui, il est difficile de constater des évolutions de résistivité électrique lors de la précipitation de la phase T_1 pour des températures inférieures à 100 °C. L'évolution observée est à l'opposé de celle attendue pour un phénomène de précipitation. L'auteur l'explique par une résistivité électrique intrinsèque des précipités T_1 qui surpasse la baisse de résistivité électrique liée à l'appauvrissement de la matrice en élément d'alliage. La résistivité de la phase T_1 est également bien plus importante que celle de la phase S d'après les observations de [Thompson 1973] (cf. Figure 1-27). Pour [Yamamoto 1995], [Khan 2008], [Khan 2008] et [Buck 1989], l'augmentation de résistivité électrique lors de la précipitation de la phase T_1 serait dû à la présence d'un champ de déformation autour de ces précipités venant gêner le passage des électrons. D'après ces derniers, l'augmentation du rayon des précipités T_1 aurait alors tendance à diminuer ce champ de déformation ce qui conduirait à une diminution de la résistivité électrique. Cependant, à notre connaissance aucun article ne s'intéresse à l'évolution de la résistivité électrique d'un alliage 2050 lors d'un traitement thermique. Il reste donc à confirmer l'étude de [Thompson 1973] sur la possibilité de suivre la précipitation de la phase T_1 dans un alliage 2050 pendant un traitement thermique à 155 °C.

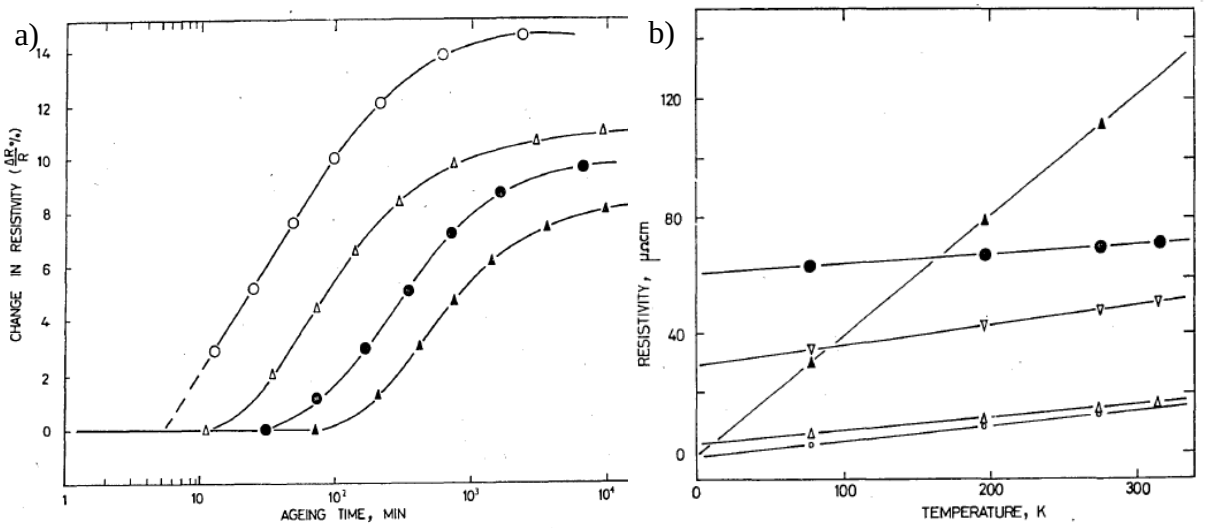


*Figure 1-27 : **a)** Évolution de la résistivité électrique lors d'un traitement thermique Al-2,5 Cu-1,5 Li (% massique) : ▲ 180 °C, ○ 250 °C ; Al-3,5 Cu-1,5 Li (% massique) : ● 180 °C, △ 250 °C ; **b)** Évolution de la résistivité de différents composés en fonction de la température ●γ (Ag2Al), ▽ T1 (Al2CuLi), △ S (Al_2CuMg), ○ θ ($CuAl_2$), ▲ bismuth [Thompson 1973]*

1.2. Soudage par friction malaxage (FSW)

1.2.1. Principe

Le soudage par friction malaxage (Friction Stir Welding, FSW, en anglais) est un procédé de soudage récent ayant été inventé en 1991 par The Welding Institute (Cambridge, Royaume-Uni). Ce procédé présente l'avantage de conserver les pièces à assembler à l'état solide sans fusion de l'interface. Son principe consiste à apporter de la chaleur par friction rotative à la jonction de deux pièces à l'aide d'un outil dont une partie, appelée pion, pénètre dans la matière (cf. Figure 1-28). L'échauffement lié au frottement du pion en rotation ainsi qu'aux déformations plastiques engendrées par le malaxage permet alors l'assemblage des pièces. L'autre partie de l'outil est constituée d'un épaulement qui exerce une pression verticale sur les deux pièces en cours d'assemblage. Selon les pièces à assembler, l'outil peut présenter différentes morphologies, le pion pouvant notamment être fileté afin de favoriser le brassage vertical de la matière. [Mishra 2005] récapitule les différentes formes de pion et d'épaulement pouvant être classiquement utilisées. Dans le cas de soudage de tôles de même épaisseur une semelle (ou enclume) située en face arrière vient agir comme support envers pour les tôles.

En début de réalisation de la soudure, le pion en rotation est mis en contact avec l'interface entre les deux pièces. Ceci va provoquer l'échauffement de la matière et va rendre le matériau « pâteux » permettant ainsi au pion de rentrer dans les pièces. L'épaulement se retrouve alors au contact de la face supérieure du matériau ce qui permet d'augmenter fortement l'apport de chaleur par friction. Une fois cette étape réalisée, l'outil en rotation se déplace le long de l'interface afin de déformer plastiquement et malaxer les deux matériaux. A la fin du soudage, l'outil est retiré de la matière ce qui laisse un trou dans le cordon de soudure. Il est important de s'affranchir des extrémités du cordon de soudure pour avoir des propriétés homogènes le long du cordon de soudure.

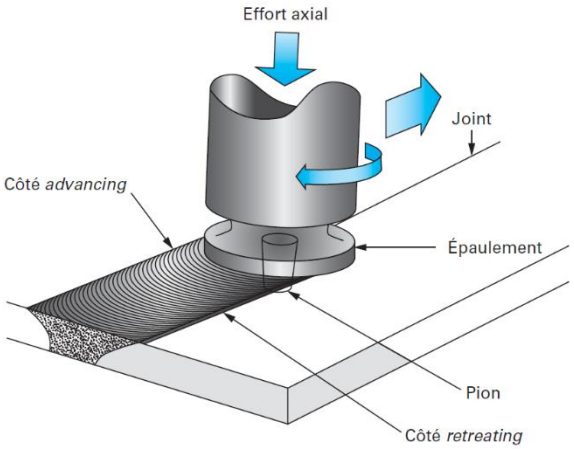


Figure 1-28 : Schéma de principe du soudage par friction malaxage (FSW) [Feulvarch 2011]

Les propriétés du joint soudé dépendent principalement de trois paramètres :

- la force appliquée au niveau de l'épaulement (7 à 16 kN) [Frigaard 2001], [Jemal 2010]
- la vitesse de rotation (200 à 1500 tr/min) [Genevois 2005], [Frigaard 2001]
- la vitesse d'avance (40 à 1000 mm/min) [Eramah 2014], [Genevois 2005]

Ces paramètres vont notamment influer sur la déformation dans le noyau soudé et sur l'histoire thermique que subit le matériau lors de l'opération de soudage. Par exemple, l'augmentation de la vitesse de rotation et de la force appliquée va favoriser la friction et l'échauffement de la matière. Ceci mènera à une élévation de la température maximale et à un refroidissement plus lent. A l'inverse, la hausse de la vitesse d'avance va diminuer l'apport de chaleur et donc la température maximale sera plus faible et le refroidissement sera accéléré.

La qualité du soudage dépend de nombreux autres paramètres comme la rigidité du bâti ou du robot de soudage, la nature du support envers (qui va jouer sur la vitesse de refroidissement du joint soudé), le bridage ou encore la forme du pion et de l'épaulement comme évoqué précédemment. De plus, l'axe de l'outil (pion et épaulement) présente un angle d'inclinaison appelé tilt allant de 0,5 à 3 ° pour permettre le forgeage du cordon de soudure et donc l'amélioration de l'état de surface et de la qualité interne de la soudure (cf. Figure 1-29). L'étude de l'influence de ces paramètres sur les propriétés du joint soudé ne sera pas considérée dans le cadre de cette thèse. Seuls seront effectués des essais avec différentes vitesses de rotation et d'avance afin d'obtenir des cycles thermiques et microstructures différentes permettant de valider nos modèles.

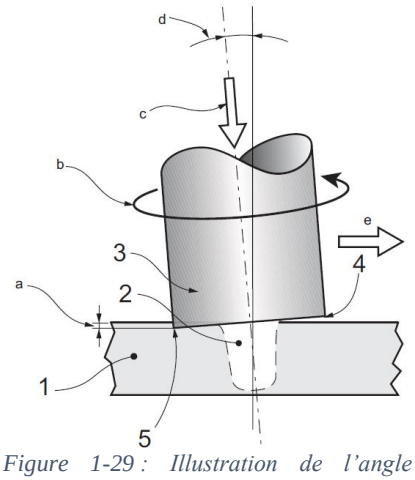


Figure 1-29 : Illustration de l'angle d'inclinaison (tilt) issue de la norme NF EN ISO 25239-1

Ce procédé est anisotrope, car le sens de rotation de l'outil exerce une influence sur les propriétés des différentes zones du joint soudé. D'un côté de l'outil, le vecteur de la vitesse d'avance et celui de la vitesse de rotation sont dans le même sens. Ce côté est ainsi nommé Advancing Side (AS) (cf. Figure 1-30). De l'autre côté, le vecteur de la vitesse d'avance et celui de la vitesse de rotation s'opposent, ce côté est alors appelé Retreating Side (RS). La température est en général légèrement plus élevée du côté AS et les efforts sont répartis différemment puisque le côté AS subit essentiellement des contraintes de traction alors que le côté RS se retrouve plutôt en compression. Ces différences peuvent mener à quelques modifications dans la microstructure et ainsi au niveau des propriétés locales. Cependant, cette asymétrie n'est pas toujours observée dans la littérature et son influence sur les propriétés du joint soudé semble être du second ordre par rapport aux trois paramètres de soudage décrits précédemment.

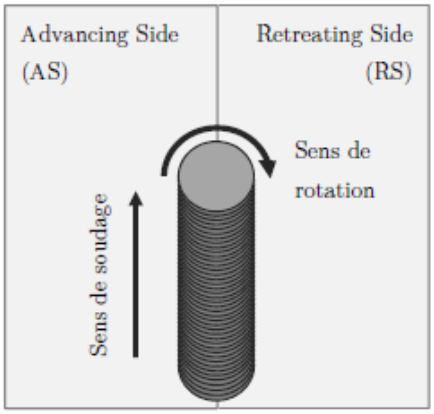


Figure 1-30 : Schéma indiquant les côtés advancing et retreating side [Robe 2017]

De plus, il est important de noter que la majeure partie de l'échauffement provient de l'épaulement d'après [Mishra 2005] (cf. Figure 1-31). Ceci va entraîner une différence dans le joint soudé entre la surface supérieure et la surface inférieure. En effet, la surface supérieure, proche de l'épaulement, va subir une histoire thermique à des températures plus élevées que la surface inférieure proche du support envers. De plus, la face envers peut refroidir plus vite suivant la nature du support utilisé. Tout ceci mènera à une asymétrie verticale de l'histoire thermique et donc à un gradient de microstructure et de propriétés mécaniques post-soudage.

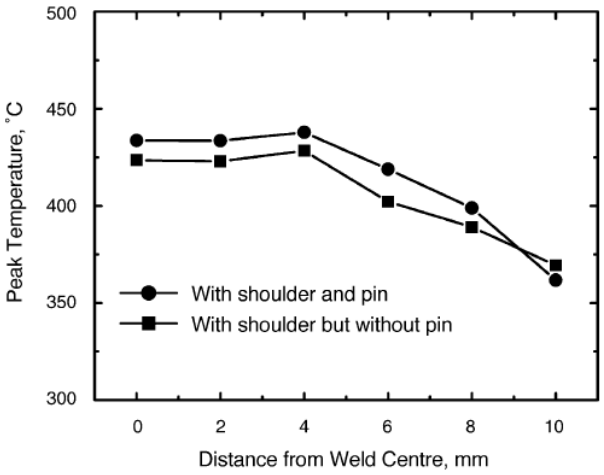


Figure 1-31 : Température maximale en fonction de la distance au centre de la soudure pour un joint soudé par FSW en alliage 6061 avec et sans pion (vitesse de rotation de 400 tr/min et vitesse d'avance de 120 mm/min) [Mishra 2005]

1.2.2. Microstructure de la zone soudée

Le soudage par friction malaxage génère quatre zones différentes dans le joint soudé représentées à la Figure 1-32 [Sidhar 2016]. Celles-ci sont représentatives d'un niveau de température et/ou de déformation induisant une microstructure particulière :

- Métal de base (MB) : celui-ci n'a pas été modifié lors de l'opération de soudage, il n'a en effet pas chauffé et n'a pas été déformé.

- Zone affectée thermiquement (ZAT) : cette zone a subi uniquement une histoire thermique lors du soudage. Dans le cas des alliages d'aluminium, la zone affectée thermiquement est souvent considérée comme ayant subi une histoire thermique inférieure à 350 °C [Mishra 2016], [Genevois 2004] et [Robe 2017]. Dans le cas des alliages à durcissement structural, cette histoire thermique va impacter l'état de précipitation en favorisant la précipitation, la coalescence ou la dissolution des différentes phases.

- Zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM) : cette zone subit à la fois une histoire thermique importante et une déformation. Elle est située entre la ZAT et le noyau soudé. D'après [Genevois 2004] la déformation plastique dans cette zone entraîne une rotation des grains pouvant aller jusqu'à 90°. De plus, l'histoire thermique de cette zone est plus élevée que pour la ZAT avec des températures maximales entre 350 °C et 450 °C [Mishra 2016], [Genevois 2004] et [Robe 2017]. L'effet combiné de l'histoire thermique à température élevée et de la forte déformation va entraîner une recristallisation partielle[3] de l'alliage dans la ZATM.

- Noyau : cette partie du joint soudé est celle qui subit les plus grandes déformations et l'apport de chaleur le plus élevé. Il est communément admis que cette zone atteint des températures de 0,7 à 0,8 T_f (température de fusion) [Mishra 2016], [Genevois 2004], [Robe 2017] et [Legrand 2015]. Cet apport de chaleur associé à une grande déformation va mener à une importante recristallisation dynamique de cette zone et donc une forte diminution de la densité de dislocations dans le matériau.

[3] Nous considèrerons comme [Dos Santos 2018] qu'une recristallisation partielle à lieu dans la ZATM. Toutefois d'après [Simar 2007] la ZATM ne présente pas de recristallisation et d'après [Reynolds 2000] la présence de recristallisation partielle dépend de la nature du matériau soudé

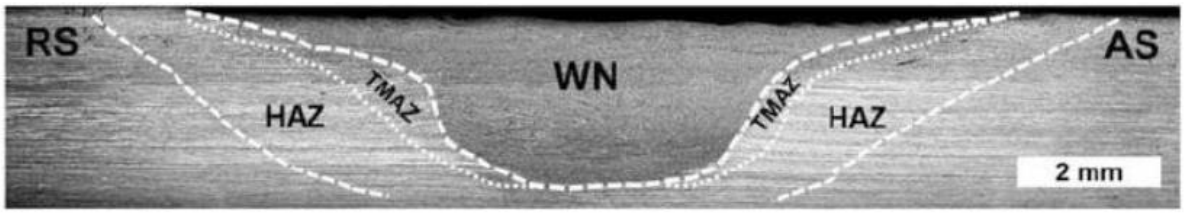


Figure 1-32 : Macrographie en coupe d'un joint soudé par FSW mettant en évidence les quatre zones formées lors du soudage d'un alliage 1424 [Sidhar 2016]

1.2.3. Avantages et inconvénients du procédé

1.2.3.1. Avantages du procédé

Ce procédé possède de nombreux avantages liés au soudage en phase solide. Ceci permet de s'affranchir de tous les défauts provenant de la solidification de la phase liquide et ainsi de se dégager des problèmes de fissuration à chaud et de porosités. Ces deux phénomènes étant particulièrement présents pour les alliages de la série 2000 et 7000, ce procédé est donc très intéressant pour le soudage de ce type d'alliages réputés insoudables par les procédés à l'arc « classique » [Jacquin 2021]. De plus le soudage FSW est nécessairement automatisé et peut être robotisé ce qui permet d'avoir une très bonne répétabilité des cordons de soudure.

D'un point de vue opérationnel, le soudage par friction malaxage entraîne peu de risques pour l'opérateur. En effet, il n'y a pas de dégagement de fumées lors du soudage et aucun arc électrique. Ceci évite la mise en place de protection générale ou bien d'EPI (Equipements de Protection Individuelle) liés au rayonnement thermique. Ce procédé ne requiert pas de préparation de bord particulière. Ceci entraîne un gain de temps et une diminution des coûts puisqu'il n'est pas nécessaire de réaliser d'usinage avant soudage. Le soudage FSW de tôles s'effectue couramment en bord à bord (butt joint) ou par transparence (lap joint/T joint), mais de nombreuses configurations existent (cf. Figure 1-33 [He 2014]). Ce procédé peut également fonctionner en assemblage multimatériaux et il est ainsi notamment utilisé pour le soudage aluminium-cuivre. Enfin, le dernier avantage, comparé aux procédés classiques à l'arc, est qu'il n'y a pas de métal d'apport. Il y a donc peu de consommables, seul le pion peut s'user à long terme ou casser si l'on pénètre trop brutalement dans la matière.

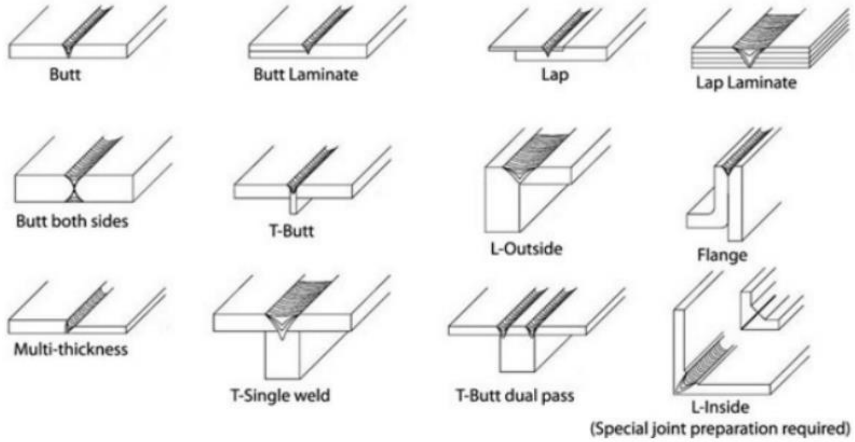


Figure 1-33 : Configurations possibles pour le soudage par friction malaxage [Mishra 2016]

1.2.3.2. Inconvénients du procédé

L'utilisation de ce procédé présente aussi quelques inconvénients. Le bridage des pièces est nécessaire et important, car les efforts mis en jeu lors du soudage sont élevés [Jacquin 2021].

La présence d'un support envers pour maintenir la matière pendant le soudage est par ailleurs toujours nécessaire et le choix de la nature de ce support doit être réfléchi puisqu'il influence le refroidissement du matériau soudé.

Un autre inconvénient est l'obligation de disposer de martyrs en début et en fin de cordon qui seront à éliminer à l'issue du soudage. En effet, en début de cordon, le procédé n'est pas encore en régime stationnaire et une partie de la matière n'a pas été correctement malaxée. En fin de cordon, le pion doit être retiré de la matière et de ce fait, un trou dans la matière apparaîtra en lieu et place du pion. Il existe toutefois des pions rétractables permettant d'éviter ou du moins de limiter cet effet.

Il est également difficile de souder certains matériaux. C'est notamment le cas des aciers, car la température de malaxage est plus élevée. Cela oblige à utiliser pour l'outil des matériaux ayant une température de fusion plus élevée que celle du métal soudé et conservant un niveau de dureté élevé à haute température. Dans le cas des aciers, le pion est en céramique ou cermet, donc relativement fragile, et la phase d'entrée dans la matière où l'ensemble des efforts est concentré sur le pion est la partie la plus critique.

Certains types d'assemblages sont également complexes à mettre en œuvre. Le soudage par friction malaxage des viroles (soudure permettant l'assemblage de deux tubes) en est un bon exemple. En effet, il est nécessaire de rajouter une cale martyr au cours de l'opération de soudage pour éviter d'avoir un trou en fin de soudure ce qui rend difficile le soudage de ce type de configuration.

1.2.4. Soudage FSW de l'alliage 2024-T3

1.2.4.1. Évolution microstructurale et des propriétés mécaniques dans le joint soudé

Le soudage par friction malaxage de l'alliage 2024 est souvent réalisé depuis l'état T3 (trempé, écroui, mûri), T6 (trempé, revenu) ou T351 (trempé, détensionné par traction, mûri). Le soudage fait évoluer l'état de précipitation ainsi que l'état de recristallisation de l'alliage [Jones 2005], [Genevois 2005], [Legrand 2015], [Mishra 2016], [Zhang 2014] et [Khodir 2006]. Ces modifications microstructurales impactent la dureté des différentes zones du joint soudé comme on peut le constater sur la Figure 1-34.

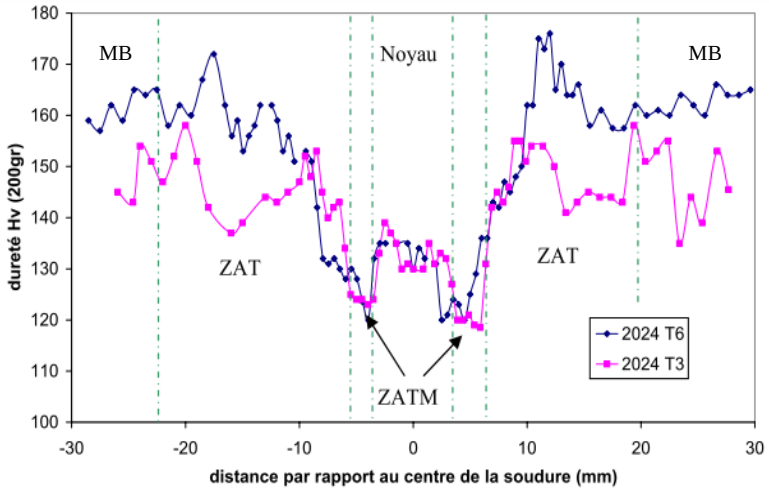


Figure 1-34 : Profil de dureté transversal mesuré perpendiculairement à la direction de soudage FSW sur l'alliage 2024 à l'état T3 et T6 [Genevois 2004]

La ZAT n'est pas impactée par les phénomènes de recristallisation car les déformations plastiques sont absentes ou trop faibles pour modifier la structure des grains. Cependant, l'augmentation de température jusque 250-350 °C modifie l'état de précipitation qui évolue continument depuis le métal de base vers la limite de la ZATM.

Pour l'alliage à l'état T351 ou à l'état T3, l'accroissement de température au travers de la ZAT induit la réversion progressive des co-clusters /zones GPB puis leur remplacement par de fins précipités S'(S). En s'éloignant du métal de base la dureté commence donc par décroître avec la réversion des zones GPB jusqu'à atteindre un premier minimum en milieu de ZAT. En se rapprochant de la ZATM, la dureté augmente ensuite avec l'accroissement de la fraction de phases S'(S) pour atteindre un maximum avec un niveau de dureté proche de celui du métal de base. La fraction de zones GPB est alors minimale même après maturation ultérieure du joint soudé.

Dans le cas du soudage d'un alliage 2024 à l'état T6, de structure initiale déjà constituée de précipités fins S'(S), la dureté reste sensiblement constante dans la ZAT proche du métal de base, voire augmente légèrement, avant de décroître. [Genevois 2004] a montré que cette chute de la dureté est associée à un début de l'épaississement des précipités initiaux et une diminution de la fraction volumique des phases S'(S) qui rejoint alors celle mesurée au pic de dureté en ZAT de l'alliage à l'état T351.

En s'approchant de la ZATM, les phénomènes d'épaississement / coalescence des précipités S'(S) se poursuivent dans les deux cas et la dureté continue de chuter malgré la présence d'une teneur maximale de phase S. Quel que soit l'état de départ, les profils de dureté suivent alors la même évolution pour devenir identiques dans les zones très déformées, ZATM et noyau. En effet, dans cette zone, les fractions volumiques de phases S'(S) s'avèrent similaires pour les deux joints soudés et c'est également le cas pour les fractions volumiques de zones GPB [Genevois 2004]. La faible densité de zones GPB après soudage associée à la présence de phases S'(S) grossières conduit à un faible niveau de dureté dans la ZATM. Dans cette zone les grains sont fortement étirés sous l'action de la déformation à chaud engendrée par le procédé.

Les températures élevées atteintes dans le noyau conduisent à une microstructure entièrement recristallisée à grains fins (zone de recristallisation dynamique) avec une disparition quasi-complète des précipités S'(S). La diminution de la fraction de phases S'(S) libère alors suffisamment d'éléments d'alliages dans la matrice pour permettre une reformation de zones GPB lors d'une maturation ultérieure de l'alliage. Le noyau devient alors sensible à une précipitation conséquente de zones GPB après retour à température ambiante entraînant un accroissement de la dureté, mais qui reste inférieure à celle du métal de base.

[Zhang 2014] a étudié la cinétique de maturation à température ambiante d'un joint soudé en alliage 2024-T3 (cf. Figure 1-35). Il a constaté que l'augmentation de dureté est rapide dans le noyau mais aussi dans les zones de précipitation/coalescence/dissolution de la phase S. Cette maturation est terminée au bout de 7 jours dans ces zones, tandis que dans la zone de réversion des zones GPB en ZAT la maturation est bien plus lente et nécessite près de 4 mois pour se stabiliser. D'après [Zhang 2014] et [Genevois 2004] cela est dû à l'élimination d'un grand nombre de lacunes de trempe lors du chauffage qui ne se reforment pas à cause de vitesses de refroidissement trop faibles. Cela entraînerait alors un fort ralentissement de la formation des zones GPB post-soudage. [Genevois 2004] a émis une hypothèse supplémentaire, le ralentissement pourrait également être dû à une solution solide trop peu enrichie en éléments d'alliage. Ce manque d'élément en solution défavoriserait la germination de nouvelles zones

GPB à température ambiante. Sur la Figure 1-35, on peut observer qu'au bout de 4 mois de maturation, la zone de réversion est revenue à un niveau de dureté comparable au matériau de base. [Zhang 2014] est le seul auteur à avoir constaté ce phénomène, la plupart des auteurs effectuent des mesures au bout de quelques semaines et donc ne peuvent pas l'observer. Toutefois, [Genevois 2004] a réalisé ses profils de dureté plusieurs mois après le soudage et le creux de dureté était toujours présent. Ceci pourrait sous-entendre une dépendance de ce phénomène soit aux paramètres de soudage, soit à la composition chimique de l'alliage.

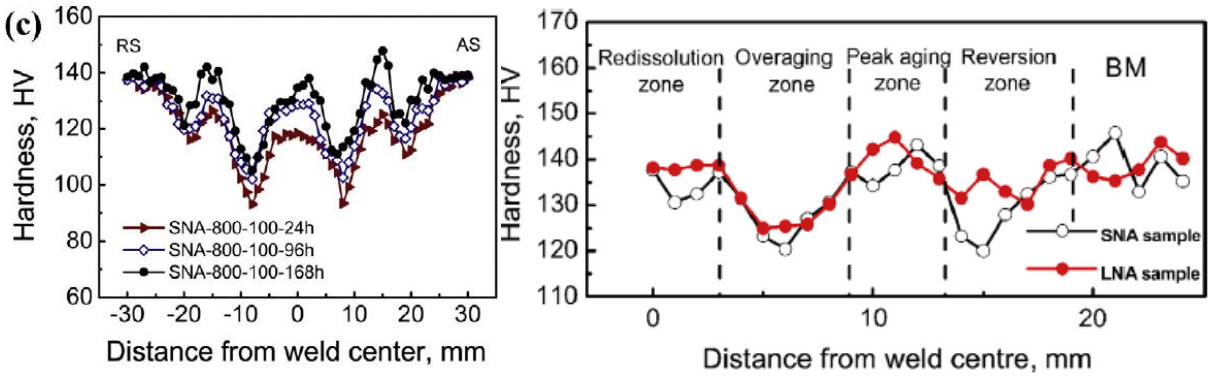


Figure 1-35 : Profil de dureté transversal au cordon de soudure et effet d'une maturation de quelques jours à gauche et d'une maturation à plus long terme à droite sur un alliage 2024-T3 (SNA : maturation de quelques jours, LNA : maturation de quelques mois) [Zhang 2014]

En prélevant des micro-éprouvettes de traction dans le sens longitudinal de la soudure, [Genevois 2006] a étudié les évolutions de la limite d'élasticité, de la résistance maximale à la traction et de l'allongement à rupture en fonction de la distance au cordon (cf. Figure 1-36).

Pour un alliage 2024-T351, les profils de limite d'élasticité et de résistance maximale sont très similaires et correspondent aux profils de dureté que l'on peut trouver dans la littérature avec un minimum en ZATM, une légère augmentation dans le noyau et un maximum en ZAT. L'allongement à rupture est le plus grand dans la ZAT proche de la ZATM et donc dans la zone de plus faible dureté. L'allongement à rupture est minimal dans la ZAT adjacente au matériau de base. La plus basse mesure de résistance à la traction restant supérieure à la plus forte valeur de limite d'élasticité on peut donc s'attendre lors d'un essai de traction transverse à ce que tout le matériau subisse de la déformation plastique avant qu'une rupture localisée n'ait lieu.

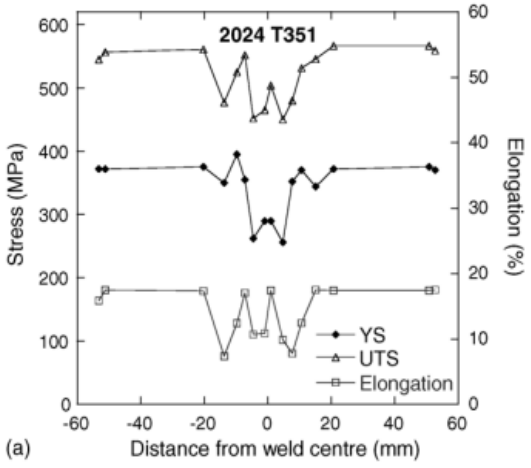


Figure 1-36 : Propriétés mécaniques locales des joints soudés en alliage 2024-T351 et en alliage 2024 T6 [Genevois 2006]

Expérimentalement, des essais de traction dans la direction transverse au joint où la déformation est suivie par corrélation d'images (DIC) montrent que dans les deux cas la localisation des

déformations et la rupture ont lieu dans la zone de plus faible dureté à la frontière ZAT/ZATM [Genevois 2005] et [Genevois 2006]. [Legrand 2015] observe un maximum de déformation dans le noyau, mais une rupture qui intervient aussi à l'endroit du minimum de dureté (cf. Figure 1-37). Il est conclu par ailleurs par [Genevois 2006] que la cartographie des déformations obtenue par corrélation d'images est en général suffisante pour évaluer les courbes contrainte-déformations des zones de plus faible résistance tout en évitant le recours à des micro-éprouvettes de traction longitudinales coûteuses et difficiles à préparer notamment dans le cas de tôles de faible épaisseur. Couplé à une simulation par éléments finis de l'éprouvette en section transverse, l'essai de traction avec corrélation d'images permet de prédire alors la courbe contrainte-déformation macroscopique à partir des résultats de mesures à l'échelle locale.

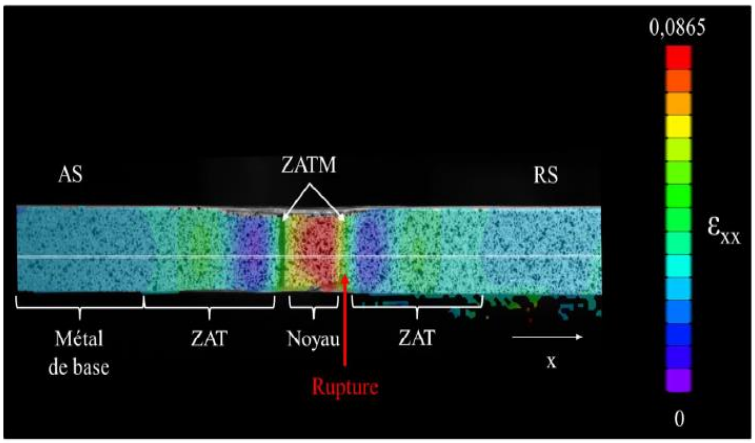


Figure 1-37 : Localisation des déformations avant rupture suivie par DIC dans un joint FSW en alliage 2024-T3[Legrand 2015]

1.2.4.2. Techniques d'investigation complémentaires aux mesures de dureté

Outre les mesures de dureté et les techniques d'observation microstructurales par microscopie optique ou MEB, les différents auteurs ayant caractérisé les évolutions structurales ont utilisé des techniques d'investigation complémentaires.

Calorimétrie différentielle à balayage

[Genevois 2004] a réalisé des essais de DSC en prélevant des échantillons dans un joint soudé FSW en alliage 2024-T351. Cet auteur a ainsi pu comparer les microstructures des différentes zones du joint soudé. Il a été constaté que dans la ZAT, la ZATM et le noyau, les amplitudes du pic de précipitation au chauffage de la phase S'(S) sont bien plus faibles que celles correspondant au métal de base et différentes selon la zone de prélèvement (cf. Figure 1-38). On peut donc en conclure qu'il y a eu précipitation de la phase S'(S) dans ces trois zones lors du soudage, mais en quantités différentes. Dans la ZAT proche du métal de base, les zones GPB restent prépondérantes et la quantité de phase S'(S) pouvant se former au chauffage lors de l'essai en DSC est relativement importante. A proximité de la ZATM, la phase S prédomine d'après [Genevois 2004]. Lors de l'essai en DSC, la réversion des zones GPB est donc moins importante et l'amplitude du pic de précipitation des phases S'(S) est plus faible. Dans le noyau, les températures élevées observées entraînent une dissolution importante de la phase S et donc une amplitude du pic de précipitation plus importante que dans la ZATM où la quantité de phases S est maximale. [Legrand 2015] a réalisé des analyses similaires, elle n'a pas observé de pics de dissolution des zones GPB pour la position correspondant à la ZATM. Ceci s'accorde bien à un état où la précipitation de la phase S est maximale et donc que peu ou pas de zones GPB peuvent se former lors de la maturation.

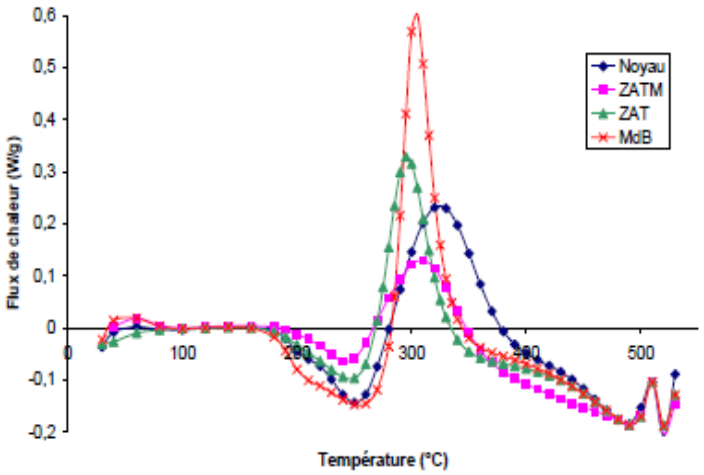


Figure 1-38 : Courbes DSC de quatre zones différentes du joint soudé en alliage 2024-T351 [Genevois 2004]

Ces essais en DSC permettent de mesurer les fractions relatives des différentes phases en présence dans un joint soudé par FSW en faisant la comparaison entre l'aire des pics de l'échantillon considéré et la référence qui est le matériau à l'état T3 [Genevois 2004], [Legrand 2015] et [Bousquet 2011]. La Figure 1-39 montre que le maximum de précipitation de la phase S est bien observé à la jonction entre la ZAT et la ZATM avec un minimum de zones GPB. Pour [Genevois 2004], ce minimum n'est pas nul tandis que pour [Bousquet 2011] et [Legrand 2015], lorsque la précipitation de phase S est maximale, les zones GPB sont absentes du matériau. On observe également qu'en ZAT la diminution rapide de la quantité de zones GPB s'accompagne en contrepartie d'une augmentation rapide de la quantité de phases S à 10 mm du centre de la soudure pour la figure du haut et à 20 mm du centre de la soudure pour la figure du bas. Enfin, dans le noyau, les fractions relatives de phases sont à un état intermédiaire entre la ZATM et le matériau de base. La fraction relative de phase S est plus basse que dans la ZATM, [Bousquet 2011] observant une fraction relative quasiment nulle dans le noyau. La quantité de zones GPB présente au centre de la soudure est plus faible que dans le matériau de base avec des fractions relatives comprises entre 0,6 et 0,8.

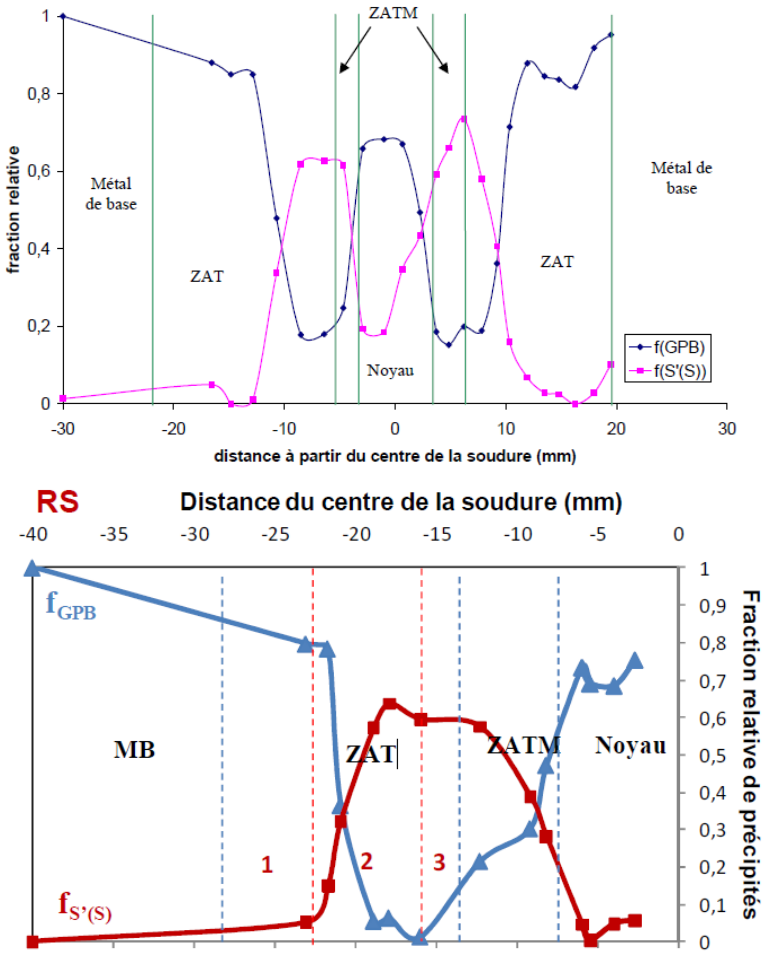


Figure 1-39 : Profil d'évolution de l'état de précipitation réalisé par analyse DSC perpendiculairement à une soudure FSW en alliage 2024-T351 [Genevois 2004] (en haut) et en alliage 2024-T3 [Bousquet 2011] (en bas)

Diffusion centrale des rayons X aux petits angles (SAXS)

[Genevois 2004] a caractérisé les joints soudés par diffusion centrale des rayons X aux petits angles. Ces données ont été confrontées aux résultats obtenus par DSC (cf. Figure 1-40). Les résultats sont très proches lorsque l'on se situe aux pics de précipitation. En revanche, la fraction volumique de phases S'(S) mesurée par SAXS est plus faible que celle en DSC dans le noyau. Cet écart serait dû à une taille de précipités trop importante qui serait hors de la fenêtre de mesure du SAXS. Pour la ZAT et le métal de base, la fraction évaluée par SAXS est plus élevée que celle obtenue par DSC. Cela proviendrait des zones GPB qui seraient aussi détectées en SAXS en sus des phases S'(S).

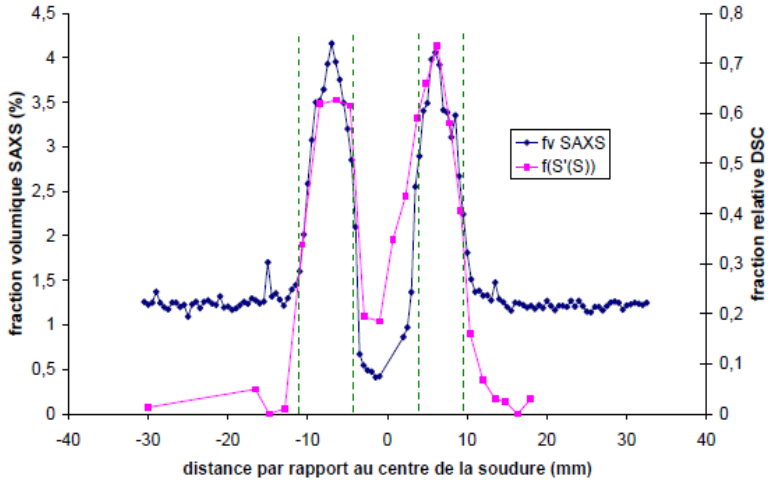


Figure 1-40 : Comparaison des fractions volumiques obtenues par SAXS et par DSC du joint soudé en alliage 2024-T351 [Genevois 2004]

[Genevois 2004] a complété ses travaux en étudiant l'épaisseur de la phase S par SAXS et par MET (cf. Figure 1-41). Cet auteur a pu observer que l'épaisseur était constante autour de 8 nm dans la ZAT dans la zone de formation des phases S'(S), dite ZAT2, avant de croître fortement et de dépasser les 20 nm dans la ZATM. Cette augmentation importante de l'épaisseur liée à la coalescence de la phase S'(S) permet d'expliquer la diminution de la dureté en début de ZATM malgré une quantité maximale de précipités.

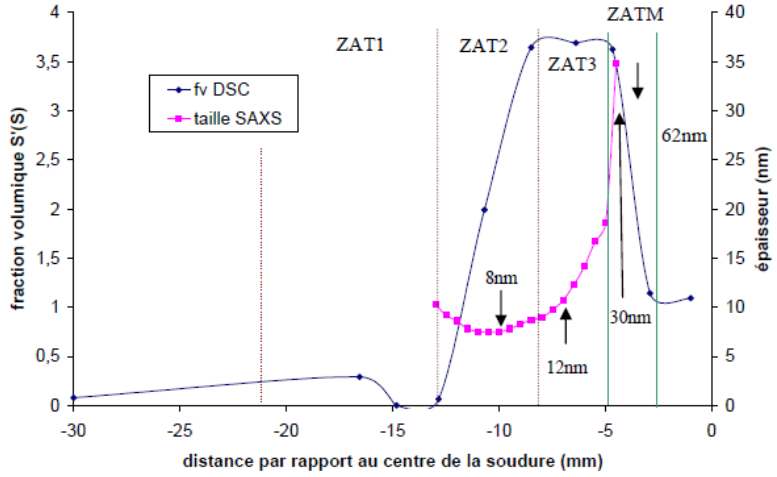


Figure 1-41 : Évolution de la fraction volumique et de l'épaisseur des précipités de phase S'(S) le long d'un joint soudé en alliage 2024-T351 ZAT 1 : creux de dureté lié à la dissolution des zones GPB, ZAT 2 : pic de dureté lié à la précipitation de la phase S, ZATM : chute de dureté liée à la coalescence de la phase S [Genevois 2004]

1.2.5. Soudage de l'alliage 2050-T34

1.2.5.1. Évolution microstructurale et des propriétés mécaniques dans le joint soudé

De nombreux auteurs [Bousquet 2011], [Proton 2012], [Malard 2015] et [Sidhar 2017] ont étudié le soudage par friction malaxage de l'alliage 2050. Ces auteurs s'accordent à dire que le niveau de dureté d'un joint soudé par FSW en AA 2050-T34 ne présente pas de variations significatives dans le sens transverse au cordon de soudure (cf. Figure 1-42). [Sidhar 2017] a constaté que pour une dureté du métal de base de 123 ± 3 $HV_{0,3}$, la dureté du joint soudé varie entre 115 et 125 $HV_{0,3}$. La dureté minimale est généralement observée dans la ZAT avec un léger creux de dureté lié à la réversion des co-clusters du matériau sans la reformation de ceux-

ci à température ambiante d'après [Malard 2015]. Ces auteurs ont également noté la présence d'une faible quantité de phases T_1 uniquement dans la ZATM qui serait due à une germination lente des précipités T_1. [Bousquet 2011] et [Proton 2012] ont quant à eux observé une précipitation de la phase T_1 dans les trois zones du joint soudé (cf. Figure 1-43). D'après ces auteurs, la quantité de phases T_1 reste relativement faible dans la ZAT. Dans la ZATM, [Bousquet 2011] a constaté une forte augmentation de la quantité de phases T_1 qui de plus aurait tendance à coalescer lors du soudage du fait des températures élevées dans cette zone. Enfin, dans le noyau, la quantité relative de phases T_1 serait maximale, pour cet auteur, avec une coalescence importante des différentes phases. [Proton 2012] a observé quant à lui un état microstructural proche de l'état T34 dans le noyau (présence de co-clusters) mais avec tout de même un faible nombre de précipités T_1.

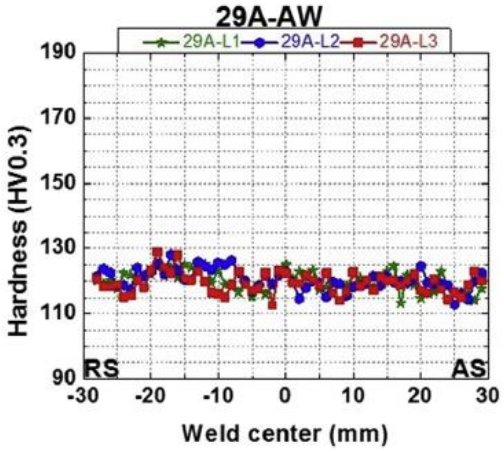


Figure 1-42 : Profils de dureté transverse d'un joint soudé par FSW en alliage 2050-T34 réalisés à différentes hauteurs, L1 : 5 mm de la surface, L2 : 10 mm de la surface, L3 : 15 mm de la surface [Sidhar 2017]

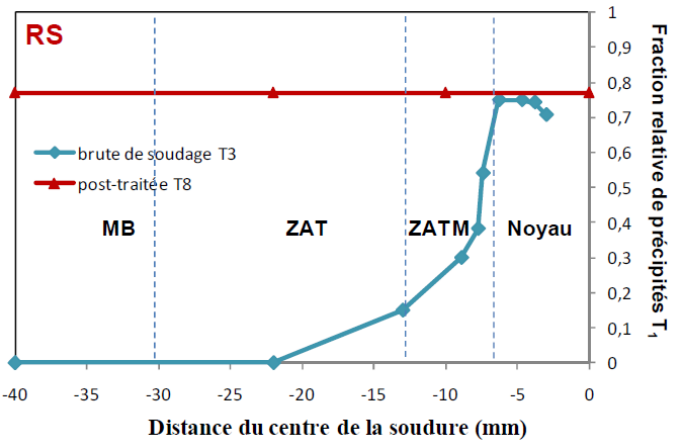


Figure 1-43 : Evolution de la fraction relative des précipités T_1 dans un joint soudé en alliage 2050-T34 avant et après traitement thermique [Bousquet 2011]

Ce matériau est couramment utilisé à l'état T8, ce qui lui permet de présenter de meilleures propriétés mécaniques. Compte tenu d'un niveau de dureté dans le joint soudé proche de celui du métal de base, le même traitement thermique est généralement réalisé après l'opération de soudage. La dureté du joint soudé a été ainsi mesurée après un traitement thermique de 16 h à 160 °C pour [Sidhar 2017] ou de 30 h à 155 °C pour [Malard 2015] et [Proton 2012] (cf. Figure 1-44). Le traitement thermique permet une augmentation de la dureté du métal de base jusqu'aux 170-180 Hv représentatifs de l'état T8. La dureté du noyau croît également grâce à

ce traitement thermique sans pour autant atteindre la dureté de l'état T8. Une zone de transition est alors observée dans la ZATM, ou dans la ZAT suivant les auteurs, avec une diminution progressive de la dureté en se rapprochant du noyau.

Les auteurs s'accordent à dire que la recristallisation qui a lieu dans le noyau est responsable du faible niveau de dureté observé après le traitement thermique. En effet, les précipités T_1 se forment plus facilement sur les dislocations et celles-ci sont moins nombreuses dans le noyau du fait de la recristallisation à haute température subie dans cette zone. [Bousquet 2011] a ainsi observé un état de précipitation dans le noyau très proche de celui mesuré sans post-traitement. D'après [Malard 2015], la zone affectée thermomécaniquement subit une recristallisation partielle et donc possède une densité de dislocations plus faible que celle du métal de base. Ceci se traduit par une dureté plus basse dans la zone affectée thermomécaniquement que dans le métal de base. D'après [Bousquet 2011], les précipités T_1 déjà présents dans la ZATM coalescent lors du traitement thermique tandis que de nouveaux fins précipités se forment en parallèle menant à une dureté intermédiaire entre l'état T34 et l'état T8. [Bousquet 2011] et [Malard 2015] s'accordent pour dire que l'on observe dans la ZAT une précipitation fine de la phase T_1 permettant d'obtenir un niveau de dureté semblable au métal de base à l'état T8. [Proton 2012] et [Sidhar 2017] ont quant à eux constaté une baisse de dureté dans la zone affectée thermiquement. Ces auteurs l'expliquent par une densité de précipités T_1 plus faible dans la ZAT que dans le métal de base et par une taille des précipités dans cette zone plus importante due à une coalescence des précipités. Cette apparente contradiction sur la position de ZAT provient de la difficulté de définir précisément la position de la ZATM. Dans notre cas, nous considérerons comme [Malard 2015] que la ZATM est située dans la zone de transition.

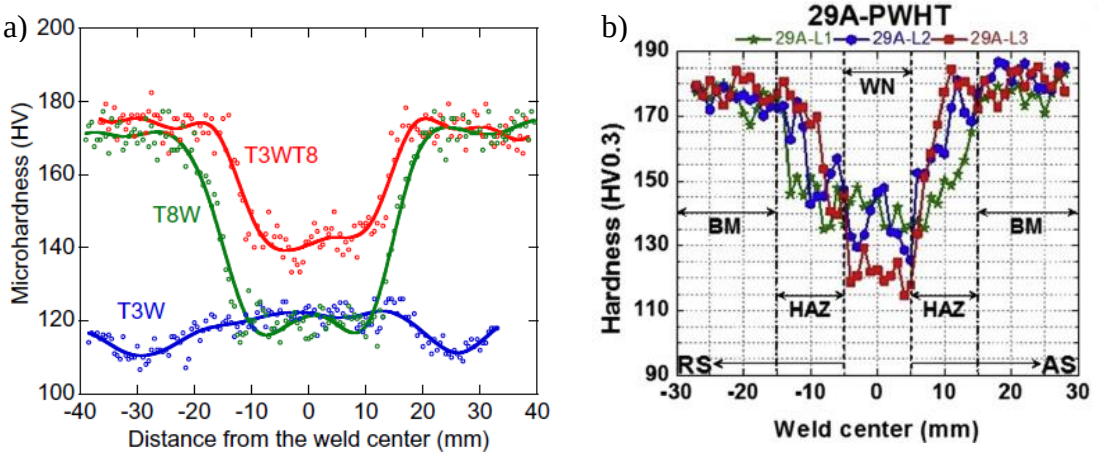


Figure 1-44 : Profils de dureté d'un joint soudé en alliage 2050-T34 a) avant traitement thermique (T3W) et après traitement thermique (T3WT8) [Malard 2015] b) après traitement thermique à différentes profondeurs [Sidhar 2017]

[Malard 2015] a proposé que l'évolution de la dureté soit liée à la quantité de dislocations qui favorisent la précipitation rapide de la phase T_1. Il a donc déformé un joint soudé à l'état T34 de 10 % pour introduire de nouvelles dislocations après le soudage. Il a ensuite réalisé le traitement thermique permettant d'obtenir l'état T8 sur ce joint soudé et a constaté une dureté relativement homogène (cf. Figure 1-45). La déformation post-soudage favorise la précipitation de la phase T_1 et donc permet de se rapprocher des propriétés du métal de base à l'état T8. La création de nouvelles dislocations avant le post-traitement est donc bénéfique pour les propriétés mécaniques.

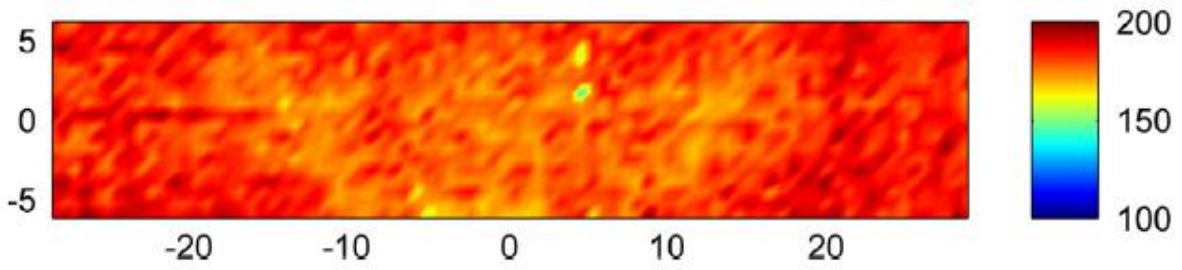


Figure 1-45 : Cartographie de dureté pour un joint soudé en alliage 2050 à l'état T34 puis déformé de 10 % avant de subir un traitement thermique de 30 h à 155 °C [Malard 2015]

Des essais de traction dans les directions transversales et longitudinales par rapport au cordon de soudure ont été réalisés par [Proton 2012]. Celui-ci a également observé l'effet du traitement thermique post-soudage sur les propriétés mécaniques des différentes zones du joint soudé. Les champs de déformation ont été suivis par corrélation d'images pour les essais transverses. Pour la soudure non post-traitée, la résistance maximale est de 350 MPa contre 420 MPa pour le métal de base. [Proton 2012] a pu constater que la déformation se situait préférentiellement dans la ZATM (11 % de déformation contre 6 % dans le métal de base). Pour la soudure après traitement thermique, la déformation est bien plus localisée que dans le cas précédent. La déformation se localise dans le noyau (14 %) et la déformation du métal de base est très faible (0,2 %) ce qui laisse penser que le métal de base se déforme dans son domaine élastique contrairement au noyau.

Des essais de micro-traction dans le sens longitudinal de la soudure dans différentes zones du joint soudé ont été réalisés par [Proton 2012]. Il a pu se rendre compte que pour une soudure à l'état T34 non post-traité, assez peu de variations sont observées sur les propriétés mécaniques. On peut simplement constater que l'allongement à rupture est bien plus important dans le noyau (NS sur la figure) que dans le reste du matériau (cf. Figure 1-46). Il a tout de même noté une limite d'élasticité et une résistance maximale qui sont les plus faibles à l'interface entre le noyau et la ZATM ce qui a également été observé lors des essais de traction transverse.

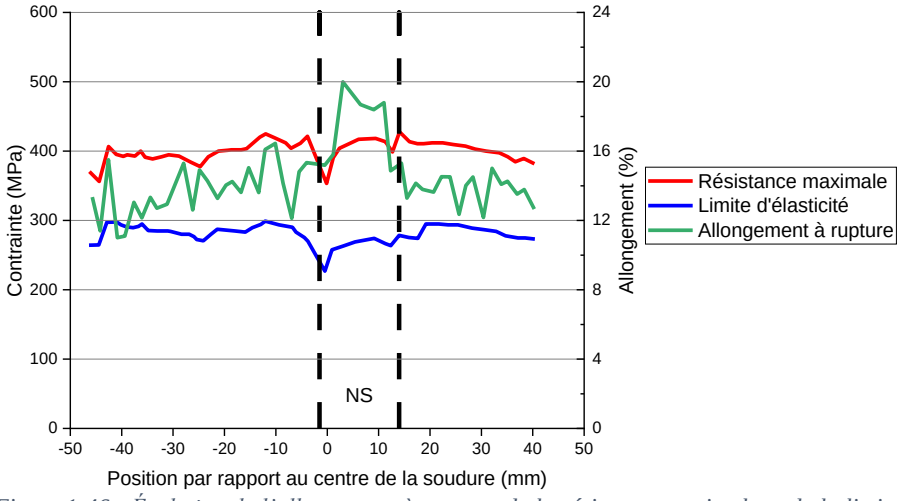


Figure 1-46 : Évolution de l'allongement à rupture, de la résistance maximale et de la limite d'élasticité dans un joint soudé en alliage 2050-T34 extrait de [Proton 2012]

Les essais de micro-traction dans le sens longitudinal de la soudure ont aussi été réalisés sur une éprouvette post-traitée (cf. Figure 1-47). La limite d'élasticité et la résistance maximale dans le noyau sont plus faibles que celles du métal de base à l'état T8. On peut également noter que pour le noyau, la limite d'élasticité a augmenté et que la résistance maximale est restée constante par rapport à l'échantillon sans traitement thermique. La résistance maximale du

noyau est inférieure à la limite d'élasticité du métal de base ce qui correspond bien aux essais de traction transverse décrits précédemment avec une rupture localisée dans le noyau. Enfin, on peut noter que l'allongement à rupture diminue fortement suite au traitement thermique.

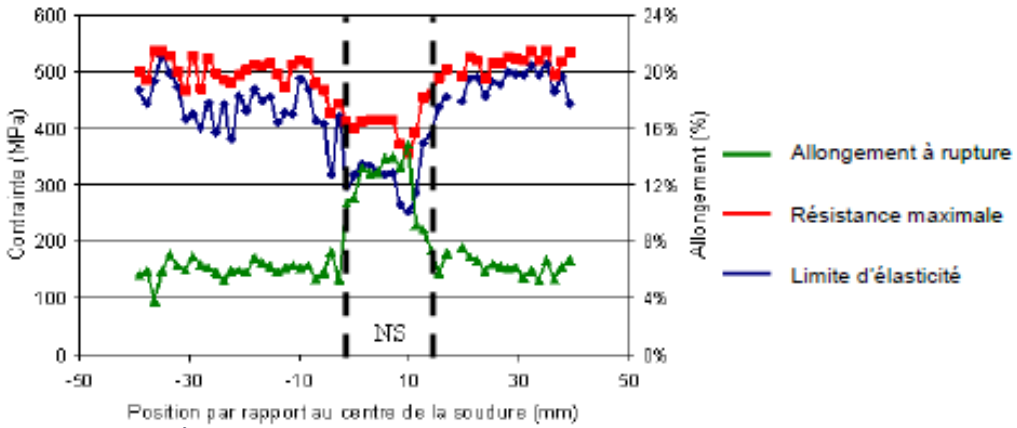


Figure 1-47 : Évolution de l'allongement à rupture, de la résistance maximale et de la limite d'élasticité dans un joint soudé en alliage 2050-T34 après traitement thermique [Proton 2012]

1.2.5.2. Techniques d'investigation complémentaires

Calorimétrie différentielle à balayage

[Sidhar 2017] et [Malard 2015] ont réalisé des essais en DSC sur des joints soudés en alliage 2050-T34 dans le but de caractériser les phases en présence en fonction de la distance au noyau de la soudure (cf. Figure 1-48). Ces deux auteurs ont observé que lorsque l'on se rapproche du noyau, la précipitation de la phase T_1 s'effectue à plus haute température. Ceci montre que la recristallisation et donc la baisse de la densité de dislocations va retarder la précipitation de la phase T_1 entraînant le décalage du pic de précipitation vers des températures plus élevées. On peut également observer que le second pic exothermique, caractéristique de l'épaississement des précipités T_1, est superposé au pic de précipitation quand on se trouve dans le noyau. Ce recouvrement est de moins en moins prononcé lorsque l'on s'éloigne du centre mais reste observable jusqu'à 9 mm du centre du la soudure. Cette zone est au-delà du noyau, mais peut correspondre à la ZATM qui subit elle aussi une recristallisation partielle. Les variations d'intensité du pic endothermique situé entre 50 et 250 °C ne sont pas discutées par [Malard 2015]. [Sidhar 2017] ne constate pas d'évolution significative de l'amplitude de ce premier pic excepté pour le matériau à l'état T8 qui ne présente pas ce pic de dissolution.

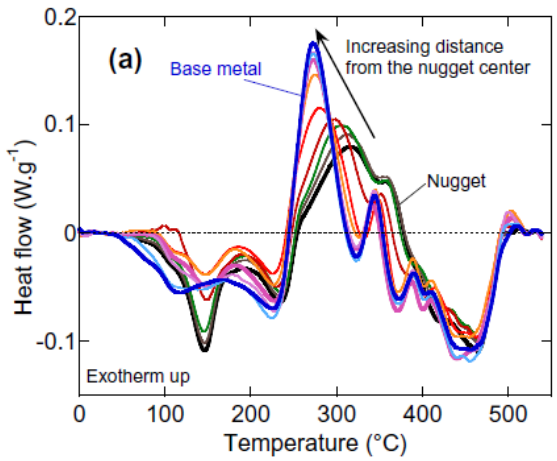


Figure 1-48 : Courbe DSC réalisée tous les 3 mm sur un joint soudé FSW en alliage 2050-T34 [Malard 2015]

[Malard 2015] a tracé l'évolution de la température nécessaire pour atteindre le pic de précipitation de la phase T_1 en DSC en fonction de la position dans le joint soudé (cf. Figure 1-49). On observe alors que la température requise à la précipitation de la phase T_1 est plus élevée dans le noyau et dans la ZATM que dans le métal de base. Le noyau, siège de la recristallisation, va présenter une densité de dislocations fortement réduite. D'après [Malard 2015], dans la zone affectée thermomécaniquement (ZATM), la densité de dislocations est également plus faible que dans le matériau de base suite à une recristallisation partielle. La précipitation de la phase T_1 est donc bien favorisée par la présence de dislocations dans le matériau. À l'inverse, l'absence de dislocations va retarder la formation de cette phase et ainsi augmenter la température nécessaire à sa précipitation.

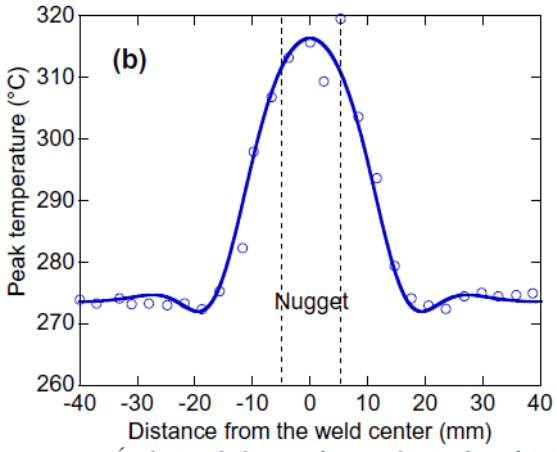


Figure 1-49 : Évolution de la température du pic de précipitation de la phase T_1 mesurée en DSC en fonction de la position dans le joint soudé FSW en alliage 2050-T34 [Malard 2015]

Diffusion centrale des rayons X aux petits angles (SAXS)

[Malard 2015] a étudié l'alliage 2050-T34 soudé par FSW en SAXS avant et après traitement thermique post-soudage. Pour l'alliage soudé sans traitement thermique post-soudage, l'auteur a relié l'évolution de dureté à la fraction volumique et au rayon des clusters (cf. Figure 1-50) mesurés à différentes épaisseurs dans le joint soudé. Il a été observé que le noyau contient les clusters de plus grande taille. La fraction volumique de clusters est maximale dans la ZATM et minimale dans la ZAT. D'après l'auteur, la ZATM est également la seule zone montrant des signes de la présence en faible quantité de précipité T_1. [Malard 2015] en a conclu que la faible évolution de dureté dans le joint soudé était due à la distribution des clusters et plus particulièrement au rayon des clusters. En effet, les formes des profils de dureté à mi-épaisseur (« middle line ») et proche de la surface (« top line ») sont très proches de celles observés pour le rayon des clusters. Ce n'est pas le cas pour les mesures effectués côté envers (« bottom line »), mais l'auteur note tout de même la présence d'un pic de dureté qui correspond à une zone de rayon maximal des clusters.

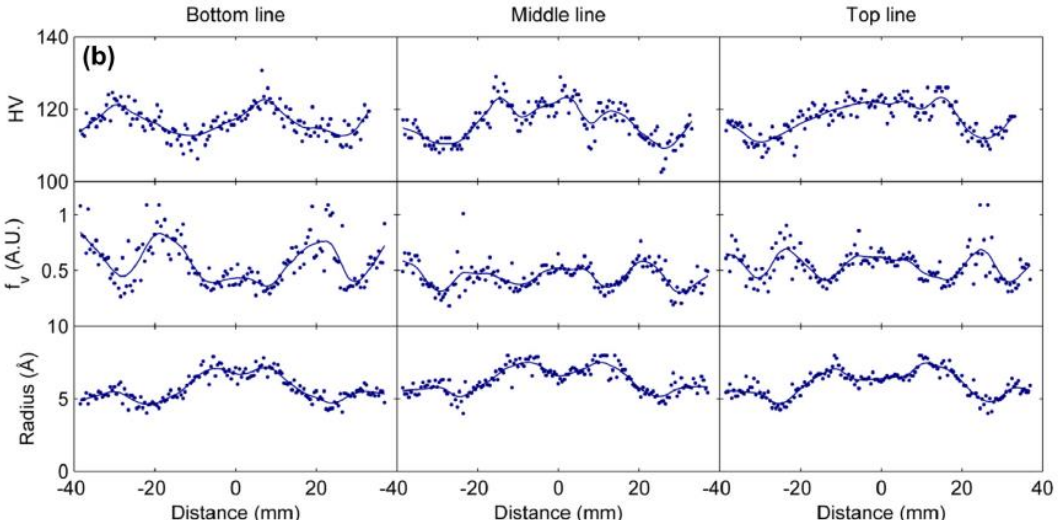


Figure 1-50 : Profils de dureté, fraction volumique et rayon des clusters à différentes épaisseurs dans un alliage 2050-T34 soudé par FSW [Malard 2015]

[Malard 2015] a ensuite réalisé une cartographie en SAXS après traitement thermique post-soudage (cf. Figure 1-51). D'après cet auteur, la zone affectée thermiquement et le métal de base sont plutôt homogènes et sont tous les deux le lieu d'une forte précipitation de la phase T_1. Le noyau soudé est quant à lui composé de phases T_1 en plus petite quantité et principalement de phase θ'. De plus, les précipités T_1 présents dans le noyau ont en moyenne un diamètre deux fois plus important que dans le métal de base (126 contre 54 nm). [Malard 2015] a aussi pu observer une zone adoucie nettement plus large que la zone à plus faible teneur en phase T_1. Il a alors relié l'adoucissement en dehors du noyau à l'épaississement de la phase T_1 qui en moyenne passe de 1,2 nm dans le métal de base à 1,5 nm dans la ZATM.

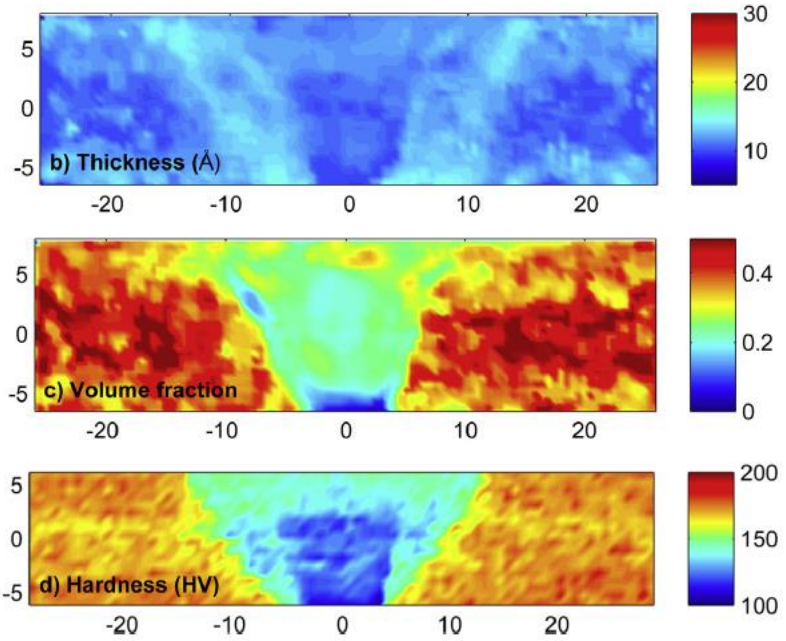


Figure 1-51 : Cartographie de dureté, fraction volumique et épaisseur des précipités T_1 dans un alliage 2050-T34 après traitement thermique post-soudage [Malard 2015]

[Malard 2015] a suivi l'évolution de la dureté et de l'état de précipitation en SAXS en fonction de la durée du traitement thermique à 155 °C (cf. Figure 1-52). Il observe tout d'abord une diminution de la dureté pour un traitement thermique inférieur à deux heures due à la réversion des clusters. Au-delà de deux heures, la dureté augmente fortement dans le métal de base suite

à la formation et à la croissance des précipités T_1. Cette évolution a été suivie par SAXS et l'on observe bien une élévation de la fraction volumique correspondant à la hausse de dureté. La dureté dans le noyau met bien plus de temps à croître dû à un retard de la précipitation de la phase T_1. Comme évoqué précédemment pour l'alliage à l'état T8, l'auteur a également constaté que prolonger le traitement thermique jusque 100 h permet une stabilisation de la dureté. On remarque alors que la dureté est différente entre les trois zones de prélèvement du noyau (proche de la surface, à mi-épaisseur ou en bas de la tôle) avec une dureté très faible côté envers et une dureté similaire à celle du métal de base à l'état T8 pour la mesure proche de la surface. L'auteur attribue ces différences à la formation d'intermétalliques en quantités variables selon la position dans l'épaisseur de la tôle. Ainsi, dans le bas de la tôle, la quantité de ces intermétalliques riches en cuivre serait plus importante qu'en haut du joint soudé ce qui conduirait à une teneur en phase T_1 plus faible dans le bas du joint soudé. Enfin, on peut observer que, quelle que soit la durée du traitement thermique, l'épaisseur des précipités T_1 reste comprise entre 1 et 1,5 nm.

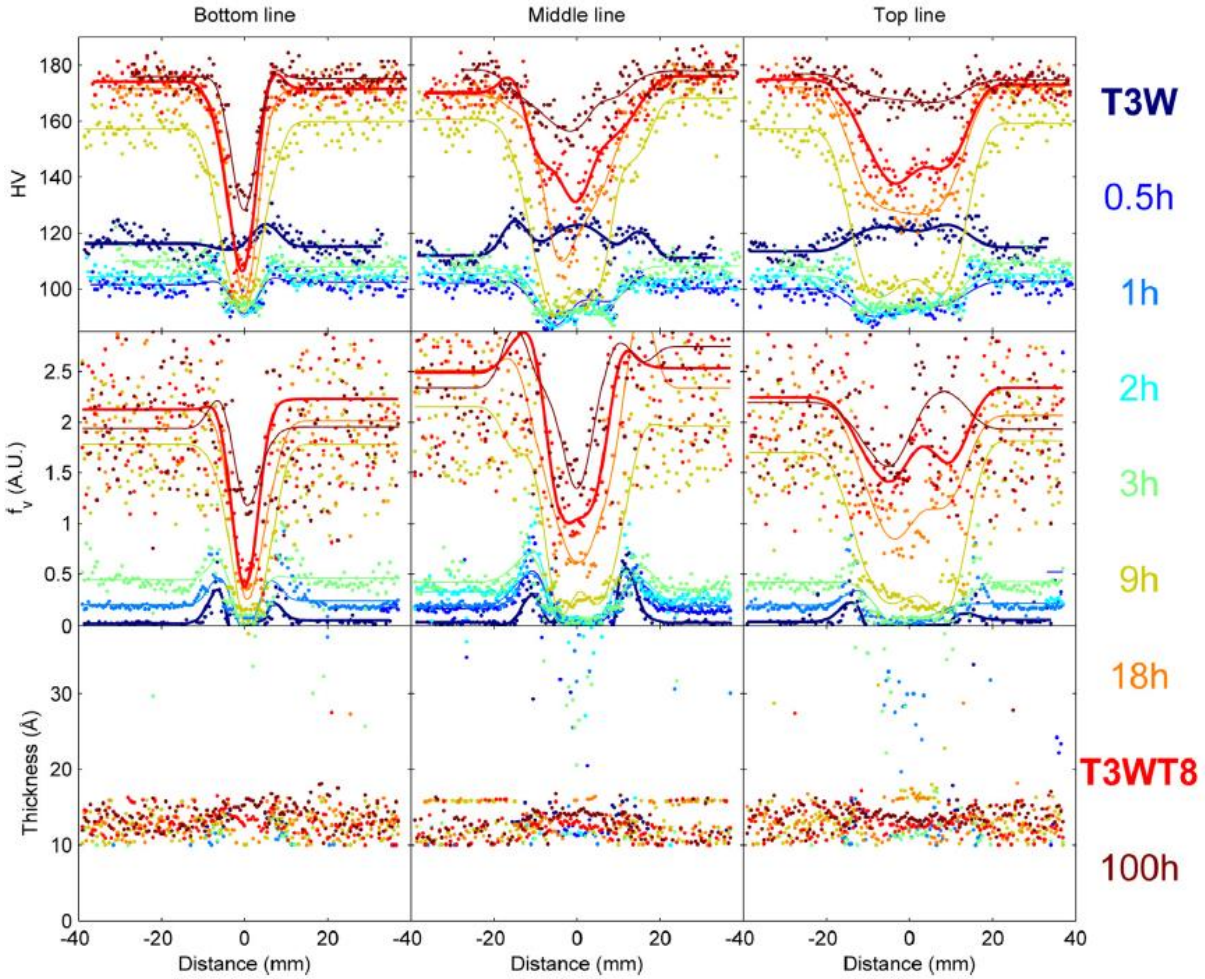


Figure 1-52 : Effet de la durée du traitement thermique à 155 °C sur la dureté, la fraction volumique et l'épaisseur des précipités sur un joint soudé en alliage 2050-T34 [Malard 2015]

1.3. Modélisation de la dureté post-soudage

Pour terminer cette étude bibliographique, les modèles classiquement utilisés pour simuler la dureté post-soudage FSW des deux alliages de l'étude seront présentés. Les équations intervenant dans chacun des modèles ne seront pas données ici pour simplifier la lecture (le lecteur pourra aussi se reporter à l'article de revue de D. Jacquin et G. Guillemot [Jacquin 2021] qui dresse l'état de l'art des modifications microstructurales lors du soudage FSW des alliages

d'aluminium et de leur modélisation). A l'issue de ces rappels bibliographiques, les modèles permettant de répondre au mieux aux attentes de l'industriel partenaire seront retenus. Les équations utilisées dans ces modèles seront alors présentées au chapitre 3 pour la modélisation du soudage de l'alliage 2024 et au chapitre 4 pour celle de l'alliage 2050.

1.3.1. Alliage 2024-T3

L'alliage 2024 ayant été largement étudié dans la littérature, différents types de modèles ont déjà été utilisés pour simuler la dureté après soudage FSW. Trois modèles se retrouvent ainsi dans la littérature : le modèle par classes de précipités permettant une description fine de l'état de précipitation, le modèle semi-analytique de Myhr & Grong permettant de simuler la dissolution et coalescence des précipités et le modèle de Hersent permettant de compléter le modèle de Myhr & Grong en simulant la croissance des précipités.

1.3.1.1. Modèle par classes de précipités

La modélisation par classes de précipités est très utilisée pour simuler l'évolution de la précipitation lors des différentes étapes d'un traitement thermique. Originellement proposé par [Wagner 1991], elle a été développée dans les années 2000 par [Myhr 2000]. Elle a été reprise ensuite par de nombreux auteurs pour simuler les évolutions microstructurales lors des traitements thermique isothermes, anisothermes ainsi que lors des procédés de soudage des alliages d'aluminium à durcissement structural. En ce qui concerne le procédé de soudage FSW, ce type de modélisation a été utilisé dès la fin des années 2000 par [Simar 2007] et [Gallais 2008] pour des alliages de la série 6000 et par [Kamp 2006], [Kamp 2007] pour l'alliage 7449. Plus récemment [Hersent 2010] et [Legrand 2015] ont appliqué ce type de modèle pour la simulation du soudage FSW de l'alliage 2024.

La distribution de taille des précipités y est décrite par une série de classes de taille définies par un rayon R et la densité de précipités dans l'intervalle $R+\Delta R$. Au cours du procédé la distribution de tailles des précipités va évoluer. La théorie classique de la nucléation et croissance est utilisée pour modéliser la germination, croissance, dissolution et coalescence des précipités en considérant que la modification de taille des précipités est contrôlée par la diffusion des solutés vers ou à partir de l'interface précipité/matrice. Deux types d'approches numériques sont alors envisageables (cf. Figure 1-53), la première est nommée lagrangienne où la population des classes reste constante et donc le rayon des différentes classes va évoluer. La seconde méthode plus fréquente, appelée eulérienne, considère à l'inverse les bornes des différentes classes comme étant fixes avec une évolution du nombre de précipités dans chacune de ces classes [Perez 2007].

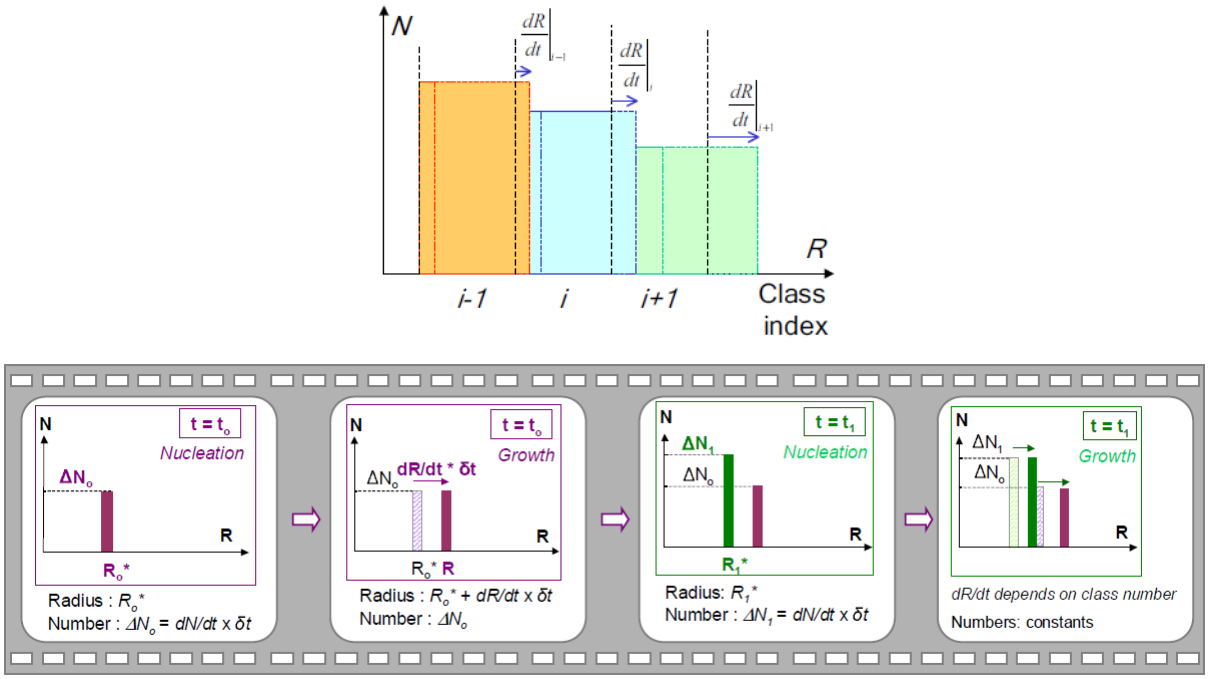


Figure 1-53 : Comparaison entre l'approche eulérienne en haut et l'approche lagrangienne en bas, le lecteur peut se référer au mémoire d'habilitation à diriger des recherches de [Perez 2007] pour plus d'informations

Ce modèle de précipitation est composé de trois parties [Jacquin 2021] :
- un modèle de nucléation permettant de calculer le nombre de germes stables se formant à chaque pas de temps ainsi que le rayon critique de germination pour chaque phase, rayon qui évolue continûment au cours du procédé ;
- un modèle d'avancement avec lequel les phénomènes de croissance, coalescence et dissolution dans chaque classe sont simulés en prenant en compte la composition et la taille des précipités. La taille des précipités évoluant au cours du traitement thermique, les précipités ayant une taille inférieure au rayon critique vont en effet avoir propension à se dissoudre tandis que les autres précipités vont avoir tendance à croître ;
- une équation de continuité (conservation dans le volume et à l'interface matrice/précipité) pour suivre l'évolution des éléments d'addition constitutifs des précipités et à l'inverse, des éléments restants disponibles dans la matrice.

Les cycles thermiques de soudage calculés par un modèle annexe (modèle analytique ou thermomécanique aux éléments finis) à différentes distances de la ligne de soudage sont alors introduits comme données d'entrée de la simulation par classes de précipités pour simuler l'évolution des différentes phases.

La dureté est enfin calculée en prenant en compte le rayon des précipités (en pratique le nombre de précipités dans chaque classe pour une description eulérienne) et, selon la taille de ces précipités par rapport au rayon critique, le mode de durcissement (contournement ou cisaillement).

Plusieurs hypothèses sont nécessaires au bon fonctionnement de ce modèle [Serriere 2004]. La diffusion à l'intérieur des précipités est considérée infinie ce qui veut dire qu'il n'y aura pas de gradient de composition au cœur du précipité. Les précipités sont pris en compte en premier lieu comme étant sphériques, hypothèse discutable selon [Legrand 2015] pour l'alliage 2024, car les précipités y sont présents sous forme de plaquettes. Enfin, l'interface entre un précipité et la matrice doit être considérée à l'équilibre thermodynamique localement. Plus récemment, les modèles établis notamment par [Legrand 2015] permettent de prendre en compte un facteur

de forme pour simuler des précipités sous forme de plaquettes comme cela peut être le cas dans l'alliage 2024.

Ce type de modèle nécessite une description fine de l'état de précipitation initial, de la séquence de précipitation et la connaissance de données thermodynamiques souvent difficiles à obtenir [Simar 2012]. Il faut ainsi déterminer le nombre de sites disponibles pour la nucléation des précipités et l'énergie d'interface entre le précipité et la matrice. Pour chaque type de précipité, il est nécessaire d'ajuster l'angle de mouillage, qui permet notamment de prendre en compte la non-sphéricité du germe [Legrand 2015]. Certains auteurs considèrent par ailleurs des distributions distinctes selon que la précipitation soit homogène à l'intérieur des grains ou hétérogène sur les dislocations et dispersoïdes [Gallais 2008]. Ce modèle requiert donc un grand nombre de paramètres matériaux souvent difficiles à obtenir. De plus, ce type de modèle peut être relativement gourmand en ce qui concerne le temps de calcul.

Dans le cas de l'alliage 2024 T3, deux types de phases sont à prendre en considération, la phase S (Al_2CuMg) et les zones GPB / co-clusters. Cette seconde phase est plus compliquée à modéliser, car elle est métastable et sa composition n'est pas forcément bien connue.

Dans leurs travaux, [Khan 2008] simulent la nucléation et la croissance de la phase S lors d'un traitement thermique de l'alliage 2024-T351 en le considérant comme un alliage binaire dont le cuivre serait l'élément limitant la diffusion. L'auteur suggère que tous les éléments d'addition qui n'ont pas été consommés par la formation de la phase S serviront à constituer des co-clusters. Le ratio Cu : Mg est défini par l'auteur comme étant de 1 pour les co-clusters avec une température limite d'existence fixée à 250 °C. Ce modèle prédit la fraction volumique de co-cluster ainsi que la taille moyenne et la fraction volumique de la phase S. La contribution aux propriétés mécaniques des co-clusters est obtenue par une équation dépendant du module de cisaillement et de leur fraction volumique. Pour la phase S, le calcul est basé sur l'équation d'Orowan en considérant que ces précipités ne peuvent pas être cisaillés.

[Hersent 2010] a utilisé les paramètres du modèle décrit par [Khan 2008] avec quelques ajustements pour simuler l'évolution des différentes phases dans le matériau lors du soudage FSW. Il a notamment pris en compte l'évolution de la quantité de zones GPB au fur et à mesure du cycle thermique de soudage FSW et non pas a posteriori comme [Khan 2008]. [Hersent 2010] a confronté les résultats obtenus par son modèle après une maturation, à température ambiante durant un temps infini, aux mesures réalisées après une maturation de deux semaines (cf. Figure 1-54). La simulation effectuée pour une vitesse d'avance de 100 mm/min sous-évalue la dureté dans la zone du pic de dureté dans la ZAT. En revanche, le modèle surestime grandement la dureté du creux de dureté dans la limite ZAT/ZATM. L'auteur explique que cet écart peut être dû à une durée de maturation expérimentale trop faible et donc une dureté qui pourrait augmenter avec la formation de nouveaux co-clusters. Le modèle aurait également tendance à prévoir des refroidissements trop rapides ce qui empêcherait les précipités de devenir plus grossiers et ainsi de diminuer la dureté. La dureté du noyau et la position des différents pics sont relativement bien prédites par ce modèle. La dureté du second cas de soudage (vitesse d'avance Va = 400 mm/min) est bien mieux prédite dans la zone du creux de dureté et dans la zone du pic de dureté. On peut tout de même noter une légère sous-estimation au pic de dureté par rapport à l'expérience et une forte sous-évaluation de la dureté du métal de base.

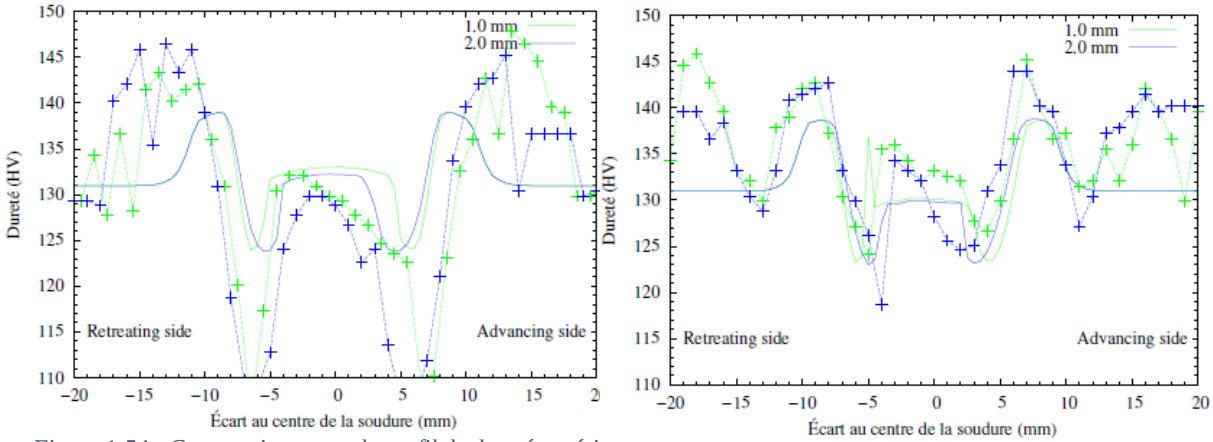


Figure 1-54 : Comparaison entre le profil de dureté expérimental et la dureté simulée pour deux conditions de soudage différentes (à gauche Va = 100 mm/min, à droite Va = 400 mm/min, Ω = 400 tr/min [Hersent 2010]

[Legrand 2015] a développé un modèle par classes de précipités couplé à des bases de données thermodynamiques pour simuler le soudage FSW de l'alliage 2024-T3. Elle a extrapolé les bases de données du logiciel Thermo-calc pour déterminer les trois paramètres associés à chaque phase (énergie d'interface, nombre initial de sites de germination, angle de mouillage). [Legrand 2015] a ensuite simulé des essais en DSC à différentes vitesses pour permettre d'affiner ces paramètres. Son modèle sépare les deux phénomènes durcissants dans cet alliage. Le phénomène de dissolution des zones GPB est donc simulé indépendamment de la formation et dissolution de la phase S. Contrairement aux deux auteurs précédents, la phase S peut être cisaillée ou contournée ce qui est pris en compte dans la simulation afin d'obtenir la limite d'élasticité qui est ensuite convertie en dureté par une relation linéaire décrite par l'auteur.

[Legrand 2015] a comparé la dureté mesurée après une maturation de deux mois à la dureté obtenue par la simulation (cf. Figure 1-55). Deux modèles sont présentés, le premier correspond à la dureté juste après le soudage et le second correspond à la dureté après une maturation de dix jours. La maturation est prise en compte dans le second calcul par une augmentation des coefficients de diffusion des éléments d'alliages et une diminution de l'angle de mouillage afin de forcer la germination. Ce modèle de maturation est appliqué au noyau et à la ZATM. Dans les zones numériquement non affectées par la maturation (c.-à-d. la ZAT), le phénomène de dissolution des zones GPB est observé expérimentalement à 15 mm du centre de la soudure tandis que pour la simulation, le creux de dureté est constaté à 10 mm du centre. [Legrand 2015] attribue ce décalage à deux phénomènes, le premier proviendrait d'une estimation incorrecte de la teneur initiale en zones GPB et le second serait une mauvaise répartition de la chaleur simulée dans la tôle. Le pic de dureté lié à la formation de la phase S est bien simulé tout comme l'adoucissement dû à la coalescence de cette phase. Le minimum de dureté observé en bordure de ZAT/ZATM est bien plus faible pour le modèle par rapport aux mesures effectuées. Enfin, la valeur de dureté mesurée dans le noyau est plus élevée que la valeur simulée. Cet écart est dû à la formation des zones GPB lors de la maturation qui n'est pas prise en compte par le premier modèle. La simulation d'une maturation de 10 jours a permis une augmentation de dureté dans le noyau et dans la ZATM. La dureté simulée se rapproche ainsi de la dureté expérimentale, mais sous-estime encore les valeurs obtenues. [Legrand 2015] ne précise pas si un calcul simulant une durée de maturation de deux mois a été effectué.

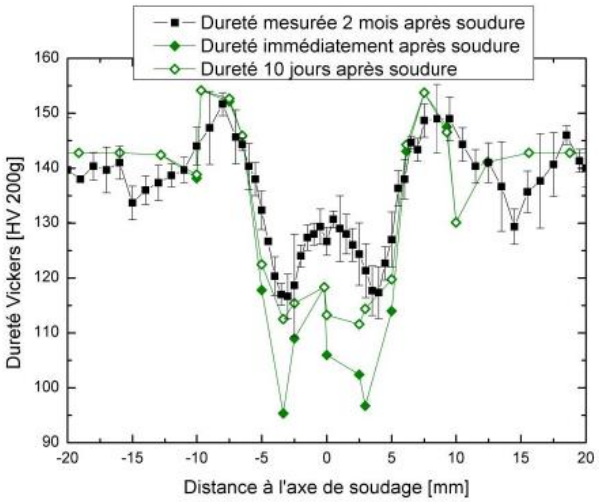


Figure 1-55 : Comparaison entre le profil de dureté expérimental (2 mois après soudage) et la dureté simulée immédiatement et 10 jours après le soudage [Legrand 2015]

1.3.1.2. Modèle semi-analytique[4] de Myhr et Grong

Des modèles qualifiés de « semi-analytiques » ou « modèles à variables internes » ont été fréquemment utilisés pour simuler l'évolution des fractions volumiques de phases lors du soudage [Jacquin 2021]. Dans de tels modèles, les cycles thermiques de soudage simulés analytiquement ou par modélisation aux éléments finis sont discrétisés en pas de temps infinitésimaux et l'évolution de la précipitation est calculée à chaque étape. En règle générale, ces modèles conservent une forme relativement simple pour pouvoir les coupler plus facilement à des calculs aux éléments finis et ont été essentiellement utilisés pour simuler les phénomènes de dissolution des précipités. Dans de tels modèles, un temps équivalent t^* correspondant à une dissolution complète des précipités est utilisé, ainsi qu'une « courbe maîtresse » (« master curve » [Myhr 1991]) représentant l'adoucissement de l'alliage lié à la dissolution. De telles approches ont été très utilisées par Myrh et Grong et leurs co-auteurs dès la fin des années 1990.

Le modèle décrit par Myhr et Grong [Myhr 1991] simule ainsi l'adoucissement du matériau depuis son état de durcissement maximal (l'état « T6 ») jusqu'à la coalescence et dissolution des précipités (c.-à-d. le minimum de dureté). Pour cela une relation linéaire est établie entre une fraction de précipité équivalente et la dureté du matériau. Lorsque la fraction de précipité équivalente (X_p) est maximale (=1), la dureté est maximale et correspond au matériau à l'état T6. Quand X_p est minimale alors la dureté est minimale et correspond au matériau après coalescence et dissolution des précipités. Au cours de l'adoucissement du matériau, la valeur de X_p va ainsi progressivement diminuer pour atteindre 0. Des mesures de dureté après maintien isothermes à différents couples temps/températures permettent alors de tracer la courbe maîtresse (cf. Figure 1-56).

La diminution de la fraction de précipité équivalente en fonction du temps de maintien à température est alors contrôlée par une équation de type diffusion. Ainsi, un rapport est calculé entre le temps de maintien à température et le temps équivalent pour atteindre la dissolution totale t^*. Ce rapport est ensuite porté à la puissance n qui prend initialement une valeur de 0,5 pour des précipités en plaquettes. D'après [Myhr 1991], cet exposant devrait diminuer au fur et

[4] Nous reprendrons ici la dénomination utilisée par [Jacquin 2021]

à mesure de l'avancement de la dissolution des précipités (cf. Figure 1-56). Cependant, cet exposant est souvent constant lors des calculs observés dans la littérature.

Le temps équivalent *t** pour atteindre la dissolution totale évoquée précédemment dépend de la température du traitement thermique. Pour le définir sur l'ensemble des températures étudiées, un couple temps-température de référence est défini puis extrapolé aux autres températures par le biais d'une loi de type Arrhenius.

Comme indiqué précédemment, ce modèle peut être appliqué à des cycles anisothermes, en discrétisant le cycle anisotherme en une somme de petits paliers isothermes. Pour chaque palier isotherme, le rapport entre le temps passé à la température du palier et le temps de dissolution à cette même température est calculé puis sommé au précédent afin d'obtenir l'avancement total à la fin du cycle thermique.

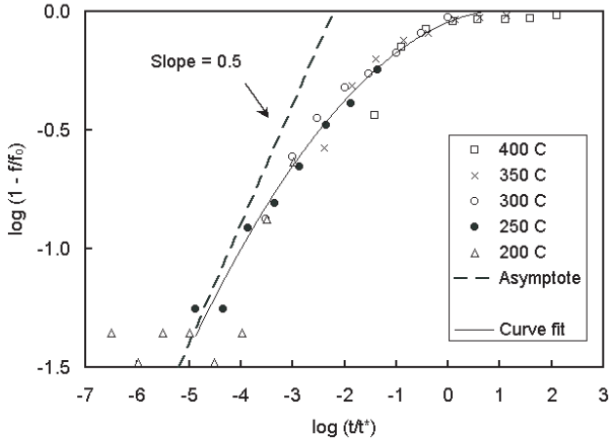


Figure 1-56 : Exemple d'une courbe maîtresse pour un AA 2014-T6, avec $f/f_0 = X_p=1-(t/t^*)^n$ [Shercliff 2005]

De nombreux auteurs ont utilisé le modèle de Myhr et Grong pour simuler les phénomènes d'adoucissement dans les alliages d'aluminium [Richards 2008] ou de cuivre [Gauthier 2014] après un cycle de soudage. Ce modèle a aussi été appliqué par [Frigaard 2001] pour prédire les évolutions microstructurales lors du soudage FSW d'alliages 6082-T6 et 7108-T6 et par [Sullivan 2006] pour des alliages 6016-T6 et 7449-T7, ces deux derniers auteurs prenant en compte la maturation post-soudage dans une seconde étape. Trois auteurs ont enfin appliqué ce type de modèle à un alliage 2024-T3 soudé par friction malaxage [Sonne 2013], [Paulo 2017] et [Bachmann 2017].

[Sonne 2013] a modélisé l'adoucissement provenant de la réversion des zones GPB / co-clusters dans la ZAT en considérant que seule cette dissolution est responsable des variations de dureté. Cette hypothèse est discutable puisque d'après [Genevois 2004] deux phénomènes contribuent à l'évolution de la dureté dans la ZAT : tout d'abord la dissolution des zones GPB proches du métal de base puis la précipitation de la phase S lorsque l'on se rapproche du noyau. On observe ensuite un adoucissement dans la ZATM lié à la coalescence puis à la dissolution de la phase S pour atteindre le minimum de dureté en bord de noyau (cf. partie 1.2.4). Ce modèle est alors appliqué au cas du soudage FSW, pour deux conditions différentes (cf. Figure 1-57). Ce modèle prédit plutôt bien la baisse de dureté correspondant à la ZATM mais sous-estime assez fortement la dureté dans le noyau. On peut également observer sur les mesures de dureté de la soudure « froide » (vitesse d'avance et de rotation plus importante) un creux de dureté aux alentours de 7 mm correspondant à la ZAT proche du métal de base. Ce creux est dû à la dissolution partielle des zones GPB d'après [Genevois 2004] et à une reformation de ces zones

lors de la maturation qui est incomplète dû à un faible taux de lacunes. Le modèle présenté par [Sonne 2013] est d'après l'auteur basé sur la dissolution des zones GPB, or dans cette zone, le modèle reste au maximum de dureté et ne prévoit pas de diminution de dureté. Pour la soudure « chaude », nous n'observons pas le même phénomène, car l'épaulement est plus large et la ZATM aussi. Pour constater ce creux provenant à la dissolution des zones GPB, il aurait fallu prolonger le profil expérimental de dureté au-delà de 13 mm pour étudier l'ensemble de la ZAT et la dureté du métal de base. Le modèle de [Sonne 2013] étant étalonné sur des essais isothermes non détaillés dans son article, il est difficile de déterminer quels phénomènes microstructuraux ont été observés par cet auteur et il apparaît que le modèle simule vraisemblablement l'adoucissement lié à la coalescence et dissolution de la phase S. Ceci se confirme sur les profils de duretés simulés avec une bonne correspondance à l'expérience dans la ZATM i.e. la zone de coalescence/dissolution de la phase S. Cependant, ce modèle ne prend pas en compte la précipitation de la phase S et la dissolution des zones GPB ce qui explique un niveau de dureté simulé constant dans la ZAT. Enfin, la maturation à température ambiante post-soudage n'est pas prise en compte dans ce modèle ce qui explique la sous-estimation de la dureté simulée dans le noyau.

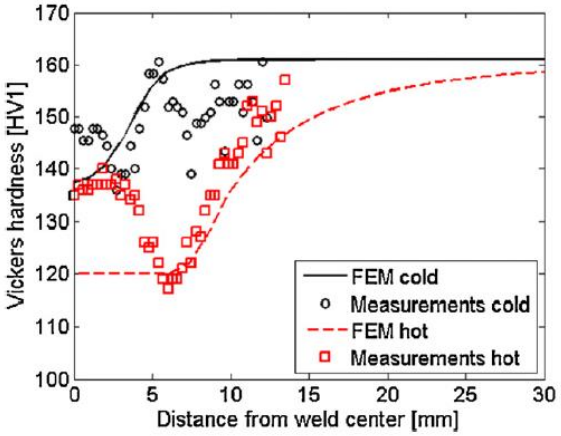


Figure 1-57 : Comparaison entre la dureté expérimentale et la dureté simulée d'un joint FSW en AA 2024-T3 [Sonne 2013]

Le second auteur [Paulo 2017] simule l'adoucissement du matériau sans le relier explicitement à la coalescence ou à la dissolution d'une des phases présentes. Il a repris les constantes définies par [Sonne 2013] pour faire fonctionner son modèle. L'auteur a ensuite appliqué le modèle semi-analytique de Myhr et Grong à un cycle de soudage par friction malaxage et comparé les résultats obtenus à l'expérience (cf. Figure 1-58). Enfin, la maturation à température ambiante a été prise en compte en augmentant arbitrairement la valeur de la fraction de précipités équivalentes dans les zones d'intérêt. Malgré tout, comme pour [Sonne 2013], la dureté du noyau est grandement sous-estimée, car la reformation des zones GPB à cet endroit est importante comparée à la ZATM. Il est également à noter que les duretés minimales et maximales définies par [Paulo 2017] et [Sonne 2013] sont très différentes.

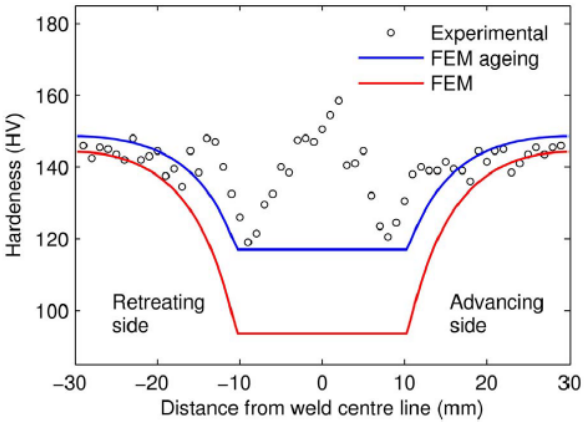


Figure 1-58 : Comparaison entre la dureté expérimentale et la dureté simulée par le modèle FEM [Paulo 2017]

[Bachmann 2017] a également utilisé ce modèle pour simuler l'évolution de dureté dans un joint soudé par FSW en alliage 2024-T3. Cet auteur a repris les constantes définies par [Sonne 2013] et a pu obtenir le profil de dureté simulé présenté à la Figure 1-59. Une fois de plus, la zone de coalescence/dissolution de la phase S est bien simulée par le modèle. Cependant, la dureté minimale est trop élevée ce qui empêche de simuler correctement le minimum de dureté expérimental. Enfin, la dureté du noyau est sous-estimée, car ce modèle ne prend pas en compte la reformation des zones GPB / co-clusters durant la maturation post-soudage.

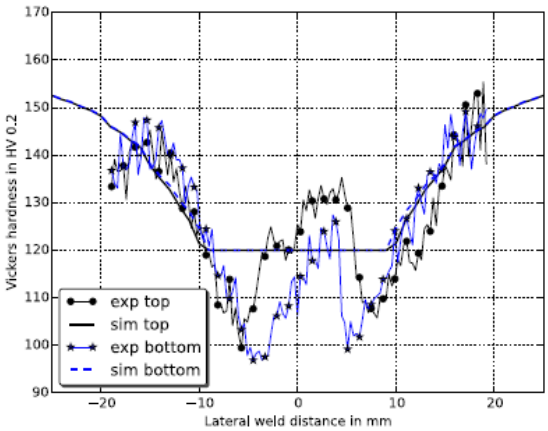


Figure 1-59 : Comparaison entre la dureté expérimentale et la dureté simulée par le modèle de [Bachmann 2016] sur une tôle d'épaisseur 6 mm

1.3.1.3. Modèle semi-analytique de croissance de Hersent

[Hersent 2010] a explicité une méthode basée sur le modèle de Myhr et Grong pour simuler la croissance des précipités de la phase S dans un alliage 2024-T3. La construction de ce modèle est comparable au modèle de dissolution, une variable de croissance est définie de la même manière que la fraction de précipité équivalente avec X_c à la place de X_p. La dureté maximale Hv_{max} dans l'équation reliant la dureté à la fraction équivalente de précipités est alors considérée dépendante de la température du cycle thermique. De la même manière, un temps de croissance équivalent est défini par cet auteur afin de prendre en compte l'influence de la température du traitement thermique sur la durée nécessaire pour avoir une précipitation complète. Le rapport entre le temps passé à température et le temps de croissance équivalent est lié à X_c par le biais d'un exposant n_c comme dans le modèle de Myhr & Grong. De plus ce modèle peut aussi être appliqué aux cas anisothermes toujours en discrétisant le cycle thermique en une somme de paliers isothermes de durée infinitésimale.

[Hersent 2010] a appliqué ce modèle en complément du modèle de dissolution de Myhr et Grong pour simuler l'évolution de la dureté dans un joint soudé par FSW d'un alliage 2024-T3. Les résultats de son modèle semblent aberrants, le minimum de dureté mesuré correspondant au maximum de dureté simulé (cf. Figure 1-60). De plus, on se retrouve avec un creux de dureté simulé très étroit dans le noyau ce qui est loin de l'observation expérimentale. La dureté simulée dans la ZAT est par ailleurs beaucoup plus faible que la dureté expérimentale. Cet écart très important entre simulation et mesures expérimentales est difficilement explicable à la lecture de son manuscrit de thèse. Pour simuler la maturation post-soudage, l'auteur a également évoqué la possibilité de l'ajout d'un incrément de dureté d'au moins 20 Hv lorsque la température maximale atteinte est supérieure à 400 °C sans cependant l'appliquer dans son modèle.

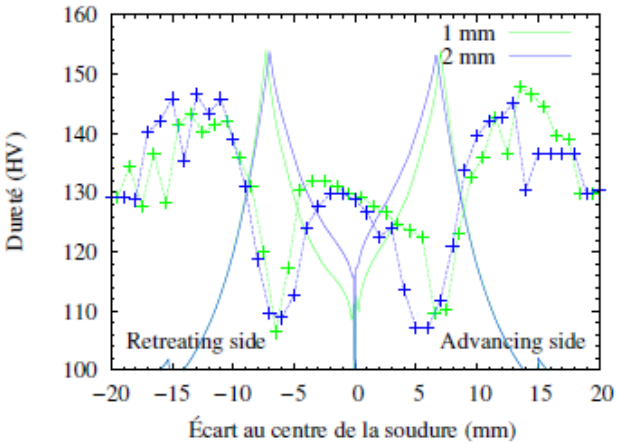


Figure 1-60 : Comparaison entre les profils de duretés expérimentaux et les profils de duretés simulés [Hersent 2010]

1.3.1.4. Autres modèles

D'autres modèles sont potentiellement utilisables et parmi eux nous pouvons noter le modèle utilisé par [Yan 2006] pour simuler les cinétiques de précipitation et dissolution des différentes phases dans l'alliage 2024-T351. Ce modèle considère deux phases durcissantes que sont les zones GPB / co-clusters et la phase S. Lors du traitement thermique, ce modèle va favoriser la précipitation et la croissance de la phase S au détriment des zones GPB / co-clusters qui vont se dissoudre. Afin de connaître la quantité maximale de phases en présence en fonction de la température du traitement thermique, des équations issues de la thermodynamique permettant de minimiser l'énergie libre de Gibbs sont utilisées par l'auteur en suivant la méthodologie de [Bratland 1997]. Pour utiliser ces équations, il est nécessaire de connaître la stœchiométrie des phases en présence. Celle-ci est bien connue pour la phase S (Al_2CuMg) ce qui n'est pas le cas des zones GPB / co-clusters. C'est pourquoi l'auteur a décidé de considérer un ratio Cu : Mg égal à 1 et la stœchiométrie de la phase comme étant $Al_4Cu_3Mg_3$.

La cinétique de précipitation de la phase S durant un traitement thermique isotherme est établi par un modèle de type Starink-Zahra [Starink 1997] afin de pouvoir simuler la nucléation et la croissance de cette phase. L'auteur suppose que la nucléation et croissance de la phase S se fait aux dépends des zones GPB / co-clusters. Il en résulte que la quantité de zones GPB / co-clusters calculée est définie comme étant le complémentaire de la quantité de phases S. En parallèle de l'évolution de la quantité de phases S, l'évolution de la taille moyenne des précipités est également calculée. Pour cela, deux calculs sont établis, le premier dans la partie nucléation et croissance des précipités et le second pour la partie coalescence.

Le durcissement provenant des zones GPB / co-clusters est défini en fonction de la racine carrée de la quantité de zones GPB / co-clusters présente dans le matériau. Le durcissement lié à la présence de la phase S est plus complexe et fait intervenir la fraction volumique de cette phase ainsi que la taille moyenne de ces précipités. Les évolutions de quantité de phases S et zones GPB / co-clusters permettent également de déterminer la concentration en élément d'addition dans la solution solide et donc de calculer le durcissement provenant de cette solution. Pour terminer, ce modèle prend également en compte le durcissement provenant du taux de dislocation par un modèle d'Ashby et de la taille de grains par un modèle de Hall-Petch. Les résultats de calcul présentés par [Yan 2006] à la Figure 1-61 pour des cas de traitements thermiques isothermes présentent un bon accord avec les données expérimentales présentes dans la littérature. Ce modèle a été appliqué par la suite par [Wang 2006] au soudage par plasma d'un alliage 2024-T351. Les résultats de la simulation obtenus par cet auteur représentent qualitativement les évolutions de duretés ayant lieu dans le joint soudé.

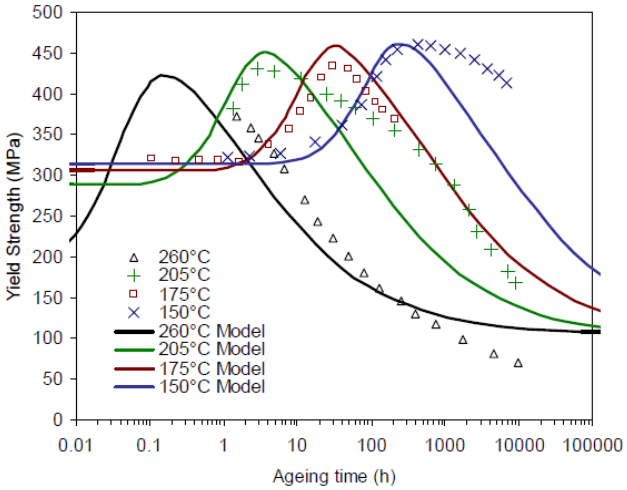


Figure 1-61 : Comparaison entre l'évolution de la limite d'élasticité mesurée par [Davis 1993] et la simulation de [Yan 2006]

1.3.2. Alliage 2050-T34

Nous avons pu observer grâce à l'analyse de la littérature que la dureté était globalement homogène après le soudage de l'alliage 2050-T34. La réalisation d'un traitement thermique post-soudage de 30 heures à 155 °C entraîne une forte hétérogénéité de dureté dans les différentes zones du joint soudé et donc des quantités de phases durcissantes. Le cycle thermique vécu lors du soudage ne semble donc pas exercer une influence de premier ordre sur la dureté après soudage puisque le caractère hétérogène du joint soudé ne se révèle qu'après le traitement thermique post-soudage. L'étape du traitement thermique isotherme post-soudage est par contre une étape clé qui devra donc être simulée pour pouvoir prédire la dureté du joint soudé mis en service.

À notre connaissance, il n'existe pas de modèle dans la littérature permettant de simuler la dureté post-soudage de cet alliage avant ou après traitement thermique. Toutefois, un modèle décrit par [Li 2019] simulant des essais de fluage à haute température permet aussi de décrire l'évolution de dureté du AA 2050-T34 pendant le traitement thermique. Ce modèle repose sur des relations entre les évolutions normalisées de grandeurs microstructurales et les évolutions de limite d'élasticité constatées pendant le traitement thermique.

Ce modèle prend en compte un taux de dislocation normalisé diminuant à cause de la restauration ayant lieu lors du traitement thermique. La contribution à la limite d'élasticité de

cette phase s'effectue sous la forme d'une loi de type Kocks-Mecking comme cela a été présenté en début de chapitre. La simulation de la réversion des clusters pendant le traitement thermique est également prise en compte par le modèle avec une réversion terminée après environ une heure de traitement thermique. Une hypothèse de clusters de forme sphérique a été utilisée pour pouvoir relier le durcissement dû à cette phase à la taille de ces clusters. L'évolution de la fraction et du rayon des précipités T_1 est également simulée par ce modèle en prenant en compte l'effet du taux de dislocations sur la cinétique de précipitation. Ceci est important pour notre étude puisque de nombreux auteurs attribuent le faible niveau de dureté dans le joint soudé à une densité de dislocations plus faible dans cette zone. Afin de déterminer la contribution des phases T_1 sur la limite d'élasticité du matériau, une moyenne harmonique entre la contribution liée au cisaillement et la contribution liée au contournement en faisant intervenir la fraction volumique, le rayon des précipités et l'épaisseur de ceux-ci a été mise en place. Pour terminer, l'évolution de la concentration en élément de la solution solide est également calculée pour déterminer la contribution de la solution solide sur la limite d'élasticité. Les résultats de la simulation de cet auteur sur l'alliage 2050 à l'état T34 s'avèrent très proches des données expérimentales rapportées par d'autres auteurs (cf. Figure 1-62). Ce modèle semble donc être un bon point de départ afin de simuler l'évolution lors du traitement thermique de revenu des joints soudés FSW.

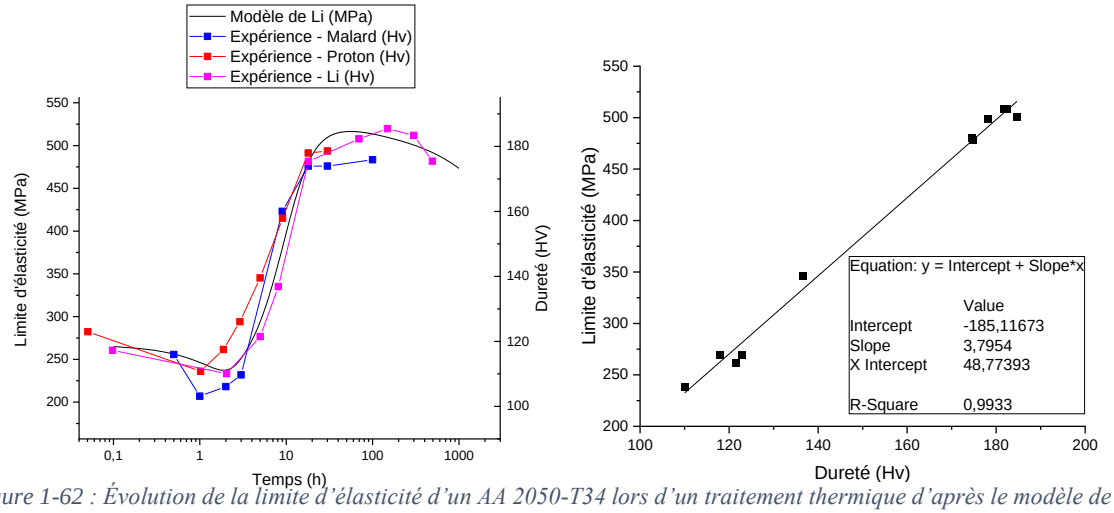


Figure 1-62 : Évolution de la limite d'élasticité d'un AA 2050-T34 lors d'un traitement thermique d'après le modèle de [Li 2019] et comparaison aux données expérimentales de [Li 2019], [Malard 2015] et [Proton 2014], à droite relation entre la limite d'élasticité et la dureté pour le AA 2050 d'après les mesures de [Li 2019]

1.4. Synthèse et démarches retenues

La synthèse bibliographique a permis de préciser les phases en présence dans les deux alliages étudiés ainsi que l'influence de leur présence sur des propriétés telles que la dureté ou encore la résistivité électrique. Nous avons également pu observer que ces deux alliages ont des évolutions de dureté et de l'état de précipitation bien différentes lors du soudage FSW. En effet, de fortes hétérogénéités de dureté et de microstructure peuvent être observables pour l'alliage 2024 soudé depuis l'état T3. Par ailleurs, la dureté dans les différentes zones du cordon évolue par la suite en quelques semaines en raison de la maturation de l'alliage et là encore de façon hétérogène. A contrario, la dureté post-soudage de l'alliage 2050 est très homogène et reste proche de celle du métal de base à l'état T34. Ce n'est qu'au cours du traitement thermique standard de revenu de 30 heures à 155 °C que les duretés du noyau et de la ZATM différent notablement de celles du métal de base. Le métal de base et la ZAT présentent alors une dureté équivalente à celle du matériau à l'état T8 tandis que le noyau présente une dureté intermédiaire entre l'état T34 et l'état T8.

Une modélisation qui s'attache à prédire les évolutions de dureté dans les différentes zones du joint soudé FSW doit donc prendre en compte les phénomènes microstructuraux responsables de ces évolutions lors du soudage mais aussi lors de la maturation pour l'alliage 2024-T3 et lors du revenu post-soudage pour l'alliage 2050-T34.

En ce qui concerne l'alliage 2024, la synthèse bibliographique a permis de mettre en évidence les phases qui auront une influence sur la limite d'élasticité / la dureté et qui seront donc à prendre en compte dans cette modélisation. Pour cela et bien que la séquence de précipitation soit encore à l'heure actuelle controversée, nous avons choisi d'utiliser la séquence de précipitation simplifiée décrite par [Legrand 2015] qui est résumée ci-dessous :

Solution solide sursaturée → Zones GPB / co-clusters → Phase S

Considérant cette séquence de précipitation, les phénomènes microstructuraux principalement responsables des variations de dureté dans les différentes zones du joint soudé ont pu être identifiés. Ainsi, en partant de la ZAT proche du métal de base, la réversion des zones GPB / co-clusters conduit tout d'abord à un adoucissement. Par suite, en se rapprochant de la ZATM, la dureté ré-augmente via la précipitation de fins précipités de phase S. Dans la ZATM, la dureté diminue fortement due à la coalescence de cette phase S qui tend finalement à se dissoudre dans le noyau soudé. Après soudage, une maturation à température ambiante pendant quelques mois permet de reformer des zones GPB / co-clusters entraînant notamment une forte augmentation de la dureté dans le noyau. Il est à noter que cette maturation est très lente dans la ZAT proche du métal de base ce qui entraîne une zone de faible dureté observable plusieurs mois après soudage. Ces évolutions complexes sont principalement guidées par l'histoire thermique ayant lieu lors du soudage. C'est pourquoi, afin de pouvoir prédire la dureté du joint soudé, il est impératif en premier lieu de pouvoir disposer de cycles thermiques pertinents.

L'alliage 2024 ayant été très étudié, de nombreux modèles reliant les cycles thermiques rencontrés, l'état microstructural et la dureté ont été développés. Parmi ceux-ci, le modèle par classes de précipités est sans doute celui permettant une description la plus fine de l'état de précipitation. L'application de ce modèle sur des cas de joint soudé FSW en alliage 2024-T3 a permis de montrer sa pertinence. Toutefois, ce type de modèle nécessite la connaissance de nombreux paramètres souvent difficiles à étalonner. L'utilisation de logiciels thermodynamiques utilisant une approche de type Calphad (Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry) permet cependant d'aider à la détermination des compositions

à l'équilibre des précipités et de la matrice nécessaires au calcul. Des essais en DSC peuvent aussi permettre d'étalonner les autres paramètres du modèle tel que l'énergie d'interface, l'angle de mouillage etc... Plus riche d'informations que les méthodes semi-analytiques, la complexité de mise en œuvre du modèle par classes de précipités reste cependant un frein à son utilisation par les industriels. Un autre aspect est la nécessité de disposer de logiciels spécifiques en sus des codes de calculs aux éléments finis (EF) largement présents dans les entreprises. La démarche généralement retenue est alors un couplage de type unidirectionnel où les champs thermiques calculés par le logiciel aux EF servent de données d'entrée au logiciel de simulation par classes de précipités. A contrario, les modèles semi-analytiques tels que celui de [Myhr 1991] sont aisément implémentables dans les logiciels par EF via l'utilisation de variables auxiliaires. Dans ce cas, l'évolution des fractions des différentes phases peut être calculée à chaque pas de temps et un seul logiciel permet alors les simulations thermique et métallurgique du procédé avec de plus un coût de calcul moindre. Enfin, s'appuyant sur des essais de traitement thermique isotherme en général, le recalage des paramètres du modèle est plus simple.

Dans cette étude, il est donc proposé d'utiliser le modèle semi-analytique de [Myhr 1991] pour simuler les évolutions microstructurales au cours du procédé de soudage FSW de l'alliage 2024-T3. Cependant, l'analyse bibliographique a montré que ce modèle n'a démontré sa pertinence que pour simuler les phénomènes de coalescence et dissolution des précipités et donc a priori pour des alliages à l'état T6, T7 ou T8. Pour pallier ce problème, le modèle semi-analytique de [Hersent 2010] sera utilisé pour simuler la partie croissance de la phase S, même si cet auteur a relaté des difficultés lors de l'utilisation de ce type de modèle. Le modèle de [Yan 2006] sera également utilisé afin de comparer les résultats obtenus entre un modèle semi-analytique relativement simple et un modèle plus sophistiqué permettant de prendre en compte les contributions de différentes phases. Enfin, l'effet de la maturation sur la dureté du joint soudé étant important, il sera nécessaire de simuler également ce phénomène. L'étalonnage des différents modèles sera effectué à l'aide d'essais de traitement thermique isotherme suivis de mesures de dureté disponibles dans la littérature, et complété d'essai spécifiques à temps de maintien courts réalisés lors de ce travail. De plus, aux vues des phénomènes complexes ayant lieu dans le matériau, la méthode de suivi de résistivité électrique pendant le maintien isotherme sera mise en place pour suivre les évolutions de l'état de précipitation.

Concernant l'alliage 2050, la synthèse bibliographique a montré que la phase T_1 jouait un rôle prépondérant sur les propriétés mécaniques. La séquence de précipitation retenue est la suivante :

Solution solide sursaturée → Co-clusters → Phase T_1

L'alliage à l'état T34 est majoritairement constitué de co-clusters. Il est à noter que d'autres phases telles que la phase θ' peuvent également être présentes dans le matériau, mais que celles-ci ne participeront que très peu au durcissement du matériau. Concernant le joint soudé FSW, la dureté après soudage d'un alliage 2050-T34 est quasiment homogène dans tout le joint. D'après la littérature, la cinétique de précipitation de la phase T_1 étant lente, celle-ci n'est pas présente lors de l'opération de soudage. Cependant, après la réalisation d'un traitement thermique de revenu à 155 °C pendant 30 heures, la quantité de phases T_1 dans la ZAT et le métal de base devient alors similaire à celle du matériau à l'état T8 alors que la précipitation n'est que partielle dans le noyau. Dans cette zone, la combinaison de températures élevées et de vitesses de déformation très importantes entraîne en effet une recristallisation importante et donc une densité de dislocations faible conduisant à un ralentissement de la cinétique de

précipitation. Pour simuler la dureté dans les différentes zones du joint soudé, il sera donc nécessaire de mettre en place un modèle prenant en compte l'influence de la densité de dislocations sur les cinétiques de précipitation de la phase T_1.

L'alliage 2050 étant relativement récent, la simulation de la dureté post-soudage n'est pas présente dans la littérature à notre connaissance. Cependant, un modèle développé par [Li 2019] et initialement prévu pour le fluage haute température de cet alliage permet de simuler l'évolution de la précipitation de la phase T_1 au cours du revenu d'un alliage à l'état T34. Cette étude va tenter d'améliorer ce modèle pour prendre en compte différents états de départ et notamment des états avec un faible taux de dislocations comme cela peut-être le cas dans le noyau soudé. L'analyse bibliographique a mis en évidence l'intérêt de techniques de type MET ou SAXS pour caractériser finement la précipitation de la phase T_1. Ces techniques ne seront pas employées dans le cadre de cette thèse, mais les résultats issus de la littérature seront utilisés en compléments de techniques expérimentales plus abordables. L'utilisation de la résistivité électrique comme moyen de suivi de la précipitation de la phase T_1 sera ainsi testée malgré la rareté des travaux y référant.

Afin de pouvoir prédire la dureté du joint soudé de l'alliage 2024, il est nécessaire de disposer de thermogrammes fiables puisque l'histoire thermique est le principal acteur des évolutions de l'état de précipitation dans cet alliage. Pour cela, des essais expérimentaux de soudage FSW instrumentés en thermocouples seront réalisés. Pour les compléter, le modèle thermomécanique du procédé de soudage FSW développé par [Feulvarch 2013] et implémenté dans le code de calcul aux éléments finies Sysweld sera étalonné et utilisé afin de disposer de thermogrammes dans l'ensemble du joint soudé. Les modèles cités précédemment seront utilisés pour simuler les évolutions de dureté dans le joint soudé. Les résultats de calcul seront alors comparés aux mesures expérimentales.

La même démarche sera initiée pour le soudage de l'alliage 2050-T34 même si l'impact du procédé est nettement moins visible sur la dureté post-soudage. L'étude se concentrera alors sur la modélisation de l'étape de revenu.

Chapitre 2 : Techniques expérimentales, essais de soudage et simulation thermique

2.1. Techniques expérimentales 71
2.1.1. Dureté 71
2.1.2. Mesure de résistivité électrique en température 72
2.1.3. Essais sur machine Gleeble 74
2.1.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) 76
2.1.5. MEB – EBSD 78
2.2. Essais de soudage 78
2.2.1. Présentation des configurations et paramètres utilisés 79
2.2.1.1. Alliage 2024-T3 79
2.2.1.2. Alliage 2050-T34 80
2.2.2. Instrumentation en thermocouples 82
2.2.2.1. Principe 82
2.2.2.2. Instrumentation sur tôles en alliage 2024-T3 84
2.2.2.3. Instrumentation sur tôles en alliage 2050-T34 86
2.2.2.4. Instrumentation des supports envers 87
2.2.3. Résultats expérimentaux 90
2.2.3.1. Alliage 2024-T3 90
2.2.3.2. Alliage 2050-T34 97
2.3. Simulation thermique 103
2.3.1. Modèle thermomécanique du soudage par friction malaxage 103
2.3.1.1. Écoulement de matière 103
2.3.1.2. Transferts de chaleur 104
2.3.1.3. Conditions aux limites 105
2.3.1.4. Stratégie de maillage 106
2.3.2. Trajectoire d'une particule dans le noyau 107
2.3.3. Étalonnage du modèle 109
2.3.3.1. Logiciel SiDoLo 109
2.3.3.2. Paramètres à identifier 110
2.3.4. Application au soudage de l'alliage 2024 112
2.3.4.1. Identification des paramètres 112
2.3.4.2. Simulation 113
2.3.5. Application au soudage de l'alliage 2050 116
2.3.5.1. Identification des paramètres 116

2.3.5.2. Simulation 117
2.4. Synthèse 119

Dans ce chapitre les techniques expérimentales utilisées pour caractériser les matériaux de l'étude seront tout d'abord présentées. Leurs objectifs premiers sont de pouvoir compléter les données disponibles dans la littérature nécessaires à la détermination des paramètres des modèles d'évolution microstructurale employés. Puis, vient la présentation des essais de soudage FSW réalisés pour valider les simulations effectuées. Ces essais ont été instrumentés en thermocouples afin de pouvoir disposer des cycles thermiques en ZAT au cours du procédé. Les résultats de ces essais seront analysés. Pour les compléter, le modèle thermomécanique employé pour simuler les thermogrammes dans l'ensemble du joint soudé sera présenté et les résultats obtenus discutés.

Deux matériaux ont été caractérisés dans cette thèse. Le premier est l'alliage 2024 livré à l'état T3 en tôle de 2 mm d'épaisseur. La composition de l'alliage 2024 d'après la norme est rappelée au tableau Tableau 2-1. Le second alliage utilisé est le 2050 à l'état T34 en tôle de 20 mm d'épaisseur. La composition de l'alliage selon le certificat matière est présentée au tableau Tableau 2-2.

Tableau 2-1 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2024 NF EN 573-1

Si (%m)	Fe (%m)	Cu (%m)	Mn (%m)	Mg (%m)	Cr (%m)	Zn (%m)	Ti (%m)	Al (%m)
0.5	0.5	3.8-4.9	0.3-0.9	1.2-1.8	0.1	0.25	0.15	Complément

Tableau 2-2 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2050 selon le certificat matière

Li (%m)	Cu (%m)	Mg (%m)	Mn (%m)	Zr (%m)	Ag (%m)	Al (%m)
0.9	3.6	0.34	0.38	0.08	0.35	Complément

2.1. Techniques expérimentales

Les méthodes de caractérisation employées ont principalement été les mesures de dureté et de résistivité électrique. Afin d'obtenir différents états de référence, une machine d'essais thermomécaniques Gleeble a été employée. Enfin, des analyses complémentaires par DSC et microscopie électronique à balayage (MEB) ont été effectuées.

2.1.1. Dureté

Lors de cette étude, des mesures de dureté Vickers ont été effectuées à l'aide de plusieurs duromètres. Comme nous l'avons souligné au chapitre 1 (1.2.5.1), l'évolution de l'état de précipitation des alliages de la série 2000, au cours du soudage FSW, entraîne de fortes variations de dureté dans les différentes zones du joint. La mesure de dureté peut donc être utilisée comme image de l'état de précipitation des alliages étudiés et employée pour caler les paramètres des modèles et valider les simulations réalisées. Les mesures sont effectuées soit sur des éprouvettes ayant subi des cycles thermiques contrôlés, soit sur des joints soudés.

Un macroduromètre Mitutoyo AVK-C2 a tout d'abord été utilisé pour la réalisation d'essais de dureté Vickers avec une charge de 1 kg appliquée pendant dix secondes. Cependant, la taille des empreintes étant relativement importante, il a été décidé de réduire la charge pour se conformer aux charges décrites dans la littérature et également pour pouvoir réaliser des cartographies de dureté plus fines. Des mesures avec une charge de 300 grammes ont donc été effectuées au moyen de la machine Leitz Miniload 2. Les cartographies de dureté sous la même charge de 300 grammes menées selon la section transverse des joints soudés ont quant à elles été exécutées à l'aide de la machine Struers Durascan présente au laboratoire d'ingénierie des

matériaux et de métallurgie (ID2M) de l'IMN à Nantes et à l'aide de la machine Presi HZ10-4 du laboratoire IRDL à Brest. Les cartographies de dureté ont été faites selon la norme NF EN ISO 6507-1 qui indique une distance minimale entre les empreintes de 6 fois la taille des diagonales de l'empreinte. De plus une distance de 3 fois la taille de la diagonale de l'empreinte entre le bord de l'échantillon et l'empreinte doit être respectée. Dans notre cas, pour l'alliage 2024-T3, des espacements de 0,36 mm dans le sens transverse au cordon de soudure et de 0,32 mm dans les 2 mm de hauteur du joint soudé ont été utilisés. Pour l'alliage 2050-T34, les mesures ont été réalisées tous les 0,5 mm dans la direction transverse au joint soudé et dans les 15 mm d'épaisseur de la tôle. Les résultats des mesures de dureté obtenus seront présentés au chapitre 3 et au chapitre 4.

2.1.2. Mesure de résistivité électrique en température

L'évolution de la résistivité électrique a également été étudiée au cours des histoires thermiques subies lors d'essais de maintien isotherme réalisés dans un four de laboratoire. Il est attendu que celle-ci évolue en fonction de l'état de précipitation et de la température. En effet, lors de la précipitation, la matrice s'appauvrit en éléments d'addition (cuivre, magnésium, etc.) et s'enrichit donc en proportion en aluminium. La résistivité électrique de l'alliage va ainsi diminuer et se rapprocher de la résistivité électrique de l'aluminium pur. Réciproquement la dissolution des précipités fait augmenter la résistivité électrique de l'alliage. De plus, cette méthode a l'avantage de permettre un suivi continu de l'évolution de l'état de précipitation notamment lors de traitement thermique isotherme contrairement aux essais en DSC qui nécessitent de réaliser préalablement des traitements thermiques interrompus pour connaître la quantité de phases en présence dans l'alliage. Comme pour les mesures de dureté, les résultats obtenus seront présentés dans les chapitres 3 et 4. Au cours de cette étude, deux types d'instrumentations ont été réalisées, chacune basée sur la méthode de résistivité électrique quatre points.

La première méthode est présentée à la Figure 2-1. Les échantillons sont prélevés dans la direction de laminage des tôles (dans une tôle non soudée ou le long d'un joint soudé) de dimensions (longueur 25 mm, largeur 5 mm et épaisseur 2 mm). Ils sont percés à cinq endroits avec une fraise de diamètre de 0,65 mm sur une profondeur de 0,6 mm. Les fils en alumel permettant d'imposer le courant (Ø de fils 400 µm), de mesurer la tension (Ø de fils 250 µm) et le thermocouple de type K (Ø de fils 250 µm) sont sertis aux positions indiquées sur la Figure 2-1. Un courant de 1 A est appliqué au moyen des deux fils à l'extrémité de la pièce. La tension est ensuite mesurée ce qui permet à l'aide de la loi d'Ohm de déterminer la résistance électrique du matériau. L'équation 2-1 permet ensuite de calculer la résistivité du matériau puisque l'on connaît la section traversée par le courant (S_e = 5*2 mm) et la longueur entre les deux points de mesure de la tension (L = 19 mm).

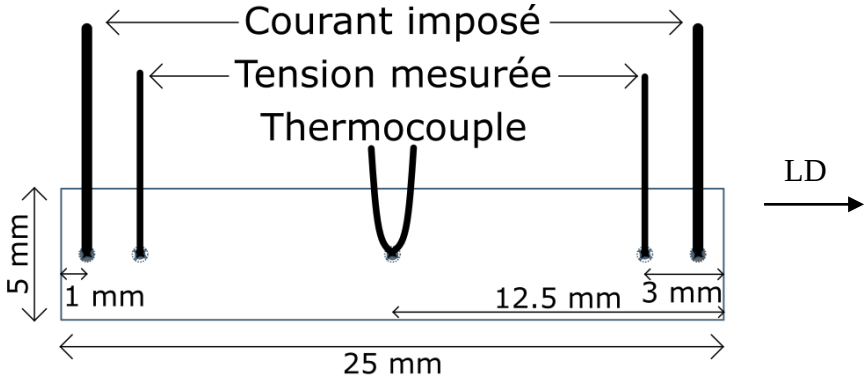


Figure 2-1 : Schéma de principe du montage réalisé pour mesurer la résistivité du matériau

$$R_e = \frac{\rho_e L}{S_e} \qquad 2\text{-}1$$

L'évolution de la résistivité électrique du matériau peut alors être suivie pendant le traitement thermique contrôlé. L'éprouvette est placée dans un four afin de réaliser des traitements thermiques spécifiques. Dans cette étude, un four résistif sous air Linseis l75/20 a été utilisé.

La seconde méthode d'instrumentation est une déclinaison de la méthode de résistivité quatre points en multipliant le nombre de points de mesure. Pour cela, comme pour le cas précédent, un thermocouple et deux fils d'amenée de courant sont sertis dans la pièce. Cependant, quatorze fils de mesure de tension sont sertis au lieu de deux (cf. Figure 2-2). Le fil « 0 » est alors utilisé comme référence pour toutes les mesures de tension ce qui nous permet de mesurer $U_{0\text{-}1}$, $U_{0\text{-}2}$, …, $U_{0\text{-}13}$. La mesure de tension locale est ensuite calculée en retranchant la mesure de tension entre la référence et le premier fil de mesure à la valeur de tension entre la référence et le second fil de mesure (cf. équation 2-2). Afin de limiter les incertitudes de mesure, les fils de mesure sont de même nature et de même longueur pour faciliter la comparaison des zones étudiées. Cette méthode d'essais multipoints a été utilisée pour le suivi de la précipitation lors du traitement thermique de revenu post-soudage de l'alliage 2050. Les éprouvettes d'épaisseur 1,5 mm sont alors prélevées perpendiculairement à la direction de soudage. Comparée à une méthode classique de prélèvement d'échantillons parallèlement à la direction de soudage, cette méthode permet en effet de caractériser plus finement la résistivité dans les différentes zones d'un joint soudé tout en limitant la quantité d'essais par rapport aux essais de résistivité électrique quatre points classiques.

$$U_{1-2} = U_{0-2} - U_{0-1} \qquad 2\text{-}2$$

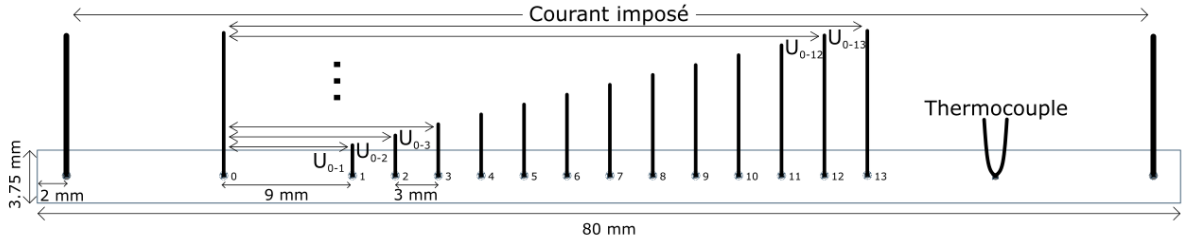


Figure 2-2 : Schéma de principe de l'instrumentation pour la mesure de résistivité électrique multipoints

Pour les deux méthodes de mesure employées et afin de décorréler les évolutions de résistivité électrique dues aux variations de l'état de précipitation de celles dues à la matrice d'aluminium, des essais ont tout d'abord été réalisés sur de l'aluminium pur. Plusieurs essais ont été réalisés avec une vitesse de chauffe de 20 °C/min jusqu'à 550 °C. L'évolution de la résistivité électrique en fonction de la température obtenue est alors très proche des valeurs observées dans la littérature [Desai 1984] (cf. Figure 2-3).

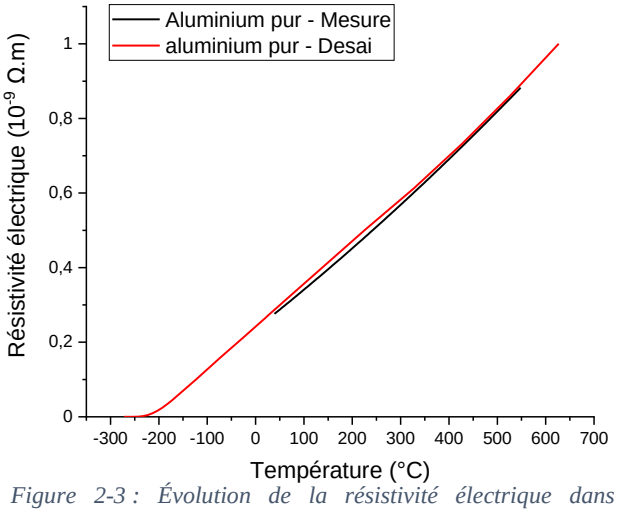


Figure 2-3 : Évolution de la résistivité électrique dans l'aluminium pur

Pour les deux alliages de l'étude, la résistivité électrique due aux variations de l'état de précipitation est alors obtenue par soustraction de la valeur de résistivité électrique de l'aluminium pur à la résistivité électrique mesurée :

$$\rho_{précipités} = \rho_{AA\ 20XX} - \rho_{Alu\ pur} \qquad 2\text{-}3$$

2.1.3. Essais sur machine Gleeble

La machine Gleeble 3500 est une machine d'essais thermomécaniques permettant de réaliser des cycles thermiques contrôlés avec des cinétiques de chauffe et de refroidissement pouvant être très rapides. Cette machine est également capable d'effectuer des essais mécaniques à chaud et à froid. Le contrôle mécanique et thermique est entièrement intégré en boucle fermée. Les chargements thermiques et mécaniques sont pilotés de manière indépendante. La machine est fournie avec un logiciel qui permet une programmation simple *via* une interface graphique ou par un script de programmation. L'installation est constituée d'un système de commande (PC et armoire de commande) et d'un banc d'essai relié à un groupe hydraulique. Le vérin est en position horizontale. Une enceinte couplée à un système de pompe primaire et secondaire permet la réalisation d'essais sous air, sous vide ou sous gaz neutre (Argon, Hélium).

L'échauffement de la pièce est généré par effet Joule (dissipation d'énergie électrique sous forme de chaleur) via la transmission de courant alternatif dans les mors. Le chauffage peut s'effectuer, avec des géométries spécifiques d'éprouvettes, à plusieurs milliers de degrés Celsius par seconde. Dans notre cas, nous utiliserons des vitesses de chauffe de l'ordre de la trentaine de degrés Celsius par seconde pour des essais représentatifs des cycles de soudage rencontrés en FSW. Pour des essais isothermes très courts nécessaire à l'identification des modèles la vitesse de chauffe sera plutôt de l'ordre de 100 à 200 °C/s.

Les mors de serrage de l'éprouvette, insérés dans des mâchoires refroidies par circulation d'eau, peuvent être en acier inoxydable ou bien en cuivre. Leur nature va avoir un impact sur la vitesse de chauffage maximale, le gradient thermique longitudinal dans l'éprouvette, mais également sur la vitesse de refroidissement. Les mors en cuivre vont permettre une vitesse de chauffe et de refroidissement plus importante, mais le gradient thermique longitudinal sera plus élevé qu'avec des mors en acier inoxydable. Après quelques essais, il s'est avéré que les mors en cuivre étaient préférables pour pouvoir atteindre les vitesses de chauffe constatées pendant le soudage FSW. Le refroidissement peut également être accéléré par l'ajout d'un système de trempe propulsant du gaz (air, argon, hélium) ou bien de l'eau sur l'échantillon. L'utilisation

du système de trempe à l'hélium permettra de reproduire les vitesses de refroidissement observées lors du soudage.

Durant un essai, la machine fait l'acquisition (dans un même fichier) des températures enregistrées par le(s) thermocouple(s), de la force, du déplacement du vérin hydraulique, d'une variable image de la puissance électrique injectée dans l'échantillon et des signaux provenant des extensomètres axiaux ou diamétraux pouvant être utilisés pour mesurer les déformations ou piloter le chargement mécanique durant l'essai. Les cycles thermiques et mécaniques imposés sont aussi enregistrés dans le fichier d'essai.

Chaque éprouvette est instrumentée avec un ou plusieurs thermocouples sertis de type K et de diamètre 250 µm (cf. Figure 2-4). Le thermocouple dénommé TC1 est toujours situé à mi-longueur de l'éprouvette, car la régulation thermique de l'éprouvette est pilotée par la machine sur ce thermocouple. D'autres thermocouples appelés TC2, TC3, etc. peuvent être ajoutés pour caractériser le gradient thermique longitudinal ou transversal dans l'éprouvette.

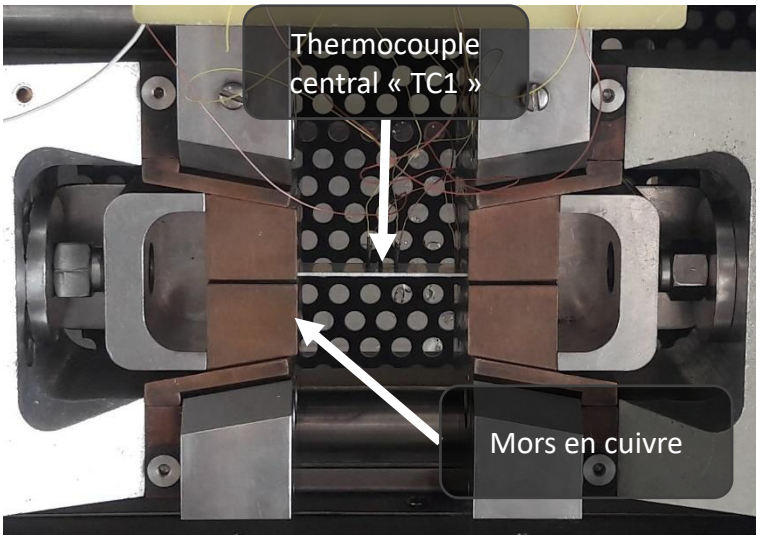


Figure 2-4 : Montage d'une éprouvette dans l'enceinte de la machine Gleeble 3500

Il est possible de trouver dans la littérature des travaux caractérisant l'homogénéité thermique d'éprouvettes en alliage d'aluminium lors de traitements thermiques sur machine Gleeble. Il existe trois configurations d'éprouvettes couramment rencontrées : la forme cylindrique, la forme en « os de chien » et la forme rectangulaire. Dans notre cas, les essais sont à réaliser sur des tôles d'épaisseur 2 mm donc la forme cylindrique est à proscrire. Après une comparaison des résultats issus de la littérature, les éprouvettes sous forme rectangulaire [Li 2015], [Yang 2011], [Ma 2017], [Wang 2011] permettent d'avoir une température plus homogène dans l'éprouvette que pour une forme en « os de chien » [Zain-ul-abdein 2010], [Myhr 2004], [Younes 2017], [Norris 1999]. Nous avons donc retenu la forme d'éprouvette rectangulaire pour les traitements thermiques en machine Gleeble.

Des essais préliminaires présentés à l'annexe 1 ont permis de déterminer une géométrie d'éprouvette de 120 mm de longueur pour 25 mm de largeur. Ces dimensions permettent d'obtenir le meilleur compromis entre vitesse de refroidissement visée et homogénéité thermique en zones centrales. À 5 mm du centre, l'écart à une température imposée de 350 °C à mi-longueur est alors inférieur à 5 °C.

Deux types d'essais sous air ont été réalisés en machine Gleeble. Le premier consiste en une histoire thermique contrôlée au chauffage et au refroidissement. Tout le long de l'essai, un effort

nul est imposé. Pour l'alliage 2024, des cycles thermiques de soudage et des essais de traitements thermiques isothermes très courts ont été effectués. La dureté est ensuite mesurée moins d'une heure après l'essai et plus de deux mois après l'essai. L'objectif de ces essais est ainsi de disposer de données complémentaires pour étalonner le modèle (traitement thermique isotherme très court) ou pour confronter la simulation à des cas anisothermes sans maturation n'ayant pas pu être obtenus sur les joints soudés (cycles thermiques de soudage). Pour l'alliage 2050, des traitements thermiques isothermes suivis de différentes vitesses de refroidissement contrôlées ont été réalisés. À la suite de ces essais, les échantillons ont subi un revenu de 30 heures à 155 °C suivi par résistivité électrique. L'objectif était ici d'observer l'effet de la vitesse de refroidissement sur la cinétique de précipitation de la phase durcissante.

Le deuxième type d'essai concerne le suivi de la résistivité électrique in situ lors de maintien isotherme sur l'alliage 2024. L'objectif de ces essais est de suivre l'évolution de l'état de précipitation au cours du maintien, mais également d'observer l'effet de la température sur ces cinétiques d'évolutions. Le chauffage dans un four résistif étant relativement lent notamment vis-à-vis de la cinétique de précipitation pour des températures au-delà de 250 °C. Il a été décidé d'utiliser la machine Gleeble pour atteindre la température de consigne plus rapidement (2 secondes de chauffe) et ainsi pouvoir suivre plus facilement les cinétiques de transformation.

Pour ces essais, les échantillons sont instrumentés d'un thermocouple au centre de l'échantillon et de deux fils de mesure de tension en alumel, placés à 5 mm de part et d'autre du centre (cf. Figure 2-5). Le gradient thermique dans la zone de mesure étant inférieur à 5 °C, cette zone sera donc considérée comme étant homogène afin de simplifier les analyses. La machine Gleeble mesure alors la résistance de l'échantillon en connaissant le courant injecté dans l'éprouvette via les mors en cuivre et la tension mesurée aux bornes des deux fils [Chobaut 2014]. Des mesures préliminaires présentées à l'annexe 2 ont été effectuées pour comparer les mesures réalisées en machine Gleeble aux mesures réalisées par résistivité électrique quatre points dans un four. Celles-ci ont permis de valider l'utilisation de la machine Gleeble pour suivre l'évolution de résistivité électrique d'un matériau lors d'un traitement thermique isotherme.

Les résultats des campagnes d'essais seront présentés aux chapitres 3 et 4.

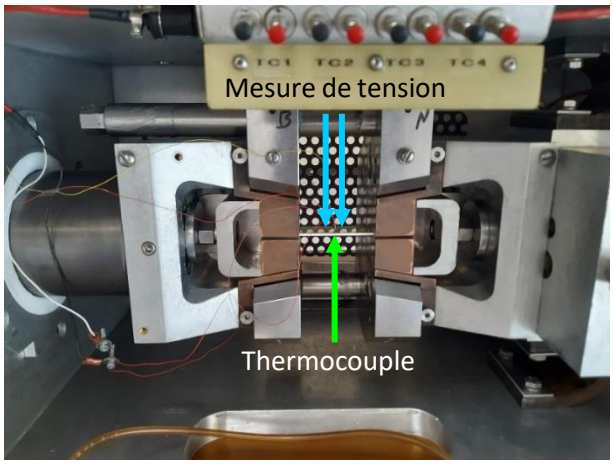


Figure 2-5 : Mesure de résistivité in situ en machine Gleeble

2.1.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est un outil permettant la mesure des flux de chaleur. Un échantillon de référence et un échantillon d'analyse sont placés dans un four (cf. Figure 2-6) qui va être piloté au chauffage avec une vitesse précise (dans notre cas 20 °C/min)

jusqu'à une température maximale de 550 °C. Une mesure de l'écart de température entre l'échantillon de référence et l'échantillon d'analyse est effectuée par des thermocouples. Cet écart de température permet de remonter au flux de chaleur et ainsi de caractériser l'évolution microstructurale de l'alliage étudié. En effet, la précipitation est un phénomène exothermique et la dissolution des précipités un phénomène endothermique. Il est alors possible de caractériser l'état de précipitation initial de l'alliage en fonction des pics de précipitation et des pics de dissolution observés durant l'essai en DSC.

L'appareil utilisé dans cette étude est un calorimètre à flux de chaleur DSC Netzsch 204 F1. Les creusets sont en aluminium pur et un échantillon d'aluminium Al4N de haute pureté et de même masse que l'échantillon à caractériser est introduit dans le creuset de référence. Cette configuration permet d'obtenir plus facilement l'évolution des réactions de précipitation ou de dissolution propres à l'échantillon analysé puisque l'aluminium pur ne présente pas de phénomènes de précipitation. Les échantillons utilisés sont des pastilles de 5 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur qui sont ensuite insérées dans les creusets en aluminium (cf. Figure 2-6). Les mesures sont effectuées à pression ambiante et sous un flux protecteur d'azote.

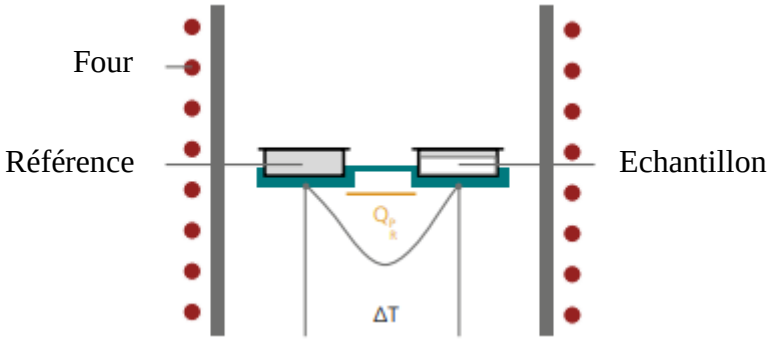


Figure 2-6 : Schéma de principe d'une DSC à flux de chaleur http://www.netzsch-thermal-analysis.com

Une fois la mesure effectuée, le signal doit être post-traité pour pouvoir être exploité [Milkereit 2009]. Pour cela, est soustrait au signal brut la ligne de base qui correspond au signal obtenu lors d'un essai avec deux creusets en aluminium pur. Cette étape permet de s'affranchir d'une potentielle dérive de la cellule. Enfin, il est nécessaire de redresser le signal pour que les zones sans transformation présentent un flux de chaleur nul. Ceci permet alors de mieux mettre en évidence les phénomènes endothermiques et exothermiques (cf. Figure 2-7).

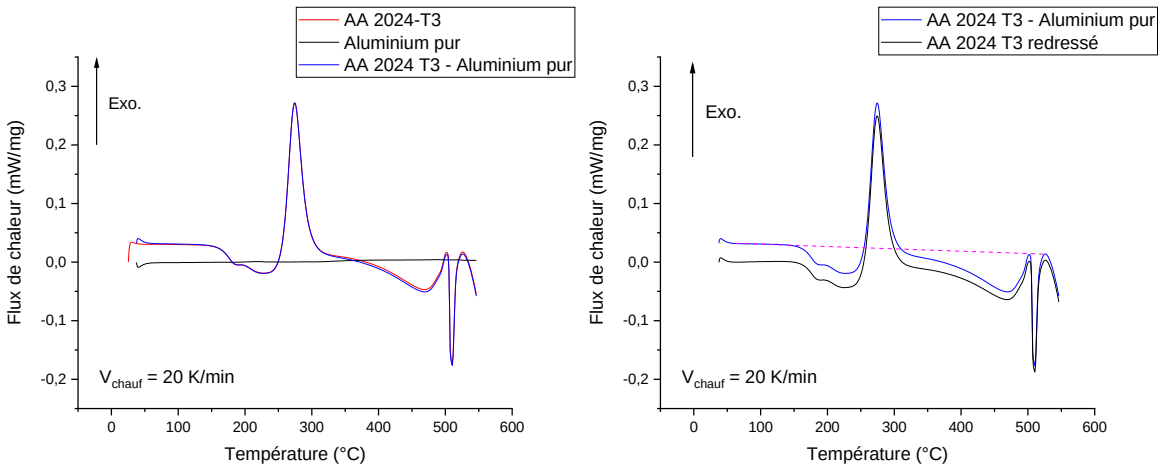


Figure 2-7 : Méthode de correction des signaux obtenus en DSC pour un alliage 2024-T3

L'essai permet d'évaluer la fraction relative des phases en présence dans l'alliage avant l'essai en DSC, en calculant le rapport entre l'aire du pic de dissolution ou de précipitation de la phase en question du matériau analysé et celle du même pic pour le matériau à l'état de réception T3 ou T34 (cf. Figure 2-8) [Genevois 2004]. Ce calcul reste relatif puisque l'on ne connaît pas la fraction volumique de précipités présente dans l'alliage 2024 à l'état T3. Les essais de DSC réalisés sur le matériau de base, mais également après des maintiens isothermes effectués en machine Gleeble serviront de point de comparaison avec la technique de résistivité électrique pour suivre l'état de précipitation.

$$f = 1 - \frac{A}{A_0} \qquad 2\text{-}4$$

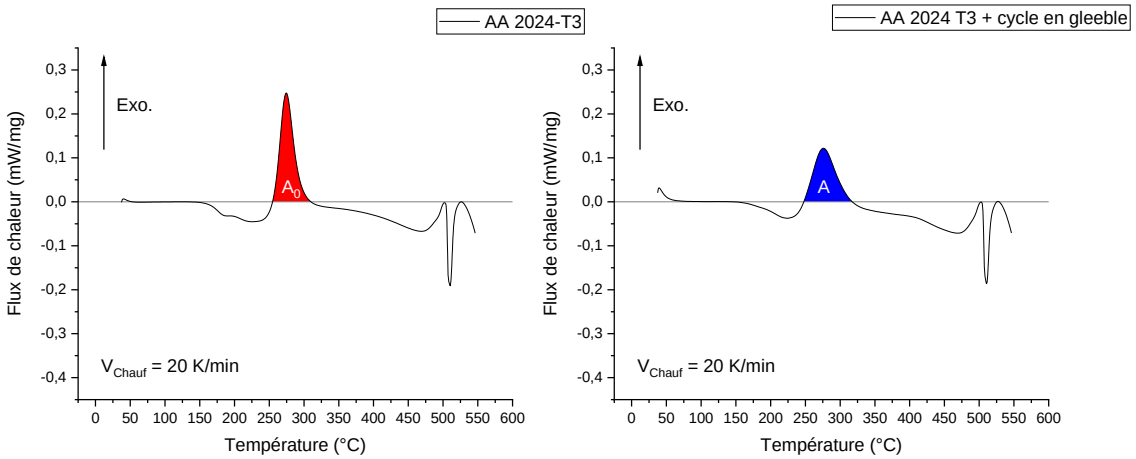


Figure 2-8 : comparaison des deux aires du pic de précipitation de la phase S

2.1.5. MEB – EBSD

Pour compléter cette étude, des observations ont été effectuées sur un microscope électronique à balayage MEB Jeol JSM-IT300LV présent à l'IRDL sur le site de Brest équipé d'une sonde EBSD. La préparation des échantillons a consisté à réaliser un polissage mécanique à la pâte diamantée jusqu'à 1 µm, suivi d'un polissage de finition à l'OP-S.

Les images obtenues permettent de mettre en évidence plus nettement qu'en microscopie optique les fortes variations de taille de grains et notamment les très faibles tailles de grains présentes dans le noyau.

Des analyses KAM (Kernel Average Misorientation) ont par ailleurs été effectuées pour tenter de caractériser les variations de densité de dislocations dans les joints soudés en alliage 2050. La mesure réalisée exprime la désorientation entre un pixel de la cartographie et son voisinage. Pour un nombre de voisins donné, la désorientation associée au pixel de référence est calculée pour chacun des voisins puis moyennée sur le nombre de voisins [MTEX]. L'EBSD permet alors d'obtenir une estimation de la densité de dislocations géométriquement nécessaires. De manière générale, la mesure KAM est ainsi élevée dans les grains fortement déformés dus à la forte densité de dislocations.

2.2. Essais de soudage

Deux alliages d'aluminium différents ont été soudés pendant cette thèse. Le soudage de l'alliage 2024-T3 sur tôles d'épaisseur 2 mm a été réalisé au Centre de Développement Exploratoire de Dassault Aviation à Mérignac, tandis que le soudage de l'alliage 2050-T34 d'épaisseur 15 mm

a été effectué au centre de recherche C-TEC de Constellium à Voreppe. Les essais de soudage réalisés répondent à deux objectifs.

Tout d'abord, grâce à une instrumentation fine en thermocouples, ces essais permettent l'obtention des thermogrammes en ZAT. Pour les compléter, le modèle thermomécanique du procédé de soudage FSW développé par [Feulvarch 2013] et [Robe 2019] et implémenté dans le code de calcul Sysweld doit être étalonné et utilisé afin de disposer de thermogrammes calculés dans l'ensemble du joint soudé. Ces derniers sont nécessaires afin de pouvoir simuler les transformations de phases lors du soudage de l'alliage 2024.

Par ailleurs, la caractérisation expérimentale des joints soudés par mesure de dureté (pour les deux alliages) et/ou de résistivité électrique (pour la modélisation du revenu de l'alliage 2050) doivent permettre de valider les modèles numériques développés.

2.2.1. Présentation des configurations et paramètres utilisés

2.2.1.1. Alliage 2024-T3

Pour ce qui est de l'alliage 2024-T3, la campagne d'essai de soudage fait suite aux travaux de [Bertrand 2021]. Celui-ci a déterminé un domaine de soudabilité opérationnel dont nous reprendrons trois des cinq conditions de soudage pour limiter le nombre d'essais à réaliser. Deux critères ont permis de définir les conditions de soudage, le premier concerne l'absence de défauts constatés par [Bertrand 2021] dans la soudure[5] et le second a été de choisir deux cas différents en termes d'histoire thermique afin d'avoir une soudure dite « chaude » et une soudure dite « froide » (avec vitesse d'avance plus importante). Ceci permet de tester la robustesse du modèle mis en place pour simuler la dureté post-soudage de l'alliage. Cette variation de dureté est principalement due à l'histoire thermique lors du soudage. Les paramètres de soudage pour les deux conditions optées sont décrits dans le Tableau 2-3.

Tableau 2-3 : Paramètres de soudage utilisés pour l'alliage 2024-T3

Condition de soudage	Vitesse de rotation (tr/min)	Vitesse d'avance (mm/min)	Force (N)	Angle (°)
1	750	240	7500	2,5
2	750	360	7500	2,5
4	925	480	7500	2,5

Les dimensions des plaques soudées sont inspirées de la thèse de [Bertrand 2021] afin de pouvoir comparer les résultats obtenus et de réaliser une instrumentation complémentaire. Des essais de validation avec une instrumentation *a minima* ont permis de définir les dimensions des coupons avec une longueur de 350 mm et une largeur diminuée à 100 mm. Enfin la direction de laminage est parallèle à la direction de soudage (cf. Figure 2-9).

[5] Cependant, comme nous pourrons le constater à la partie 2.2.3, la condition 4 présente de nombreux défauts ce qui limitera l'exploitation de cette condition de soudage

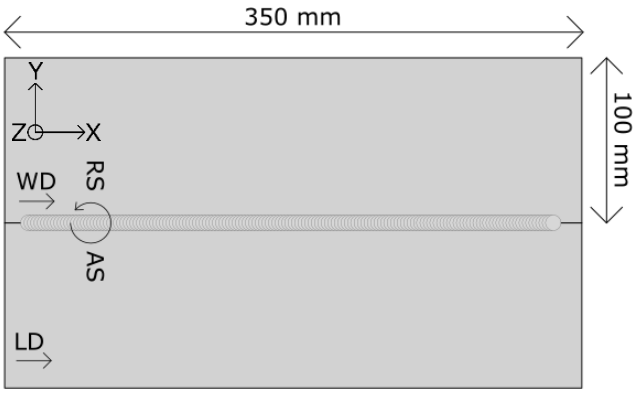
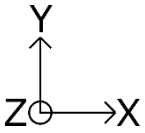


Figure 2-9 : Schéma des plaques soudées par FSW, WD correspond à la direction de soudage et LD à la direction de laminage



Le soudage de l'alliage 2024-T3 a été effectué au sein de l'entreprise Dassault Aviation à Mérignac à l'aide du même robot articulé 6 axes KUKA KR 500-3MT (cf. Figure 2-10 a)) que celui utilisé par [Bertrand 2021]. Le pion utilisé est conique et possède trois méplats, le diamètre de l'épaulement étant de 10 mm. Lors du soudage le passage de cet outil est précédé par celui d'un rouleau afin de bien maintenir en position les plaques et ainsi de limiter les effets de distorsion dus à la thermique du procédé. Le positionnement des plaques est assuré par des pions de centrage disposés sur le support envers et le bridage est effectué manuellement à l'aide de six brides serrées à environ 300 N.m (cf. Figure 2-10 b)).

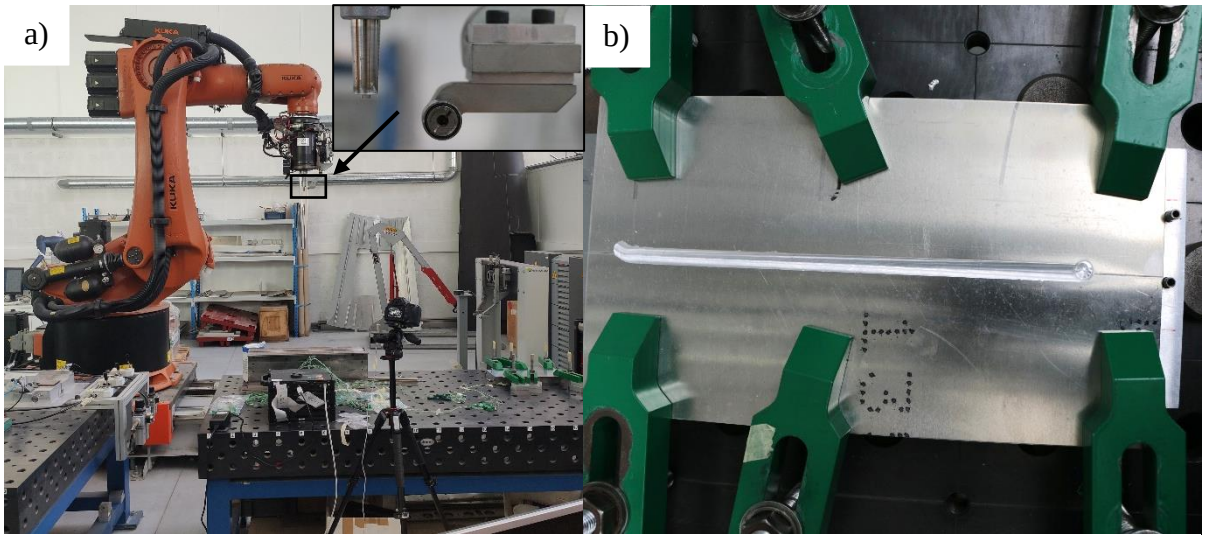


Figure 2-10 : a) robot KUKA KR 500-3MT et son environnement de soudage avec un focus sur l'outil de soudage et sur le rouleau, b) Bridage des tôles sur le support envers (vue après soudage)

2.2.1.2. Alliage 2050-T34

La campagne d'essai de soudage de l'alliage 2050-T34 est basée sur les travaux réalisés par [Malard 2015]. L'objectif est de réaliser des essais dans les mêmes conditions afin de pouvoir exploiter les résultats d'analyse microstructurale en SAXS effectués par cet auteur en sus de nos propres mesures de dureté et de résistivité électrique. Les mêmes paramètres de soudage sont donc repris pour notre campagne d'essais (cf. condition 1 Tableau 2-4). Une seconde condition de soudage est utilisée pour valider la robustesse du modèle servant à prédire la dureté après le revenu post-soudage. Le soudage est effectué sur coupons de 15 mm d'épaisseur obtenus par usinage sur les deux faces d'une tôle de 20 mm d'épaisseur. Les coupons soudés seront de dimensions 600*150*15 mm et la direction de laminage est parallèle à la direction de soudage (cf. Figure 2-11).

Tableau 2-4 : Paramètres de soudage utilisés pour l'alliage 2050-T34

Conditions de soudage	Vitesse de rotation (tr/min)	Vitesse d'avance (mm/min)	Force (kN)	Angle (°)
1	400	200	38	1
2	220	170	45	1

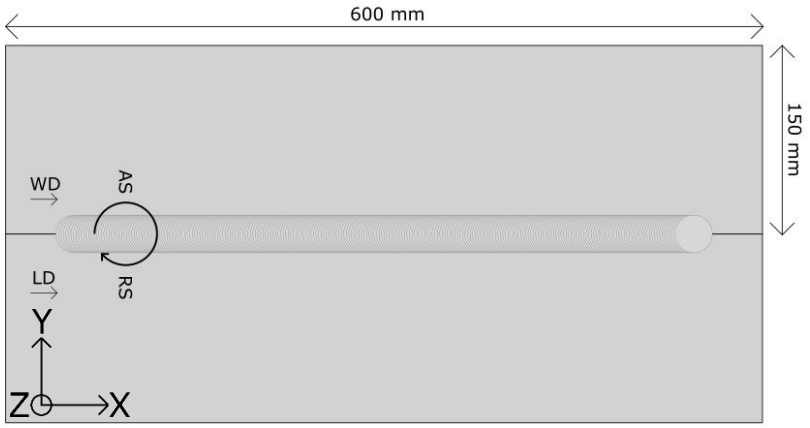


Figure 2-11 : Schéma des plaques soudées par FSW, WD correspond à la direction de soudage et LD à la direction de laminage

Le soudage de l'alliage 2050-T34 a été réalisé au centre de recherche C-TEC Constellium à Voreppe. Le pion utilisé est un pion conique fileté et possédant trois méplats, le diamètre de l'épaulement est de 30 mm (cf. Figure 2-12 a)) et la pénétration est proche des 100 %. Cet outil est monté sur un portique de déplacements contrôlés par un groupe hydraulique (cf. Figure 2-12 b)). La tête de soudage peut être déplacée selon l'axe Y (transversal à l'axe de soudage) et l'axe Z. La table de soudage permet de faire le déplacement selon l'axe X. Enfin, le bridage est effectué par quatre brides et deux tire-forts (cf. Figure 2-12 c)). L'objectif de ces derniers est d'empêcher que les plaques se déplacent lors de la phase de pénétration de l'outil de soudage.

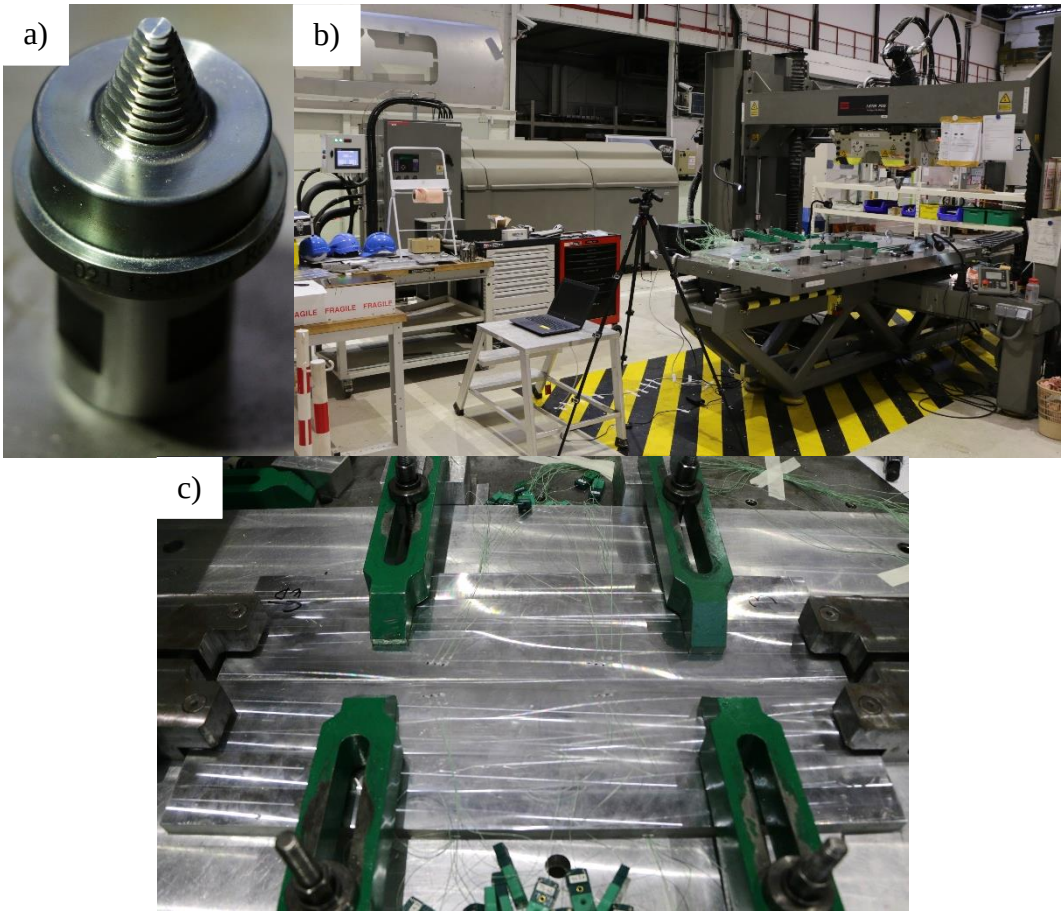


Figure 2-12 : a) Outil utilisé pour le soudage, b) Environnement de soudage avec le groupe hydraulique à gauche et le portique de soudage à droite, c) bridage des plaques soudées avec les deux tire-forts aux extrémités des plaques

2.2.2. Instrumentation en thermocouples

2.2.2.1. Principe

La thermique du procédé de soudage a été caractérisée via l'implantation de thermocouples dans les plaques soudées et dans le support envers. Ces instrumentations qui seront détaillées par la suite ont pour but de déterminer les chemins de diffusion des flux de chaleur. Afin de connaître au mieux les flux de chaleur échangés par convection avec l'air et par conduction dans le support de ces plaques (support envers ou enclume) il est essentiel d'instrumenter les faces supérieures et inférieures des tôles soudées ainsi que les enclumes. Une instrumentation à mi-épaisseur permettra d'étudier l'évolution du flux de chaleur dans l'épaisseur de la tôle. Enfin, puisque le procédé de soudage FSW est souvent décrit comme asymétrique, il est nécessaire d'instrumenter les deux côtés de la soudure en thermocouples.

Les signaux délivrés par tous ces thermocouples permettent, à l'aide du modèle de [Robe 2019] présenté dans la partie 2.3, de reconstruire le flux de chaleur dans l'ensemble de la tôle et donc de prédire l'histoire thermique en chaque point du joint soudé. Des thermocouples de type K (chromel-alumel) ont été utilisés pour les différentes campagnes d'essais. Deux types d'instrumentations ont été effectuées, la première consiste à sertir le thermocouple et la seconde est de souder le thermocouple à l'endroit de la mesure.

Le sertissage de thermocouples constitués de fils monobrins de diamètre 50 µm a été effectué dans un premier temps. Les deux fils de thermocouples sont soudés par décharge capacitive, la boule de thermocouple ayant une taille moyenne entre deux et trois fois la taille du fil soit 100

à 150 µm de diamètre. Cette boule est glissée dans une rainure de largeur et de profondeur 300 µm. Puis, la matière est déformée localement tout autour de la boule de thermocouple afin de la sertir en position (cf. Figure 2-13). Ceci a pour avantage d'assurer un bon contact entre le thermocouple et la tôle soudée ce qui permet de réduire le temps de réponse et de maintenir le thermocouple en position. Une bonne conduction de la chaleur est en effet importante puisqu'elle permet de réduire le temps de réponse du thermocouple ce qui se traduit par des vitesses de chauffe et des températures maximales mesurées plus proches de la réalité. Les fils de thermocouples au-delà de la boule sont ensuite revêtus d'une peinture noire haute température permettant d'isoler électriquement les deux fils et sont guidés hors de la zone de mesure par la rainure usinée de 300 µm de largeur. Une fois les fils suffisamment loin de la zone de mesure, une jonction est effectuée avec des fils de 125 µm de diamètre.

Pour le cas des instrumentations en face envers, les fils des thermocouples sont remontés à la surface par le biais d'une tige d'alumine traversant l'épaisseur de la tôle. D'un diamètre de 650 µm, cette tige possède deux trous permettant de bien séparer les deux fils de thermocouple avant de faire la jonction avec les fils de 125 µm. L'intérêt du passage à 125 µm est multiple, il permet de disposer des fils plus solides pour aller jusqu'à la centrale d'acquisition ce qui facilite les manipulations, mais aussi d'avoir des fils moins résistifs ce qui permet de diminuer les bruits de mesures. Pour réaliser la jonction, le fil de 50 µm est enroulé autour du fil de 125 µm, puis la jonction mécanique et électrique est garantie par un brasage local à l'étain-plomb.

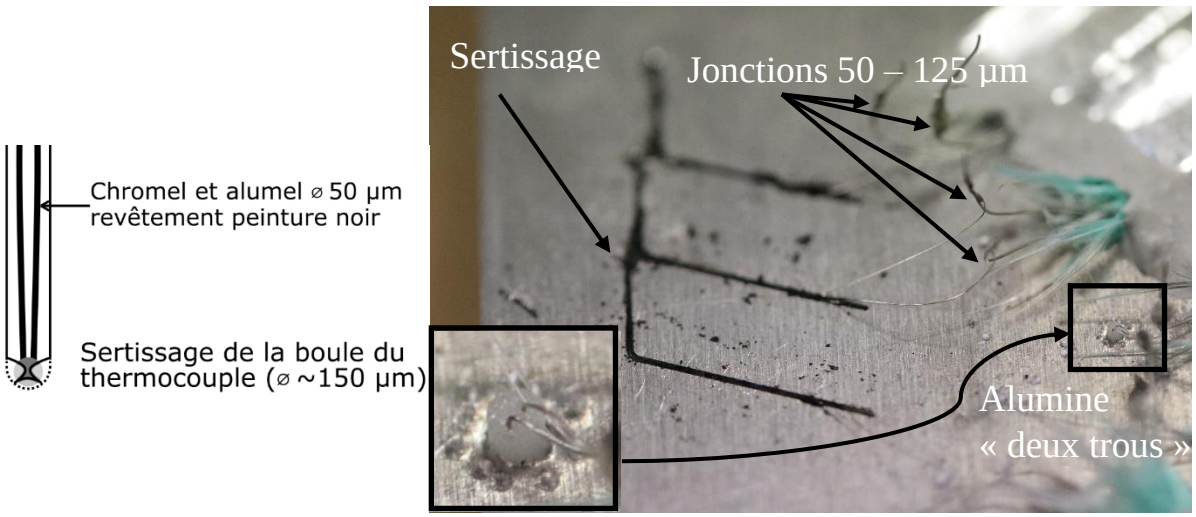


Figure 2-13 : Instrumentation en face supérieure de thermocouples de 50 µm dans une gorge de 300 µm, zoom sur la tige d'alumine traversant l'épaisseur de la tôle

Cependant, l'instrumentation décrite précédemment a donné lieu à des résultats fortement bruités dus à une trop faible isolation électrique des fils par la peinture noire. Le passage de l'outil de soudage générant des vibrations et des dilatations thermiques locales, les fils de thermocouples ont pu se toucher à un endroit en aval de la boule du thermocouple. Il en résulte donc des grandes variations de température mesurées qui seront présentées dans la partie 2.3.4.

Par la suite, il a été décidé de recommencer l'opération de sertissage avec des thermocouples de 80 µm de diamètre. Ceux-ci ont l'inconvénient d'avoir un temps de réponse plus grand que les thermocouples de 50 µm ce qui peut entraîner une sous-estimation des cinétiques thermiques. Cependant, ces thermocouples sont gainés ce qui permet d'assurer une parfaite isolation électrique et donc de fortement diminuer les bruits de mesure. La méthode d'instrumentation est similaire à celle décrite précédemment avec des rainures plus larges (700 µm) et plus profondes (500 µm) pour faire passer les gaines du thermocouple (cf. Figure 2-14).

De plus le passage en diamètre 80 µm permet de nous affranchir de toute la partie jonction ce qui facilite l'instrumentation .

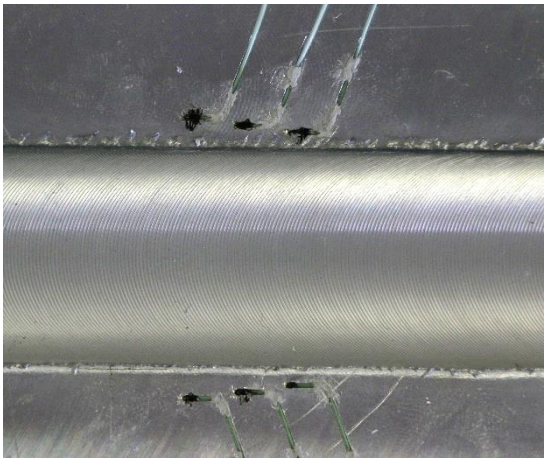


Figure 2-14 : Instrumentation en thermocouples de diamètre 80 µm sur les plaques en alliage 2050-T34

La seconde méthode consiste à souder la boule du thermocouple à l'endroit désiré. Cette méthode a été utilisée sur les enclumes en acier, car les thermocouples y sont plus facilement soudables que sur les tôles en aluminium. Cette méthode a été réalisée avec des thermocouples de diamètre 50 µm. Pour cela, la boule du thermocouple est insérée à l'intérieur du trou puis une électrode en cuivre est amenée en contact avec cette boule de thermocouple (cf. Figure 2-15). Un courant est ensuite envoyé afin de souder la boule du thermocouple au substrat. Une fois l'électrode retirée, des alumines deux trous sont insérées pour séparer les deux fils du thermocouple. Enfin, une jonction est réalisée avec les fils de 125 µm comme décrit précédemment.

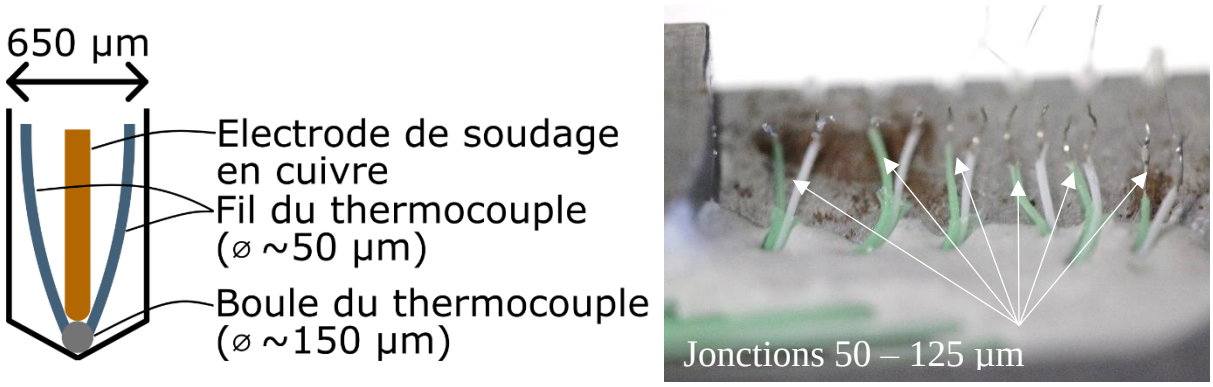


Figure 2-15 : Schéma de principe du soudage des thermocouples à gauche et photographie des jonctions 50-125 µm effectuées sur l'enclume à droite

2.2.2.2. Instrumentation sur tôles en alliage 2024-T3

Deux campagnes de soudage instrumentées ont été réalisées sur les plaques en alliage 2024, la première en thermocouples de diamètre 50 µm et la seconde en thermocouples de diamètre 80 µm pour diminuer les bruits de mesure. Pour la première instrumentation, chaque plaque a été instrumentée de deux fois 8 thermocouples. Ceux-ci sont répartis de la manière suivante : 3 en face supérieure, 2 à mi-hauteur et 3 en face inférieure (cf. Figure 2-16 a)). Pour la deuxième campagne d'essais, l'instrumentation a été simplifiée pour réduire les temps d'instrumentation, 3 thermocouples sont placés en face supérieure et trois thermocouples en face inférieure (cf. Figure 2-16 b)). Le positionnement des thermocouples a été défini afin de s'approcher au maximum de la source de chaleur engendrée par le passage de l'outil sans pour autant qu'il

risque de détruire les thermocouples. Pour la deuxième instrumentation, les thermocouples en face supérieure ont été positionnés plus loin de l'axe de soudage pour observer des écarts de températures plus importants et ainsi caractériser plus précisément la diffusion dans le matériau. L'épaisseur de la tôle étant relativement faible, les thermocouples en face supérieure et inférieure devraient suffire pour caractériser les chemins de diffusion de la chaleur ce qui justifie le choix de supprimer les thermocouples à mi-hauteur.

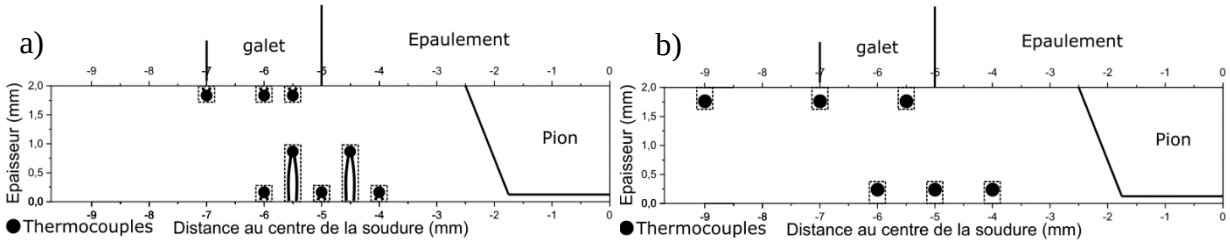


Figure 2-16 : Schéma de principe de l'instrumentation en thermocouples d'un demi-joint en alliage 2024-T3 a) instrumentation en thermocouple de 50 µm, b) instrumentation en thermocouple de 80 µm

Pour des raisons de clarté, la Figure 2-16 représente les thermocouples sur un plan équivalent. Cependant, dans la réalité ceux-ci ne sont pas dans le même plan de coupe pour éviter de fausser les mesures. En effet, il est très important de positionner les thermocouples de telle sorte que le flux de chaleur ne soit pas perturbé par les autres thermocouples. Pour cela, les thermocouples les plus loin du centre de la soudure sont disposés en amont du soudage et à l'inverse les thermocouples les plus proches sont placés en aval. Les thermocouples en face supérieure et inférieure ayant le même éloignement au centre de la soudure sont situés à égale distance du début de la soudure. Cependant, la première mesure commence à 150 mm du bord de la plaque afin de s'assurer que le régime quasi stationnaire soit atteint lors du soudage. Enfin, l'instrumentation est effectuée deux fois sur chaque plaque pour pouvoir s'affranchir de thermocouples défectueux et vérifier la quasi-stationnarité du procédé de soudage. Concernant l'instrumentation en thermocouples de 50 µm (cf. Figure 2-17), chaque plaque est donc instrumentée de 16 thermocouples donc un joint soudé comporte 32 thermocouples. De plus, un joint soudé instrumenté par condition de soudage a été réalisé ce qui correspond à 64 thermocouples instrumentés en tout. Pour le cas de l'instrumentation en 80 µm (cf. Figure 2-18), l'instrumentation a été réduite à 10 thermocouples par plaques soit 20 pour une soudure et 40 au total pour couvrir la campagne d'essai. En utilisant l'hypothèse de soudage en quasi-stationnaire, nous pourrons tel qu'il est présenté à la Figure 2-16 ramener tous les thermogrammes dans le même plan transverse.

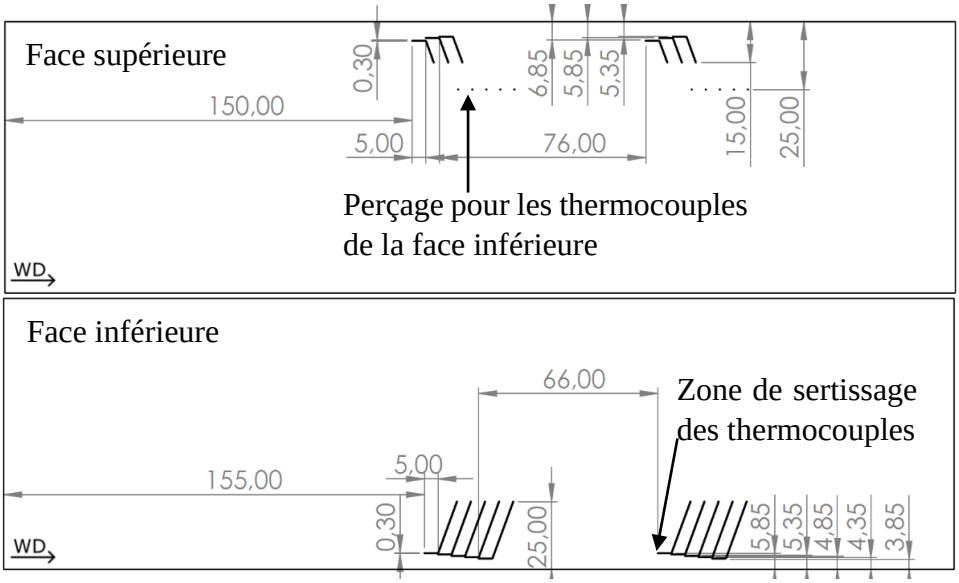


Figure 2-17 : Positionnement des thermocouples (50 µm) et usinage des gorges sur la face supérieure et sur la face inférieure (en contact avec l'enclume)

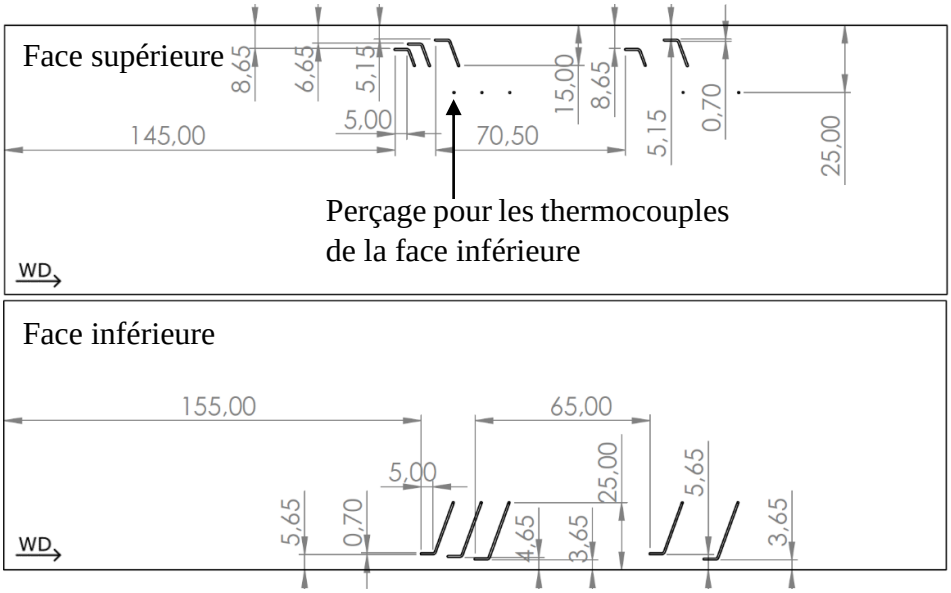


Figure 2-18 : Positionnement des thermocouples (80 µm) et usinage des gorges sur la face supérieure et sur la face inférieure (en contact avec l'enclume)

2.2.2.3. Instrumentation sur tôles en alliage 2050-T34

La même stratégie est appliquée pour le cas du soudage de l'alliage 2050-T34. Suite aux essais sur l'alliage 2024, une instrumentation en thermocouples de diamètre 80 µm a été choisie pour leur isolation et leur simplicité d'instrumentation. Une instrumentation au plus proche de l'outil est alors réalisée afin de pouvoir mesurer des températures élevées et pouvoir plus facilement déterminer les flux de chaleur dans la tôle. L'instrumentation d'une plaque consiste en trois thermocouples positionnés en surface, deux autres à mi-épaisseur et enfin trois autres sur la face inférieure (cf. Figure 2-19). Concernant les thermocouples à mi-épaisseur, ceux-ci sont maintenus en position à l'aide d'une colle à haute conductivité thermique.

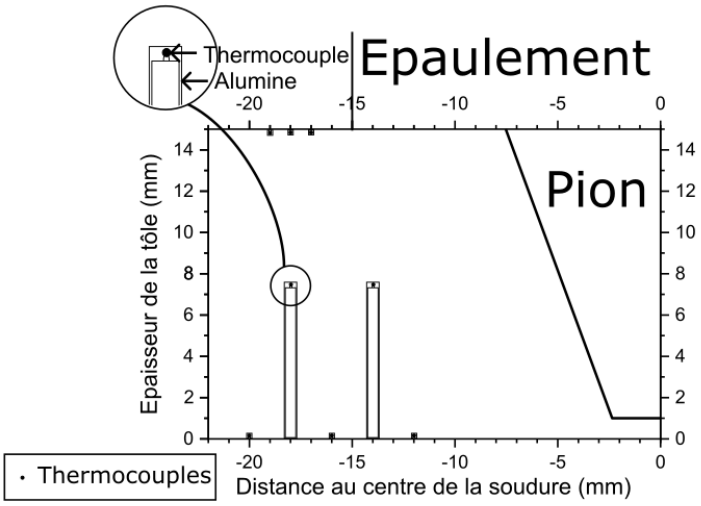


Figure 2-19 : Schéma de principe de l'instrumentation en thermocouples d'un demi-joint soudé en alliage 2050-T34

Comme pour le cas de l'alliage 2024-T3, les thermocouples seront positionnés de manière à ne pas perturber le flux de chaleur. Les thermocouples les plus proches du centre de la soudure seront donc placés loin du début de la soudure et inversement pour les thermocouples les plus éloignés du centre de la soudure. De plus, chaque instrumentation est répétée deux fois sur une même plaque pour pouvoir s'affranchir d'éventuels thermocouples défectueux. Il y a, dès lors, 16 thermocouples par plaque instrumentée soit 32 thermocouples par soudure. Comme pour l'alliage 2024, une soudure par condition de soudage est réalisée ce qui porte à 64 le nombre de thermocouples utilisés pour cette campagne d'essai.

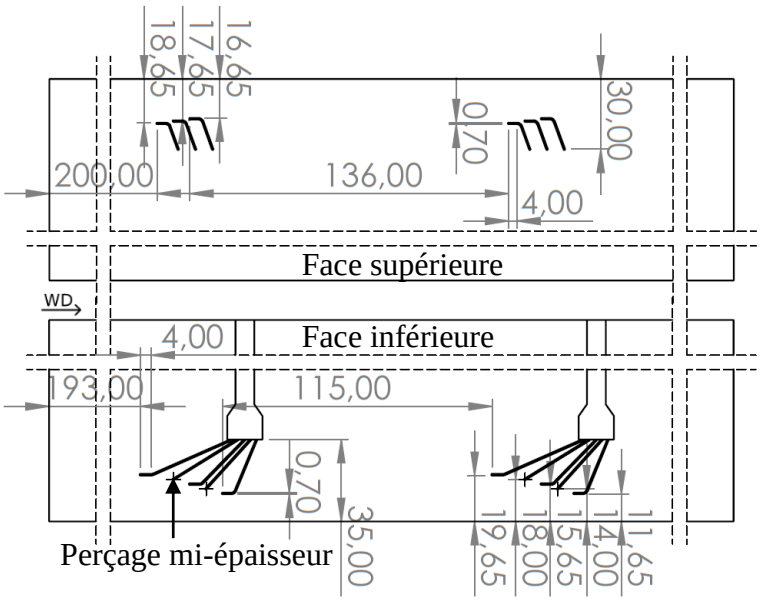


Figure 2-20 : Positionnement des thermocouples (80 µm) et usinage des gorges sur la face supérieure et sur la face inférieure (en contact avec l'enclume)

2.2.2.4. Instrumentation des supports envers

Les supports envers ont également été instrumentés afin de caractériser les échanges de chaleur entre les tôles soudées et le support. Pour cela, deux enclumes en acier XC 38 ont été usinées, soit une par nuance d'aluminium pour pouvoir s'adapter à l'environnement de soudage. Ces supports ont été découpés en trois parties distinctes pour pouvoir réaliser l'instrumentation en thermocouples puis ont été rassemblés avant d'effectuer l'opération de soudage.

Les dimensions retenues pour l'enclume utilisée pour le soudage de l'alliage 2024-T3, sont inspirées des travaux de [Bertrand 2021] afin de pouvoir rester dans les mêmes conditions de soudage. Elles sont de 400*200*42 mm^3 (cf. Figure 2-21). L'assemblage des trois parties de l'enclume est assuré par un système de quatre goupilles de positionnement et de quatre boulons.

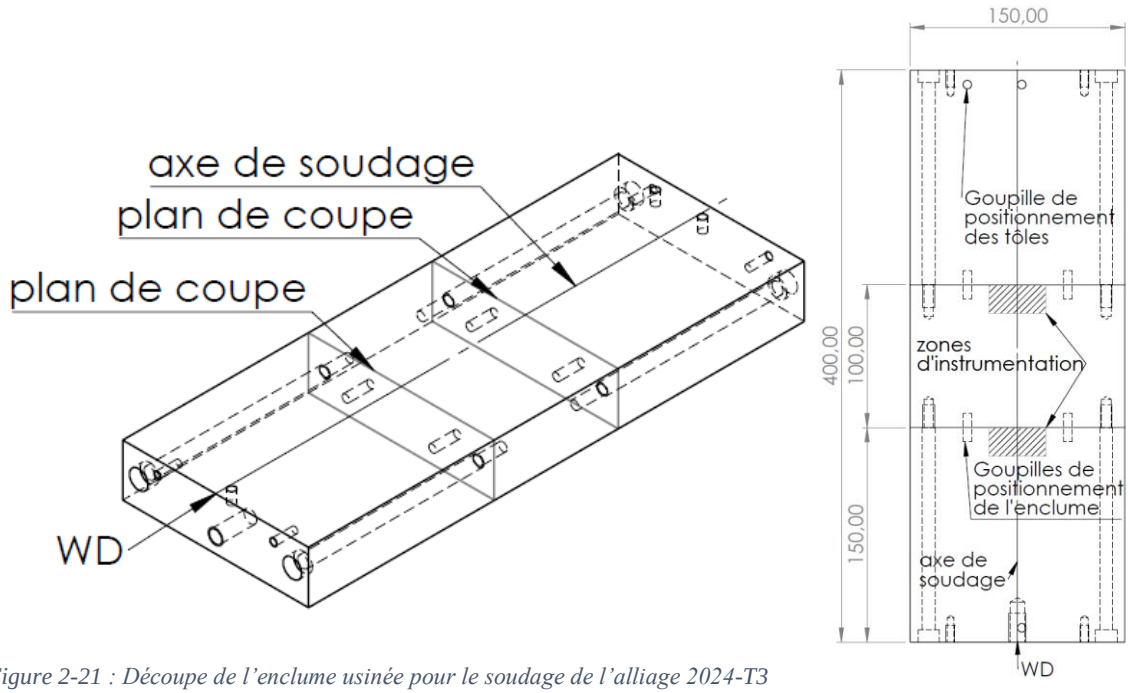


Figure 2-21 : Découpe de l'enclume usinée pour le soudage de l'alliage 2024-T3

Sur cette enclume, un système permettant le positionnement des plaques pour le soudage est prévu (cf. Figure 2-22). Ceci est nécessaire pour limiter le désalignement de la soudure avec le bord de tôle et ainsi faciliter la caractérisation *a posteriori*. De plus, ceci permet d'éviter que des thermocouples soient détruits accidentellement lors du soudage. Pour positionner correctement les plaques, l'enclume est munie de trois goupilles de positionnement. Deux des goupilles sont tangentes à l'axe de soudage, la troisième goupille permet d'assurer l'alignement des deux plaques. Une règle est posée en appui contre les deux goupilles qui tangentent l'axe de soudage puis une première plaque est posée en appui contre la règle et une goupille. Cette plaque est ensuite bridée en position et la règle est retirée. La seconde plaque est mise en contact de la première plaque et de la troisième goupille. Enfin, la seconde plaque est bridée, ce système permet de diminuer l'erreur de positionnement des plaques et donc d'améliorer la répétabilité des essais de soudage.

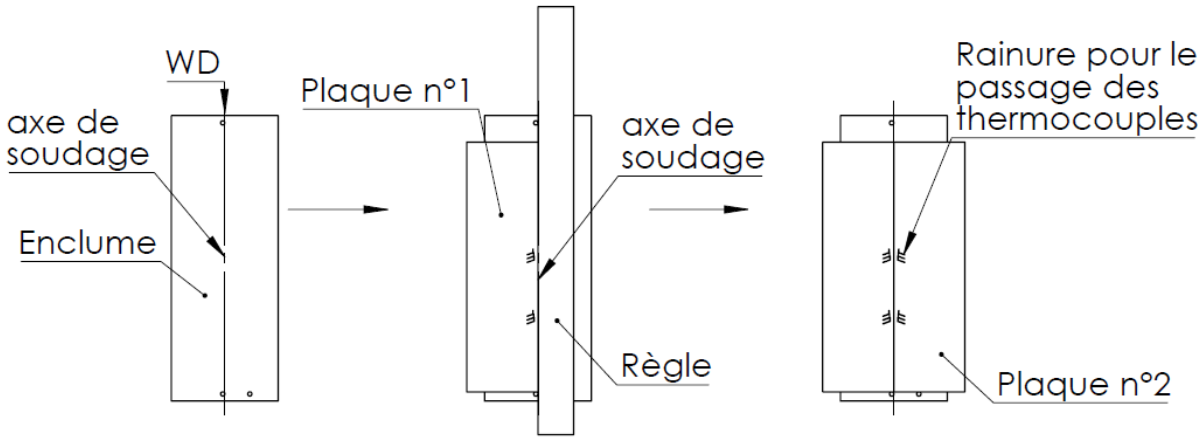


Figure 2-22 : Système permettant un placement précis des plaques avant bridage

Cette enclume est instrumentée de deux fois 7 thermocouples pour suivre les chemins de diffusion du flux de chaleur dans cette pièce. Ceci nous permettra de connaître le flux de chaleur transmis de la tôle soudée à l'enclume et donc de mieux étalonner le modèle permettant la simulation des champs thermiques. Afin de réaliser cette instrumentation, l'enclume est découpée perpendiculairement au plan de soudage en deux endroits. Sept perçages de diamètre 0,65 mm sont réalisés à deux profondeurs différentes suivant la position du thermocouple (cf. Figure 2-23) pour ne pas perturber les chemins de diffusion de la chaleur. Le thermocouple est ensuite soudé au fond du trou et des alumines deux trous sont insérées pour isoler les fils du thermocouple. Puis, une rainure est usinée pour amener l'alumine contenant les fils de thermocouples à la base de l'enclume. La jonction entre les thermocouples de 50 µm et les thermocouples de 125 µm de diamètre est effectuée dans la zone au bas de l'instrumentation. Enfin, les thermocouples de 125 µm de diamètre sont guidés vers l'extérieur de l'enclume par la rainure usinée. Une fois l'instrumentation réalisée, l'enclume est réassemblée pour pouvoir être utilisée comme support envers lors des campagnes de soudage sur l'alliage 2024-T3.

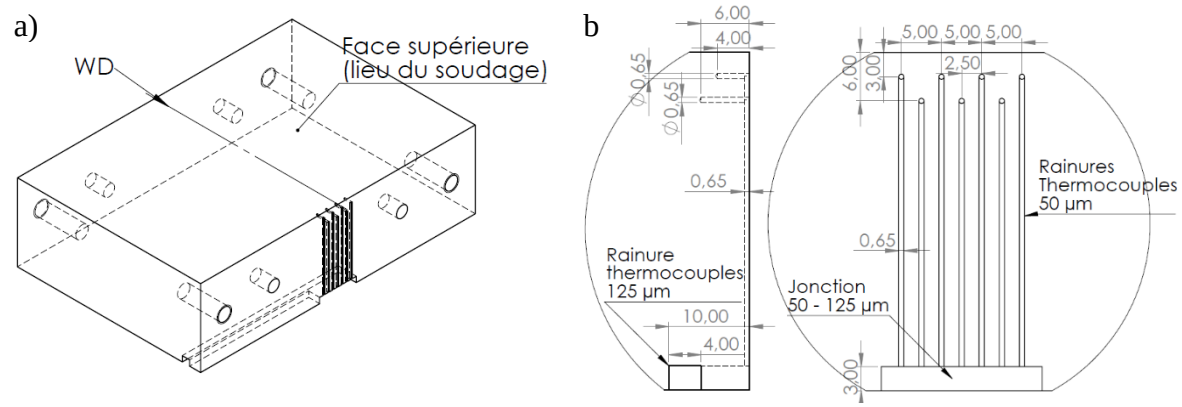


Figure 2-23 : a) usinage d'une portion de l'enclume, b) vue détaillée de l'usinage destiné au passage des thermocouples

Le support envers employé pour réaliser le soudage de l'alliage 2050-T34 a pour dimensions 740*80*16 mm^3 (cf. Figure 2-24). La largeur et l'épaisseur du support ont été définies par le partenaire industriel pour que notre enclume s'insère dans la table de soudage. Comme pour le support envers utilisé pour le soudage de l'alliage 2024-T3, le support envers est découpé en trois morceaux distincts et un système de goupille de positionnement et deux tiges filetées sont utilisés pour réassembler l'enclume après que l'instrumentation en thermocouples ait été accomplie.

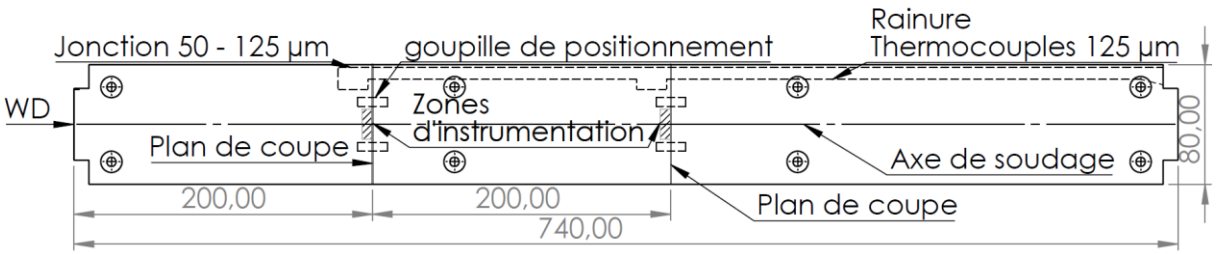


Figure 2-24 : Plan de l'enclume usinée pour le soudage de l'alliage 2050-T34

L'instrumentation de l'enclume utilisée pour le soudage de l'alliage 2050-T34 est similaire à celle réalisée pour l'enclume décrite précédemment. Les thermocouples ont été positionnés plus proches de la face inférieure des tôles soudées afin de mesurer des niveaux de température plus élevés. Un thermocouple est placé significativement plus loin de la surface que les 5 autres pour pouvoir caractériser au mieux la diffusion de la chaleur dans le support envers. Six perçages de diamètre 0,65 mm par zone d'instrumentation sont réalisés, la profondeur de ces perçages

dépend de la position du thermocouple vis-à-vis de la face supérieure (cf. Figure 2-25). Le thermocouple est soudé en fond de trou, puis une alumine deux trous est glissée pour isoler les deux fils du thermocouple. La jonction 50-125 µm est effectuée dans la zone inférieure de l'enclume puis les thermocouples sont amenés à l'extérieur de l'enclume par une rainure usinée tout le long de celle-ci. Ceci est nécessaire, car contrairement au cas précédent, le support envers est inséré dans une table, il est donc impossible de sortir les thermocouples sur les côtés du support.

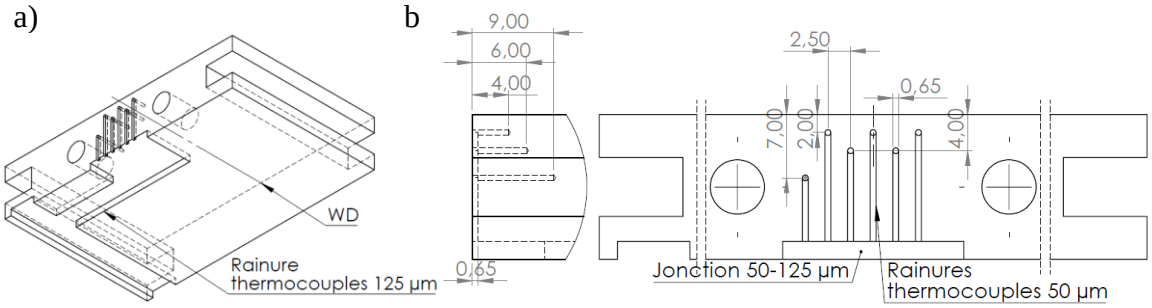


Figure 2-25 : a) usinage d'une portion de l'enclume, b) vue détaillée de l'usinage destiné au passage des thermocouples

2.2.3. Résultats expérimentaux

Les configurations de soudage ainsi que l'instrumentation des joints soudés en alliage 2024 ont été présentées précédemment. La microstructure des joints soudés observée par microscopie optique mais également par MEB-EBSD sera détaillée par la suite. De même, les résultats obtenus concernant la mesure de température par thermocouple pour les deux types d'instrumentations (50 µm et 80 µm) seront présentés.

2.2.3.1. Alliage 2024-T3

Microstructure

Dans un premier temps, la microstructure des joints soudés sans microthermocouples a été étudiée à l'aide du microscope numérique Keyence VHX-7000 et d'une attaque chimique au réactif de Keller (1 ml d'acide fluorhydrique à 40 % massique, 1,5 ml d'acide chlorhydrique à 35 % massique, 2,5 ml d'acide nitrique à 68 % massiques et 95 ml d'eau distillée) pendant 16 secondes. La comparaison entre les trois conditions de soudage est présentée à la Figure 2-26. Le côté AS présente une limite claire entre le noyau et la ZAT avec une ZATM très étroite entre les deux. À l'inverse, le côté RS montre une limite assez diffuse avec un « flow arm » à mi-épaisseur du joint soudé très marqué. Les limites entre le noyau soudé, la ZATM et la ZAT se trouvent alors difficiles à définir. Nous pouvons constater que l'asymétrie du procédé est davantage marquée pour la condition numéro 2 et encore plus pour la condition numéro 4. Cette dernière présente un bord côté AS dont l'aspect s'apparente à du collage et un défaut de type tunnel dans le joint soudé qui rend ce type de soudure inutilisable en condition réelle.

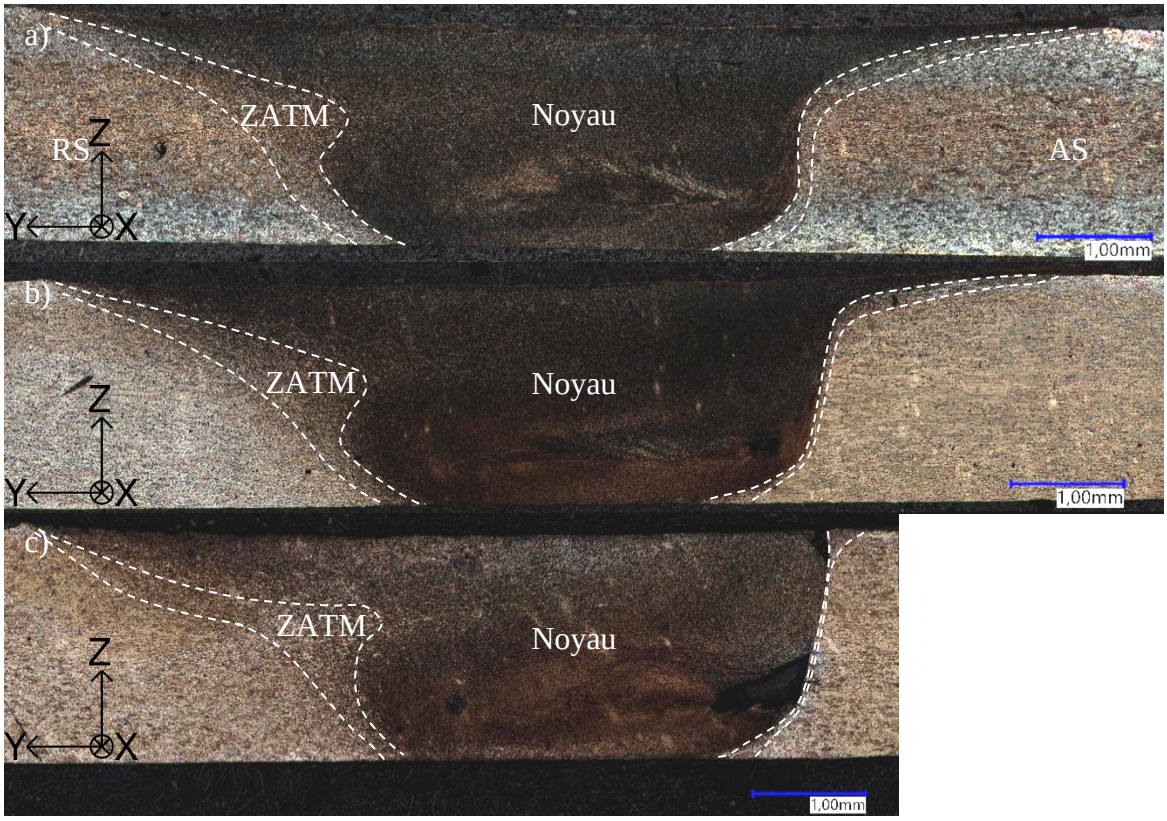


Figure 2-26 : Microstructure des joints soudés FSW en alliage 2024-T3 pour a) la condition 1, b) la condition 2 et c) la condition 4

Les largeurs du noyau et de la ZATM pour les différentes conditions de soudage ont été mesurées à trois hauteurs du joint soudé. La taille du noyau est relativement similaire entre la condition 1, la condition 2 et la condition 4 excepté pour le diamètre en surface au niveau de l'épaulement pour la condition 4 qui s'avère bien plus petit. De même, l'asymétrie concernant la taille de la ZATM est bien plus visible pour la condition 2 et la condition 4. Pour cette dernière, la ZATM côté AS est quasiment inexistante à mi-épaisseur du joint soudé. Cette condition de soudage ne semble donc pas propice à la tenue mécanique due à un apport de chaleur trop faible provenant d'une vitesse de rotation trop faible ou d'une vitesse d'avance trop élevée.

Tableau 2-5 : Largeur du noyau et de la ZATM en fonction de la position dans l'épaisseur et de la condition de soudage

	Noyau z=2mm (mm)	Noyau z=1mm (mm)	Noyau z=0mm (mm)	ZATM z=2mm (mm)		ZATM z=1mm (mm)		ZATM z=0mm (mm)	
				AS	RS	AS	RS	AS	RS
Condition 1	9,9	4,2	2,7	0,5	0,4	0,4	0,7	0,3	0,4
Condition 2	9,5	4,2	2,3	0,4	0,5	0,04	0,9	0,3	0,4
Condition 4	7,0	4,0	2,6	0,1	0,3	0,02	1,1	0,3	0,5

Des analyses au MEB en EBSD ont également été réalisées sur les conditions de soudage 1 et 2. Ces analyses permettent de mettre en évidence la transition franche côté AS comme observée précédemment et une transition beaucoup plus diffuse côté RS. Dans cette zone les grains sont fortement déformés comme nous pouvons le constater à la Figure 2-27 c). Nous pouvons également constater que les grains dans le noyau semblent peu déformés et de très petites tailles. Ainsi la taille de grains moyenne dans le noyau soudé pour la condition de soudage 1 est d'environ 2,7 µm alors que celle de la condition de soudage 2 est d'environ 2,1 µm contre près de 100 µm pour le métal de base. Les zones noires correspondent à des intermétalliques généralement riches en cuivre.

Cycles thermiques

Les thermogrammes obtenus lors de la première campagne d'essais réalisée avec des thermocouples de diamètre 50 µm sont présentés à la Figure 2-28. Pour des raisons de clarté, les résultats issus de tous les thermocouples ne seront pas exposés et seule la condition de soudage numéro 1 sera illustrée. Sur cette figure, les thermocouples ont été recalés temporellement de sorte à faciliter l'analyse des vitesses de chauffe et des températures maximales (analyse quasi-stationnaire du soudage). Les thermogrammes présentés à la Figure 2-28 sont fortement bruités notamment pour les instrumentations à mi-épaisseur et en face inférieure. Ceci provient comme expliqué à la partie 2.2.2.2 de la faiblesse de l'isolation électrique des fils de thermocouple. Lors de l'opération de soudage, les vibrations et la dilatation thermique ont pu mener les fils de thermocouple à se toucher en dehors de la zone de mesure. Par exemple en Figure 2-28 b) deux thermocouples situés tous deux à 6 mm de l'axe de soudage en face inférieure peuvent conduire à des thermogrammes très différents ce qui n'est pas réaliste. Des observations similaires ont été effectuées sur les thermogrammes enregistrés lors des essais avec les conditions 2 et 4. Ces thermogrammes étant difficilement exploitables, pour permettre l'identification des paramètres du modèle thermomécanique, il a été décidé d'effectuer une seconde campagne avec des thermocouples de 80 µm de diamètre comme présenté précédemment.

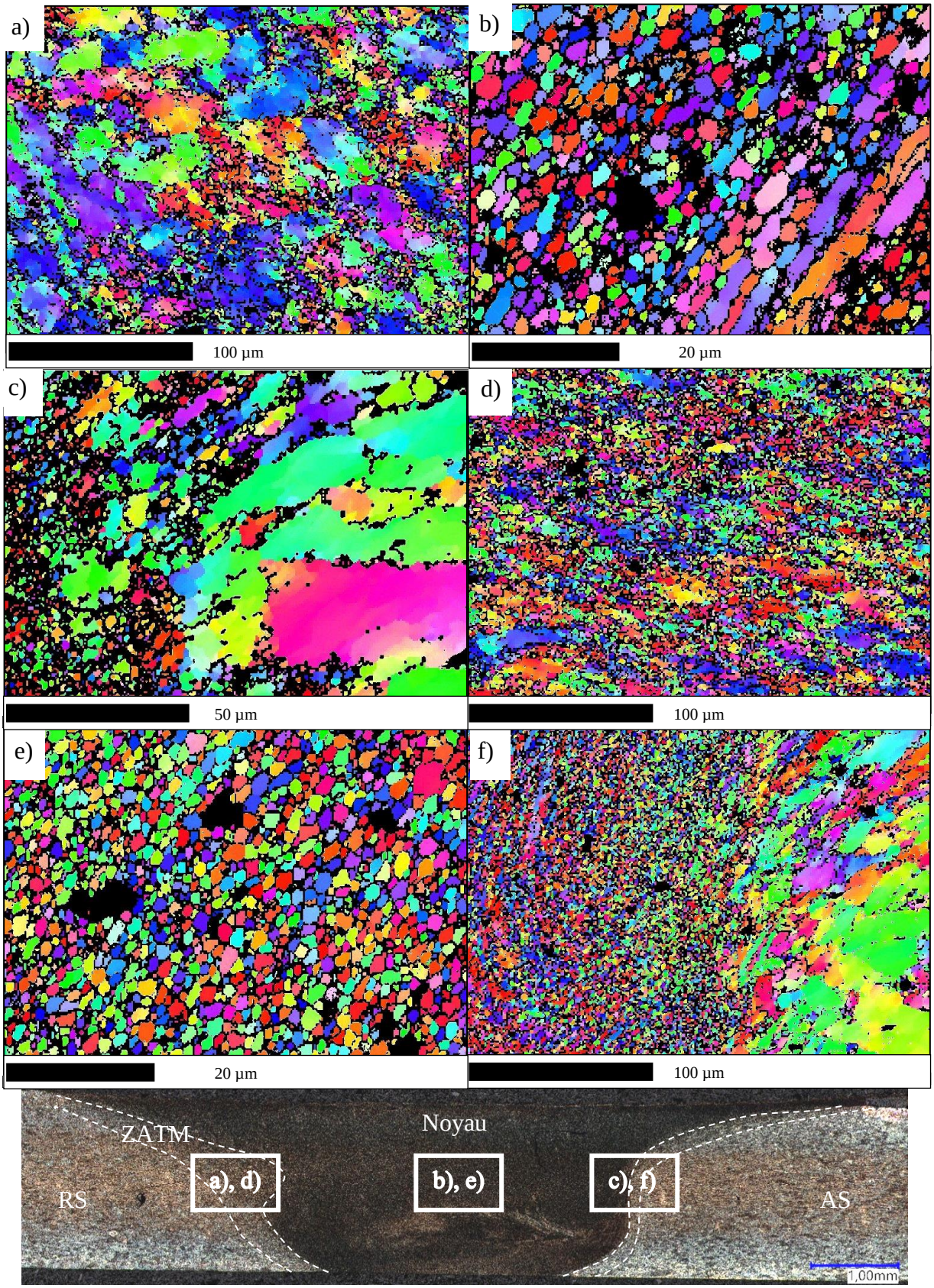


Figure 2-27 : Cartographies de figure de pôle inverse obtenues par MEB-EBSD de différentes zones du joint soudé en alliage 2024-T3, a) ZATM RS condition 1, b) NS condition 1, c) ZATM AS condition 1, d) ZATM RS condition 2, e) NS condition 2, f)

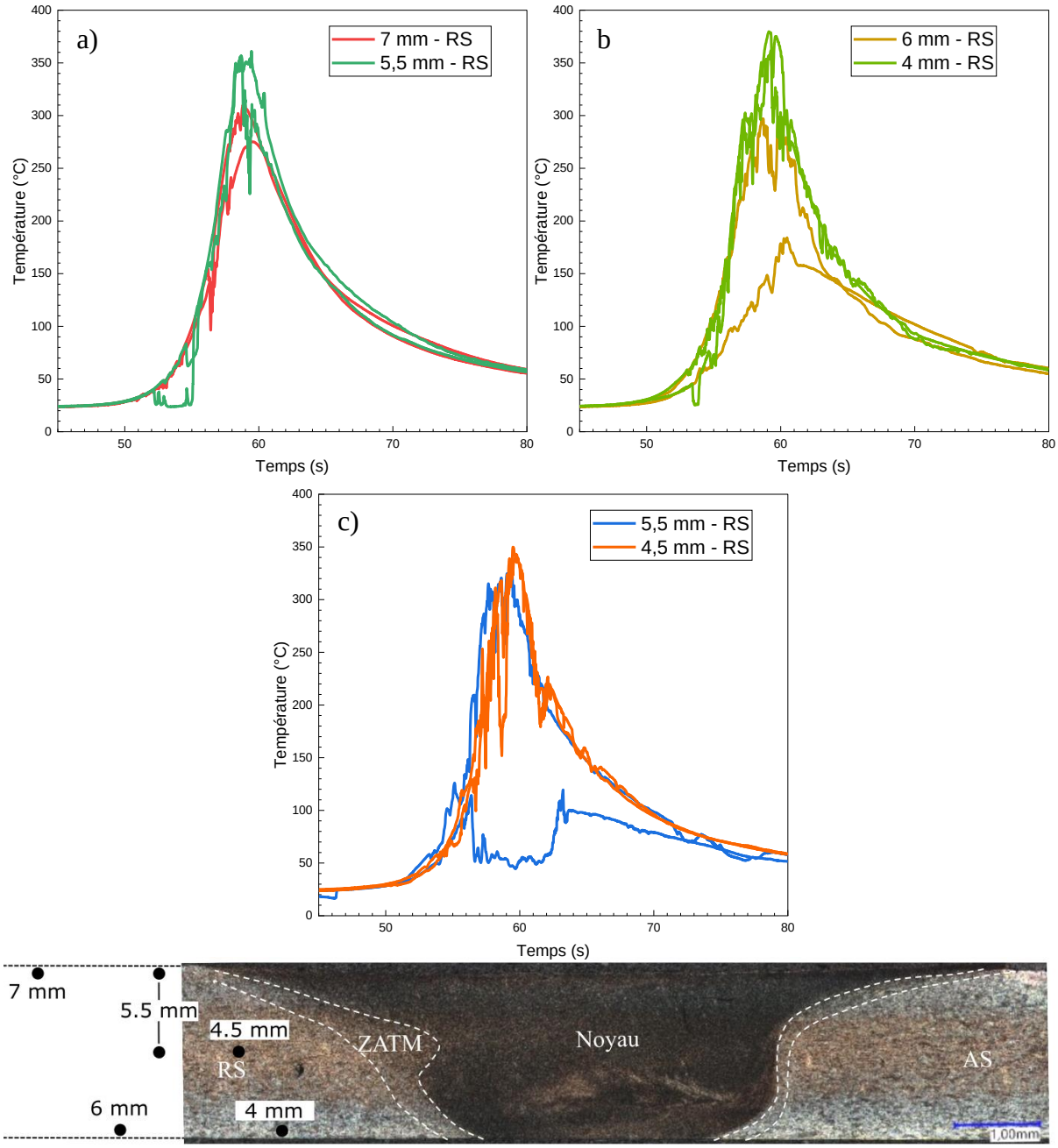


Figure 2-28 : a) thermogrammes en face supérieure, b) thermogrammes en face inférieure, c) thermogrammes à mi épaisseur et position des thermocouples dans la tôle

La Figure 2-29 a) présente l'ensemble des thermogrammes obtenus pour la condition de soudage numéro 1 avec des thermocouples de 80 µm. Le thermocouple positionné au centre de la soudure (0 mm) sert de référence pour recaler temporellement les autres thermocouples. La partie après le passage de l'outil n'est pas conservée, car celle-ci est difficilement exploitable. Les thermocouples du support envers (SUP) sont légèrement décalés temporellement dû à la diffusion dans l'épaisseur de l'enclume. Contrairement à l'instrumentation précédente, les thermogrammes présentés ici s'avèrent très peu bruités ce qui facilitera l'identification des paramètres du modèle thermomécanique. Sur la Figure 2-29 b), les thermogrammes AS (côté avance) et RS (côté recul) pour deux positions différentes, l'une à 9 mm en face supérieure et l'autre à 4 mm du centre de la soudure en face inférieure, sont comparés. Comme pour les mesures de [Bertrand 2021], le côté AS présente une température maximale plus faible que le côté RS ce qui souligne l'asymétrie du procédé de soudage. Le côté AS présente généralement une température maximale plus importante que le côté RS mais cette asymétrie dépend des

paramètres de soudage utilisé comme [Chaudhary 2019] a pu le constater. Nous pouvons également observer des écarts sur la température maximale pour deux thermocouples situés à des positions théoriquement identiques (par exemple 9 mm RS). Cet écart peut en partie s'expliquer par un léger désalignement de l'axe de soudage entraînant des distances au centre de la soudure différentes (par exemple 8,81 mm et 8,77 mm). Les distances exactes mesurées au microscope numérique Keyence VHX-7000 sont utilisées pour étalonner le modèle thermomécanique.

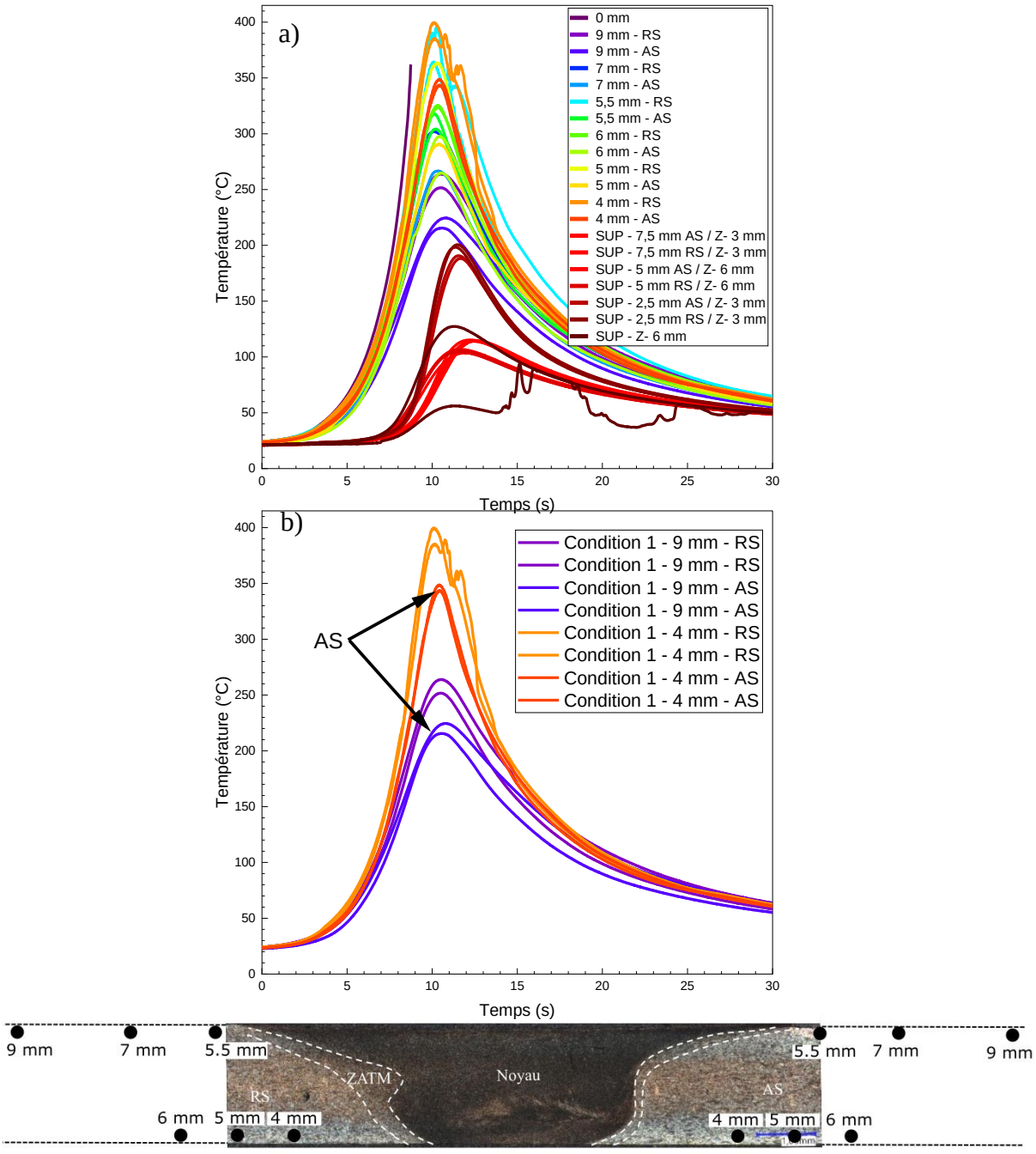


Figure 2-29 : a) Compilation des thermogrammes obtenus pour la condition de soudage numéro 1, b) Comparaison des thermogrammes entre AS et RS et position des thermocouples dans la tôle

Sur la Figure 2-30, les thermogrammes obtenus avec les deux conditions de soudage, toujours pour les mêmes thermocouples, sont comparés. La condition numéro 2 donne lieu à des températures maximales mesurées plus faibles que pour la condition 1. Ces deux conditions de soudage présentent une vitesse de rotation identique mais la vitesse d'avance de la condition numéro 2 est plus importante. Ainsi, cette augmentation de la vitesse d'avance entraîne une

diminution du temps de friction pour une zone donnée et donc une baisse de l'apport d'énergie ce qui se traduit par des températures mesurées plus faible. Ceci est particulièrement visible sur le thermocouple à 0 mm et sur les thermocouples du support envers (SUP). À l'inverse, l'augmentation semble très légère pour les thermocouples en dehors du passage de l'outil en face supérieure et inférieure. La vitesse de chauffe est elle aussi différente puisque la vitesse d'avance de la condition numéro deux est plus importante. Il en résulte un retard sur le début de chauffe et une vitesse de chauffe plus importante que pour la condition de soudage numéro 1.

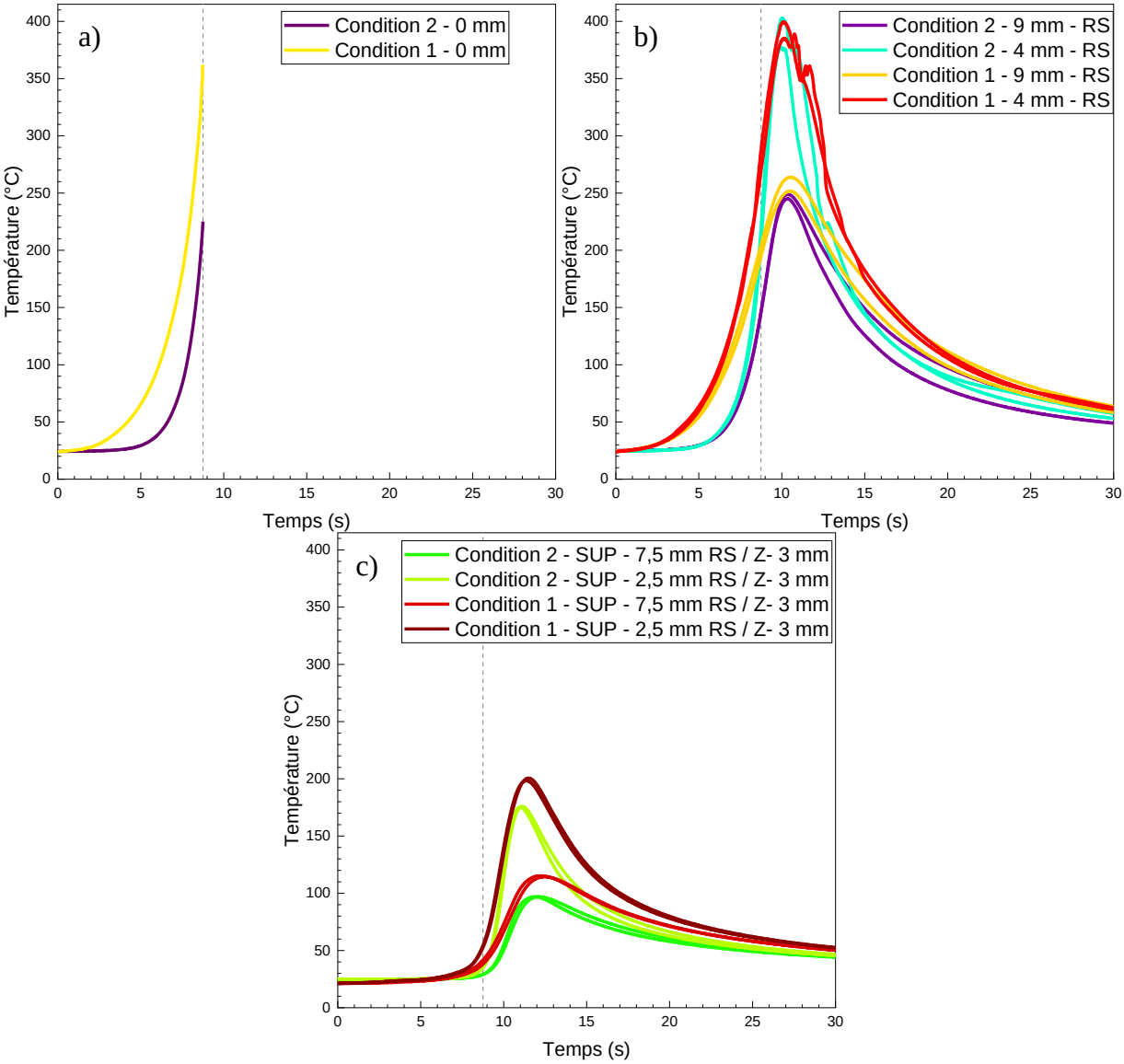


Figure 2-30 : Comparaison des thermogrammes suivant la condition de soudage, a) pour le thermocouple au centre du joint soudé, b) pour deux thermocouples de la plaque soudée, c) pour deux thermocouples de l'enclume

Les configurations de soudage ainsi que l'instrumentation des joints soudés en alliage 2050 ont été présentées précédemment. La microstructure des joints soudés observée par microscopie optique mais également par MEB-EBSD sera détaillée par la suite. L'analyse KAM menée sur le joint soudé et les résultats obtenus concernant la mesure de température par thermocouple seront présentés.

2.2.3.2. Alliage 2050-T34

Microstructure

La microstructure des joints soudés a été étudiée par microscopie optique après une attaque chimique au réactif de Keller pendant 17 secondes. Nous pouvons alors constater à la Figure 2-31 une forme de noyau soudé très différente entre les deux cas de soudage. En effet, pour la condition de soudage numéro 1 nous observons un noyau soudé asymétrique avec une transition entre le noyau et la ZAT très franche du côté AS et beaucoup plus diffuse pour le côté RS comme cela a pu être le cas pour l'alliage 2024. De plus, nous pouvons observer côté AS une zone déformée par l'épaulement uniquement en surface. À l'inverse, la condition de soudage numéro 2 s'avère bien plus symétrique avec une transition entre le noyau et la ZAT légèrement plus franche du côté AS. Nous pouvons également noter des différences dans le noyau soudé entre les deux conditions de soudage. En effet, le flux de matière semble tourner autour d'un point particulier à environ 10 mm de hauteur pour la condition 1 alors que ce point semble beaucoup plus haut pour la condition numéro 2 (proche des 15 mm). Le Tableau 2-6 compare la taille du noyau entre les deux conditions de soudage à trois hauteurs différentes. Nous pouvons alors observer que le noyau soudé de la condition de soudage numéro 2 semble légèrement plus étroit dans la partie haute du joint soudé et légèrement plus large en pied de cordon.

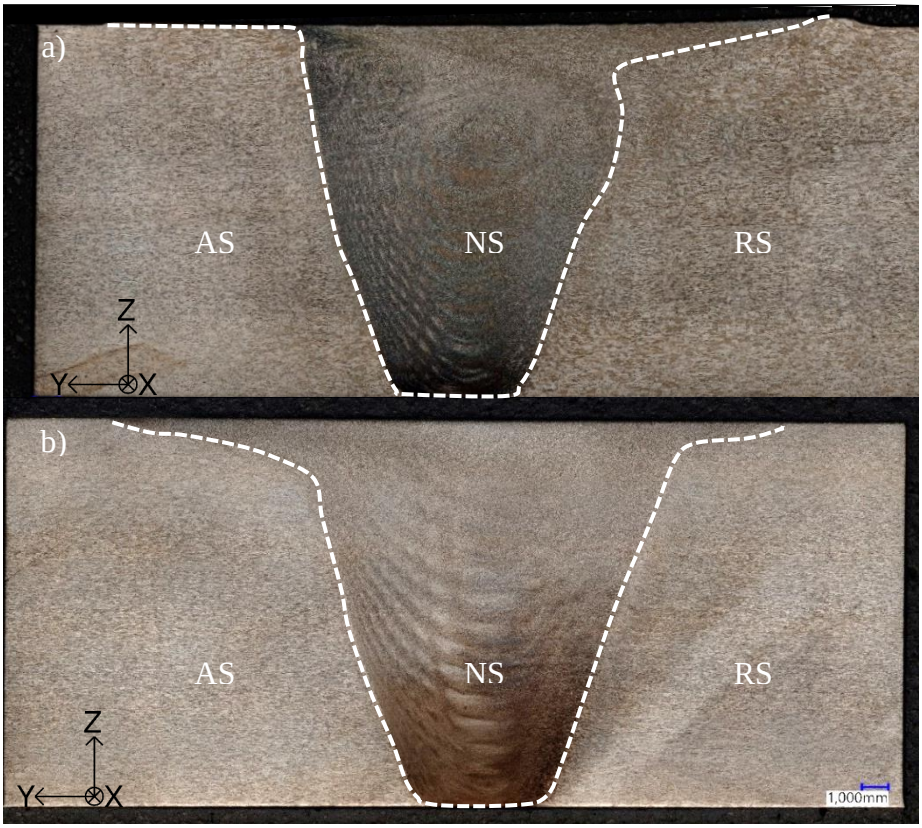


Figure 2-31 : Microstructure des joints soudés FSW en alliage 2050-T34 pour a) la condition 1 (V_a = 200 mm/min, V_r = 400 tr/min), b) la condition 2 (V_a = 170 mm/min, V_r = 220 tr/min)

Tableau 2-6 : Taille du noyau soudé en fonction de la hauteur et de la condition de soudage

	Noyau soudé Z = 15 mm	Noyau soudé Z = 7,5 mm	Noyau soudé Z = 0 mm
Condition 1	26,9 mm	10,5 mm	3,6 mm
Condition 2	25,6 mm	9,9 mm	3,9 mm

Les cartographies obtenues en MEB-EBSD sont présentées à la Figure 2-32. Comme pour l'alliage 2024, nous pouvons constater une forte diminution de la taille de grains entre la ZAT/ZATM et le noyau soudé avec une déformation importante des grains dans la ZATM proche des petits grains du noyau soudé (images a) et b)). Dans les images suivantes, les tailles de grains au droit de l'axe de soudage et à différentes hauteurs sont comparées. Nous pouvons alors constater que pour les deux conditions de soudage, la taille de grains tend à être plus importante en haut du joint soudé sans doute due à un phénomène de grossissement de grains lié au fort apport de chaleur provoqué par l'épaulement. De plus, la taille de grains de la condition numéro 2 est légèrement plus faible que celle de la condition 1 (cf. aussi le Tableau 2-7 qui présente les mesures effectuées). Les conditions de soudage influent donc également sur la taille de grains du fait des températures et des vitesses de déformation différentes entre les deux conditions de soudage.

Tableau 2-7 : Évolution de la taille de grains suivant la position dans le noyau soudé et la condition de soudage utilisée

	Taille de grains (µm)		
	Z = 14 mm	Z = 7,5 mm	Z = 1 mm
Condition 1	15,5	5,6	3,0
Condition 2	10,4	4,7	2,0

Kernel Average Misorientation (KAM)

La bibliographie (partie 1.2.5) sur le soudage de l'alliage 2050-T34 a mis en évidence l'influence du taux de dislocation sur la cinétique de précipitation de la phase T_1 lors du traitement thermique post-soudage. C'est pourquoi des analyses KAM (Kernel Average Misorientation) ont été réalisées au MEB-EBSD pour déterminer la désorientation intergranulaire et obtenir une image de la densité de dislocations. La couleur verte sur les cartographies présentées représente une désorientation dans le grain et donc la présence de dislocations. Nous pouvons alors constater que dans les zones de transition entre la ZAT et le Noyau (Figure 2-33 a) et b)), la désorientation est extrêmement importante. Lorsque l'on se situe en dehors du joint soudé, à 12 mm (Figure 2-33 c)), la désorientation semble moins importante. Enfin, au centre du noyau soudé, la désorientation semble assez faible (Figure 2-33 d)) et donc peu de dislocations sont présentes. Nous avons également pu constater des différences entre le haut, le milieu et le bas du centre du noyau soudé avec une désorientation minimale au milieu du joint soudé pour les deux conditions de soudage. Malheureusement, il reste difficile de quantifier précisément la densité de dislocation à l'aide de ces cartographies dues à la faible quantité de données et à la présence de microrayures perturbant les mesures.

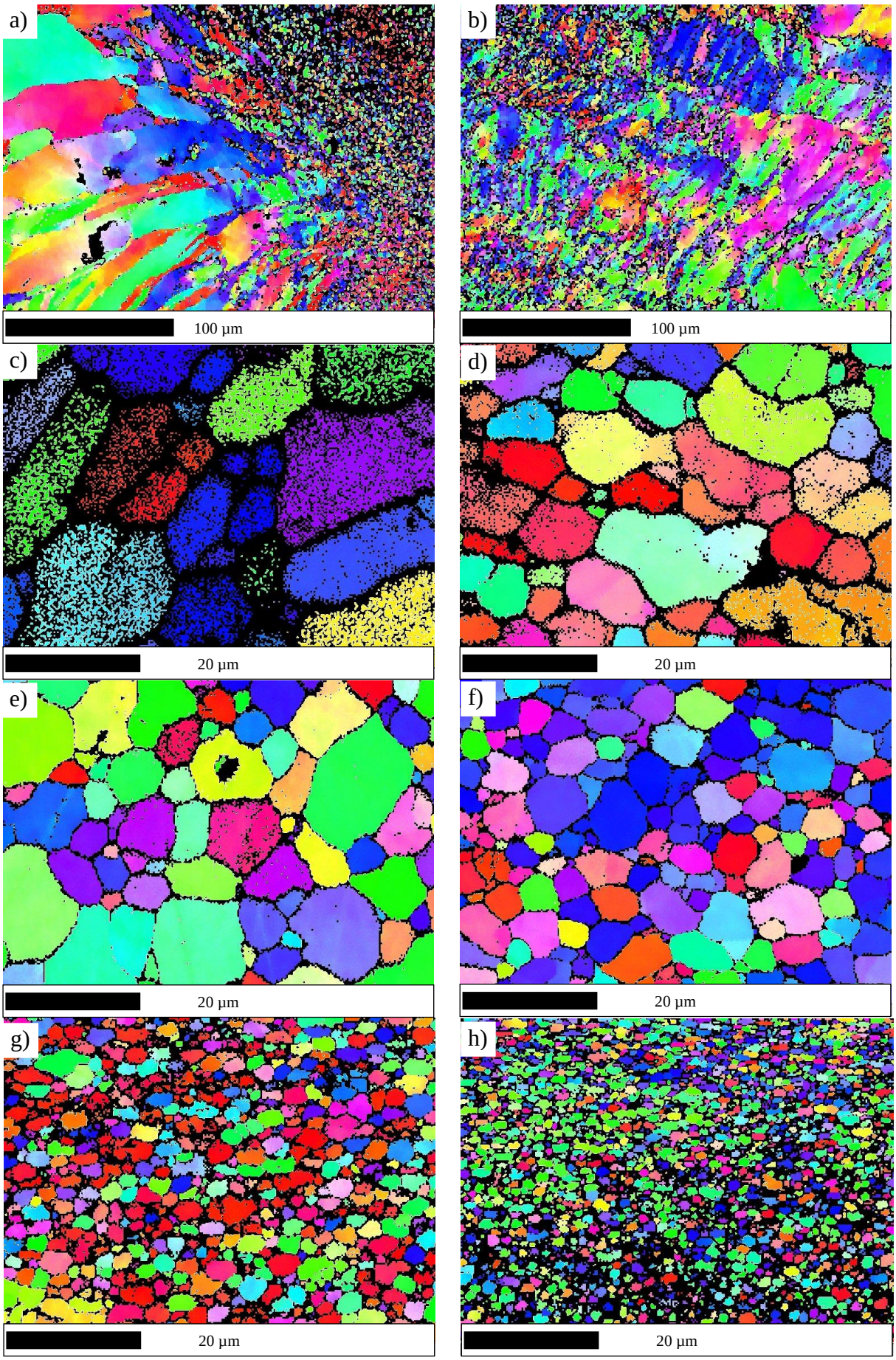


Figure 2-32 : Cartographies de figure de pôle inverse obtenues par MEB-EBSD sur l'alliage 2050, a) frontière entre la ZAT et le noyau soudé côté AS pour la condition 2, b) frontière entre la ZAT et le noyau soudé côté RS pour la condition 2, au droit du soudage en haut du noyau pour la condition 1 (c) et la condition 2 (d), au milieu du noyau pour la condition 1 (e) et pour la condition 2 (f) et en bas du noyau pour la condition 1 (g) et la condition 2 (h)

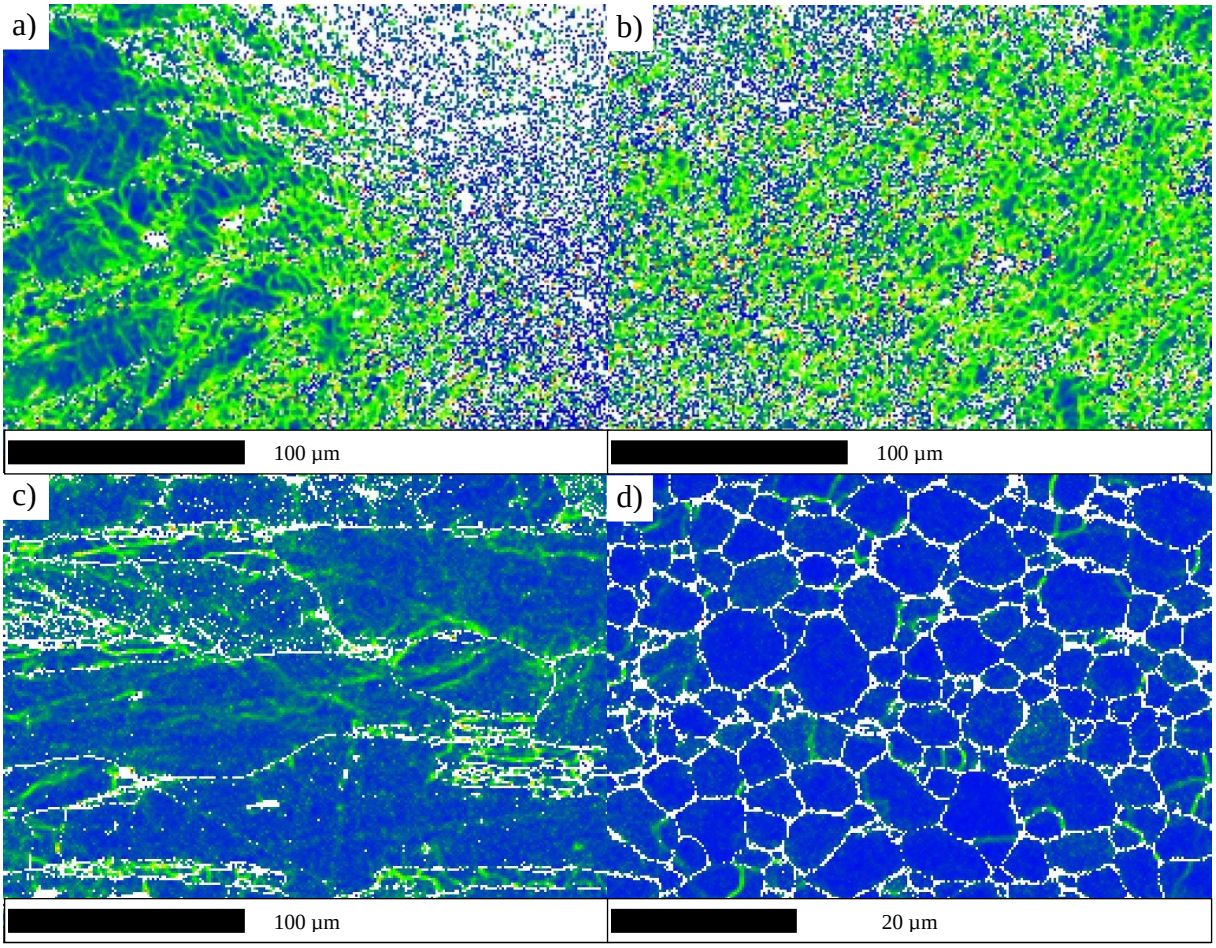


Figure 2-33 : Cartographies KAM obtenues par MEB-EBSD sur la condition de soudage numéro 2, a) frontière entre la ZAT et le noyau soudé côté AS pour la condition 2, b) frontière entre la ZAT et le noyau soudé côté RS pour la condition 2, c) à 12 mm de l'axe de soudage et à mi-hauteur côté RS, d) au droit de l'axe de soudage et à mi-hauteur, la couleur verte correspond au densité de dislocations géométriquement nécessaire pour accommoder la déformation des grains

Cycles thermiques

La Figure 2-34 a) présente l'ensemble des thermogrammes obtenus dans la tôle et la Figure 2-34 b) ceux de l'instrumentation dans le support envers pour la condition de soudage numéro 1. Comme pour le soudage de l'alliage 2024, le thermocouple au centre sert à recaler temporellement les autres thermocouples. Les températures maximales mesurées dans la tôle sont similaires à celles mesurées pour l'alliage 2024 sauf pour le thermocouple au centre qui a vécu une histoire thermique au-delà des 400 °C. Les thermocouples dans le support envers se situant plus proches de la surface et l'apport de chaleur étant plus important dû à la forte épaisseur des tôles, cela a entraîné des températures maximales mesurées bien plus élevées pour le soudage de l'alliage 2050. Il est à noter que certains thermocouples dans la plaque soudée sont bruités au niveau du maximum de température. Cette partie sera détaillée dans la suite du document. Enfin, comme pour l'alliage 2024, il est possible de constater une légère asymétrie du procédé de soudage avec le côté AS (côté avance) atteignant des températures maximales légèrement plus élevées.

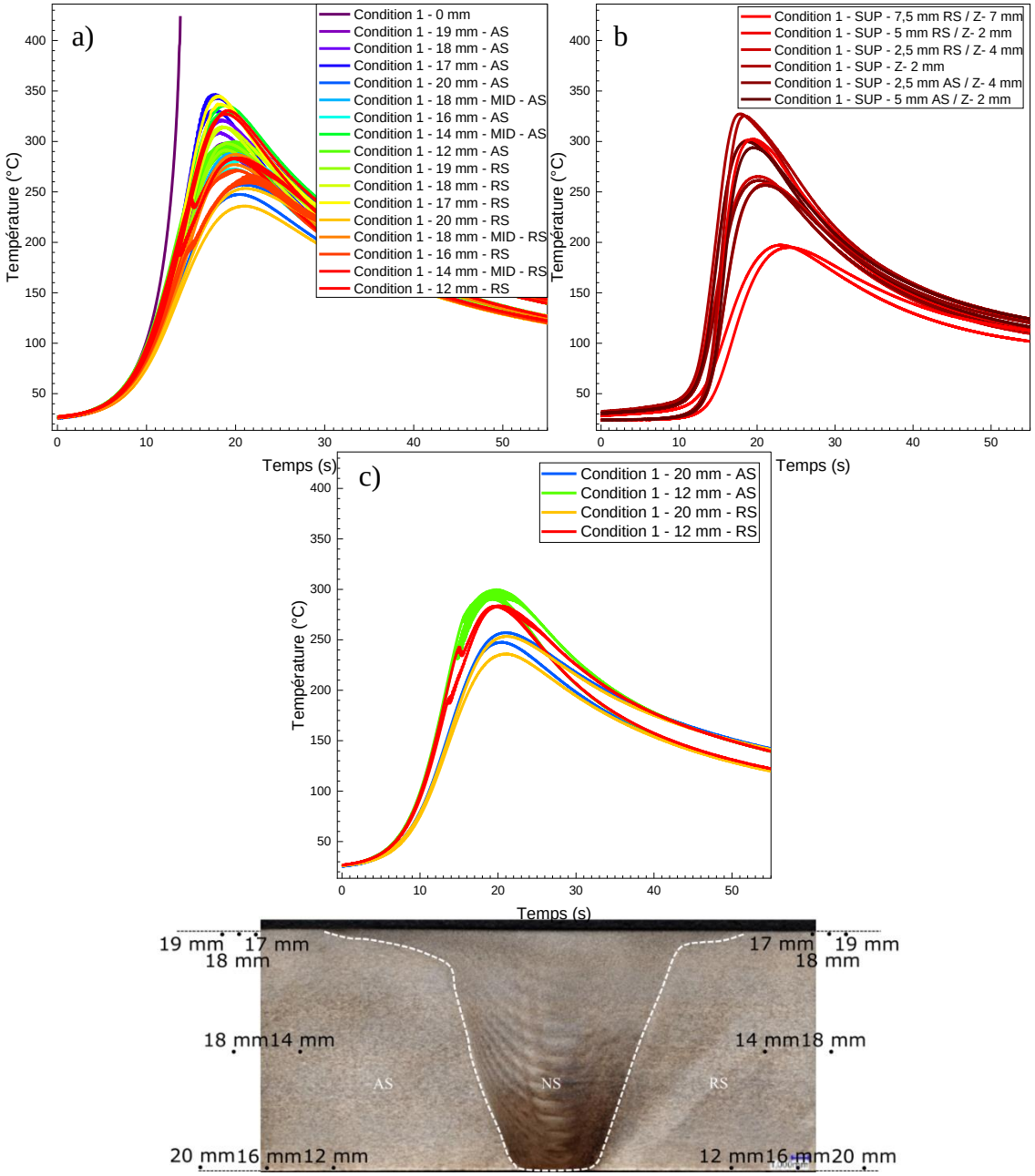


Figure 2-34 : Compilation des thermogrammes obtenus sur l'alliage 2050 pour la condition de soudage numéro 1 : a) dans la plaque, b) dans le support envers, c) Comparaison des thermogrammes entre AS et RS et position des thermocouples dans la tôle

La Figure 2-35 permet de comparer les résultats des thermogrammes obtenus pour les deux conditions de soudage. La condition de soudage numéro 2 ayant une vitesse d'avance plus faible, la vitesse de chauffe s'avère plus faible que pour la condition de soudage numéro 1. Bien que nous ayons vu pour l'alliage 2024 qu'une diminution de la vitesse d'avance augmentait le temps de malaxage et donc une augmentation de l'apport d'énergie, l'apport de chaleur provoqué par la condition numéro 1 semble légèrement plus important. Ceci est dû à une vitesse de rotation plus élevée pour la condition 1 ce qui entraîne une fois de plus une augmentation du temps de malaxage et donc de l'énergie apportée dans le matériau.

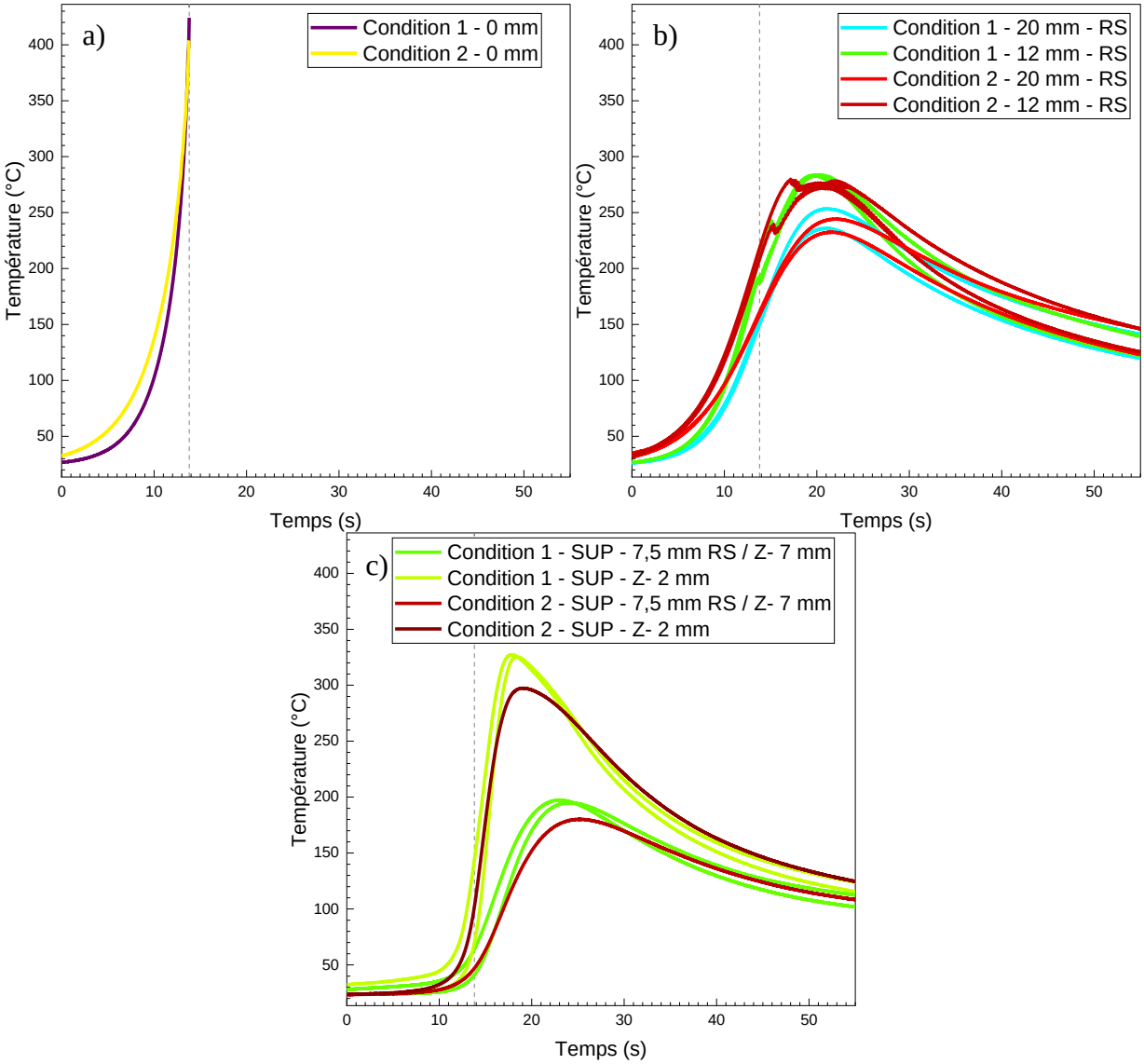


Figure 2-35 : Comparaison des thermogrammes suivant la condition de soudage : a) pour le thermocouple au centre du joint soudé, b) pour deux thermocouples de la plaque soudée, c) pour deux thermocouples de l'enclume

Enfin, du bruit de mesure a été constaté pour les deux conditions de soudage sur les thermocouples les plus proches de l'outil. Une illustration est donnée à la Figure 2-36. Ce bruit de mesure a tendance à commencer au moment de l'arrêt de mesure du thermocouple au centre du joint soudé et donc à l'instant du passage de l'outil de soudage. De plus, le bruit de mesure semble périodique avec une périodicité propre à chaque condition de soudage. Pour la condition numéro 1, chaque période dure environ 0,148 s contre 0,266 s pour la condition de soudage numéro 2. Pour la condition numéro 1, la vitesse de rotation de l'outil est de 400 tr/min ce qui équivaut à un tour tous les 0,150 s. De même, la vitesse de rotation de l'outil pour la condition 2 est de 220 tr/min ce qui correspond à un tour tous les 0,273 s. Les oscillations mesurées par les thermocouples semblent donc être dues à la fréquence de rotation de l'outil de soudage qui entraîne vraisemblablement des mouvements du thermocouple dans son logement.

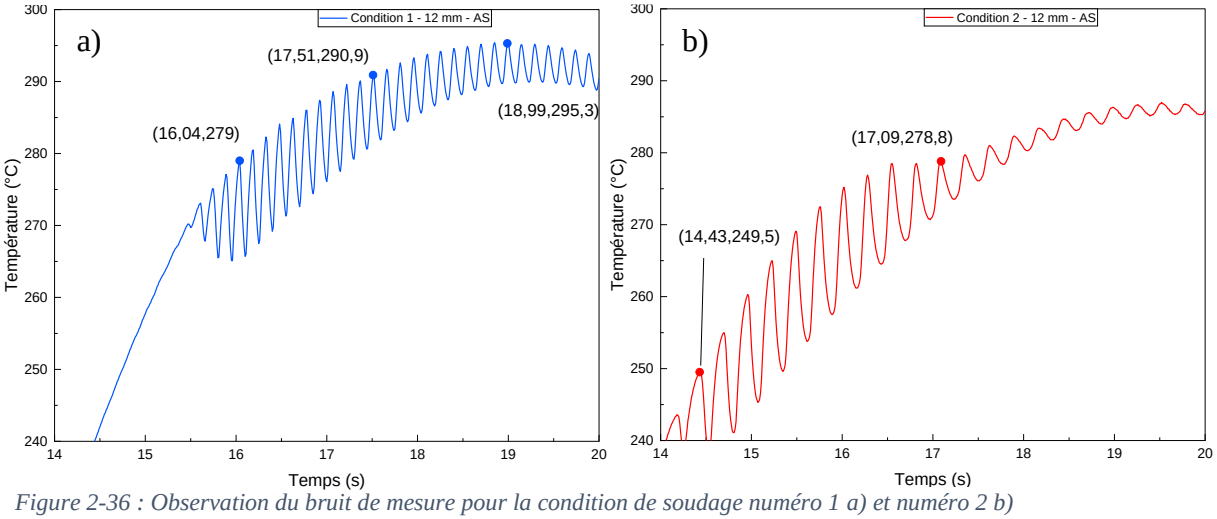


Figure 2-36 : Observation du bruit de mesure pour la condition de soudage numéro 1 a) et numéro 2 b)

À l'issue de la caractérisation microstructurale des joints soudés et de la caractérisation de l'histoire thermique pendant le soudage, nous avons pu mettre en évidence l'effet des paramètres de soudage sur la taille et forme du noyau soudé ainsi que sur la taille de grains dans cette zone. Les thermogrammes obtenus sur les différentes conditions soudage ont montré qu'une diminution de la vitesse d'avance ou qu'une augmentation de la vitesse de rotation augmentait le temps de malaxage et donc l'énergie thermique apportée au matériau. Ces thermogrammes expérimentaux vont par la suite être utilisés pour étalonner un modèle thermomécanique.

2.3. Simulation thermique

Dans cette partie, la simulation numérique du procédé de soudage par friction malaxage est présentée. Le modèle utilisé a été développé par [Robe 2017] lors de sa thèse à partir des travaux de [Feulvarch 2013] et implémenté dans le code de calcul aux éléments finis Sysweld. Dans le cadre de cette thèse il a été fait le choix d'utiliser ce modèle déjà implémenté dans Sysweld et avec lequel [Robe 2017] a obtenu de bons résultats pour la simulation thermique du soudage FSW. Seul un étalonnage des paramètres est effectué ici. L'objectif est de recaler ce modèle à l'aide des données complémentaires obtenues par l'instrumentation en thermocouples. Pour pouvoir prédire l'histoire thermique vécue par un point du noyau soudé, qui s'est déplacé dans l'espace suite aux déformations subies lors du passage de l'outil, une modélisation par suivi de particules a été mise en place. Ces travaux ont été réalisés par Rodrigue Urvoy pendant son stage de M2 Génie Mécanique et Matériau de l'Université Bretagne Sud [Urvoy 2021]. La méthodologie et les résultats obtenus sont présentés dans la suite de ce chapitre.

2.3.1. Modèle thermomécanique du soudage par friction malaxage

2.3.1.1. Écoulement de matière

L'équilibre des efforts mécaniques lors de l'écoulement de la matière au voisinage du pion est régi par le bilan de quantité de mouvement défini par l'équation 2-5:

$$\boldsymbol{div}(\boldsymbol{\sigma}) + \rho \boldsymbol{g} = \rho \frac{d\boldsymbol{v}}{dt} \qquad 2\text{-}5$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy, ρ la masse volumique, $\boldsymbol{g}$ l'accélération de la pesanteur et $\boldsymbol{v}$ la vitesse. En appliquant l'hypothèse de Stokes permettant de négliger les efforts

d'inertie et le poids vis-à-vis des fortes contraintes visqueuses, l'équation précédente peut être simplifiée (équation 2-6).

$$\boldsymbol{div}(\boldsymbol{\sigma}) = 0 \qquad 2\text{-}6$$

Le tenseur des contraintes de Cauchy peut être dissocié en deux parties (équation 2-7) :

$$\sigma = \boldsymbol{S} - p\boldsymbol{I} \qquad 2\text{-}7$$

avec $\boldsymbol{S}$ le déviateur du tenseur des contraintes de Cauchy et $p\boldsymbol{I}$ la partie sphérique du tenseur des contraintes. Cette dernière est composée de p la pression hydrostatique et $\boldsymbol{I}$ le tenseur identité.

Afin de représenter le comportement pâteux au voisinage de l'outil, la loi de Norton-Hoff est utilisée pour définir la partie déviatorique du tenseur des contraintes.

$$\boldsymbol{S} = 2\mu_{dynamique}\boldsymbol{D} \qquad 2\text{-}8$$

avec $\mu_{dynamique}$ la viscosité dynamique du matériau et $\boldsymbol{D}$ le tenseur du taux de déformation ou tenseur des vitesses de déformations dépendant du champ de vitesse $\boldsymbol{v}$.

$$\boldsymbol{D} = \frac{1}{2}(\boldsymbol{grad}^t(\boldsymbol{v}) + \boldsymbol{grad}(\boldsymbol{v})) \qquad 2\text{-}9$$

Afin de garantir l'incompressibilité de l'écoulement, le champ de vitesse doit être à divergente nulle.

$$tr(\boldsymbol{D}) = \boldsymbol{div}(\boldsymbol{v}) = 0 \qquad 2\text{-}10$$

La viscosité dynamique $\mu_{dynamique}$ est définie suivant la loi de Norton-Hoff. Cette loi fait intervenir deux paramètres K et m dépendant de la température. K représente la consistance du matériau et m la sensibilité à la vitesse de déformation qui est comprise entre 0 et 1.

$$\mu_{dynamique} = K(T)\left(\sqrt{3}D_{eq}\right)^{m(T)-1} \qquad 2\text{-}11$$

avec D_{eq} le taux de déformation équivalent défini par l'équation 2-12.

$$D_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}\boldsymbol{D}:\boldsymbol{D}} \qquad 2\text{-}12$$

2.3.1.2. Transferts de chaleur

La source de chaleur dans le procédé de soudage par friction malaxage est générée par le frottement de l'outil sur le matériau. Cette dissipation mécanique liée au malaxage de la matière est ajoutée à l'équation de la chaleur.

$$\rho_v C_p\left(\frac{dT}{dt} + \boldsymbol{v}_{cv}\boldsymbol{grad}T\right) = \boldsymbol{div}(\lambda\boldsymbol{grad}T) + Q_{malaxage} \qquad 2\text{-}13$$

Avec C_p la capacité thermique massique (ou chaleur spécifique), $\boldsymbol{v}_{cv}$ la vitesse de convection et λ la conductivité thermique. Le dernier terme est le terme source $Q_{malaxage}$ lié au malaxage de la matière (équation 2-14).

$$Q_{malaxage} = \alpha \boldsymbol{S} : \boldsymbol{D} \qquad 2\text{-}14$$

Ce terme source dépend du déviateur des contraintes *S* et du taux de déformation *D*. Le préfacteur α appelé le coefficient de Taylor-Quinney représente le taux de puissance mécanique transformée sous forme de chaleur. En effet, une partie de l'énergie peut aussi être stockée dans le matériau sous forme de dislocations ou de défauts internes notamment. D'après l'étude de la littérature effectuée par [Robe 2017], ce coefficient est peu dépendant de la vitesse de déformation et évolue principalement avec la quantité de déformation plastique. Comme la déformation plastique est très importante dans le noyau, le coefficient de Taylor-Quinney est compris entre 0,8 et 1 d'après [Robe 2017].

2.3.1.3. Conditions aux limites

La modélisation du contact mécanique entre l'outil et la tôle a été simplifiée par [Robe 2017] en prenant une condition de contact collant entre les surfaces de l'outil et celles de la matière. Il en résulte que la vitesse à l'interface est égale entre les deux éléments. De plus, la dissipation à l'interface outil/matière est nulle et l'apport de chaleur est donc observé très légèrement sous la surface proche de l'interface entre l'outil et la matière (équation 2-15).

$$\boldsymbol{v}_{matière} = \boldsymbol{v}_{outil} \qquad 2\text{-}15$$

Différentes conditions aux limites thermiques sont appliquées suivant les zones du joint soudées. Un contact parfait est supposé entre l'outil et la matière. Ainsi, la température de l'outil et la température de la tôle à l'interface outil/matière sont identiques.

$$T_{tôle} = T_{outil} \qquad 2\text{-}16$$

Concernant le contact entre la tôle et l'enclume, un coefficient d'échange appelé $h_{contact}$ est utilisé pour modéliser les échanges entre ces deux interfaces.

$$q_{contact} = h_{contact}(T_{contact} - T) \qquad 2\text{-}17$$

D'après l'étude de [Robe 2017], une augmentation de ce coefficient d'échange aurait tendance à accroître la vitesse de refroidissement après le soudage, mais n'aurait que peu d'influence sur la phase de montée en température.

Enfin, les surfaces libres et l'air ambiant vont échanger de la chaleur par convection et rayonnement.

$$q_{ext} = h_{ech}(T_{ext} - T) + \varepsilon \times \sigma_{sb}\left({T_{ext}}^4 - T^4\right) \qquad 2\text{-}18$$

avec h le coefficient d'échange, ε l'émissivité et σ_{sb} la constante de Stefan-Boltzmann. La Figure 2-37 permet de visualiser les équations régissant les conditions aux limites pour chaque surface modélisée.

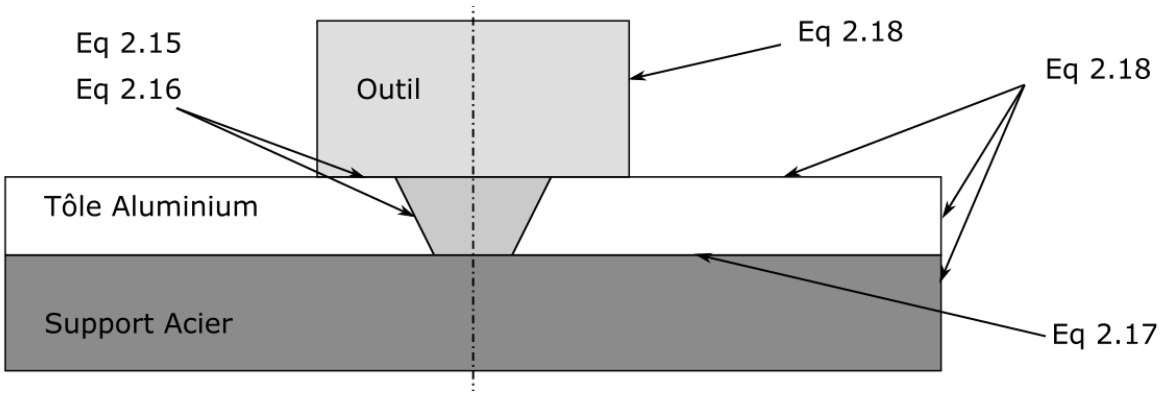


Figure 2-37 : Représentation des différentes conditions aux limites appliquées par le modèle

-

2.3.1.4. Stratégie de maillage

Du fait de l'asymétrie du procédé de soudage, la simulation est effectuée en 3D. La plaque soudée et le support envers simulés sont dimensionnés pour pouvoir considérer un milieu semi-infini. L'élément tétraédrique P1+/P1 est utilisé pour réaliser le maillage. Cet élément est composé de 4 nœuds plus un cinquième au barycentre de l'élément (cf. Figure 2-38). Une interpolation linéaire est effectuée entre chaque nœud de l'élément.

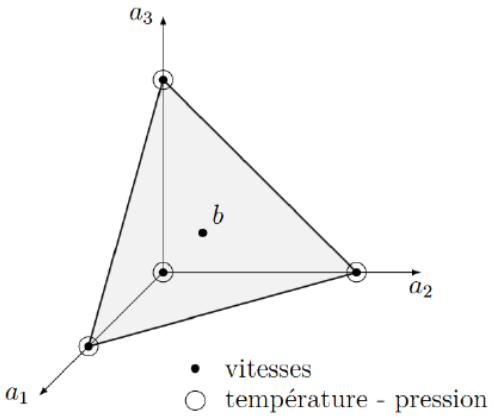


Figure 2-38 : Figure issue de la thèse de [Robe 2017] représentant le tétraèdre P1+/P1

Il a été choisi par [Robe 2017] de définir cinq zones de maillages différentes pour optimiser la simulation du procédé de soudage. Trois formulations sont rencontrées suivant les différentes zones de maillages.

La formulation Lagrangienne est une approche où les points matériels sont attachés aux nœuds du maillage. Pendant la déformation de la géométrie, le maillage se déformera donc également. Ceci pose problème lors de fortes déformations, cas observé dans le soudage FSW, puisque les mailles seront alors trop distordues. Il est ainsi nécessaire de réaliser un remaillage coûteux en temps de calcul. Cette approche sera utilisée uniquement pour le calcul thermique dans l'outil qui est une zone sans déformation.

À l'inverse de la formulation Lagrangienne, la formulation Eulérienne décrit un maillage fixe par rapport au référentiel défini. Dans le cadre du soudage, le référentiel est lié à la vitesse

d'avance et comme l'outil reste fixe, un flux de matière est simulé pour représenter la plaque. Cette formulation est employée pour les zones les plus éloignées du soudage. Dans la partie 4 (Figure 2-39) correspondant à la partie la plus loin du joint soudé pour la plaque et dans la partie 5 correspondant au support envers, seules les équations régissant la thermique seront résolues ; dans la partie 3 plus proche du joint soudé, un calcul thermomécanique sera effectué.

Enfin, le maillage dans la partie 2 doit faire la jonction entre la partie 1 qui est en formulation Lagrangienne et la partie 3 en formulation Eulérienne. Cette zone tourne à la même vitesse que l'outil et doit correspondre à chaque incrément au maillage de la zone 3. Pour permettre ceci, le pas de rotation est défini de sorte à faire correspondre ces deux zones de maillages. L'appellation de ce formalisme est toujours en discussion, nous reprendrons la dénomination Arbitrairement Lagrangien Eulérien (ALE) utilisée par [Robe 2017]. Dans cette zone numéro 2, les calculs thermomécaniques seront effectués. La Figure 2-39 et le Tableau 2-8 permettent de visualiser les différentes zones et les stratégies de maillage et de calcul décrites par [Robe 2017].

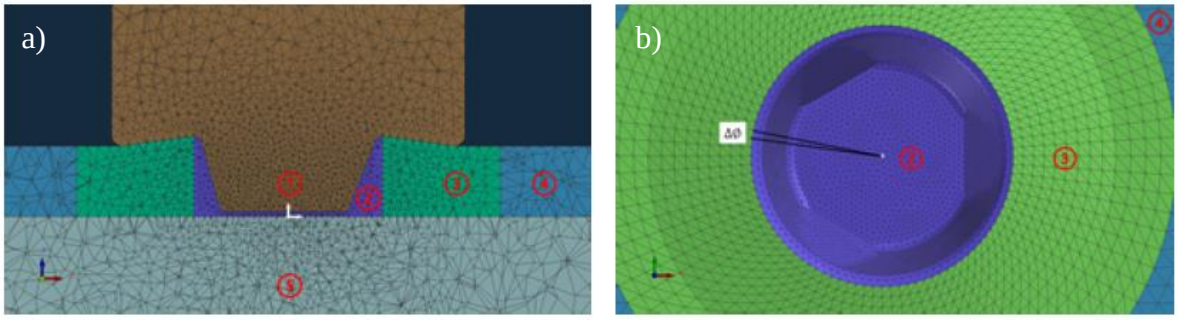


Figure 2-39 : Observation des différentes parties du maillage utilisée pour la simulation du FSW a) vue en coupe du joint soudé, b) vue du dessus

Tableau 2-8 : Récapitulatif des stratégies de maillage utilisées par [Robe 2017]

Zone de maillage	Formalisme	Calcul
① Outil	Lagrangien	Thermique
② Partie de la plaque	ALE	Thermomécanique
③ Partie de la plaque	Eulérien	Thermomécanique
④ Partie de la plaque	Eulérien	Thermique
⑤ Support envers	Eulérien	Thermique

2.3.2. Trajectoire d'une particule dans le noyau

Du fait de la modélisation eulérienne, le suivi de matière n'est pas intégré dans le modèle. Ceci pose problème notamment dans le noyau soudé où le malaxage va entraîner un déplacement de la matière. Afin de pouvoir connaître l'histoire thermique vécue par une particule de matière dans le joint soudé, une méthode d'intégration numérique a été mise en place par Rodrigue Urvoy. Pour cela, trois méthodes ont été comparées, la première est la méthode d'Euler, la seconde est la méthode de Runge Kutta d'ordre 2 (RK2) et la troisième est la méthode de Runge Kutta d'ordre 4 (RK4).

La méthode d'intégration d'Euler permet de calculer la nouvelle position du point en prenant en compte le pas de temps et la vitesse de la particule (équation 2-19).

$$X(t_{i+1}) = X(t_i) + h \times V(X(t_i), t_i) \qquad 2\text{-}19$$

avec $X(t_i)$ la position de la particule à l'instant t_i, h le pas de temps et $V(X(t_i), t_i)$ la vitesse de la particule à l'instant t_i. Cette méthode génère une erreur qui est dépendante du pas de temps

choisi. De plus, cette erreur est amplifiée lors de suivi de trajectoire curviligne ce qui est le cas du suivi de particule dans le noyau du soudage FSW.

La méthode d'intégration de Runge Kutta d'ordre 2 (RK2) aussi appelée méthode du point milieu prend en compte un point de vitesse intermédiaire pour limiter l'erreur de trajectoire.

$$X(t_{i+2}) = X(t_i) + 2h \times K_2 \quad 2\text{-}20$$
$$K_2 = V(X(t_i) + h \times K_1, t_{i+1}) \quad 2\text{-}21$$
$$K_1 = V(X(t_i), t_i) \quad 2\text{-}22$$

Avec K_1 la pente au début de l'intervalle et K_2 la pente au milieu de l'intervalle calculée à partir de K_1.

Enfin, la méthode Runge Kutta d'ordre 4 (RK4) prend en compte deux autres points de vitesse intermédiaire. K_3 équivaut à la vitesse au milieu de l'intervalle, mais calculé à partir de K_2 et K_4 correspond à la vitesse à la fin de l'intervalle calculée en utilisant K_3.

$$X(t_{i+2}) = X(t_i) + \frac{h}{3} \times (K_1 + 2K_2 + 2K_3 + K_4) \quad 2\text{-}23$$
$$K_1 = V(X(t_i), t_i) \quad 2\text{-}24$$
$$K_2 = V(X(t_i) + h \times K_1, t_{i+1}) \quad 2\text{-}25$$
$$K_3 = V(X(t_i) + h \times K_2, t_{i+1}) \quad 2\text{-}26$$
$$K_4 = V(X(t_i) + 2h \times K_3, t_{i+2}) \quad 2\text{-}27$$

Le résultat du suivi d'une particule du noyau obtenu par les trois méthodes d'intégration est présenté à la Figure 2-40 (avec projection de la trajectoire sur trois plans). Le point rouge représente le point de départ de la particule. La difficulté à décrire des trajectoires curvilignes dans les trois dimensions par la méthode d'Euler semble s'illustrer sur cette figure avec des écarts assez importants avec la méthode RK2. À l'inverse, les méthodes RK2 et RK4 donnent des résultats sensiblement identiques. La méthode RK2 sera donc retenue par la suite afin de limiter le temps de calcul tout en ayant un bon suivi de la trajectoire dans le noyau.

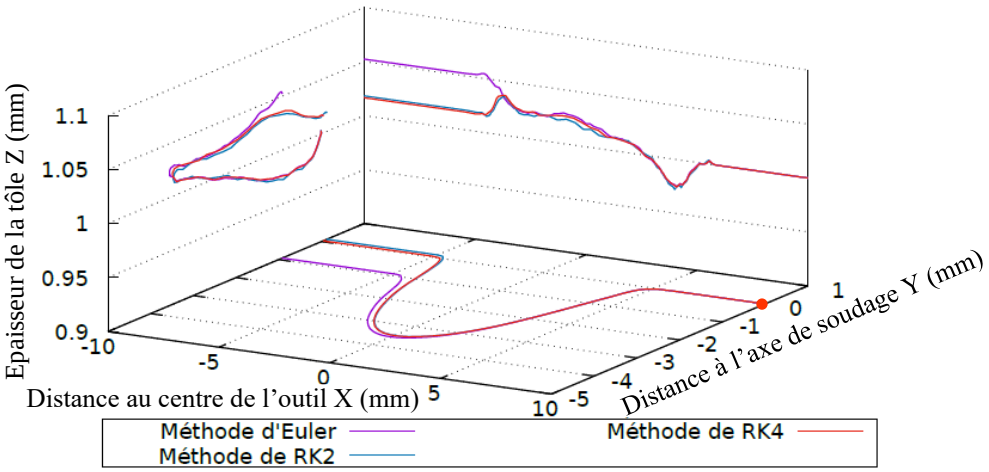


Figure 2-40 : Comparaison du suivi de particule entre les trois méthodes d'intégration

Pour terminer, il est important de noter que le suivi de particule s'effectue en partant d'une position après soudage pour remonter vers la position avant soudage. Ceci couplé à la condition de contact collant au niveau de l'interface tôle-outil peut entraîner pour des cas particuliers des trajectoires sans réel sens physique. En effet, une particule proche de la face supérieure à la fin du soudage risque d'être passée très proche de l'outil voire de toucher l'outil. Dans ce dernier

cas, la particule est alors piégée au niveau de l'outil (cf. Figure 2-41 a)). Ceci entraîne une erreur sur le début du cycle thermique pour des particules proches de la surface de l'outil puisque la partie chauffage n'est pas simulée. Ainsi, la température au début du cycle est constante et correspond à la température de l'outil (environ 400 °C). L'étape de refroidissement est quant à elle normalement simulée par le modèle (Figure 2-41 b)).

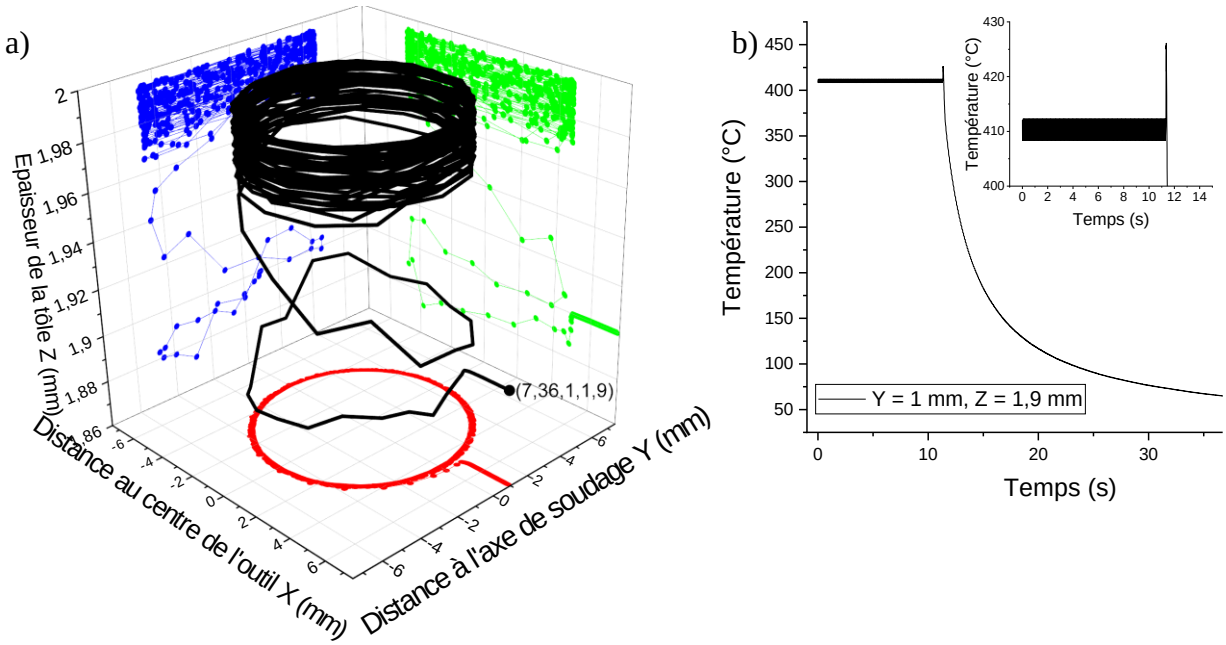


Figure 2-41 : Suivi d'une particule située à Y = 1 mm et Z = 1.9 mm à la fin du soudage : a) projection du chemin suivi par cette particule sur les différents axes, b) Évolution de la température simulée en fonction du temps

2.3.3. Étalonnage du modèle

2.3.3.1. Logiciel SiDoLo

Le logiciel SiDoLo créé par le Pr. P. PILVIN permet l'identification les paramètres d'un modèle par méthode inverse [Pilvin 2010]. Pour cela, le logiciel requiert des données expérimentales afin de pouvoir confronter les données simulées aux données expérimentales et ainsi minimiser une fonction coût.

$$\mathrm{L}(A) = \sum_{i=1}^{N} \mathrm{L}_N(A) \qquad 2\text{-}28$$

avec N le nombre d'essais et A le jeu de paramètres à recaler

$$L_N(A) = \sum_{j=1}^{n} \left(\left| Z_j^{expe} - Z_j^{simu} \right|^2 \right) \qquad 2\text{-}29$$

avec n le nombre de points de mesure sur chaque essai et Z les données expérimentales et simulées.

Le logiciel SiDoLo a donc été couplé avec le logiciel Sysweld afin de recaler les différents paramètres. Pour cela, les thermogrammes expérimentaux mesurés lors des essais de soudage et la largeur de la ZATM mesurée expérimentalement ont servi de données cibles. La Figure 2-42 représente la procédure d'identification des paramètres effectuée par SiDoLo. À chaque boucle, le logiciel SiDoLo va mettre à jour le fichier paramètres avant de démarrer le calcul sous Sysweld. Les résultats des thermogrammes simulés aux coordonnés d'intérêt sont extraits

et comparés aux données expérimentales. Les paramètres du modèle Sysweld sont ensuite optimisés jusqu'à atteindre un minimum de la fonction coût.

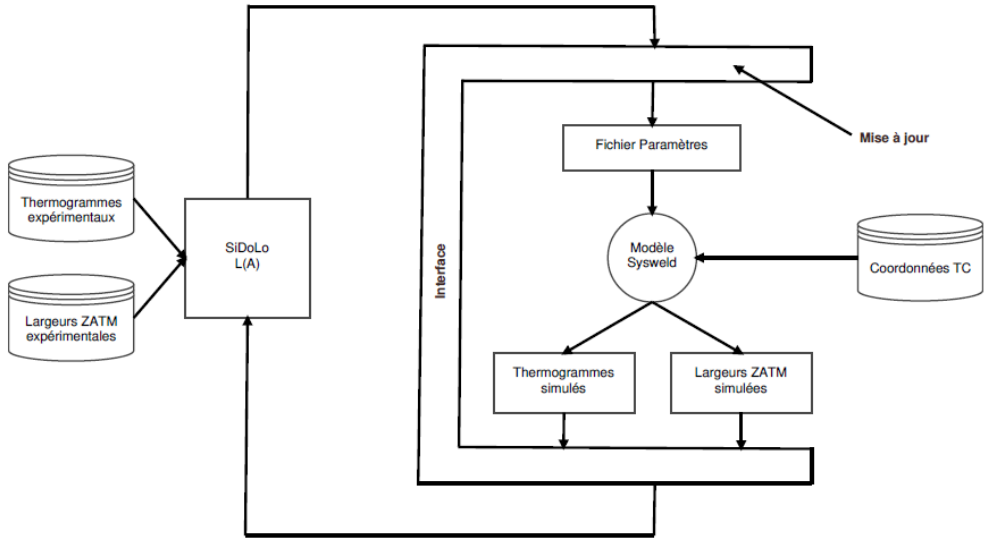


Figure 2-42 : Procédure d'identification des paramètres du modèle avec couplage Sidolo - Sysweld

2.3.3.2. Paramètres à identifier

Plusieurs paramètres évoluant avec la température seront à identifier par le logiciel SiDoLo. Deux paramètres responsables de l'apport de chaleur tels que la consistance K et le coefficient de Taylor Quinney seront à déterminer. De même, la résistance de contact et les pertes par convection et rayonnement sont à évaluer.

Terme source thermique

Le terme source décrit à l'équation 2-14 fait intervenir le coefficient de Taylor Quinney. Celui-ci est un rapport qui peut être compris entre 0 et 1 et qui peut dépendre de la température et de la déformation locale d'après [Robe 2017]. Comme la déformation locale est très importante dans le noyau soudé, il est possible de simplifier l'évolution du coefficient de Taylor Quinney en ne prenant en compte que la dépendance en température. La Figure 2-43 représente l'évolution de ce coefficient en fonction de la température proposée avant l'identification par le logiciel SiDoLo.

Lorsque la partie déviatorique des contraintes est développée, nous pouvons constater que le terme source dépend également de la consistance *K* et de la sensibilité *m*.

$$Q_{malaxage} = \alpha \times 2K(T)\left(\sqrt{3}D_{eq}\right)^{m(T)-1}\boldsymbol{D}:\boldsymbol{D} \qquad 2\text{-}30$$

Pour limiter le nombre de paramètres à identifier, la valeur de la sensibilité *m* a été fixée à 0,06. Concernant le paramètre de consistance *K*, celui-ci doit diminuer quand la température augmente afin de rendre compte du comportement pâteux du matériau. L'évolution de la consistance *K* en fonction de la température avant l'identification est présentée à la Figure 2-43. Une valeur seuil est utilisée lorsque la température atteint 500 °C.

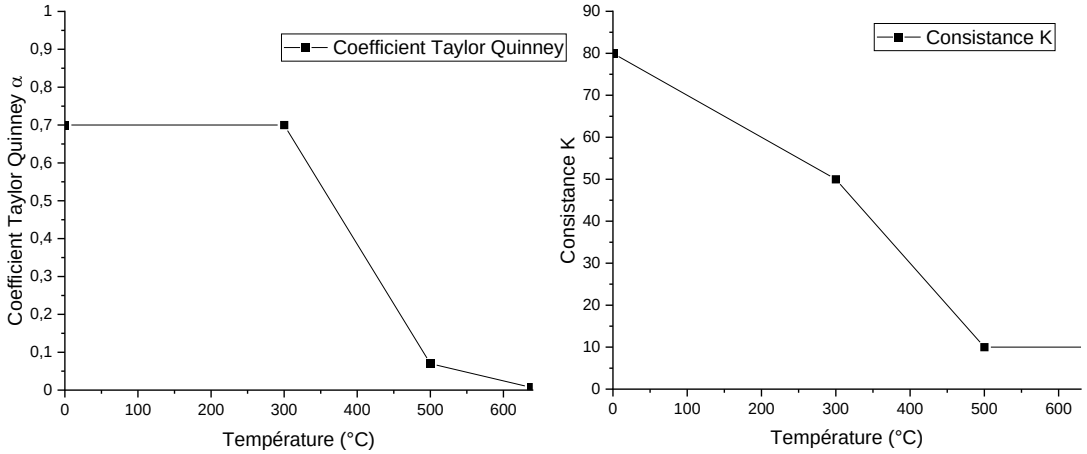


Figure 2-43 : Évolution du coefficient de Taylor Quinney en fonction de la température à gauche et évolution de la consistance en fonction de la température à droite

Pour donner suite aux premières tentatives d'identification, il est apparu que les fortes diminutions des valeurs des deux coefficients avec la température étaient responsables d'une forte sous-estimation de la température maximale simulée. De plus, l'expression du terme source fait apparaître la multiplication de deux constantes α et K qui sont deux paramètres linéairement dépendants et donc il a été décidé de fixer la valeur du coefficient de Taylor Quinney. Comme la déformation plastique est importante dans le noyau, une valeur de 0,9 a été choisie en accord avec les travaux de [Hodowany 2000]. La consistance K devient donc la seule variable dépendante de la température. L'évolution du produit Taylor Quinney α - consistance K est présentée par la suite pour mieux rendre compte de l'évolution du terme source (cf. Figure 2-44).

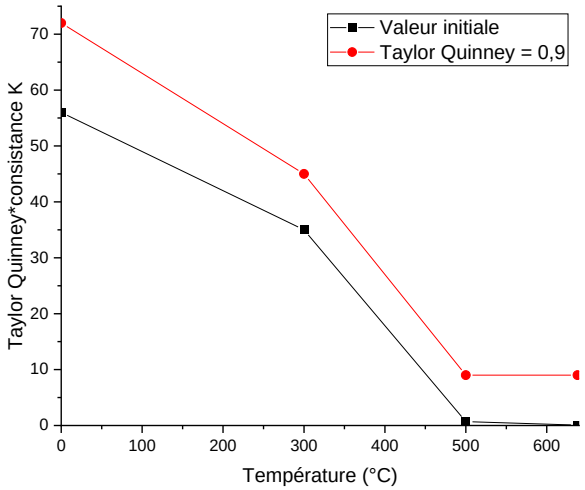


Figure 2-44 : Évolution du produit Taylor Quinney-consistance K en fonction de la température

Résistance de contact thermique

Le paramètre de résistance de contact thermique entre la tôle et le support envers, aussi appelé RCT ($1/h_{contact}$) dans l'équation 2-17, est dépendant de la pression appliquée sur la plaque, de l'état de surface de la plaque et du support et de la température. Afin de simplifier la modélisation, [Robe 2017] a choisi de prendre en compte uniquement la dépendance à la température. Cependant ce choix de modélisation engendrait des difficultés d'étalonnage concernant les domaines de chauffe et de refroidissement. Ainsi, il a été décidé de définir la résistance de contact thermique (RCT = $1/h_{contact}$) comme étant dépendante d'un rayon autour

du centre de l'outil (cf. Figure 2-45). Ceci semble plus naturel puisque la résistance de contact thermique va diminuer dû à la pression engendrée par l'outil. Ainsi, la résistance de contact thermique sera considérée comme très faible proche de l'outil et très importante au-delà de la valeur de rayon à identifier.

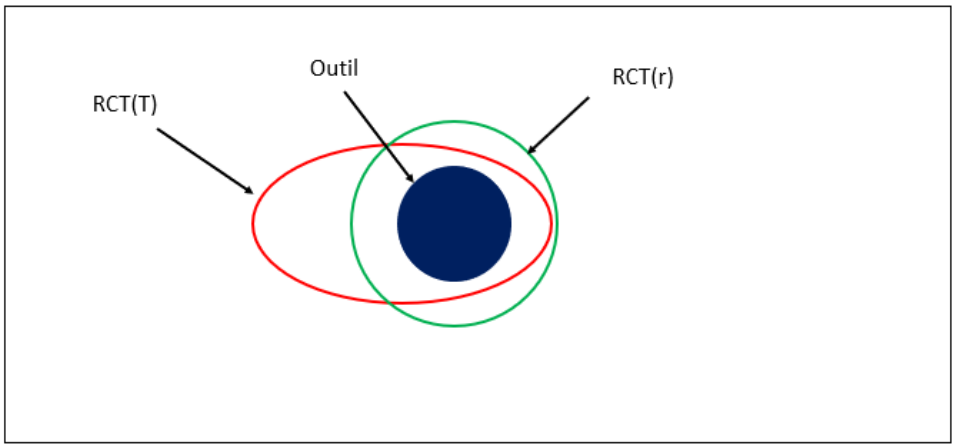


Figure 2-45 : Schéma de l'isovaleur de résistance de contact thermique (RCT) passant d'une définition en fonction de la température à une définition en fonction du rayon

Échange convectif et Émissivité

Pour terminer, les échanges thermiques par rayonnement et par conduction entre la plaque soudée et l'air sont régis par deux coefficients. Le coefficient d'échange convectif h et l'émissivité ε sont deux paramètres indépendants de la température et dont les valeurs sont à identifier. Les valeurs choisies avant identification sont présentées dans le Tableau 2-9.

Tableau 2-9 : Valeurs des coefficients d'échange avant l'identification par le logiciel SiDoLo

Coefficient d'échange convectif [$Wm^{-2}K^{-1}$]	50
Émissivité	0,9

2.3.4. Application au soudage de l'alliage 2024

2.3.4.1. Identification des paramètres

Les résultats obtenus par le logiciel Sidolo concernant l'étalonnage des différents paramètres sont présentés au Tableau 2-10. Le coefficient d'échange convectif a très peu évolué contrairement à l'émissivité qui est bien plus basse que la valeur de départ avant identification. Concernant la consistance, une température de changement de pente a été ajoutée pour essayer de mieux décrire son évolution. Nous pouvons alors observer que le produit consistance-Taylor Quinney (cf. Figure 2-46) est bien plus important que dans le cas décrit initialement. Cette augmentation se traduira par une température maximale plus élevée dans la simulation. Enfin, l'évolution de la résistance thermique en fonction de la distance à l'axe de l'outil est présentée à la Figure 2-46. Cette évolution franche se produit à 6,49 mm de l'axe de l'outil ce qui est supérieur au rayon de l'épaulement qui est de 5 mm. Cette valeur étalonnée est difficile à vérifier expérimentalement, mais semble cohérente au regard des efforts sur le pion et de la présence du rouleau avant l'outil.

Tableau 2-10 : Paramètres obtenus après l'identification en utilisant le logiciel Sidolo pour l'alliage 2024

Consistance K		Résistance de contact thermique ($mm^2K.W^{-1}$)		Coefficient de Taylor Quinney α	Coefficient d'échange convectif h [$Wm^{-2}K^{-1}$]	Émissivité ε
T (°C)	K	r (mm)	RCT			
0	89,9	0	1			
250	84,7	6,49	1	0,9	51	0,12
450	23,7	>6,5	1000			
550	10					

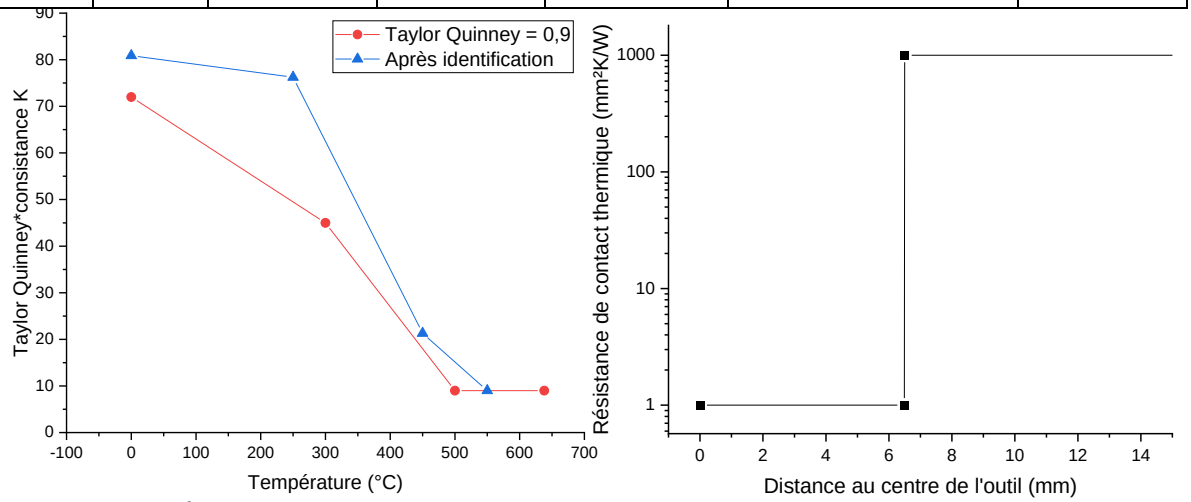


Figure 2-46 : a) Évolution du coefficient de Taylor Quinney multiplié par la consistance en fonction de la température et comparaison entre avant et après l'identification, b) Évolution de la résistance de contact thermique en fonction de la distance au centre de l'outil

Pour compléter cette étude, des essais ont été menés en machine Gleeble pour déterminer l'évolution de la sensibilité à la vitesse de déformation *m* en fonction de la température en lieu et place d'une valeur constante de 0,06. Ainsi, trois températures et deux vitesses de déformation ont été étudiées. Pour chaque essai, une chauffe à 70 °C/s jusqu'à la température de consigne a été réalisée. Puis, une première traction pour atteindre 2% de déformation avec une vitesse de déformation 10^{-2} s^{-1} est effectuée. L'éprouvette subit ensuite une première relaxation en maintenant la position du vérin avant d'effectuer une seconde traction à une vitesse de 10^{-3} s^{-1}. Pour terminer, une seconde relaxation est réalisée. Les résultats obtenus pour les trois températures étudiées sont présentés dans le Tableau 2-11 avec des valeurs qui sont supérieures à celle de 0,06 proposée initialement et qui augmentent avec la température. Toutefois, cette modification n'a pas abouti à une amélioration significative des résultats de simulation comparés aux données expérimentales.

Tableau 2-11 : Évolution de la sensibilité m en fonction de la température pour l'alliage 2024

Température (°C)	350	400	450
Sensibilité m	0,073	0,082	0,138

2.3.4.2. Simulation

La comparaison simulation / expérience est présentée en Figure 2-47 et Figure 2-48 pour les deux conditions de soudage. Les mesures expérimentales et les températures simulées s'avèrent très proches pour le côté RS avec des cinétiques de chauffe et de refroidissement ainsi qu'une température maximale très bien prise en compte pour la face supérieure ainsi que pour la face

inférieure de la tôle. Avec le même jeu de coefficient, le modèle prédit donc très bien la distribution de températures dans les zones non malaxées, et ce pour deux conditions de soudages différentes.

Pour le côté AS, la simulation est très proche de l'expérimental pour la partie chauffage et refroidissement, mais tend à surestimer la température maximale atteinte. Cet écart de température maximale entre la simulation et l'expérience est compris entre 3 et 15 % suivant la distance au joint soudé et risque d'impacter la prédiction de dureté réalisée avec les modèles métallurgiques.

Enfin, pour les thermocouples dans l'enclume (SUP), la température maximale semble surestimée pour les cas les plus proches de la surface. Pour les autres cas, la température maximale simulée est assez proche de celle mesurée, mais un décalage temporel peut-être observé. Ce décalage temporel n'aura aucune influence sur la prédiction de dureté puisque le modèle métallurgique ne concerne pas les phénomènes microstructuraux dans l'enclume.

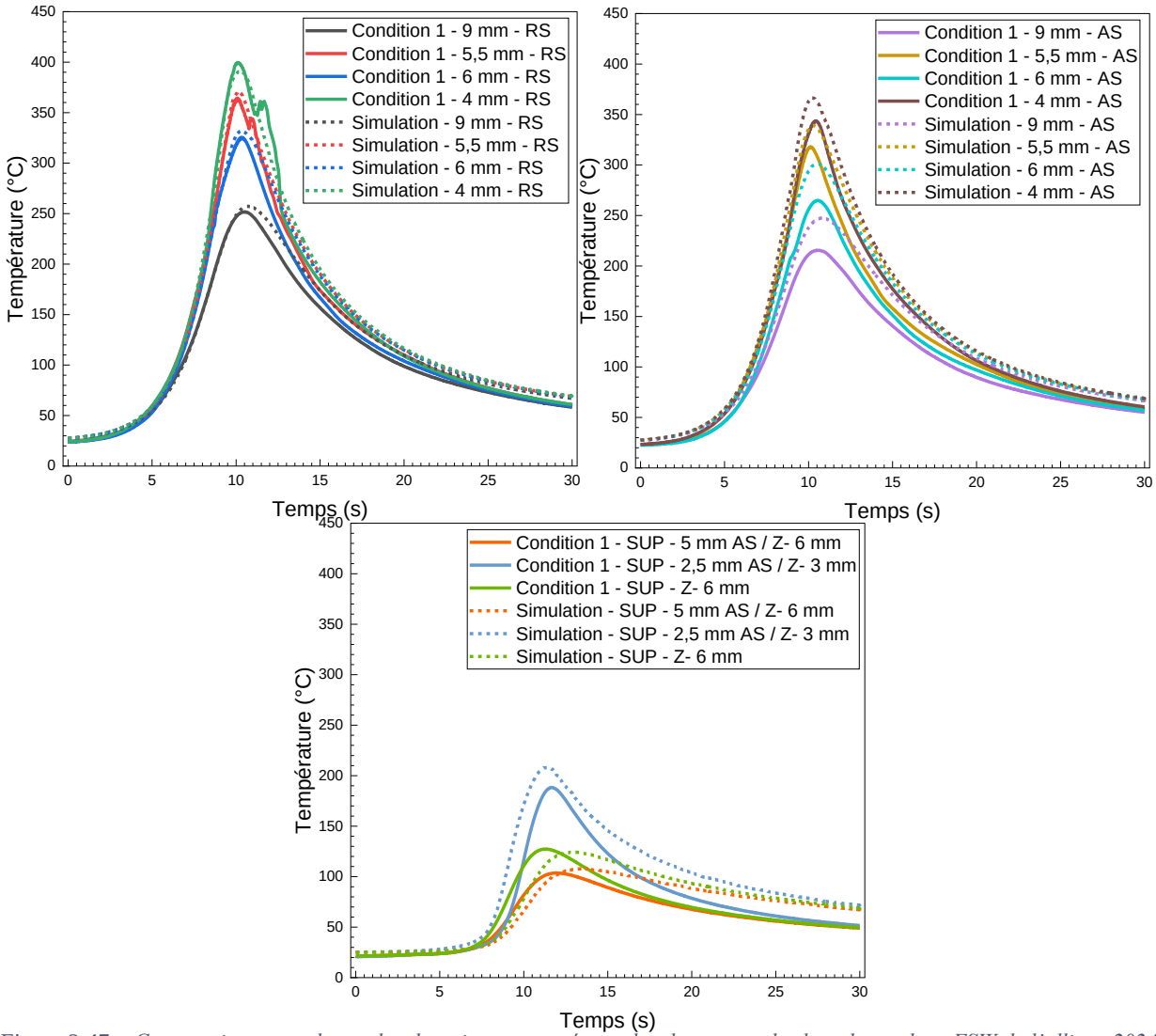


Figure 2-47 : Comparaison entre les cycles thermiques mesurés par les thermocouples lors du soudage FSW de l'alliage 2024 et les résultats de la simulation pour la condition de soudage numéro 1

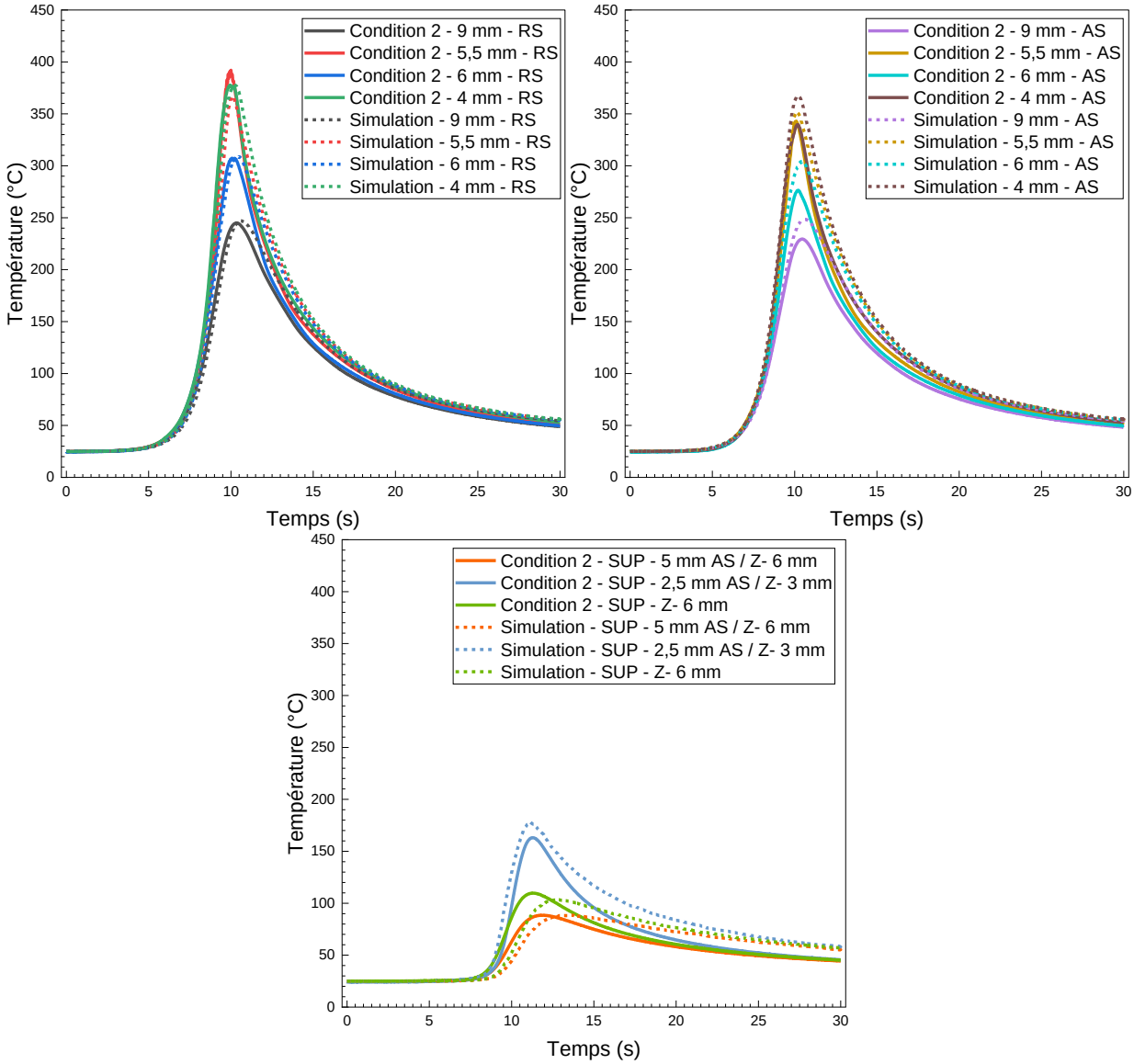


Figure 2-48 : Comparaison entre les cycles thermiques mesurés par les thermocouples lors du soudage FSW de l'alliage 2024 et les résultats de la simulation pour la condition de soudage numéro 2

Pour aller plus loin, les résultats de la simulation à mi-hauteur pour la condition de soudage numéro 1 ont été comparés aux mesures expérimentales réalisées en thermocouples de 50 µm (Figure 2-49). L'extrapolation de la simulation dans le noyau soudé à mi-hauteur en utilisant la méthode de suivi de particule décrit à la partie 2.3.2 est également présentée. Les thermogrammes simulés semblent très proches des thermogrammes expérimentaux dans la partie chauffage et refroidissement. La température maximale simulée est plus élevée que celle mesurée, mais le fort bruit de mesure pour les thermocouples de 50 µm entraîne très certainement une sous-estimation de la température réelle. Pour terminer, les thermogrammes simulés dans le noyau s'avèrent eux aussi très cohérents avec des températures maximales de plus en plus élevées lorsque l'on se rapproche du centre de la soudure et atteignant près de 450 °C à 0,6 mm du centre de la soudure.

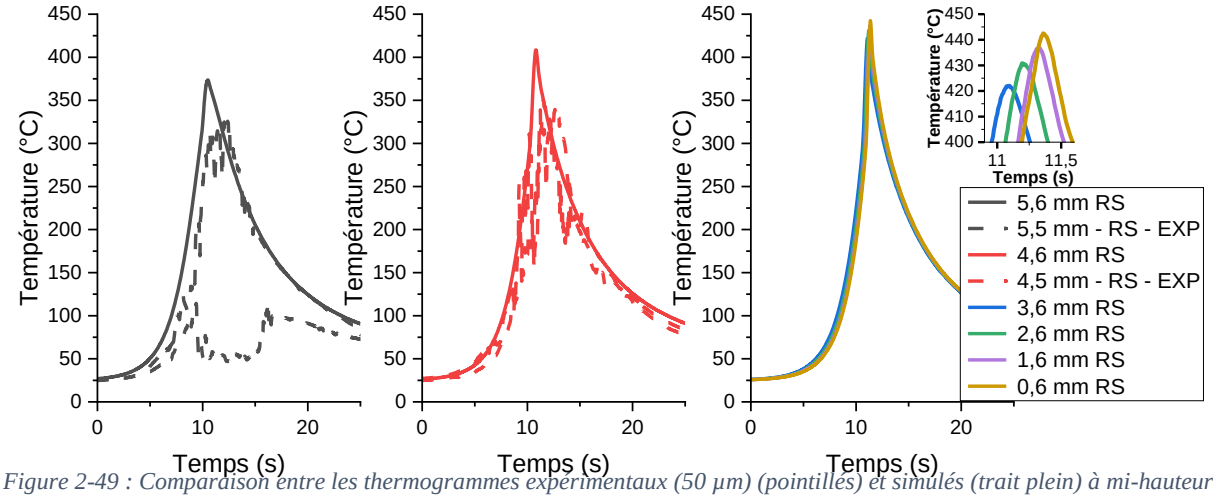


Figure 2-49 : Comparaison entre les thermogrammes expérimentaux (50 µm) (pointillés) et simulés (trait plein) à mi-hauteur pour la condition de soudage numéro 1, extrapolation dans le noyau soudé à droite

2.3.5. Application au soudage de l'alliage 2050

2.3.5.1. Identification des paramètres

Concernant, la simulation du soudage de l'alliage 2050, des essais préliminaires de mesures des évolutions de la masse volumique, de la diffusivité et de la capacité thermique massique en fonction de la température ont été effectués afin de déterminer l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la température (cf. Figure 2-50). Ces essais sont à compléter, car l'évolution de la conductivité thermique mesurée avec la température présente des irrégularités, mais semble plus en accord avec la valeur de 76,6 W/mK à 20 °C donnée par [Avettand-Fènoël 2016].

Le Tableau 2-12 présente les coefficients du modèle identifiés à l'aide du logiciel SiDoLo. En premier lieu, les coefficients de Taylor Quinney, d'échange convectif et d'émissivité ont été repris des résultats obtenus sur l'alliage 2024. Par manque de temps, il n'a malheureusement pas été possible de réaliser une identification complète sur les paramètres du modèle et ainsi permettre de simuler correctement les thermogrammes expérimentaux. Un travail est notamment à mener sur le rayon de la résistance de contact thermique puisque celle-ci est actuellement plus faible que la taille de l'outil contrairement au cas de l'alliage 2024.

Tableau 2-12 : Paramètres obtenus après l'identification en utilisant le logiciel Sidolo

Consistance K		Résistance de contact thermique ($mm^2K.W^{-1}$)		Coefficient de Taylor Quinney α	Coefficient d'échange convectif [$Wm^{-2}K^{-1}$]	Émissivité ε
T (°C)	K	r (mm)	RCT			
0	90,32	0	1			
250	85,56	10	1	0,9	51,07	0,12
450	20	>10,1	1000			
550	10					

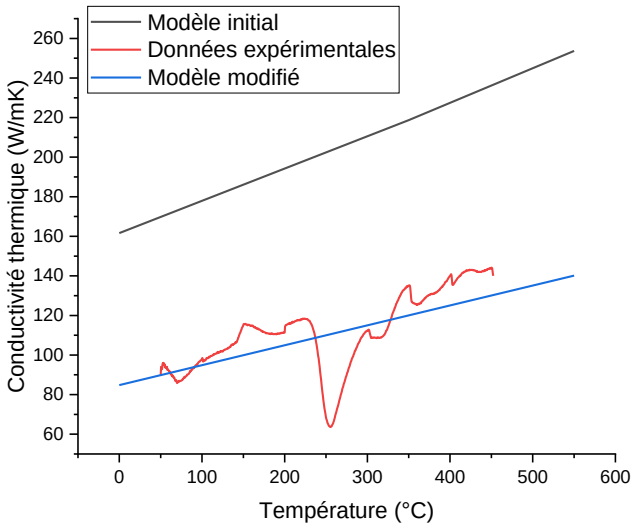


Figure 2-50 : Comparaison entre l'évolution de conductivité thermique imposée par le modèle initial, obtenue par les données expérimentales et imposée par le modèle modifié

2.3.5.2. Simulation

La comparaison entre les thermogrammes expérimentaux obtenus à la suite des essais de soudage et la simulation réalisée montre des différences relativement importantes. En effet, la simulation tend à surestimer la température maximale atteinte, quelle que soit la position par rapport au joint soudé. L'apport de chaleur simulé semble donc trop important par rapport aux conditions réelles. Concernant la cinétique de chauffe, la simulation s'avère très proche des données expérimentales pour les mesures en surface et à mi-hauteur, mais accuse un retard pour les points situés en face inférieure. De plus, pour une distance de 12 mm au joint soudé, les résultats de la simulation montrent un premier plateau de température avant une seconde augmentation pour atteindre la température maximale. Ce phénomène peut également être observé sur les thermogrammes expérimentaux à 12 mm (notamment RS Figure 2-51 d)) avec une amplitude plus faible. Ce plateau pourrait être dû à une interaction avec le pion proche de la zone étudiée. La simulation peut également surestimer la taille du noyau soudé et de la ZATM ce qui amplifierait ce phénomène.

Pour la partie refroidissement, les températures calculées semblent aussi globalement être surestimées ce qui semble vraisemblablement dû à la surestimation de la température maximale. Pour les thermogrammes dans l'enclume, la simulation s'avère cohérente en termes de température maximale avec une faible sous-estimation de la température. La cinétique de chauffe semble être bien prise en compte par le modèle, mais la partie refroidissement semble plus rapide vis-à-vis des données obtenues. L'ajustement du rayon de la résistance de contact thermique pourrait en partie résoudre ces problèmes en favorisant le pompage thermique lié à la présence de l'enclume sous les tôles soudées.

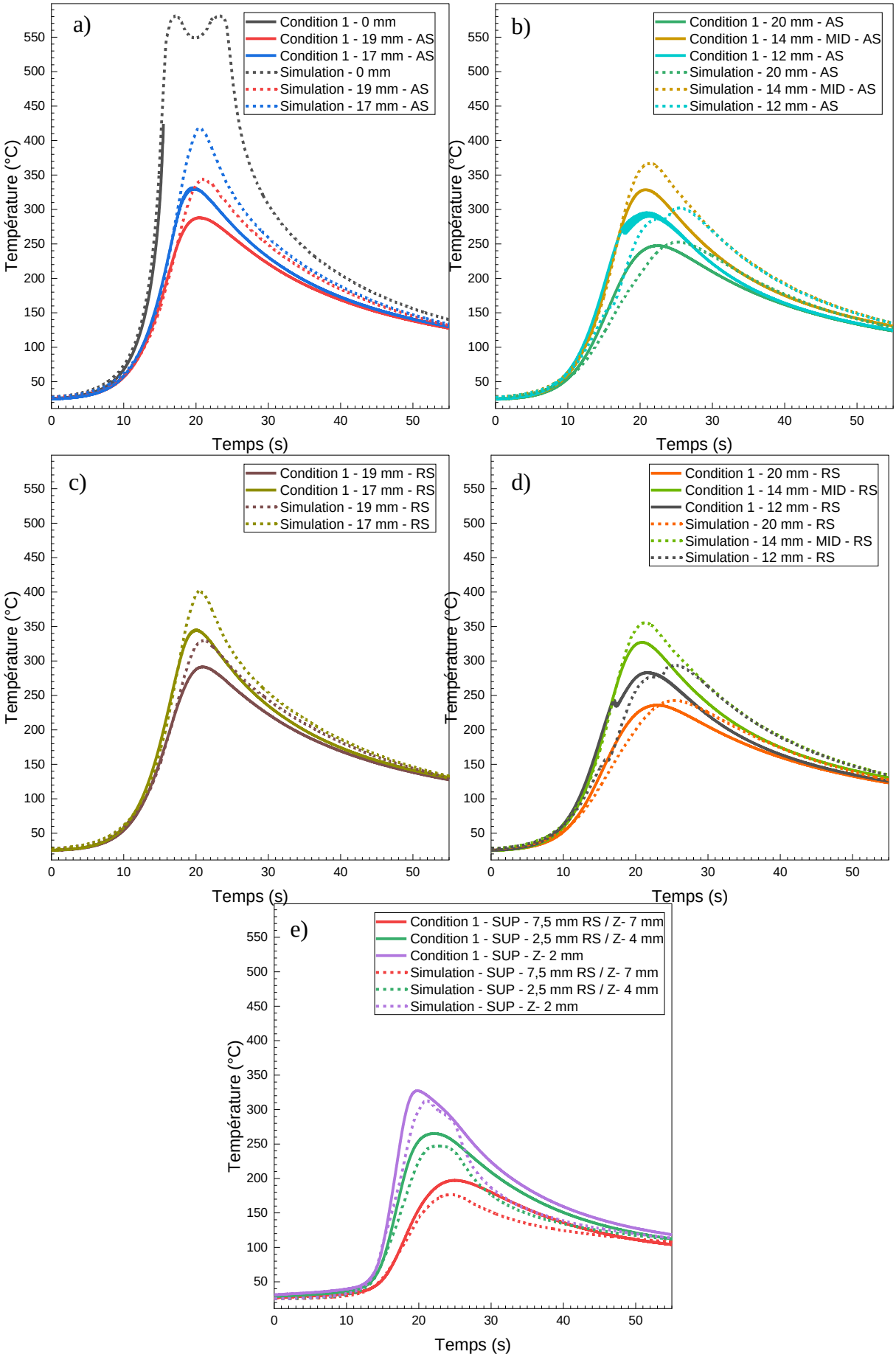


Figure 2-51 : Comparaison entre les thermogrammes expérimentaux et la simulation en différents points du joint soudé en alliage 2050 et dans l'enclume : a,c)Thermocouples en surface, b,d) thermocouples à mi-hauteur et en face inférieure, e) Thermocouples dans l'enclume

2.4. Synthèse

Dans ce chapitre, les techniques expérimentales utilisées lors de cette thèse ont été présentées. Celles-ci ont pour objectifs de caractériser l'évolution de l'état de précipitation à l'aide de techniques relativement faciles à mettre en place dans un cadre industriel. C'est pourquoi cette caractérisation a été effectuée principalement par mesure de dureté ou de résistivité électrique plutôt que par microscopie électronique en transmission ou par SAXS. De plus, la mesure de résistivité électrique en température permet de suivre de manière continue ces évolutions contrairement aux essais par DSC, MET ou bien SAXS. L'utilisation de la machine Gleeble a permis de reproduire les cycles thermiques vécus lors du soudage pour le cas de l'alliage 2024, mais aussi de réaliser différents traitements thermiques courts contrôlés permettant de mieux caractériser les évolutions de la dureté selon l'histoire thermique vécue par le matériau.

Dans un second temps, des essais de soudage instrumenté en thermocouples ont été réalisés sur les deux matériaux à l'étude. Un travail de réflexion en amont du soudage a été réalisé pour comprendre les chemins de diffusion de la chaleur dans les tôles afin de placer les thermocouples de manière optimale. De même, l'instrumentation menée a été réalisée au plus près de l'outil (0,5 mm de distance) afin de s'approcher le plus possible des températures maximales vécues dans la ZAT pour favoriser l'étalonnage du modèle thermomécanique de [Feulvarch 2011] et [Robe 2019]. La microstructure des joints soudés après attaque chimique au réactif de Keller a également été présentée dans cette partie. Celle-ci montre une forte asymétrie entre le côté AS ayant une transition très franche entre le noyau et la ZAT et le côté RS présentant une transition bien plus diffuse entre les deux zones. De même, les conditions de soudage influent fortement sur la taille de noyau soudé et la morphologie des grains dans le noyau.

Le modèle thermomécanique permettant de simuler le procédé de soudage FSW développé par [Feulvarch 2011] et [Robe 2019] a été utilisé afin d'obtenir les histoires thermiques vécues par la matière lors du soudage y compris dans les zones déformées. Pour cela, les travaux de Master de Rodrigue Urvoy ont ainsi permis de mettre en place un modèle de suivi de trajectoire d'une particule du noyau soudé permettant ainsi d'agrandir le domaine d'utilisation du modèle. La méthode de Runge-Kutta d'ordre 2 utilisée ici semble suffisante pour suivre précisément la trajectoire des particules. Il est tout de même à noter que certains points proches de l'outil de soudage notamment risquent d'être capturés par ce dernier entraînant une forte surestimation de la température au début du cycle thermique simulé.

L'étalonnage du modèle à l'aide des thermogrammes expérimentaux et du logiciel Sidolo a pu être réalisé pour l'alliage 2024. Les paramètres ainsi obtenus semblent très bien décrire les évolutions de température pour les conditions de soudage dans la partie RS. Dans le domaine AS, la température maximale simulée est globalement plus importante que les données mesurées. Deux hypothèses peuvent l'expliquer : soit la dépendance à la température du coefficient de sensibilité m (équation 2-30) est mal prise en compte, soit l'hypothèse de contact collant entre l'outil de soudage et la tôle soudée rend l'asymétrie difficile à simuler. Puisque des essais de traction à différentes vitesses de déformation et température ont permis d'évaluer plus précisément l'évolution de la sensibilité m en fonction de la température sans apporter de réel gain en termes de simulation des cycles thermiques, l'hypothèse de contact collant semble sans doute responsable de ces difficultés de simulation de l'asymétrie du procédé.

Pour terminer, la simulation a été appliquée au cas de l'alliage 2050. Par manque de temps, le modèle n'a pas pu être étalonné complètement à l'aide des thermogrammes expérimentaux et

du logiciel Sidolo. Cependant, quelques essais ont permis de mieux définir l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la température dans le matériau. La simulation ainsi réalisée semble très bien suivre la cinétique de chauffe, mais une forte surestimation de la température maximale peut-être observée. La cinétique de refroidissement simulée ne semble pas très éloignée des données expérimentales compte tenu de la forte surestimation de la température maximale. Ainsi, ce modèle après un étalonnage plus fin de la consistance *K* devrait être capable de mieux simuler la température maximale et donc le cycle thermique.

Les champs thermiques simulés pour les deux conditions de soudage de l'alliage 2024 seront utilisés par la suite par les modèles métallurgiques décrits au chapitre 3. Ceci permettra la simulation de cartographie de dureté post-soudage avant et après maturation. Les résultats de ces simulations seront également comparés aux résultats expérimentaux afin de discuter de la pertinence du modèle métallurgique. Pour discuter de la pertinence du modèle thermomécanique, le modèle métallurgique sera également appliqué en utilisant les thermocouples expérimentaux présentés précédemment.

Chapitre 3 : Modélisation de la dureté dans les joints soudés en alliage 2024-T3

3.1. Données expérimentales nécessaires à l'étalonnage des modèles 122
3.1.1. Données de Shercliff 122
3.1.2. Caractérisations complémentaires en résistivité électrique 123
3.2. Présentation et étalonnage des modèles avant maturation 128
3.2.1. Modèle de Myhr et Grong /Hersent 128
3.2.1.1. Présentation du modèle 128
3.2.1.2. Détermination des paramètres à l'aide des données de la littérature 129
3.2.1.3. Étalonnage avec les mesures de Shercliff 133
3.2.1.4. Étalonnage avec les essais complémentaires 136
3.2.2. Modèle de Yan 141
3.2.2.1. Présentation du modèle 141
3.2.2.2. Modèle hybride Yan / Myhr / Hersent 146
3.3. Simulation d'essais anisothermes et du soudage FSW avant maturation 149
3.3.1. Essais anisothermes 149
3.3.2. Soudage FSW 151
3.4. Présentation et étalonnage des modèles de maturation 156
3.4.1. Modèle de [Robson 2006] 156
3.4.2. Modèle phénoménologique 159
3.5. Simulation d'essais anisothermes et du soudage FSW après maturation 165
3.5.1. Essais anisothermes 165
3.5.2. Soudage FSW 166
3.5.2.1. Essais de soudage en conditions 1 et 2 166
3.5.2.2. Cas de la littérature 171
3.6. Synthèse 175

Le chapitre 1 a démontré la nécessité de simuler la réversion des zones GPB/co-clusters ainsi que la croissance puis la coalescence / dissolution de la phase S pour rendre compte des évolutions de dureté dans les joints soudés FSW en alliage 2024-T3. Pour étalonner les modèles il est nécessaire de disposer de données expérimentales permettant le calage de leurs paramètres. Nous présenterons donc tout d'abord dans ce chapitre les données d'essais de maintiens isothermes réalisés par [Shercliff 2005] qui ont été utilisées dans cette étude. Puis seront présentés des essais complémentaires en résistivité électrique qui ont permis de caractériser la cinétique de croissance de la phase S.

Seront alors exposés les différents modèles utilisés pour simuler la dureté dans les joints soudés en alliage 2024-T3 immédiatement après soudage FSW, c'est-à-dire sans prise en compte de la maturation. Ceux-ci ont pour objectif de faire le lien entre l'histoire thermique, l'état de précipitation et la dureté du matériau. Pour chacun des modèles, les équations utilisées et l'étalonnage des paramètres seront détaillés. Une fois l'étalonnage réalisé, les duretés calculées seront comparées aux duretés expérimentales provenant des traitements thermiques isothermes servant ici de référence, mais également aux duretés expérimentales mesurées après des cycles thermiques anisothermes représentatifs du soudage FSW.

Par la suite, la modélisation de la maturation sera étudiée et les résultats obtenus par les modèles étalonnés seront comparés aux duretés expérimentales provenant de traitements thermiques isothermes issus de la littérature. Ensuite, ces modèles seront appliqués à des cas de cycles thermiques anisothermes. Enfin la simulation de la maturation des joints soudés FSW sera effectuée et ses résultats comparés aux mesures expérimentales effectuées dans les différentes zones du joint.

3.1. Données expérimentales nécessaires à l'étalonnage des modèles

3.1.1. Données de Shercliff

Des données issues d'essais de maintiens isothermes réalisés par [Shercliff 2005] ont été largement utilisées dans cette étude. Cet auteur a en effet réalisé sur un alliage 2024-T3 une campagne d'essais de traitements thermiques isothermes en four à bain de sel interrompus par une trempe à différentes températures. Les essais ont été suivis de mesures de dureté rapidement après le traitement thermique afin d'éviter toute maturation (cf. Figure 3-1).

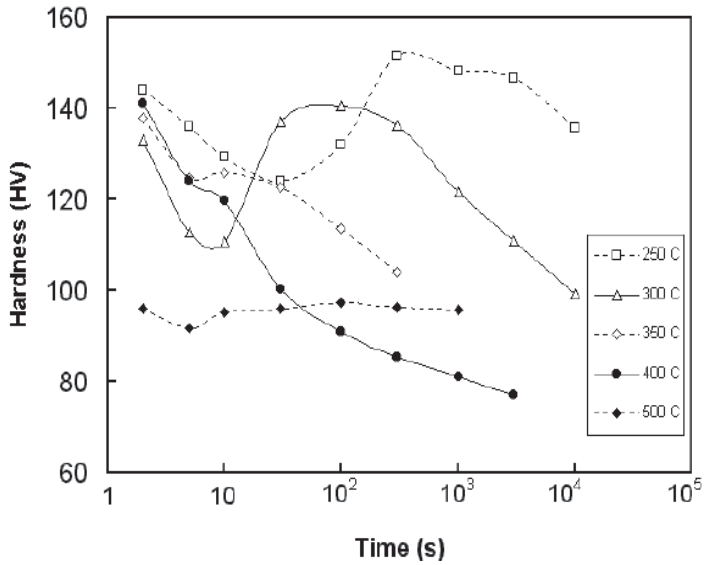


Figure 3-1 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien à différentes températures et après trempe rapide jusqu'à l'ambiante d'un alliage 2024-T3 [Shercliff 2005]

Nous pouvons alors constater le comportement décrit au chapitre 1. Pour les essais effectués en dessous de 350 °C, une chute de dureté est d'abord observée due à la réversion des zones GPB. Dans un second temps la précipitation de la phase S a lieu ce qui entraîne une augmentation de la dureté. Enfin, la coalescence / dissolution se produit ce qui mène à un adoucissement du matériau.

Ces courbes d'évolution de dureté à différentes températures permettent l'étalonnage des paramètres des différents modèles non déterminables directement. Pour des températures plus élevées, la réversion des zones GPB et la croissance de la phase S ont lieu simultanément ce qui rend l'étalonnage des modèles de transformation de phases difficiles. Cet étalonnage nécessite alors des caractérisations complémentaires qui ont été réalisées dans le cadre de cette étude.

3.1.2. Caractérisations complémentaires en résistivité électrique

Pour caractériser la cinétique de précipitation de la phase S en fonction de la température de traitement thermique, des essais de résistivité électrique ont été effectués. Toutefois, avant d'effectuer ces essais de maintien isotherme, il est nécessaire de valider l'utilisation de cette technique pour suivre les évolutions de précipitation en la comparant à un essai de DSC.

Pour cela la méthode décrite au chapitre 2.1 a été utilisée. L'évolution de la résistivité électrique avec la température est étudiée lors d'un essai de chauffage à 20 °C.min^{-1} et comparée au signal DSC d'un essai réalisé dans les mêmes conditions. La résistivité électrique de l'aluminium pur a été soustraite à la résistivité électrique de l'alliage 2024 afin de mettre en évidence la contribution des précipités La dérivée de ce signal par rapport à la température est tracée afin d'obtenir les variations de résistivité électrique et de pouvoir les comparer à la mesure par DSC (cf. Figure 3-2). Les deux essais ont été effectués avec une vitesse de chauffage de 20°C.min^{-1}. Il est possible d'observer sur cette figure trois zones où la résistivité électrique diminue nommées A, B et C. A plus basse température, l'évolution de la résistivité électrique est globalement quai-nulle avec tout de même quelques oscillations. La diminution de résistivité électrique en zone A est située exactement dans la même gamme de température que la réversion des zones GPB / co-clusters constatée en DSC. Cela suggèrerait que les zones GPB / co-clusters « gênent » le passage du courant (dû à un effet de taille), ceci ayant déjà été proposé par certains auteurs ([Wang 2005] et [Sato 2003]). Les deux creux B et C sont situés à la même température que le pic de précipitation de la phase S observé par DSC. La baisse de résistivité électrique lors de la précipitation est bien connue, car la matrice va s'appauvrir en élément d'addition, sa composition va se rapprocher de celle de l'aluminium et donc l'écart à la résistivité électrique de l'aluminium va diminuer. La présence de deux creux est plus surprenante, le premier provient de la précipitation de la phase S tandis que le second pourrait être dû à l'épaississement de ces précipités puisque [Briez 2019] a remarqué un changement de pente pendant les essais de résistivité correspondant au passage de la précipitation à l'épaississement de la phase S ce qui coïncide avec nos observations. Enfin, la zone d'augmentation de résistivité électrique D caractérise la dissolution de la phase S. Les évolutions mesurées en résistivité électrique et en DSC se révélant similaires, il s'avère possible de suivre l'évolution de la précipitation de la phase S lors d'un traitement thermique.

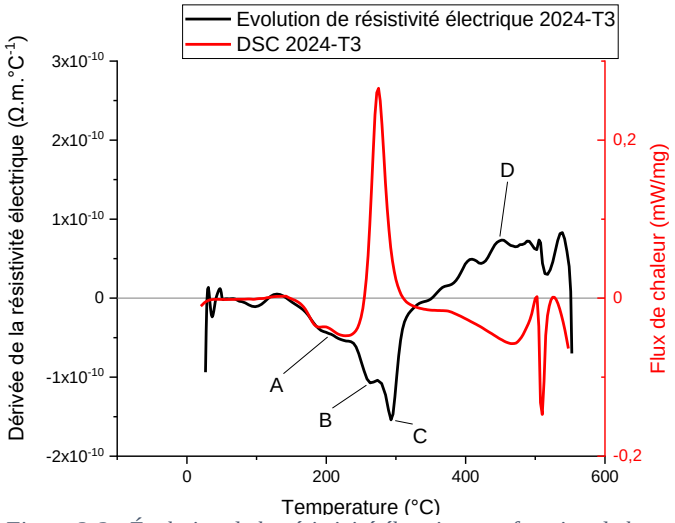


Figure 3-2 : Évolution de la résistivité électrique en fonction de la température et comparaison avec une courbe DSC de l'alliage 2024-T3 (chauffage à 20°C.min^{-1})

Dans un second temps, des essais de résistivité électrique pendant des traitements thermiques isothermes ont été effectués en machine Gleeble. Ces essais ont été effectués à des températures comprises entre 200 et 350 °C. La comparaison entre les essais réalisés en machine Gleeble et en résistivité quatre points dans un four sont présentés en annexe 2. L'utilisation d'une machine Gleeble permet d'augmenter fortement la vitesse de chauffe et ainsi d'atteindre la température de consigne après 2 secondes de chauffage. Ceci permet de mettre en évidence les instants de début de précipitation. Dans la suite du document, seule l'évolution relative de résistivité électrique liée à la précipitation de la phase S sera étudiée. En effet, l'évolution de résistivité électrique liée à la réversion des zones GPB est trop faible pour pouvoir être clairement identifiée en machine Gleeble. De plus, le début de cette évolution a souvent lieu lors de la phase de chauffage de l'échantillon ce qui empêche tout étalonnage du modèle.

Plutôt que de présenter les évolutions de résistivité électrique, l'évolution de la fraction relative liée à la formation de la phase S est ici étudiée. Celle-ci est déterminée via les changements de pente observés lors de l'essai. Avant la forte diminution de résistivité électrique, la quantité de phases S est considérée comme nulle (cf. Figure 3-3) tandis que la fraction relative de phase S est supposée maximale après cette zone (c.-à-d. dans la zone de faible diminution de la résistivité électrique). La fraction relative est alors calculée à l'aide de l'équation 3-1 ([Kherrouba 2017]) avec $\rho(t,T)$ la résistivité électrique à l'instant t, $\rho_i(T)$ la résistivité électrique au début de la précipitation de la phase S et $\rho_f(T)$ la résistivité électrique à la fin de la précipitation de la phase S et donc au début de la coalescence de cette dernière.

$$f = \frac{\rho(t,T) - \rho_i(T)}{\rho_f(T) - \rho_i(T)} \qquad 3\text{-}1$$

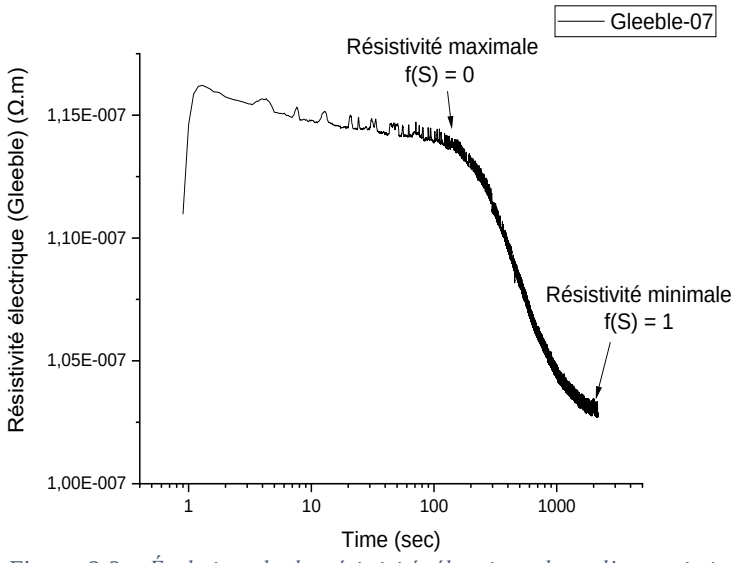


Figure 3-3 : Évolution de la résistivité électrique lors d'un maintien isotherme à 200 °C et correspondance en matière de fraction relative de

Les évolutions relatives obtenues en machine Gleeble ont été confrontées à deux cas de la littérature ([Briez 2019] et [Shercliff 2005]) et à des essais de traitements thermiques interrompus suivis d'une analyse en DSC. [Briez 2019] a effectué des essais de traitement thermique isothermes interrompus à différentes températures. Les éprouvettes ont ensuite été caractérisées par DSC pour déterminer la fraction relative de phase S présente dans le matériau après le traitement thermique isotherme. Seules les températures de traitement thermique de 200 et 250 °C sont comparables. Dans le cas de [Shercliff 2005], l'évolution de dureté avec la température issue des essais de traitements thermiques isothermes interrompus est traduite en fraction relative de phase S. Pour cela, le point de dureté maximale sur la courbe correspond à une fraction relative de phase S de 1 et la dureté minimale est définie comme correspondant à une fraction relative de phase S de 0 (cf. Figure 3-4). Cette dernière hypothèse est discutable notamment lorsque la température du traitement thermique est élevée puisque les phénomènes de réversion des zones GPB et de précipitation de la phase S peuvent avoir lieu en même temps, les deux phénomènes impactant le niveau de dureté mesuré. Toutefois, cette méthode devrait nous fournir des informations pertinentes concernant la fin de la transformation.

Enfin, des essais de traitement thermique interrompu ont été menés en machine Gleeble en appliquant la même méthodologie que pendant les essais de résistivité électrique. A la fin du maintien en température les échantillons sont refroidis brutalement par un jet d'hélium. Après le traitement thermique les échantillons sont découpés et caractérisés en DSC afin de pouvoir déterminer les fractions relatives de phase S en présence à l'aide de la méthode présentée au chapitre 2.

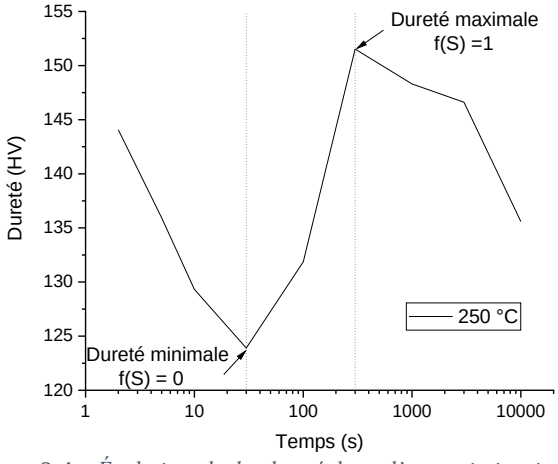


Figure 3-4 : Évolution de la dureté lors d'un maintien isotherme à 250 °C et correspondance en matière de fraction relative de phase S (données de [Shercliff 2005])

Les données de résistivité électrique obtenues en machine Gleeble ont été comparées aux mesures de [Shercliff 2005]. On peut alors constater (cf. Figure 3-5) qu'à 250 °C, les résultats de [Shercliff 2005] sont assez proches de ceux obtenus en machine Gleeble avec tout de même une fin de transformation un peu plus rapide pour les données de [Shercliff 2005]. Pour le cas à 300 °C, la comparaison est plus complexe. En effet, le début de la précipitation observée par [Shercliff 2005] est retardé, mais se termine plus tôt que pour les essais effectués en machine Gleeble. L'écart au début de la précipitation peut être dû à la définition de l'évolution de la fraction durcissante. En effet, dans cette zone, il est possible d'avoir concurrence des phénomènes de réversion des zones GPB et précipitation de la phase S. Enfin, pour le cas à 350 °C, seul le pic de dureté est reporté, celui-ci semble être atteint plus tôt pour les mesures de [Shercliff 2005] que pour notre essai. Cette constatation parait être valable quelle que soit la température de consigne avec une fin de précipitation détectée à des temps légèrement plus importants lors des essais en machine Gleeble.

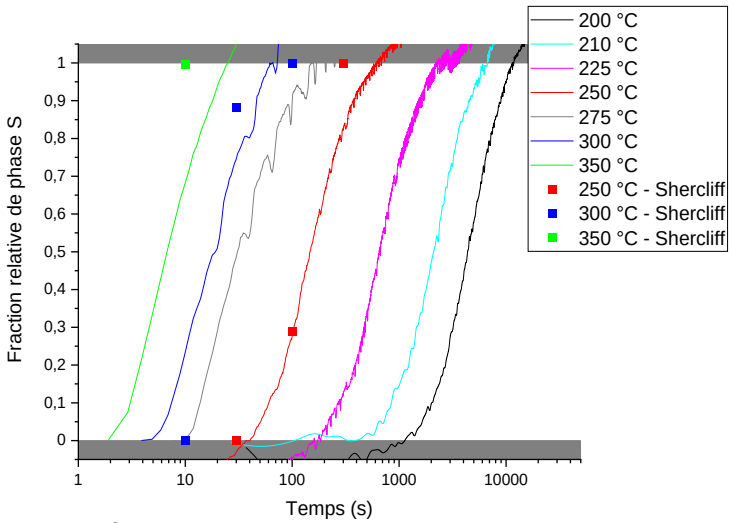


Figure 3-5 : Évolution de la fraction relative de phase S en fonction du temps d'après les mesures de résistivité électrique et comparaison avec les données de [Shercliff 2005] pour l'alliage 2024-T3

Ces évolutions ont ensuite été comparées aux mesures de [Briez 2019] et à nos essais de traitement thermique interrompu suivis d'une caractérisation en DSC (cf. Figure 3-6). Nos essais en DSC et ceux de [Briez 2019] donnent des résultats très proches pour les températures

de 175 et 200 °C. A 200 °C la cinétique de précipitation déterminée par résistivité électrique est raisonnablement proche de celle mesurée en DSC avec cependant une précipitation maximale atteinte plus tôt pour les essais en DSC à 200 °C que pour les essais de résistivité électrique. Les points à 300 °C issus des mesures en DSC sont également relativement proches de la courbe déterminée par résistivité sauf pour la mesure en DSC au bout de 100 secondes de maintien. Cela est vraisemblablement dû à une erreur expérimentale puisque la quantité de phase S déterminée au bout de 30 secondes de maintien est la même.

Il est à noter que pour les courbes à 300 et 350 °C issues des essais de résistivité électrique en machine Gleeble, la transformation est très rapide ce qui rend la détermination du temps de début de transformation difficile. Dans les deux cas, ce point a été pris comme étant au maximum de résistivité électrique, mais il est possible que la précipitation ait commencé avant d'avoir atteint la température de consigne et donc avant ce maximum, ce qui entraînerait une modification de la cinétique de précipitation mesurée.

Néanmoins au vu des comparaisons effectuées avec la littérature tant en termes de mesure de dureté que d'analyse d'essais DSC post-traitement, il semble que l'évolution relative de résistivité électrique mesurée en machine Gleeble permette de caractériser raisonnablement l'évolution de fraction relative de phase S. Ces essais vont donc être utilisés en complément des mesures de dureté de Shercliff pour étalonner plus précisément les modèles rendant compte de la cinétique de précipitation de la phase S.

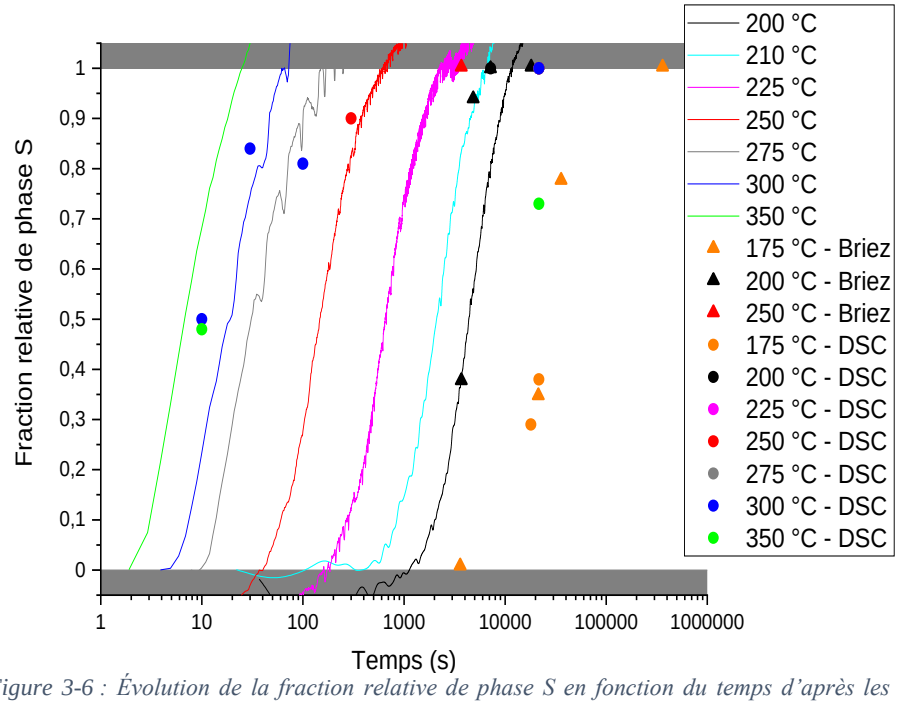


Figure 3-6 : Évolution de la fraction relative de phase S en fonction du temps d'après les mesures de résistivité électrique et comparaison avec les données de [Briez 2019] et les mesures faites après traitement thermique interrompu

3.2. Présentation et étalonnage des modèles avant maturation

3.2.1. Modèle de Myhr et Grong /Hersent

3.2.1.1. Présentation du modèle

Le premier modèle utilisé est dénommé « modèle de Myhr et Grong / Hersent » dans cette étude. La réversion des zones GPB / co-clusters[6] et la coalescence/dissolution de la phase S sont simulées par deux modèles semi-analytiques de type Myhr et Grong [Myhr 1991]. Un modèle de type Hersent est utilisé pour simuler la croissance de la phase S [Hersent 2010]. Le set d'équations est présenté en formulation isotherme dans le Tableau 3-1.

Pour rappel (cf. chapitre 1) ces types de modèles permettent de modéliser les évolutions de dureté via le calcul de fractions de précipités équivalentes. Pour cela un couple temps-température de référence correspondant soit à une réversion / coalescence-dissolution complète (modèle de Myhr et Grong), soit à une croissance menant au pic de dureté (modèle de Hersent) est tout d'abord déterminé. Ce couple permet ensuite de définir un temps équivalent permettant de calculer à toute température la durée nécessaire à ces transformations complètes. L'expression de ce temps équivalent pour les zones GPB (réversion) et pour la phase S (croissance et coalescence / dissolution) fait intervenir les énergies apparentes d'activation des phénomènes.

Les fractions de précipités équivalentes sont alors déterminées via des formulations simples liées à un modèle de type diffusion. Dans ces expressions, un rapport est calculé entre le temps de maintien à la température T et le temps équivalent. Ce rapport est ensuite porté à une puissance n qui change au cours de la transformation et dont l'évolution doit être déterminée au travers d'une courbe maîtresse. Enfin la contribution de chaque phase à la dureté de l'alliage est calculée via sa fraction de précipité équivalente et de duretés minimales et maximales comme proposées par [Myhr 1991].

Enfin, les deux contributions sont simplement sommées pour déterminer la dureté du matériau. Ce choix s'éloigne de celui, couramment utilisé, d'utiliser une forme quadratique pour tenir compte des contributions de différentes familles de précipités avant d'y ajouter les autres contributions dont principalement celle correspondant au durcissement par la solution solide. Mais il convient de noter que dans ce type de modèle la contribution de la solution solide est incluse implicitement via l'évolution des fractions de précipités équivalentes qui sont calées sur des mesures expérimentales de dureté. Dans ces conditions on ne peut exprimer simplement cette contribution de la solution solide faute par exemple de pouvoir différencier les phénomènes de coalescence et de dissolution. [Robson 2006] a en effet montré que ce type de modèle prend en compte à la fois ces deux phénomènes mais sans les différencier explicitement. En conséquence, une sommation quadratique des contributions ne nous est pas apparue comme pertinente.

La réversion des zones GPB /co-clusters est simulée en parallèle des évolutions de la phase S et n'est donc pas directement dépendante de cette dernière. Concernant la phase S, la simulation par le modèle de Hersent est d'abord effectuée jusqu'à atteindre le pic de dureté. Une fois celui-ci atteint, le modèle de Myhr et Grong prend le relais pour simuler la coalescence/dissolution de cette phase.

[6] Pour simplifier la lecture, le terme « zones GPB » désignera par la suite les « zones GPB / co-clusters »

Tableau 3-1 : Récapitulatif des équations utilisées par le modèle de Myhr et Grong / Hersent

Temps équivalent	Réversion des zones GPB	$t_{GPB} = t_r \times e^{\frac{Q_{GPB}}{R}\times\left(\frac{1}{T}-\frac{1}{T_r}\right)}$		
	Croissance de la phase S	$t_c = t_r \times \exp\left(\frac{A_0}{R}\times\left(\frac{{T_{eq}}^2}{T\left(T_{eq}-T\right)^2}-\frac{{T_{eq}}^2}{T_r\left(T_{eq}-T_r\right)^2}\right)+\frac{Q_c}{R}\times\left(\frac{1}{T}-\frac{1}{T_r}\right)\right)$		
	Coalescence / dissolution de la phase S	$t^* = t_r^* \times e^{\frac{Q_S}{R}\times\left(\frac{1}{T}-\frac{1}{T_r^*}\right)}$		
	Réversion des zones GPB		Croissance de la phase S	Coalescence / dissolution de la phase S
Fraction de précipité équivalente	$X_{GPB} = 1-\left(\frac{t}{t_{GPB}}\right)^{n_{GPB}}$		$X_c = \left(\frac{t}{t_c}\right)^{n_c}$	$X_p = 1-\left(\frac{t}{t^*}\right)^{n_p}$
Contribution à la dureté	$Hv_{GPB} = X_{GPB}\left(H_{v_{maxGPB}} - H_{v_{minGPB}}\right) + H_{v_{minGPB}}$		$H_{v\,S} = X_c\left(H_{v_{max}} - H_{v_{\min ss}}\right) + H_{v_{\min ss}}$	$H_{v\,S} = X_p\left(H_{v_{max}} - H_{v_{min}}\right) + H_{v_{min}}$
Dureté simulée	$H_v = Hv_{GPB} + H_{v\,S}$			

3.2.1.2. Détermination des paramètres à l'aide des données de la littérature

Dans les équations du modèle, les valeurs de certains paramètres peuvent être déterminées assez aisément à l'aide des données issues de la littérature. D'autres devront être étalonnées sur les données de Shercliff ou sur des essais complémentaires.

Duretés $H_{v_{min}}$ et $H_{v_{max}}$

En ce qui concerne la phase S, sa dureté évolue entre $H_{v_{\min ss}}$ et $H_{v_{max}}$. $H_{v_{\min ss}}$ correspond à la dureté du matériau après mise en solution et trempe. Cette valeur a été définie comme étant de 80 HV suite aux essais de [Genevois 2004]. $H_{v_{max}}$ est la dureté maximale obtenue lorsque la précipitation de la phase S est terminée, cette valeur étant à étalonner. La dureté minimale $H_{v_{min}}$ est obtenue à la suite d'une forte coalescence de la phase S et donc à des durées de traitement thermique très longues. Sa valeur est fixée à 73 HV pour être en accord avec les mesures au temps long de [Shercliff 2005].

Pour les zones GPB, $H_{v\,\max GPB}$ correspond à la dureté maximale pouvant être apportée par la formation de ces zones c'est-à-dire quand le matériau est à l'état T3. $H_{v\,\max GPB}$ prendra donc la valeur de 65 HV afin que la dureté du matériau de base à l'état T3 atteigne $H_{v\,\max GPB} + H_{v\,\min ss} = 145$ HV en bonne correspondance avec les mesures de [Genevois 2004]. Enfin, il reste à déterminer la dureté minimale provenant des zones GPB $H_{v\,\min GPB}$.

Temps équivalent

Pour les phénomènes de réversion et coalescence / dissolution, l'évolution du temps équivalent avec la température est définie par une loi d'Arrhenius. En ce qui concerne la croissance de la phase S, il a été décidé d'utiliser l'équation proposée par [Grong 1997] en lieu et place de l'équation $t_c = t_r \times \exp\left(\frac{Q_c}{RT}\right)$ définie par [Hersent 2010] afin de mieux simuler les résultats expérimentaux pour des températures de traitement thermique élevées (>350 °C) où la force motrice de transformation est faible.

$$t_c = t_r \times \exp\left(\frac{A_0}{8{,}314} \times \left(\frac{{T_{eq}}^2}{T\left(T_{eq}-T\right)^2} - \frac{{T_{eq}}^2}{T_r\left(T_{eq}-T_r\right)^2}\right) + \frac{Q_c}{8.314} \times \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_r}\right)\right) \quad 3\text{-}2$$

avec t_r et T_r le couple temps-température de référence pour avoir une précipitation maximale de phase S. T_{eq} correspond à la température de mise en solution, A_0 est une constante relative à la présence de sites de nucléation hétérogène dans le matériau et Q_c l'énergie d'activation du phénomène.

Pour commencer, la détermination du temps de référence pour atteindre le pic de dureté a été réalisée à l'aide des données de la littérature. La Figure 3-7[7] rassemble les données issues de la littérature relatives à l'évolution du temps de maintien isotherme pour atteindre le pic de dureté en fonction de la température de traitement thermique. Des résultats d'essais de résistivité électrique réalisés dans cette étude et décrits ultérieurement sont aussi reportés sur ces courbes.

La température de 300 °C (573 K) a été choisie pour T_r. Les constantes A_0 et Q_c ont été utilisés comme paramètres d'étalonnage de la courbe. La valeur de Q_c est proche des énergies de diffusion du Cu et Mg dans l'aluminium qui sont de 125-135 kJ.mol^{-1} [Smithells 1992] mais également des énergies d'activation pour la précipitation de la phase S décrits dans la littérature (134 kJ.mol^{-1} [Charai 2000], 129,9 kJ.mol^{-1} [Jena 1989], 133 kJ.mol^{-1} [Yan 2006], 129,2 kJ.mol^{-1} [Zhang 2016]). Les valeurs des constantes sont précisées dans le Tableau 3-2.

Tableau 3-2 : Constantes utilisées dans l'équation de [Grong 1997]

t_r (s)	T_r (K)	T_{eq} (K)	A_0 (J.mol^{-1})	Q_c (kJ.mol^{-1})
65,9	573	768	248	126,5

La simulation obtenue par l'équation de [Grong 1997] semble pouvoir bien décrire le comportement pour l'ensemble de la gamme de température 150-375 °C.

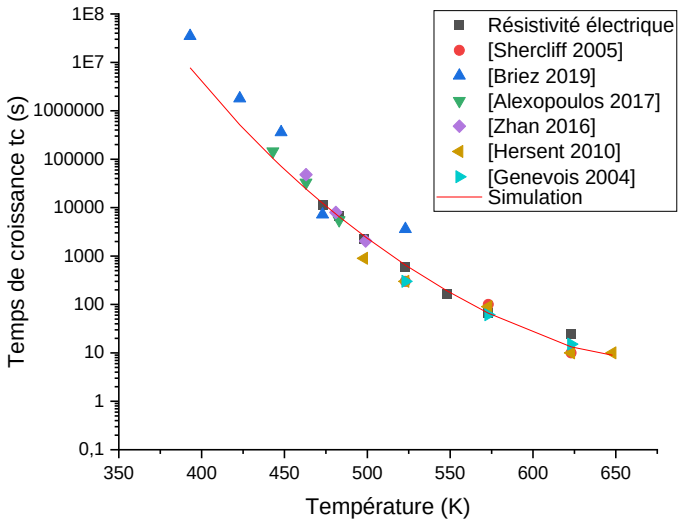


Figure 3-7 : Détermination de l'énergie d'activation apparente de croissance Qc du 2024-T3 (réalisé avec les données de [Shercliff 2005], [Briez 2019], [Alexopoulous 2017], [Zhan 2016], [Hersent 2010] et [Genevois 2004])

Par ailleurs, les mêmes données ont été utilisées pour définir les paramètres de l'équation 3-3 définissant le temps équivalent pour la réversion complète des zones GPB (cf. Figure 3-8). En effet, il est attendu qu'au pic de dureté la précipitation de la phase S soit maximale et donc que

[7] Il est à noter que l'alliage utilisé par [Genevois 2004] présente une teneur très faible en élément Fe et Si ce qui peut jouer un rôle sur la précipitation de la phase S

la teneur en élément d'addition de la solution solide soit très faible ce qui ne permet pas la présence de zones GPB dans le matériau. Avec un couple temps-température de référence identique à celui choisi pour la phase S, l'énergie d'activation Q_{GPB} pour la réversion des zones GPB est évaluée à 106 kJ.mol^{-1}. Cette valeur est plus faible que celle de 149,5 kJ.mol^{-1} déterminée par [Zhang 2016]. Cet écart peut être lié à l'hypothèse choisie de faire coïncider la fin de réversion des zones GPB avec le pic de dureté pour la phase S.

$$t_{GPB} = t_r \times e^{\frac{Q_{GPB}}{R}\times\left(\frac{1}{T}-\frac{1}{T_r}\right)} \quad 3\text{-}3$$

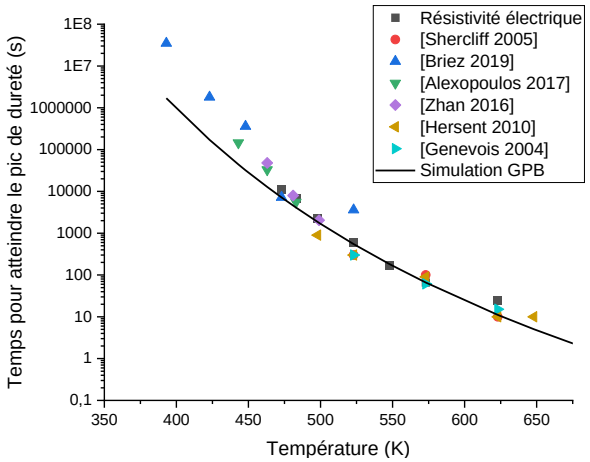


Figure 3-8 : Détermination de l'énergie d'activation apparente de réversion des zones GPB Q_{GPB} du 2024-T3 (réalisé avec les données de [Shercliff 2005], [Briez 2019], [Alexopoulous 2017], [Zhan 2016], [Hersent 2010] et [Genevois 2004])

Dans un second temps, les paramètres de l'équation 3-4 définissant la partie coalescence / dissolution de la phase S dans le modèle de Myhr et Grong a été étalonnée.

$$t^* = t_r^* \times e^{\frac{Q_S}{R}\times\left(\frac{1}{T}-\frac{1}{T_r^*}\right)} \quad 3\text{-}4$$

Il est tout d'abord nécessaire d'avoir un couple temps-température de référence pour la dissolution totale de la phase S. Celui-ci a été défini à l'aide des mesures de [Shercliff 2005] avec une température de référence T_r* de 400 °C et un temps de référence t_r* de 9995[8] secondes correspondant au temps nécessaire pour atteindre la dureté minimale $H_{v_{min}} = 73$ HV en ayant soustrait le temps nécessaire à la précipitation. La valeur de l'énergie d'activation Q_S est reprise des travaux présentés par [Shercliff 2005] avec une valeur de 155 kJ.mol^{-1}.

Exposant n_p

La forme de la courbe maîtresse de coalescence / dissolution de la phase S est contrôlée par l'évolution de l'exposant n_p. Celui-ci est décrit par [Myhr 1991] comme diminuant lors de l'avancement de la réaction. Afin de déterminer précisément son évolution, il est nécessaire de tracer $n_p = \log(1 - X_p)/\log(t/t^*) = f(\log(t/t^*))$(cf. Figure 3-9). Pour l'étalonnage de ce paramètre, les valeurs de la fraction de X_p sont déterminées à partir des données de [Shercliff 2005] (Figure 3-1) en calculant le rapport $X_p = \frac{H_v - H_{v_{min}}}{H_{v_{max}} - H_{v_{min}}}$. Une fonction d'ordre 2 semble alors décrire plutôt bien les données expérimentales pour la partie coalescence /dissolution de

[8] Temps pour atteindre le minimum de dureté (10 000 secondes) moins le temps pour atteindre le pic de dureté (environ 5 secondes à cette température)

la phase S (cf. équation 3-5). La courbe maîtresse simulée est présentée à la Figure 3-9 avec une bonne correspondance entre les données expérimentales et la simulation.

$$n_p = 0{,}026 \times log\left(\frac{t}{t^*}\right)^2 + 0{,}069 \times log\left(\frac{t}{t^*}\right) + 0{,}154 \qquad 3\text{-}5$$

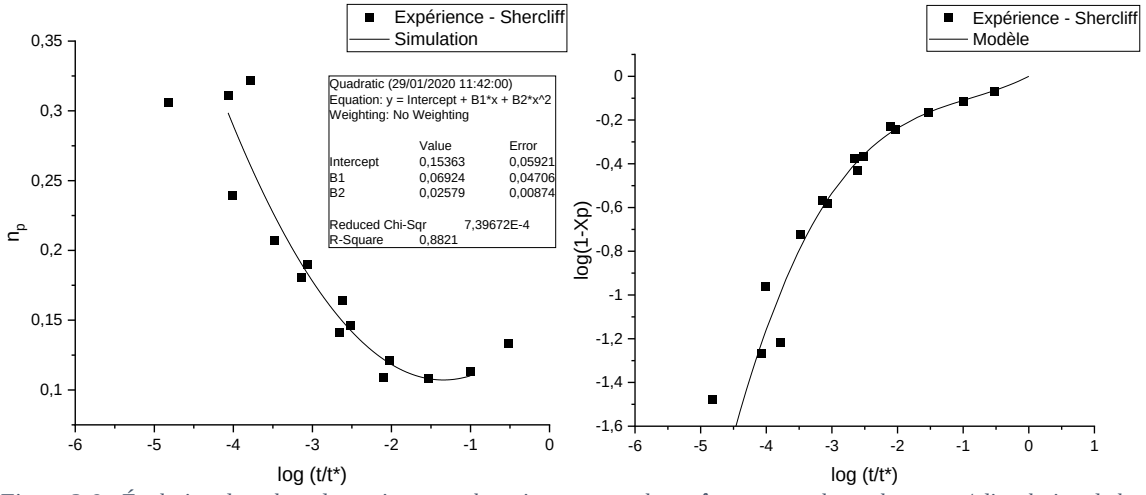


Figure 3-9 : Évolution de n_p lors des traitements thermiques et courbe maîtresse pour la coalescence / dissolution de la phase S. Données de [Shercliff 2005].

Le Tableau 3-3 rassemble les valeurs des paramètres du modèles de Myhr et Grong / Hersent directement identifiables à l'aide des données de la littérature.

Tableau 3-3 : Valeurs des paramètres du modèle de Myhr et Grong / Hersent identifiables directement à partir de la littérature.

t_r (s)	65,9	T_r (K)	573	Q_{GPB} (kJ.mol^{-1})	106	$H_{v_{maxGPB}}$ (HV)	65
A_0 (J.mol^{-1})	248	T_{eq} (K)	768	Q_c (kJ.mol^{-1})	126,5	$H_{v_{\min ss}}$ (HV)	80
t_r^* (s)	9995	T_r^* (K)	673	Q_S (kJ.mol^{-1})	155	$H_{v_{min}}$ (HV)	73
n_p	$0{,}026 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}069 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) + 0{,}154$						

L'identification des autres paramètres du modèle est moins immédiate ; aussi deux versions de ce modèle ont été mises en place. Les valeurs des paramètres précisées au Tableau 3-3 sont communes aux deux versions.

La première appelée *V1* n'utilise que les mesures de [Shercliff 2005] pour identifier les paramètres manquants. C'est la démarche utilisée en pratique par de nombreux auteurs ne désirant pas effectuer de caractérisations complémentaires. Il s'agit dans ce cas de vérifier si les données présentes dans la littérature sont suffisantes pour caler les paramètres du modèle et que ce dernier puisse bien prendre en compte les phénomènes complexes de précipitation ayant lieu dans ce matériau.

La seconde version dénommée *V2* prend également en compte les résultats des essais complémentaires réalisés en machine Gleeble : à savoir des essais de maintien très courts suivis de mesures de dureté pour compléter le jeu de données de [Shercliff 2005] et les essais de suivi de résistivité électrique pendant le maintien isotherme (essais décrits précédemment). Il s'agit de disposer d'informations permettant de caler plus précisément les équations du modèle simulant la réversion des zones GPB et la cinétique de croissance de la phase S.

3.2.1.3. Étalonnage avec les mesures de Shercliff

Dans un premier temps, le modèle *V1* sera donc étalonné uniquement sur les données de la littérature de [Shercliff 2005]. Avant d'étalonner les paramètres des cinétiques d'évolutions de la croissance de la phase S et de la réversion des zones GPB, il est nécessaire de définir les niveaux de dureté $H_{v_{minGPB}}$ et $H_{v_{max}}$. L'absence de données complémentaires en DSC ou SAXS ne nous permettant pas de connaître la fraction de phase équivalente en présence au niveau du pic de dureté, il a été défini que celle-ci serait de 100% de phase S et 0% de zones GPB au niveau du pic de dureté. Ainsi la dureté minimale $H_{v_{minGPB}}$ des zones GPB est de 0 et la dureté maximale $H_{v_{max}}$ dépend de la température du traitement thermique [Hersent 2010]. L'évolution de la dureté maximale en fonction de la température de traitement thermique obtenue à partir des mesures de [Shercliff 2005] est présentée à la Figure 3-10 avec une interpolation linéaire.

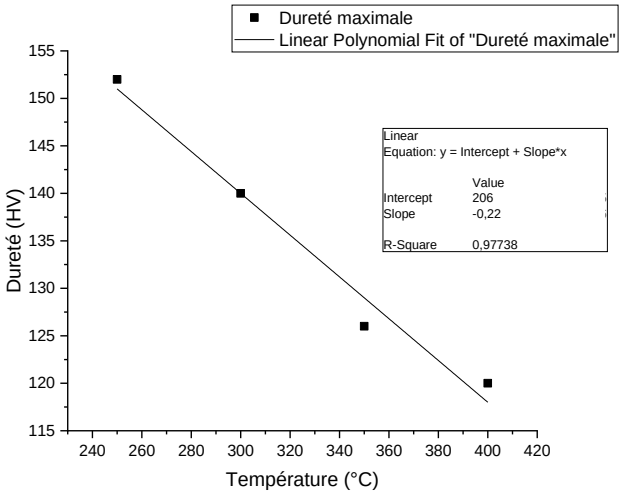


Figure 3-10 : Dureté maximale en fonction de la température du traitement thermique (étalonné sur les données de [Shercliff 2005])

Les phénomènes de réversion des zones GPB et de précipitation de la phase S se déroulant au même moment, il est difficile d'établir précisément l'évolution de courbes maîtresses correspondantes. L'évolution de n_c avec l'avancement de la précipitation de la phase S a été étalonnée en utilisant les données dans les domaines d'augmentation de la dureté afin de limiter l'influence de la réversion des zones GPB sur la dureté globale. Dans ce cas on considère que la croissance de la phase S a un effet prépondérant sur le niveau de dureté par rapport à la réversion des zones GPB. Toutefois, ceci réduit fortement la quantité de données expérimentales qui présentent de plus une forte dispersion expérimentale (cf. Figure 3-11). L'étalonnage de l'évolution de n_c est donc imprécis ce qui est également visible sur la comparaison entre la courbe maîtresse simulée et les données expérimentales.

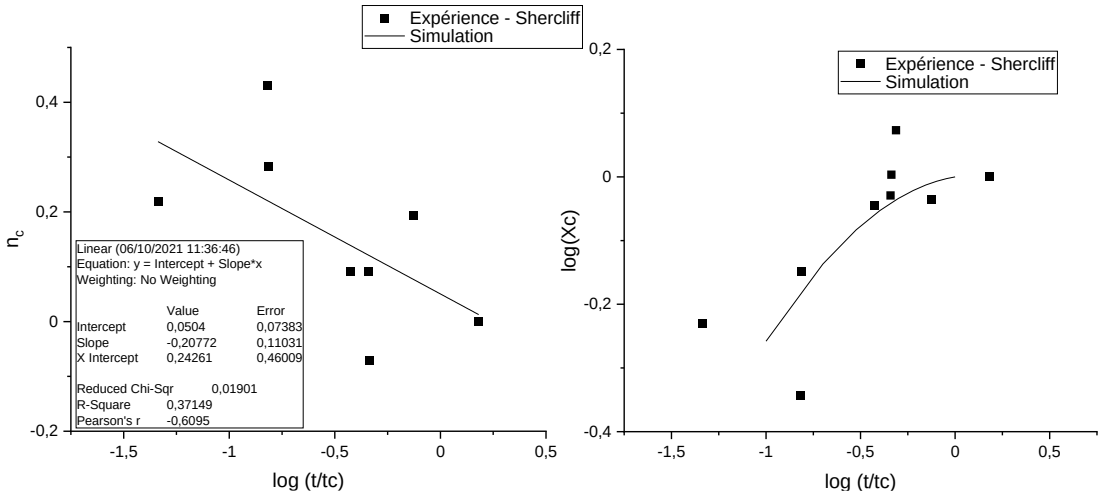


Figure 3-11 : Évolution de n_c lors des traitements thermiques et courbe maîtresse pour la précipitation de la phase S (données de [Shercliff 2005])

Une forme linéaire est alors retenue pour l'évolution de n_c :

$$n_c = -0{,}208 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) + 0{,}050 \qquad 3\text{-}6$$

Afin de déterminer la contribution des zones GPB sur la dureté, la dureté de la phase S simulée est soustraite aux mesures de [Shercliff 2005]. Puis, comme pour la croissance de la phase S, l'évolution de n_{GPB} est à définir. La dispersion expérimentale est une nouvelle fois assez importante ce qui rendra la simulation imprécise sur certains points. Ceci est particulièrement visible sur la comparaison entre la courbe maîtresse simulée et les données expérimentales (cf. Figure 3-12).

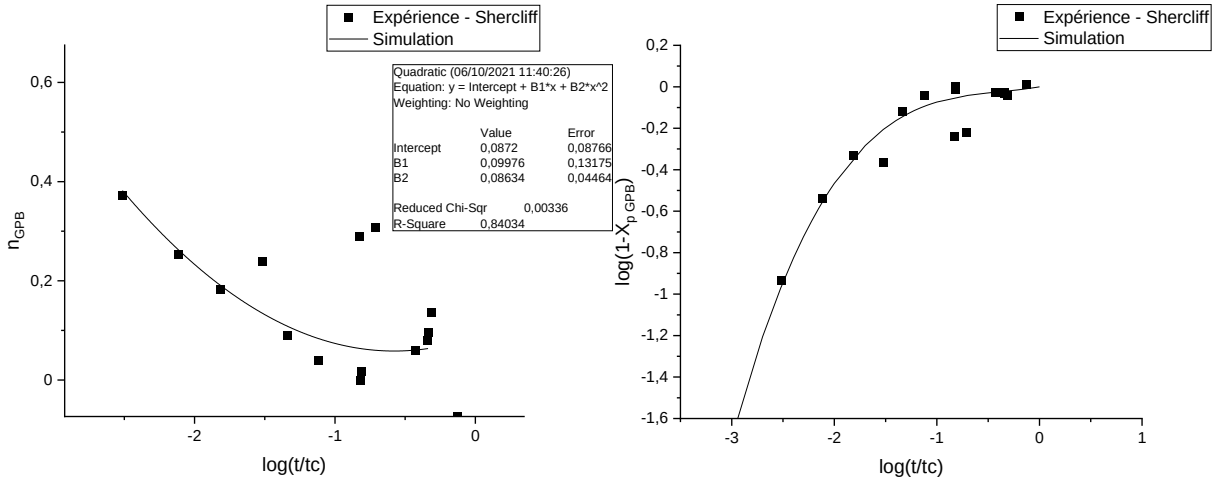


Figure 3-12 : Évolution de n_{GPB} lors des traitements thermiques et courbe maîtresse pour la dissolution des zones GPB (données de [Shercliff 2005])

Un polynôme du second degré est retenu pour l'évolution de n_{GPB} :

$$n_{GPB} = 0{,}086 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}1 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) + 0{,}087 \qquad 3\text{-}7$$

Le Tableau 3-4 rassemble les valeurs des paramètres du modèle de Myhr et Grong / Hersent *V1* étalonnés uniquement à partir des mesures de [Shercliff 2005].

Tableau 3-4 : Récapitulatif des paramètres utilisés pour le modèle étalonné avec les données de [Shercliff 2005]

$H_{v_{minGPB}}$ (HV)	0	$H_{v_{max}}$ (HV)	$206 - 0{,}22 \times T$
n_c	$-0{,}208 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) + 0{,}050$	n_{GPB}	$0{,}086 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}1 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) + 0{,}087$

La simulation des traitements thermiques isothermes est comparée aux données de [Shercliff 2005] à la Figure 3-14. La simulation correspond plutôt bien aux données de la littérature avec notamment une très bonne simulation de la partie coalescence / dissolution de la phase S. Pour des temps plus courts, la simulation s'avère très proche de la courbe à 250 °C en prenant bien en compte les différentes évolutions. Pour la courbe à 300 °C, le creux de dureté est décalé à des temps plus courts et son amplitude est plus faible que celles des données expérimentales. Ceci provient notamment de la difficulté de séparer les phénomènes de précipitation de la phase S et de réversion des zones GPB. La Figure 3-13 présente les évolutions simulées des fractions équivalentes et des composantes de la dureté pour l'essai à 300 °C à titre d'illustration.

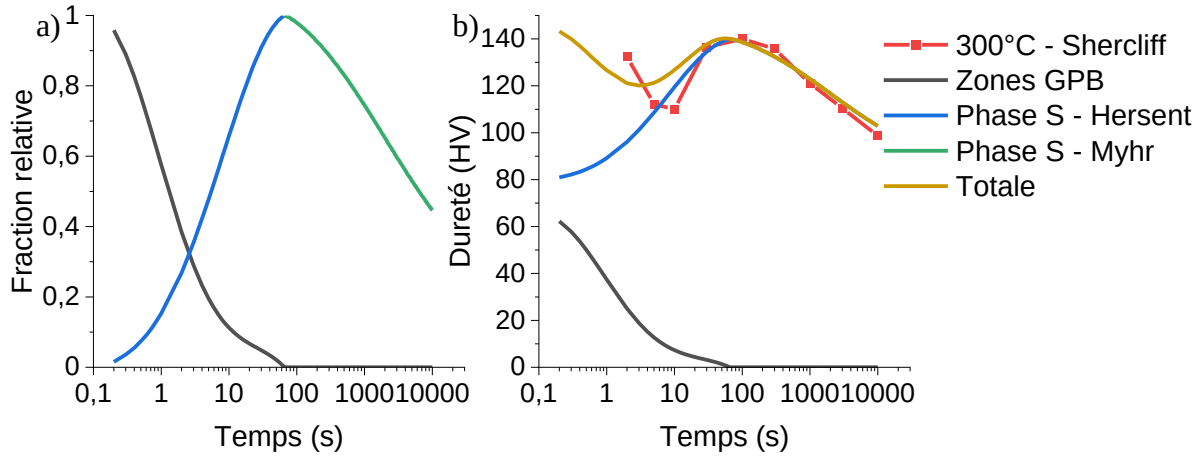


Figure 3-13 : a) Evolution des fractions relatives de zones GPB et de phase S simulée, b) contribution respective de ces deux phases à la dureté (Phase S – Hersent correspond à la simulation de la partie croissance de cette phase, Phase S – Myhr correspond à la simulation de la partie coalescence / dissolution de cette phase)

Enfin, pour les températures les plus élevées, un creux de dureté est simulé par le modèle alors que [Shercliff 2005] ne l'a pas observé expérimentalement. Toutefois, la pertinence des mesures après 2 secondes de traitement thermique effectuée par [Shercliff 2005] peut être discutée notamment pour les essais à 350 et 400 °C qui conduisent à une dureté plus élevée que l'essai à 300 °C. En effet, il est clair que lors d'un traitement de 2 s dans un four à bain de sel, la durée réelle de maintien isotherme à la température d'essai reste difficile à déterminer.

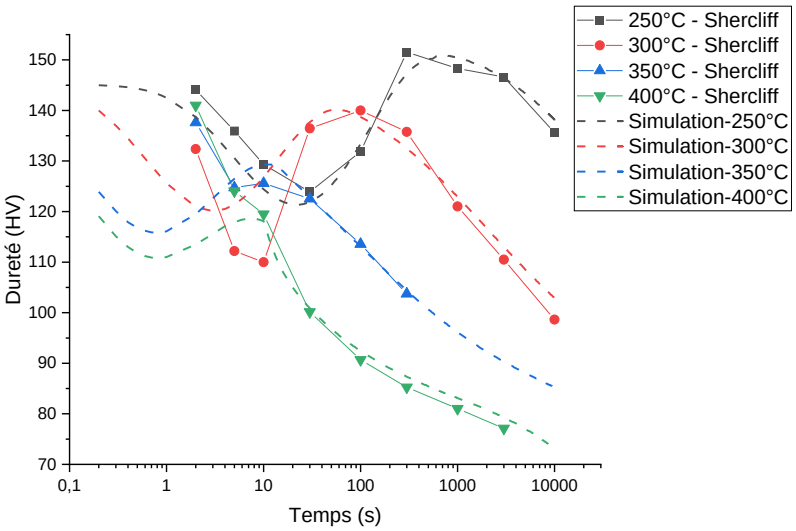


Figure 3-14 : Évolutions de la dureté avec la durée de traitement thermique : comparaison entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et la simulation

3.2.1.4. Étalonnage avec les essais complémentaires

Présentation des essais complémentaires

Pour répondre aux deux problématiques évoquées précédemment que sont la superposition des phénomènes de précipitation de la phase S et de réversion des zones GPB et la pertinence des mesures à deux secondes de traitement thermique, des essais complémentaires en machine Gleeble ont été réalisés.

Les premiers essais sont les essais de suivi de la résistivité électrique lors de maintiens isothermes. Ils ont déjà été présentés dans la partie 3.1.2.

Par ailleurs, des essais de traitement thermique en machine Gleeble suivi de mesures de dureté rapidement après l'essai ont été effectuées. Les essais consistent en un chauffage à 200°C.s^{-1} jusqu'à la température de consigne suivi d'une trempe immédiate à l'eau ou d'un maintien court puis d'une trempe à l'eau. Deux gammes de temps de maintien isotherme ont été étudiées : l'une considère des temps de maintien très courts, l'autre des temps de maintien proches des données de [Shercliff 2005]. Ceci permet de vérifier que notre matériau est suffisamment proche de celui étudié par l'auteur et que les différences de comportement ne sont pas dues à une différence de composition chimique. Le chauffage n'étant pas instantané, les cycles thermiques mesurés par les thermocouples sont ensuite utilisés pour déterminer les temps de maintien équivalents en utilisant l'équation 3-2.

Les résultats obtenus sont reportés à la Figure 3-15, nous observons alors un écart très faible avec les mesures de [Shercliff 2005] pour des temps de traitement thermique supérieurs à 10 secondes, mais très importants pour les temps très courts. En effet, les mesures réalisées ici montrent que la réversion des zones GPB commence bien plus tôt avec une dureté d'environ 110 HV dès 0,2 seconde de maintien équivalent, et ce jusqu'à près de 10 secondes de traitement thermique pour une température de 300 °C. Ce comportement est également observable pour les autres températures ce qui remet en question des données obtenues par [Shercliff 2005] pour deux secondes de traitement thermique. Il est à noter que la simulation réalisée précédemment serait ainsi plus proche des données expérimentales au niveau du creux de dureté. Toutefois, cette simulation surestime encore la dureté au niveau du creux (120 HV contre 110 HV pour la courbe à 300 °C) et la réversion des zones GPB simulée reste trop lente par rapport aux données expérimentales.

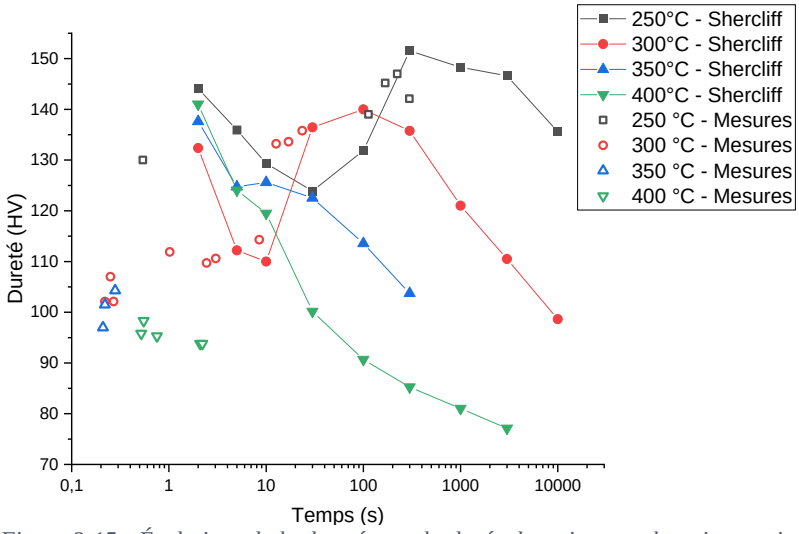


Figure 3-15 : Évolutions de la dureté avec la durée de traitement thermique : ajout des mesures complémentaires aux données expérimentales de [Shercliff 2005]

Présentation de l'étalonnage du modèle *V2*

Les essais complémentaires décrits précédemment ont permis de réaliser un nouvel étalonnage du modèle de Myhr et Grong / Hersent (modèle *V2*). Pour la partie croissance de la phase S, la méthodologie décrite précédemment pour l'étalonnage de n_c a été effectuée en se basant cette fois sur les résultats des essais de résistivité électrique. La forme d'évolution qui correspond le mieux aux données expérimentales a été définie et un programme PYTHON a été utilisé pour estimer, par la méthode des moindres carrés, les valeurs des paramètres. L'équation retenue pour l'évolution de n_c est alors :

$$n_c = 0{,}186 \times exp\left(-2{,}043 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)\right) \qquad 3\text{-}8$$

La comparaison entre les résultats expérimentaux et la simulation est présentée à la Figure 3-16. Pour des températures inférieures ou égales à 250 °C, les évolutions simulées sont très proches des résultats expérimentaux. Pour les températures supérieures à 250 °C, le modèle commence à se décaler des résultats expérimentaux notamment pour le cas à 350 °C où la simulation est légèrement plus rapide que l'expérience.

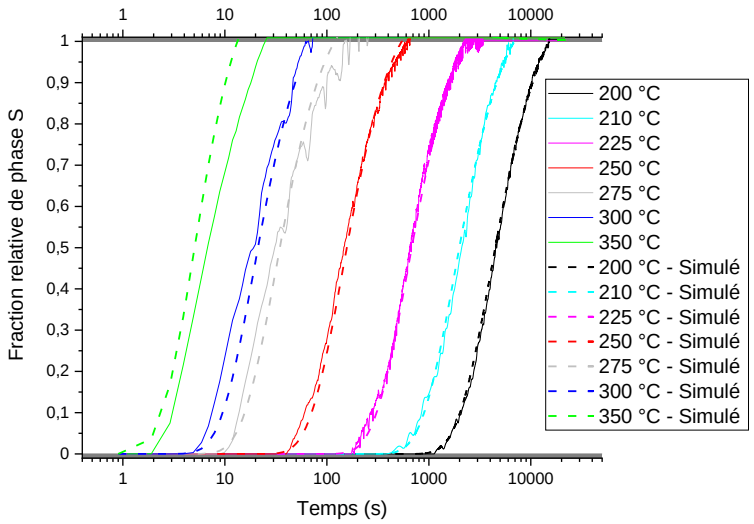


Figure 3-16 : Comparaison entre l'évolution de fraction relative de phase S mesurée d'après les essais de résistivité électrique et la fraction relative simulée

La Figure 3-17 permet de mieux visualiser l'évolution de dureté pour le cas à 300 °C en rassemblant nos données expérimentales et les données de la littérature (après suppression des données de [Shercliff 2005] à 2 s de maintien) et en comparant à l'évolution de la précipitation de la phase S simulée. Nous pouvons alors constater que la dureté diminue très rapidement en passant de 145 HV à environ 110 HV. Cette dureté semble quasi-constante entre 0,2 et 10 secondes de maintien à température. En parallèle, la fraction équivalente de phase S simulée n'augmente qu'après 5 secondes de traitement thermique. Par conséquent, la dureté entre 0,2 et 5 secondes dues à la phase S est elle aussi constante et prend la valeur de $H_{v_{\min ss}} = 80$ HV puisque $X_c = 0$. Il en résulte que la contribution des zones GPB passe donc de $H_{v_{\max GPB}} = 65$ HV au début du traitement thermique à environ 30 HV dans le domaine entre 0,2 et 5 secondes de traitement thermique. De plus, comme cette dureté semble quasi constante dans tout ce domaine, cette valeur de dureté de 30 HV correspond à la valeur minimale $H_{v_{minGPB}}$ de la dureté des zones GPB à 300 °C.

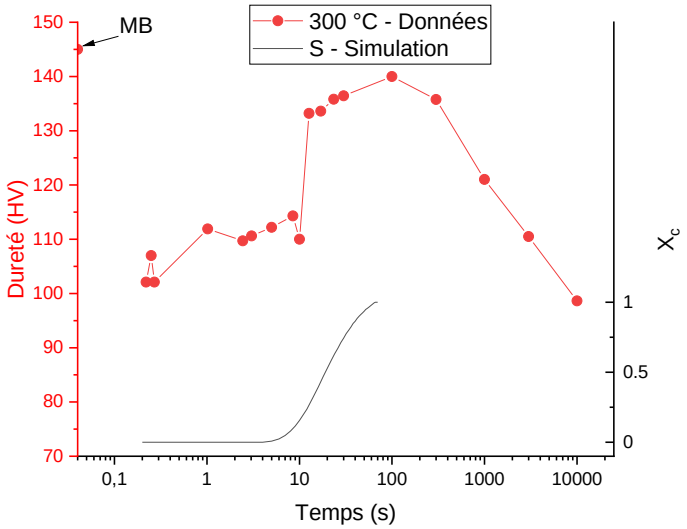


Figure 3-17 : Évolution de la dureté en fonction de la durée de traitement thermique à 300 °C en utilisant les données expérimentales obtenues et les données de [Shercliff 2005] et comparaison avec l'évolution de la précipitation de la phase S simulée

Il est alors possible d'appliquer la même méthodologie aux trois autres températures afin de tracer la Figure 3-18 représentant la dureté due aux zones GPB (calculée par la différence entre la dureté expérimentale et $H_{v\,S}$) en fonction de la durée du temps de traitement thermique équivalente. Nous pouvons alors constater que cette dureté est quasi-constante pour toutes les températures étudiées et donc que la dureté minimale provenant des zones GPB ($H_{v_{minGPB}}$) a été atteinte très rapidement pour les quatre températures présentées ici. De plus, cette dureté minimale semble également être dépendante de la température du traitement thermique et une valeur de dureté médiane (représentée en trait pointillé) a été définie pour chacune de ces températures. Il est à noter que la dureté provenant des zones GPB est considérée comme nulle pour une température de 500 °C puisque cette température correspond à la température de mise en solution de l'alliage. La dépendance à la température de la dureté minimale est représentée sur la Figure 3-18 à droite et un polynôme d'ordre 2 a été choisi pour exprimer au mieux la relation entre les deux grandeurs.

$$H_{v_{minGPB}} = 2{,}3 \times 10^{-4} \times T^2 - 0{,}357 \times T + 121 \qquad 3\text{-}9$$

De plus, cet étalonnage permet de déterminer la dureté maximale provenant de la phase S ($H_{v_{max}}$) en réalisant la soustraction entre la dureté expérimentale au niveau du pic et la dureté minimale des zones GPB ($H_{v_{minGPB}}$).

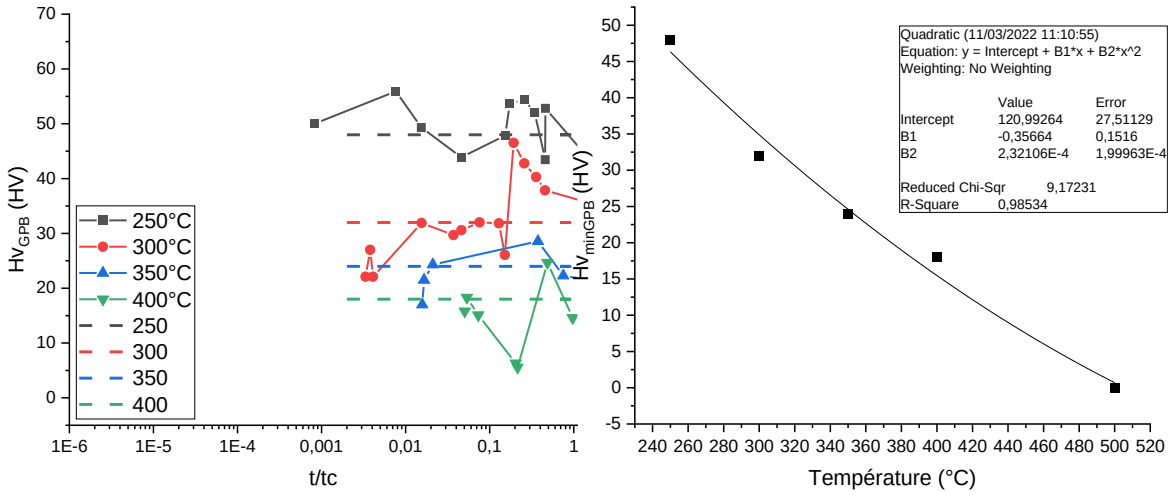


Figure 3-18 : À gauche, dureté provenant des zones GPB en fonction de t/tc, à droite, fraction minimale de zones GPB en fonction de la température du traitement thermique

La méthodologie décrite précédemment pour déterminer l'évolution de n_{GPB} a été appliquée ici. Cependant, la dispersion sur la valeur de n_{GPB} en fonction du temps de traitement thermique étant importante, il a été décidé d'ajouter arbitrairement un point situé à des temps extrêmement courts. L'objectif étant de faire en sorte que la valeur X_{GPB} soit de 1 aux temps extrêmement courts et de 0 lorsque $log(t/tc) = 0$. C'est pourquoi un poids plus important a été attribué aux points expérimentaux ayant une valeur de $n_{GPB} < 0{,}15$. Un polynôme d'ordre 2 a été défini pour décrire l'évolution de n_{GPB} (cf. équation 3-10). Cette simulation semble donner de bons résultats lorsque l'on compare aux duretés provenant des zones GPB obtenue précédemment. L'évolution se fait alors rapidement dans la simulation, mais l'absence de point situé au niveau de la transition ne nous permet pas de critiquer la pertinence de cette évolution. Enfin, le palier de dureté atteint semble bien correspondre avec les données (cf. Figure 3-19).

$$n_{GPB} = 0{,}012 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}019 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) \qquad 3\text{-}10$$

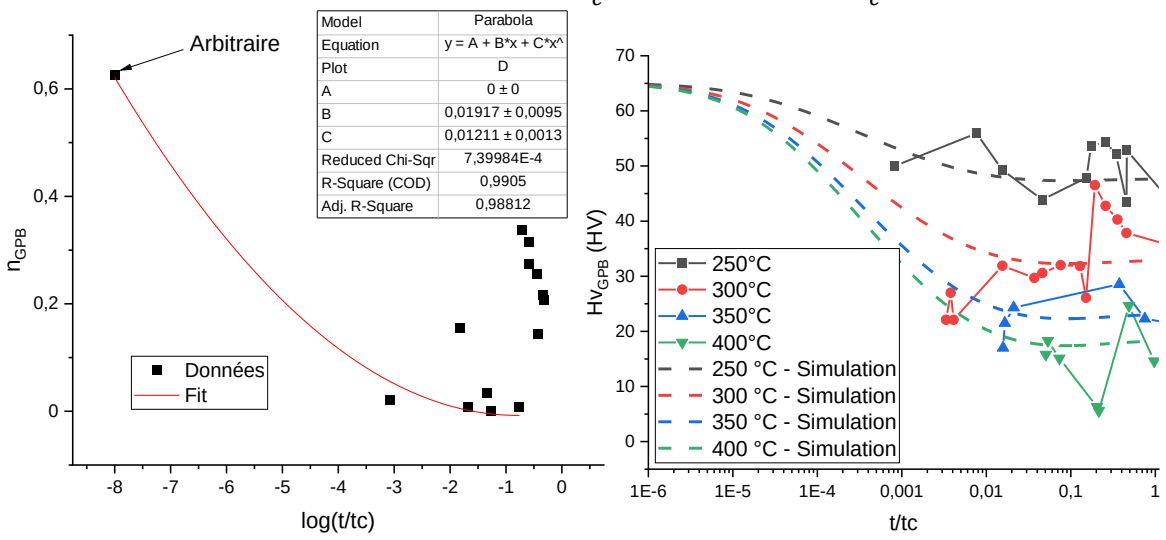


Figure 3-19 : À gauche évolution de n_{GPB} en fonction du log du temps relatif, à droite comparaison entre la dureté provenant des zones GPB obtenues par les données et la simulation

La comparaison entre la simulation et les données expérimentales est présentée à la Figure 3-20. La simulation semble alors très proche des données expérimentales obtenues en Gleeble aux temps très courts avec toutefois une légère surestimation pour le cas du traitement thermique à 300 °C pendant 0,2 seconde. Le modèle est également très proche des données expérimentales de [Shercliff 2005] pour des traitements thermiques supérieurs à 2 secondes de maintien.

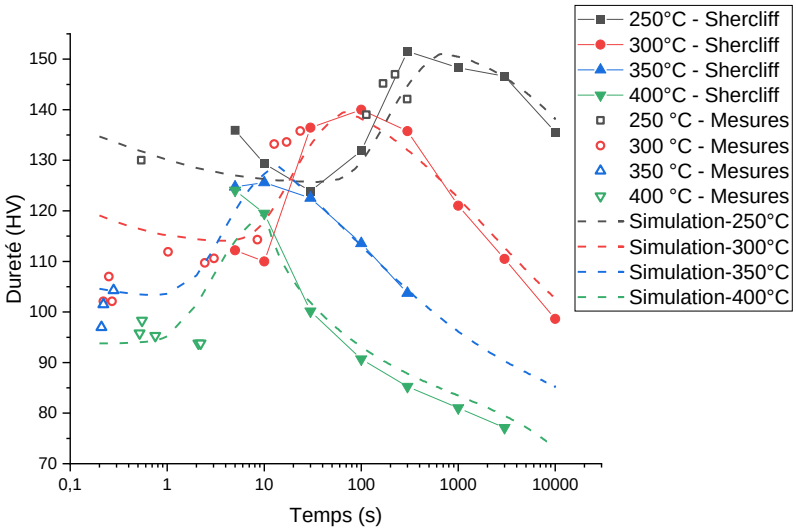


Figure 3-20 : Comparaison de l'évolution de dureté en fonction du temps de traitement thermique entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et la simulation

La Figure 3-21 présente les évolutions simulées des fractions équivalentes et des composantes de la dureté pour l'essai à 300°C à titre d'illustration.

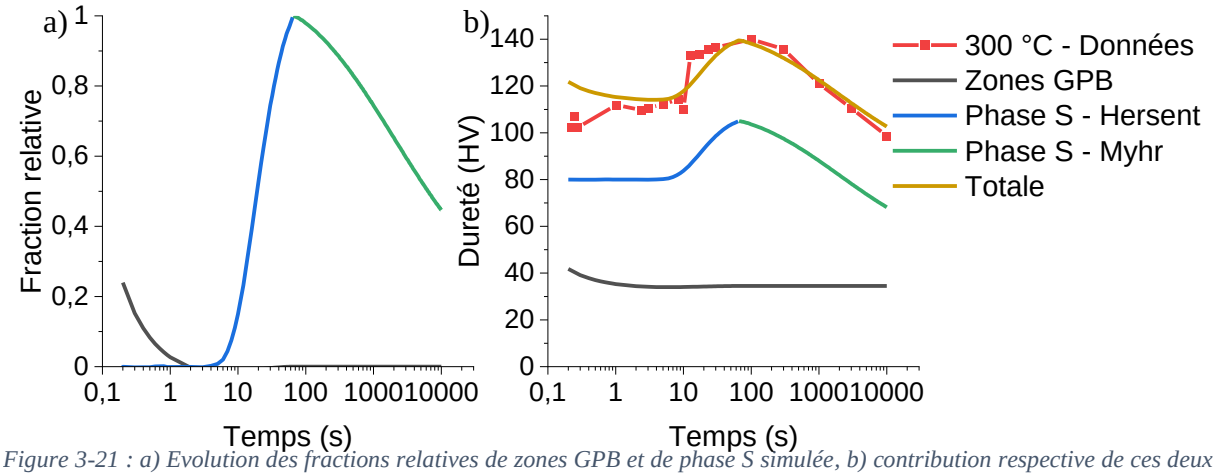


Figure 3-21 : a) Evolution des fractions relatives de zones GPB et de phase S simulée, b) contribution respective de ces deux phases à la dureté (Phase S – Hersent correspond à la simulation de la partie croissance de cette phase, Phase S – Myhr correspond à la simulation de la partie coalescence / dissolution de cette phase)

Le Tableau 3-5 rassemble les valeurs des paramètres du modèle de Myhr et Grong / Hersent V2 identifiés.

Tableau 3-5 : Récapitulatif des paramètres utilisés pour le modèle étalonné avec les données de [Shercliff 2005] et les données complémentaires

$H_{v_{minGPB}}$ (HV)	$2{,}3 \times 10^{-4} \times T^2 - 0{,}357 \times T + 121$	$H_{v_{max}}$ (HV)	105
n_c	$0{,}186 \times exp\left(-2{,}043 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)\right)$	n_{GPB}	$0{,}012 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}019 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)$

3.2.2. Modèle de Yan

Le second type de modèle utilisé est le modèle décrit par [Yan 2006] qui permet de prendre en compte le durcissement de l'alliage lors d'un traitement thermique provenant des dislocations, de la phase S, des zones GPB et de la solution solide. Les équations utilisées dans ce modèle décrit à l'origine pour le cas de traitements thermiques isothermes seront détaillées par la suite. Puis, nous présenterons un modèle hybride (modèle *V3*) entre le modèle de Yan et le modèle de Myhr & Grong / Hersent pour pouvoir prendre en compte le cas des traitements thermiques anisothermes.

3.2.2.1. Présentation du modèle

Durcissement lié à la densité de dislocations et à la taille de grains

Le durcissement dû à la densité de dislocations présenté par [Yan 2006] reprend le modèle défini précédemment par Ashby (équation 3-11). Concernant le durcissement lié à la taille de grains, l'équation 3-12 de Hall-Petch a été retenue par l'auteur.

$$\sigma_{dis} = \frac{K_A}{M}\sqrt{\varepsilon} \qquad 3\text{-}11$$

$$\sigma_{HP} = K_{HP} \times {d_{GB}}^{-1/2} \qquad 3\text{-}12$$

Avec pour l'alliage 2024 : K_A une constante de valeur 450 MPa, M le coefficient de Taylor de valeur 2,6 d'après [Yan 2006] et K_{HP} le coefficient de Hall-Petch ayant une valeur de 0,15 $MPa.m^{1/2}$. ε représente la déformation plastique et d_{GB} le diamètre moyen des grains.

D'après l'auteur, ces deux contributions sont relativement faibles et peuvent être considérées comme constantes. De plus, l'auteur inclut la contribution liée à la taille de grains dans la contribution intrinsèque de la matrice d'aluminium.

Durcissement lié à la phase S

Afin de prédire la quantité de phases S pouvant se former pendant le traitement thermique, il est nécessaire de calculer l'évolution des limites de solubilité du Cu et du Mg dans la matrice d'aluminium avec la température. Ce modèle ne fait pas intervenir de temporalité pour calculer la quantité de phase S. Il est considéré par l'auteur que la phase S est encore présente dans le matériau après le traitement thermique de mise en solution à 500 °C. Pour cela les équations 3-13 et 3-14 sont utilisées :

$$\left(C_e^{Cu}\right)\left(C_e^{Mg}\right) = c_2 \exp\left(\frac{-\Delta H^S}{RT}\right) \qquad 3\text{-}13$$

$$C_e^{Cu} = C_{eff}^{Cu} - \left(C_{eff}^{Mg} - C_e^{Mg}\right) \qquad 3\text{-}14$$

avec $c_2 = 5 \times 10^5$ (% at.)² et $\Delta H^S = 77$ kJ/mol l'enthalpie de formation de la phase S.

Dans ces équations C_{eff}^{Mg} et C_{eff}^{Cu} représentent les concentrations initiales effectives en Cu et Mg dans la solution solide et C_e^{Mg} et C_e^{Cu} les concentrations à l'équilibre. Les concentrations initiales effectives en cuivre et magnésium prennent en compte la présence de précipités non dissous après le traitement thermique de mise en solution et la consommation des éléments d'addition associée.

La cinétique de précipitation de la phase S lors d'un traitement thermique isotherme est simulée par un modèle de Starink-Zahra [Starink 1997]. La fraction formée s'exprime alors par :

$$\alpha^S = 1 - \left(\frac{[k(T)t]^n}{\eta_i} + 1\right)^{-\eta_i} \quad 3\text{-}15$$

avec *n* une constante de valeur 2,5 et η_i une constante d'empiètement prise égale à 1.

$k(T)$ dépend de la température et également de la teneur en cuivre de la solution solide.

$$k(T) = k_0 \times \left(C_{eff}^{Cu} - C_e^{Cu}\right)\exp\left(-\frac{E_{eff}}{RT}\right) \quad 3\text{-}16$$

avec k_0 une constante de valeur $4{,}3*10^{10}$ s^{-1} et E_{eff} l'énergie d'activation effective égale à 133 kJ/mol.

Les valeurs de C_e^{Cu} et de α^S sont ensuite utilisées pour calculer la fraction x^S de phase S pouvant être formée à cette température au cours du temps :

$$x^S(\mathrm{t,T}) = \alpha^S \times (C_{eff}^{Cu} - C_e^{Cu})/C_s^{Cu} \quad 3\text{-}17$$

avec C_s^{Cu} la fraction atomique de cuivre dans un précipité de phase S qui vaut ¼ en considérant la formule chimique Al_2CuMg pour la phase S. Les volumes molaires de la phase S et de la matrice étant proches, x^S est équivalent à la fraction volumique de phase S.

Trois types de précipités non dissous sont reportés dans la littérature, la phase ω (Al_7Cu_2Fe), la phase S (Al_2CuMg) et la phase T ($Al_{20}Cu_2Mn_3$). Le calcul de C_{eff}^{Mg} et C_{eff}^{Cu} s'effectue préalablement en considérant la solubilité des éléments à 500°C (température de mise en solution) déterminée par l'équation 3-13 ou tirée de la littérature.

La fraction de phase S non dissoute s'exprime ainsi par :

$$x_0^S = 4(C_0^{Cu} - C_e^{Cu}(500°C)) \quad 3\text{-}18$$

avec C_0^{Cu} correspond à la teneur en cuivre de l'alliage considéré.

La fraction non dissoute de phase w est définie par :

$$x_0^w = 10(C_0^{Fe} - C_e^{Fe}(500°C)) \quad 3\text{-}19$$

avec C_0^{Fe} correspondant à la teneur en Fe de l'alliage. D'après la littérature [Phillips 1953], la solubilité maximale de Fe dans l'aluminium à une température de 500 °C (température de mise en solution) est de 0,0055 %m.
La fraction non dissoute de phase ω est définie par :

$$x_0^T = 25/3 \times (C_0^{Mn} - C_e^{Mn}(500°C)) \quad 3\text{-}20$$

avec C_e^{Mn} égal à 0,2 % m. à 500°C et C_0^{Mn}, la teneur en Mn de l'alliage étudié.

Il est alors possible de calculer la concentration effective de la solution solide en prenant en compte la présence des différents précipités détaillés ci-dessus.

$$C_{eff}^{Cu} = \frac{C_g^{Cu} - \frac{2}{10}x_0^w - \frac{1}{4}x_0^S - \frac{2}{25}x_0^T}{1 - x_0^w - x_0^S - x_0^T} \quad 3\text{-}21$$

$$C_{eff}^{Mg} = \frac{C_g^{Mg} - \frac{1}{4}x_0^S}{1 - x_0^w - x_0^S - x_0^T} \quad 3\text{-}22$$

L'évolution de la taille moyenne des précipités de phase S est également simulée. Celle-ci permet notamment de prendre en compte la coalescence lors d'un traitement thermique long et

ainsi de prendre en compte l'adoucissement du matériau. Cette évolution est calculée à l'aide de plusieurs équations rendant compte de la croissance et de la coalescence respectivement.

$$\bar{l}_g = \bar{l}_0 \alpha^{S^{1/3}} \quad 3\text{-}23$$

Avec $\bar{l}_g$ le rayon moyen des cylindres lors de la croissance et $\bar{l}_0$ le rayon moyen lorsque α^Stend vers 1 qui prend la valeur 4,7 nm.

$$\bar{l}_c = \left(k_c t + \bar{l}_0^{\,3}\right)^{1/3} \quad 3\text{-}24$$

Avec k_c suivant une loi d'Arrhenius dépendant de la température.

$$k_c = k_{0,c} exp\left(-\frac{E_{a,c}}{RT}\right) \quad 3\text{-}25$$

Avec $k_{0,c} = 7{,}0 \times 10^{11}$ nm^3/s et $E_{a,c} = 133$ kJ/mol.

Enfin, le rayon moyen des précipités est calculée à l'aide de l'équation 3-26.

$$\bar{l}_t = \bar{l}_g + \bar{l}_c - \bar{l}_0 \quad 3\text{-}26$$

Le durcissement lié à la présence de phase S est calculé à partir de la fraction volumique de phase S et également de la taille moyenne de ces précipités comme décrit précédemment.

$$\sigma_S = \frac{0{,}81\mu_{Al} b}{2\pi(1-\nu)^{1/2}}\left[\frac{\ln(d/b)}{0{,}615d\sqrt{\frac{2\pi}{3x_s(t,T)}} - d}\right] \quad 3\text{-}27$$

Avec *b* le vecteur de Burgers de valeur 0,286 nm et *v* le coefficient de poisson de valeur 0,33. Enfin *d* est le diamètre des précipités et correspond à deux fois la taille calculée à l'équation 3-26.

Durcissement par les clusters /zones GPB

Une méthodologie similaire à celle utilisée pour la phase S est employée pour connaître la fraction volumique de clusters présente en fonction de la température du traitement thermique. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer la concentration à l'équilibre en éléments cuivre et magnésium en fonction de la température (équations *3-28* et *3-29*).

$$(C_e^{Cu})^3 (C_e^{Mg})^3 = c_1 \exp\left(\frac{-\Delta H^{cl}}{RT}\right) \quad 3\text{-}28$$

$$C_e^{Cu} = C_0^{Cu} - (C_0^{Mg} - C_e^{Mg}) \quad 3\text{-}29$$

avec $c_1 = 1{,}6 \times 10^4$ (% at.)² et $\Delta H^{cl} = 38$ kJ/mol.

La fraction de clusters transformée est déterminée en fonction de la fraction formée de phase S.

$$\alpha^{cl}(t,T) = \alpha_0^{cl}\left(1 - \alpha^S(t,T)\right) \quad 3\text{-}30$$

Il est en effet considéré par l'auteur que la phase S se forme aux dépens des zones GPB / co-clusters.

La composition des co-clusters définit par [Yan 2006] est de 30 % at. de cuivre, 30 % at. de magnésium et 40 % at. d'aluminium. Il est donc possible de calculer la fraction volumique de co-clusters dans le matériau à l'aide de l'équation ci-dessous.

$$x^{cl}(t,T) = \alpha^{cl}(C_{eff}^{Cu} - C_e^{Cu})/C_{cl}^{Cu} \quad 3\text{-}31$$

avec C_{cl}^{Cu} la fraction atomique de cuivre dans les co-clusters.

Le durcissement lié à la formation de clusters est repris des travaux de [Yan 2006] avec une évolution en racine carrée de la fraction de clusters.

$$\sigma_{cl} = \frac{\Delta\mu}{4\pi\sqrt{2}} {x_{cl}}^{1/2} \quad 3\text{-}32$$

Avec $\Delta\mu$ la différence de module de cisaillement entre la matrice riche en aluminium et les co-clusters prenant la valeur de 8 GPa.

Durcissement par la solution solide

Afin de calculer le durcissement lié à la teneur en élément de la solution solide, il est nécessaire de déterminer la teneur en éléments cuivre et magnésium. Ceux-ci dépendent de la quantité de co-clusters et de phase S présentes dans le matériau.

$$C_{Cu} = C_{eff}^{Cu} - \frac{3x_{cl}(t,T)}{10} - \frac{x_S(t,T)}{4} \quad 3\text{-}33$$

$$C_{Mg} = C_{eff}^{Mg} - \frac{3x_{cl}(t,T)}{10} - \frac{x_S(t,T)}{4} \quad 3\text{-}34$$

Enfin, la contribution de la solution solide est calculée classiquement en prenant en compte la contribution des trois éléments majoritaires (cuivre, magnésium et manganèse).

$$\sigma_{ss} = k_j C_j \quad 3\text{-}35$$

Avec k_j une constante dépendant de l'élément considéré, $k_{Mg} = 13{,}6\ MPa/\%at$ et $k_{Cu} = 50\ MPa/\%at$. Le durcissement lié au manganèse est considéré comme étant une constante de valeur 6 à 9 MPa selon [Yan 2006].

Durcissement total

Enfin, la contrainte de cisaillement résolue critique est calculée en prenant en compte la contribution de la densité de dislocations et de la phase S à l'aide d'une moyenne quadratique (obstacles « forts »). Cette contrainte est ensuite sommée avec la contrainte liée à la présence des zones GPB / co-clusters (obstacles « faibles ») avec un exposant 1,3 issu des travaux de [Yan 2006] avant de pouvoir calculer la limite d'élasticité globale du matériau.

$$\sigma_\Sigma = \sqrt{{\sigma_{dis}}^2 + {\sigma_s}^2} \quad 3\text{-}36$$

$$\sigma_p = ({\sigma_\Sigma}^{1,3} + {\sigma_{cl}}^{1,3})^{1/1,3} \quad 3\text{-}37$$

$$\sigma_y = \sigma_i + \sigma_{ss} + 2{,}6 \times \sigma_p \quad 3\text{-}38$$

La contrainte σ_i est ici considérée comme provenant de la contribution de la matrice d'aluminium et de la taille des grains avec une valeur de 30 MPa d'après l'auteur. Ce modèle semble permettre de simuler correctement l'évolution de la limite d'élasticité pour le cas de traitements thermiques isothermes notamment pour l'alliage 2024-T3 (cf. Figure 3-22).

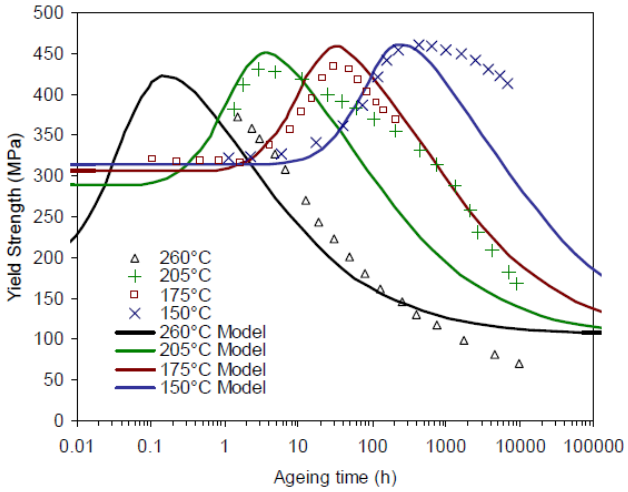


Figure 3-22 : Comparaison entre l'évolution de limite d'élasticité mesurée par [Davis 1993] et la simulation de [Yan 2006] alliage 2024-T3

Les résultats obtenus par ce modèle ont été confrontés aux données expérimentales de [Shercliff 2005] (cf. Figure 3-23). Pour cela, la limite d'élasticité a été convertie en dureté en utilisant l'équation proposée par [Genevois 2004] :

$$\sigma = 3{,}6774 \times HV - 183{,}25 \qquad 3\text{-}39$$

La composition chimique de l'alliage indiquée par [Shercliff 2005] a été utilisée pour effectuer les calculs

La position du pic de dureté semble globalement bien positionnée pour les trois températures mais la dureté est surestimée pour des températures supérieures à 250 °C. La dureté dans le domaine d'adoucissement lié à la réversion des zones GPB est quant à elle sous-estimée pour les températures de 250 et 300 °C ce qui signifie que la quantité de zones GPB simulée est trop faible pour ces niveaux de température. De plus ce modèle ne prend pas en compte la réversion des zones GPB de manière indépendante de la précipitation de la phase S ce qui, comme nous avons pu le voir précédemment, est le cas pour l'alliage 2024 à l'état T3. Pour les durées de traitement courtes où la phase S ne précipite pas encore le modèle ne peut simuler la réversion des zones GPB et la dureté est surestimée. Enfin, le modèle présenté est valable uniquement pour le cas de traitement thermique isotherme et n'est donc pas applicable en l'état actuel sur des cas anisothermes de soudage FSW.

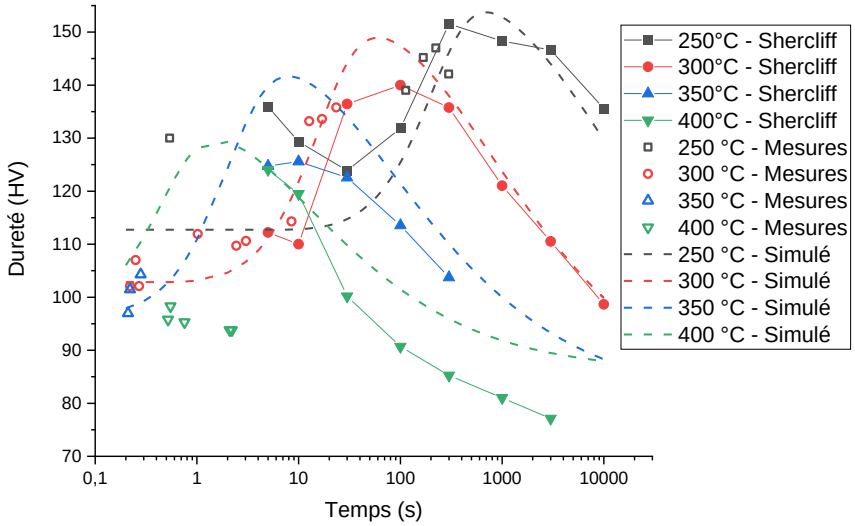


Figure 3-23 : Comparaison de l'évolution de dureté en fonction du temps de traitement thermique entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et la simulation

Afin de régler le problème lié au niveau de dureté dans le domaine de réversion des zones GPB, les équations concernant la contribution des zones GPB et de la précipitation de la phase S sont modifiées. Le modèle hybride mis en place reprend ainsi la cinétique de coalescence / dissolution de la phase S simulée par le modèle de Myhr et Grong. Pour la partie croissance de la phase S et réversion des zones GPB, les évolutions de fractions relatives seront régies par le modèle de Myhr et Grong / Hersent en lieu et place des équations 3-15 et 3-30. Les calculs des contributions et des quantités maximales de phases en présence restent cependant assurés par les équations du modèle de [Yan 2006].

3.2.2.2. Modèle hybride Yan / Myhr / Hersent

Les équations reprises des travaux de [Yan 2006] sont exposées au Tableau 3-6. Pour ces équations, les valeurs des paramètres décrits par cet auteur ont été reprises. Enfin, un taux de déformation faible de l'ordre de 0,01 et une taille de grains de 100 µm ont été définies comme constantes en accord avec la gamme définie par [Yan 2006]. L'évolution de ces constantes en fonction de la position dans le joint soudé ne sera pas prise en compte.

Tableau 3-6 : Liste des équations reprisent du modèle de [Yan 2006]

<table>
<tr><th colspan="2">Solvus phase S</th><th colspan="2">Solvus zones GPB</th></tr>
<tr><td colspan="2">$(C_e^{Cu})(C_e^{Mg}) = c_2 \exp\left(\frac{-\Delta H^S}{RT}\right)$</td><td colspan="2">$(C_e^{Cu})^3(C_e^{Mg})^3 = c_1 \exp\left(\frac{-\Delta H^{cl}}{RT}\right)$</td></tr>
<tr><td colspan="2">$C_e^{Cu} = C_0^{Cu} - (C_0^{Mg} - C_e^{Mg})$</td><td colspan="2">$C_e^{Cu} = C_0^{Cu} - (C_0^{Mg} - C_e^{Mg})$</td></tr>
<tr><td colspan="4">Solution solide effective</td></tr>
<tr><td>$x_0^S = 4(C_0^{Cu} - C_e^{Cu}(500°C))$</td><td>$x_0^w = 10(C_0^{Fe} - C_e^{Fe}(500°C))$</td><td colspan="2">$x_0^T = 25/3 \times (C_0^{Mn} - C_e^{Mn}(500°C))$</td></tr>
<tr><td colspan="2">$C_{eff}^{Cu} = \frac{C_g^{Cu} - \frac{2}{10}x_0^w - \frac{1}{4}x_0^S - \frac{2}{25}x_0^T}{1 - x_0^w - x_0^S - x_0^T}$</td><td colspan="2">$C_{eff}^{Mg} = \frac{C_g^{Mg} - \frac{1}{4}x_0^S}{1 - x_0^w - x_0^S - x_0^T}$</td></tr>
<tr><td colspan="4">Teneur en élément dans la solution solide</td></tr>
<tr><td colspan="2">$C_{Cu} = C_{eff}^{Cu} - \frac{3f_{cl}}{10} - \frac{f_s}{4}$</td><td colspan="2">$C_{Mg} = C_{eff}^{Mg} - \frac{3f_{cl}}{10} - \frac{f_s}{4}$</td></tr>
<tr><td colspan="4">Limite d'élasticité</td></tr>
</table>

$\sigma_{dis} = \frac{K_A}{M}\sqrt{\varepsilon} = 17\ MPa$
$\sigma_{ss} = k_j C_j$
$\sigma_\Sigma = \sqrt{{\sigma_{dis}}^2 + {\sigma_s}^2}$
$\sigma_p = ({\sigma_\Sigma}^{1,3} + {\sigma_{cl}}^{1,3})^{1/1,3}$
$\sigma_y = \sigma_i + \sigma_{ss} + 2{,}6 \times \sigma_p$

La fraction maximale de zones GPB / co-clusters x_{max}^{cl} pouvant être présente dans le matériau pendant le traitement thermique est calculée à l'aide de l'équation présentée par [Yan 2006] (cf. Tableau 3-7). Cette fraction à l'équilibre dépend de la température du traitement. A partir de cette valeur est calculée la fraction f_{cl} de zones GPB / co-clusters qui évolue de la quantité à l'état T3 x_0^{cl} jusqu'à la quantité à l'équilibre x_{max}^{cl}. Le terme X_{GPB} est calculé comme précédemment par le modèle de Myhr et Grong avec cependant une nouvelle définition de l'évolution de n_{GPB} qui sera présentée par la suite. Concernant la contribution au durcissement due aux zones GPB, la forme de l'équation définie par [Yan 2006] est conservée, mais la constante (K_{cl}) devant la racine carrée a été réévaluée à 609 MPa contre 450 MPa auparavant afin de bien simuler la dureté du métal de base à l'état T3 (145 HV).

Tableau 3-7 : Calcul de la fraction de zones GPB et de la contribution mécanique de celles-ci

Fraction de zones GPB	Contribution zones GPB
$x_{max}^{cl} = (C_{eff}^{Cu} - C_e^{Cu})/C_{cl}^{Cu}$	$\sigma_{cl} = K_{cl} \times \sqrt{f_{cl}}$
$f_{cl} = X_{GPB}\left(x_0^{cl} - x_{max}^{cl}\right) + x_{max}^{cl}$	

La même méthodologie a été appliquée pour la phase S avec une fraction maximale de phase S formée lors du traitement thermique issue du modèle de [Yan 2006]. La quantité de phases S à chaque instant du traitement thermique est ensuite calculée en utilisant la fraction maximale de phase S formée ainsi que la valeur de X_c calculée comme dans le modèle de Myhr et Grong décrit précédemment. L'équation permettant de calculer la contribution mécanique des phases S a été simplifiée puisque nous ne simulons pas l'évolution de la taille des précipités de phase S. Toutefois, afin de rendre compte de cet effet et de reprendre la méthodologie mise en place par [Hersent 2010], la valeur de K_s correspondant au durcissement lié à la formation de phase S sera dépendante de la température du traitement thermique (cf. Tableau 3-8).

Tableau 3-8 : Calcul de la fraction de phase S et de la contribution mécanique de celle-ci

Fraction de phase S	Contribution phase S
$x_{max}^s = 4 \times min\left(C_{eff}^{Cu} - {C_e^{Cu}}_s, {C_e^{Cu}}_{cl} - {C_e^{Cu}}_s\right)$	$\sigma_S = K_s \times \sqrt{f_s}$
$f_s = X_c x_{max}^s$	$K_s = 700 - 0{,}7 \times T_{max}$

Pour terminer, concernant la réversion des zones GPB, n_{GPB} a été étalonné en utilisant les données expérimentales en retranchant la dureté simulée pour la phase S comme réalisée précédemment. Cependant comme tous ces points se situent dans le domaine de saturation de la réversion des zones GPB, un point a été ajouté arbitrairement à un temps relatif extrêmement court comme effectué auparavant. L'évolution de n_{GPB} est alors décrite par une fonction polynomiale d'ordre 2 avec une bonne correspondance entre les données et la simulation (cf. Figure 3-24).

$$n_{GPB} = 0{,}015 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}039 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right) \qquad 3\text{-}40$$

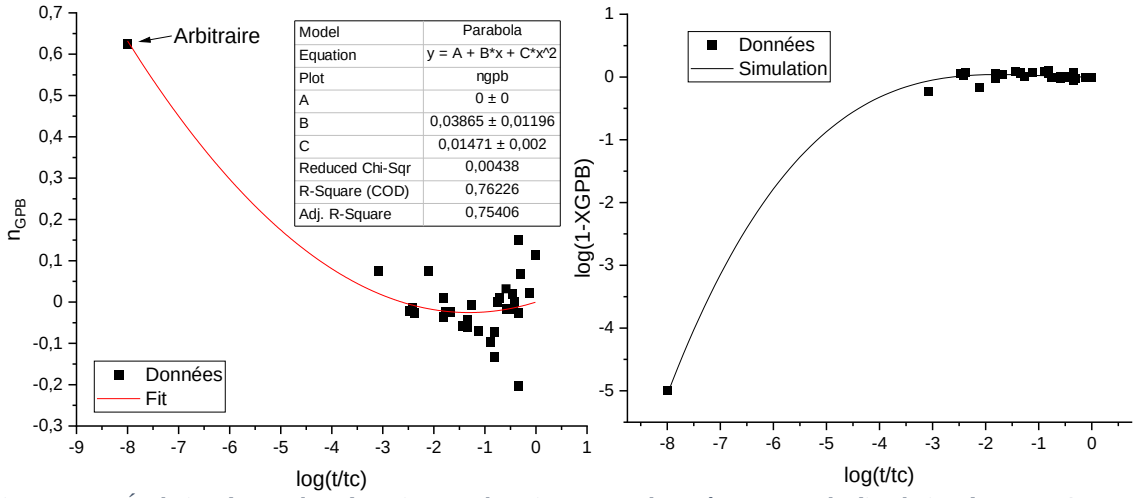


Figure 3-24 : Évolution de n_{GPB} lors du traitement thermique et courbe maîtresse pour la dissolution des zones GPB

Les résultats obtenus par la simulation sont présentés à la Figure 3-25. Nous pouvons alors observer un palier de dureté dans la simulation correspondant à une zone où la réversion des zones GPB est terminée sans précipitation de phase S. Ce minimum de dureté s'avère très proche des données expérimentales pour les températures de 350 et 400 °C alors que la dureté est sous-estimée pour les températures de 250 et 300 °C. Dans un second temps, l'augmentation de dureté observée liée à la précipitation de la phase S et le maximum de dureté semblent très bien simulés par le modèle. Nous pouvons tout de même noter une légère sous-estimation du pic de dureté pour une température de 400 °C et une forte surestimation des mesures complémentaires à 2 secondes de traitement thermique. Les données complémentaires à 2 secondes de traitement thermique et les données expérimentales de [Shercliff 2005] à 5 et 10 secondes de traitement thermique sont très éloignées ce qui rend la simulation du comportement à 400 °C relativement difficile.

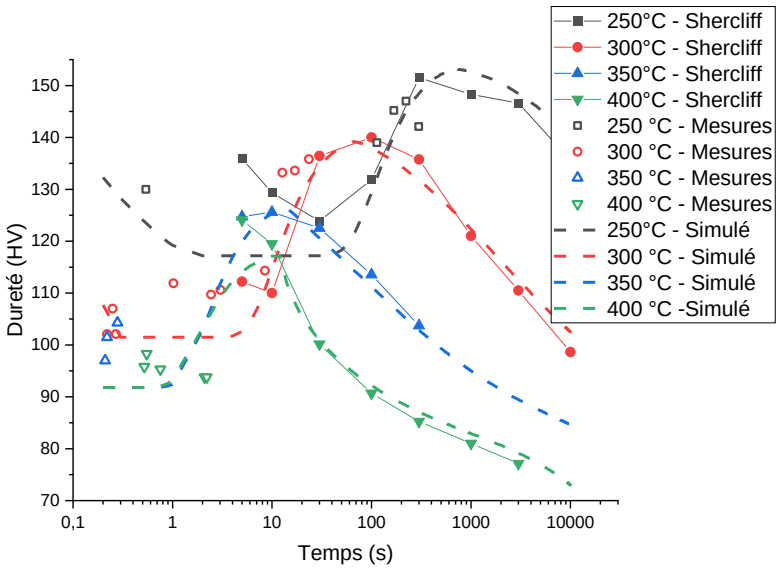


Figure 3-25 : Comparaison de l'évolution de dureté en fonction du temps de traitement thermique entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et la simulation

La Figure 3-26 présente les évolutions simulées des fractions équivalentes et des composantes de la dureté pour l'essai à 300 °C à titre d'illustration. Le Tableau 3-9 récapitule les valeurs des différents paramètres utilisés pour cette version du modèle.

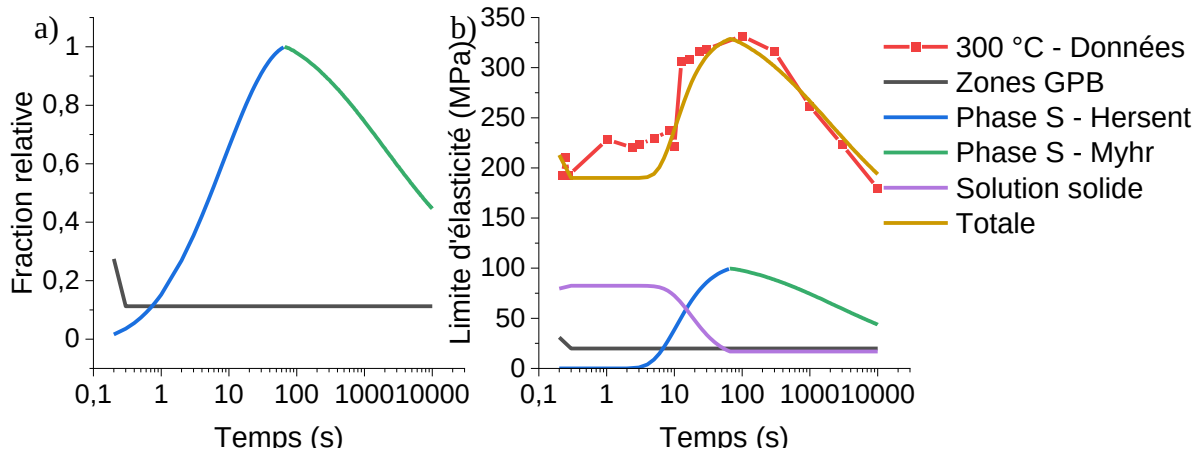


Figure 3-26 : a) Evolution des fractions relatives de zones GPB et de phase S simulée, b) contribution respective de ces deux phases à la dureté (Phase S – Hersent correspond à la simulation de la partie croissance de cette phase, Phase S – Myhr correspond à la simulation de la partie coalescence / dissolution de cette phase)

Tableau 3-9 : Récapitulatif des paramètres utilisés pour le modèle hybride étalonné avec les données de [Shercliff 2005] et les données complémentaires

K_{cl} (MPa)	609	K_s (Mpa)	$700 - 0.7 \times T_{max}$
n_c	$0{,}186 \times exp\left(-2{,}043 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)\right)$	n_{GPB}	$0{,}015 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}039 \times log\left(\frac{t}{t_c}\right)$

3.3. Simulation d'essais anisothermes et du soudage FSW avant maturation

3.3.1. Essais anisothermes

Dans un premier temps, des essais anisothermes de cycle thermique représentatif du soudage ont été effectués en machine Gleeble. Les cycles thermiques imposés sont issus des mesures effectuées par les thermocouples lors de l'opération de soudage (cf. partie 2.2). Ces cycles thermiques s'avèrent très proches des cycles thermiques de soudage avec un dépassement de la température maximale inférieure à 10 °C (cf. Figure 3-27). Après refroidissement, des mesures de dureté ont été effectuées moins d'une heure après le cycle thermique et après 2 mois de maturation. Dans cette partie nous étudierons uniquement les mesures effectuées moins d'une heure après l'essai. Comme les cycles thermiques imposés sont issus des thermogrammes expérimentaux, la position correspondante dans le joint soudé et la condition de soudage sont connues. Enfin, les thermogrammes expérimentaux à 5,5 mm du centre de la soudure en face supérieure de la condition 2 étant relativement différents, deux essais ont été réalisés pour caractériser la différence de comportement suivant l'histoire thermique imposée.

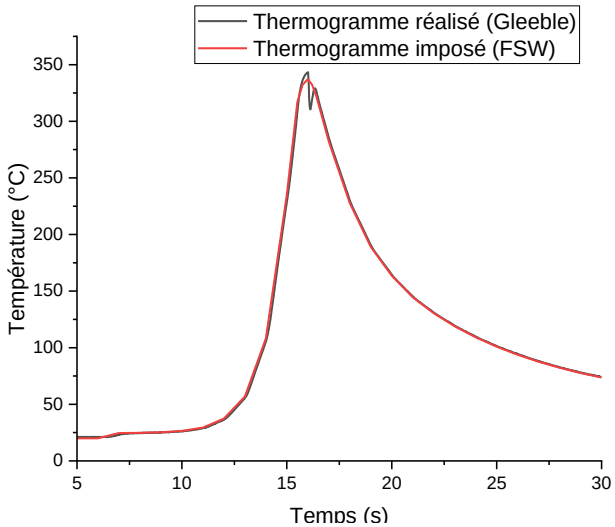


Figure 3-27 : Comparaison entre le thermogramme imposé (issu des essais de soudage) et le thermogramme réalisé en machine Gleeble (condition 2, 6 mm de l'axe de soudage en face inférieure)

Pour rappel, les trois modèles décrits précédemment sont appelés *V1* (Myhr et Grong/ Hersent étalonné sur les mesures de [Shercliff 2005]), *V2* (Myhr et Grong / Hersent étalonné avec les essais complémentaires) et *V3* (Modèle hybride Yan / Myhr / Hersent) pour simplifier les notations. Les résultats de simulation obtenus avec chacun des trois modèles sont comparés aux données expérimentales avant maturation (cf. Figure 3-28).

Les observations sont assez similaires pour les essais Gleeble correspondant aux deux conditions de soudage.

La dureté calculée par le modèle *V1* (en rouge) est relativement proche des données expérimentales (en noir) avec un écart inférieur à 5 HV pour une distance inférieure à 6 mm de l'axe de soudage et donc une température maximale supérieure à 300 °C. Pour l'essai relatif à une distance de 9 mm et avec une température maximale d'environ 250 °C, la dureté simulée est clairement surestimée par ce modèle avec plus de 10 HV d'écart.

Pour le modèle *V2* (en bleu), le résultat de simulation est très proche de la mesure expérimentale pour l'essai correspondant à une température maximale de 250 °C (9 mm de l'axe de soudage). Cependant, le modèle tend à sous-estimer la dureté de l'essai correspondant à une distance inférieure ou égale à 6 mm. Cette sous-estimation est relativement faible pour le point le plus proche du joint soudé ayant subi des températures au-delà de 400 °C et bien plus marquée pour les essais correspondant à une distance de 6 mm pour la condition 1 et 5,5 mm pour la condition 2 dont les températures maximales sont proches des 350 °C.

Enfin, pour le modèle *V3* (en vert), la simulation est très proche des données expérimentales pour les essais correspondant aux points les plus proches de l'axe de soudage. Une forte sous-estimation peut être visible à environ 6 mm du joint soudé sans doute due à la réversion totale des zones GPB sans formation de phase S d'après la simulation. Pour la même raison, la dureté de l'essai correspondant au point le plus éloigné de l'axe de soudage est sous-estimée par le modèle.

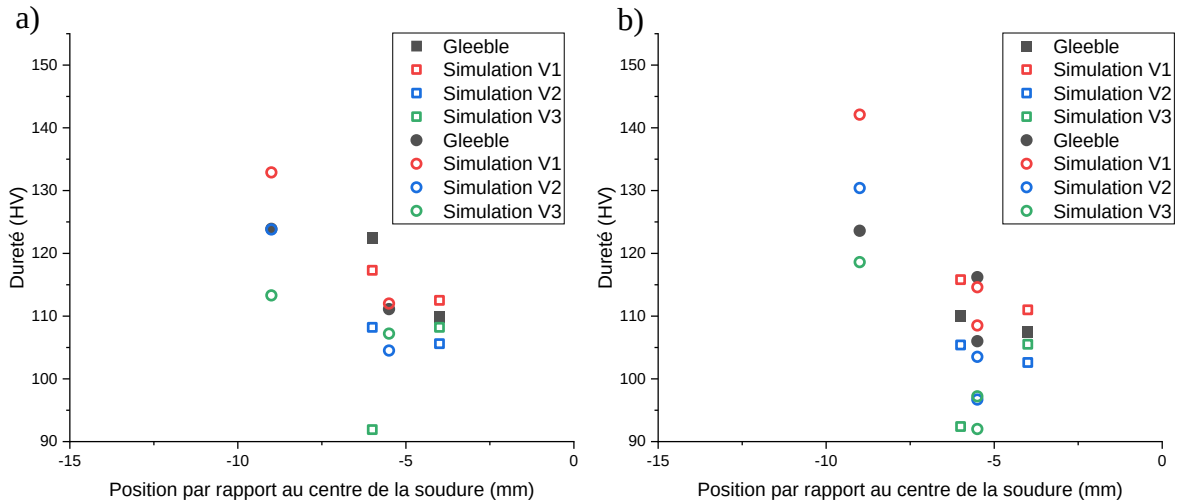


Figure 3-28 : Comparaison entre la dureté mesurée juste après l'essai Gleeble et la dureté simulée pour les trois modèles avec à gauche la condition de soudage numéro 1 et à droite la condition de soudage numéro 2 (symboles carrés = face inférieure, symboles ronds = face supérieure)

3.3.2. Soudage FSW

Dans un second temps les modèles ont été appliqués au cas du soudage par friction malaxage et plus particulièrement avec les conditions de soudage 1. Des profils de dureté ont été réalisés sur les joints soudés 1 jour après l'opération de soudage. Avant de critiquer la pertinence des modèles métallurgiques, les résultats de la simulation thermomécanique présentée à la partie 2.3 seront discutés. Pour cela, les trois modèles métallurgiques ont été appliqués à la fois avec les thermogrammes expérimentaux obtenus lors de l'essai de soudage, mais aussi avec les thermogrammes simulés par le modèle thermomécanique. Pour cette discussion, seul le bas du joint soudé de la condition numéro 1 sera étudié. Les résultats des essais en machine Gleeble présentés précédemment seront également reportés pour observer l'effet d'une maturation courte de 24 heures.

Les résultats présentés à la Figure 3-29 montrent que la dureté simulée à l'aide des thermocouples expérimentaux est très proche de celle simulée à l'aide des thermocouples simulés. Ceci est particulièrement vrai pour des distances au joint soudé négatives correspondant au côté RS de la soudure. Pour le côté AS, les résultats sont globalement proches sauf pour une distance de 7 mm de l'axe de soudage pour tous les modèles et une distance de 5 mm pour les modèles *V2*. Ces écarts côtés AS proviennent certainement de la surestimation de la température maximale comme discuté précédemment à la partie 2.3. Enfin concernant la comparaison entre les données expérimentales et les données simulées, nous pouvons constater que la première diminution de dureté due à la réversion des zones GPB est très bien prise en compte pour les trois modèles mis en place. Néanmoins, la chute de dureté prévue par le modèle *V3* débute plus loin de l'axe de soudage que celle constatée expérimentalement. Les trois modèles sous-estiment très fortement le pic de dureté observé expérimentalement, mais nous pouvons noter que la dureté mesurée suite aux essais en machine Gleeble est bien plus faible que celle mesurée sur le joint soudé ce qui signifie que la formation de zones GPB a déjà commencé après 24 heures à température ambiante. Pour le modèle *V1*, la dureté simulée est tout de même proche des mesures effectuées en machine Gleeble ce qui n'est pas le cas du modèle *V2* qui semble sous-estimer la dureté dans cette zone. Le modèle *V3* quant à lui donne des résultats proches des mesures réalisées sur les échantillons cyclés en machine Glebble pour une distance correspondant à 5 mm du joint soudé en utilisant les thermogrammes

expérimentaux, mais sous-estime la dureté correspondant à une distance de 6 mm de distance. En ce qui concerne le noyau soudé simulé, celui-ci semble plus large pour les trois modèles utilisés avec un niveau de dureté similaire à l'expérimental pour le modèle *V1* mais une dureté bien plus faible pour le modèle *V2* et le modèle *V3*. Toutefois, nous ne disposons pas de données expérimentales juste après soudage dans cette zone pour pouvoir conclure avec certitude sur le niveau de dureté attendu et la maturation du noyau au bout de 24 h qui peut être rapide.

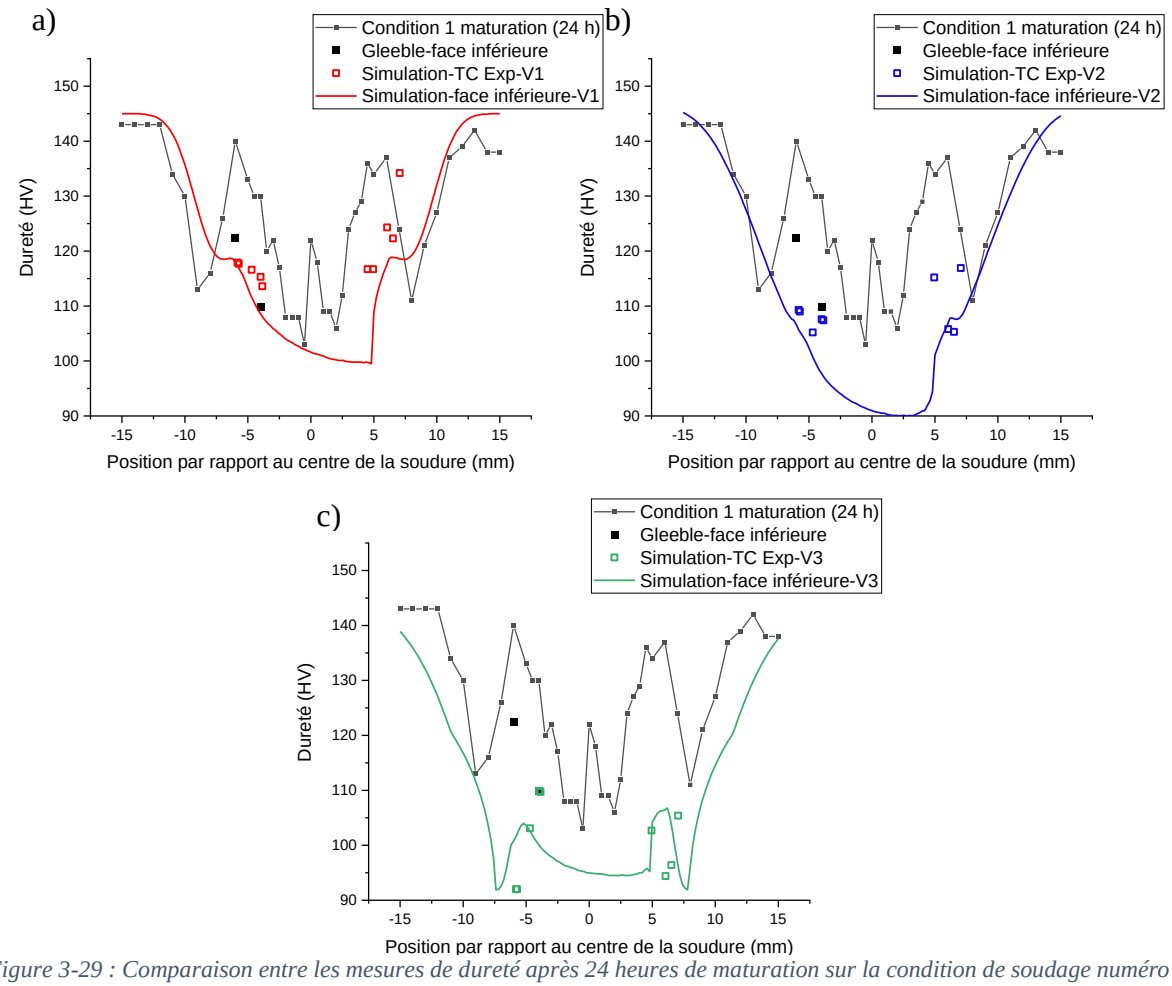


Figure 3-29 : Comparaison entre les mesures de dureté après 24 heures de maturation sur la condition de soudage numéro 1, les mesures sur les échantillons ayant subi un traitement thermique en machine Gleeble et les duretés simulées en utilisant des thermocouples expérimentaux et des thermocouples simulés pour les trois versions du modèle

Pour aller plus loin, la simulation a été effectuée sur l'ensemble du joint soudé en utilisant les cycles thermiques simulés par le modèle thermomécanique présenté à la partie 2.3. Les températures maximales simulées en fonction de la position dans le joint soudé sont présentées pour les deux conditions de soudages étudiées lors de cette thèse. Nous pouvons observer que les deux conditions de soudage semblent assez similaires concernant la température maximale atteinte dans le joint soudé avec des températures pouvant dépasser les 475 °C. Toutefois, en dehors du joint soudé la température maximale atteinte semble un peu plus élevée pour la condition de soudage numéro 2 comme en témoigne les lignes d'isotherme à 250 °C. Nous pouvons également constater une asymétrie de la température maximale simulée correspondant aux côtés AS et RS du soudage. Enfin, comme évoqué à la partie 2.3, la température maximale proche de la surface supérieure est élevée, car certaines particules simulées peuvent se retrouver piégées au niveau de l'outil dû aux conditions aux limites du modèle. Il en résulte que la température dans ces zones est dès les premiers instants au-delà des 450 °C au lieu d'être à 20 °C ce qui entraînera une simulation de la dureté fortement discutable dans ces zones.

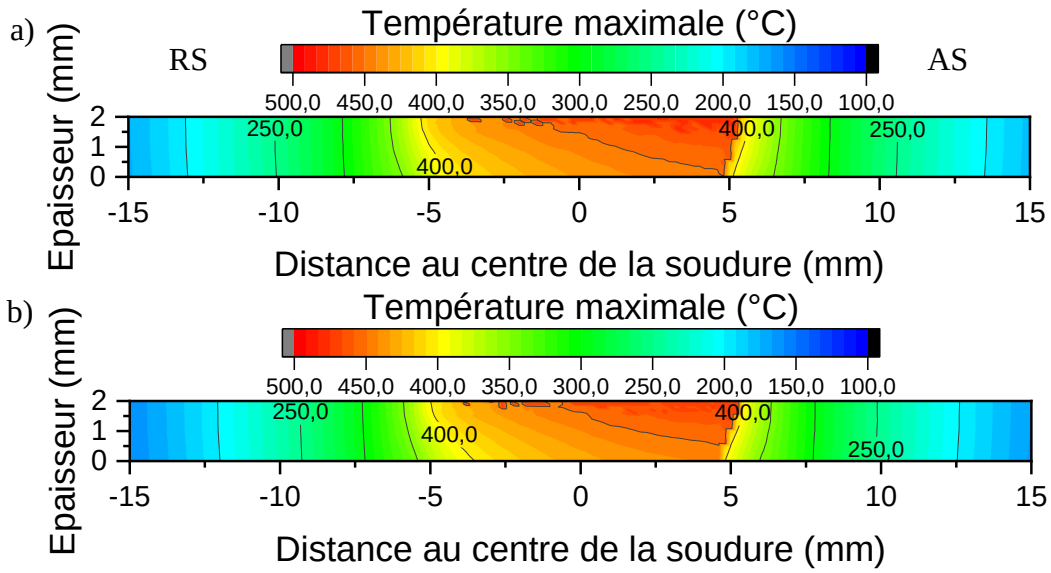


Figure 3-30 : Cartographies des températures maximales atteintes lors du soudage d'après la simulation thermomécanique présentée au chapitre 2 a) pour la condition 1, b) pour la condition 2 (section transverse)

Les cartographies de dureté simulées pour la condition de soudage numéro 1 et les trois modèles sont présentées à la Figure 3-31. Nous pouvons observer que les résultats sont très différents entre les trois versions du modèle au niveau de la taille de la ZAT, mais aussi au niveau de la dureté du noyau soudé. Concernant la taille de la ZAT, nous pouvons constater que la zone d'adoucissement et donc de réversion des zones GPB débute à des températures plus basses et donc à des distances au centre du joint soudé plus importantes lorsque l'on passe du modèle *V1* au modèle *V2* et lorsque l'on passe du modèle *V2* au modèle *V3*. Pour ce dernier, la dureté du métal de base (145 HV) ne semble pas être présente à moins de 15 mm du joint soudé. Les comportements dans le noyau soudé sont également différents entre les trois modèles avec une dureté très basse pour le cas du modèle *V2* d'environ 90 HV contre environ 100 HV pour les deux autres modèles. La zone de faible dureté est plus large pour le modèle *V2* par rapport au modèle *V1* et pour le modèle *V3* par rapport au modèle *V2*. De plus, le modèle *V3* donne lieu à un comportement complexe avec un adoucissement jusqu'à un minimum situé à environ 7,5 mm de l'axe de soudage puis un léger durcissement en se rapprochant du joint soudé avant d'avoir un nouvel adoucissement. L'adoucissement de plus en plus prononcé provient de la réversion simulée des zones GPB qui est de plus en plus importante due à une température de plus en plus élevée lorsque l'on se rapproche du joint soudé. Le léger durcissement observé à environ 6 mm de l'axe de soudage est dû à une précipitation partielle de phase S permettant une augmentation de la dureté. Enfin, dans le noyau soudé, l'utilisation des modèles *V2* et *V3* conduit à une réversion des zones GPB totale et une précipitation de la phase S faible voire nulle ce qui entraîne une dureté faible. Pour terminer, l'absence de cartographies de dureté sans maturation rend là aussi difficile la discussion sur la pertinence des modèles.

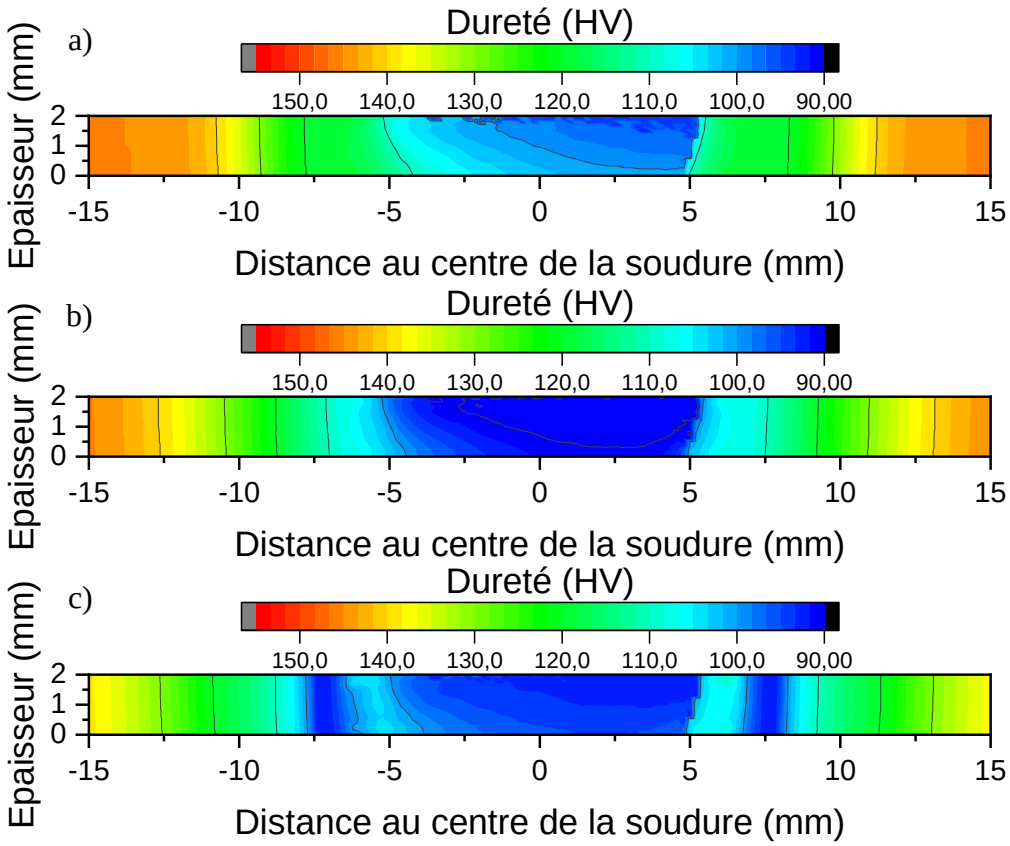


Figure 3-31 : Cartographie de dureté simulée pour la condition de soudage numéro 1 a) pour le modèle V1, b) pour le modèle V2, c) pour le modèle V3

Concernant la condition de soudage numéro 2, nous pouvons observer que les cartographies sont très similaires pour les modèles *V1* et *V2* avec une évolution de dureté plus étroite en accord avec les cartographies de température maximale simulées présentées précédemment. Les différences sont bien plus notables pour le modèle *V3* avec un adoucissement plus important dans la zone du noyau. De plus, l'augmentation de dureté liée à la précipitation de la phase S pour le modèle *V3* semble plus faible pour la condition de soudage numéro 2 (zone à 5 mm de distance de l'axe de soudage) ce qui pourrait signifier une quantité de phase S simulée plus faible pour la condition de soudage numéro 2.

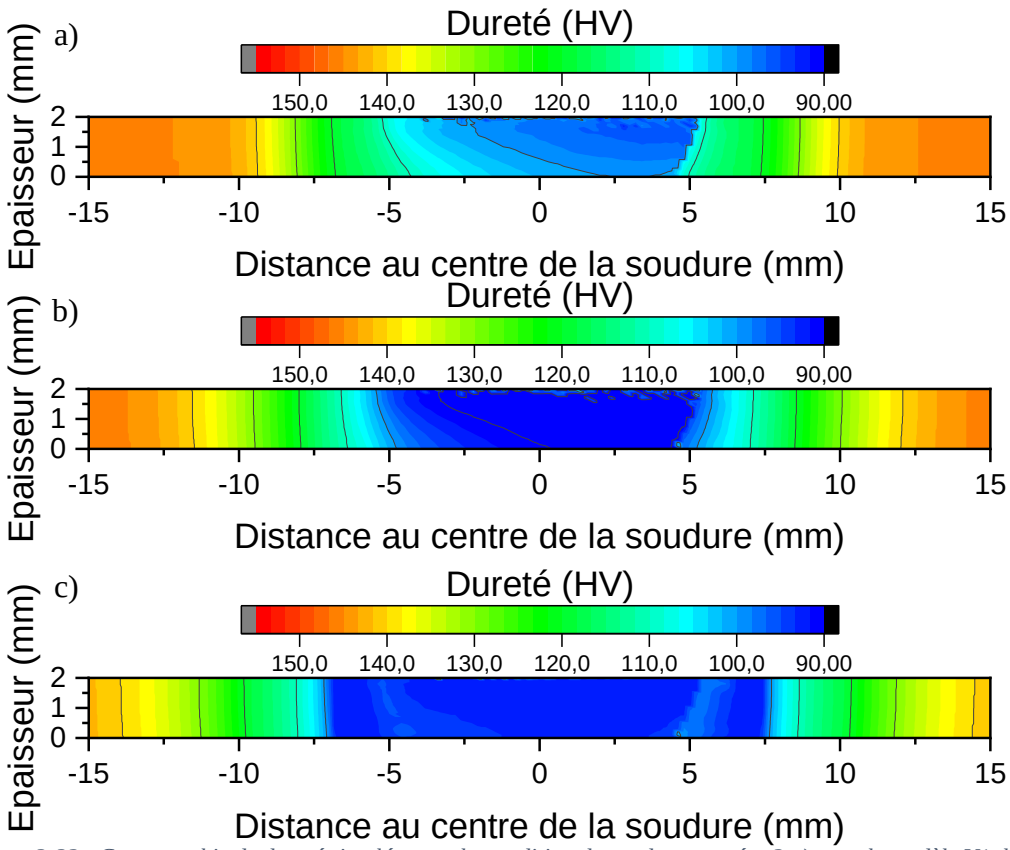


Figure 3-32 : Cartographie de dureté simulée pour la condition de soudage numéro 2 a) pour le modèle V1, b) pour le modèle V2, c) pour le modèle V3

Nous avons pu observer ici que les modèles *V1* et *V2* semblent être les plus pertinents pour simuler des cas anisothermes en machine Gleeble. Ces observations semblent également être valables pour le cas des profils de dureté dans le joint soudé avec une zone d'adoucissement lors de la réversion des zones GPB plutôt bien prise en compte. Cependant, la simulation semble plus éloignée des données expérimentales lorsque l'on se rapproche du centre du joint soudé, et ce notamment au niveau du pic de dureté expérimentale. Cet écart pourrait provenir d'un début de maturation de l'alliage entre l'essai de soudage et les mesures de dureté puisque les mesures effectuées juste après l'essai en machine Gleeble présentent des duretés bien plus faibles. L'effet de la maturation à température ambiante sur la dureté dans les joints soudés, présenté à la Figure 3-33, montre par ailleurs une forte augmentation de la dureté dans le noyau et dans la zone de réversion des co-clusters lorsque la durée de maturation passe de 24 heures à 6 semaines. Nous pouvons également constater une augmentation bien plus faible au niveau du pic de dureté signe d'une formation relativement faible de zones GPB dans cette zone durant ces 6 semaines de maturation. Il s'avère donc nécessaire de prendre en compte l'effet de la maturation post-soudage pour prédire la dureté du joint soudé mis en service.

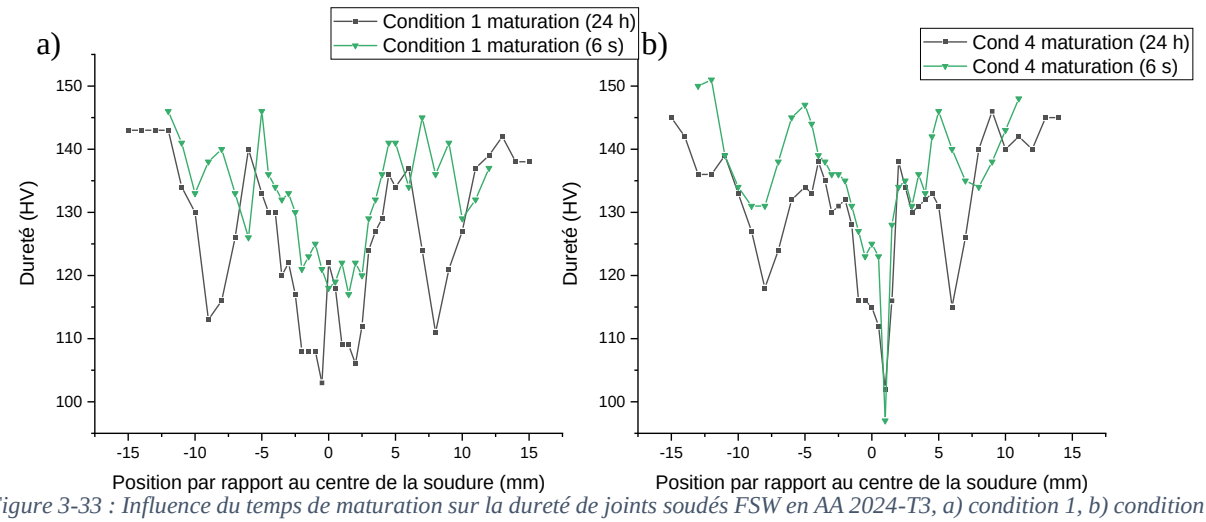


Figure 3-33 : Influence du temps de maturation sur la dureté de joints soudés FSW en AA 2024-T3, a) condition 1, b) condition 4

3.4. Présentation et étalonnage des modèles de maturation

Le chapitre 1 et la figure précédente ont démontré l'influence de la maturation sur la dureté post-soudage de cet alliage. Il est donc essentiel de prendre en compte ce phénomène. A cet effet sont utilisés des essais de traitements thermiques isothermes réalisés par [Shercliff 2005] où les mesures de dureté ont été effectuées après 3 mois de maturation. Deux modèles seront étudiés, le premier provient de la littérature [Robson 2006] et le second est un modèle phénoménologique se basant sur l'écart entre dureté simulée et dureté expérimentale. Pour ce dernier, la différence entre les mesures de [Shercliff 2005] après maturation et la simulation avant maturation est calculée. L'écart de dureté ainsi obtenu est directement lié à la quantité de zones GPB formée lors de la maturation. Il est alors possible d'étalonner un modèle pour relier cette quantité de zones GPB formée et la durée de traitement thermique.

3.4.1. Modèle de [Robson 2006]

Le modèle établi par [Robson 2006] permet de relier la quantité de zones GPB pouvant se former lors de la maturation à une fraction de précipité équivalente (X_p). Celle-ci est illustrée à la Figure 3-34 par la droite « GPZ fraction vs X_p» . La courbe en pointillé (« limiting minimum X_p vs T ») correspond à la valeur limite à l'équilibre de X_p en fonction de la température maximale atteinte pendant le cycle thermique. Cette valeur limite est calculée à l'aide du logiciel JMatPro et équivaut à la fraction X_p la plus faible possible pouvant être obtenue par dissolution uniquement à une température donnée.

D'après [Robson 2006], la quantité de zones GPB/co-clusters pouvant se former pendant la maturation est principalement dépendante de la température maximale atteinte lors du cycle thermique. Afin d'expliciter la Figure 3-34, l'exemple d'un cycle thermique ayant une température maximale de 300 °C est choisi. Pour cette température, la fraction X_p à l'équilibre est de 0,72 ce qui correspond à une quantité de zones GPB relative de 0,23. Cependant, la valeur de X_p étant dépendante du cycle thermique (cf. Tableau 3-1), il est possible d'obtenir par le calcul une valeur de X_p supérieure ou inférieure à la valeur d'équilibre. Si la valeur calculée est plus grande que la valeur à l'équilibre ($X_p > 0{,}72$), ceci signifie que l'adoucissement du matériau est uniquement dû à la dissolution. Dans ce cas, la valeur calculée de X_p sera utilisée pour déterminer la fraction relative de zones GPB (c.-à-d. si X_p calculée vaut 0,8 alors la fraction relative de zones GPB vaudra 0,18). Si la valeur calculée est inférieure à la valeur à l'équilibre ($X_p < 0{,}72$), ceci signifie que l'adoucissement du matériau est principalement dû à la coalescence. La coalescence ne permettant pas d'augmenter la teneur en élément d'addition de

la solution solide, cela ne favorisera pas la formation des zones GPB/co-clusters. Dans ce cas la valeur de X_p à l'équilibre sera utilisée pour déterminer la fraction relative de zones GPB (c.-à-d. si X_p calculé vaut 0,4 par exemple alors la fraction relative de zones GPB vaudra 0,23).

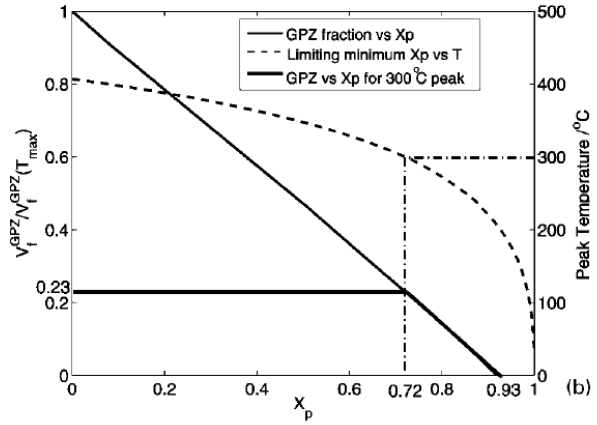


Figure 3-34 : équivalence entre la variable d'avancement Xp et la quantité relative de zones GPB, en pointillé : valeur limite de Xp en fonction de la température [Robson 2006]

Cet auteur n'a pas présenté de courbe comparant la dureté expérimentale et la dureté simulée pour un AA 2024-T3 soudé par FSW. Cependant, ce type de modèle a été utilisé pour la prédiction de dureté d'un AA 7449 soudé par FSW et permet une bonne correspondance entre la dureté simulée et la dureté expérimentale.

Le modèle décrit par [Robson 2006] pour la partie coalescence et dissolution de la phase S a également été étendu à la partie croissance de la phase S en supprimant la limite à l'équilibre dans ce domaine. Le calcul de cette limite à l'équilibre dans la partie coalescence et dissolution de S est issu des travaux de [Robson 2006]. De même le calcul de la quantité de zones GPB formée lors de la maturation est issu des travaux de cet auteur. Le terme X_{GPB} a été ajouté à cette équation afin de prendre en compte la présence de zones GPB préexistantes, notamment dans la partie croissance de la phase S, qui limitera la quantité de zones GPB pouvant être formée dans le matériau. Il est à noter que lorsque l'on se situe dans le domaine de coalescence et dissolution des phases S, la valeur de X_{GPB} est nulle et nous retrouvons alors exactement l'équation proposée par [Robson 2006]. Enfin, le calcul de la dureté provenant des zones GPB est modifié pour prendre en compte la quantité de zones GPB formées lors de la maturation (cf. Tableau 3-10).

Tableau 3-10 : Équations utilisées pour simuler la maturation par le modèle de [Robson 2006]

	$X_c \leq 1$	$X_p \leq 1$
Limite à l'équilibre (X_{lim})	/	$\frac{110{,}7 - \exp\left(\frac{T_{max}}{86{,}3}\right)}{108{,}4}$
Zones GPB formées lors de la maturation (X_{MAT})	$1 - 1{,}07 \times X_c - X_{GPB}$	$1 - 1{,}07 \times max(X_p, X_{lim}) - X_{GPB}$
Dureté des zones GPB (Hv_{GPB})	$(X_{GPB} + X_{MAT}) \times \left(H_{v_{maxGPB}} - H_{v_{minGPB}}\right) + H_{v_{minGPB}}$	

La simulation de la dureté après maturation pour le premier modèle *V1* étalonné uniquement avec les mesures de [Shercliff 2005] est présentée à la Figure 3-35. On constate alors que le modèle est très loin des données expérimentales. De plus, le comportement simulé au niveau de la quantité maximale de phase S est assez étrange avec la formation assez nette d'une bosse

de dureté de faible amplitude non observable dans les données expérimentales. Celle-ci est liée au facteur 1,07 décrit au Tableau 3-10 qui empêche la maturation dans une zone autour du pic de dureté. Pour le cas à 250 °C, on peut observer que la dureté simulée est constante due à une formation de zones GPB simulée pendant la maturation importante quelle que soit la durée de maintien à 250 °C d'après le modèle de [Robson 2006]. Les résultats de ce modèle ne semblent donc pas être en accord avec les mesures de [Shercliff 2005] ce qui nécessiterait de réviser cette partie du modèle.

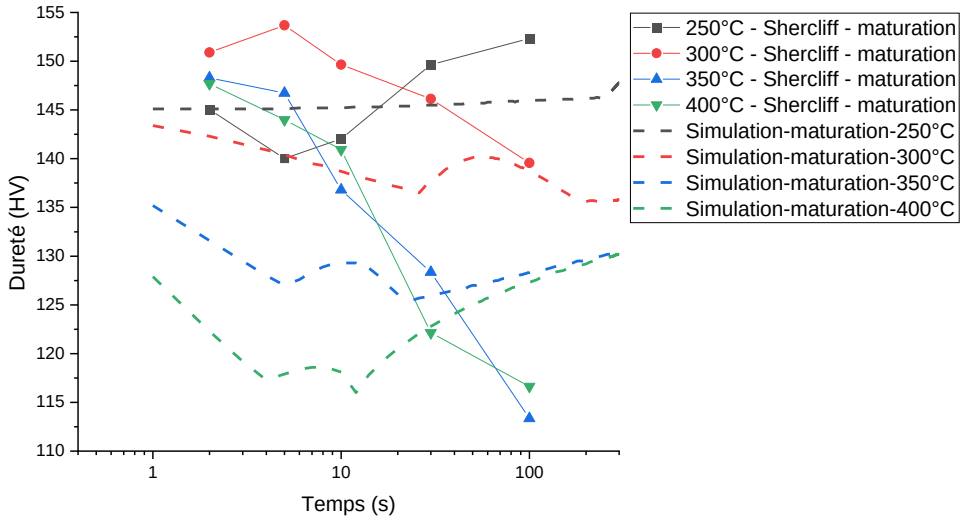


Figure 3-35 : Comparaison de l'évolution de dureté de l'alliage 2024-T3 en fonction du temps de traitement thermique après maturation entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et le premier modèle

Pour la deuxième version *V2* du modèle étalonné cette fois avec les mesures de résistivité électrique et les données issues des essais complémentaires aux temps courts en machine Gleeble, le modèle ne semble pas non plus permettre de simuler les évolutions de dureté observées par la bibliographie. Les résultats de la simulation présentent un plateau de dureté jusqu'au début de la précipitation de la phase S. Lors de cette phase, la dureté simulée chute drastiquement due à une diminution de la quantité de zones GPB formée. Nous retrouvons ensuite une bosse de dureté simulée comme précédemment avant une nouvelle augmentation de la dureté simulée.

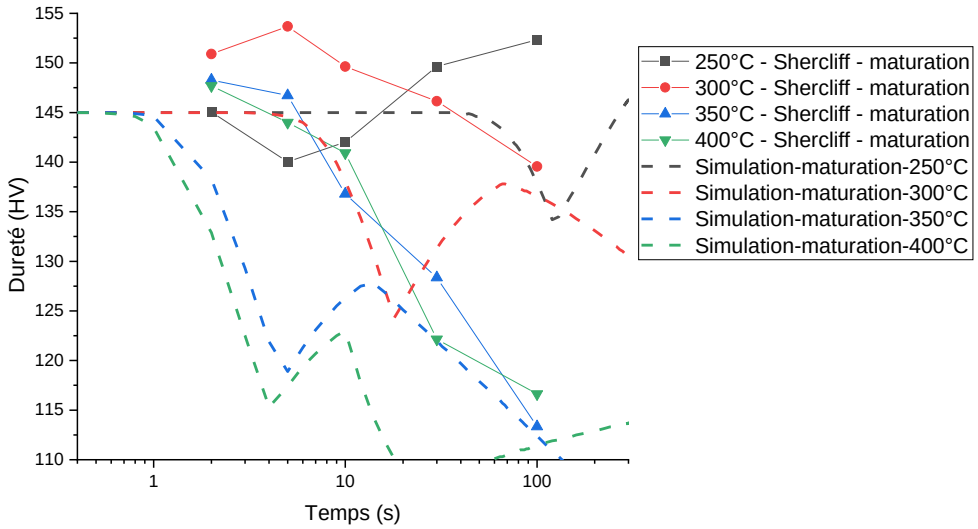


Figure 3-36 : Comparaison de l'évolution de dureté en fonction du temps de traitement thermique après maturation entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et le second modèle

Ce modèle de Robson a également été appliqué sur notre modèle hybride *V3* pour prendre en compte la maturation. De nouveau les résultats ne semblent pas correspondre avec les mesures de [Shercliff 2005] pour les températures de 250 et 300 °C. La simulation semble toutefois plus proche pour les températures élevées et notamment à 350 °C. Comme précédemment, nous pouvons observer une transition entre la partie croissance et coalescence / dissolution de la phase S qui est fortement marquée et une bosse assez marquée peut également être constatée pour les températures les plus basses. Ce modèle ne semble donc pas applicable sur un alliage à l'état T3 présentant un comportement complexe lors de la maturation notamment dans le domaine de croissance de la phase S.

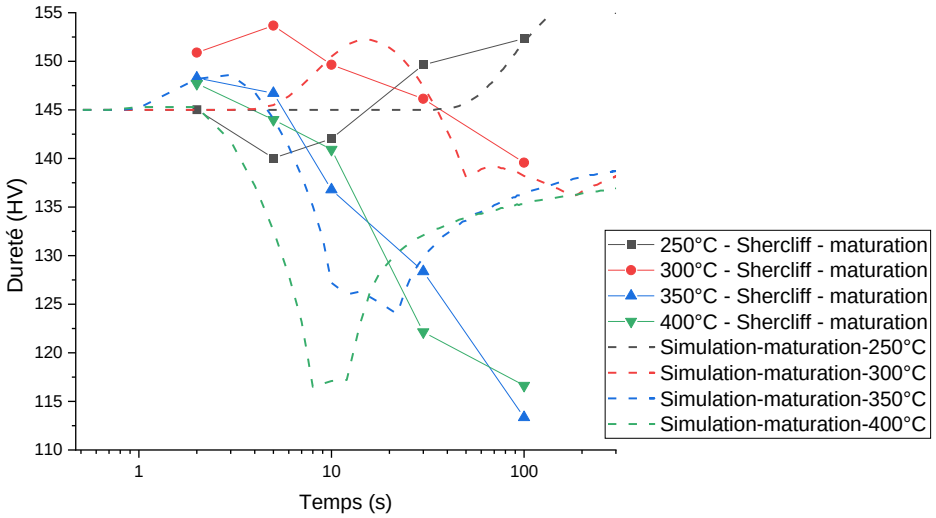


Figure 3-37 : Comparaison de l'évolution de dureté en fonction du temps de traitement thermique après maturation entre les données expérimentales de [Shercliff 2005] et le troisième modèle

3.4.2. Modèle phénoménologique

Comme nous avons pu le constater précédemment, le modèle de [Robson 2006] ne semble pas être pertinent dans le domaine de précipitation de la phase S. Ceci nous a amenés à considérer un autre modèle pour simuler l'évolution de dureté lors de la maturation dans le domaine de réversion des zones GPB et de précipitation de la phase S. Pour la partie coalescence / dissolution de la phase S, le modèle décrit initialement par [Robson 2006] sera conservé puisque celui-ci est initialement prévu pour ce domaine.

Pour commencer, le modèle de Myhr et Grong / Hersent *V1* étalonné sur les mesures de dureté de [Shercliff 2005] a été utilisé. La Figure 3-38 représente en ligne continue la quantité de zones GPB formée lors de la maturation pour que la simulation atteigne la dureté mesurée par [Shercliff 2005]. Nous pouvons alors constater une quantité maximale de zones GPB formée pour un temps de précipitation relatif *t/tc* d'environ 0,08. De plus cette quantité semble dépendre de la température du traitement thermique. Une dépendance linéaire entre la température de traitement thermique et la quantité de zones GPB formée a été établie pour les points situés à *t/tc = 0,15*. Dans un second temps une fonction d'ordre 2 a été étalonnée afin de correspondre au mieux aux évolutions en ligne continue. Les résultats de la simulation présentés en ligne discontinue s'avèrent assez proches pour des temps de traitement thermique relatifs courts (inférieurs à 0,1). Cette simulation tend à sous-estimer la quantité de zones GPB formée lorsque l'on se rapproche de *t/tc = 1* avec une quantité de zones GPB nulle dans la simulation à partir de *t/tc = 0,6*. Ensuite, une forte augmentation peut être observée dans le domaine de coalescence / dissolution de la phase S (*t/tc > 1*) correspondant au modèle de [Robson 2006].

$$\frac{t}{t_c} < 1 \qquad \bar{X}_{MAT} = -0{,}179 - 0{,}88 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right) - 0{,}355 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 \qquad 3\text{-}41$$

$$X_{MAT} = (0{,}005 \times T - 0{,}317) \times \bar{X}_{MAT} \qquad 3\text{-}42$$

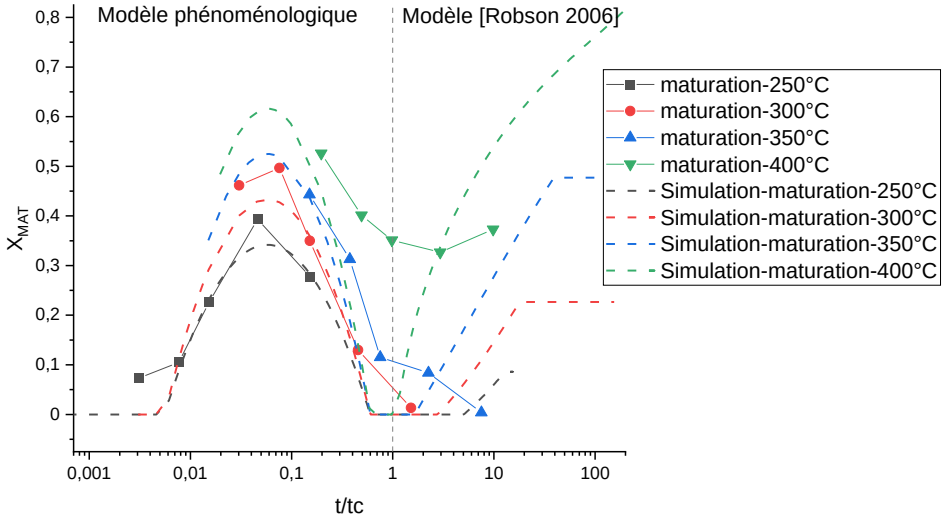


Figure 3-38 : Evolution de la fraction de zones GBP après maturation avec le temps relatif de traitement thermique : comparaison modèle V1 et expérimental [Shercliff 2005]

La dureté simulée après maturation est présentée à la Figure 3-39, cette nouvelle version semble fortement améliorer la simulation avec des courbes simulées et expérimentales bien plus proches. Cependant, quelques creux et bosses peuvent toujours être visibles. Ceux-ci ne semblent pas pertinents et proviennent principalement de la transition entre le modèle phénoménologique et le modèle de [Robson 2006], ce dernier empêchant la formation de zones GPB lorsque la quantité de phase S est proche du maximum. Nous pouvons également noter que la simulation semble fortement sous-estimer la dureté pour une température de 400 °C avec une durée de traitement thermique de 10 secondes. Enfin, aux temps longs la simulation par le modèle de [Robson 2006] paraît toujours discutable notamment pour les températures de 350 et 400 °C.

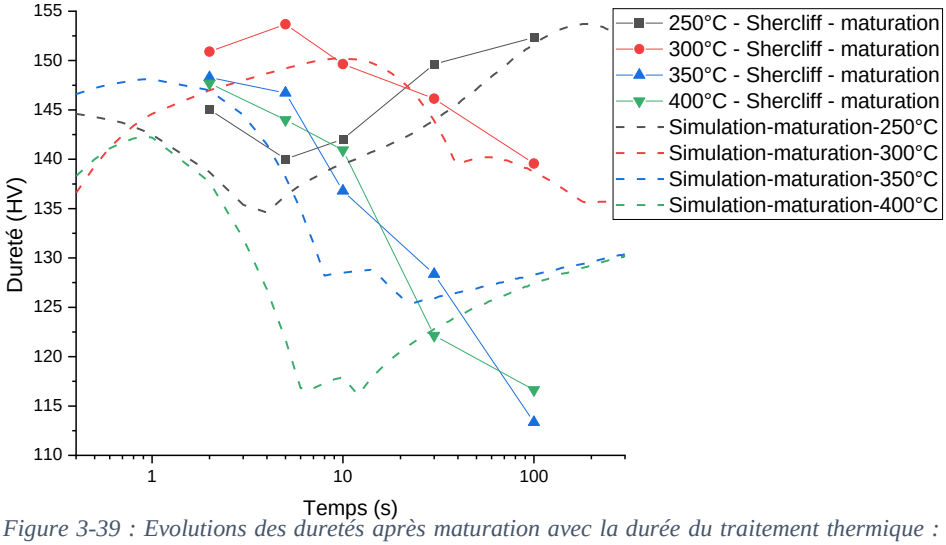


Figure 3-39 : Evolutions des duretés après maturation avec la durée du traitement thermique : comparaison modèle V1 et expérimental [Shercliff 2005]

La même méthodologie a été appliquée au modèle de Myhr & Grong / Hersent *V2* étalonné avec les essais complémentaires. Contrairement au cas précédent, la quantité de zones GPB

formée lors de la maturation ne semble pas dépendre de la température. Cette différence provient très certainement du fait que la dureté maximale provenant de la phase S est constante dans cette version du modèle ce qui n'était pas le cas précédemment. Afin de simuler au mieux les phénomènes observés, la simulation sera scindée en deux au niveau du pic situé à $t/t_c = 0{,}03$. Pour la partie avant ce pic, le point arbitrairement défini précédemment à $t/t_c = 1^{E-8}$ (cf. Figure 3-19) a été réutilisé afin d'empêcher la maturation lorsqu'il n'y a pas de réversion de simulée. Ainsi, une forme d'équation en exponentiel a été choisie pour correspondre au mieux aux données dans cette partie. Une équation d'ordre 3 permet de simuler la partie au-delà du pic jusqu'à la fin de la précipitation simulée. Il est également à noter que la quantité de zones GPB pouvant être présente dans le matériau ($X_{GPB} + X_{MAT}$) est limitée à 1 afin de ne pas avoir plus de zones GPB que le matériau à l'état T3. Le modèle établi ici semble plutôt bien correspondre aux données de la littérature dans la partie croissance de la phase S avec tout de même une sous-estimation du pic dû à la limitation de la quantité de zones GPB pouvant être présente (cf. Figure 3-40).

$$\frac{t}{t_c} < 0{,}03 \qquad X_{MAT} = 2{,}882 \times exp\left(0{,}702 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)\right) \qquad 3\text{-}43$$

$$\frac{t}{t_c} > 0{,}03 \qquad X_{MAT} = \left(0{,}002 - 2{,}041 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right) - 1{,}26 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 - 0{,}225 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)^3\right) \qquad 3\text{-}44$$

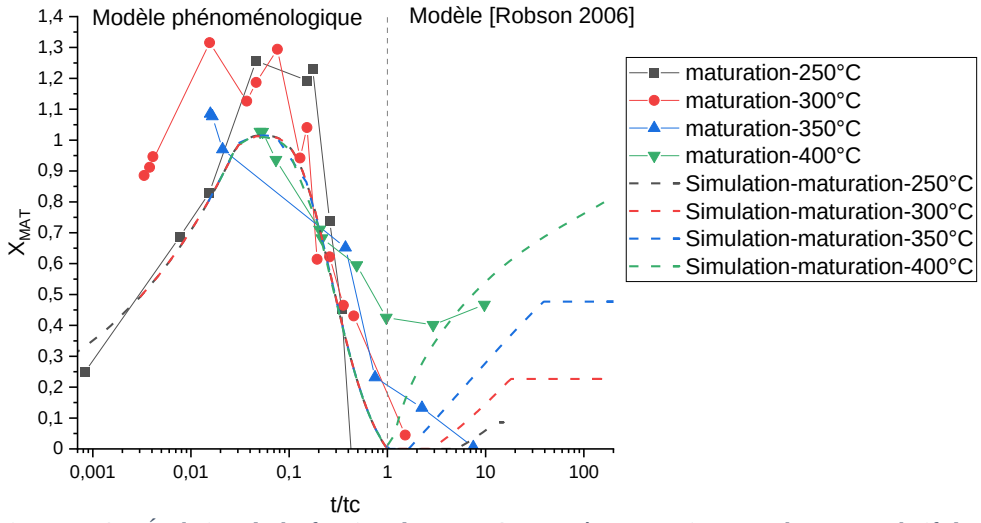


Figure 3-40 : Évolution de la fraction de zones GPB après maturation avec le temps relatif de traitement thermique : comparaison modèle V2 et expérimental [Shercliff 2005]

La comparaison entre les résultats du modèle *V2* et les données expérimentales issues de [Shercliff 2005] et des essais complémentaires (où la dureté après maturation de 2 mois a été caractérisée) est présentée ci-dessous. La dureté simulée semble alors assez proche des données expérimentales pour les températures de 250 et 350 °C. Pour une température de 300 °C, l'écart semble plus important avec une sous-estimation de la dureté assez importante au temps court (jusqu'à 2-3 secondes de traitement thermique) puis une surestimation autour des 20 secondes de traitement thermique. Pour la température de 400 °C, la dureté aux temps les plus courts est bien respectée, mais le modèle semble surestimer la dureté dans la gamme de temps entre 1 et 5 secondes de traitement thermique. Pour des durées plus importantes, le modèle semble alors sous-estimer la dureté expérimentale. Comme précédemment, nous pouvons noter un

changement de pente marqué au moment de la transition entre le modèle phénoménologique et le modèle de [Robson 2006].

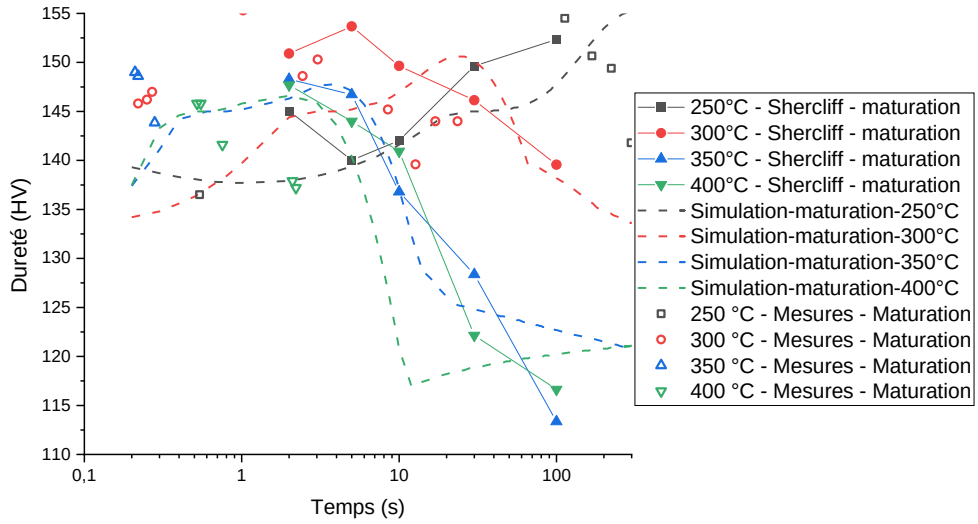


Figure 3-41 : Evolutions des duretés après maturation avec la durée du traitement thermique : comparaison modèle V2 et expérimental [Shercliff 2005]

Pour terminer, la maturation post-traitement thermique a été étalonnée pour le modèle hybride *V3* Yan / Myhr / Hersent. Cet étalonnage a été mené dans la partie précipitation de la phase S. En effet, pour la partie coalescence / dissolution de la phase S, comme le modèle de Myhr et Grong a été conservé, la fraction de phase S (f_s) est considérée comme constante impliquant que la baisse de dureté simulée est uniquement due à la coalescence de cette phase. Cette hypothèse est discutable notamment pour le cas de traitement thermique long à haute température, mais ceci ne sera pas le cas pendant le soudage ce qui devrait limiter les erreurs de simulation. Cette hypothèse entraîne une fraction de zones GPB formée lors de la maturation qui est constante dans le domaine de coalescence/dissolution. Comme pour les modèles précédents, la différence entre les mesures de dureté de [Shercliff 2005] après maturation et la simulation avant maturation a permis de déterminer la quantité de zones GPB formée lors de la maturation en fonction du temps de traitement thermique. Le modèle de [Yan 2006] nous permet de déterminer la quantité maximale de zones GPB pouvant être formée pendant la maturation en tenant compte de la composition de l'alliage (cf. équation 3-33, 3-34) et la quantité maximale de zones GPB pouvant être formée à température ambiante (cf. équation 3-31). La fraction équivalente de maturation ainsi calculée à l'équation 3-45 est comparée aux données expérimentales disponibles. Nous pouvons alors constater que la simulation tend à surestimer la quantité de zones GPB formée lorsque les temps de maintien sont très courts (t/tc < 0,01) et lorsque les temps de maintien sont importants (t/tc > 1) (cf. Figure 3-42). Pour la partie au niveau du maximum de zones GPB formées (t/tc ≈ 0,1), nous pouvons observer que les valeurs expérimentales semblent être supérieures aux valeurs simulées. Comme cette simulation correspond à la quantité maximale théorique de zones GPB pouvant être formée, il ne sera pas possible d'augmenter les valeurs simulées dans ce domaine et donc se rapprocher des données expérimentales.

$$f_{mat} = min\begin{Bmatrix} x_0^{cl} - f_{cl} \\ \left(C_{eff}^{Cu} - \frac{f_S}{4} - \frac{3f_{cl}}{10}\right) \times \frac{10}{3} \end{Bmatrix} \quad 3\text{-}45$$

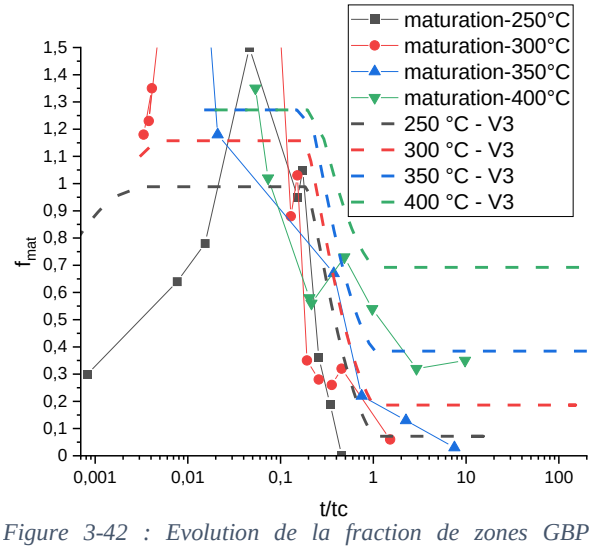


Figure 3-42 : Evolution de la fraction de zones GBP après maturation avec le temps relatif de traitement thermique : comparaison modèle V3 et expérimental [Shercliff 2005]

Afin de pouvoir faire correspondre au mieux les données cibles aux données issues de la simulation réalisées par l'équation 3-45, il est nécessaire de tracer l'évolution du rapport entre ces deux données pour les quatre températures étudiées (cf. Figure 3-43 a)). Les évolutions mises ainsi en avant s'avèrent alors assez complexes avec une évolution lente jusqu'au maximum situé à $t/tc \approx 0{,}02$ suivi d'une diminution à partir de $t/tc \approx 0{,}1$ jusqu'à un minimum atteint pour $t/tc = 1$. Il est à noter que cette partie diminution semble dépendre de la température de traitement thermique et que cette dépendance ne sera pas prise en compte ici.

Pour simplifier la simulation, celle-ci sera découpée en trois temps, un pour $t/tc < 0{,}02$, un pour $t/tc < 0{,}9$ et un pour $t/tc > 0{,}9$ (équations 3-46, 3-47, 3-48). Pour la première partie, une forme exponentielle a été choisie pour pouvoir simuler une évolution lente de la maturation notamment lorsque les temps de traitement thermique sont très courts. Pour la seconde partie, un polynôme d'ordre 3 semble être le meilleur choix pour correspondre au comportement complexe des données cibles. Enfin, pour la dernière partie, la valeur minimale obtenue par le polynôme d'ordre 3 sera conservée comme constante afin de simuler un durcissement constant dans la partie coalescence / dissolution de la phase S. Les résultats de la simulation semblent alors suivre la tendance observée à la Figure 3-43 a). Ceci se confirme à la Figure 3-43 b) avec une simulation de la maturation proche des données expérimentales sauf au niveau du maximum comme évoqué précédemment. La simulation pour des valeurs de $t/tc > 1$ semble également discutable avec une sous-estimation pour la température de 400 °C et une surestimation pour les autres températures. Il serait donc nécessaire de réaliser des essais complémentaires dans ce domaine pour valider la simulation mise en place ici.

$$\frac{t}{t_c} < 0{,}02 \qquad f_{mat-2} = 3{,}08 \times exp\left(0{,}701 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)\right) \times f_{mat} \qquad 3\text{-}46$$

$$0{,}9 > \frac{t}{t_c} > 0{,}02 \qquad f_{mat-2} = \left(0{,}295 + 0{,}117 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right) + 1{,}201 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)^2 + 0{,}536 \times \log\left(\frac{t}{t_c}\right)^3\right) \times f_{mat} \qquad 3\text{-}47$$

$$\frac{t}{t_c} > 0{,}9 \qquad f_{mat-2} = 0{,}2924 \times f_{mat} \qquad 3\text{-}48$$

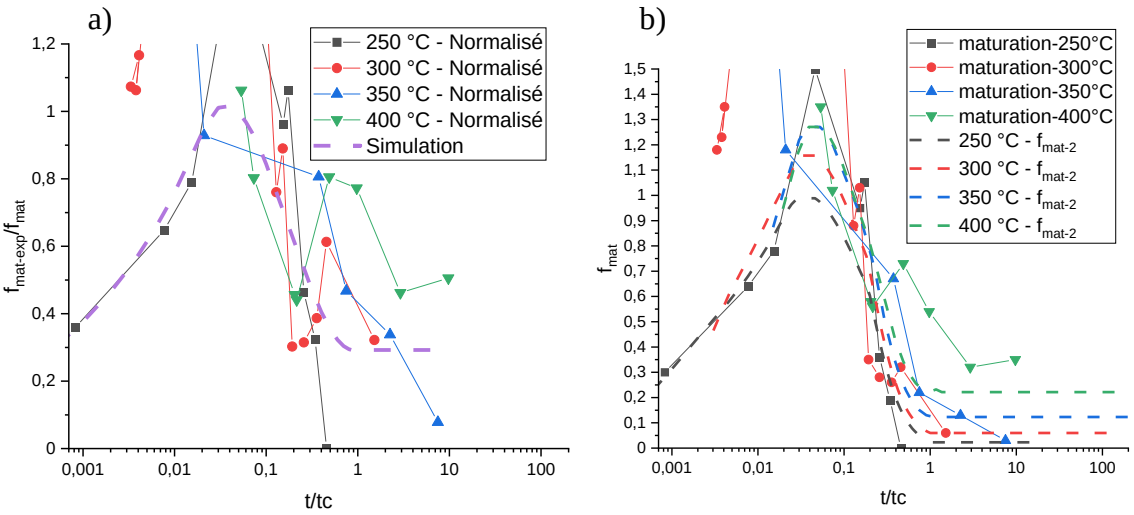


Figure 3-43 : a) Évolution du rapport entre les données cible et la simulation par les équations 3-46, 3-47 et 3-48 en fonction de t/tc, b) Comparaison entre l'évolution de la quantité de maturation nécessaire pour atteindre les données de [Shercliff 2005] et la simulation par les équations 3-46, 3-47 et 3-48

La comparaison entre les données expérimentales issues de [Shercliff 2005] et des essais complémentaires et la simulation réalisée après maturation à l'aide du modèle *V3* est présentée à la Figure 3-44. Nous pouvons alors observer que la simulation est globalement proche des données expérimentales pour les températures de 250, 350 et 400 °C. Pour la température de 300 °C, les écarts sont plus importants notamment à des temps de traitement thermique inférieurs à 10 secondes avec une sous-estimation relativement importante de la dureté expérimentale. Pour la température de 400 °C, la simulation est proche des données expérimentales issues de nos manipulations, mais sous-estime les données de [Shercliff 2005] pour des temps de traitement thermique de 5 et 10 secondes. La discussion sur la pertinence des mesures pour des durées de temps de traitement thermique de 2 secondes a déjà été menée. Cependant, aux vues des résultats, les points à 5 et 10 secondes de traitement thermique pour une température de 400 °C semblent également présenter un niveau de dureté discutable par rapport aux mesures réalisées dans cette thèse. Nous pouvons également noter que le modèle simule deux pics de durcissement qui n'ont pas été observés avec les données expérimentales.

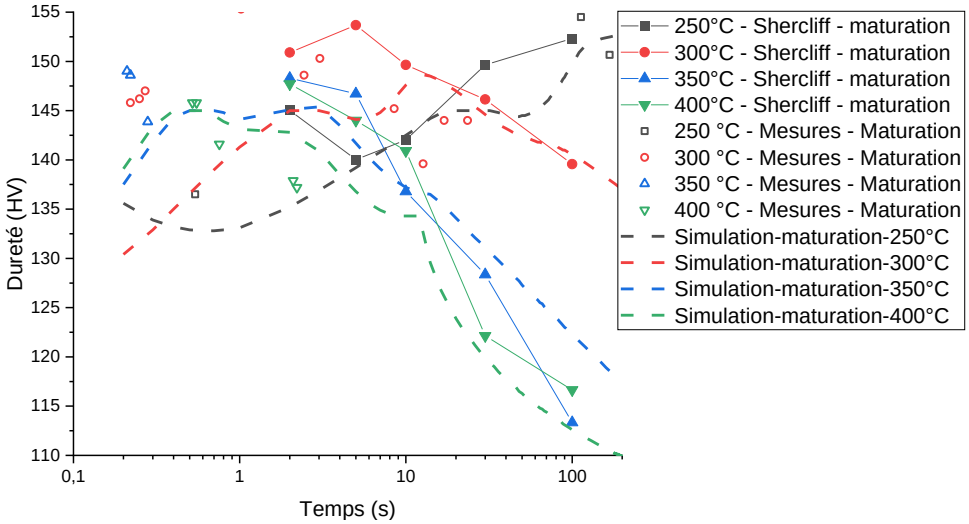


Figure 3-44 : Comparaison entre la simulation avec le modèle V3 et les mesures de [Shercliff 2005] pour différents traitements thermiques suivis d'une maturation à température ambiante

3.5. Simulation d'essais anisothermes et du soudage FSW après maturation

3.5.1. Essais anisothermes

Les trois modèles établis précédemment ont été confrontés aux duretés expérimentales mesurées après l'histoire thermique en machine Gleeble et deux mois de maturation à température ambiante. Pour compléter l'analyse, les profils de dureté mesurés sur les joints soudés après deux mois de maturation sont également présentés. Nous pouvons constater que les mesures issues des essais en machine Gleeble sont très proches de celles effectuées sur les joints soudés sauf pour les points situés à 9 mm du joint soudé. La dureté mesurée sur les échantillons issus des essais en machine Gleeble semble alors plus importante d'environ 10 HV.

Concernant la simulation, nous pouvons observer que les résultats issus des trois modèles semblent très proches des mesures expérimentales sur joint soudé pour les deux conditions de soudage. Seul le modèle *V3* proche du noyau soudé pour la condition 1 et le modèle *V1* loin du joint soudé semblent surestimer la dureté expérimentale d'environ 5 à 10 HV. La dureté simulée par les trois modèles est plus faible que la dureté expérimentale issue des essais en machine Gleeble à 9 mm du joint soudé. Cependant, cette sous-estimation permet de mieux correspondre aux mesures sur joint soudé ce qui semble valider l'étalonnage des modèles présentés ici.

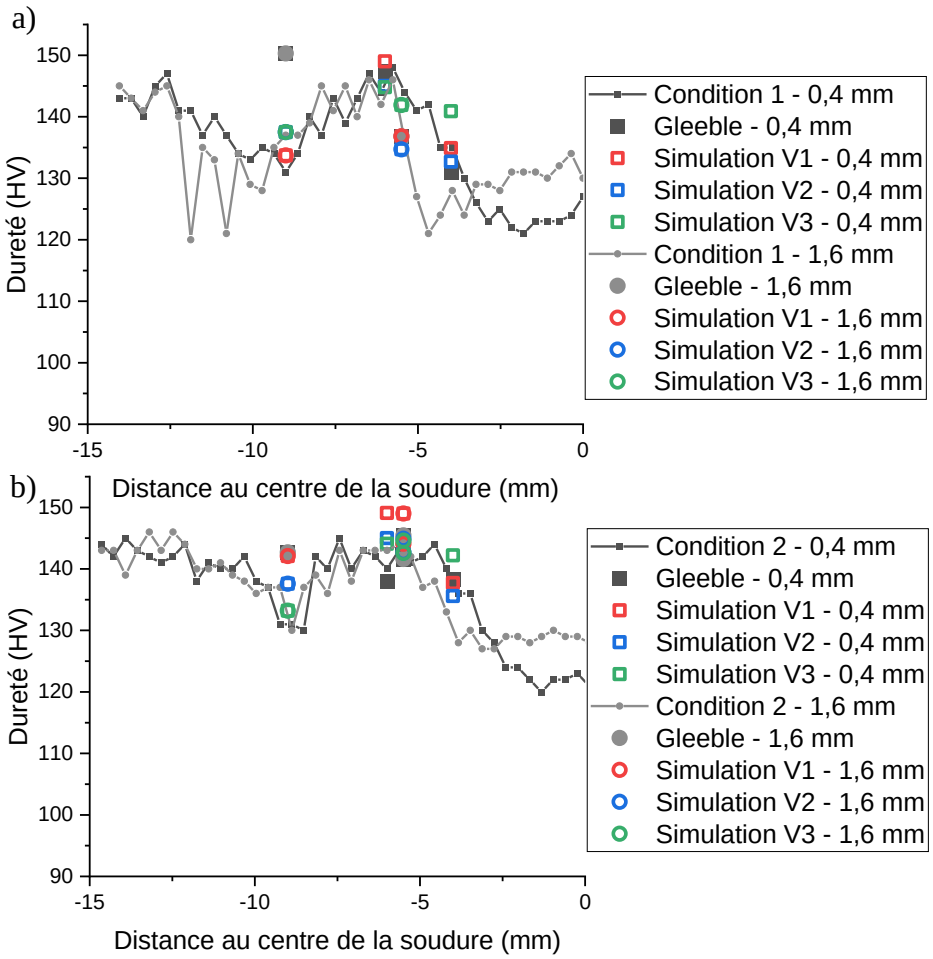


Figure 3-45 : Comparaison entre la dureté expérimentale mesurée sur joints soudés et sur les échantillons cyclés en machines de Gleeble et la dureté simulée par les trois modèles après maturation a) pour la condition 1, b) pour la condition 2

À première vue, les trois modèles après maturation semblent cohérents avec les données expérimentales présentées ici. Le modèle *V2* semble être le plus pertinent, mais il est nécessaire de confronter les modèles présentés à d'autres cas de soudage FSW pour valider la pertinence de ces modèles. Pour cela, la comparaison sera effectuée entre les mesures effectuées sur les joints soudés et la simulation obtenue pour les différents modèles aux emplacements des thermocouples. De plus, grâce à la simulation thermomécanique présentée au chapitre précédent, il est également possible d'étendre l'application du modèle métallurgique et ainsi de simuler des cartographies de dureté. Dans un second temps, les modèles seront appliqués à quelques cas de la littérature afin d'étudier la robustesse de ceux-ci. Toutefois, les cycles thermiques présentés par ces auteurs n'étant disponibles qu'en quelques points bien précis, nous ne serons pas à même de critiquer la pertinence des modèles sur l'ensemble du joint soudé.

3.5.2. Soudage FSW

3.5.2.1. Essais de soudage en conditions 1 et 2

Les profils de dureté expérimentaux mesurés en bas du joint soudé (0,3 mm de la face inférieure) après une maturation de deux mois sont présentés pour les deux conditions de soudage. Cette position dans l'épaisseur a été choisie, car elle permet d'utiliser les thermogrammes expérimentaux issus des campagnes de soudage présentés à la partie 2.2 pour simuler la dureté avec les trois modèles. Enfin, les profils de dureté calculés par chacun des trois modèles en utilisant les thermogrammes simulés par le modèle thermomécanique présenté à la partie 2.3 ont également été réalisés pour les deux conditions de soudage.

Pour commencer, la simulation réalisée en utilisant les thermogrammes expérimentaux représentés par les carrés est présentée sur la Figure 3-46. Les résultats obtenus à l'aide des trois modèles semblent très proches des duretés expérimentales et notamment le modèle *V2* qui se superpose aux mesures. Pour le modèle *V1*, la chute de dureté lorsque l'on se situe proche du noyau semble bien prise en compte, mais la dureté au niveau du pic semble légèrement surestimée notamment pour la condition de soudage numéro 2. Le modèle *V3* semble bien simuler le pic de dureté, mais la chute de dureté dans la zone de coalescence / dissolution de la phase S semble être surestimée d'environ 5 HV dans cette zone.

La dureté calculée en utilisant les thermogrammes simulés présente un comportement similaire aux duretés expérimentales dans la ZAT du côté RS pour les modèles *V1* et *V2*. Il est à noter que le creux de dureté simulé dans la zone de réversion est plus étroit et que l'amplitude du creux est plus importante pour le modèle *V1*. Pour le modèle *V3*, la position du creux de dureté semble légèrement décalée par rapport aux mesures effectuées. La zone de dureté maximale côté RS est bien située pour les trois modèles, mais le modèle *V1* surestime légèrement la dureté notamment pour la condition de soudage numéro 2. La dureté au niveau du noyau soudé est fortement surestimée par les trois modèles présentés ici avec un écart d'environ 20 HV. Nous pouvons également noter pour les modèles *V1* et *V2* un écart important pour le point situé à -4 mm du centre entre les simulations réalisées avec le thermogramme expérimental et la simulation réalisée avec le thermogramme simulé. Enfin, du côté AS, la simulation de la dureté semble décalée par rapport aux données expérimentales ce qui provient certainement de l'écart entre les thermogrammes expérimentaux et simulés de ce côté du joint soudé comme discuté précédemment.

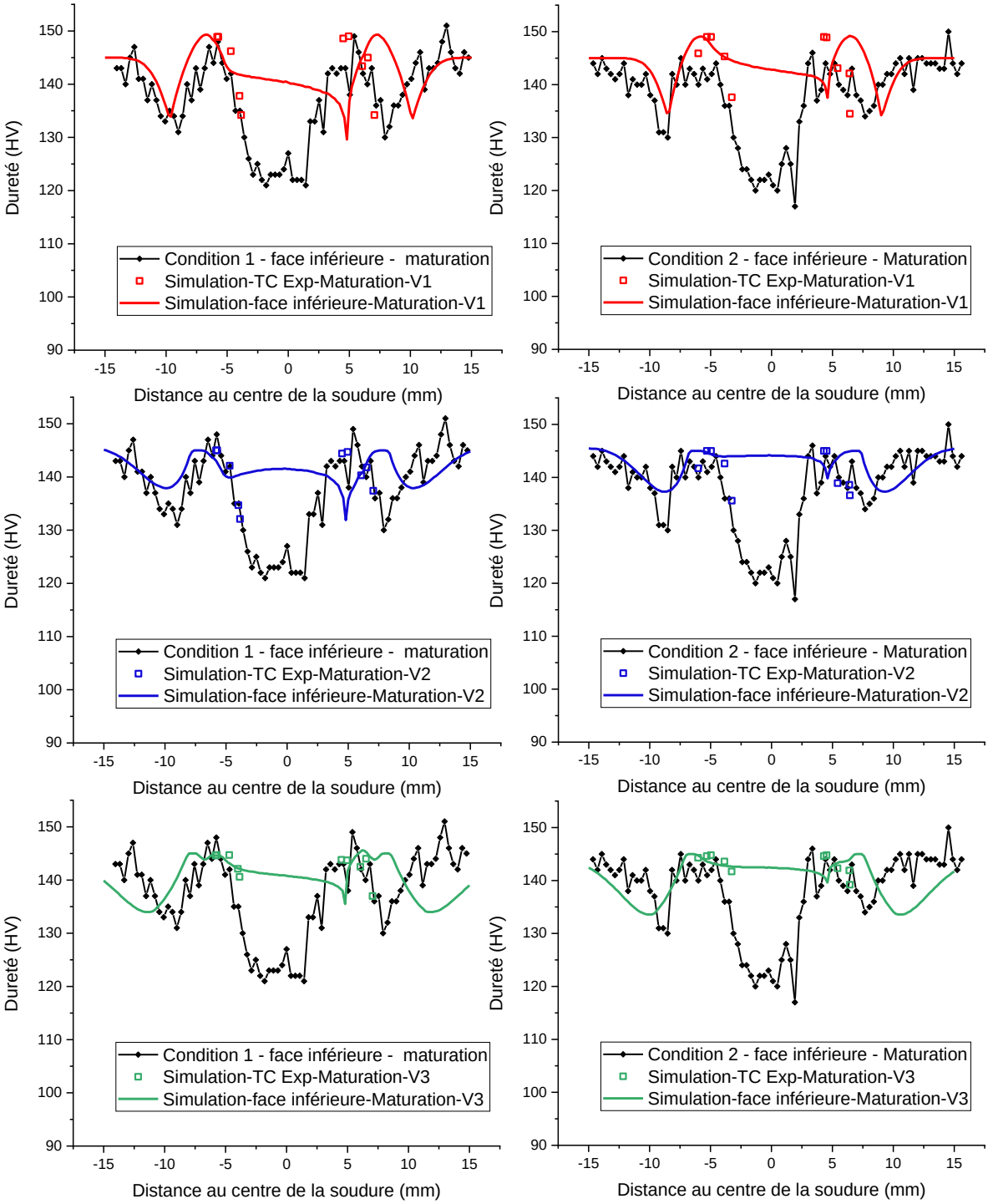


Figure 3-46 : Comparaison entre les profils de dureté mesurés sur le joint soudé de l'alliage 2024-T3 et les simulations réalisées par les trois modèles en utilisant les thermogrammes expérimentaux et les thermogrammes simulés, condition de soudage 1 (gauche) et condition de soudage 2 (droite)

Pour expliquer les évolutions de dureté simulée, les profils de fraction relative de zones GPB et de phase S après maturation calculés par le modèle *V2* en utilisant les thermogrammes simulés à 0,3 mm du bas de la tôle sont tracés à la Figure 3-47. Nous pouvons alors constater une forte diminution de la quantité de zones GPB simulée responsable de l'adoucissement

observé précédemment à une distance au centre de la soudure de 12,5 mm. La quantité de zones GPB simulée augmente ensuite pour atteindre un maximum à environ 7,5 mm de distance de l'axe de soudage correspondant à la zone du pic de dureté simulée. Au-delà, la précipitation de la phase S commence et la quantité de zones GPB simulée diminue ce qui entraîne un adoucissement du matériau. Dans le noyau soudé, la quantité de phases S simulée est plus faible due à une température plus élevée dans cette zone. Ceci entraîne une augmentation de la quantité de zones GPB présente dans le matériau et donc une augmentation de la dureté simulée. Le comportement est similaire pour la condition de soudage numéro 2 avec tout de même une quantité de phases S simulée bien plus faible puisque le temps passé à haute température est plus court pour cette condition de soudage comme nous avons pu l'observer à la partie 2.2.3.

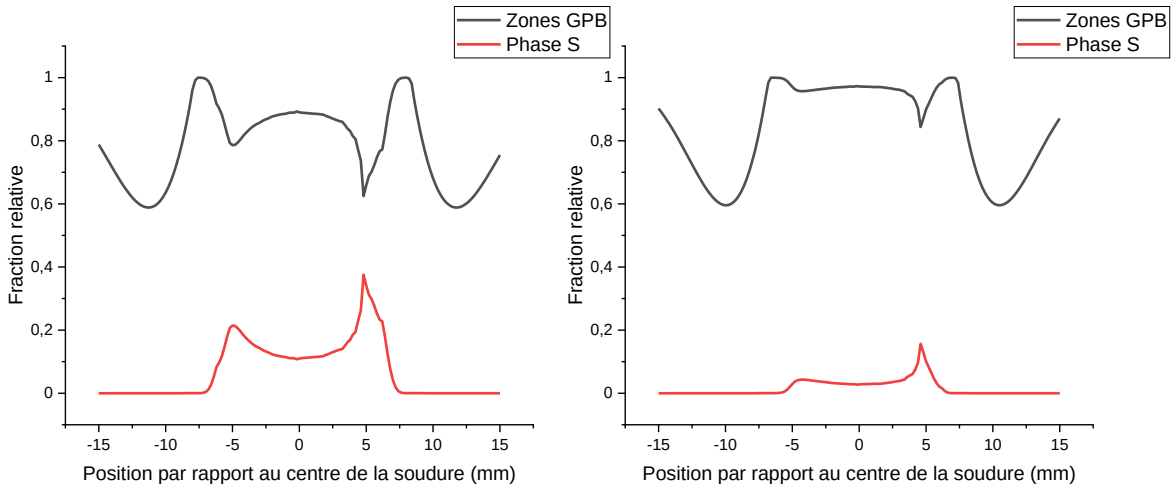


Figure 3-47 : Profils de fraction relative de zones GPB et de phase S calculés en utilisant les thermogrammes simulés, condition de soudage 1 (gauche) et condition de soudage 2 (droite)

Suite aux constatations précédentes, une comparaison est effectuée entre les résultats des simulations avec les modèles *V2* et *V3* réalisées en utilisant le thermogramme expérimental situé à 4 mm du centre et celles utilisant le thermogramme simulé situé lui aussi à -4 mm du centre. La Figure 3-48 présente les résultats de la simulation concernant les évolutions de fractions relatives de zones GPB et de phase S ainsi que les contributions respectives de ces phases à la dureté. La maturation est simulée à la fin de l'histoire thermique définie ici à partir de 20 secondes et sera immédiatement considérée comme totale pour faciliter la lecture. Il est à noter que pour le modèle *V3*, l'évolution présentée est en MPa afin de pouvoir présenter les différentes contributions et notamment celle de la solution solide.

L'analyse des résultats indique que la réversion des zones GPB a lieu lors de l'augmentation de la température. Celle-ci est très bien simulée par le modèle thermomécanique et les deux courbes de réversion simulée sont donc parfaitement superposées. La précipitation de la phase S commence à être observable peu avant 10 secondes de traitement thermique dans le domaine où la température est proche de sa valeur maximale. Cependant, la durée de précipitation de la phase S en utilisant le thermogramme simulé est plus courte ce qui entraîne un écart entre les deux simulations à partir de 10,5 secondes. Le temps passé à haute température pour le thermogramme simulé s'avère plus faible que pour le thermogramme expérimental ce qui entraîne cet écart de fraction relative de phase S. Ainsi, après refroidissement, la quantité de phase S calculée en utilisant le thermogramme simulé est plus faible et donc la dureté est elle aussi plus faible puisque la quantité de zones GPB simulée est nulle dans les deux cas. La faible quantité de phase S va permettre une formation importante de zones GPB lors de la maturation (simulée ici à partir de 20 secondes) ce qui va entraîner une très forte augmentation de la dureté.

Cette augmentation de la dureté s'avère plus importante que la baisse de dureté liée à la diminution de la quantité de phase S ce qui mène à une dureté globale plus importante pour le thermogramme simulé. Ces observations sont également valables pour le cas du modèle *V3* présenté à la Figure 3-48 à droite. Cependant, l'écart de limite d'élasticité engendré s'avère relativement faible, le faible durcissement provenant de la phase S étant compensé par la forte dureté provenant des zones GPB. Dans ce dernier cas, les duretés calculées après maturation sont similaires que ce soit en utilisant les enregistrements des thermocouples expérimentaux ou les thermogrammes simulés comme cela a été observé sur la Figure 3-46.

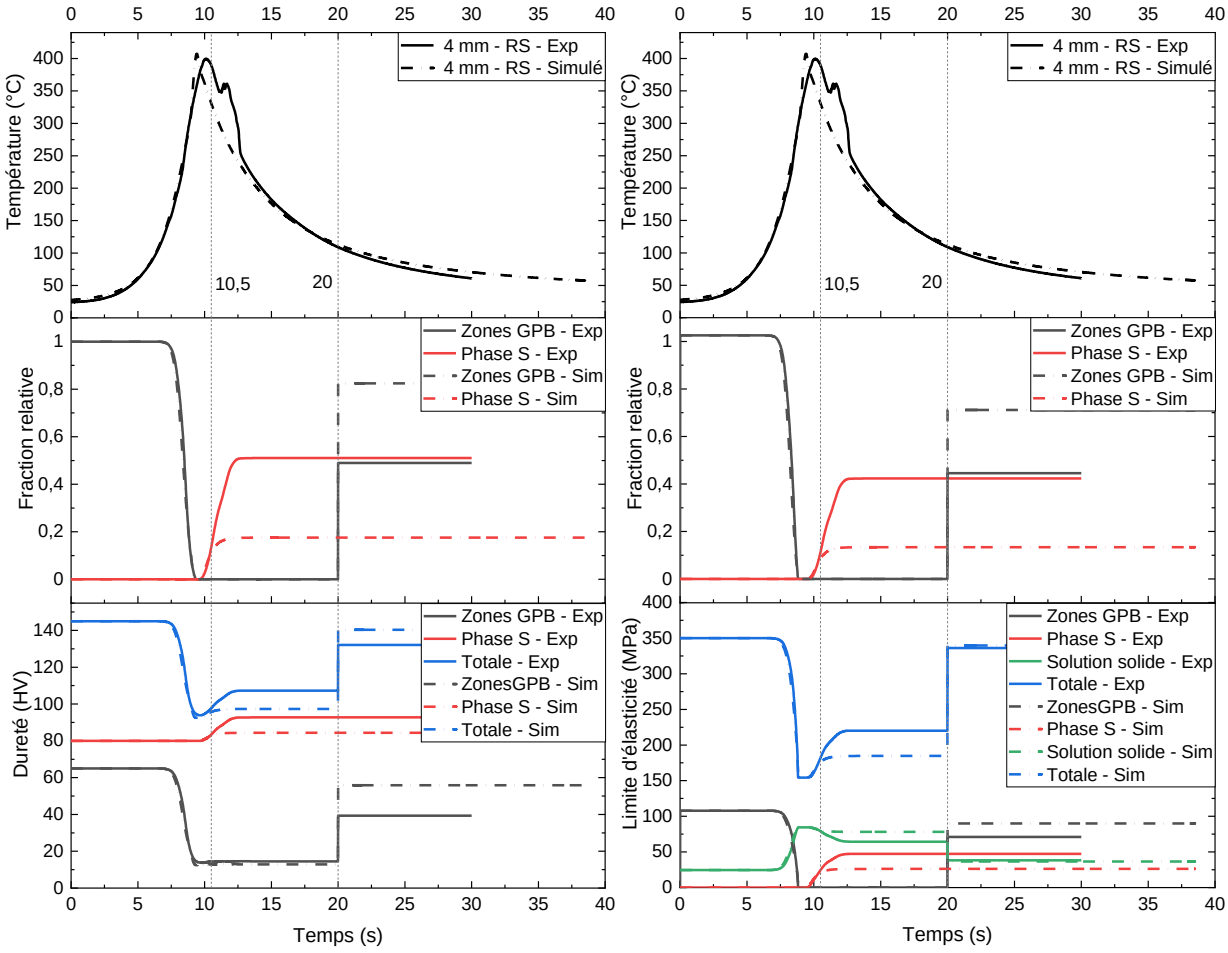


Figure 3-48 : Simulation des évolutions de phase S et de zones GPB après maturation de l'alliage 2024-T3 et évolution de la dureté simulée suivant le thermogramme expérimental et le thermogramme simulé pour le modèle V2 à gauche et V3 à droite

Pour terminer l'analyse, les cartographies de dureté expérimentales (Figure 3-49 et Figure 3-50) ont été comparées aux cartographies de dureté calculées par les trois modèles en utilisant les thermogrammes simulés par le modèle thermomécanique. Des traits en pointillés ont été ajoutés pour mieux visualiser les positions des zones de faible et forte dureté ainsi que la taille du noyau sur la cartographie expérimentale. Ces délimitations sont aussi reportées à titre de comparaison sur les cartographies simulées. Ainsi, comme observé précédemment, le noyau simulé est trop dur pour tous les modèles présentés ici. De plus, la dureté dans la ZAT proche de la ZATM (c.-à-d. à -6 mm) semble surestimée par le modèle *V1* comme nous avons pu le constater précédemment. Dans cette zone, la dureté calculée à l'aide du modèle *V2* apparaît plus proche des valeurs expérimentales. Le modèle *V3* génère deux zones de durcissement dans ce domaine ce qui a déjà été observé pour les cas de traitement isotherme (cf. Figure 3-44). Concernant les positions des différentes zones, celles-ci semblent très bien positionnées pour le modèle *V1* et le modèle *V2* du côté RS. Le modèle *V3* paraît légèrement décalé notamment au niveau du creux

de dureté lié à la réversion des zones GPB. Le début du noyau soudé côté RS est bien positionné pour les trois modèles présentés. Toutefois, comme observé précédemment, les différentes zones simulées côté AS sont assez nettement décalées par rapport aux données expérimentales. Ces constatations sont à la fois valables pour la condition de soudage numéro 1 et numéro 2 ce qui semble valider la stabilité des différents modèles vis-à-vis des modifications des paramètres de soudage.

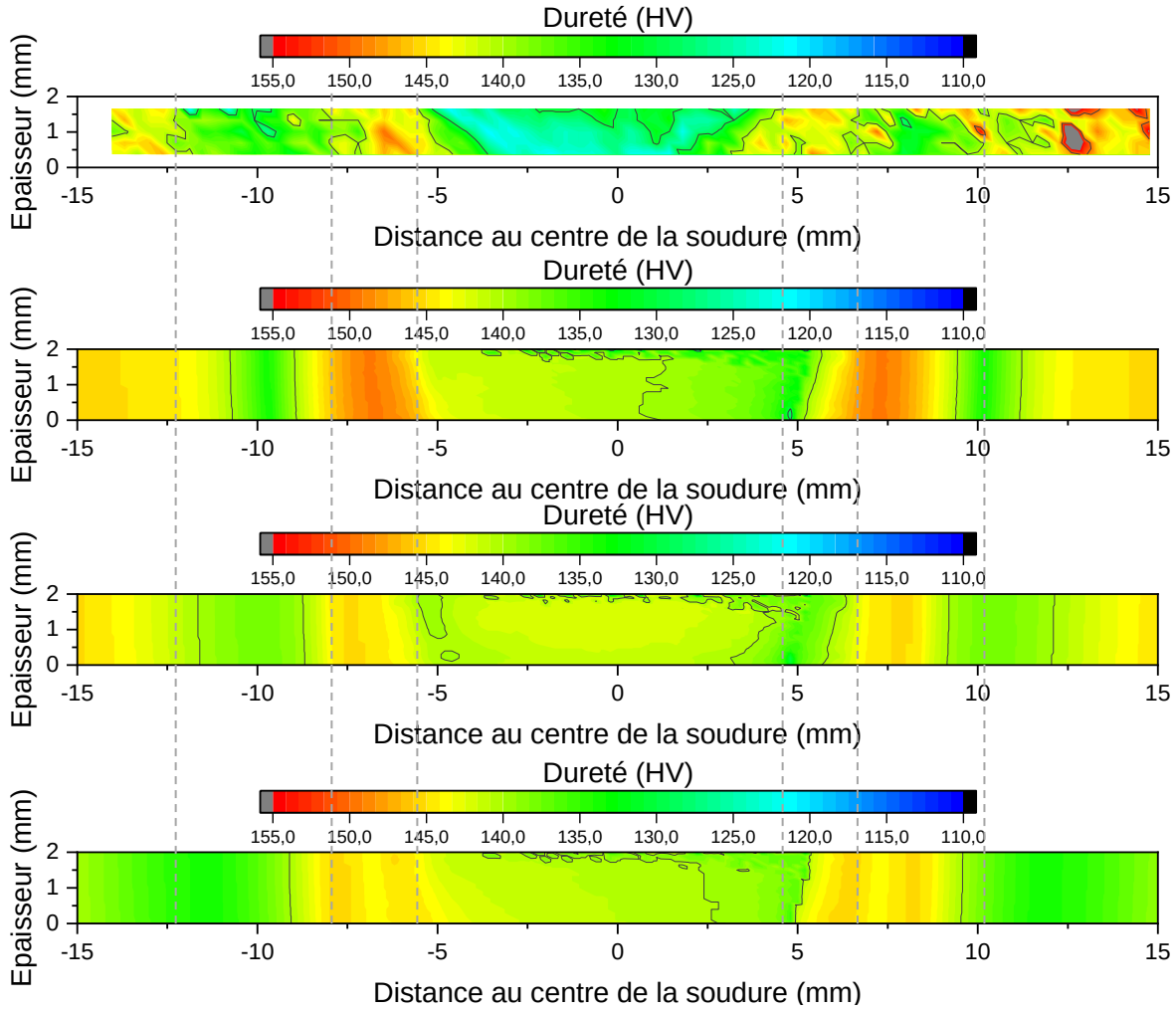


Figure 3-49 : Cartographie de dureté pour la condition de soudage numéro 1, de haut en bas, dureté expérimentale, dureté simulée par le modèle V1, V2 et V3 en utilisant les thermogrammes simulés

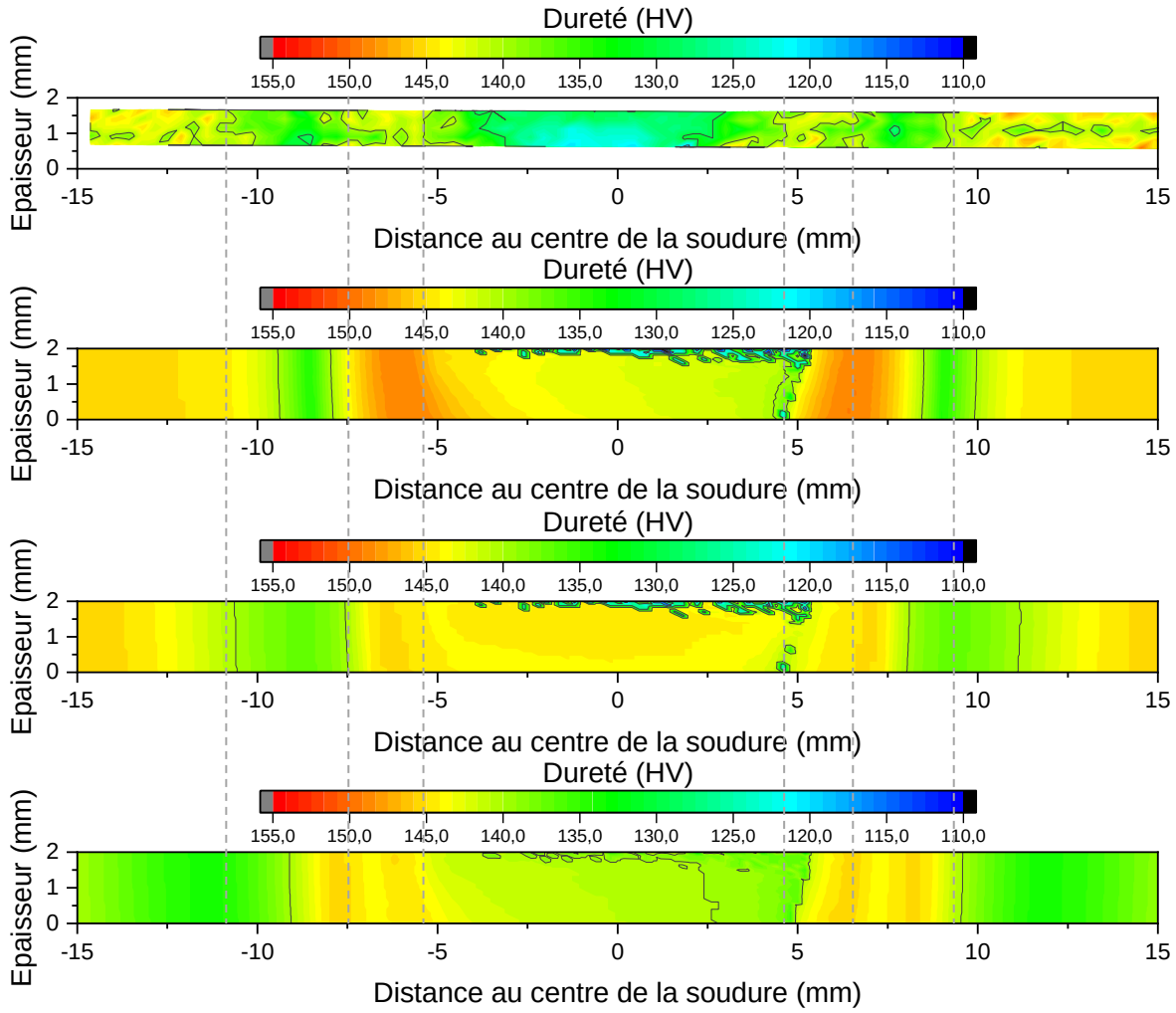


Figure 3-50 : Cartographie de dureté pour la condition de soudage numéro 2, de haut en bas, dureté expérimentale, dureté simulée par le modèle V1, V2 et V3 en utilisant les thermogrammes simulés

Les résultats présentés ici semblent favoriser le modèle *V2* qui permet de très bien prédire les niveaux de dureté dans la ZAT ainsi que la position des zones d'adoucissement et de forte dureté du côté RS et plus généralement pour tous les thermogrammes expérimentaux. Le modèle *V3* semble légèrement moins performant avec une zone d'adoucissement plus large que celle observée sur le joint soudé. De plus, la dureté proche du joint soudé simulé en utilisant les thermogrammes expérimentaux semble légèrement surestimée. Enfin, le modèle *V1* présente une dureté trop importante au niveau de la zone de précipitation de la phase S. La zone d'adoucissement est bien positionnée, mais semble plus étroite que pour les données expérimentales.

3.5.2.2. Cas de la littérature

Pour aller plus loin et vérifier la stabilité de ces modèles, ceux-ci ont été appliqués aux essais de soudage décrits dans la littérature. Pour cela, les thermogrammes présentés par les auteurs seront utilisés afin de simuler la dureté en quelques points bien précis, ceci afin de discuter de la pertinence des modèles sur d'autres conditions de soudage que celles étudiées dans cette thèse.

Les deux premiers cas sont issus des mesures de [Hersent 2010] réalisées deux semaines après l'opération de soudage. Les thermogrammes utilisés pour la simulation proviennent de la simulation thermique réalisée par cet auteur. Pour la condition de soudage V_a = 400 mm/min et V_r = 400 tr/min, les modèles semblent surestimer la dureté dans la zone d'adoucissement liée à

la réversion des zones GPB. Cependant, d'après la littérature, l'augmentation de dureté lors de la maturation est très lente dans ce domaine et il est possible que la dureté maximale n'ait pas été atteinte après deux semaines de maturation. Nous pouvons tout de même noter que la position des zones de faible et forte dureté est bien respectée par les trois modèles et que les niveaux de dureté sont similaires entre les trois versions établies ici.

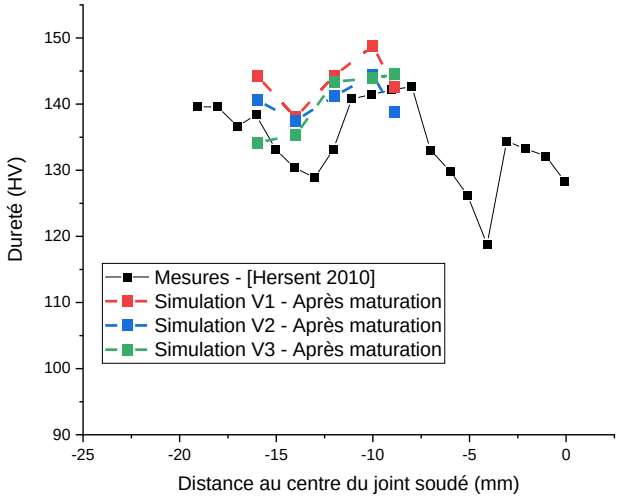


Figure 3-51 : Comparaison entre les mesures de dureté de [Hersent 2010] (V_a = 400mm/min) après maturation et les résultats des trois modèles

Pour la deuxième condition de soudage (V_a = 100 mm/min, V_r = 400 tr/min), les résultats de la simulation semblent très proches pour les trois versions du modèle même si le modèle *V1* semble légèrement sous-estimer la dureté à 16 mm du joint soudé. La dureté semble également être légèrement sous-estimée pour les modèles *V1* et *V2* à des distances inférieures à 10 mm. Il est à noter que contrairement au cas précédent, les modèles semblent sous-estimer la dureté. Ceci peut s'expliquer en partie par la position des thermogrammes qui se trouvent au niveau du maximum de dureté. Dans cette zone, la précipitation de la phase S est relativement importante et la maturation à température ambiante se fait rapidement. Il est donc possible qu'après deux semaines de maturation, la dureté dans cette zone soit proche de celle après une maturation de plusieurs mois.

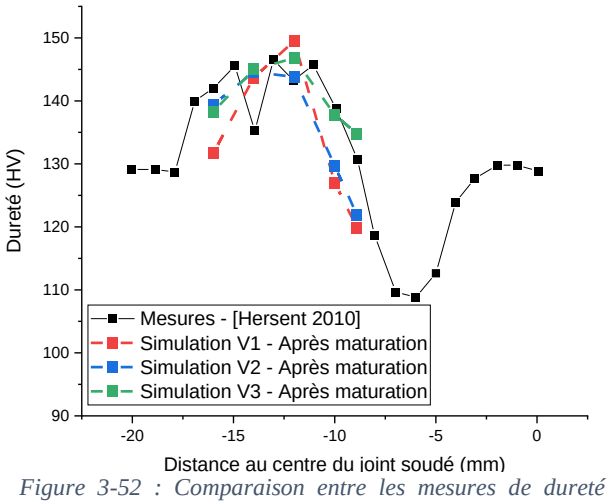


Figure 3-52 : Comparaison entre les mesures de dureté de [Hersent 2010] (V_a = 100mm/min) après maturation et les résultats des trois modèles

La comparaison a été effectuée avec les mesures de [Genevois 2004] (V_a = 120 mm/min, V_r = 850 tr/min) réalisées 6 mois après l'opération de soudage. Les thermogrammes utilisés pour appliquer les trois modèles décrits précédemment proviennent de données expérimentales présentées par cet auteur. Les résultats présentés par les trois modèles s'avèrent relativement proches les uns des autres tout en étant proches des données expérimentales. Nous pouvons tout de même noter une légère sous-estimation d'environ 5 HV pour le modèle *V1* situé à 14 mm du joint soudé et un écart inférieur à 5 HV entre les trois modèles pour une distance de 7 mm au centre du joint soudé. Pour aller plus loin, les fractions de phase S et de zones GPB simulées par les trois modèles ont également été comparées aux mesures de fraction relative de phase S et de zones GPB obtenues en DSC par l'auteur. Nous pouvons observer que le modèle *V1* présente des évolutions très similaires aux mesures de [Genevois 2004] que ce soit pour la fraction de phase S, mais aussi pour la fraction de zones GPB. Concernant les deux autres modèles, les évolutions sont quasiment superposées puisque la cinétique de précipitation de la phase S est définie par le même jeu d'équations. Nous pouvons alors observer au point situé à 10 mm que la fraction relative de phase S semble sous-estimée alors que la fraction de zones GPB est surestimée au même endroit ce qui permet d'obtenir une dureté similaire aux données expérimentales.

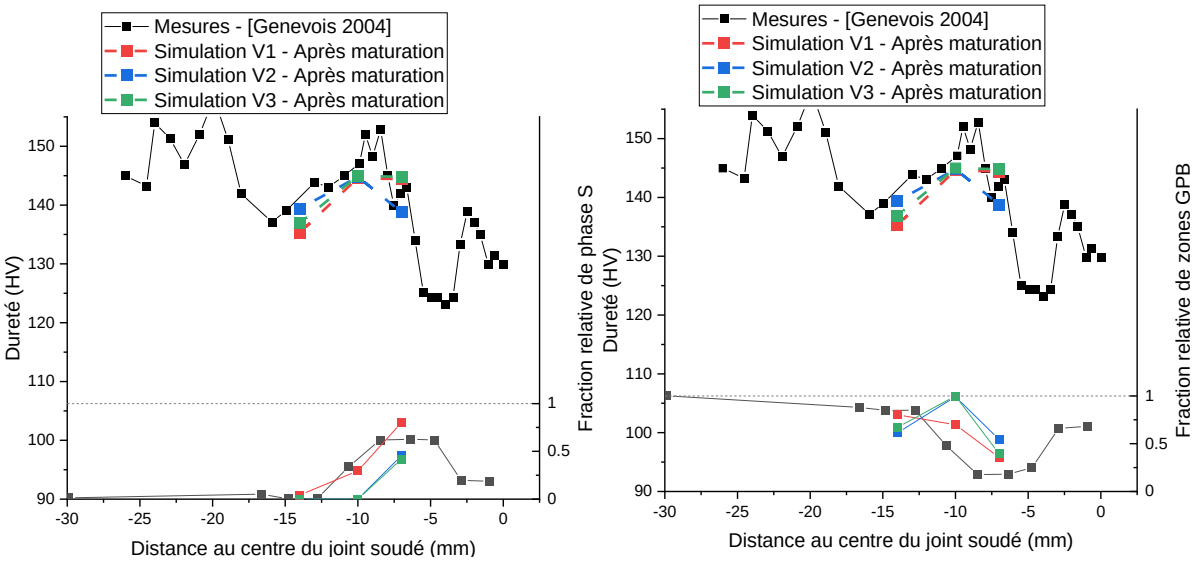


Figure 3-53 : Comparaison entre les mesures de dureté de [Genevois 2004] après maturation et les résultats des trois modèles et entre les fractions relatives mesurées en DSC par [Genevois 2004] et les simulations pour a) la phase S, b) les

Les mesures de [Legrand 2014] (V_a = 60 mm/min, V_r = 1200 tr/min) sont présentées à la Figure 3-54. Les cycles thermiques exposés par cet auteur sont issus d'un modèle ce qui permet d'obtenir des points beaucoup plus proches du noyau soudé. Ainsi, pour le point situé à 2,5 mm, une température supérieure à 475 °C est atteinte. Pour des températures supérieures à 450 °C, l'équation 3-2 prédit des temps de croissance extrêmement importants entraînant un arrêt de la cinétique de précipitation dans ce domaine de température. Il est alors possible de se retrouver dans le domaine de croissance des précipités de phase S pour le point à 2,5 mm alors que la dissolution a commencé pour le point à 5 mm. Les trois modèles présentés ici montrent des comportements assez différents dans la partie à 5 et 2,5 mm de l'axe de soudage. Le modèle *V1* a tendance à sous-estimer la dureté d'environ 10 HV dans les deux cas. Pour le modèle *V2*, la dureté à 5 mm est là aussi sous-estimée, mais la dureté à 2,5 mm est assez proche des données expérimentales de [Legrand 2014]. La dureté est très bien prédite par le modèle *V3* pour le point à 5 mm et celui à 2,5 mm. Concernant les fractions de zones GPB et de phase S, les évolutions simulées par les trois modèles correspondent aux évolutions observées par l'auteur. Nous pouvons tout de même noter une différence au niveau de la quantité maximale de phases S

simulée à 5 mm du centre de la soudure. Pour le modèle *V1* et *V2*, la valeur maximale est de 1 puisque les évolutions simulées par le Modèle de Myhr & Grong / Hersent sont toujours comprises entre 0 et 1. Ceci n'est pas le cas du modèle *V3* puisque ce dernier prend en compte la quantité maximale de phases S pouvant être formée suivant la température du traitement thermique. Il en résulte un maximum simulé dans ce cas précis prenant la valeur de 0,54 en accord avec les mesures réalisées par [Legrand 2014].

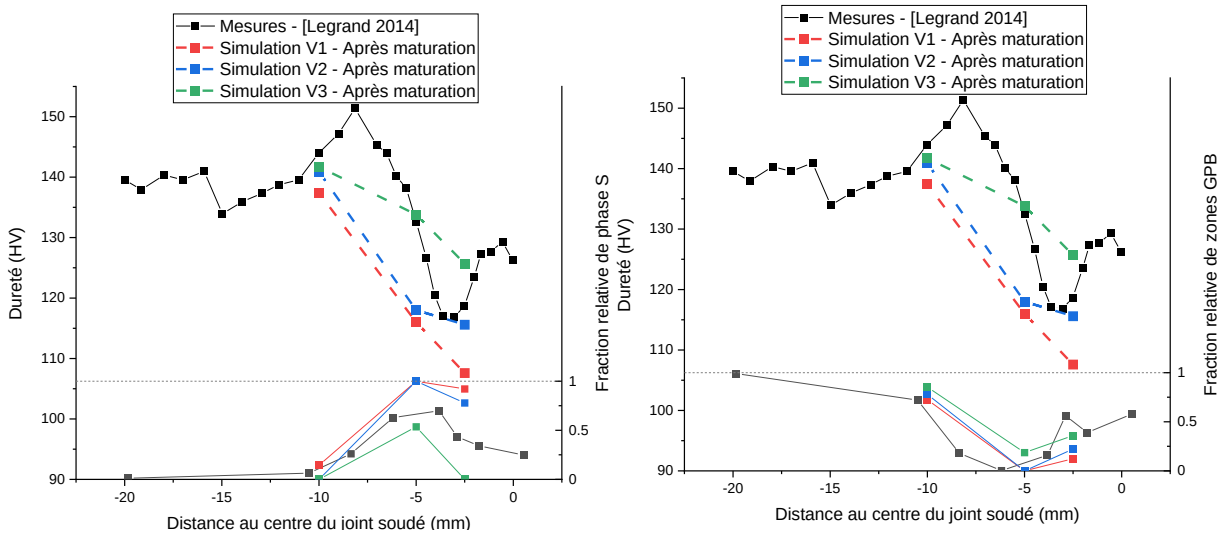


Figure 3-54 : Comparaison entre les mesures de dureté de [Legrand 2014] après maturation et les résultats des trois modèles et entre les fractions relatives mesurées en DSC par [Legrand 2014] et les simulations pour a) la phase S, b) les zones GPB

Nous avons pu comparer la dureté mesurée par différents auteurs avec différents paramètres de soudage aux résultats de la simulation. Il est important de garder à l'esprit que cette comparaison n'a pu être menée qu'en quelques points correspondant aux thermogrammes expérimentaux ou simulés disponibles dans la littérature. Nous avons pu observer que les modèles *V2* et *V3* ont présenté des résultats très proches des données expérimentales et que le modèle *V1* semblait simuler légèrement moins bien la dureté notamment dans le cas extrême proche du joint soudé. À l'inverse, ce modèle a semblé être le plus cohérent avec les données expérimentales concernant les fractions relatives de phase en présence et notamment pour les données de [Genevois 2004]. Toutefois, les deux autres modèles ont aussi fait preuve de cohérence pour le cas des essais de [Legrand 2014].

3.6. Synthèse

Dans ce chapitre ont été mis en place plusieurs modèles pour simuler la dureté de l'alliage 2024 avant maturation. Le premier modèle est un modèle de Myhr & Grong / Hersent étalonné uniquement avec les mesures de dureté de [Shercliff 2005]. Comme nous avons pu le voir, l'étalonnage sur ces données présentait des difficultés liées à la superposition des phénomènes de réversion des zones GPB et de croissance de phase S, mais également liées à la simulation de la dureté pour des durées de maintien courtes. Pour résoudre ces problèmes, des essais complémentaires de suivi de résistivité électrique lors de maintien isotherme ont été effectués afin de pouvoir isoler la cinétique de précipitation de la phase S de la cinétique de réversion des zones GPB. De plus, des essais de traitement thermique très courts en machine Gleeble ont été réalisés pour étudier le comportement de l'alliage 2024 dans ce domaine. Ces essais complémentaires ont donné lieu à l'étalonnage d'un second modèle de Myhr & Grong / Hersent permettant de mieux prendre en compte les évolutions de dureté de l'alliage 2024. Enfin, un troisième modèle a été mis en place à partir du modèle décrit par [Yan 2006]. Ce dernier permet de mieux prendre en compte la physique des transformations de phase dans l'alliage en simulant par exemple les quantités maximales de phases S pouvant être formées suivant la température du traitement thermique, mais aussi en prenant en compte la contribution de la solution solide sur la dureté du matériau.

Ces trois modèles ont été utilisés pour simuler des cas anisothermes représentatifs du soudage. Le premier modèle tend à bien simuler la dureté pour les températures les plus élevées, mais surestime la dureté pour les points les plus éloignés de l'axe de la soudure atteignant une température maximale de 250 °C. Avec le second modèle, la dureté est bien prise en compte pour les températures les plus basses et pour les températures les plus élevées, mais elle est sous-estimée pour une température maximale d'environ 350 °C. Le troisième modèle permet de bien simuler la dureté pour les températures les plus élevées mais tend à la sous-estimer pour les températures maximales inférieures à 350 °C. Ces modèles ont également été appliqués au cas du soudage FSW en utilisant les thermogrammes expérimentaux ainsi que les thermogrammes simulés. Le début de la zone d'adoucissement simulée par les trois modèles est très bien positionné, mais les trois modèles tendent à fortement sous-estimer la dureté dans la zone de précipitation de la phase S correspondant au maximum de dureté. Toutefois, ceci peut s'expliquer par une maturation à température ambiante rapide dans cette zone du joint soudé entraînant une forte augmentation de la dureté après 24 heures de maturation. Enfin, la dureté du noyau est bien simulée par le modèle *V1* et sous-estimée par les modèles *V2* et *V3*. L'absence de données juste après soudage dans cette zone ne nous permet cependant pas de conclure avec certitude sur la pertinence des modèles. En effet, il est possible que la maturation soit rapide dans le noyau ce qui entraînerait un durcissement important après 24 heures de maturation et par conséquent que la dureté juste après soudage soit proche des données simulées par les modèles *V2* et *V3*.

Dans un second temps, l'effet de la maturation sur la dureté a été étudié en utilisant les données de [Shercliff 2005] ainsi que les résultats des essais complémentaires. Nous avons également pu voir que le modèle de maturation présenté par [Robson 2006] n'a pas permis de prendre en compte les comportements complexes observés sur l'alliage 2024 à l'état T3. Il a donc été décidé de mettre en place un modèle phénoménologique pour chacun des trois modèles décrits précédemment.

Ces modèles ont été appliqués aux cas anisothermes représentatifs du soudage issus d'essais en machine Gleeble. Les résultats obtenus par les trois modèles semblent alors très proches les uns

des autres, mais également proches des données expérimentales. Ces modèles ont également été appliqués aux cas de soudage FSW en utilisant les thermogrammes expérimentaux et les thermogrammes simulés. La dureté dans la zone d'adoucissement de la ZAT est plutôt bien prise en compte par les modèles notamment pour le modèle *V2* qui simule très bien la taille de la zone adoucie. En se rapprochant du centre du joint soudé, la dureté augmente jusqu'à un maximum qui est très bien pris en compte par les modèles *V2* et *V3* mais surestimé par le modèle *V1*. La zone d'adoucissement située au niveau de la ZATM semble bien prise en compte par les modèles *V1* et *V2* mais surestimée par le modèle *V3* en utilisant les thermogrammes expérimentaux. En utilisant les thermogrammes simulés, les trois modèles surestiment fortement la dureté dans le noyau soudé. Ceci provient comme nous avons pu le constater de l'écart entre les thermogrammes expérimentaux et les thermogrammes simulés, ces derniers restant moins longtemps à haute température. Il est à noter que des cartographies de dureté ont été réalisées en utilisant les thermogrammes simulés. Ces cartographies composées de plus de 3100 points ont nécessité environ 8 minutes de temps de calcul sur un ordinateur portable afin d'obtenir la dureté avant et après maturation. Ce type de modèle permet donc des temps de calculs très réduits ce qui sera très intéressant dans le cadre d'une application par un industriel.

Au vu des résultats présentés dans ce chapitre, le modèle *V1* basé sur des essais relativement simples ne permet pas de décrire avec précision toutes les évolutions observées. Le modèle *V2* utilisant quelques essais complémentaires permet une nette amélioration et présente les résultats les plus proches des données expérimentales après maturation. Le modèle *V3* bien que plus complexe et décrivant plus finement la physique des transformations ne permet pas d'améliorer la simulation du joint soudé après maturation. Le modèle *V2* semble donc présenter le meilleur compromis en présentant une bonne prédiction de la dureté exceptée dans le noyau tout en ayant un temps de calcul maîtrisé ce qui facilitera son utilisation par l'industriel.

Pour aller plus loin, il serait nécessaire de réaliser des essais complémentaires pour valider ce choix et améliorer le modèle. Le premier point d'amélioration concerne le noyau soudé, dont les températures atteintes dépassent les 450 °C, puisque la dureté simulée est fortement surestimée dans cette zone. Pour cela deux pistes peuvent être explorées, la première concerne les cycles thermiques simulés. En effet, il apparaît important que les cycles thermiques simulés proches et dans le joint soudé présentent une durée à haute température plus représentative de la réalité. De plus, la partie AS n'est pas encore parfaitement simulée par le modèle thermomécanique avec des températures maximales simulées plus élevées ce qui entraîne une mauvaise prédiction de la dureté dans cette zone du joint soudé. La seconde piste d'amélioration concerne la réalisation de traitements thermiques isothermes à des températures supérieures à 400 °C afin de valider la modélisation métallurgique dans cette gamme de température. Enfin, des mesures de dureté moins de 24 heures après soudage seraient intéressantes pour juger de la pertinence des modèles avant maturation. De même, des essais de DSC sur des échantillons prélevés à différents endroits du joint soudé comme cela a pu être réalisé par [Genevois 2004] ou [Legrand 2014] seraient également intéressants pour comparer les fractions relatives simulées et expérimentales des différentes phases en présence.

Chapitre 4 : Prédiction de la limite d'élasticité et de la dureté après revenu de l'alliage 2050-T34 soudé par FSW

4.1. Modélisation de la limite d'élasticité d'un alliage 2050-T34 lors d'un traitement thermique de revenu 178
4.1.1. Contribution des dislocations 178
4.1.2. Contribution de la solution solide 179
4.1.3. Contribution des précipités 180
4.1.3.1. Simulation de l'évolution des clusters 181
4.1.3.2. Simulation de l'évolution de la phase T_1 182
4.1.4. Calcul de la contribution totale et comparaison avec la littérature 184
4.1.4.1. Contribution totale 184
4.1.4.2. Comparaison avec d'autres données de la littérature 186
4.2. Prise en compte de différents états de départ 187
4.2.1. Simulation sans modification du modèle 187
4.2.2. Modifications apportées au modèle 189
4.2.2.1. Effet du ralentissement de la cinétique de précipitation de la phase T_1 189
4.2.2.2. Fraction volumique de phase T_1 192
4.2.2.3. Rayon des précipités T_1 194
4.2.2.4. Simulation de l'évolution de dureté 195
4.3. Caractérisation de l'alliage 2050-T34 196
4.3.1. Essais de résistivité électrique à 20 °C/min 197
4.3.2. Essais de résistivité électrique isotherme 200
4.3.3. Caractérisation de joints soudés par FSW 202
4.3.3.1. Dureté 203
4.3.3.2. Résistivité électrique 206
4.4. Simulation des joints soudés par FSW 215
4.4.1. Comportement du noyau soudé 215
4.4.2. Application du modèle suivant les essais de [Malard 2015] 218
4.4.3. Application du modèle suivant les essais de résistivité électrique 221
4.5. Synthèse 227

La synthèse bibliographique présentée au chapitre 1 (1.1.5, 1.2.5) a montré que l'alliage 2050 à l'état T34 est majoritairement constitué de clusters. Après soudage FSW, l'alliage ne présente pas de variations très significatives de dureté dans le joint soudé. La dureté minimale est généralement observée dans la ZAT avec un léger creux de dureté lié à la réversion des clusters sans la reformation de ceux-ci à température ambiante. En accord avec [Malard 2015], il sera considéré que la cinétique de précipitation de la phase T_1 étant lente, elle n'est présente qu'en faible quantité dans la ZATM sans impact notable sur la dureté du joint. Cependant, après la réalisation d'un traitement thermique de revenu à 155 °C pendant 30 heures, la quantité de phases T_1 dans la ZAT et le métal de base devient alors similaire à celle du matériau à l'état T8 alors que la précipitation n'est que partielle dans le noyau. Dans ce dernier, l'importante recristallisation conduit en effet à une densité de dislocations faible entraînant un ralentissement de la cinétique de précipitation au cours du revenu. Pour simuler la dureté dans les différentes zones du joint soudé après revenu, il est donc nécessaire de mettre en place un modèle prenant en compte l'influence de la densité de dislocations sur les cinétiques de précipitation de la phase T_1.

Ce chapitre débute donc par la présentation d'un modèle à variables internes développé par [Li 2019] qui permet de simuler l'évolution de la précipitation de la phase T_1 au cours du revenu d'un alliage 2050 à l'état T34. Ce modèle est ensuite modifié pour prendre en compte différents états initiaux et notamment des états avec un faible taux de dislocations comme cela peut être le cas dans le noyau soudé. Les résultats issus de la littérature seront utilisés pour étalonner les paramètres du modèle. Afin d'obtenir des données complémentaires concernant les évolutions de fraction volumique de précipités T_1 lors du revenu, des essais de résistivité électrique sont réalisés avec différents états de départ. La caractérisation des joints soudés FSW réalisée par mesure de dureté avant et après traitement thermique ainsi que par suivi de résistivité électrique est ensuite présentée. Le modèle détaillé précédemment est alors utilisé pour simuler les évolutions de dureté lors du revenu des joints soudés FSW.

4.1. Modélisation de la limite d'élasticité d'un alliage 2050-T34 lors d'un traitement thermique de revenu

Le modèle utilisé pour simuler l'évolution de la précipitation de la phase T_1 est celui présenté par [Li 2019]. Ce modèle à variables internes permet de simuler l'évolution de la limite d'élasticité au cours du traitement thermique de revenu (permettant le passage de l'état T34 à l'état T8). Toutes les équations du modèle apparaissent sous une forme normalisée. Tout d'abord, les lois d'évolutions et les différentes contributions à la limite d'élasticité à l'ambiante seront exposées. Puis, les résultats obtenus par le modèle lors d'un traitement thermique de revenu d'un alliage 2050-T34 sont présentés.

4.1.1. Contribution des dislocations

[Li 2019] s'est basé sur des publications antérieures pour simuler la restauration pendant le traitement thermique. [Lin 2003] et [Nes 1995] ont décrit l'évolution du taux de dislocations lors du traitement thermique par l'équation 4-1.

$$\dot{\bar{\rho}} = -C_p \bar{\rho}^{m_4} \qquad 4\text{-}1$$

avec C_p et m_4 des constantes matériaux qui prennent respectivement les valeurs 0,1 h^{-1} et 6,5 dans le cas de l'alliage 2050. Ces constantes ont été étalonnées à l'aide des données obtenues par l'auteur. La densité de dislocations normalisée $\bar{\rho}$ est décrite dans l'équation suivante.

$$\bar{\rho} = \frac{\rho - \rho_i}{\rho_s} \quad 4\text{-}2$$

avec ρ_i la densité de dislocations après le traitement thermique de mise en solution et la trempe à l'eau. ρ_s équivaut à la densité de dislocations maximale pouvant être atteinte durant l'ensemble des étapes de déformation plastique du traitement considéré. Pour rappel, l'alliage 2050-T34 a été trempé après le traitement thermique de mise en solution puis déformé de 3,5 % et enfin mûri à température ambiante. Dans ces conditions ρ_0, qui correspond à la densité de dislocations relative à l'état initial, est très supérieure à ρ_i et proche de la valeur de ρ_s. A l'état T34, la densité de dislocations normalisée est donc $\bar{\rho}_0 \approx 1$.

La contribution des dislocations sur la limite d'élasticité est ensuite calculée à l'aide de l'équation 4-3 [Estrin 1998], [Kocks 1976].

$$\sigma_{dis} = A_3 \bar{\rho}^{0,5} \quad 4\text{-}3$$

avec A_3 une constante de valeur 100 MPa obtenue par le calcul de la contribution des dislocations sur la limite d'élasticité à l'état initial mesurée par [Li 2017]. La Figure 4-1 montre l'évolution de la densité de dislocations normalisée lors du traitement thermique et l'équivalence en ce qui concerne la limite d'élasticité.

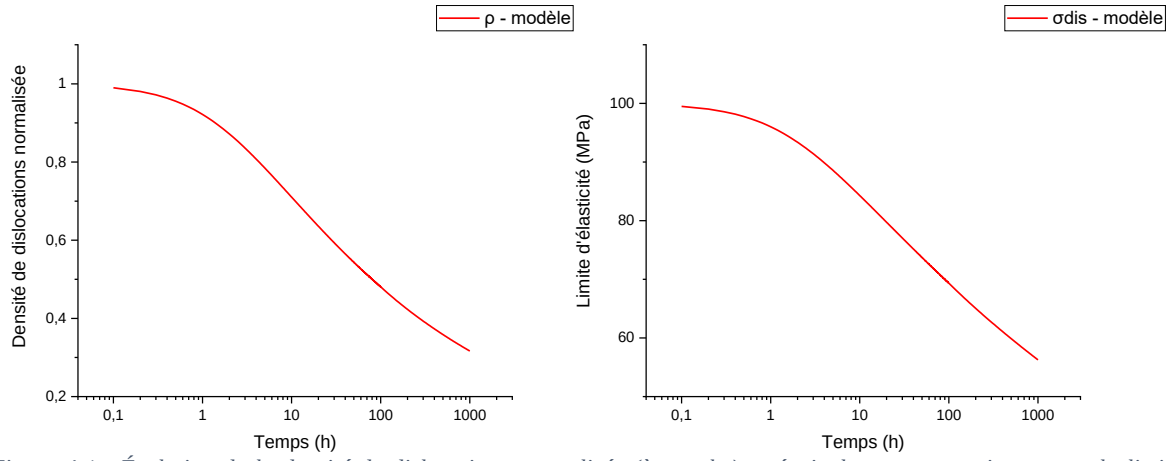


Figure 4-1 : Évolution de la densité de dislocations normalisée (à gauche) et équivalence en ce qui concerne la limite d'élasticité (à droite) en fonction de la durée du traitement thermique de revenu à 155 °C

4.1.2. Contribution de la solution solide

La concentration en élément d'addition dans la solution solide va diminuer lors du traitement thermique dû à la précipitation de la phase T_1, cette précipitation étant accélérée par la présence des dislocations. Toutefois, cette concentration va également augmenter avec la réversion des clusters. [Li 2017] utilise ainsi l'équation 4-4 pour simuler l'évolution de la concentration en éléments de la solution solide au cours du revenu. Celle-ci est basée sur une équation d'évolution partant d'une concentration initiale jusqu'à une concentration limite à l'équilibre. L'équation reprend en compte l'influence de la densité de dislocations et la présence des clusters.

$$\dot{\bar{c}} = -A_1(\bar{c} - \bar{c}_a)(1 + \gamma_0 \bar{\rho}^{m_2}) + A_2 \bar{r}_d \quad 4\text{-}4$$

avec A_1, γ_0, m_2 et A_2 des constantes de valeurs respectives 0,05 h^{-1}, 0,08, 1,28 et 0,045 h^{-1} où A_1 et A_2 ont été étalonnés par [Li 2019] et γ_0 et m_2 par [Li 2017].

Dans cette équation apparaît la concentration en élément de la solution solide normalisée ($\bar{c}$) qui correspond à c/c_s. La valeur de concentration en élément de la solution solide normalisée à la température de traitement thermique est définie par $\bar{c}_a$ qui est obtenue en calculant c_a/c_s et vaut 0,316 [Li 2017]. c_a et c_s sont les concentrations de la solution solide à l'équilibre à la température de traitement thermique (c_a) et à la température du traitement thermique de mise en solution (c_s) respectivement. Cette équation utilise la densité de dislocations normalisée ($\bar{\rho}$) pour prendre en compte l'accélération de la diffusion liée à la présence des dislocations au travers des constantes γ_0 et m_2. Le même terme se retrouvera dans le traitement de la croissance de la phase T_1 en considérant que la perte d'élément en solution solide est directement proportionnelle à la croissance des précipités [Shercliff 1990]. Enfin, $\bar{r}_d$ décrit le rayon normalisé (r_d/r_{d_0}) des clusters riches en cuivre avec r_d correspondant au rayon lors du traitement thermique et r_{d_0} correspondant à leur rayon initial.

Il est dès à présent à noter que le paramètre A_1 est le moteur de la cinétique de précipitation de la phase T_1 et que le paramètre γ_0 permet de modifier cette dernière suivant la densité de dislocations dans le matériau.

La contribution de la solution solide aux propriétés mécaniques est alors déterminée en fonction de sa concentration normalisée [Shercliff 1990].

$$\sigma_{ss} = C_{ss}\bar{c}^{2/3} \qquad 4\text{-}5$$

avec C_{ss} une constante de valeur 120 MPa calculée d'après σ_{ss_0}. La Figure 4-2 montre la perte en éléments de la solution solide simulée par le modèle ainsi que l'équivalence en matière de limite d'élasticité. On peut observer que la concentration augmente au début du traitement thermique dû à la réversion des clusters. Ensuite, la concentration diminue très fortement pour atteindre la concentration minimale lors de la précipitation de la phase T_1.

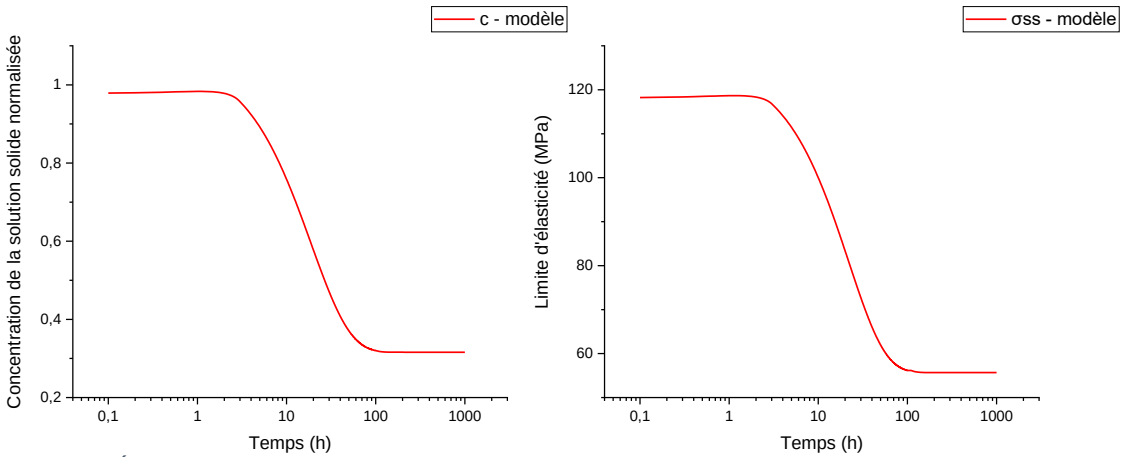


Figure 4-2 : Évolution de la concentration de la solution solide normalisée (à gauche) et équivalence en ce qui concerne la limite d'élasticité (à droite) en fonction de la durée du traitement thermique de revenu à 155 °C

4.1.3. Contribution des précipités

Deux types de « précipités » sont pris en compte par ce modèle, les clusters riches en cuivre qui vont se dissoudre lors du traitement thermique et les précipités T_1 qui vont ensuite se former afin d'atteindre les propriétés maximales.

4.1.3.1. Simulation de l'évolution des clusters

La fraction volumique normalisée des clusters est déterminée à l'aide de l'équation 4-6. Celle-ci est calculée au moyen de la fraction volumique normalisée à l'état initial ($\bar{f}_{d_0}$) et du rapport entre le rayon normalisé des clusters $\bar{r}_d$ et le rayon normalisé des clusters à l'état initial $\bar{r}_{d_0}$.

$$\bar{f}_d = \bar{f}_{d_0} \left(\frac{\bar{r}_d}{\bar{r}_{d_0}} \right)^3 \quad 4\text{-}6$$

avec $\bar{f}_d = f_d / f_a$, f_d étant la fraction volumique de clusters et f_a étant celle à l'équilibre à la température de traitement thermique. La fraction volumique normalisée de clusters à l'état initial (T34) vaut 0,032 d'après [Li 2019] et $\bar{r}_{d_0} = 1$.

La loi d'évolution du rayon des clusters est définie à l'équation 4-7 [Whelan 1969]. L'évolution est décroissante puisque lors du traitement thermique, les clusters vont avoir tendance à se dissoudre et donc à diminuer en taille.

$$\dot{\bar{r}}_d = -\frac{C_{r1}}{\bar{r}_d} \quad 4\text{-}7$$

avec C_{r1} une constante de valeur 0,185 h^{-1} étalonnée par [Li 2019]. Une fois la loi d'évolution du rayon des clusters connue, la contribution de ceux-ci peut être déterminée en prenant en compte leur caractère cisaillable [Shercliff 1990]. Ayant de plus pris en compte un facteur de forme, [Li 2019] a pu obtenir l'équation 4-8 après simplification.

$$\sigma_{p-d} = C_{a1} \bar{r}_d^2 \quad 4\text{-}8$$

avec C_{a1} une constante de valeur 52 MPa calculée d'après σ_{p-d_0}.

Sur la Figure 4-3, la dissolution des clusters simulée par le modèle est présentée. On observe que ceux-ci sont complètement dissous au bout de deux heures de revenu et donc ne contribuent plus au durcissement du matériau pour des durées de traitement thermique plus longues.

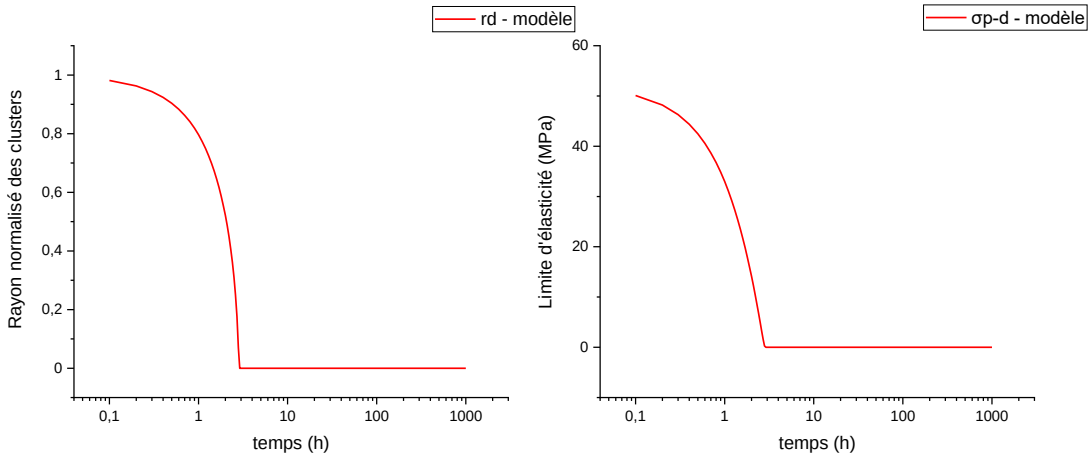


Figure 4-3 : Évolution du rayon des clusters normalisé (à gauche) et équivalence en ce qui concerne la limite d'élasticité (à droite) en fonction de la durée de traitement thermique de revenu à 155 °C

4.1.3.2. Simulation de l'évolution de la phase T_1

La simulation de la phase T_1 est plus complexe, car il faut modéliser l'évolution du rayon des précipités, mais également l'épaississement de ces précipités lorsque les durées de traitement thermique sont importantes.

L'évolution du rayon normalisé des précipités $\bar{r}_n = r_n/r_c$ avec r_n le rayon des nouveaux précipités et r_c le rayon des précipités au pic de dureté pendant le traitement thermique est déterminée à l'aide de l'équation 4-9. La densité de dislocations est prise en compte pour accélérer la précipitation suivant l'étude de [Zhan 2011]. Le rayon normalisé est nul au début du traitement thermique et va augmenter jusqu'à 1 au cours du revenu.

$$\dot{\bar{r}}_n = C_r(Q - \bar{r}_n)^{m_1}(1 + \gamma_0 \bar{\rho}^{m_2}) \qquad 4\text{-}9$$

avec C_r et m_1 des constantes de valeurs 0,238 h^{-1} et 1,05 étalonnées par [Li 2019] sur des mesures réalisées dans la littérature.

Q représente la valeur maximale pouvant être atteinte par le rayon normalisé des précipités lors du revenu. D'après les observations de [Li 2019], le diamètre des précipités n'augmente presque plus une fois que le pic de dureté est atteint. Il a donc considéré que la coalescence n'avait pas lieu en fixant une valeur de Q égale à 1. Enfin, le second membre prend en compte l'influence de la densité de dislocations sur la précipitation de la même manière que pour la concentration de la solution solide.

La valeur normalisée de l'épaisseur des précipités $\bar{h}$ est établie par le rapport h/h_c avec h_c l'épaisseur critique. D'après l'auteur, l'épaississement des précipités n'est observé qu'au-delà du pic de dureté. Ceci équivaut à dire que l'évolution de l'épaisseur est nulle tant que le rayon normalisé des précipités ne vaut pas 1. Lorsque celui-ci est égal à 1 (ou supérieur si la valeur de Q est supérieure à 1), l'évolution de l'épaisseur normalisée est définie par l'équation 4-10 [Ferrante 1979]. La prise en compte de l'épaisseur permettra de déterminer si les précipités seront cisaillés ou bien contournés, ceci étant développé par la suite.

$$\begin{cases} \dot{\bar{h}} = 0 & (\bar{r}_n < 1) \\ \dot{\bar{h}} = \dfrac{1}{3}\dfrac{\beta D}{\bar{h}} = \dfrac{C_h}{\bar{h}} & (\bar{r}_n \geq 1) \end{cases} \qquad 4\text{-}10$$

avec β et D des constantes qui sont intégrées dans C_h de valeur 8.10^{-5}.

Les fractions volumiques de précipités T_1 et de clusters sont reliées à la concentration de la solution solide à l'aide de l'équation 4-11 décrite par [Shercliff 1990]. Il est alors possible de déterminer la fraction volumique normalisée de précipitée T_1 et ainsi de calculer la contribution de cette phase aux propriétés mécaniques de l'alliage. Il est important de noter que l'auteur a obtenu la formule 4-12 en réalisant la moyenne harmonique de la contribution provenant des précipités cisaillables et des précipités non cisaillables dans le but d'approximer l'effet de chaque contribution avec une seule équation.

$$\bar{f} = \bar{f}_d + \bar{f}_n = \frac{1 - \bar{c}}{1 - \bar{c}_a} \qquad 4\text{-}11$$

$$\sigma_{p-n} = \frac{\sigma_{cisaillé}\sigma_{contourné}}{\sigma_{cisaillé} + \sigma_{contourné}} = \sigma_r \frac{\bar{f}_n^{m_5}}{\bar{h}^{m_6}} \quad 4\text{-}12$$

avec m_5 et m_6 deux constantes prenant les valeurs 0,3 et 0,05 étalonnées par [Li 2019] et σ_r le durcissement provoqué par un précipité de rayon $\bar{r}_n$. Celui-ci est défini par l'équation 4-13 obtenue après une transformation mathématique décrite par [Li 2017] et dépend du rayon normalisé des précipités et de son évolution.

$$\dot{\sigma}_r = C_a \dot{\bar{r}}_n^{m_7} \left(1 - \bar{r}_n^{m_8}\right) \quad 4\text{-}13$$

avec C_a, m_7 et m_8 des constantes de valeurs respectives 36,3 MPa, 0,06 et 9,5 étalonnées par [Li 2019].

Les évolutions de la fraction volumique, du rayon et de l'épaisseur des précipités T_1 sont présentées sur la Figure 4-4. L'augmentation de la fraction volumique commence au bout de 2 heures et est terminée après 100 h (a). Le rayon des précipités croît dès le début du traitement thermique et se stabilise après 20 heures de traitement thermique (b). Ce n'est qu'ensuite que l'épaississement de la phase T_1 démarre (c). Enfin, la figure (d) montre la contribution des phases T_1 au durcissement lors du revenu. Il est possible d'observer une légère diminution de la limite d'élasticité due à l'épaississement des précipités T_1 (cf. équation 4-12).

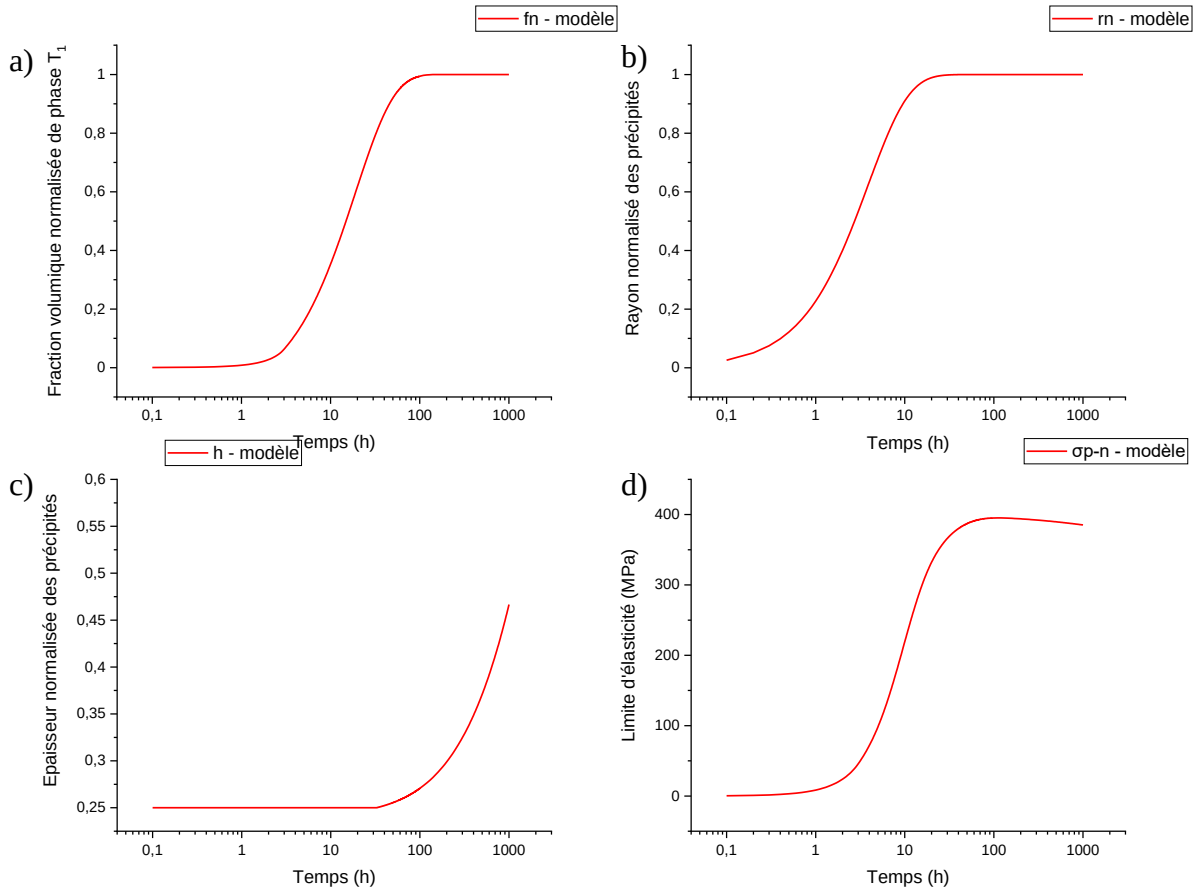


Figure 4-4 : Évolution de la fraction volumique normalisée des précipités T_1 (a), de leurs rayons (b), de leurs épaisseurs (c) et contribution de ces précipités sur le durcissement (d) en fonction de la durée du traitement thermique à 155 °C

4.1.4. Calcul de la contribution totale et comparaison avec la littérature

4.1.4.1. Contribution totale

La contribution à la limite d'élasticité provenant de la précipitation est déterminée par une loi des mélanges entre la contribution des clusters et la contribution de la phase T_1 [Kocks 1975], [Koppenaal 1964].

$$\sigma_p = \sqrt{\sigma_{p-d}^2 + \sigma_{p-n}^2} \quad 4\text{-}14$$

La limite d'élasticité du matériau est obtenue à l'aide de l'équation 4-15 [Cheng 2003]. Celle-ci prend en compte la solution solide, les précipités et les dislocations.

$$\sigma_y = \sigma_{ss} + \left(\sigma_{dis}^N + \sigma_p^N\right)^{\frac{1}{N}} \quad 4\text{-}15$$

Un paramètre N est ajouté en exposant de la contribution des dislocations et des précipités afin de prendre en compte l'interaction entre le durcissement par les dislocations et le durcissement par la précipitation. N varie entre 1 et 2, il vaut 1 pour des précipités facilement cisaillables comme des clusters. N vaut 2 pour des précipités non-cisaillables comme les précipités T_1 lorsque ceux-ci s'épaississent. Plus précisément, N est défini par l'équation 4-16 [Fazeli 2008] et évolue uniquement en fonction de l'épaisseur $\bar{h}$ des précipités T_1 (cf. Figure 4-5).

$$N = 1{,}5 + 0{,}5 \tanh\left(\frac{\bar{h} - \bar{h}_f}{A_4}\right) \quad 4\text{-}16$$

avec A_4 une constante de valeur 0,22 qui peut être ajustée d'après [Fazeli 2008] et $\bar{h}_f = \frac{\bar{h}_{tran2} + \bar{h}_{tran}}{2}$.

$\bar{h}_{tran}$ et $\bar{h}_{tran2}$ représentent respectivement l'épaisseur normalisée des précipités quand ceux-ci commencent à passer de cisaillables à non-cisaillables et quand ceux-ci sont non-cisaillables. On a ainsi lorsque $\bar{h} \leq \bar{h}_{tran}$ des précipités cisaillables ce qui se traduit par une valeur de *N* de 1. Lorsque $\bar{h} \geq \bar{h}_{tran2}$, N vaut 2 et les précipités sont alors uniquement contournables. D'après l'auteur, le passage de cisaillables à non-cisaillables commence aux alentours de 300 à 500 h de traitement thermique à 155 °C. De plus, l'épaississement est manifeste dans cette même gamme de durée de traitement. [Li 2019] a donc défini $\bar{h}_{tran}$ comme étant égale à l'épaisseur normalisée initiale ce qui équivaut à 0,25. $\bar{h}_{tran2}$ correspond alors à la valeur critique de l'épaisseur normalisée des précipités et donc à la valeur 1. On obtient dans ces conditions une valeur de $\bar{h}_f$ de 0,625.

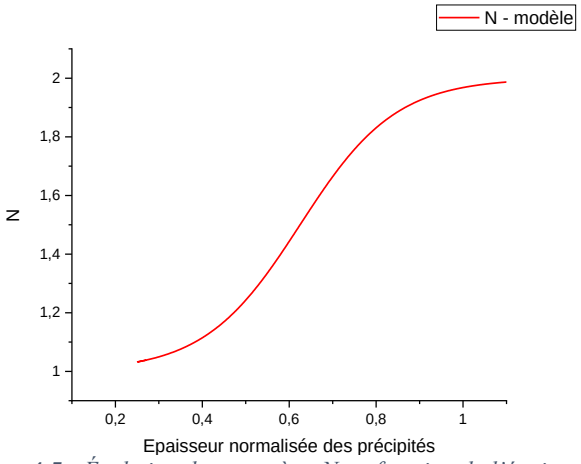


Figure 4-5 : Évolution du paramètre N en fonction de l'épaisseur des précipités de la phase T_1

Le Tableau 4-1 récapitule les valeurs initiales prises par [Li 2019] pour simuler l'évolution de la limite d'élasticité au cours du traitement thermique calculée à l'aide de l'équation 4-15.

Tableau 4-1 : Valeurs initiales des différents paramètres du modèle simulant les propriétés mécaniques de l'alliage 2050-T34

$\bar{r}_{n_0}$	$\bar{h}_0$	$\bar{r}_{d_0}$	$\bar{c}_0$	$\bar{\rho}_0$	$\bar{f}_0$	σ_{dis_0}(MPa)	σ_{p-n_0}(MPa)	σ_{p-d_0}(MPa)	σ_{ss_0}(MPa)
0	0,25	1	0,978	1	0,032	100	0	52	120

Le Tableau 4-2 rassemble l'ensemble des équations du modèle et le Tableau 4-3 dresse la liste des valeurs prises par les différents paramètres. La majorité des valeurs des paramètres ont été étalonnées par cet auteur pour correspondre au mieux aux observables à sa disposition que sont l'évolution de dureté, de rayon et d'épaisseur des précipités T_1 pendant le traitement thermique. Certaines grandeurs telles que A_3, C_{ss} et C_{a1} ont été déterminées par l'auteur grâce à des essais de traction.

Tableau 4-2 : Liste des équations utilisées par ce modèle pour réaliser la simulation

Densité de dislocation	Solution solide
$\dot{\bar{\rho}} = -C_p\bar{\rho}^{m_4}$	$\dot{\bar{c}} = -A_1(\bar{c}-\bar{c}_a)(1+\gamma_0\bar{\rho}^{m_2}) + A_2\dot{\bar{r}}_d$
$\sigma_{dis} = A_3\bar{\rho}^{0,5}$	$\sigma_{ss} = C_{ss}\bar{c}^{2/3}$
Clusters	Phase T_1
$\bar{f}_d = \bar{f}_{d_0}\left(\frac{\bar{r}_d}{\bar{r}_{d_0}}\right)^3$	$\dot{\bar{r}}_n = C_r(Q-\bar{r}_n)^{m_1}(1+\gamma_0\bar{\rho}^{m_2})$
	$\begin{cases}\dot{\bar{h}} = 0 & (\bar{r}_n < 1)\\ \dot{\bar{h}} = \frac{C_h}{\bar{h}} & (\bar{r}_n \geq 1)\end{cases}$
$\dot{\bar{r}}_d = -\frac{C_{r1}}{\bar{r}_d}$	$\bar{f} = \bar{f}_d + \bar{f}_n = \frac{1-\bar{c}}{1-\bar{c}_a}$
$\sigma_{p-d} = C_{a1}\bar{r}_d^2$	$\sigma_{p-n} = \sigma_r\frac{\bar{f}_n^{m_5}}{\bar{h}^{m_6}}$
	$\dot{\sigma}_r = C_a\dot{\bar{r}}_n^{m_7}\left(1-\bar{r}_n^{m_8}\right)$
Durcissement total	
$\sigma_p = \sqrt{\sigma_{p-d}^2+\sigma_{p-n}^2}$	$N = 1{,}5 + 0{,}5\tanh\left(\frac{\bar{h}-\bar{h}_f}{A_4}\right)$
$\sigma_y = \sigma_{ss} + \left(\sigma_{dis}^N + \sigma_p^N\right)^{\frac{1}{N}}$	

Tableau 4-3 : Liste des paramètres et valeurs définies par [Li 2019]

Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur
C_p	$0{,}1\ h^{-1}$	A_2	$0{,}045\ h^{-1}$	C_h	8×10^{-5}
m_4	6,5	C_{ss}	$120\ MPa$	m_5	0,3
A_3	$100\ MPa$	C_{r1}	$0{,}185\ h^{-1}$	m_6	0,05
A_1	$0{,}05\ h^{-1}$	C_{a1}	$52\ MPa$	C_a	$36{,}3\ MPa$
$\bar{c}_a$	0,316	C_r	$0{,}238\ h^{-1}$	m_7	0,06
m_2	1,28	Q	1	m_8	9,5
γ_0	0,08	m_1	1,05	A_4	0,22

L'évolution de la limite d'élasticité est présentée sur la Figure 4-6 et comparée aux données de la littérature. Le lien entre la dureté et la limite d'élasticité d'après les mesures de [Li 2019] est également rappelé sur cette figure. On constate bien dans un premier temps un adoucissement dû à la réversion des clusters puis une forte augmentation de la limite d'élasticité liée à la précipitation de la phase T_1. Après une trentaine d'heures, l'épaississement des précipités fait baisser la limite d'élasticité. Le modèle décrit et étalonné par [Li 2019] pour le cas de l'alliage 2050 à l'état T34 apparaît donc comme performant.

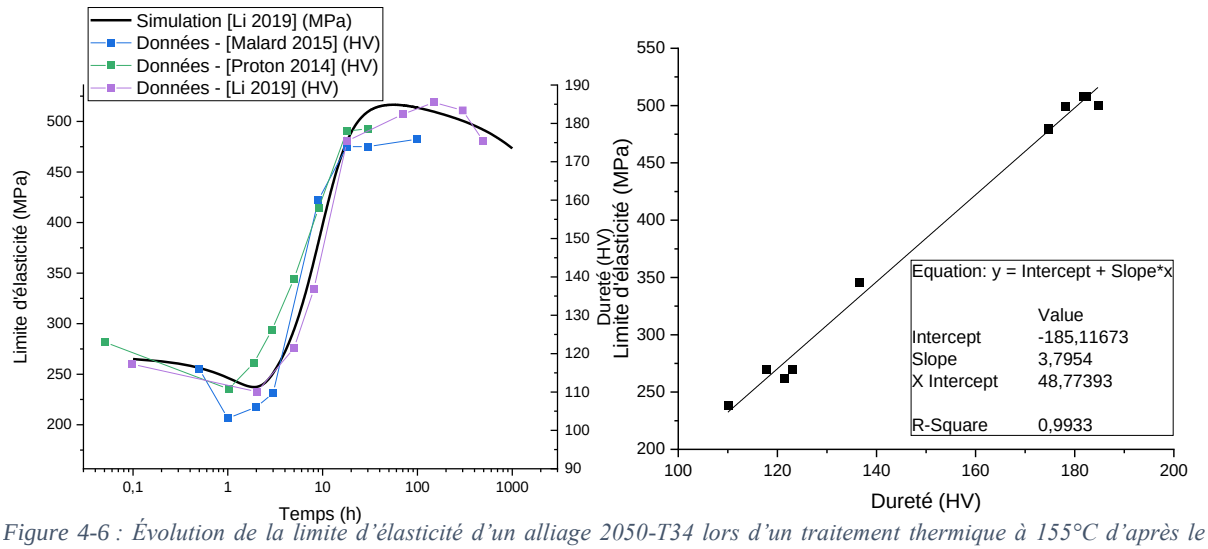


Figure 4-6 : Évolution de la limite d'élasticité d'un alliage 2050-T34 lors d'un traitement thermique à 155°C d'après le modèle de [Li 2019] et comparaison aux données expérimentales de [Li 2019], [Malard 2015] et [Proton 2014] (gauche), Relation entre la limite d'élasticité et la dureté pour l'alliage 2050 d'après les mesures de [Li 2019] (droite)

4.1.4.2. Comparaison avec d'autres données de la littérature

La simulation effectuée à l'aide du modèle de [Li 2019] pour le cas de l'alliage à l'état T34 a été confronté à des données complémentaires obtenues dans la littérature. Ainsi, [Wang 2020] en plus d'un suivi de la dureté a réalisé un suivi en SAXS et en DSC de l'évolution de la fraction volumique de phase T_1 et de la taille de ces précipités par MET pendant le traitement thermique.

Nous pouvons remarquer à la Figure 4-7 a) que l'évolution de la fraction volumique de phase T_1 ne semble pas bien prise en compte par le modèle. Cette constatation est valable à la fois pour le cas de [Wang 2020], mais aussi pour le cas de [Malard 2015] dont l'évolution de dureté est pourtant très proche de celle simulée par [Li 2019] (cf. Figure 4-6).

Concernant l'évolution du rayon des précipités, les deux évolutions sont très similaires entre les données de [Wang 2020], [Proton 2014], [Chung 2018], [Yan 2018] et la simulation ce qui est cohérent puisque cette partie du modèle était étalonnée sur des données expérimentales.

Enfin, les deux évolutions de dureté sont légèrement différentes avec un léger décalage temporel de l'augmentation de dureté et surtout une différence au niveau du pic de dureté. Ceci pourrait être dû à une différence de composition chimique de l'alliage et notamment de la teneur en Ag, élément connu pour favoriser la précipitation de la phase T_1 [Wang 2020], [Khan 2008].

Cette comparaison montre que même si le modèle semble bien fonctionner pour la prédiction de l'évolution de dureté de l'alliage 2050-T34 lors du revenu, la cinétique d'évolution de la phase T_1 ne semble pas bien simulée. De plus, la dureté maximale peut évoluer en fonction de la composition chimique de l'alliage en question. Il s'avère donc nécessaire de modifier le modèle pour pouvoir simuler le cas du joint soudé. Dans un premier temps, différents états de départ connus étudiés dans la littérature [Wang 2020] serviront de cas de référence pour l'étalonnage du modèle modifié.

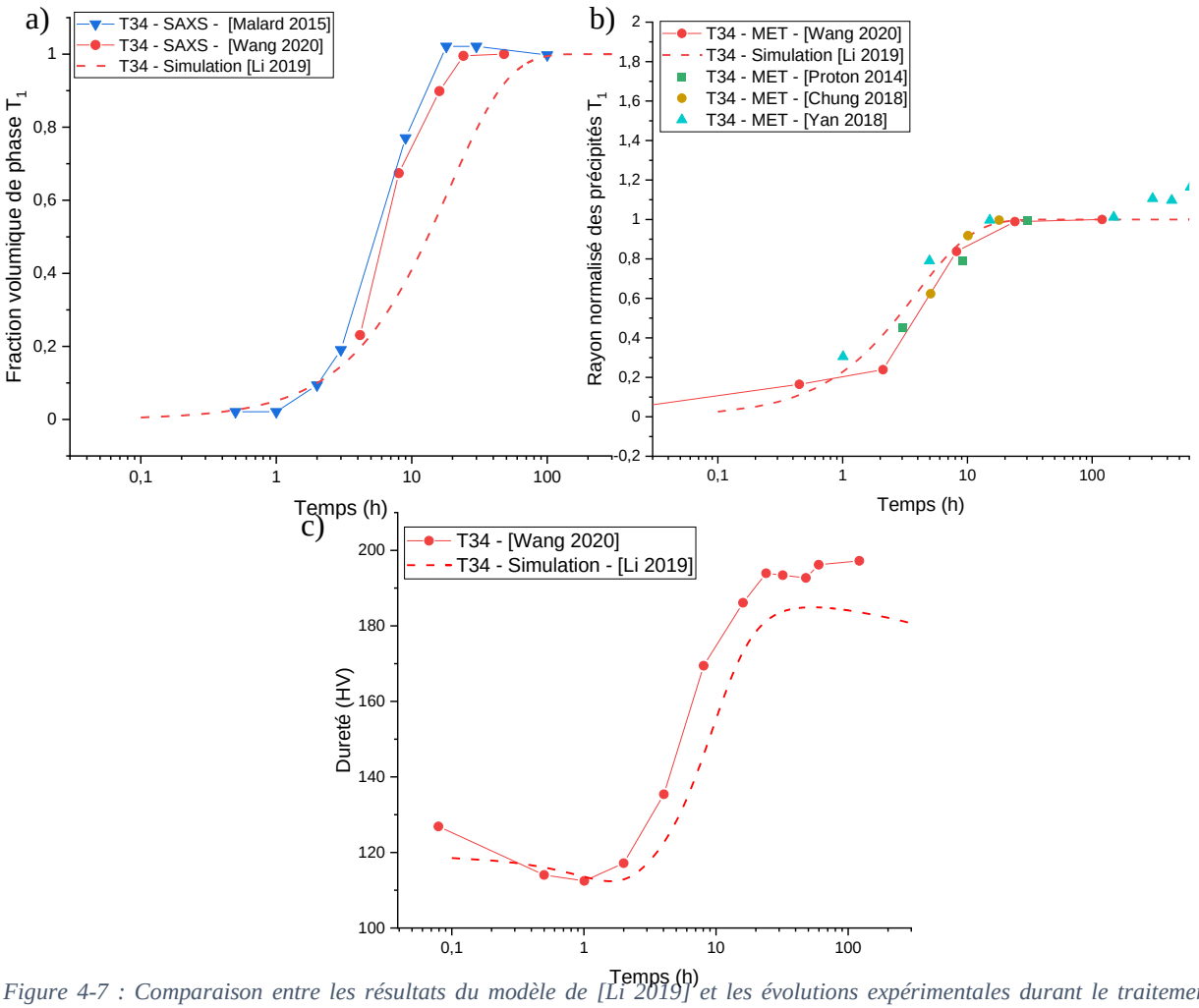


Figure 4-7 : Comparaison entre les résultats du modèle de [Li 2019] et les évolutions expérimentales durant le traitement thermique à 155 °C a) de la fraction volumique de phase T_1 [Wang 2020], [Malard 2014], b) du rayon des précipités T_1 [Wang 2020], [Proton 2014], [Chung 2018], [Yan 2018], c) de la dureté [Wang 2020]

4.2. Prise en compte de différents états de départ

4.2.1. Simulation sans modification du modèle

Pour commencer, l'étude sera menée sur des états de départ connus issus de la littérature [Wang 2020]. Cet auteur a examiné trois cas de départ que sont l'état trempé, l'état prédéformé de 3% et l'état prédéformé de 3% suivi d'une maturation (T34). Chacun de ces états a été caractérisé

par SAXS, DSC et MET pendant le traitement thermique pour déterminer les évolutions de la fraction relative de phase T_1 en présence et la taille de ces précipités. La simulation des trois états de départ a été réalisée à l'aide du modèle de [Li 2019] en modifiant simplement les valeurs initiales de densité de dislocations, de fraction volumique et de rayon des clusters et de la concentration en éléments de la solution solide.

Ainsi, pour le matériau déformé de 3%, le taux de dislocations normalisé reste à 1 mais la fraction volumique et le rayon des clusters sont abaissés à 0 en raison de l'absence de maturation. Ceci entraîne une concentration normalisée de la solution solide prenant la valeur de 1 puisqu'aucun précipité ni cluster n'est présent dans le matériau. De même, pour le matériau à l'état trempé qui ne présente pas de précipité. Dans ce dernier cas, la densité de dislocations normalisée est de plus très faible et sera considérée comme égale à 0 en accord avec la définition de [Li 2019]. Le Tableau 4-4 rassemble ces valeurs initiales pour les 3 états.

Tableau 4-4 : Récapitulatif des données initiales utilisées pour la simulation des trois états de départ

	T34	Déformé 3%	Trempé
Rayon des clusters	1	0	0
Fraction volumique de clusters	0,032	0	0
Densité de dislocations	1	1	0
Concentration de la solution solide	0,978	1	1

Nous pouvons constater à la Figure 4-8 que les évolutions simulées par le modèle de [Li 2019] en prenant en compte les trois états de départ ne présentent pas de différence concernant la taille et la fraction volumique de phase T_1. Ainsi, l'évolution du rayon normalisé des précipités T_1 est fortement sous-estimée pour l'état déformé de 3 % et l'état trempé. Les mêmes observations peuvent être faites concernant l'évolution de la fraction volumique de phase T_1 avec une évolution simulée très similaire entre les trois cas de départ. Ceci entraîne une surestimation de la fraction volumique maximale pour l'état déformé de 3 % et l'état trempé, mais également des décalages au niveau des cinétiques de transformation. Il s'avère donc nécessaire de modifier le modèle pour pouvoir mieux prendre en compte les évolutions de la phase T_1 selon l'état de départ. La Figure 4-9 présente l'évolution simulée de la densité de dislocations normalisée et la concentration normalisée de la solution solide pendant le revenu pour les trois états de départ.

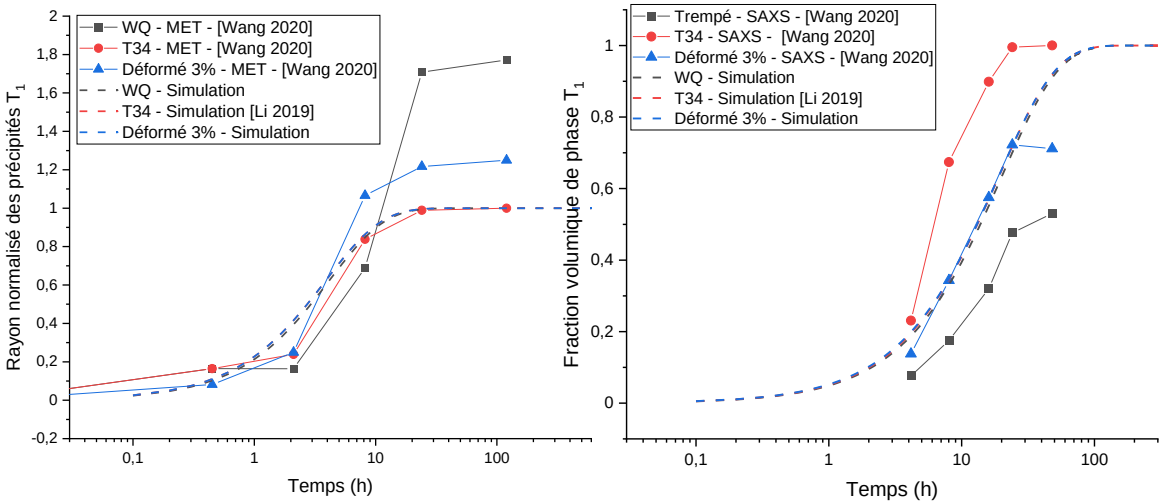


Figure 4-8 : Comparaison entre les données expérimentales de [Wang 2020] et la simulation de [Li 2019] pour le rayon normalisé et la fraction volumique normalisée de phase T_1 pendant le revenu à 155 °C pour trois états initiaux de l'alliage 2050

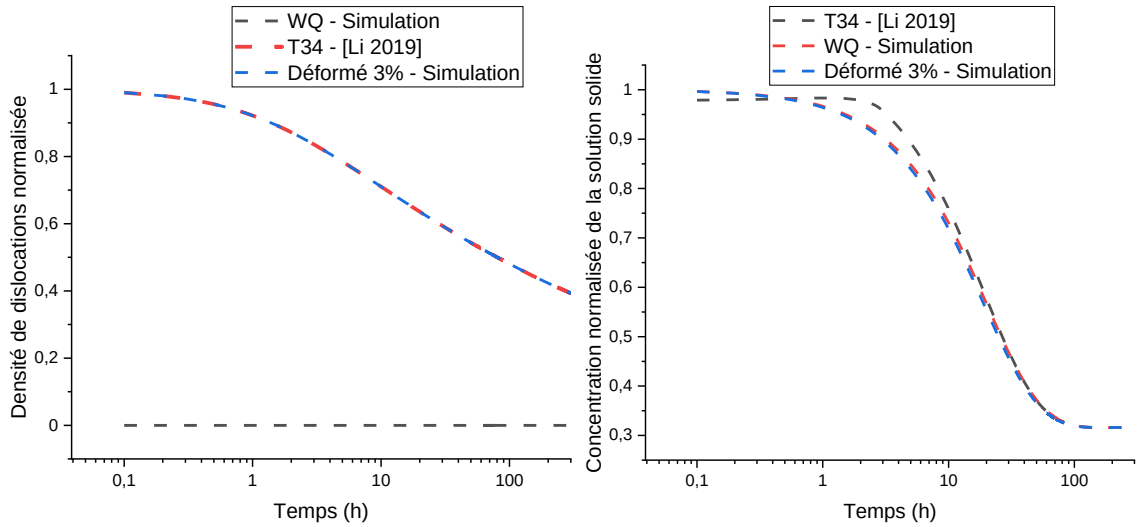


Figure 4-9 : Evolution de la densité de dislocation et de la concentration en élément de la solution solide simulés par le modèle de [Li 2019] pour les trois états de départ étudiés

4.2.2. Modifications apportées au modèle

4.2.2.1. Effet du ralentissement de la cinétique de précipitation de la phase T_1

Comme il a été constaté précédemment, un travail d'étalonnage des paramètres est à mener pour pouvoir simuler correctement l'évolution de la précipitation de phase T_1 dans chacun des cas précédents. Dans un premier temps, nous avons étudié l'effet du ralentissement de la cinétique de précipitation sur le durcissement provenant de la phase T_1 ainsi que sur la concentration en éléments dans la solution solide.

La première étude concerne l'effet du ralentissement de la précipitation de la phase T_1 sur le durcissement. Afin de ralentir arbitrairement la précipitation, l'évolution de la concentration de la solution solide et l'évolution de la taille des précipités seront ralenties en modifiant respectivement les paramètres A_1 (équation 4-4) et C_r (équation 4-9). Ainsi ces deux paramètres seront divisés par 5 pour étudier l'effet du ralentissement de la cinétique de précipitation de la phase T_1. Nous pouvons constater à la Figure 4-10 que le durcissement provenant de la phase T_1 est faiblement ralentie pour des durées inférieures à 10 heures. Au-delà de cette durée, le durcissement provoqué par la phase T_1 devient extrêmement important et incohérent avec les données attendues. Ceci provient de la définition de $\dot{\sigma}_r$ qui est rappelée ci-dessous.

$$\dot{\sigma}_r = C_a \dot{\bar{r}}_n^{m_7} \left(1 - \bar{r}_n^{m_8}\right) \quad 4\text{-}17$$

Au temps court, $\bar{r}_n$ est quasiment nul, on se retrouve donc avec :

$$\dot{\sigma}_r = C_a \dot{\bar{r}}_n^{m_7} \quad 4\text{-}18$$

Comme l'exposant m_7 vaut 0,06 on se retrouve alors, même si $\dot{\bar{r}}_n$ est très faible avec une augmentation relativement rapide de $\dot{\sigma}_r$. Ainsi, comme diviser la valeur de C_r par 5 se traduit par une vitesse de croissance de la taille des précipités cinq fois plus lente, on a alors :

$$\dot{\sigma}_r = C_a \left(\frac{\dot{\bar{r}}_n}{5}\right)^{0,06} = C_a \frac{\dot{\bar{r}}_n^{0,06}}{1,1} \quad 4\text{-}19$$

L'évolution de σ_r est donc très peu impactée par le ralentissement de la précipitation alors que celle-ci prend tout de même 5 fois plus de temps pour atteindre son rayon maximal et donc la

valeur maximale de σ_r. Ceci entraîne une très forte surestimation de la valeur de σ_r au temps long ce qui est incohérent avec les données attendues.

Pour s'affranchir de ce problème, nous utiliserons l'équation initialement décrite par l'auteur avant la transformation mathématique proposée par [Li 2017]. Ainsi, la moyenne harmonique entre les précipités cisaillés et contournés est conservée et l'équation de σ_r obtenue est présenté ci-dessous.

$$\sigma_r = C_a \frac{r_n^2}{r_n^2 + 1} \qquad 4\text{-}20$$

Les valeurs des exposants sont définies pour correspondre au mieux à la simulation réalisée par [Li 2019]. La valeur de C_a doit être modifiée pour correspondre aux durcissements provenant de la précipitation de la phase T_1 observé par [Li 2019] et celle-ci prend désormais la valeur de 700 MPa. Il est à noter que cette valeur dépend du durcissement maximal pouvant être atteint à l'état T8 et est par conséquent sensible à la composition chimique de l'alliage.

L'évolution de σ_{p-n} lors du traitement thermique calculée par les deux méthodes est montrée à la Figure 4-10. Pour chaque version du modèle, deux cas sont exposés, le premier représente l'état T34 et le second représente une cinétique de précipitation de la phase T_1 arbitrairement ralentie d'un facteur cinq comme décrit précédemment. Nous pouvons alors observer que le ralentissement de la cinétique de précipitation est mal pris en compte par le modèle de [Li 2019] avec un faible ralentissement de l'augmentation de σ_{p-n} et une très forte surestimation passée 10 heures de traitement thermique. À l'inverse, la nouvelle méthode de calcul se révèle très proche du modèle de [Li 2019] pour le cas de l'état T34 et seul un décalage temporel est observable lorsque la cinétique de précipitation est ralentie. Cette méthode de calcul s'avère donc plus propice à la simulation du noyau soudé.

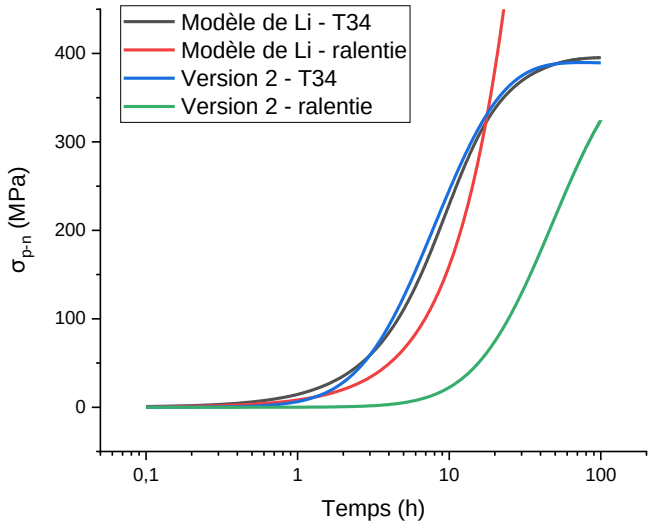


Figure 4-10 : Comparaison entre les deux méthodes de calcul de durcissement par précipitation pour le cas T34 et un cas ralenti arbitrairement d'un facteur 5

A la suite des premières simulations d'un ralentissement important de la précipitation de la phase T_1, il est apparu que la concentration de la solution solide normalisée pouvait excéder la valeur de 1 aux temps courts. Ceci est incohérent puisque cela impliquerait que la concentration en élément de la solution solide dépasserait ainsi celle présente initialement après le traitement thermique de mise en solution. L'augmentation de la concentration de la solution solide étant

liée au phénomène de réversion des clusters caractérisé par la constante A_2, le mode de détermination de celle-ci est revu et une nouvelle méthode de calcul est proposée.

En pratique la concentration de la solution solide normalisée vaut 0,978 en début de traitement thermique due à la présence de clusters dans le matériau à l'état T34. La réversion des clusters conduit à une augmentation de la concentration en élément de la solution solide normalisée qui peut s'approcher de la valeur 1, mais sans la dépasser. En parallèle la formation de la phase T_1 fait diminuer cette concentration jusqu'à la valeur de 0,316, correspondant à l'équilibre à la température du traitement thermique. [Li 2019] a déterminé conjointement les valeurs des constantes $A_1 = 0{,}05\ h^{-1}$ et $A_2 = 0{,}045\ h^{-1}$ de façon à respecter cette évolution et en considérant de plus que le maximum de concentration de la solution solide est obtenu au bout de 2h de traitement thermique avec une valeur assimilable à 1.

Par ailleurs [Li 2019] montre en annexe de son article que A_2 peut s'exprimer sous la forme :

$$A_2 = \frac{3 \times C_{r1}}{K_2(\bar{r}_{d0})^3} \qquad 4\text{-}21$$

Mais une erreur est présente dans cette annexe et en réalité :

$$A_2 = \frac{3 \times \bar{f}_{d0} \times C_{r1}}{K_2(\bar{r}_{d0})^3} \qquad 4\text{-}22$$

où K_2 est une constante reliant l'évolution de la fraction volumique normalisée des clusters à la concentration en solution solide normalisée. Si l'on repart de l'équation proposée par [Li 2019] $\bar{f} = \bar{f}_d + \bar{f}_n = \frac{1-\bar{c}}{1-\bar{c}_a}$ avec une valeur de $\bar{f}_n$ considérée comme nulle, puisque l'on se situe dans le domaine de réversion des clusters sans formation de phase T_1, on obtient nécessairement $K_2 = \frac{1}{1-\bar{c}_a}$. L'équation 4-23 nous permet alors de déterminer directement la valeur de A_2 qui est de 0,012 (comparé au 0,045 défini par [Li 2019]).

$$A_2 = \frac{3 \times \bar{f}_{d0} \times C_{r1} \times (1 - \bar{c}_a)}{(\bar{r}_{d0})^3} \qquad 4\text{-}23$$

Ainsi, si l'on étudie le cas d'une précipitation de phase T_1 fortement ralentie, seule la réversion des clusters exercera une influence sur la concentration de la solution solide. Il est alors possible de simplifier l'équation 4-4 en ne gardant que la partie dépendante du rayon normalisé des clusters. Les évolutions de la concentration de la solution solide normalisée suivant les deux valeurs de A_2 calculées précédemment sont comparées sur la Figure 4-11. La valeur de A_2 déterminée par l'équation 4-23 permettant d'obtenir une valeur de concentration normalisée maximale beaucoup plus proche de 1 que la valeur établie par [Li 2019], cette équation 4-23 définira dorénavant la valeur de A_2.

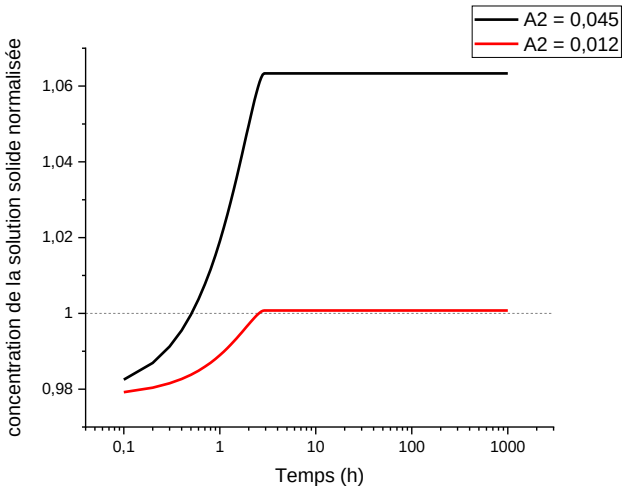


Figure 4-11 : Évolution de la concentration de la solution solide normalisée en prenant uniquement en compte la dissolution des clusters pour deux valeurs de A_2 différentes

4.2.2.2. Fraction volumique de phase T_1

Dans un second temps, l'évolution de la fraction relative de phase T_1 a été étalonnée à l'aide des mesures réalisées en SAXS et DSC par [Wang 2020]. D'après cet auteur, plusieurs phases sont formées pendant le traitement thermique suivant l'état de départ. Lors d'un traitement thermique depuis l'état T34, la présence de clusters Ag-Mg et de dislocations favoriserait la formation d'un grand nombre de phases T_1. Pour l'état déformé de 3%, seules les dislocations sont présentes ce qui promeut la précipitation de la phase T_1. Cependant quelques phases θ' ont été observées par [Wang 2020] ce qui limite la quantité de phases durcissantes T_1 pouvant être présentes dans le matériau. Enfin pour le cas du matériau à l'état trempé, la faible quantité de dislocations entraîne la formation de phases T_1, θ' et σ limitant de nouveau la quantité de phases T_1. Afin de prendre ces observations en compte, un terme a été ajouté pour le calcul de la fraction volumique de phase T_1 :

$$\bar{f} = \bar{f_d} + \bar{f_n} + \bar{f_t} = \frac{1-\bar{c}}{1-\bar{c}_a} \qquad 4\text{-}24$$

avec $\bar{f_t}$ la fraction volumique normalisée de phase θ', σ et autres phases peu durcissantes se formant lors du traitement thermique. L'évolution de $\bar{f_t}$ lors du traitement thermique découle directement de l'évolution de la concentration en élément de la solution solide. Ainsi l'évolution calculée fait intervenir le paramètre A_1 et l'effet de la densité de dislocations comme pour le cas de la concentration de la solution solide (équation 4-25). De même, la fraction de phase va évoluer de 0 jusqu'à une valeur maximale représentée par $\bar{f}_{tm}$ dépendant de l'état de départ comme [Wang 2020] a pu le constater. Pour le matériau à l'état T34 $\bar{f}_{tm}$ prendra la valeur 0, pour le matériau à l'état prédéformé de 3 % la valeur définie est de 0,19 et pour le matériau à l'état trempé la valeur de 0,47 sera retenue.

$$\dot{\bar{f}}_t = A_1\left(\bar{f}_{tm} - \bar{f}_t\right)\left(1 + \gamma_0 \bar{\rho}^{m_2}\right) \qquad 4\text{-}25$$

Afin d'expliciter le choix de l'équation simulant l'évolution de $\bar{f_t}$, l'équation 4-24 est dérivée.

$$\dot{\bar{f}} = \dot{\bar{f}}_d + \dot{\bar{f}}_n + \dot{f}_t = \frac{-\dot{\bar{c}}}{1-\bar{c}_a} \quad 4\text{-}26$$

En considérant que $\dot{\bar{f}}_d = -\frac{A_2 \bar{r}_d}{1-\bar{c}_a}$, il est possible de s'affranchir de la partie concernant les clusters dans le calcul reliant la concentration en élément de la solution solide et les fractions volumiques de précipité. Cette hypothèse est d'autant plus pertinente que les clusters ont été totalement dissous après une à deux heures de traitement thermique. Ils ne jouent donc plus aucun rôle sur l'évolution de la concentration de la solution solide pour des durées plus longues.

$$\dot{\bar{f}}_n + \dot{f}_t = A_1(1+\gamma_0 \bar{\rho}^{m_2}) \frac{\bar{c}-\bar{c}_a}{1-\bar{c}_a} \quad 4\text{-}27$$

Enfin, en remplacement $\dot{\bar{f}}_t$ par l'équation 4-25 nous obtenons l'équation permettant de calculer la fraction volumique de précipité T_1. La forme de cette équation est très similaire à celle développée par [Li 2019] avec un terme en plus lié à la présence de phases peu durcissante. L'équation mise en place pour le calcul de $\dot{\bar{f}}_t$ apparaît donc cohérente d'autant plus que ce choix permettra de simuler des cinétiques de précipitation de la phase T_1 sans rupture de pente.

$$\dot{\bar{f}}_n = A_1(1+\gamma_0 \bar{\rho}^{m_2}) \left(\frac{\bar{c}-\bar{c}_a}{1-\bar{c}_a} - \left(\bar{f}_{tm} - \bar{f}_t\right) \right) \quad 4\text{-}28$$

De plus l'effet du taux de dislocations sur la cinétique de précipitation de la phase T_1 a été augmenté afin de pouvoir simuler le cas de l'état T34 observé par [Wang 2020]. Pour cela, la valeur de γ_0 utilisée pour calculer l'évolution de la teneur en élément de la solution solide (cf. équation 4-4) a été augmentée en passant de 0,08 à 1,7.

La comparaison entre les mesures de fraction volumique relative de phase T_1 mesurée par [Wang 2020] et la simulation est exposée à la Figure 4-12. La nouvelle version du modèle montre une bonne correspondance avec les essais expérimentaux de [Wang 2020] pour les trois cas d'étude. Le maximum de fraction relative de phase T_1 simulée est alors très similaire aux mesures de [Wang 2020] tout comme les cinétiques de précipitation qui s'avèrent très proches des mesures.

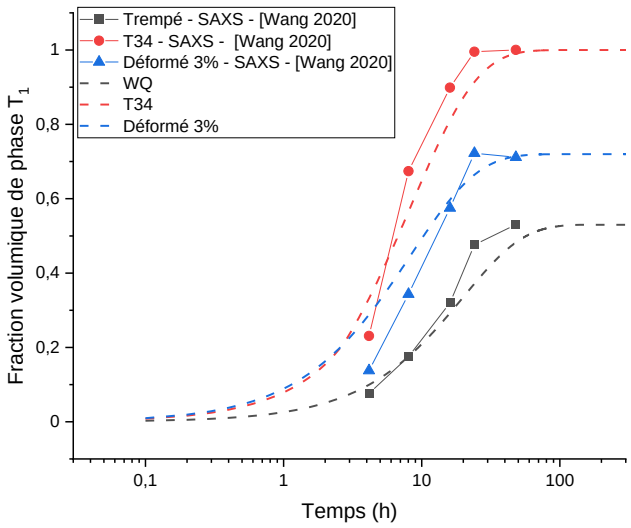


Figure 4-12 : Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de phase T_1 entre les mesures de [Wang 2020], la simulation réalisée à l'aide du modèle de [Li 2019] et la simulation effectuée avec la nouvelle version du modèle

4.2.2.3. Rayon des précipités T_1

L'évolution du rayon des précipités T_1 lors du traitement thermique a été étalonné à l'aide des mesures effectuées par [Wang 2020] en MET. La valeur de γ_0 décrite précédemment est conservée dans cette partie, ceci implique une diminution de la valeur de C_r (cf. équation 4-9) de 0,238 à 0,079 pour être cohérent avec le cas de l'état T34.

La seconde modification concerne la valeur de Q, en effet [Wang 2020] observe que la taille maximale des précipités T_1 atteinte après 30 heures de traitement thermique diffère selon l'état de départ de l'alliage 2050. La valeur de Q représentant la valeur maximale du rayon normalisé des précipités T_1 est alors de 1 pour l'état T34, 1,25 à l'état prédéformé de 3% et 1,77 pour l'état trempé WQ. [Malard 2015] a également pu observer que les précipités T_1 présentaient une taille moyenne plus importante dans le noyau soudé après le revenu que dans l'alliage à l'état T8. Les données mesurées après 30 heures de traitement thermique par ces deux auteurs sont présentées à la Figure 4-13. Nous pouvons observer qu'une tendance semble se dégager avec des précipités de taille plus importante lorsque la quantité de ceux-ci est faible. Ceci paraît cohérent puisque dans le cas de l'état T34, présentant la fraction volumique de phase T_1 la plus importante, le nombre de sites de nucléation est très important (cf. Figure 1-19 partie 1.1.5). Ainsi, les éléments disponibles seront capturés par un grand nombre de précipités ce qui va limiter la croissance de ces précipités. A l'inverse, pour le cas de l'état trempé, le nombre de sites de nucléation est plus faible et donc les éléments d'addition sont capturés par un moins grand nombre de sites ce qui permet une croissance plus importante de cette phase. A partir de la Figure 4-13, un polynôme d'ordre 2 a été défini pour relier la fraction volumique normalisée de phase T_1 et le rayon normalisé de ces phases après 30 heures de traitement thermique.

$$Q = 4{,}69 - 7{,}52 \times \bar{f}_{n_{max}} + 3{,}83 \times \bar{f}_{n_{max}}{}^{2} \qquad 4\text{-}29$$

Avec $\bar{f}_{n_{max}}$ la fraction volumique de phase T_1 maximale pouvant être formée lors du traitement thermique à 155 °C.

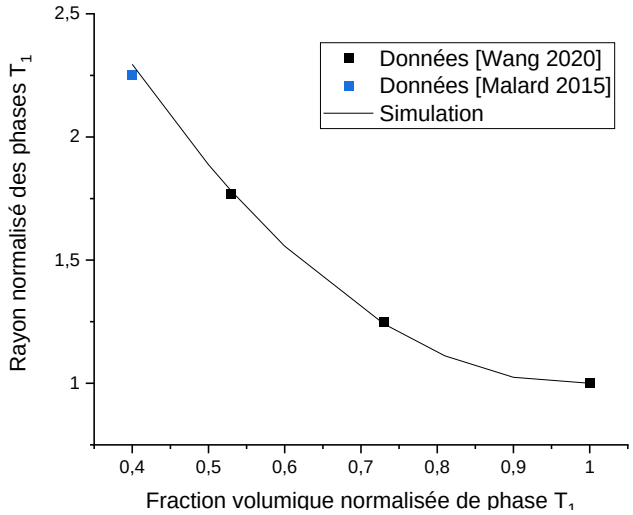


Figure 4-13 : Rayon normalisé des phases T_1 dans l'alliage 2050 en fonction de la fraction volumique de phases T_1 après 30 heures de traitement thermique à 155 °C

La Figure 4-14 présente l'évolution du rayon normalisé des précipités mesurés par [Wang 2020] comparé à la simulation. Celle-ci semble très bien simuler les cinétiques d'évolutions ainsi que

la taille maximale des précipités en fonction des trois états de départ pris en compte ce qui permet de valider les modifications apportées au modèle.

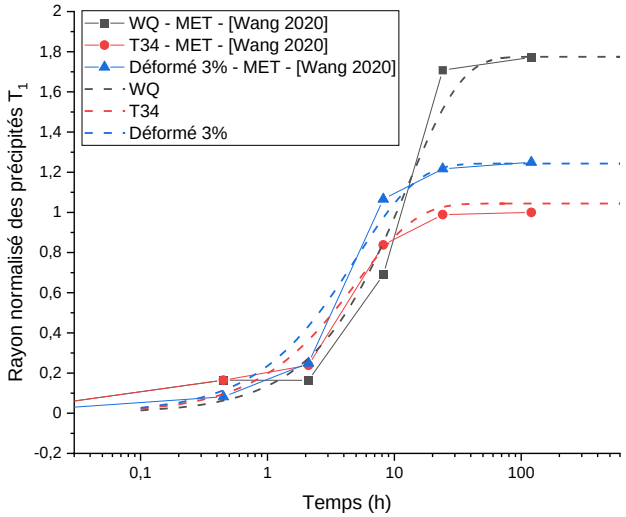


Figure 4-14 : Comparaison de l'évolution du rayon normalisé des précipités T_1 entre les mesures de [Wang 2020] et la simulation effectuée avec la nouvelle version du modèle pour le revenu à 155 °C

4.2.2.4. Simulation de l'évolution de dureté

La dernière étape concerne la simulation de l'évolution de dureté lors du traitement thermique. Comme l'évolution de la fraction volumique de phase T_1 pour le cas de l'état T34 a été modifiée, il a été nécessaire de changer la valeur de l'exposant m_5 (équation 4-12) et de l'augmenter pour atteindre 0,7. La valeur de C_a (équation 4-20) a été définie à 800 MPa afin de correspondre aux mesures de [Wang 2020] pour le cas de l'état T34.

Les résultats de la simulation effectuée avec la nouvelle version du modèle sont présentes à la Figure 4-15. Les évolutions calculées s'avèrent très proches de celles mesurées expérimentalement par [Wang 2020] pour les trois cas présentés ici. La dureté avant traitement thermique se révèle aussi très proche des mesures ce qui conforte l'étalonnage des valeurs de C_{a1}(équation 4-8) et A_3 (équation 4-3) réalisées par [Li 2019]. Les cinétiques d'augmentation de dureté simulée sont très peu différentes entre le cas T34 et le cas déformé de 3 % et seule une faible différence au niveau du pic de dureté peut être observée. Ceci est à rapprocher des mesures de [Wang 2020] où là aussi les écarts de cinétique de durcissement sont faibles. Pour le cas de l'état trempé (WQ), la première augmentation de dureté n'est pas simulée par le modèle parce que ce dernier ne prend pas en compte la formation de clusters pendant le traitement thermique. Cette omission ne devrait pas poser de problèmes pour la simulation du revenu du noyau soudé, car ces clusters y sont déjà présents comme a pu le constater [Malard 2015]. Enfin, le durcissement et la dureté maximale sont très bien simulés pour ce cas ce qui nous amène à conclure sur la pertinence du modèle de [Li 2019]. Ce dernier, avec quelques ajustements mineurs (rassemblés dans le Tableau 4-5), semble très bien prédire les variations de fraction volumique de phase T_1 et la taille de ces dernières. De plus ce modèle s'avère toujours cohérent avec la simulation initialement réalisée par [Li 2019] sous couvert de prendre une valeur de C_a de 700 MPa afin de correspondre à la dureté maximale observée par l'auteur. Ce modèle semble donc viable pour être utilisé sur le cas des joints soudés par friction malaxage. Toutefois, le cas des joints soudés s'avère plus complexe que les trois cas présentés

ici, ce qui nous incite à réaliser des campagnes expérimentales qui sont détaillées dans la suite du document pour pouvoir étalonner plus finement ce modèle.

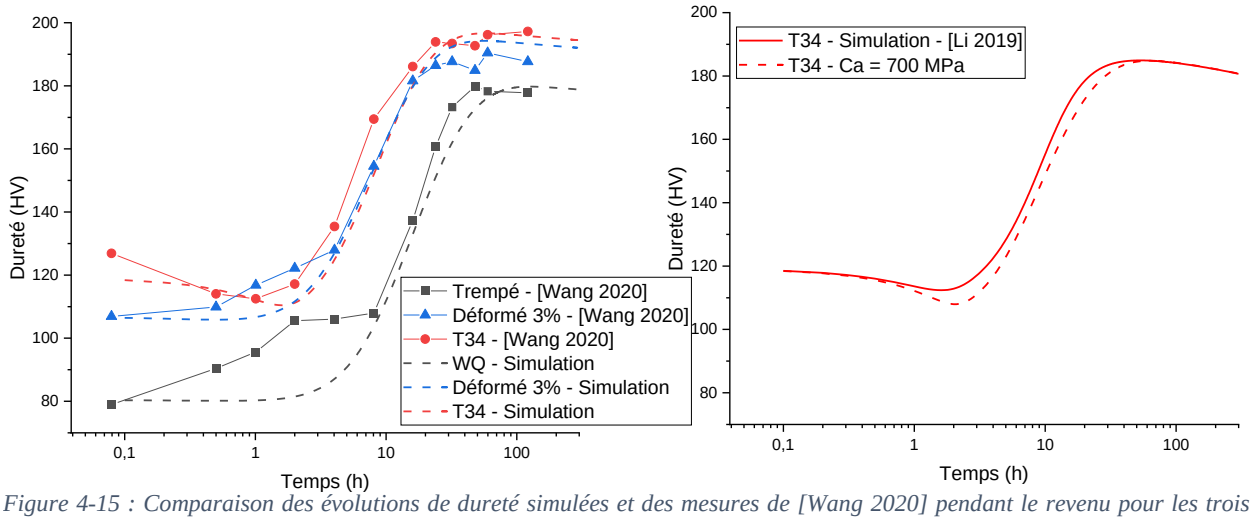


Figure 4-15 : Comparaison des évolutions de dureté simulées et des mesures de [Wang 2020] pendant le revenu pour les trois états de départ étudiés (gauche), Comparaison entre l'évolution de dureté simulée par le modèle de [Li 2019] et la nouvelle version du modèle en prenant Ca = 700 MPa (droite)

Tableau 4-5 : Récapitulatif des modifications apportées au modèle concernant les valeurs des paramètres et les équations utilisées

Paramètre		Valeur	Phase T_1
A_2		$0{,}012\ h^{-1}$	$Q = 4{,}69 - 7{,}52 \times \bar{f}_{n_{max}} + 3{,}83 \times \bar{f}_{n_{max}}^{\ 2}$
C_a		$700\ MPa - [Li]$ $800\ MPa - [Wang]$	$\frac{1-\bar{c}}{1-\bar{c}_a} = \bar{f}_d + \bar{f}_n + \bar{f}_t$
m_5		0,7	$\dot{\bar{f}}_t = A_1(\bar{f}_{tm} - \bar{f}_t)(1 + \gamma_0 \bar{\rho}^{m_2})$
$\bar{f}_{tm}$	T34	0	$\sigma_r = C_a \frac{r_n^2}{r_n^2 + 1}$
	Déformé 3%	0,19	
	Trempé	0,47	
C_r		$0{,}079\ h^{-1}$	
γ_0		1,7	

4.3. Caractérisation de l'alliage 2050-T34

Afin d'obtenir des données complémentaires concernant les évolutions de fraction volumique de précipités T_1 lors du traitement thermique de l'alliage 2050, il a été choisi de réaliser des essais de résistivité électrique. En effet, cette technique permet de suivre en continu l'évolution des fractions volumiques de précipités contrairement aux mesures de dureté, de DSC ou bien de SAXS qui nécessitent de réaliser des traitements thermiques interrompus. Toutefois, pour valider l'utilisation de cette technique il a tout d'abord été nécessaire de la confronter aux essais de DSC afin de pouvoir valider l'observation des transformations métallurgiques dans le matériau par la méthode de résistivité électrique. Dans un second temps, des essais de résistivité électrique pendant le traitement thermique à 155 °C pour différents états de départ seront présentés. Une comparaison avec les données de [Wang 2020] sera également effectuée afin de valider l'utilisation de cette technique pour le cas de maintien isotherme. Pour terminer, la caractérisation des joints soudés FSW réalisée par mesure de dureté avant et après traitement thermique ainsi que par suivi de résistivité électrique sera présentée. Ces données permettront

d'utiliser le modèle établi précédemment et de critiquer sa pertinence pour les cas de joints soudés FSW.

4.3.1. Essais de résistivité électrique à 20 °C/min

Deux formes d'éprouvettes ont ici été utilisées. Tout d'abord un cylindre de diamètre 5 mm et de longueur 15 mm, puis des éprouvettes parallélépipédiques d'épaisseur 2 mm, de largeur 5 mm et de longueur 25 mm afin de réduire les incertitudes de mesure. Une dizaine d'essais ont été réalisés et environ 50 % d'entre eux n'ont pas été pertinents suite à un mauvais contact électrique entre la pièce et les fils de mesures.

Trois essais sont ici présentés à la Figure 4-16, on constate ainsi que l'évolution de résistivité est proche de zéro lorsque la température est inférieure à 225 °C. Ensuite deux pics d'augmentation de résistivité électrique peuvent être observés avant une forte diminution de celle-ci entre 350 et 400 °C. Pour finir, une dernière augmentation de résistivité peut être remarquée entre 400 °C et près de 550 °C.

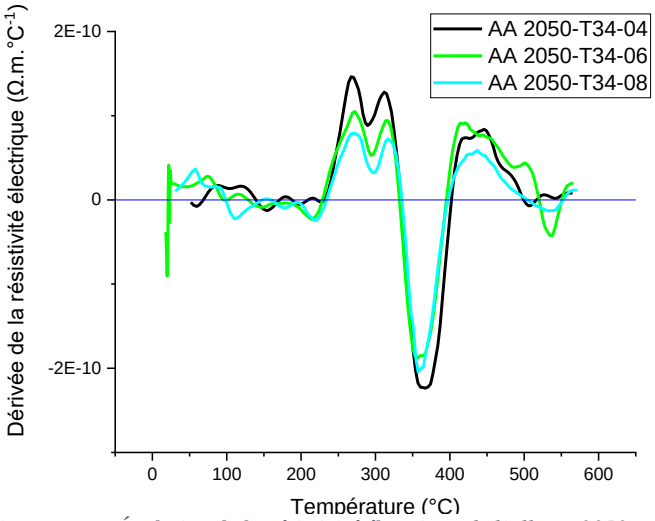


Figure 4-16 : Évolution de la résistivité électrique de l'alliage 2050-T34 en fonction de la température (chauffage à 20 °C/min)

Le signal n°04 est ensuite comparé à un essai de DSC réalisé sur l'alliage à l'état T34 (cf. Figure 4-17). Le large pic endothermique à basse température (pic A) représente la dissolution des clusters. On observe dans cette zone que la résistivité électrique est stable et donc que ce phénomène n'est pas détecté. Le pic B correspond à la précipitation de la phase T_1 avec une épaisseur monoatomique [Dorin 2014]. Ce pic est situé exactement au moment de la première augmentation de résistivité électrique. Cette augmentation de résistivité électrique anormale pour une étape de précipitation a déjà pu être observée dans la littérature. Ainsi, deux hypothèses ont pu être mises en avant, [Thompson 1973] met en avant une résistivité électrique intrinsèque des précipités T_1 très élevée. Pour [Yamamoto 1995], [Khan 2008], [Khan 2008] cet effet serait dû à la présence d'un champ de déformation autour des précipités T_1 très important augmentant la résistivité électrique. D'après eux, l'augmentation du rayon des précipités T_1 aurait alors tendance à diminuer ce champ de déformation ce qui conduirait à une diminution de la résistivité électrique. L'épaississement de la phase T_1 présent au pic C semble également observable par les mesures de résistivité électrique avec une augmentation de cette dernière. La précipitation de la phase θ' semble entraîner une forte diminution de la résistivité électrique qui pourrait être accentuée par l'augmentation du rayon des précipités T_1 comme

décrit dans la littérature. Enfin, une augmentation de la résistivité électrique peut être observée dans la zone de dissolution des phases T_1 / θ'.

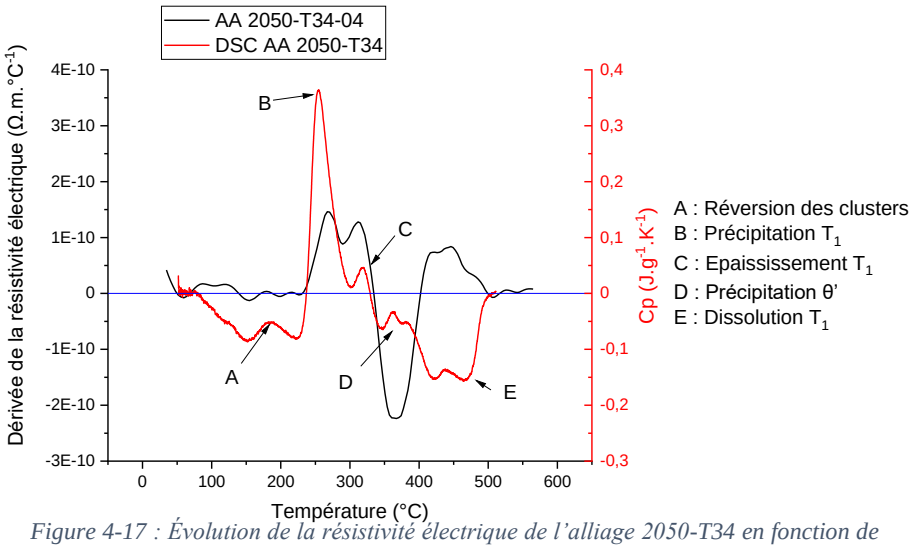


Figure 4-17 : Évolution de la résistivité électrique de l'alliage 2050-T34 en fonction de la température et comparaison avec une courbe DSC

L'évolution de la fraction relative de phase T_1 peut alors être déterminée comme étant de 0 au début du pic B et comme étant de 100 % à la fin du pic B pour l'essai en DSC. La même méthodologie est appliquée pour l'essai de résistivité électrique en considérant le 100 % comme étant le creux entre les bosses correspondant aux pics B et C (cf. Figure 4-18). Nous pouvons alors observer que les débuts et fins de transformation semblent relativement proches, mais que les évolutions ne correspondent pas. Ainsi, l'évolution de résistivité électrique ne semble donc pas directement proportionnelle à l'évolution de fraction volumique de phase T_1.

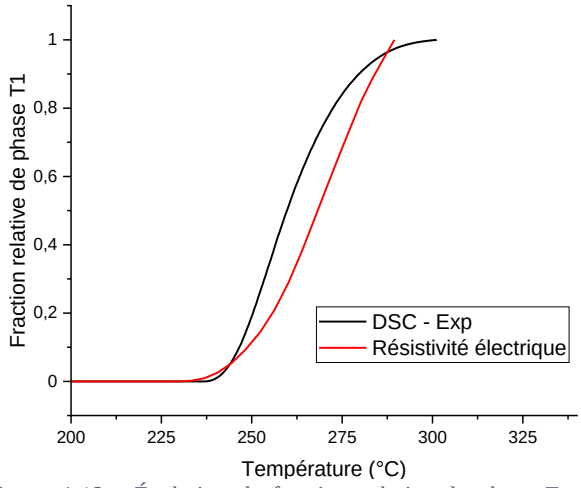


Figure 4-18 : Évolution de fraction relative de phase T_1 en fonction de la température (chauffe à 20 °C/min) pour l'essai de DSC et pour l'essai de résistivité électrique

Pour répondre à cette problématique, la méthode de calcul présentée par [Jiang 2018] pour passer de la résistivité électrique à la fraction relative de précipités T_1 a été utilisée. Pour cela, un terme a été ajouté à l'équation afin de prendre en compte l'augmentation de résistivité électrique liée à la présence de la phase T_1 comme observé précédemment.

$$\rho_e = \rho_{SS} + \rho_{PPT} \quad (4\text{-}30)$$

$$\rho_e = \rho_{SS} + f_v^{\,a}\rho_{T_1} - f_v(\rho_{Cu}X_{Cu} + \rho_{Li}X_{Li}) \quad (4\text{-}31)$$

Avec ρ_{SS} la résistivité électrique du matériau à l'état trempé. f_v correspond à la fraction volumique de précipitée T_1 avec a un exposant à déterminer et ρ_{T_1} la résistivité électrique associée à la présence de la phase T_1. ρ_{Cu} et ρ_{Li} correspondent à la résistivité électrique associée à la présence de ces éléments dans la solution solide. Enfin, X_{Cu} et X_{Li} sont relatifs à la composition de la phase T_1. L'équation 4-32 représentant l'évolution normalisée est ensuite utilisée pour s'affranchir des incertitudes de mesure. La valeur de résistivité électrique minimale (ρ_{min}) est obtenue pour cet alliage quand le matériau est à l'état trempé. Il en résulte ainsi que la contribution des précipités est alors nulle. Pour la contribution maximale, celle-ci correspond au cas ou la fraction volumique de précipités T_1 est la plus importante et donc au cas du matériau à l'état T8, ce qui nous permet d'obtenir l'équation 4-33.

$$\bar{\rho}_e = \frac{\rho_{SS} + \rho_{PPT} - (\rho_{SS})}{\rho_{SS} + \rho_{PPT_{max}} - (\rho_{SS})} \quad 4\text{-}32$$

$$\bar{\rho}_e = \frac{\rho_{PPT}}{\rho_{PPT_{max}}} = \frac{{f_v}^a \rho_{T_1} - f_v(\rho_{Cu}X_{Cu} + \rho_{Li}X_{Li})}{{f_{v_{max}}}^a \rho_{T_1} - f_{v_{max}}(\rho_{Cu}X_{Cu} + \rho_{Li}X_{Li})} \quad 4\text{-}33$$

Il est ainsi possible de travailler en fraction volumique relative avec $\overline{f_v} = f_v / f_{v_{max}}$ ce qui nous permet de déterminer l'équation reliant l'évolution de la fraction volumique normalisée de précipités à l'évolution de résistivité électrique normalisée (équations 4-34 et 4-35). Nous utiliserons ici une valeur de ρ_{Cu} de 8 nΩ.m défini par [Jiang 2018] et une valeur de ρ_{Li} de 9,9 nΩ.m en accord avec les données expérimentales de [Ceresara 1977] et [Noble 1971]. La fraction maximale de phase T_1 est reprise des travaux de [Wang 2020] et prend la valeur 3,79 %. Enfin, la valeur de a a été fixée à 2 et la valeur de ρ_{T_1} à 20 nΩ.m afin de correspondre au mieux aux données expérimentales. La Figure 4-19 montre que le début de transformation semble sous-estimé par la simulation, toutefois cette zone est fortement dépendante de la définition de la température de début de transformation ce qui favorise les incertitudes dans cette zone.

$$\bar{\rho}_e = \frac{{f_{v_{max}}}^a \rho_{T_1}}{{f_{v_{max}}}^a \rho_{T_1} - f_{v_{max}}(\rho_{Cu}X_{Cu} + \rho_{Li}X_{Li})} \overline{f_v}^a - \frac{f_{v_{max}}(\rho_{Cu}X_{Cu} + \rho_{Li}X_{Li})}{{f_{v_{max}}}^a \rho_{T_1} - f_{v_{max}}(\rho_{Cu}X_{Cu} + \rho_{Li}X_{Li})} \overline{f_v} \quad 4\text{-}34$$

$$\bar{\rho}_e = 1{,}063 \times \overline{f_v}^2 - 0{,}063 \times \overline{f_v} \quad 4\text{-}35$$

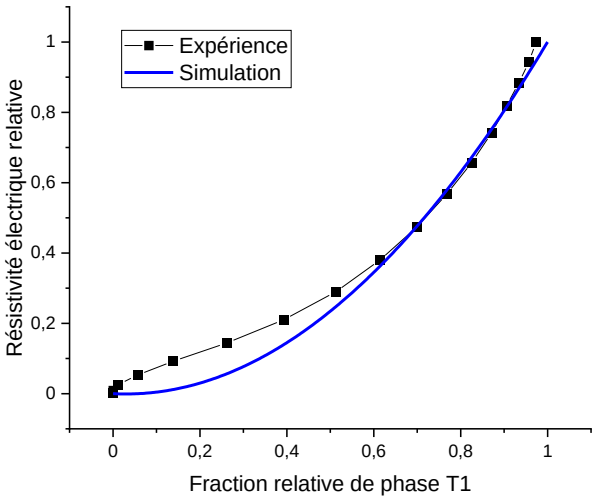


Figure 4-19 : Comparaison expérience / simulation des évolutions de résistivité électrique en fonction de la fraction volumique relative de phase T_1 mesurée par DSC pour l'alliage 2050

4.3.2. Essais de résistivité électrique isotherme

La seconde étude concerne l'évolution de la résistivité électrique pendant le traitement thermique de revenu de 30 heures à 155 °C. La méthodologie d'instrumentation décrite à la partie 2.1.2 sera utilisée pour mesurer les évolutions de résistivité électrique. Deux états de départ correspondant à l'état T34 et à l'état trempé (WQ) ont été étudiés afin de suivre les cinétiques de précipitation de la phase T_1 dans ces deux cas extrêmes. La méthodologie décrite précédemment sera utilisée pour convertir la résistivité électrique relative en fraction relative de phase T_1. Les résultats ainsi obtenus seront comparés aux données de [Wang 2020] obtenues par SAXS sur ces deux états de départ.

Les évolutions de résistivité électrique pendant le traitement thermique pour l'état T34 et l'état trempé sont présentés à la Figure 4-20. Plusieurs essais ont été réalisés pour chacun des états de départ et seuls les essais présentant une évolution cohérente sont présentées. Nous pouvons observer pour le cas de l'état T34 une très forte dispersion expérimentale entre les essais 04/05 et les essais 06/07 provenant d'incertitude sur la mesure des dimensions des éprouvettes. Afin de limiter les erreurs, le microscope numérique Keyence VHX-7000 a été utilisé à partir de l'essai numéro 6. Nous pouvons observer que pour les états trempés, la dispersion en utilisant le microscope numérique est bien plus faible avec environ 10 % d'écart entre les 5 essais. Concernant les résultats sur l'état T34, nous pouvons observer un palier de résistivité électrique jusqu'à environ 2 heures de traitement thermique. Ensuite, une légère diminution est constatée avant une augmentation notable. La forte augmentation de résistivité électrique est causée par la formation de la phase T_1 comme décrit précédemment. Ceci suggèrerait que la faible diminution de résistivité observée juste avant l'augmentation serait due à la réversion des clusters. Enfin, l'évolution de résistivité électrique s'infléchit au bout de 30 heures de traitement thermique signe que la précipitation de la phase T_1 semble être complète au bout de 30 heures à 155 °C pour le cas du matériau à l'état T34. Pour l'état trempé, le plateau de résistivité électrique semble prolonger jusqu'à environ 10 heures de traitement thermique. Puis la résistivité électrique commence à augmenter suite à la précipitation de la phase T_1. Nous pouvons noter que l'amplitude de l'augmentation de résistivité électrique semble plus faible et que la valeur maximale ne semble pas atteinte après 30 heures de traitement thermique. Ainsi, la précipitation de la phase T_1 semble retardée pour les essais à l'état trempé et la fraction

volumique de phase T_1 plus faible après 30 heures de traitement thermique ce qui est en accord avec les observations de la littérature [Wang 2020], [Malard 2015].

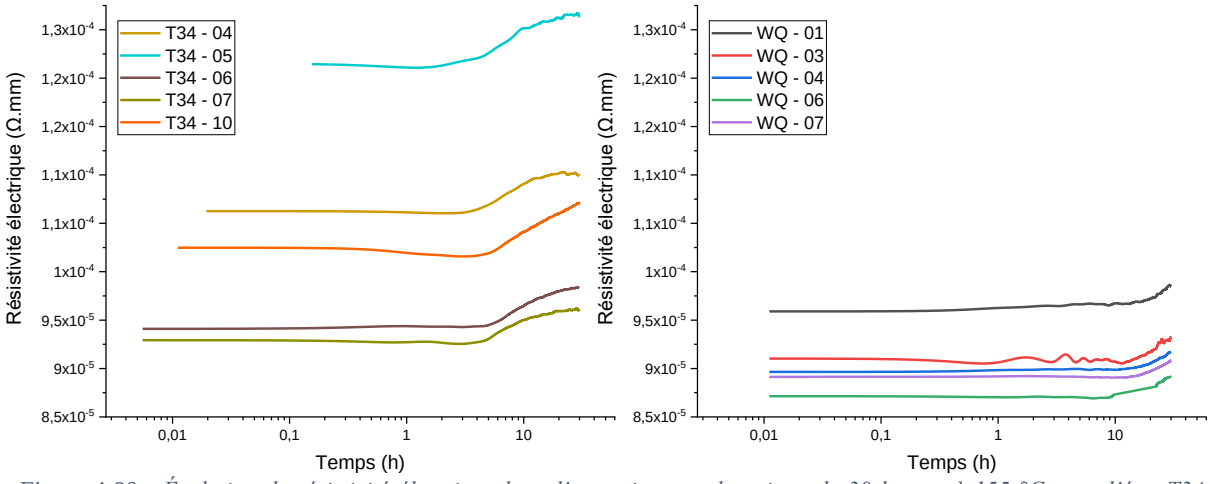


Figure 4-20 : Évolution de résistivité électrique lors d'un traitement thermique de 30 heures à 155 °C pour l'état T34 (gauche) et pour l'état trempé (droite)

Afin de s'affranchir de la forte dispersion expérimentale notamment pour les essais sur le matériau à l'état T34, la résistivité électrique a été convertie en résistivité électrique relative en utilisant l'équation 4-36. Afin, de calculer les évolutions de résistivité électrique relative, il a été déterminé que celle-ci était de 0 au minimum de résistivité électrique et de 1 pour le maximum de résistivité électrique dans le cas du matériau à l'état T34. Pour le matériau à l'état trempé (WQ), comme la fraction volumique de précipité attendue à la fin du traitement thermique est plus faible que celle de l'état T34, un facteur multiplicatif de la résistivité électrique minimale a été utilisé pour définir la résistivité électrique maximale. Ce facteur multiplicatif de 1,04 a été déterminé à l'aide des essais de résistivité électrique menés sur le matériau à l'état T34.

$$\bar{\rho} = \frac{\rho - \rho_{min}}{1{,}04 \times \rho_{min} - \rho_{min}} \qquad 4\text{-}36$$

Les évolutions de résistivité électrique normalisée sont présentées à la Figure 4-21, la dispersion pour les essais sur le matériau à l'état T34 est alors très faible avec une augmentation de la résistivité électrique à partir de 2 heures de traitement thermique jusqu'au maximum de résistivité électrique relatif à partir de 20-30 heures. Pour l'état trempé, la dispersion est un peu plus importante notamment pour l'essai numéro 01 qui présente une première augmentation de résistivité électrique aux temps courts. Pour les autres essais, la résistivité électrique relative commence à augmenter à partir de 10 heures de traitement thermique et atteint environ 0,6 après 30 heures de traitement thermique. Sur la figure de droite les données obtenues par les mesures de résistivité électrique sont croisées avec les données de [Wang 2020]. Ainsi la fraction volumique relative mesurée par cet auteur après différentes durées de revenus pour les deux états de départ est reporté en abscisse. La résistivité électrique relative obtenue par les essais présentés précédemment est reportée en ordonnée. Enfin la simulation proposée à la partie 4.3.1 reliant la résistivité électrique relative à la fraction relative de phase T_1 est également tracée. Nous pouvons alors observer que la dispersion expérimentale sur les mesures de résistivité électrique normalisée est relativement importante. Toutefois, l'équation mise en place précédemment semble en accord avec les évolutions observées expérimentalement.

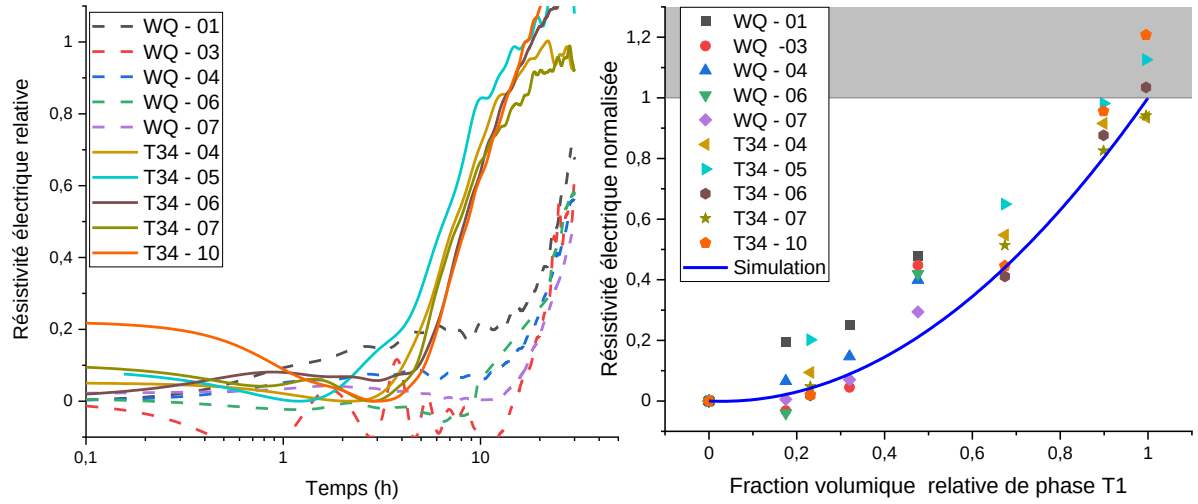


Figure 4-21 : A gauche, évolution de la résistivité électrique relative pendant le traitement thermique. A droite, comparaison entre la résistivité électrique relative mesurée et la fraction volumique relative de phase T_1 mesurée par [Wang 2020]

Les évolutions de fraction relative de phase T_1 calculées à partir des essais de résistivité sont comparées aux données de [Wang 2020] à la Figure 4-22. Nous pouvons alors constater que pour le matériau à l'état T34, la fraction relative calculée s'avère très proche des données mesurées par [Wang 2020]. Nous pouvons également observer une diminution de la fraction relative calculée aux temps courts provenant certainement de la réversion des clusters. Les niveaux de fraction relative calculés ne sont pas pertinents dans ce domaine puisque la contribution des clusters sur la résistivité électrique normalisée n'a pas été étudiée ici. Pour le cas de l'état trempé (WQ), les mesures sont davantage disparates ce qui rend la comparaison plus complexe. Nous pouvons toutefois constater que les fractions relatives calculées semblent proches de celles mesurées dans la partie entre 8 et 24 heures de traitement thermique pour les essais 04 et 06 notamment. Cette méthode sera donc retenue par la suite comme méthode de conversion pour passer de la résistivité électrique normalisée à la fraction relative de phase T_1.

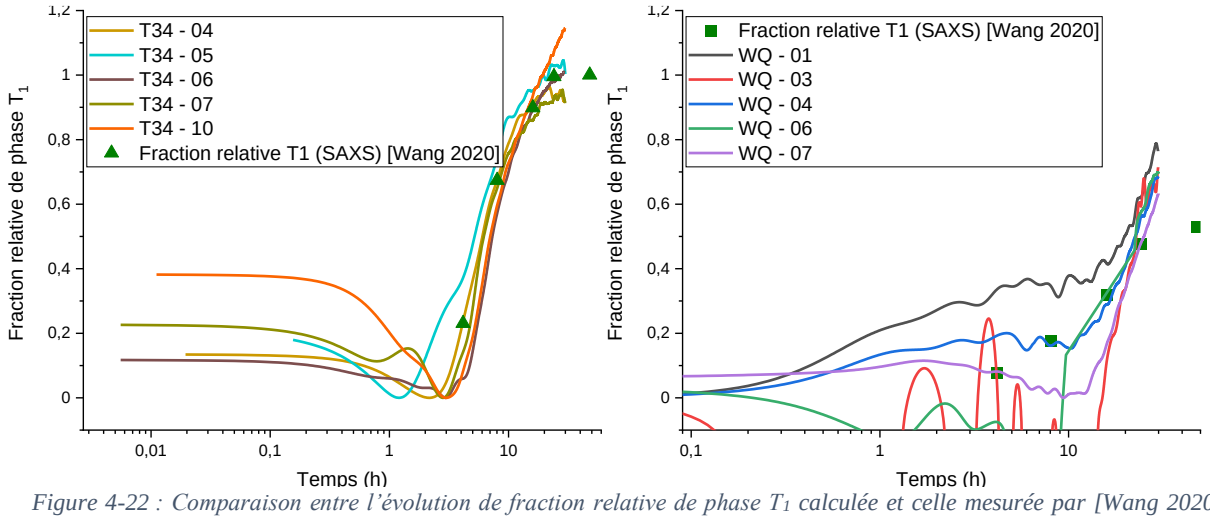


Figure 4-22 : Comparaison entre l'évolution de fraction relative de phase T_1 calculée et celle mesurée par [Wang 2020] pour deux états de départ T34 (gauche) et WQ (droite) pendant un revenu à 155 °C

4.3.3. Caractérisation de joints soudés par FSW

Afin de caractériser les joints soudés par FSW deux techniques ont été principalement utilisées ici. La première concerne la réalisation de cartographies de dureté avant et après traitement thermique pour les deux conditions de soudage. Ces cartographies nous servent de référence et de données cibles pour la modélisation effectuée par la suite. La seconde campagne concerne

le suivi de résistivité électrique pendant le traitement thermique à 155 °C avec pour objectif de suivre la précipitation de la phase T_1.

4.3.3.1. Dureté

Pour chacune des deux conditions de soudage étudiées dans cette thèse, une cartographie de dureté avant et après le traitement thermique de 30 heures à 155 °C a été effectuée. Les cartographies de dureté de la condition numéro 1 et de la condition numéro 2 n'ont pas été réalisées avec le même duromètre. Peu de différences peuvent être constatées entre les deux conditions de soudage avant le traitement thermique. Dans les deux cas, un creux de dureté peut être observable à partir de 25 mm du centre de soudure dû à la réversion des clusters comme évoqué dans la littérature [Malard 2015]. Les niveaux de dureté dans le centre du joint soudé et dans la zone proche de la zone malaxée sont très similaires entre les conditions de soudage avec une dureté moyenne mesurée de 115 HV excepté en bas du joint soudé de la condition numéro 2 où la dureté est plus faible (environ 100 HV).

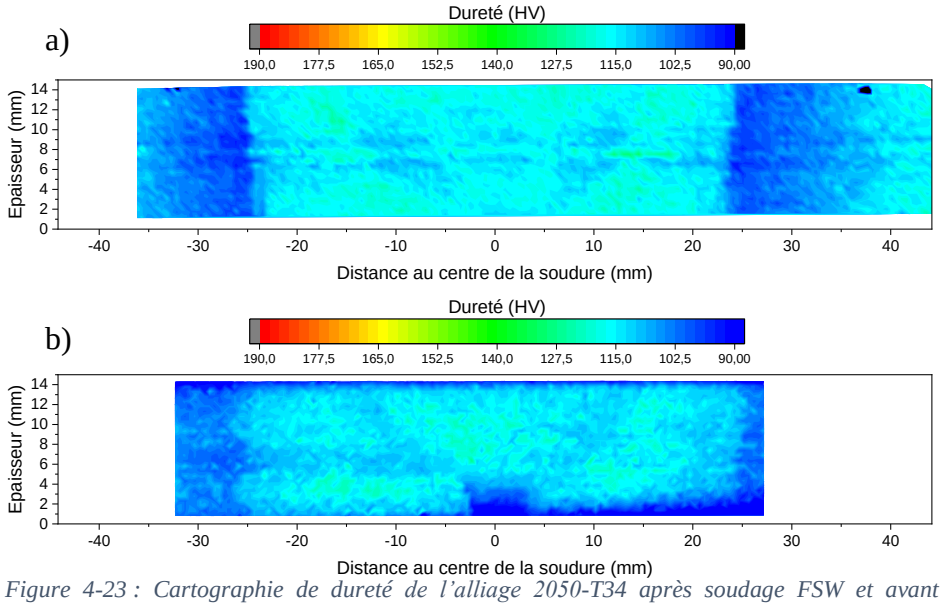


Figure 4-23 : Cartographie de dureté de l'alliage 2050-T34 après soudage FSW et avant le traitement thermique a) pour la condition de soudage numéro 1, b) pour la condition de soudage numéro 2

Après traitement thermique les différences sont bien plus visibles avec une dureté globalement plus faible pour le cas de la condition numéro 2. Dans le cas de la condition numéro 1, les duretés du matériau de base et de la zone affectée thermiquement remontent au niveau de la dureté du matériau à l'état T8. Le noyau soudé ainsi que la zone affectée thermomécaniquement se retrouvent à un niveau de dureté intermédiaire proche des 140 HV. Enfin, une zone de faible dureté peut être observée en bas du joint soudé avec une dureté d'approximativement 110 HV. Pour la condition de soudage numéro 2, la dureté de la zone affectée thermiquement semble légèrement plus basse que la dureté du matériau à l'état T8. De plus, la zone affectée thermomécaniquement et le noyau soudé s'avèrent moins durs que pour le cas de la condition numéro 1 avec une dureté en face supérieure d'environ 125 HV et une dureté à mi-hauteur et en bas du joint soudé d'environ 100 HV. Ainsi, les paramètres de soudage semblent avoir une influence notable sur la dureté du joint soudé après le traitement thermique de revenu.

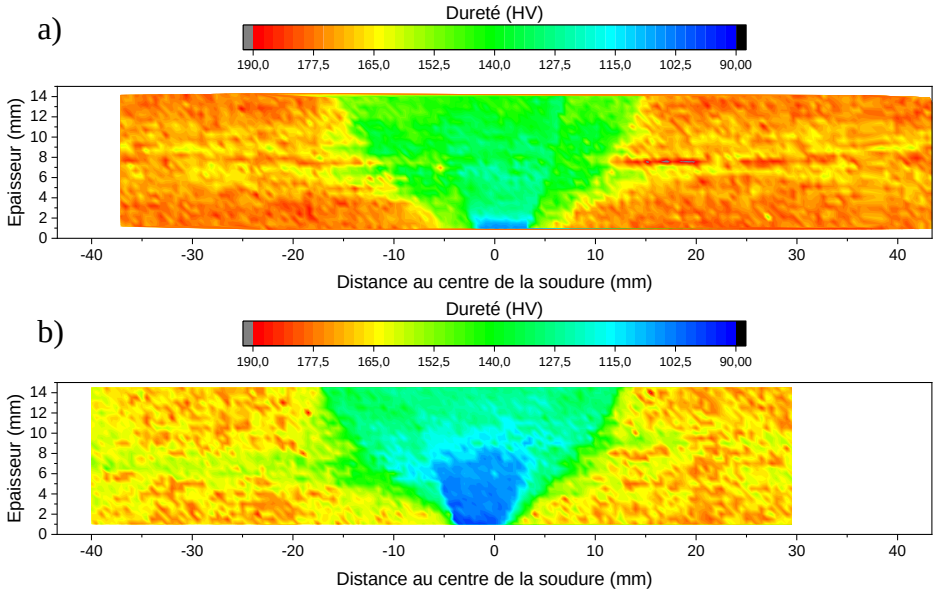


Figure 4-24 : Cartographie de dureté après le traitement thermique a) pour la condition de soudage numéro 1, b) pour la condition de soudage numéro 2

Des profils de dureté après traitement thermique de la condition numéro 1 ont été extraits de la cartographie présentée précédemment à trois hauteurs du joint soudé (haut, milieu et bas du joint soudé). Les profils obtenus sont comparés aux données de la littérature de [Malard 2015] à la Figure 4-25. Il est alors possible d'observer une très bonne correspondance entre les deux jeux de données ce qui valide l'utilisation des différentes mesures de cet auteur pour étalonner notre modèle. En particulier seront utilisées ces mesures de fraction relative de phase T_1 obtenues en SAXS à différents temps de traitement thermique et différentes positions dans le joint soudé.

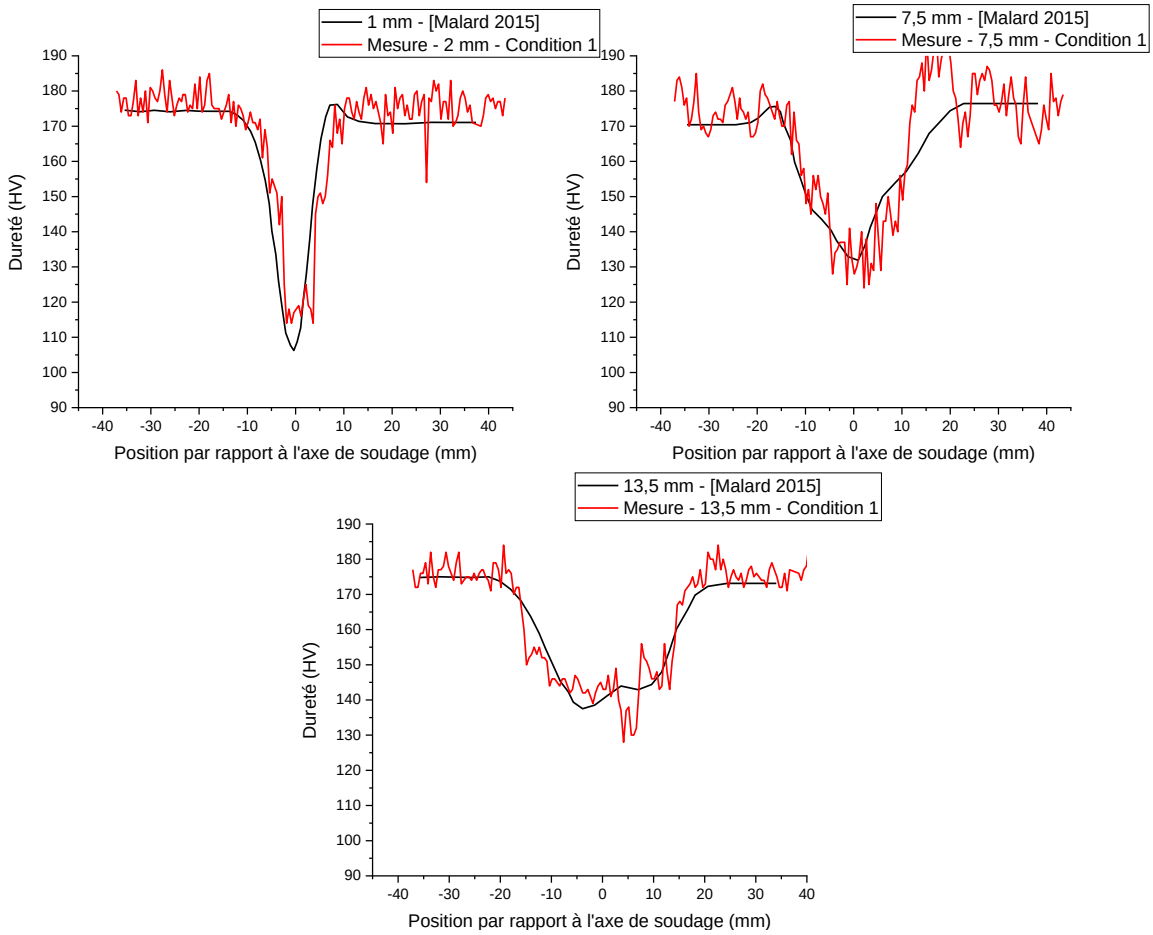


Figure 4-25 : Comparaison des profils de dureté pour l'alliage 2050-T34 après soudage et après traitement thermique à 155 °C pendant 30 h entre les données de [Malard 2015] et les mesures effectuées sur la condition numéro 1

Les profils de dureté des deux conditions de soudage sont comparés sur la Figure 4-26. Comme observé précédemment sur les cartographies de dureté, la zone affectée thermiquement de la condition de soudage numéro 2 semble légèrement moins dure d'environ 10 HV côté RS par rapport à la condition de soudage numéro 1. Dans la ZAT du côté AS, les mesures de dureté semblent plus proches entre les deux conditions de soudage. Cet écart peut provenir des paramètres de soudage entraînant des histoires thermiques différentes dans la ZAT mais également du changement de l'appareil de mesure de dureté entre les deux conditions de soudage. Le noyau soudé s'avère lui aussi bien plus dur pour la condition numéro 1 avec environ 15 HV d'écart. Le noyau soudé de la condition numéro 2 présentera donc certainement une quantité de phases T_1 plus faible que celui de la condition de soudage numéro 1. Enfin, les dimensions des zones de chutes de dureté semblent similaires, ce qui indique une taille de noyau soudé équivalente entre les deux conditions de soudage.

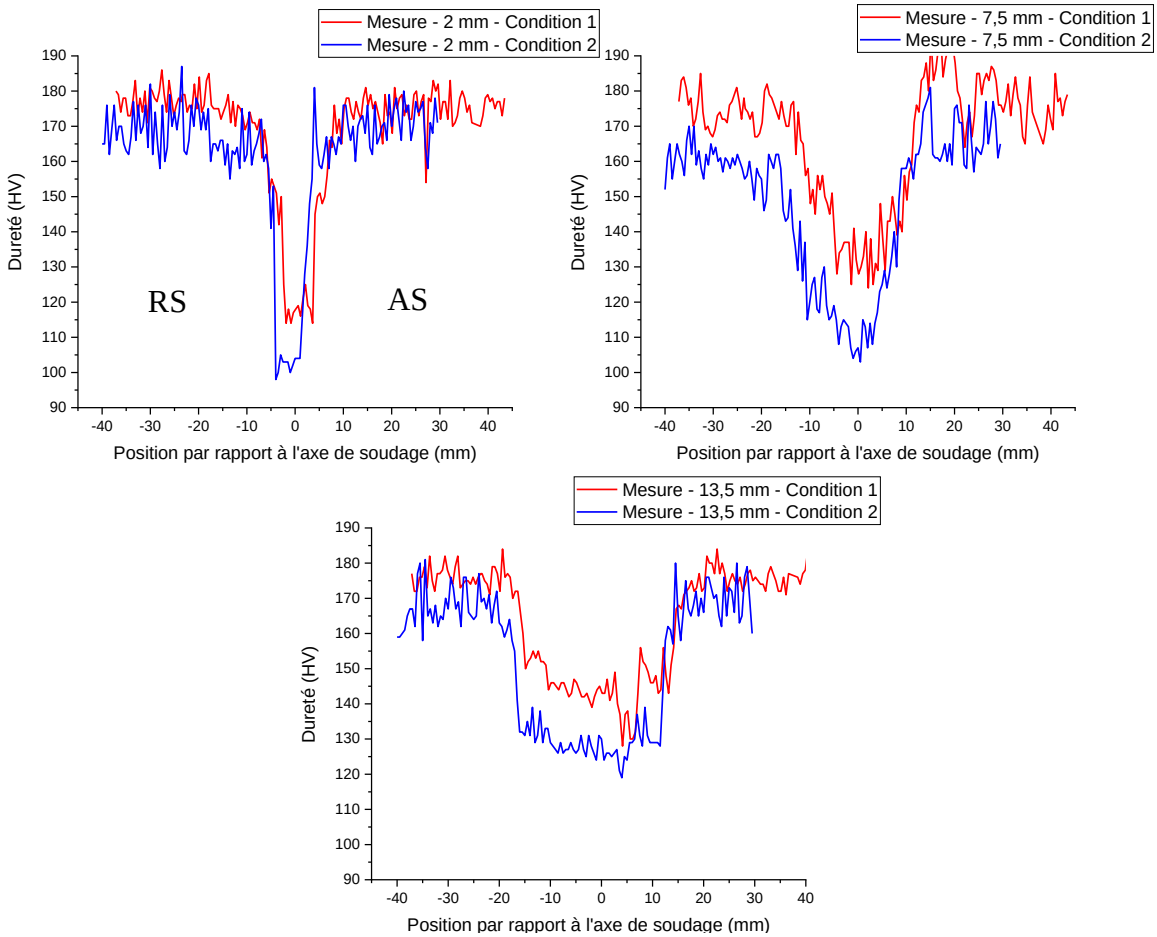


Figure 4-26 : Comparaison des profils de dureté à différentes hauteurs après traitement thermique entre les mesures effectuées sur la condition numéro 1 et la condition numéro 2

4.3.3.2. Résistivité électrique

Essais conventionnels

Concernant le suivi de résistivité électrique pendant le traitement thermique à 155 °C, deux approches ont été mises en place. La première consiste à faire une mesure de résistivité électrique quatre points sur des échantillons prélevés le long du joint soudé afin d'assurer une certaine homogénéité de la microstructure dans cet échantillon. Pour cela des échantillons de dimension 25*5*2 mm^3 sont découpés à différentes positions du joint soudé comme représenté à la Figure 4-27. Ainsi, 21 essais ont été réalisés à différents emplacements du joint soudé pour chacune des deux conditions de soudage étudiées.

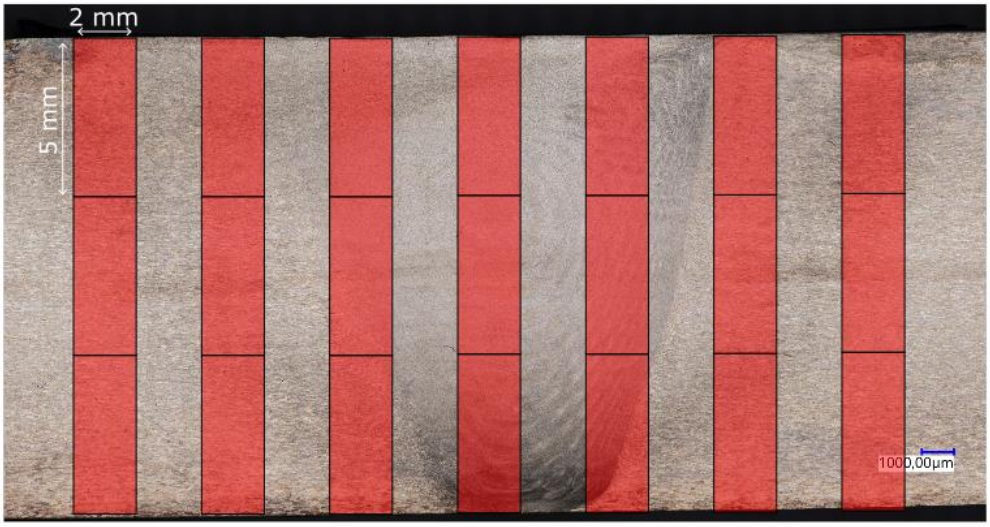


Figure 4-27 : Schéma de prélèvement pour les essais de résistivité électrique réalisés le long du joint soudé

Les résultats de ces essais ont été post-traités à l'aide de la méthodologie développée à la partie 4.3.2 afin d'obtenir l'évolution de fraction volumique de phase T_1 calculée. Les évolutions et la cartographie après traitement thermique seront dans un premier temps comparées aux mesures de [Malard 2015] réalisées par SAXS pour le cas de la condition 1. Dans un deuxième temps, les résultats obtenus pour la deuxième condition de soudage seront présentés.

L'évolution de fraction relative calculée à partir des mesures de résistivité électrique est montrée à la Figure 4-28. Cependant, la comparaison avec les données de [Malard 2015] ne s'avère pas concluante. En effet, les niveaux de fraction relative calculée atteints après le traitement thermique se trouvent être différents tout comme les cinétiques d'évolutions obtenues dans le noyau soudé. Toutefois, la tendance observée semble logique vis-à-vis du comportement constaté par [Malard 2015] avec un ralentissement de la cinétique de précipitation et une diminution de la fraction relative de phase T_1 lorsque l'on se rapproche de l'axe de soudage. De plus, un minimum de fraction relative est bien observé au centre du joint soudé ce qui est en accord avec les analyses de [Malard 2015] et les niveaux de dureté décrits précédemment.

La cartographie de fraction relative calculée après le traitement thermique est présentée à la Figure 4-29 a) avec en superposition les isovaleurs de dureté pour pouvoir comparer les différentes zones du joint soudé. La Figure 4-29 b) présente la cartographie de fraction relative mesurée en SAXS par [Malard 2015] avec en superposition la cartographie de dureté qu'il a pu réaliser. Dans les deux cas, seuls les niveaux de dureté 100/120/140/160/180 HV sont représentés. Les cartographies des mesures obtenues par résistivité électrique semblent très bien correspondre à la forme générale du joint soudé avec des zones de transitions très bien localisées ce qui paraît moins le cas pour les mesures de [Malard 2015] avec un noyau visiblement plus étroit quand il est défini par les mesures en SAXS vis-à-vis de celui défini par les mesures de dureté. La faible fraction relative calculée à la position de 4 mm à mi-hauteur du joint soudé (Figure 4-29 a)) ne semble pas concorder avec les mesures de dureté puisqu'aucun creux de dureté n'est observable dans cette zone.

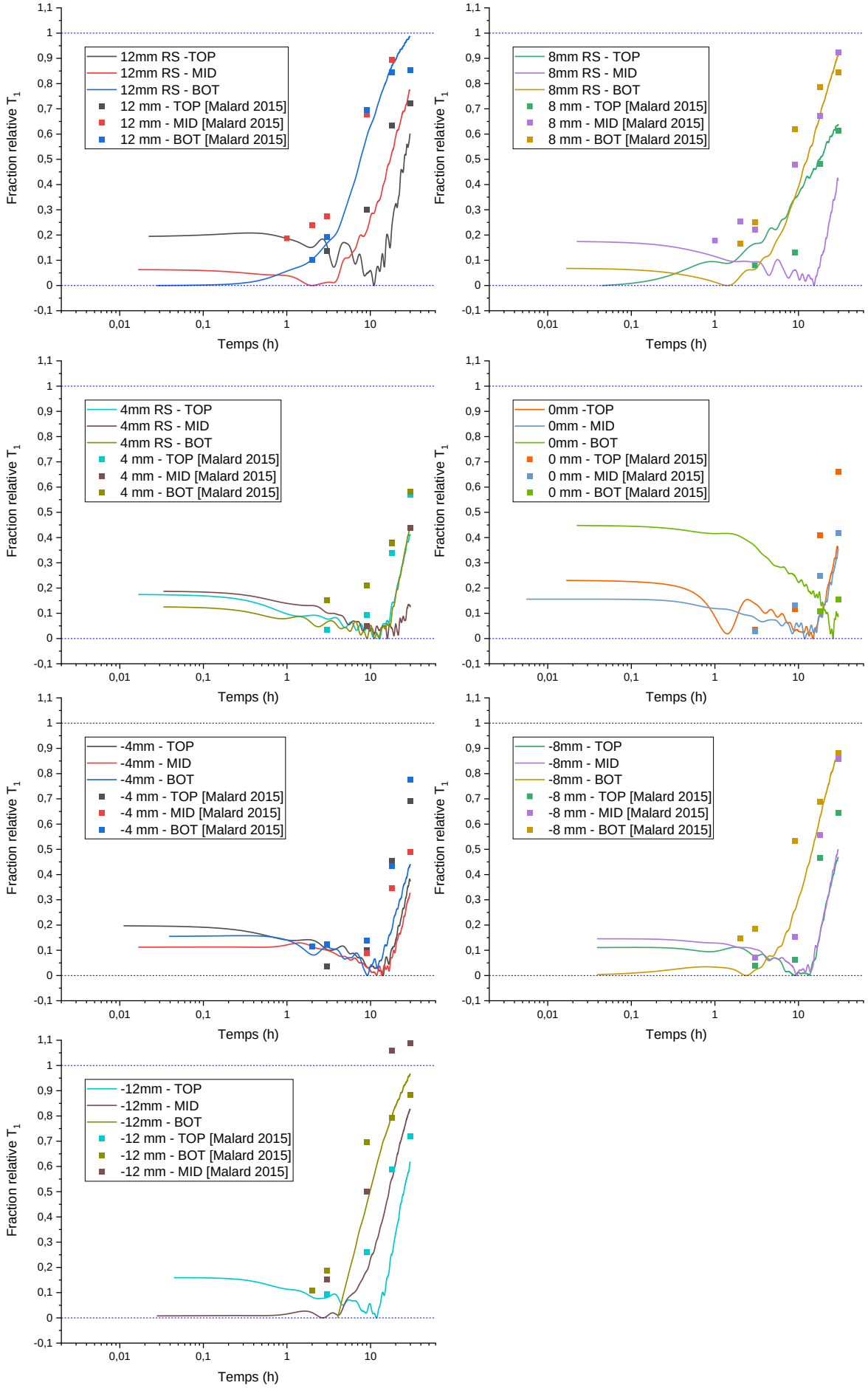


Figure 4-28 : Comparaison entre les fractions relatives calculées (condition 1) et les fractions volumiques mesurées par [Malard 2015] à différentes distances de l'axe de soudage (TOP : haut du joint soudé, MID : milieu du joint soudé, BOT : bas du joint soudé)

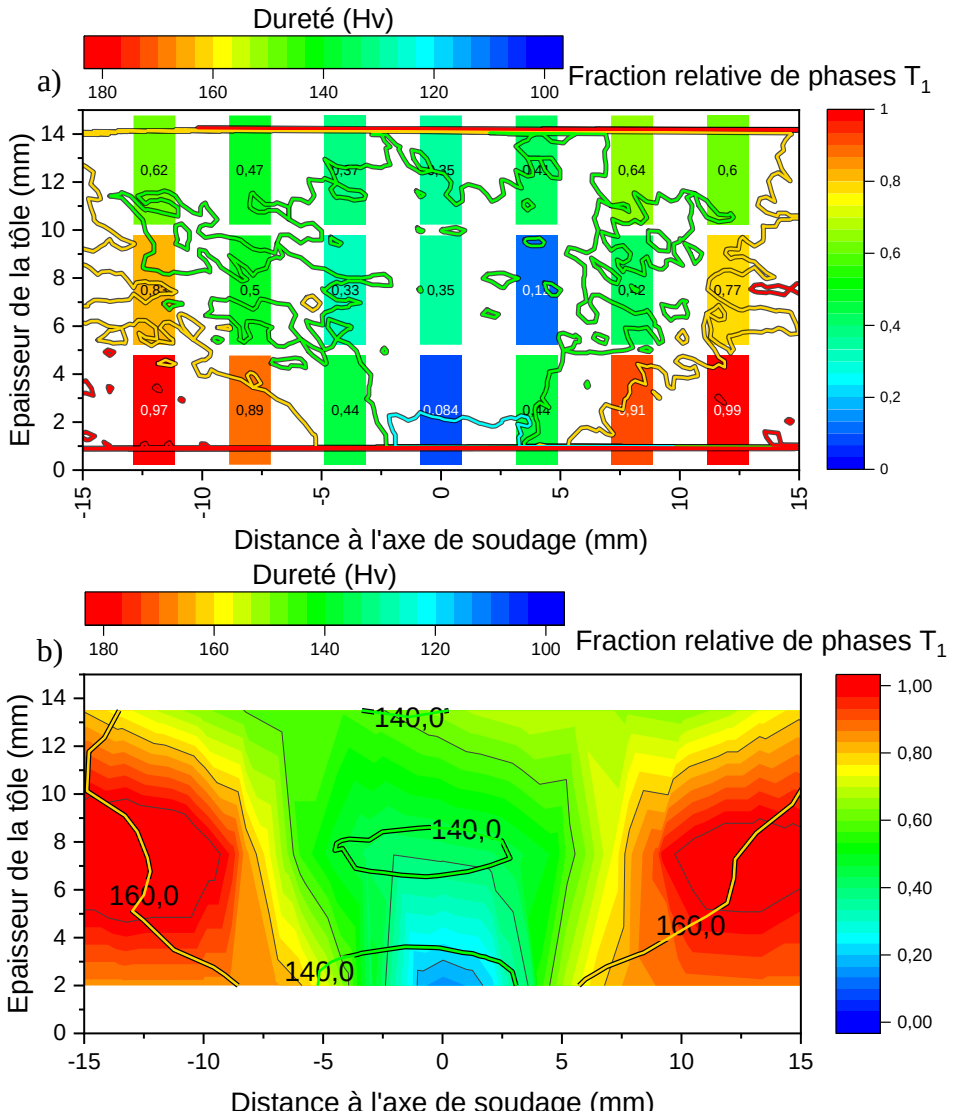


Figure 4-29 : a) Cartographie de fraction relative de phase T_1 calculée à partir des mesures de résistivité à la fin du traitement thermique (condition 1) et superposition d'isovaleurs de dureté, b) cartographie de fraction relative de phase T_1 mesurée en SAXS par [Malard 2015] et superposition d'isovaleurs de dureté obtenue par cet auteur

Ces essais ont également été menés sur la condition de soudage numéro 2 dont les évolutions de fraction relative calculée sont présentées à la Figure 4-30. Un des essais (-8 mm BOT) n'a pas fonctionné et nous ne disposons donc pas de courbe pour cet échantillon. Pour le reste, comme pour la condition de soudage numéro 1, nous pouvons observer que la cinétique d'évolution ralentit quand on se rapproche du centre de la soudure. De même, le bas du joint soudé paraît avoir une fraction relative plus basse que le haut du joint soudé lorsque l'on se situe au niveau de l'axe de soudage. Nous pouvons également constater sur la cartographie (cf. Figure 4-31) une zone de faible précipitation plus importante que pour la condition de soudage précédente. Les limites du noyau soudé définies via les mesures de résistivité semblent de nouveau correspondre aux limites observées par mesure de dureté. Cependant, la taille de la zone de faible dureté s'avère plus importante que celle de la zone de faible précipitation considérée.

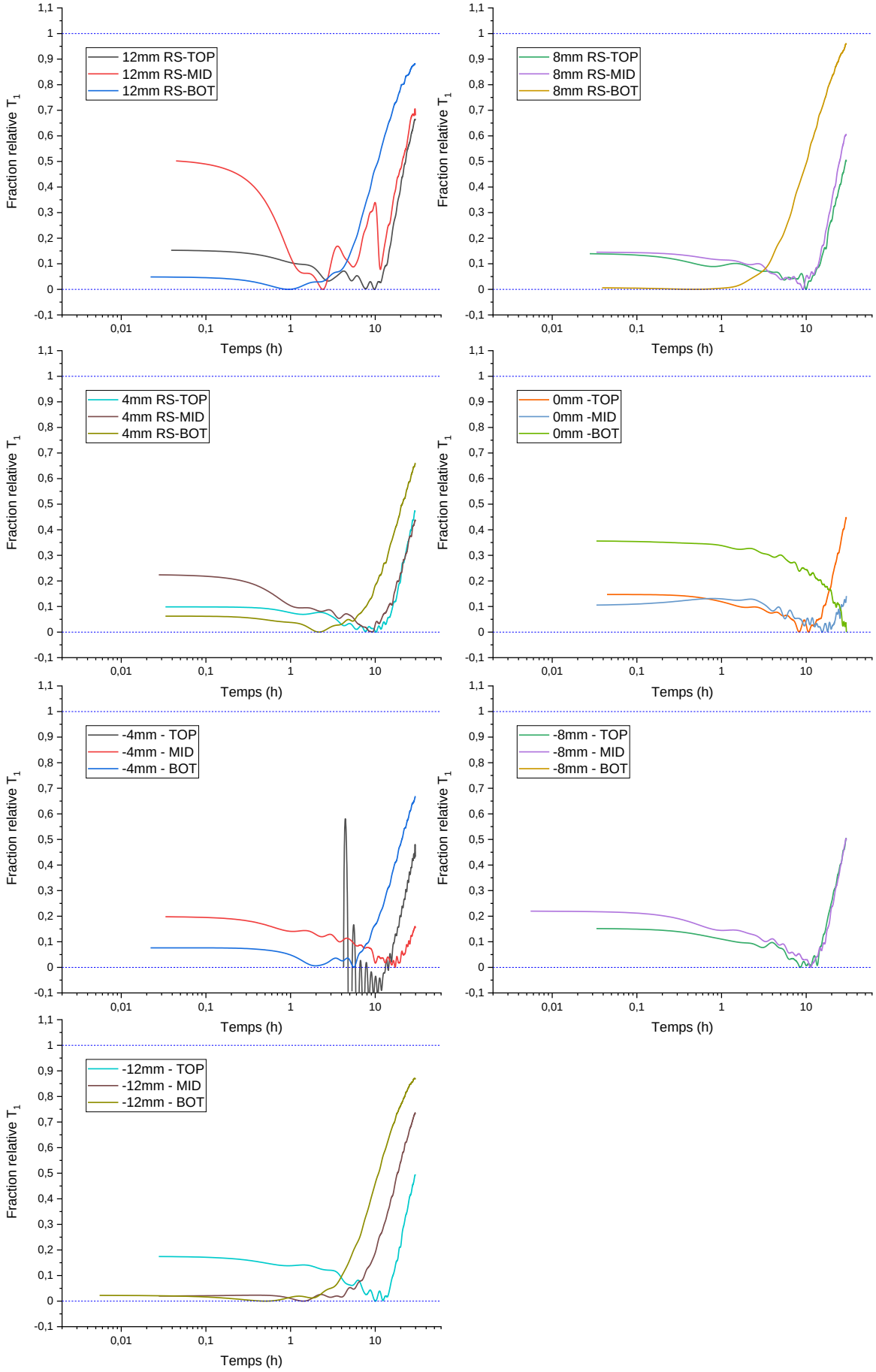


Figure 4-30 : Evolution de la fraction relative de phase T_1 calculée à l'aide des résultats des essais de résistivité électrique réalisés sur l'alliage 2050 pour la condition de soudage numéro 2

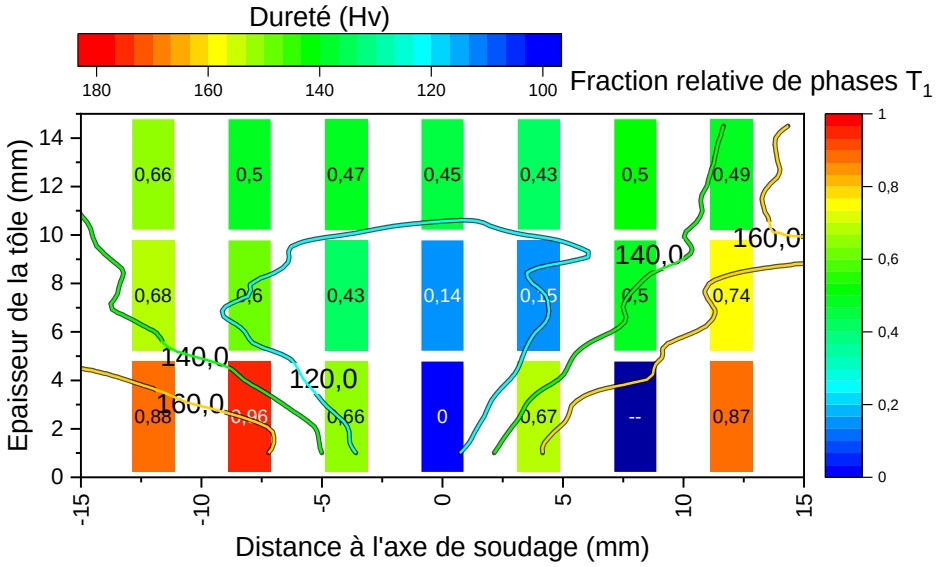


Figure 4-31 : Cartographie de fraction relative de phase T_1 calculée à la fin du traitement thermique et superposition d'isovaleurs de dureté pour la condition de soudage 2

Essais multipoints

Le deuxième type d'essai réalisé est pris transversalement au cordon de soudure (cf. Figure 4-32). Pour cela quatre échantillons ont été découpés dans le sens transverse à différentes hauteurs du joint soudé pour chaque condition de soudage. Ces essais sont multi points ce qui permet de cartographier l'évolution de résistivité électrique dans le joint soudé avec une résolution plus importante et un nombre d'essais plus faible que dans le cas décrit auparavant puisque quatre essais suffisent pour cartographier l'ensemble du joint soudé contre 21 pour les essais conventionnels.

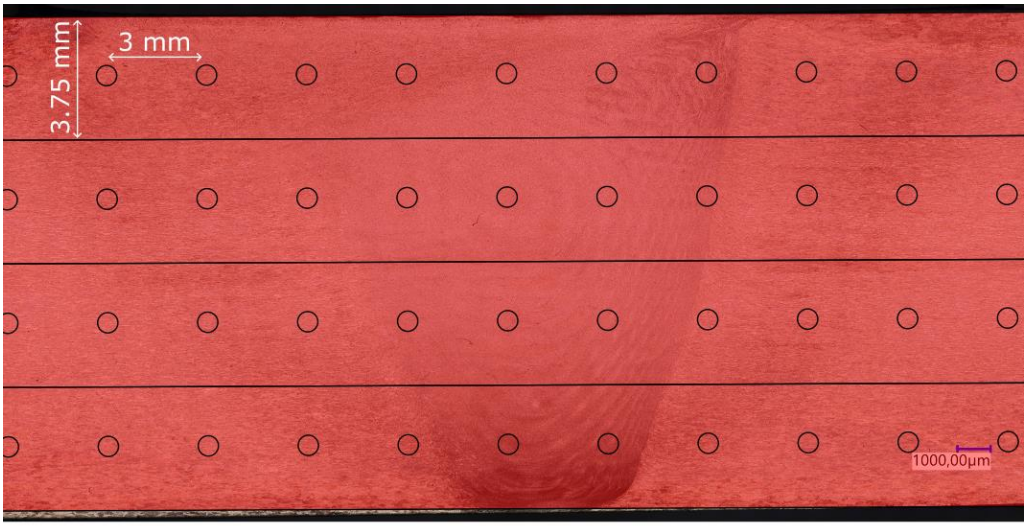


Figure 4-32 : Schéma de prélèvement de l'alliage 2050-T34 des échantillons pour les essais de résistivité électrique réalisés transversalement au joint soudé

Comme pour les essais de résistivité électrique pris dans le sens de la soudure, les évolutions de fraction relative de la phase T_1 calculée sont comparées aux évolutions de fraction volumique mesurée par [Malard 2015] en SAXS. Seules les courbes en haut et en bas du joint soudé seront présentées ici, les courbes à mi-hauteur seront quant à elles exposées à l'annexe 3. Pour le cas de la ligne du haut (Top), la correspondance entre les deux systèmes de mesure est excellente avec une superposition des courbes signe d'une cinétique aussi rapide et d'une fraction relative

après traitement thermique équivalente. Pour le cas du bas du joint soudé, les essais présentés ici semblent présenter une cinétique de précipitation en dessous de 10 heures similaires aux essais de [Malard 2015]. Toutefois, le niveau atteint en fin de traitement thermique est globalement plus important et tout particulièrement au centre du joint soudé (cas à 1,5 mm du centre de la soudure).

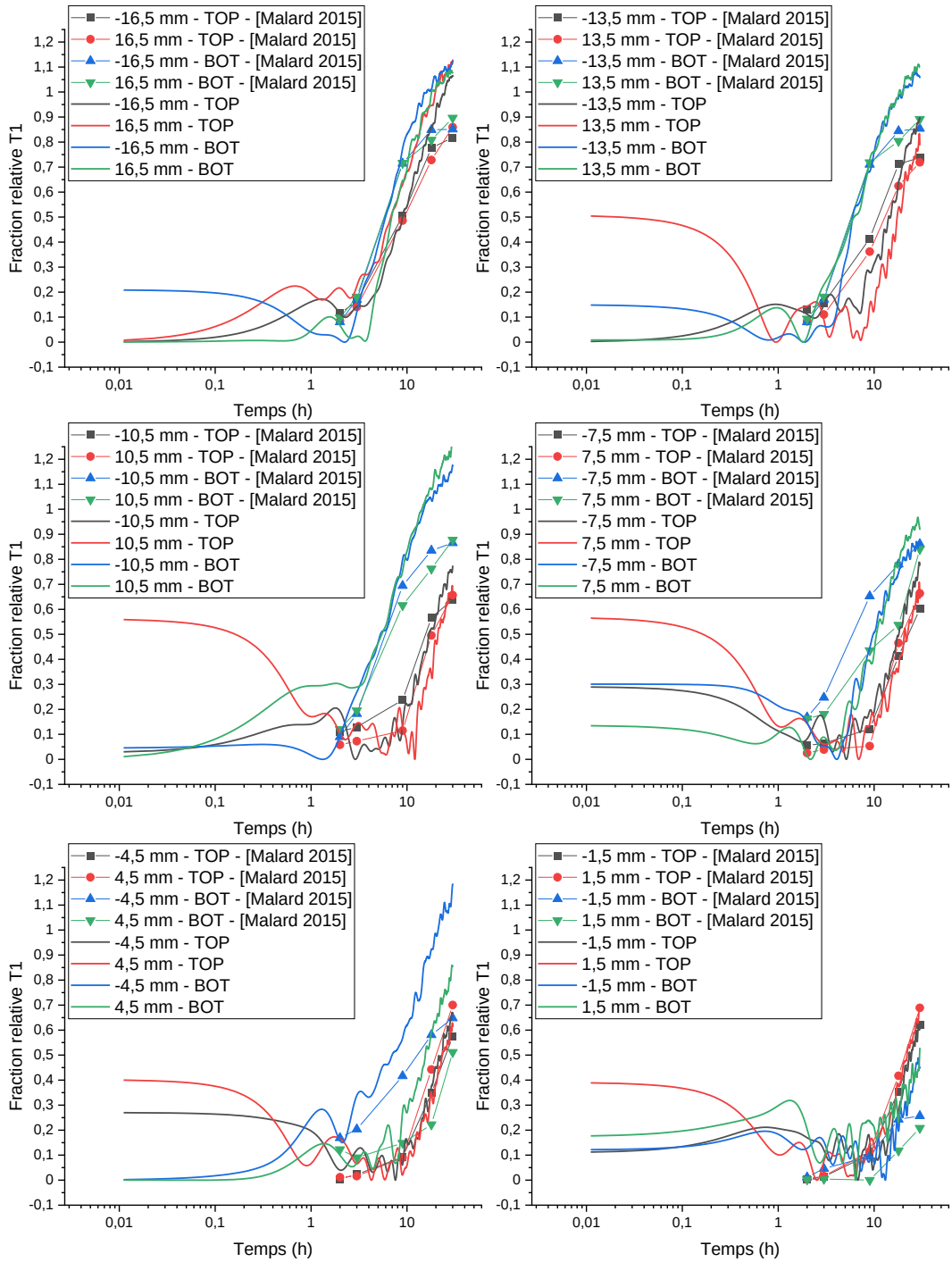


Figure 4-33 : Comparaison entre les fractions relatives de la phase T_1 calculées à partir de mesures de résistivité multipoints (condition 1) et les fractions volumiques mesurée par [Malard 2015] à différentes positions dans le joint soudé pendant le traitement thermique à 155 °C post-soudage

La cartographie de fraction relative de phase T_1 après le traitement thermique déterminée à l'aide des essais de résistivité électrique présente une taille de noyau similaire à la taille

considérée via les mesures de dureté (cf. Figure 4-34 a)). Toutefois, le minimum de dureté / fraction relative attendu en bas du joint du soudé au centre n'a pas pu être constaté. Ceci provient certainement de la taille de la zone de mesure qui est de 3*3,75 mm^3 et de la position de ces mesures qui sont à 1,5 mm de part et d'autre du centre de la soudure et non exactement au centre. Comparé aux essais en SAXS de [Malard 2015], le noyau s'avère plus large et semble mieux correspondre aux évolutions de dureté observées.

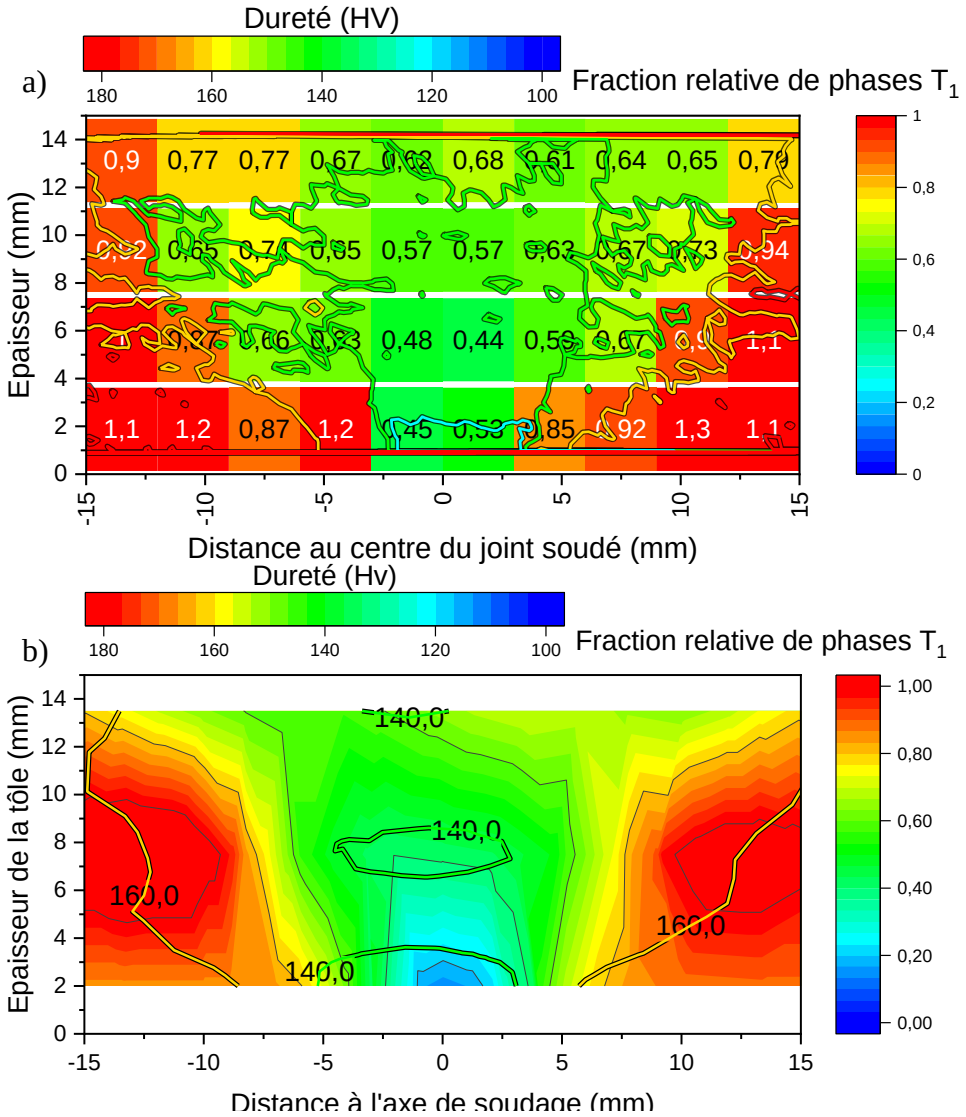


Figure 4-34 : a) Cartographie de fraction relative de phase T_1 calculée à la fin du traitement thermique (30 h à 155 °C) et superposition d'isovaleurs de dureté (condition 1), b) cartographie de fraction relative de phase T_1 mesurée en SAXS par [Malard 2015] et superposition d'isovaleurs de dureté obtenue par cet auteur

Les évolutions de fraction relative de phase T_1 calculées à la suite des essais de résistivité électrique pendant le traitement thermique sont présentées à la Figure 4-35 pour le haut et le bas du joint soudé de la condition de soudage numéro 2. Les résultats des autres essais seront disponibles dans l'annexe 3. Nous pouvons constater que pour le cas de la ligne du bas, celle-ci reste similaire à celle présente dans le métal de base jusqu'à 7,5 mm de l'axe de soudage avant de chuter brutalement au point de n'observer qu'une diminution de la résistivité électrique à -1,5 mm de l'axe de soudage. Pour la partie supérieure du joint soudé, l'évolution se fait bien plus tôt en commençant dès 13,5 mm de l'axe de soudage. Nous pouvons ensuite considérer

une stabilisation des évolutions mesurée entre l'axe de soudage et une distance de 10,5 mm avec une fraction relative de phase T_1 à la fin du traitement thermique d'environ 0,6.

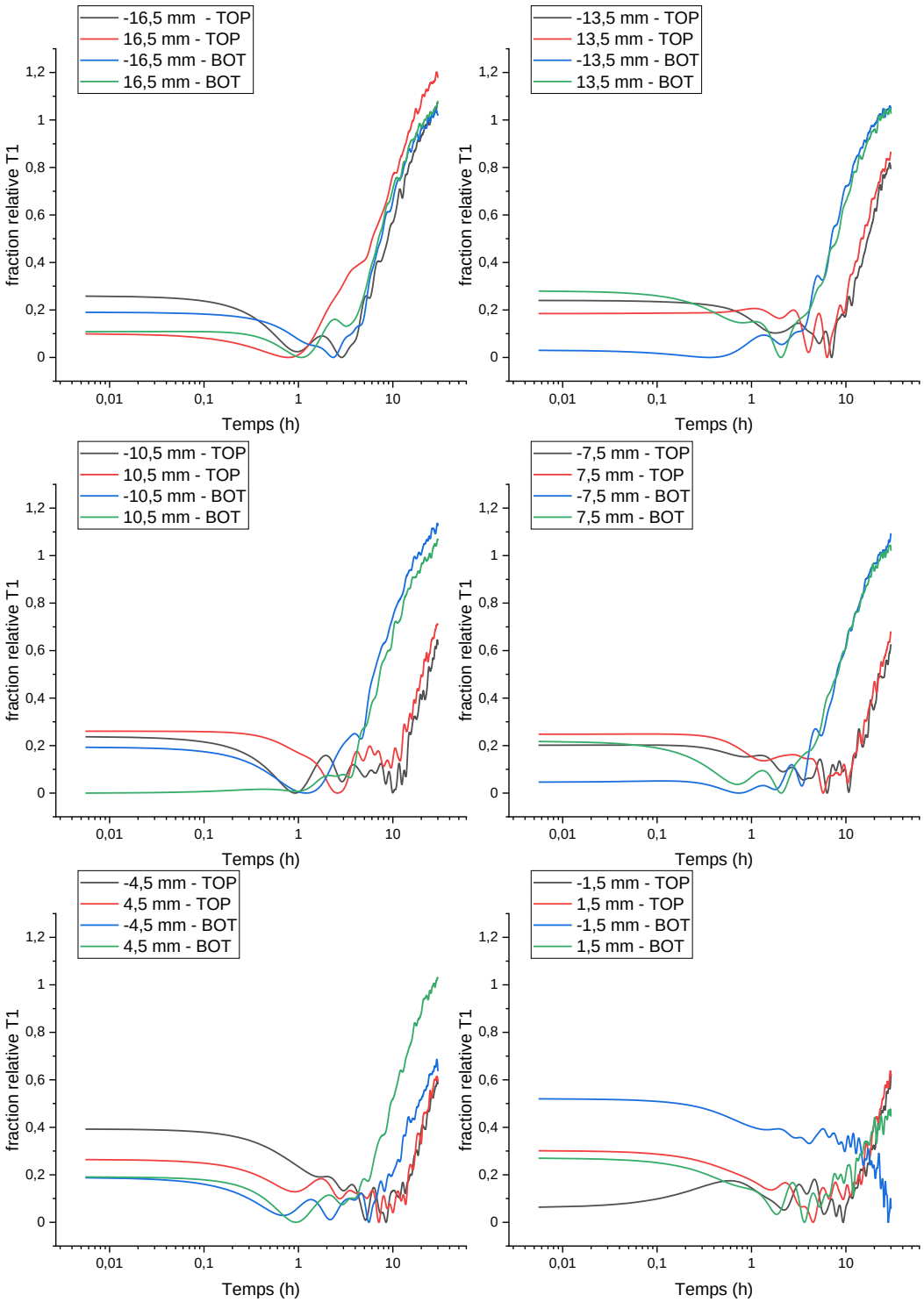


Figure 4-35 : Evolution de la fraction relative de phase T_1 calculée pendant le traitement thermique pour différentes positions du joint soudé de la condition de soudage numéro 2

La cartographie de fraction relative de phase T_1 à la fin du traitement thermique paraît montrer un noyau soudé légèrement plus étroit que pour la condition numéro 1. De plus, les niveaux de fraction relative de phase T_1 en bas du joint soudé sont bien plus faibles pour la condition de

soudage numéro 2 avec entre 0,06 et 0,2 contre 0,4 pour la condition de soudage numéro 1. Cette zone de faible fraction relative de phase T_1 semble correspondre à la zone de faible dureté observée dans le noyau soudé.

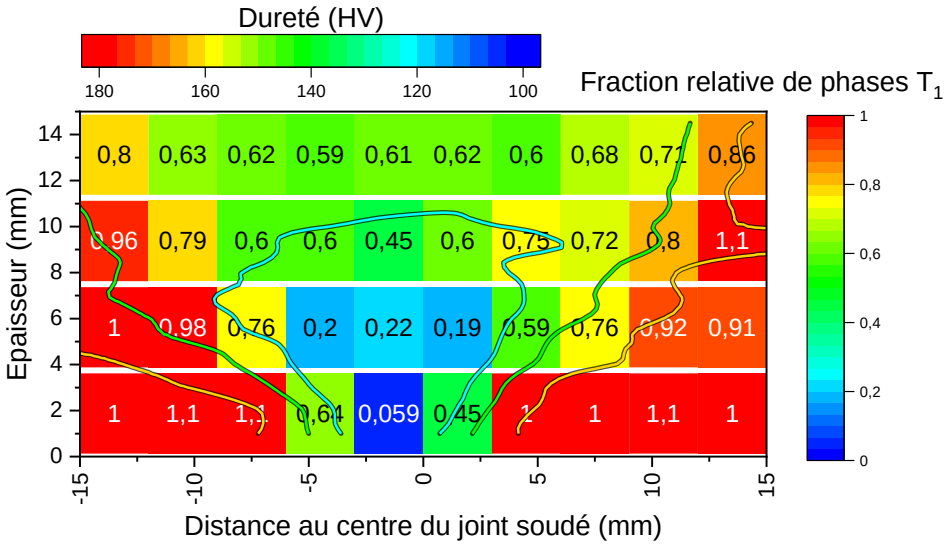


Figure 4-36 : Cartographie de fraction relative de phase T_1 calculée à la fin du traitement thermique et superposition d'isovaleurs de dureté pour la condition de soudage 2

4.4. Simulation des joints soudés par FSW

4.4.1. Comportement du noyau soudé

La dernière partie concerne la simulation de l'évolution de dureté dans les joints soudés FSW pendant le traitement thermique par le modèle de Li. Le cas du noyau soudé s'avère bien plus complexe que les trois cas (trempé, prédéformé et T34) étudiés précédemment à la partie 4.2. En effet (cf. Figure 4-37), dans le bas du joint soudé les évolutions de fraction volumique de phase T_1 et de dureté sont plus lentes dans le noyau soudé que dans le matériau à l'état trempé. Dans le haut du joint soudé, les évolutions de dureté et de fraction volumique de phase T_1 sont similaires à celles du matériau trempé jusqu'à 30 heures de traitement thermique. Au-delà, la fraction volumique de phase T_1 est bien plus importante dans le noyau soudé d'après les données de [Malard 2015] alors que la dureté est très similaire au cas du matériau à l'état trempé. Ainsi, le comportement en haut du joint soudé semble proche du cas du matériau à l'état trempé au moins jusque 30 h de revenu à 155 °C alors que la cinétique de précipitation s'avère plus lente dans le bas du joint soudé. Le taux de dislocation n'est donc pas le seul facteur influant sur la précipitation de la phase T_1. Des études complémentaires ont donc été menées pour déterminer quels pourraient être les autres facteurs.

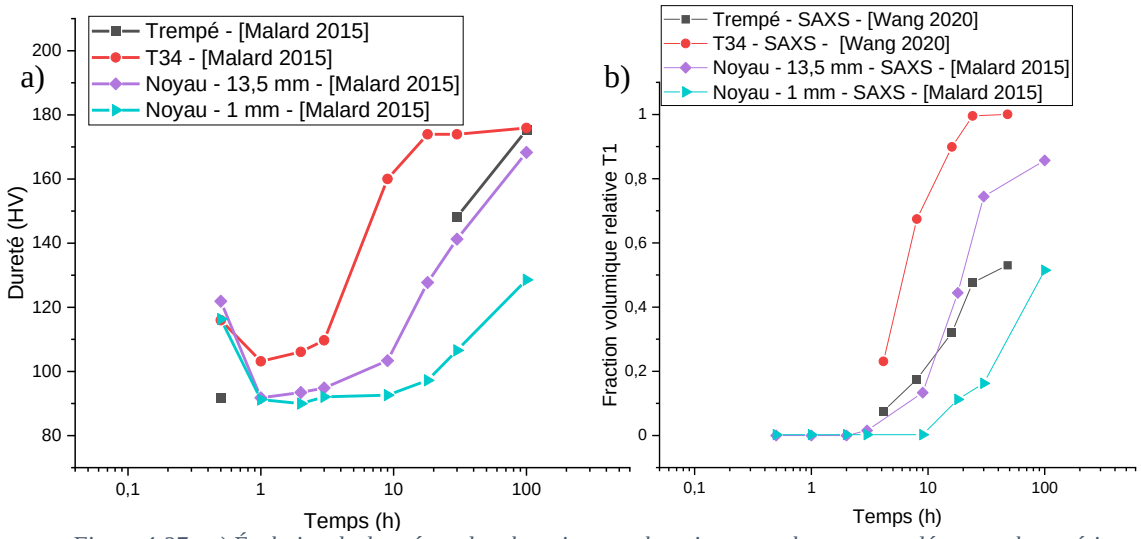


Figure 4-37 : a) Évolution de dureté pendant le traitement thermique pour le noyau soudé et pour le matériau à l'état T34 [Malard 2015], b) Évolution de fraction volumique de phase T_1 lors du traitement thermique pour le noyau soudé [Malard 2015] et pour deux états de départ connus [Wang 2020]

Une des explications avancées par [Malard 2015] seraient une quantité d'intermétalliques plus importante dans le noyau soudé par rapport au métal de base et ce notamment en bas de ce dernier (cf. Figure 4-38). La présence d'intermétalliques riches en cuivre serait ainsi responsable de la faible précipitation de phase T_1 compte tenu d'une bien plus faible quantité de cuivre disponible dans la solution solide bien plus faible. Des analyses par traitement d'images obtenues au MEB ont également été menées pour déterminer la fraction surfacique d'intermétalliques riche en cuivre à différentes positions dans l'épaisseur du joint soudé. Cette analyse menée sur la condition de soudage numéro 1 a donné lieu à des résultats très différents de ceux présentés par [Malard 2015]. En effet, à l'inverse de ses observations la quantité d'intermétalliques observée s'avère beaucoup plus faible et la quantité maximale se situe au niveau du haut du joint soudé. Nos résultats expérimentaux semblent donc assez étranges puisque [Malard 2015] et [Bousquet 2011] ont clairement observé une plus grande quantité d'intermétalliques dans le bas du noyau soudé.

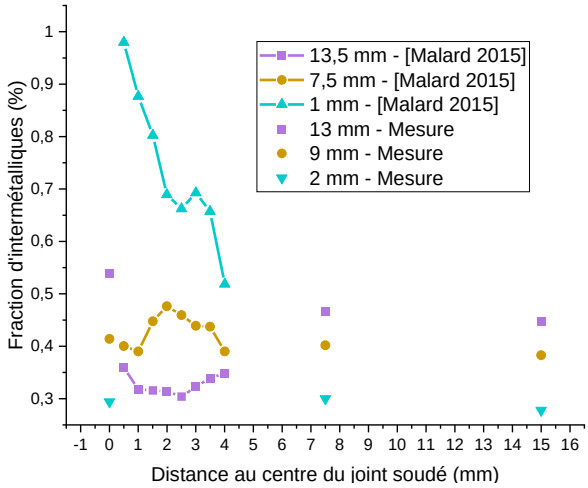


Figure 4-38 : Comparaison des évolutions de la fraction d'intermétalliques suivant la position dans le joint soudé entre les données de [Malard 2015] et nos données expérimentales

Ceci nous a amenés à étudier d'autres facteurs pouvant influer sur la cinétique de précipitation et notamment la vitesse de refroidissement. En effet, un ralentissement de la vitesse de

refroidissement peut conduire à une diminution de la quantité de lacunes de trempe présente dans le matériau ce qui limiterait la diffusion et donc ralentirait la précipitation de la phase T_1. Afin d'étudier cet effet, des essais de traitement thermique ont été effectués en machine Gleeble avec une chauffe en 3 secondes pour atteindre la température de 450 °C suivie d'un maintien court de 2 secondes à la température de consigne avant d'effectuer le refroidissement à vitesse contrôlée (10, 20, 40 et 60 °C/s). La cinétique de chauffe ainsi que la température choisie permettent de se rapprocher des histoires thermiques vécues dans le noyau lors du soudage par friction malaxage. Les histoires thermiques mesurées par thermocouples dans la ZAT des joints soudés FSW dont la vitesse de refroidissement maximale était d'environ 20 °C/s ont également permis de définir la gamme des vitesses de refroidissement étudiées ici. Après les essais en machine Gleeble, un suivi de la résistivité électrique des échantillons lors du traitement thermique à 155 °C a été effectué afin de déterminer l'évolution de la fraction volumique de phase T_1. Nous pouvons alors observer que pour les quatre cas ayant subi le traitement thermique, la cinétique de précipitation de la phase T_1 s'avère plus lente que celle de l'alliage à l'état T34 (cf. Figure 4-39). Toutefois, les quatre cas s'avèrent très proches, signe que la vitesse de refroidissement ne semble pas être un facteur prépondérant sur la cinétique de précipitation dans la gamme étudiée ici. Le décalage observé entre l'état T34 et les échantillons ayant subi un traitement thermique en machine Gleeble est certainement dû à une densité de dislocation plus faible. En effet, l'histoire à 450 °C a probablement provoqué un début de restauration dans le matériau.

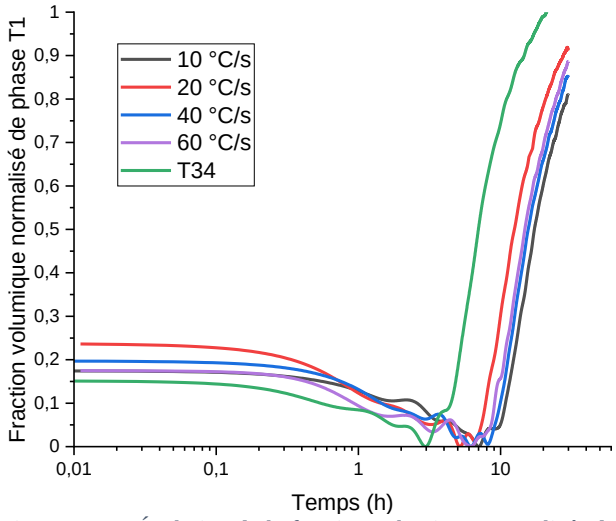


Figure 4-39 : Évolution de la fraction volumique normalisée des précipités T_1 issue des mesures par résistivité électrique pour différents traitements thermiques

L'étude KAM réalisée en MEB-EBSD présentée au chapitre 2 n'a pas permis de différencier clairement la densité de dislocations dans les trois positions dans l'épaisseur du joint soudé. En effet, la quantification de la densité de dislocations par traitement d'image est fortement influencée par la présence de micro-rayures faussant le résultat. Il aurait été nécessaire de réaliser davantage de mesures dans chaque zone du joint soudé pour mieux quantifier les variations, ce qui n'a pas pu être effectué faute de temps.

Les études décrites précédemment n'ayant pas permis d'expliquer les différences de cinétique de précipitation entre les trois hauteurs dans le joint soudé, l'hypothèse présentée par [Malard

2015] concernant une quantité d'intermétallique plus importante dans le noyau soudé et notamment en bas de ce dernier sera retenue par la suite.

4.4.2. Application du modèle suivant les essais de [Malard 2015]

Afin d'utiliser notre modèle, il est nécessaire de définir l'état initial avant traitement thermique du joint soudé et notamment la taille du joint soudé. Pour cela, nous nous baserons sur les fractions volumiques normalisées de précipités T_1 mesurées par SAXS [Malard 2015] (cf. Figure 4-34 b)). Cette valeur est un bon indicateur concernant la largeur du noyau soudé avec une valeur égale à 1 dans la ZAT et le métal de base et une valeur plus faible dans le noyau soudé. Il est également à noter que pour une position dans l'épaisseur fixée dans le noyau, les évolutions de fractions volumiques normalisée sont relativement faibles et peuvent être considérée comme constantes. C'est pourquoi nous considérerons deux valeurs pour chacun des paramètres décrits par la suite, une dans la ZAT et le métal de base et une dans le noyau. Une transition linéaire sera effectuée dans la ZATM afin de faire la jonction entre la ZAT et le noyau.

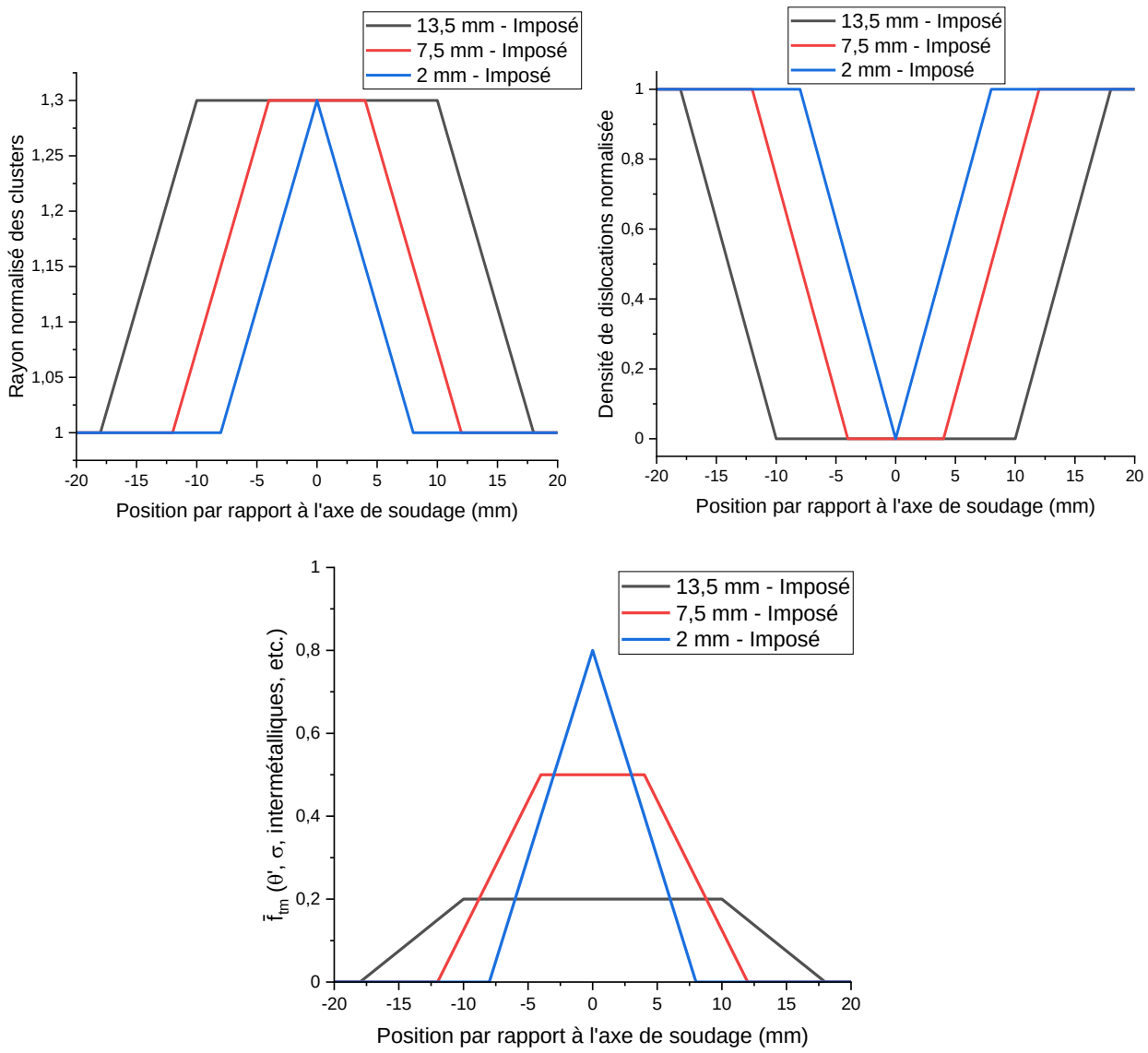


Figure 4-40 : État initial imposé suivant la position dans le joint soudé concernant a) le rayon normalisé des clusters, b) la densité de dislocations normalisée et c) la quantité de phases peu durcissantes à la fin du traitement thermique

L'état initial en chaque position du joint soudé est défini par la taille des clusters, la densité de dislocations et la quantité d'intermétalliques. En ce qui concerne les clusters, [Malard 2015] a pu observer que leur fraction volumique était sensiblement constante dans le joint soudé, mais que leur taille était plus importante dans le noyau soudé. Une valeur normalisée de 1,3 dans le noyau soudé pour la taille des clusters est donc considérée en accord avec ces observations. De nombreux auteurs [Sidhar 2017], [Malard 2015], [Proton 2012] estiment que la recristallisation et donc la forte diminution de la densité de dislocations est responsable du ralentissement de la séquence de précipitation. C'est pourquoi est définie une valeur de densité de dislocations relative égale à 0 dans le noyau soudé ce qui correspond à la quantité de dislocations présente dans le matériau à l'état trempé. Il est plus difficile de définir la quantité d'intermétalliques puisque celle-ci évolue suivant la position dans l'épaisseur du joint soudé et comme la composition de ces intermétalliques n'est pas bien définie, la consommation réelle en élément cuivre est inconnue. Il a donc été choisi de prendre en compte la présence de ces intermétalliques au travers de la fraction normalisée de phase peu durcissante $\bar{f}_{tm}$. La valeur définie est différente suivant la position dans l'épaisseur du joint soudé et doit permettre d'obtenir une quantité de précipités T_1 simulée proche des données expérimentales de [Malard 2015] (cf. Figure 4-40).

Les résultats de la simulation concernant les évolutions de fraction volumique de phase T_1 sont présentés à la Figure 4-41. L'état T34 est présenté ici afin d'avoir une référence en termes de cinétique de précipitation. Concernant le noyau soudé, les résultats de la simulation s'avèrent très proches des données expérimentales jusqu'à 30 heures de traitement thermique avec une cinétique de précipitation très lente et en accord avec les mesures de [Malard 2015]. Nous pouvons également observer que la fraction volumique de précipité simulée sature à partir de 100 heures de traitement thermique comme pour le cas du matériau à l'état trempé (cf. partie 4.2.2.2). Ceci est dû à la valeur de densité de dislocations imposée dans le noyau qui est de 0 comme pour le matériau à l'état trempé. Les différences de fraction volumique de phase T_1 simulée à la fin du traitement thermique selon la position dans l'épaisseur proviennent de la quantité de phases peu durcissantes imposée précédemment. Au-delà de 30 heures, la simulation est toujours pertinente pour la partie haute et la partie centrale du joint soudé, mais semble fortement sous-estimer la quantité de phases T_1 en bas du noyau soudé à 100 heures de revenu.

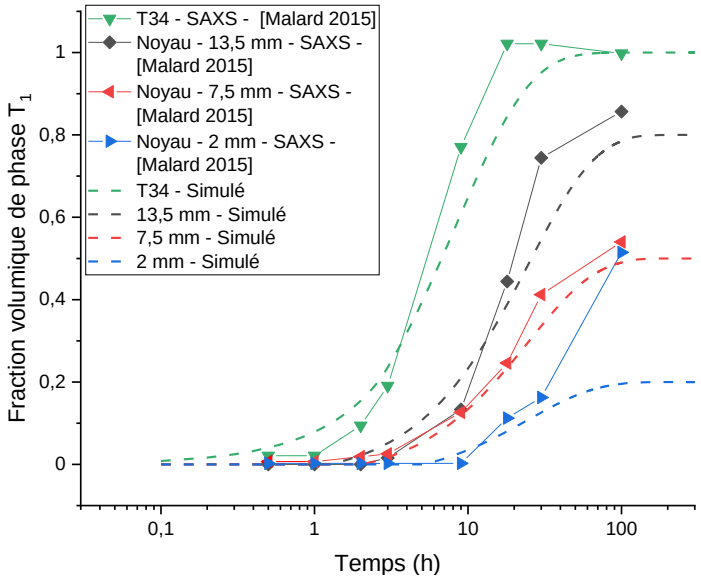


Figure 4-41 : Comparaison entre les évolutions de fraction volumique de précipités de la phase T_1 simulées et celles mesurées par [Malard 2015]

Les observations effectuées sur les évolutions de fractions relatives de phase T_1 peuvent également être appliquées aux évolutions de dureté simulées (cf. Figure 4-42). En effet, les évolutions de dureté dans la gamme de 10 à 30 heures de traitement thermique s'avèrent très proches des données expérimentales pour les trois positions dans l'épaisseur du joint soudé. Après 30 heures, la dureté simulée par le modèle semble être légèrement sous-estimée pour la partie haute et la partie centrale du noyau, mais fortement sous-estimée en bas du joint soudé avec environ 20 HV d'écart. Pour la partie avant 10 heures de traitement thermique, nous pouvons observer que le modèle tend à sous-estimer la dureté expérimentale pour le matériau au début du traitement thermique, mais également au niveau du creux de dureté. Le choix d'imposer un rayon des clusters plus important dans le noyau soudé ne permet pas de compenser totalement la diminution de dureté calculée engendrée par la forte diminution de la densité de dislocations. La réversion de ces clusters simulée par le modèle semble également plus lente avec une réversion atteinte au bout de 5 heures de traitement thermique contre moins d'une heure pour [Malard 2015].

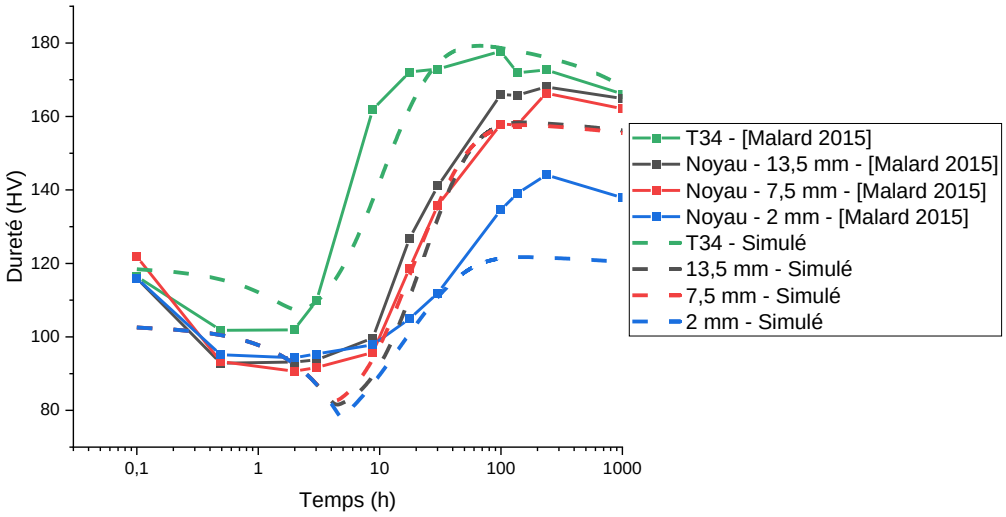


Figure 4-42 : Comparaison entre les évolutions de dureté simulées et celles mesurées par [Malard 2015]

Enfin, les profils de dureté simulés pour les trois positions dans l'épaisseur du joint soudé après 30 heures de traitement thermique à 155 °C sont présentés à la Figure 4-43. Nous pouvons alors observer que la dureté calculée au niveau du haut du noyau est légèrement trop basse, mais que celle-ci est très bien simulée pour la partie centrale et le bas du joint soudé. De plus la largeur de la zone adoucie simulée est très similaire aux données de [Malard 2015] pour la partie haute du joint soudé. En revanche cette zone adoucie semble trop étroite dans la partie centrale et dans le bas du noyau soudé. Toutefois, cet écart peut en partie être expliqué par une zone de faible quantité de phases T_1 mesurée en SAXS par [Malard 2015] plus étroite que la zone adoucie mesurée par cet auteur. Une étude de sensibilité sur les paramètres imposés (rayon normalisé des clusters, densité de dislocation normalisée, fraction normalisée de précipités peu durcissants) sera présentée à l'annexe 4.

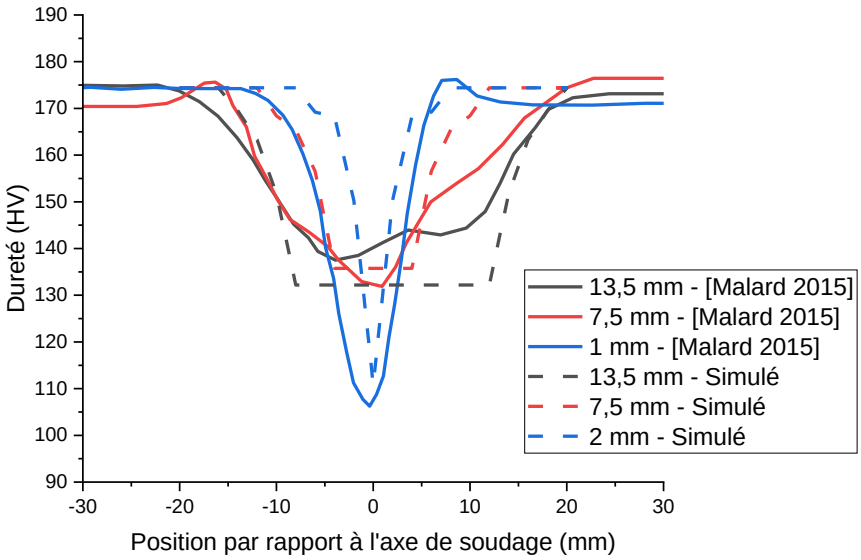


Figure 4-43 : Comparaison entre les profils de dureté simulés et ceux mesurés par [Malard 2015] après 30 heures de traitement thermique à 155 °C

4.4.3. Application du modèle suivant les essais de résistivité électrique

Le modèle décrit précédemment a également été appliqué aux deux conditions de soudage utilisées dans le cadre de cette thèse. Comme pour le cas précédent, il est nécessaire d'imposer la taille des clusters, la densité de dislocations initiale et la quantité de phases considérées comme non durcissantes pour pouvoir utiliser le modèle. Pour cela, les fractions volumiques calculées suite aux essais de résistivité électrique présentés à la partie 4.3.3.2 ont été utilisées pour définir la taille du noyau soudé ainsi que la quantité maximale de phase peu durcissante. Les évolutions imposées suivant la position dans le joint soudé sont présentées à la Figure 4-44. Les évolutions imposées à 9 et 13 mm dans l'épaisseur sont identiques pour le rayon normalisé des clusters et la densité de dislocations (cf. Figure 4-44 courbes a) et b)).

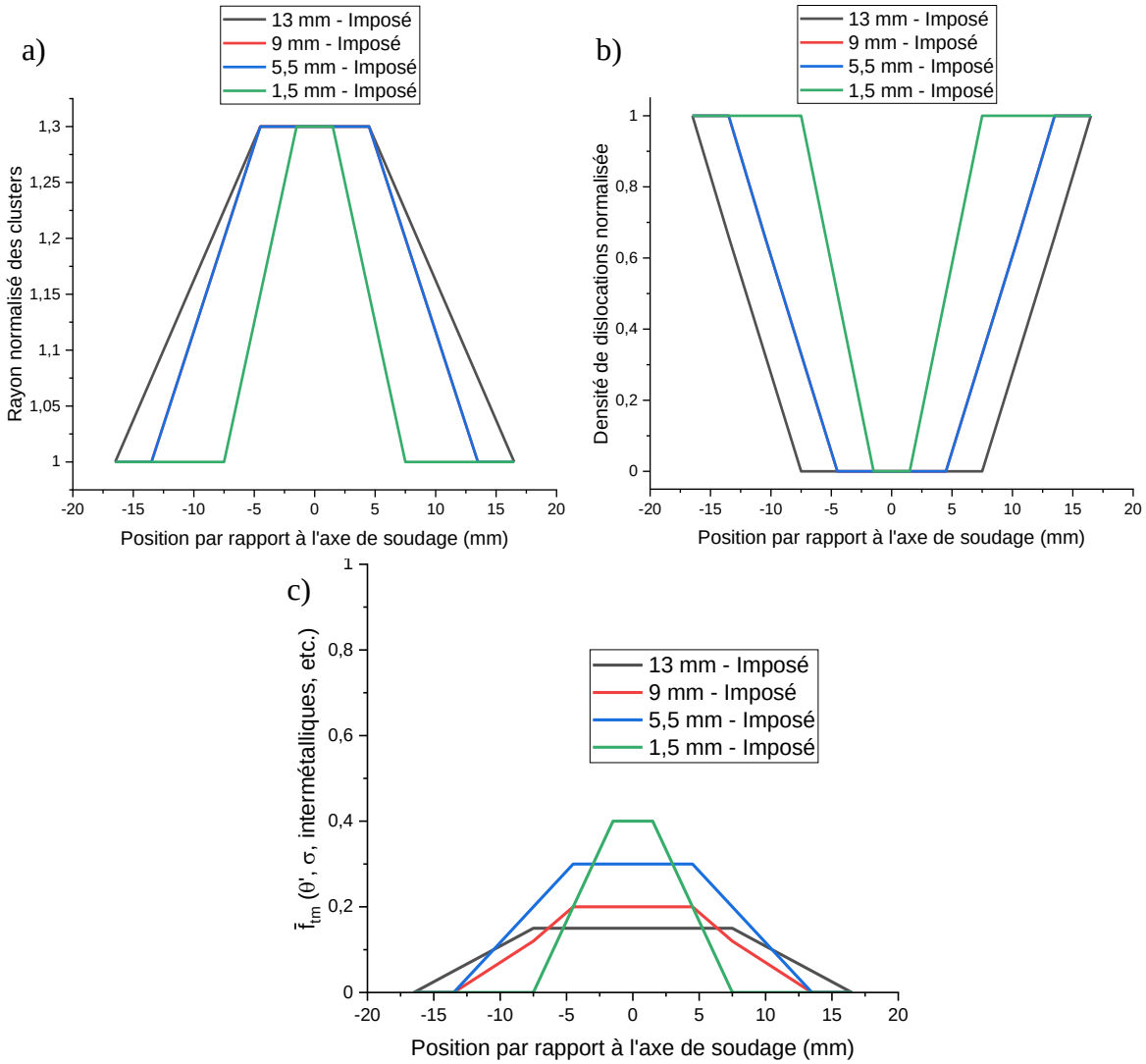


Figure 4-44 : État initial imposé suivant la position dans le joint soudé pour la condition de soudage numéro 1 concernant a) le rayon normalisé des clusters, b) la densité de dislocations normalisée et c) la quantité de phases peu durcissantes à la fin du traitement thermique

Les évolutions de fraction relative de phase T_1 simulée sont comparées à la Figure 4-45 aux données issues des essais de résistivité électrique. Pour des raisons de clarté, seules quatre positions par rapport à l'axe de soudage sont présentées ici. Pour une distance de 16,5 mm, la simulation réalisée correspond au cas du matériau à l'état T34 pour les quatre hauteurs à l'étude ce qui explique la superposition des courbes simulées. À une distance de 7,5 mm, la courbe correspondant au bas du joint soudé est similaire à celle du matériau à l'état T34 puisque nous ne sommes pas encore dans le noyau soudé. Pour les trois autres cas, la cinétique de précipitation est déjà ralentie et la simulation est relativement proche des données expérimentales. Ce ralentissement s'accentue lorsque l'on se rapproche à 4,5 mm de l'axe de soudage. En particulier pour la courbe à une hauteur de 5,5 mm qui correspond à une position à l'intérieur du noyau soudé. De même l'évolution en bas du joint soudé commence à être ralentie signe que nous sommes à la frontière du joint soudé dans cette zone. Enfin, à 1,5 mm du centre, le haut et la zone centrale du joint soudé ont un comportement identique au cas précédent qui semble bien correspondre aux observations expérimentales avec des cinétiques très proches entre la hauteur de 13 mm et celle de 9 mm et une cinétique plus lente pour la hauteur de 5,5 mm. Enfin la cinétique de précipitation en bas du joint soudé est

significativement plus lente que pour une distance de 4,5 mm de l'axe de soudage, et semble aussi assez en accord avec les évolutions expérimentales.

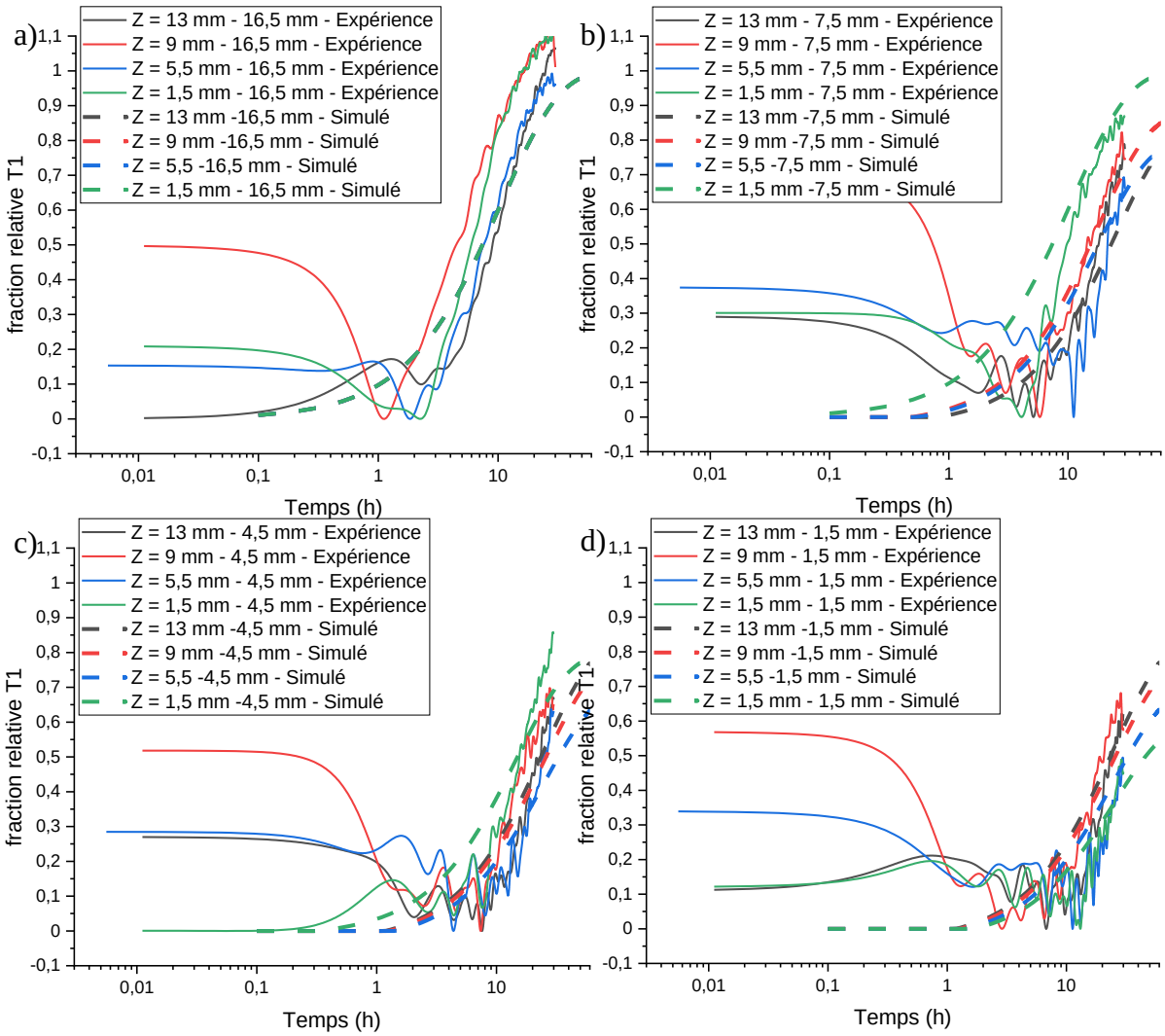


Figure 4-45 : Comparaison entre les évolutions de fraction volumique de précipités simulées et celles mesurées suite aux essais de résistivité électrique sur la condition de soudage numéro 1 à différentes distances de l'axe de soudage, a) 16.5 mm, b) 7.5 mm, c) 4.5 mm, d) 1.5 mm

Les profils de dureté simulés présentés Figure 4-46 s'avèrent assez proches des données expérimentales notamment dans la partie centrale du noyau soudé. Pour la partie haute du joint soudé, la dureté est légèrement sous-estimée d'environ 10 HV ce qui pourrait provenir d'une densité de dislocation imposée trop faible. Pour la partie basse du joint soudé, la dureté est plus fortement surestimée d'environ 15 HV due à une fraction volumique de phase T_1 déterminée par la méthode de résistivité électrique qui semblait trop importante par rapport aux données de [Malard 2015] dans cette zone. Pour terminer, la taille du noyau soudé simulée est relativement proche des données expérimentales, mais tend cependant à être plus étroite. Les hypothèses de transition linéaire pour les états initiaux imposés pourraient donc être remises en question pour améliorer cette partie de la simulation.

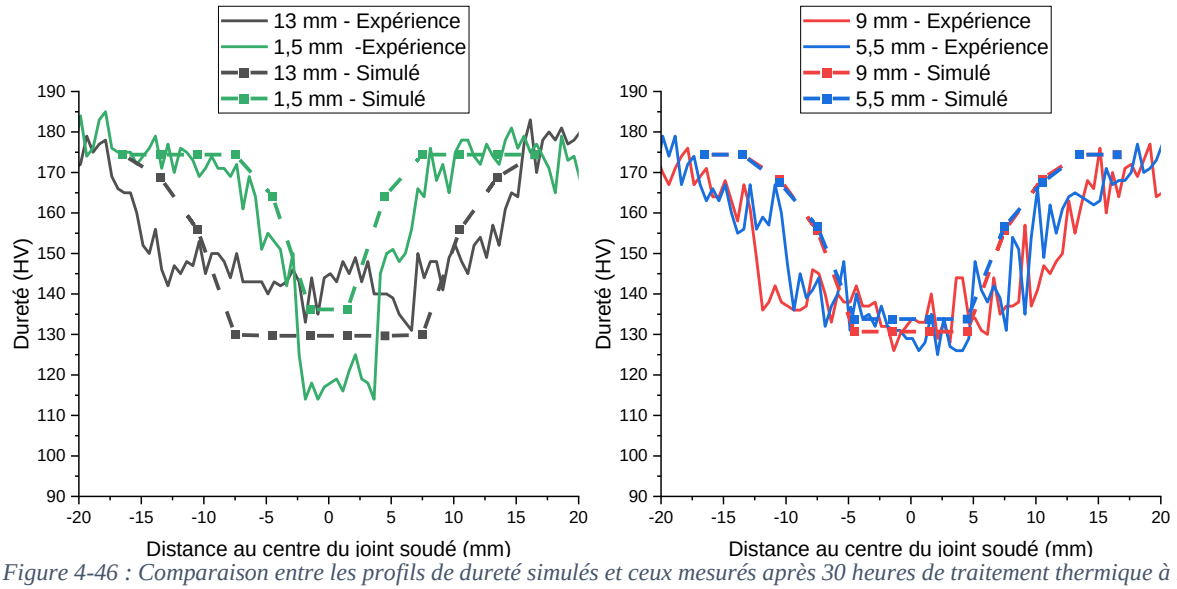


Figure 4-46 : Comparaison entre les profils de dureté simulés et ceux mesurés après 30 heures de traitement thermique à 155 °C pour les quatre hauteurs à l'étude de la condition de soudage numéro 1

La même méthodologie a été appliquée au cas du soudage de la condition numéro 2 avec des zones de transition souvent plus étroites que pour la condition de soudage numéro 1. De plus, le minimum de fraction volumique a été observé à -1,5 mm du joint soudé et la symétrie sera centrée autour de ce point pour le bas du joint soudé afin d'être en accord avec les données expérimentales.

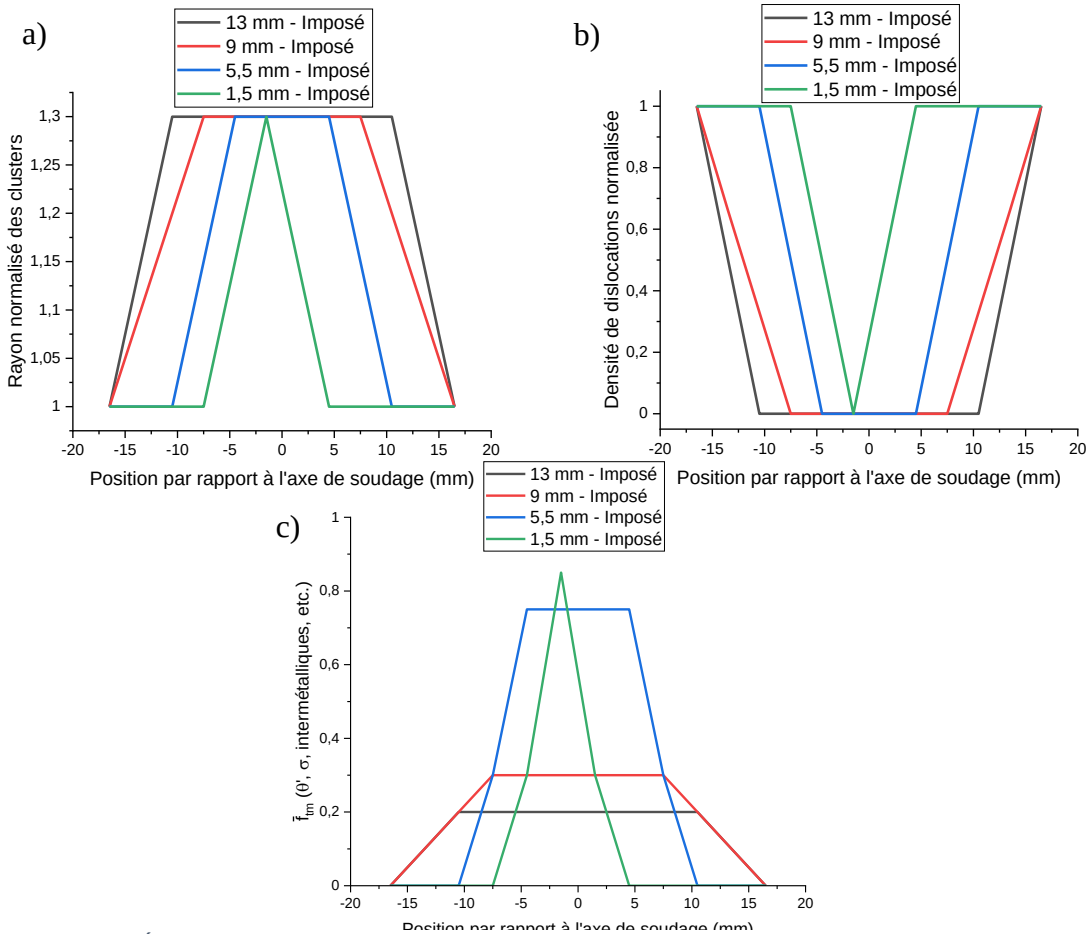


Figure 4-47 : État initial imposé suivant la position dans le joint soudé pour la condition de soudage numéro 2 concernant a) le rayon normalisé des clusters, b) la densité de dislocations normalisée et c) la quantité de phases peu durcissantes à la fin du traitement thermique

Comme pour la condition de soudage numéro 1, les évolutions de fractions volumiques simulées pour les positions dans l'épaisseur de 13 et 9 mm sont relativement proches dans les cas présentés ici en accord avec les données expérimentales issues des essais de résistivité électrique. Nous pouvons également noter que les courbes à 5,5 et 1,5 mm de hauteur sont bien plus fortement ralenties que pour le cas de la condition de soudage numéro 1. De plus pour la courbe à 5,5 mm dans l'épaisseur et 4,5 mm du centre de la soudure, la quantité de phases T_1 est sous-estimée. Il aurait sans doute été nécessaire d'imposer une transition plus douce sur la quantité maximale de phases peu durcissantes par rapport à celle présentée ci-dessus. Enfin, il est difficile de comparer les évolutions de fraction volumique simulées et expérimentales pour le cas en bas du joint soudé et à 1,5 mm de l'axe de soudage. En effet, pour ce cas, seule une diminution de résistivité électrique a pu être observée lors du traitement thermique, signe d'une très faible quantité de phases T_1 à la fin du traitement thermique.

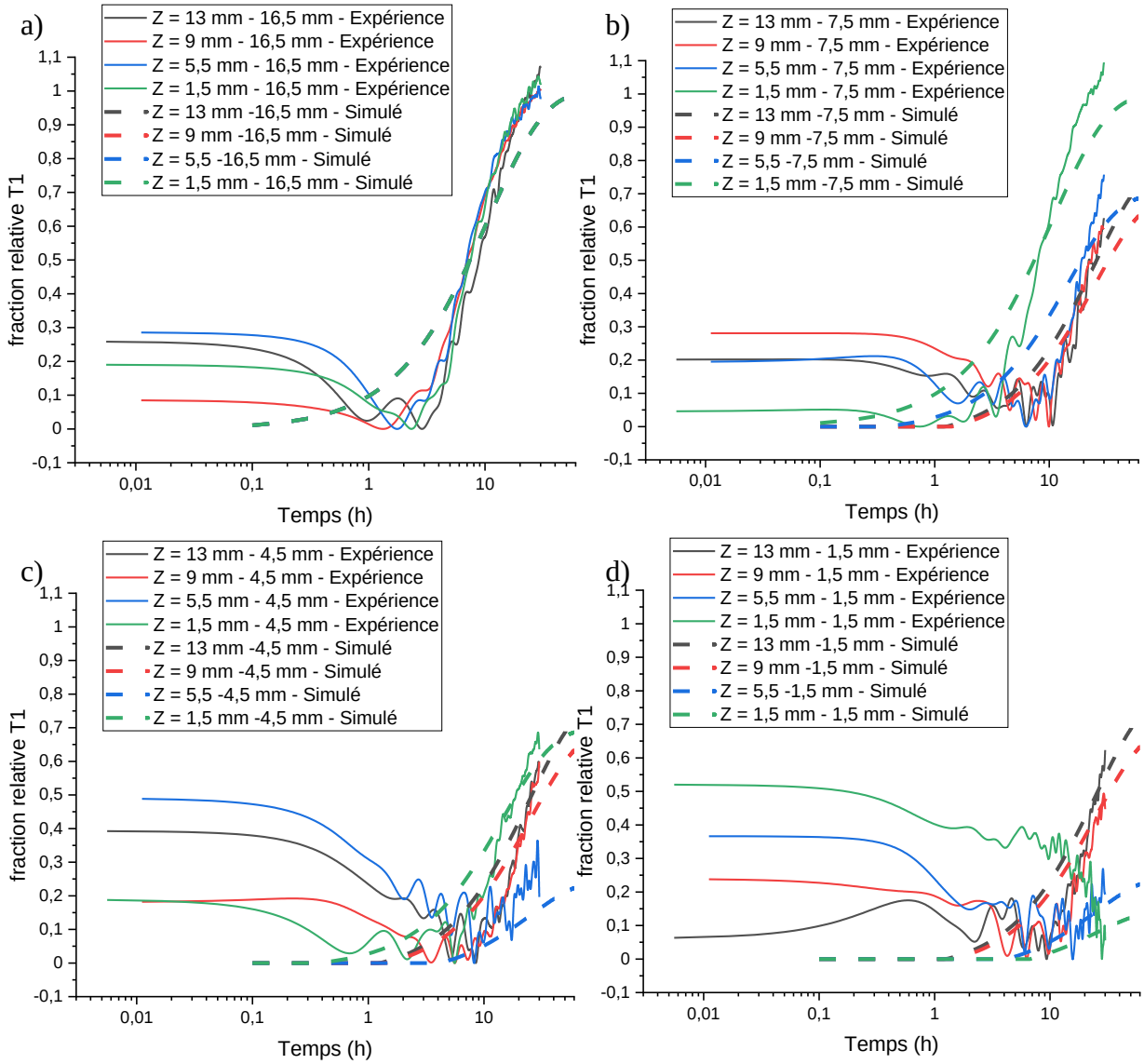


Figure 4-48 : Comparaison entre les évolutions de fraction volumique de précipités simulées et celles mesurées suite aux essais de résistivité électrique sur la condition de soudage numéro 1 à différentes positions dans le joint soudé, a) 16.5 mm, b) 7.5 mm, c) 4.5 mm, d) 1.5 mm

Enfin, les profils de dureté simulés sont comparés aux profils expérimentaux à la Figure 4-49. La dureté pour le haut et le bas du joint soudé s'avère très bien prise en compte par le modèle

avec une bonne correspondance avec les données expérimentales. Cependant, l'écart est plus important pour la partie centrale du joint soudé avec une surestimation de 10 à 20 HV pour les deux cas simulés. Toutefois, nous pouvons observer que la dureté expérimentale en dehors du noyau soudé semble légèrement plus faible que celle simulée ce qui pourrait expliquer une partie de l'écart dans le noyau soudé. Il serait également nécessaire de réaliser des analyses complémentaires en SAXS et en MET dans le joint soudé pour vérifier que la quantité de phases T_1 et la taille moyenne de ces précipités sont bien prises en compte par le modèle.

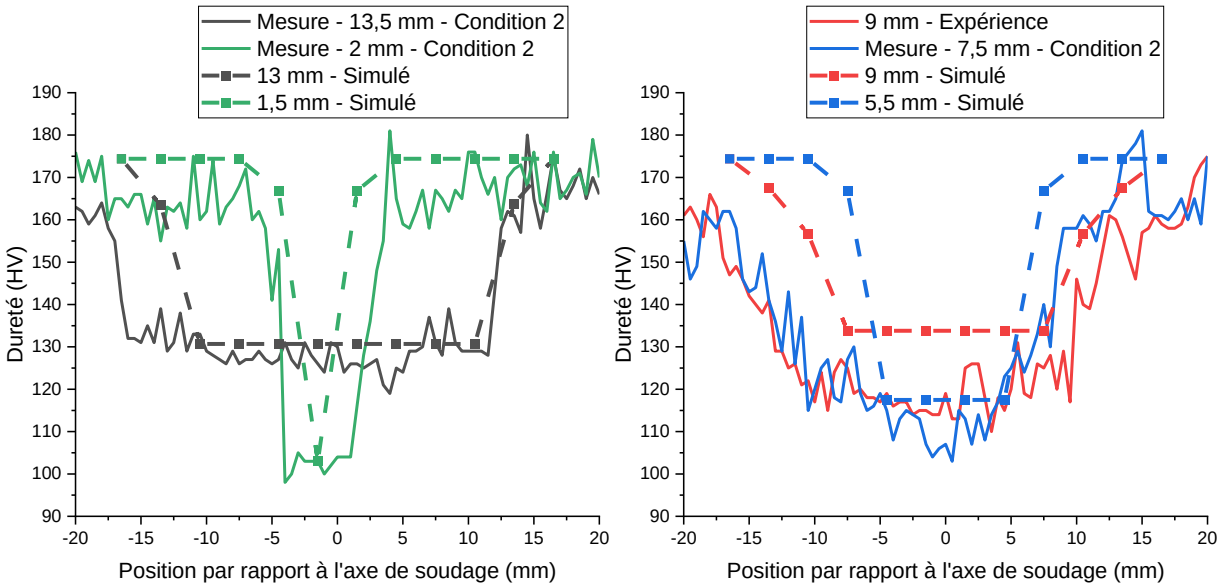


Figure 4-49 : Comparaison entre les profils de dureté simulés et ceux mesurés après 30 heures de traitement thermique à 155 °C pour les quatre hauteurs à l'étude de la condition de soudage numéro 2

4.5. Synthèse

Pour conclure, le modèle décrit initialement par [Li 2019] permettant de simuler l'évolution de la limite d'élasticité lors du traitement thermique à 155 °C a été utilisé. Il a pu être observé que ce modèle donnait d'excellents résultats pour le cas du matériau à l'état T34. Toutefois, l'auteur n'a pas étalonné son modèle sur les évolutions de fraction volumiques de phase T_1 lors du traitement thermique. Il en résulte alors un écart entre la simulation et les données expérimentales obtenues dans la littérature. De plus, il s'avérait impossible de simuler d'autres états de départ que celui étudié par [Li 2019].

Le modèle décrit par [Li 2019] a donc été modifié afin de prendre en compte les évolutions de fraction volumique de phase T_1 observées dans la littérature pour le cas du matériau à l'état T34. Dans un second temps, le modèle a été adapté à différents états de départ décrits dans la littérature que sont l'état trempé et l'état prédéformé de 3%. Pour cela, l'influence de la densité de dislocations sur la cinétique de précipitation de la phase T_1 a été augmentée et la quantité de phases T_1 pouvant être formées a été diminuée en prenant en compte la formation d'autres phases considérées comme peu durcissantes telle que la phase θ' ou σ. Après étalonnage sur les évolutions de taille et de fraction volumique de phase T_1 mesurées par [Wang 2020], les évolutions de dureté simulées par le modèle s'avèrent alors très proches des données de [Wang 2020].

Dans un second temps, la caractérisation du matériau par résistivité électrique a été réalisée. Pour cela, des essais avec une vitesse de chauffe « type DSC » ont été effectués afin de mettre en évidence les variations de l'état de précipitation. Il a ainsi pu être observé que la précipitation de la phase T_1 tendait à augmenter la résistivité électrique, phénomène qui a été associé dans la littérature à la présence d'un champ de déformation important autour des précipités. Les essais ont également permis d'établir une équation reliant les variations de résistivité électrique normalisée aux évolutions de la quantité de précipités T_1. Cette méthodologie a ensuite pu être appliquée pour le cas de traitement thermique isotherme à 155 °C pour deux états de départ étudié par [Wang 2020]. Pour aller plus loin, les joints soudés ont été caractérisés par résistivité électrique d'abord avec des mesures effectuées dans le sens longitudinal puis dans le sens transversal. Cette seconde méthode permet d'effectuer un plus grand nombre de mesures, en réalisant moins d'essais et avec des évolutions qui semblaient plus pertinentes lorsqu'elles étaient comparées à la littérature de [Malard 2015]. Les cartographies de résistivité électrique normalisée après le traitement thermique ont également été comparées aux cartographies de dureté afin d'estimer la taille du joint soudé.

Pour terminer, le modèle a été appliqué au cas du joint soudé FSW. Pour cela il a été nécessaire d'imposer l'état initial du matériau concernant la taille des clusters, la densité de dislocations et la quantité de phases peu durcissantes après le traitement thermique. La taille des clusters imposée a été définie à l'aide des mesures de [Malard 2015] et la densité de dislocations a été fixée à zéro dans le noyau soudé afin de rendre compte de la forte recristallisation ayant lieu dans cette zone de soudage. Concernant la quantité de phases peu durcissantes, il a été nécessaire de l'ajuster pour correspondre au mieux aux fractions volumiques de phase T_1 observées après 30 heures de revenu. En appliquant ces hypothèses, la simulation de l'évolution de la fraction volumique de phase T_1 s'avère très proche des données expérimentales de [Malard 2015] et de celles obtenues par résistivité électrique jusqu'à 30 heures de traitement thermique. De même l'évolution de dureté est bien simulée jusqu'à 30 heures de traitement thermique,

mais est fortement sous-estimée au-delà. Les comparaisons entre les profils de dureté expérimentaux et simulés à 30 heures de revenu et à différentes positions dans l'épaisseur ont montré que la taille de la zone adoucie simulée est généralement plus faible que celle déterminée expérimentalement. Concernant les niveaux de dureté atteints dans le noyau, ceux-ci sont très proches des valeurs expérimentales à mi-hauteur du joint soudé pour la condition numéro 1 et un écart de 10 à 15 HV peut être observé au niveau de la face supérieure et inférieure. Pour la condition de soudage numéro 2, la simulation s'avère très proche au niveau de la face supérieure et inférieure, mais un écart d'environ 10 HV peut être observé à mi-hauteur du joint soudé.

Ce modèle semble donc capable de simuler le comportement complexe du noyau soudé en considérant quelques hypothèses. Afin de le rendre prédictif, il serait nécessaire de pouvoir définir la taille du noyau soudé à l'aide du modèle thermomécanique présenté au chapitre 2 en définissant un niveau de déformation seuil permettant de faire la transition entre la ZAT et le noyau. Ceci permettrait d'imposer la densité de dislocations ainsi que la taille des clusters au début du traitement thermique de manière automatique et ainsi de pouvoir observer l'effet des paramètres de soudage sur la taille de ce noyau. Pour cela la poursuite de l'étalonnage des paramètres du modèle thermomécanique est nécessaire.

Pour aller plus loin, il serait aussi nécessaire de mieux prendre en compte la quantité de phases peu durcissantes formées lors du traitement thermique. Pour cela, des études complémentaires seraient pertinentes pour comprendre l'origine des écarts entre le haut et le bas du joint soudé. Il serait également intéressant de s'appuyer sur le modèle thermomécanique pour identifier les différences en termes d'histoire thermique et de vitesse de déformation entre le haut et le bas de la soudure afin de pouvoir définir d'autres études complémentaires.

Conclusion et perspectives

Conclusion

Le procédé de soudage par friction malaxage induit des histoires thermiques et des déformations mécaniques élevées ce qui entraîne des évolutions microstructurales importantes dans le matériau soudé. Trois zones peuvent être observées après soudage, le noyau soudé qui se trouve au centre de la soudure, la ZATM proche du noyau soudé et la ZAT entre la ZATM et le métal de base. Le chapitre 1 a montré que les deux matériaux à l'étude dans cette thèse présentaient des comportements différents. Pour l'alliage 2024, l'histoire thermique mène à de fortes variations de l'état de précipitation et donc de la dureté juste après soudage. Dans la ZAT, la réversion des zones GPB entraîne un adoucissement du matériau. Lorsque l'on se rapproche de la ZATM, la précipitation de la phase S commence ce qui entraîne un durcissement. Dans la ZATM et le noyau, la phase S coalesce puis se dissout ce qui entraîne une dureté minimale dans le noyau. La maturation à température ambiante permet une augmentation de dureté via la formation de zones GPB et ce, notamment dans le noyau soudé. Le profil de dureté transverse présente ainsi une forme typique en W. La dureté mesurée juste après soudage de l'alliage 2050 s'avère relativement homogène dans l'ensemble du joint soudé. Cependant, après l'étape de revenu à 155 °C pendant 30 heures, le noyau soudé présente une dureté bien plus faible que celle du métal de base et de la ZAT. Cette zone de faible dureté provient principalement de la recristallisation ayant lieu lors de l'opération de soudage entraînant une baisse de la densité de dislocations dans cette zone conduisant *in fine* à un ralentissement de la cinétique de précipitation de la phase durcissante (T_1).

L'objectif de cette thèse était de mettre en place des modèles permettant de simuler les évolutions de dureté dues à l'opération de soudage et / ou au traitement de revenu pour chacun des deux matériaux à l'étude. De plus, les modèles mis en place se devaient d'être facilement implémentables dans un code de calcul aux éléments finis tels que SYSWELD et présenter des temps de calcul maîtrisés afin d'être utilisables par l'industriel partenaire. Pour répondre à cette problématique et aux vues de la différence de comportement des deux alliages, deux types de modèles différents ont été mis en place. Une modélisation semi-analytique basée sur un principe d'équivalence temps-température lié à l'histoire thermique vécue lors du soudage a été mise en place pour l'alliage 2024. Tandis que pour l'alliage 2050, la simulation s'est attachée à décrire l'étape de revenu ayant lieu après le soudage avec un modèle à variables internes.

Plusieurs modèles ont été mis en place pour la simulation de la dureté de l'alliage 2024 juste après soudage :

- Un premier modèle de Myhr & Grong / Hersent étalonné avec les résultats de traitements thermiques interrompus à différentes températures présents dans la littérature.

- Un second modèle de Myhr & Grong / Hersent étalonné à l'aide des données de la littérature, mais également à l'aide d'essais complémentaires de maintien isotherme très courts et d'essais de suivi de résistivité électrique.

- Un troisième modèle hybride entre le modèle précédent et la modèle de Yan permettant le calcul des quantités de phases en présence en utilisant des équations issues de la

thermodynamique à l'état solide, mais également de simuler la contribution au durcissement provenant de la solution solide.

L'effet de la maturation à température ambiante sur la dureté après un traitement thermique n'étant pas négligeable, un modèle phénoménologique a dû être mis en place pour chacun des modèles décrits précédemment via une programmation en Python.

Pour pouvoir appliquer ces différents modèles, il était nécessaire de disposer des cycles thermiques représentatifs de l'opération de soudage. Les essais de soudage réalisés ont donc été instrumentés en microthermocouples afin de disposer de thermogrammes expérimentaux fiables dans des zones proches de la zone malaxée. Ces thermogrammes ont également été utilisés pour étalonner le modèle thermomécanique de [Feulvarch 2011]. Les cycles thermiques prédits par ce modèle s'avèrent très proches des mesures expérimentales pour le côté RS du joint soudé, mais tendent à surestimer la température maximale pour le côté AS du joint soudé.

Les thermogrammes expérimentaux et simulés ont été utilisés pour simuler la dureté du joint soudé juste après soudage et après maturation. La comparaison avec les données expérimentales obtenues sur le joint soudé est difficile en ZATM et dans le noyau puisqu'une maturation de 24 heures a eu lieu entre l'opération de soudage et la mesure de dureté. Ceci a entraîné une augmentation de la dureté liée à la formation de zones GPB dans ces zones. Il a cependant été constaté que les trois modèles prennent bien en compte la diminution de la dureté dans la zone de réversion des zones GPB. Les différences entre les trois modèles sont bien plus visibles après maturation avec une surestimation de la dureté dans la ZAT proche de la ZATM pour le premier modèle et une zone adoucie due à la réversion des zones GPB dans la ZAT trop large pour le troisième modèle. Le deuxième modèle a quant à lui présenté de bons résultats en utilisant les thermogrammes expérimentaux avec une bonne correspondance entre les résultats de la simulation aux duretés expérimentales jusqu'en limite de ZATM pour les deux conditions de soudage. Toutefois, la simulation en utilisant les thermogrammes simulés s'avère dégradée notamment du côté AS et au niveau du noyau soudé. Il a été mis en évidence que les thermogrammes simulés proches du noyau soudé présentent une température maximale similaire aux données expérimentales, mais que le temps passé à haute température est plus faible pour les thermogrammes simulés. Cet écart entraîne des variations importantes de la dureté calculée ce qui atteste du caractère essentiel d'une bonne simulation thermique du procédé de soudage pour cet alliage.

Les travaux ont aussi montré que le modèle semi-analytique de type Myhr & Grong, habituellement utilisé pour simuler la coalescence / dissolution des précipités en partant de l'état T6, pouvait être étendu pour décrire les phénomènes complexes de précipitation et dissolution ayant lieu dans un alliage 2024 à l'état T3. Ce type de modèle, notamment pour la seconde version, permet de simuler correctement la dureté après un maintien isotherme sans maturation. Le couplage de ce modèle avec un modèle phénoménologique pour prendre en compte la maturation permet de prédire la dureté post-soudage après maturation dans le joint soudé notamment en ZAT. Une étude complémentaire néanmoins serait nécessaire pour améliorer les prédictions actuellement non satisfaisantes dans le noyau soudé. Pour cela, un soin particulier devra être apporté quant à la simulation thermique dans cette zone où les températures atteintes sont élevées. De plus, les temps de calcul très réduits (moins de 10 minutes pour réaliser une cartographie) sont un atout pour une utilisation par l'industriel partenaire et la structure du modèle est facilement implémentable dans un logiciel de calcul aux EF.

Concernant l'alliage 2050, le modèle de Li permettant de simuler l'évolution de la limite d'élasticité de l'alliage à l'état T34 pendant le revenu de 30 heures à 155 °C a été utilisé durant cette étude. Ce modèle ne permettant pas dans sa forme originelle de prendre en compte d'autres états de départ tel que l'état trempé, des modifications ont dû être apportées. Pour cela, les données de la littérature concernant l'évolution de la fraction volumique et de la taille des précipités de phase T_1 pendant le revenu pour différents états de départ ont été utilisées. Les modifications apportées au modèle ont prouvé leur efficacité avec une très bonne simulation de l'évolution de l'état de précipitation ainsi que de la dureté lors du revenu pour les trois états de départ étudiés.

La caractérisation des évolutions microstructurales de l'alliage 2050 lors de l'étape de revenu a été réalisée par mesures de résistivité électrique. Cependant, l'évolution de résistivité électrique lors de la précipitation de la phase T_1 étant anormale, un travail a été mené pour comparer la cinétique de précipitation de cette phase observée en DSC et le signal obtenu par résistivité électrique. Ceci a permis de traduire l'évolution de résistivité électrique relative obtenue en évolution de fraction volumique relative de phase T_1. Cette méthode a ensuite été utilisée pour caractériser le joint soudé par FSW lors de l'étape de revenu post-soudage en réalisant notamment des mesures transversalement au cordon de soudure. Ce type d'essais permet d'obtenir une cartographie de l'évolution de résistivité électrique dans le joint soudé pendant l'étape de revenu.

Le modèle mis en place dans cette thèse pour l'alliage 2050 a montré sa capacité à simuler l'évolution de l'état de précipitation et de la dureté pendant le revenu pour différents états de départ bien connus. Ceci présente une avancée notable puisqu'à notre connaissance seul le modèle de Li permettait de simuler l'étape de revenu sur cet alliage à l'état T34. Pour aller plus loin, le modèle a également été appliqué au niveau du joint soudé FSW avec toutefois quelques difficultés. En effet, le noyau soudé reste une zone de transformation complexe due à la combinaison d'une température élevée et une déformation très importante. De nombreuses inconnues subsistant dans cette zone, il a été nécessaire d'imposer l'état initial et la quantité de phases peu durcissantes se formant lors du revenu pour effectuer la simulation. La prédiction des évolutions de fraction volumique de phase T_1 est alors satisfaisante et les évolutions de dureté simulées sont relativement proches des données expérimentales jusqu'à 30 heures de revenu. Toutefois, la zone adoucie simulée est généralement plus étroite que celle observée expérimentalement. Il subsiste par ailleurs un écart de dureté d'environ 10 HV après 30 heures de revenu entre la simulation et l'expérience en face supérieure et inférieure pour la condition 1 et à mi-hauteur pour la condition 2. Un travail complémentaire sera donc nécessaire pour définir l'état microstructural de l'alliage après l'opération de soudage pour pouvoir utiliser le modèle mis en place ici et prédire plus finement la dureté après l'étape de revenu.

Perspectives

Le second modèle présenté pour simuler l'évolution de dureté de l'alliage 2024 après une histoire thermique reste à améliorer. Avant maturation, le modèle prédit très bien la zone d'adoucissement lié à la réversion des zones GPB, mais tend à sous-estimer la dureté dans la ZAT proche de la ZATM et au niveau du noyau. Afin de s'assurer de ces observations, il serait nécessaire de réaliser des mesures de dureté idéalement moins d'une heure après l'opération de soudage ou bien de réaliser une histoire thermique similaire à celle vécue dans le noyau soudé

en machine Gleeble. Dans ce second cas, seul l'impact de l'histoire thermique sur la dureté sera observé ce qui permettrait de s'affranchir de l'impact de la déformation entraînée par l'opération de soudage. Pour améliorer la simulation de la dureté dans le noyau soudé et notamment après maturation, il serait nécessaire de vérifier la prédiction du modèle dans la gamme de température vécue lors du soudage. En effet, il est attendu que la température soit comprise entre 450 et 500 °C dans cette zone, or nous ne disposons pas de données expérimentales dans cette gamme de température. Ils seraient donc intéressants de compléter les données expérimentales par des essais de maintien isotherme interrompu en machine Gleeble dans cette gamme de température. La dureté mesurée juste après l'histoire thermique et après une maturation de deux mois nous permettrait alors de vérifier le bon étalonnage du modèle.

Il avait également été prévu de réaliser des analyses en DSC à différentes positions dans le joint soudé pour comparer les résultats obtenus par le modèle et les données expérimentales concernant la quantité de phases en présence dans l'alliage. Cependant, les calorimètres de l'IRDL à Lorient et Brest ayant rencontré des dysfonctionnements, cette caractérisation a été abandonnée. Afin d'obtenir des données complémentaires et de finaliser la validation des modèles, il serait bon de réaliser ces campagnes d'essais. Il serait également pertinent de réaliser des campagnes de caractérisation plus fine (MEB et MET notamment) sur les alliages à l'état de réception et dans les différentes zones du joint soudé. Cela permettrait notamment d'apporter des informations sur la présence des intermétalliques et des dispersoïdes qui peuvent impacter la composition de la solution solide. L'effet de la déformation sur les cinétiques de précipitation, pour des températures élevées correspondant à la ZATM et au noyau, pourra également être étudié notamment à l'aide d'essais thermomécaniques sur machine Gleeble

L'effet de l'histoire thermique sur la dureté simulée étant très important notamment à haute température, la simulation thermique se doit d'être au plus proche des résultats expérimentaux. À ce titre, le modèle thermomécanique permet de très bien simuler le côté RS du joint soudé, mais tend à surestimer la température maximale côté AS. De plus, la durée de l'histoire thermique à haute température simulée par le modèle semble également trop courte. Il serait donc intéressant de retravailler l'étalonnage du modèle thermomécanique pour améliorer cette simulation thermique qui est un point clé de la simulation de la dureté post-soudage. De plus, un terme de glissement en lieu et place du contact collant pourrait permettre une amélioration significative de la simulation de l'asymétrie thermique entre le côté AS et le côté RS.

Pour terminer concernant l'alliage 2024, il serait intéressant d'étudier d'autres cas de soudage pour vérifier la robustesse du modèle métallurgique. En effet, les conditions choisies sont deux extrêmes en termes de thermique dans le domaine de soudabilité opératoire étudié par [Bertrand 2021], mais nous avons pu observer notamment avec les données de la littérature que la simulation était légèrement moins proche pour d'autres conditions de soudage. Il reste également à implémenter ce modèle dans le code de calcul aux éléments finis Sysweld, avec une approche séquentielle c'est à dire en effectuant d'abord le calcul thermomécanique puis le calcul métallurgique, pour le rendre utilisable par l'industriel partenaire. Il pourra être par ailleurs envisagé dans un second temps d'utiliser une approche couplée afin de prendre en compte l'effet de l'évolution de la métallurgie sur le calcul thermomécanique.

Le modèle utilisé pour simuler l'évolution de la limite d'élasticité lors du revenu de l'alliage 2050 requiert des analyses complémentaires pour pouvoir simuler pertinemment la dureté après

le revenu post-soudage. En effet, dans cette thèse, l'étude de l'état de précipitation lors du traitement thermique a été réalisée par résistivité électrique ce qui permet de suivre de manière continue la fraction volumique de la phase T_1. Cependant, comme nous avons pu le constater, la taille des précipités T_1 influe fortement sur la dureté, il serait donc pertinent de réaliser des campagnes d'essais en MET pour compléter les données et comparer les résultats à la simulation réalisée. De même quelques essais en DSC, notamment sur la deuxième condition de soudage, permettraient de mesurer la quantité de phases T_1 dans le noyau et de valider l'utilisation de la technique de résistivité électrique multipoints. Comme pour l'alliage 2024, une caractérisation plus fine de l'état de précipitation (MEB, MET voire SAXS) dans le joint soudé en comparaison de l'alliage à l'état de réception serait également intéressante pour mieux comprendre les hétérogénéités de dureté observées après soudage et revenu.

Un travail est également à mener pour rendre ce modèle prédictif et pouvoir l'implémenter dans le code de calcul aux éléments finis. Une première approche serait d'utiliser la simulation effectuée par le modèle thermomécanique pour définir la taille du noyau soudé en se basant sur la déformation simulée. Il serait alors relativement aisé d'imposer une taille de clusters et une densité de dislocations normalisée dans le noyau soudé. Concernant cette dernière, les modèles utilisés pour simuler la recristallisation dynamique et la taille de grains (décrit notamment par [Jacquin 2021]) pourraient permettre d'apporter des informations complémentaires concernant la valeur de la densité de dislocations normalisée dans le noyau soudé. La dernière valeur à définir concerne la fraction volumique de phase peu durcissante qui diffère entre le haut et le bas de la soudure, mais également entre les différentes conditions de soudage. Afin de mieux comprendre ce phénomène, il serait intéressant de s'appuyer sur la simulation thermomécanique pour observer les différences en termes de déformation et d'histoire thermique entre le haut et le bas du joint soudé, mais également entre les différentes conditions de soudage. Ceci permettrait dans un second temps de définir des campagnes d'essais complémentaires dont l'objectif serait d'obtenir différentes quantités de phases peu durcissantes à la fin du revenu. À terme, il serait sans doute nécessaire de mettre en place un modèle visant à déterminer la quantité de phases peu durcissantes en chaque point du joint soudé en prenant en compte l'histoire thermique par exemple. L'intégration de toutes ces grandeurs dans le modèle décrit dans cette thèse permettrait alors de simuler l'évolution de l'état de précipitation lors de l'étape de revenu dans l'ensemble du joint soudé.

Bibliographie

[de Abreu 2017] C.P. de Abreu, I. Costa, H.G. de Melo, N. Pébère, B. Tribollet, V. Vivier, « Multiscale Electrochemical Study of Welded Al Alloys Joined by Friction Stir Welding », *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 164, nº 13, p. 735-746, 2017.

[Araullo-Peters 2014] V. Araullo-Peters, B. Gault, F. De Geuser, A. Deschamps, J.M. Cairney, « Microstructural evolution during ageing of Al–Cu–Li–x alloys », *Acta Materialia*, vol. 66, p. 199-208, 2014.

[Avettand-Fènoël 2016] M.-N. Avettand-Fènoël, R. Taillard, « Effect of a pre or postweld heat treatment on microstructure and mechanical properties of an AA2050 weld obtained by SSFSW », *Materials & Design*, vol. 89, p. 348-361, 2016.

[Bachmann 2017] M. Bachmann, J. Carstensen, L. Bergmann, J.F. dos Santos, C.S. Wu, M. Rethmeier, « Numerical simulation of thermally induced residual stresses in friction stir welding of aluminum alloy 2024-T3 at different welding speeds », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 91, nº 1-4, p. 1443-1452, 2017.

[Bagaryatskii 1952] Y.A Bagaryatskii, *Doklady Akademii nauk S.S.S.R.*, vol. 87, p. 397 & 559, 1952.

[Bertrand 2021] R. Bertrand, « Soudage dissimilaire par friction malaxage d'alliages d'aluminium 2024-T3 et 2198-T8 : influence des paramètres du procédé sur les propriétés microstructurales, caractéristiques mécaniques et résistance à la corrosion », Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2021.

[Bousquet 2011] E. Bousquet, « Durabilité des assemblages soudés par friction stir welding (FSW) », Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2011.

[Bratland 1997] D.H. Bratland, H. Shercliff, R. Myhr, S. Tj, « Modelling of precipitation reactions in industrial processing », nº 124, p. 22, 1997.

[Briez 2019] L. Briez, « Relations microstructure-propriétés à haute température dans les alliages d'aluminium pour application aéronautique », Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2019.

[Buck 1989] O. Buck, L.S. Chumbley, « NONDESTRUCTIVE DETECTION OF THE TI PHASE IN AI-Li ALLOYS », vol. 23, nº 2, p. 5, 1989.

[Cassada 1991] W.A. Cassada, G.J. Shiflet, E.A. Starke, « Mechanism of AI2CuLi (71) Nucleation and Growth », *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*, vol. 22, nº 2, p. 287-297, 1991.

[Ceresara 1977] S. Ceresara, A. Giarda, A. Sanchéz, « Annealing of vacancies and ageing in Al-Li alloys », *Philosophical Magazine*, vol. 35, nº 1, p. 97-110, 1977.

[Chaudhary 2019] B. Chaudhary, V. Patel, P.L. Ramkumar, J. Vora, « Temperature Distribution During Friction Stir Welding of AA2014 Aluminium Alloy: Experimental and Statistical Analysis », *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 72, nº 4, p. 969-981, 2019.

[Charai 2000] A. Charai, T. Walther, C. Alfonso, A.-M. Zahra, C.Y. Zahra, « Coexistence of clusters, GPB zones, S″-, S′- and S-phases in an Al–0.9% Cu–1.4% Mg alloy », *Acta Materialia*, vol. 48, nº 10, p. 2751-2764, 2000.

[Cheng 2003] L. M. Cheng, W. J. Poole, J. D. Embury, D. J. Lloyd, « The influence of precipitation on the work-hardening behavior of the aluminum alloys AA6111 and AA7030 », *Metall and Mat Trans A*, vol. 34, nº 11, p. 2473-2481, 2003.

[Chobaut 2014] Nicolas Chobaut, Denis Carron, Jean Marie Drezet, « Monitoring Precipitation Kinetics in Heat Treatable Aluminium Alloys Using *In Situ*

Resistivity in Gleeble Thermomechanical Simulator », *MSF*, vol. 794-796, p. 921-925, 2014.

[Chobaut 2015] N. Chobaut, « Measurements and modelling of residual stresses during quenching of thick heat treatable aluminium components in relation to their precipitation state », Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédéral de Lausanne, 2015.

[Chung 2018] T.-F. Chung *et al.*, « Morphological evolution of GP zones and nanometer-sized precipitates in the AA2050 aluminium alloy », *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, vol. 1, nº 3, p. 142-156, 2018.

[Davis 1993] J.R. Davis, « Fabricationand finishing of aluminum alloys », in *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*, 1993.

[De Geuser 2014] F. De Geuser, B. Malard, A. Deschamps, « Microstructure mapping of a friction stir welded AA2050 Al–Li–Cu in the T8 state », *Philosophical Magazine*, vol. 94, nº 13, p. 1451-1462, 2014.

[Decreus 2010] B. Decreus, « Etude de la precipitation dans les alliages Al-Li-Cu de troisième generation – Relations entre microstructures et proprietes mecaniques », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2010.

[Decreus 2013] B. Decreus, A. Deschamps, F. de Geuser, C. Sigli, « Influence of Natural Ageing and Deformation on Precipitation in an Al-Cu-Li Alloy: Influence of Natural Ageing and Deformation on Precipitation… », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 15, nº 11, p. 1082-1085, 2013.

[Decreus 2013] B. Decreus, A. Deschamps, F. De Geuser, P. Donnadieu, C. Sigli, M. Weyland, « The influence of Cu/Li ratio on precipitation in Al–Cu–Li–x alloys », *Acta Materialia*, vol. 61, nº 6, p. 2207-2218, 2013.

[Deschamps 2013] A. Deschamps, B. Decreus, F. De Geuser, T. Dorin, M. Weyland, « The influence of precipitation on plastic deformation of Al–Cu–Li alloys », *Acta Materialia*, vol. 61, nº 11, p. 4010-4021, 2013.

[Deschamps 2017] A. Deschamps, M. Garcia, J. Chevy, B. Davo, F. De Geuser, « Influence of Mg and Li content on the microstructure evolution of Al Cu Li alloys during long-term ageing », *Acta Materialia*, vol. 122, p. 32-46, 2017.

[Dorin 2014] T. Dorin, A. Deschamps, F. De Geuser, W. Lefebvre, C. Sigli, « Quantitative description of the T_1 formation kinetics in an Al–Cu–Li alloy using differential scanning calorimetry, small-angle X-ray scattering and transmission electron microscopy », *Philosophical Magazine*, vol. 94, nº 10, p. 1012-1030, 2014.

[Dubost 1991] B. Dubost, P. Sainfort, « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », *Techniques de l'ingénieur*, p. 40, 1991.

[Dos Santos 2018] J.F. Dos Santos, P. Staron, T. Fische, J.D. Robson et al., « Understanding precipitate evolution during friction stir welding of Al-Zn-Mg-Cu alloy through in-situ measurement coupled with simulation », *Acta Materialia*, vol. 148, p. 163-172, 2018.

[Ebrahimi 2017] G.R. Ebrahimi, H.R. Ezatpour, « Effect of precipitation on the warm deformation behavior of AA2024 alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 681, p. 10-17, 2017.

[Entringer 2019] J. Entringer, M. Reimann, A. Norman, J.F. dos Santos, « Influence of Cu/Li ratio on the microstructure evolution of bobbin-tool friction stir welded Al–Cu–Li alloys », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, nº 2, p. 2031-2040, 2019.

[Eramah 2014] A. Eramah *et al.*, « Influence of friction stir welding parameters on properties of 2024 T3 aluminium alloy joints », *Thermal Science*, vol. 18, nº suppl.1, p. 21-28, 2014.

[Estrin 1998] Y. Estrin, « Dislocation theory based constitutive modelling: foundations and applications », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 80-81, p. 33-39, 1998.

[Fazeli 2008] F. Fazeli, W.J. Poole, C.W. Sinclair, « Modeling the effect of Al3Sc precipitates on the yield stress and work hardening of an Al–Mg–Sc alloy », *Acta Materialia*, vol. 56, nº 9, p. 1909-1918, 2008.

[Ferrante 1979] M. Ferrante, R.D. Doherty, « Influence of interfacial properties on the kinetics of precipitation and precipitate coarsening in aluminium-silver alloys », *Acta Metallurgica*, vol. 27, p. 1603-1614, 1979.

[Feulvarch 2011] E. Feulvarch, « Modélisation numérique du procédé de soudage par friction-malaxage (Friction Stir Welding) », *Techniques de l'ingénieur*, p. 19, 2011.

[Feulvarch 2013] E. Feulvarch, J.-C. Roux, J.-M. Bergheau, « A simple and robust moving mesh technique for the finite element simulation of Friction Stir Welding », *Journal of Computational and Applied Mathematics*, vol. 246, p. 269-277, 2013.

[Frigaard 2001] Ø. Frigaard, Ø. Grong, O. T. Midling, « A process model for friction stir welding of age hardening aluminum alloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, nº 5, p. 1189-1200, 2001.

[Gallais 2008] C. Gallais, A. Denquin, Y. Bréchet, G. Lapasset, « Precipitation microstructures in an AA6056 aluminium alloy after friction stir welding: Characterisation and modelling », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 496, nº 1-2, p. 77-89, 2008.

[Gao 2002] N. Gao, L. Davin, S.P. Wang, A. Cerezo, M.J. Starink, « Precipitation in Stretched Al-Cu-Mg Alloys with Reduced Alloying Content Studied by DSC, TEM and Atom Probe », *Materials Science Forum*, vol. 396-402, p. 923-928, 2002.

[Gao 2015] Z. Gao *et al.*, « Formation mechanism of precipitate T1 in AlCuLi alloys », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 624, p. 22-26, 2015.

[Gauthier 2014] E. Gauthier, « Etude expérimentale et numérique de la dégradation cyclique des électrodes en CuCr1Zr lors du soudage par résistance par point », Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, 2014.

[Genevois 2004] C. Genevois, « Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000, 5000 et comportement mécanique résultant », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG, 2004.

[Genevois 2005] C. Genevois, A. Deschamps, A. Denquin, B. Doisneaucottignies, « Quantitative investigation of precipitation and mechanical behaviour for AA2024 friction stir welds », *Acta Materialia*, vol. 53, nº 8, p. 2447-2458, 2005.

[Genevois 2006] C. Genevois, A. Deschamps, P. Vacher, « Comparative study on local and global mechanical properties of 2024 T351, 2024 T6 and 5251 O friction stir welds », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 415, nº 1-2, p. 162-170, 2006.

[Gerold 1979] V. Gerold, *Dislocations in Solids*, vol. 3, 1979.

[Grong 1997] Y. Grong, *Metallurgical Modelling of Welding*. 1997.

[He 2014] X. He, F. Gu, A. Ball, « A review of numerical analysis of friction stir welding », *Progress in Materials Science*, vol. 65, p. 1-66, 2014.

[Hersent 2010] E. Hersent, « Modélisation intégrée de la précipitation pour le soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium à durcissement structural », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines Saint-Etienne, 2010.

[Hodowany 2000] J. Hodowany, G. Ravichandran, A. J. Rosakis, P. Rosakis, « Partition of plastic work into heat and stored energy in metals », *Experimental Mechanics*, vol. 40, n° 2, p. 113-123, 2000.

[Huang 1998] B.-P. Huang, Z.-Q. Zheng, « Independent and combined roles of trace Mg and Ag additions in properties precipitation process and precipitation kinetics of Al–Cu–Li–(Mg)–(Ag)–Zr–Ti alloys », *Acta Materialia*, vol. 46, n° 12, p. 4381-4393, 1998.

[Ives 1983] L.K. Ives *et al.*, « Processing / Microstructure / Property relationships In 2024 Aluminum Alloy Plates », 1983.

[Jacquin 2021] D. Jacquin, G. Guillemot, « A review of microstructural changes occurring during FSW in aluminium alloys and their modelling », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 288, p. 116706, 2021.

[Jemal 2010] N. Jemal, J.-E. Masse, L. Langlois, S. Tcherniaeff, F. Girot, « Caractérisation d'un alliage 2024-T3 assemblé par friction-malaxage », p. 14, 2010.

[Jena 1989] A.K. Jena, A.K. Gupta, M.C. Chaturvedi, « A differential scanning calorimetric investigation of precipitation kinetics in the Al-l.53 wt% Cu4.79 wt% Mg alloy », *Acta metall.*, vol. 37, n° 3, p. 885-895, 1989.

[Jiang 2018] F. Jiang, H. Zhang, « Non-isothermal precipitation kinetics and its effect on hot working behaviors of an Al–Zn–Mg–Cu alloy », *J Mater Sci*, vol. 53, n° 4, p. 2830-2843, 2018.

[Jones 2005] M. Jones, P. Heurtier, C. Desrayaud, F. Montheillet, D. Allehaux, J. Driver, « Correlation between microstructure and microhardness in a friction stir welded 2024 aluminium alloy », *Scripta Materialia*, vol. 52, n° 8, p. 693-697, 2005.

[Kamp 2006] N. Kamp, A. Sullivan, R. Tomasi, J.D. Robson, « Modelling of heterogeneous precipitate distribution evolution during friction stir welding process », *Acta Materialia*, vol. 54, n° 8, p. 2003-2014, 2006.

[Kamp 2007] N. Kamp, A. Sullivan, J.D. Robson, « Modelling of friction stir welding of 7xxx aluminium alloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 466, n° 1-2, p. 246-255, 2007.

[Khan 2008] I.N. Khan, M.J. Starink, J.L. Yan, « A model for precipitation kinetics and strengthening in Al–Cu–Mg alloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 472, n° 1-2, p. 66-74, 2008.

[Khan 2008] A.K. Khan, J.S. Robinson, « Effect of cold compression on precipitation and conductivityof an Al-Li-Cu alloy », *Journal of Microscopy*, vol. 232, n° 3, p. 534-538, 2008.

[Khan 2008] A. K. Khan, J. S. Robinson, « Effect of silver on precipitation response of Al–Li–Cu–Mg alloys », *Materials Science and Technology*, vol. 24, n° 11, p. 1369-1377, 2008.

[Kherrouba 2017] N. Kherrouba, « Étude expérimentale et modélisation des cinétiques de transformation de phase dans un alliage de titane », Thèse de doctorat, Univesité de Bretagne Sud, 2017.

[Khodir 2006] S.A. Khodir, T. Shibayanagi, M. Naka, « Control of Hardness Distribution in Friction Stir Welded AA2024-T3 Aluminum Alloy », *MATERIALS TRANSACTIONS*, vol. 47, n° 6, p. 1560-1567, 2006.

[Kocks 1975] U. F. Kocks, « 5. Models for macroscopic slip », *Progress in Materials Science*, vol. 19, p. 171-229, 1975.

[Kocks 1976] U. F. Kocks, « Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep », *J. Eng. Mater. Technol*, vol. 98, n° 1, p. 76-85, 1976.

[Koppenaal 1964] T. J. Koppenaal, D. Kuhlmann-Wilsdorf, « The effect of prestressing on the strength of neutron-irradiated copper single crystals », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 4, n° 3, p. 59-61, 1964.

[Kovarik 2004] L. Kovarik, P.I. Gouma, C. Kisielowski, S.A. Court, M.J. Mills, « A HRTEM study of metastable phase formation in Al–Mg–Cu alloys during artificial aging », *Acta Materialia*, vol. 52, n° 9, p. 2509-2520, 2004.

[Kovarik 2006] L. Kovarik, M.K. Miller, S.A. Court, M.J. Mills, « Origin of the modified orientation relationship for S(S″)-phase in Al–Mg–Cu alloys », *Acta Materialia*, vol. 54, n° 7, p. 1731-1740, 2006.

[Lee 2007] E.W. Lee *et al.*, « The effect of thermal exposure on the electrical conductivity and static mechanical behavior of several age hardenable aluminum alloys », *Engineering Failure Analysis*, vol. 14, n° 8, p. 1538-1549, 2007.

[Legrand 2015] V. Legrand, « Modélisation des processus de précipitation et prédiction des propriétés mécaniques résultantes dans les alliages d'aluminium à durcissement structural : Application au soudage par Friction Malaxage (FSW) de tôles AA2024 », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.

[Li 2015] Q. Li, A. Wu, Y. Li, G. Wang, D. Yan, J. Liu, « Influence of temperature cycles on the microstructures and mechanical properties of the partially melted zone in the fusion welded joints of 2219 aluminum alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 623, p. 38-48, 2015.

[Li 2017] Y. Li *et al.*, « A unified constitutive model for asymmetric tension and compression creep-ageing behaviour of naturally aged Al-Cu-Li alloy », *International Journal of Plasticity*, vol. 89, p. 130-149, 2017.

[Li 2017] Y. Li, Z. Shi, J. Lin, Y.-L. Yang, Q. Rong, « Extended application of a unified creep-ageing constitutive model to multistep heat treatment of aluminium alloys », *Materials & Design*, vol. 122, p. 422-432, 2017.

[Li 2019] Y. Li, Z. Shi, J. Lin, « Experimental investigation and modelling of yield strength and work hardening behaviour of artificially aged Al-Cu-Li alloy », *Materials & Design*, vol. 183, p. 108121, 2019.

[Lifshitz 1961] I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov, « The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions », *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 19, n° 1, p. 35-50, 1961.

[Lin 2003] J. Lin, Y. Liu, « A set of unified constitutive equations for modelling microstructure evolution in hot deformation », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 143-144, p. 281-285, 2003.

[Ma 2017] W.-Y. Ma, B.-Y. Wang, J.-G. Lin, X.-F. Tang, « Influence of process parameters on properties of AA6082 in hot forming process », *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 27, n° 11, p. 2454-2463, 2017.

[Ma 2018] Z. Y. Ma, A. H. Feng, D. L. Chen, J. Shen, « Recent Advances in Friction Stir Welding/Processing of Aluminum Alloys: Microstructural Evolution

and Mechanical Properties », *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol. 43, nº 4, p. 269-333, 2018.

[Malard 2015] B. Malard, A. Deschamps, « Microstructure distribution in an AA2050 T34 friction stir weld and its evolution during post-welding heat treatment », *Acta Materialia*, vol. 101, p. 90-100, 2015.

[Marceau 2010] R.K.W. Marceau, G. Sha, R. Ferragut, A. Dupasquier, S.P. Ringer, « Solute clustering in Al–Cu–Mg alloys during the early stages of elevated temperature ageing », *Acta Materialia*, vol. 58, nº 15, p. 4923-4939, 2010.

[Mecking 1981] H. Mecking, U.F. Kocks, « Kinetics of flow and strain-hardening », *Acta Metallurgica*, vol. 29, nº 11, p. 1865-1875, 1981.

[Meyghani 2020] Bahman Meyghani, Chuansong Wu, « Progress in Thermomechanical Analysis of Friction Stir Welding », *Chin. J. Mech. Eng.*, vol. 33, nº 1, p. 12, 2020.

[Milagre 2018] M.X. Milagre *et al.*, « On the microstructure characterization of the AA2098-T351 alloy welded by FSW », *Materials Characterization*, vol. 140, p. 233-246, 2018.

[Milkereit 2009] Benjamin Milkereit, Olaf Kessler, Christoph Schick, « Recording of continuous cooling precipitation diagrams of aluminium alloys », *Thermochimica Acta*, vol. 492, nº 1-2, p. 73-78, 2009.

[Mishra 2005] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, « Friction stir welding and processing », *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 50, nº 1-2, p. 1-78, 2005.

[Mishra 2016] R.S. Mishra, H. Sidhar, *Friction Stir Welding of 2XXX Aluminum Alloys including Al-Li Alloys*. Elsevier Science, 2016.

[Mondolfo 1976] L.F. Mondolfo, « Al–Cu–Mg Aluminum–Copper–Magnesium system », in *Aluminum Alloys*, Elsevier, 1976, p. 497-505.

[MTEX] MTEX, « Kernel Average Misorientation (KAM) ». [En ligne]. Disponible sur: https://mtex-toolbox.github.io/EBSDKAM.html. [Consulté le: 30-mars-2022].

[Myhr 1991] O.R. Myhr, Ø. Grong, « Process modelling applied to 6082-T6 aluminium weldments—I. Reaction kinetics », *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, nº 11, p. 2693-2702, 1991.

[Myhr 2000] O.R. Myhr, Ø. Grong, « Modelling of non-isothermal transformations in alloys containing a particle distribution », *Acta Materialia*, vol. 48, nº 7, p. 1605-1615, 2000.

[Myhr 2001] O Myhr, « Modelling of the age hardening behaviour of Al–Mg–Si alloys », *Acta Materialia*, vol. 49, nº 1, p. 65-75, 2001.

[Myhr 2004] O.R. Myhr, Ø. Grong, H.G. Fjær, C.D. Marioara, « Modelling of the microstructure and strength evolution in Al–Mg–Si alloys during multistage thermal processing », *Acta Materialia*, vol. 52, nº 17, p. 4997-5008, 2004.

[Nabarro 1967] F.R.N. Nabarro, « Theoy of crystal dislocations », *Oxford University Press*, 1967.

[Nes 1995] E. Nes, « Recovery revisited », *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, nº 6, p. 2189-2207, 1995.

[Noble 1971] B. Noble, G. E. Thompson, « Precipitation Characteristics of Aluminium-Lithium Alloys », *Metal Science Journal*, vol. 5, nº 1, p. 114-120, 1971.

[Norris 1999] S.D. Norris, I. Wilson, « Application of 3D numerical modelling for thermal profile optimization on the Gleeble thermomechanical simulator », *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 7, nº 3, p. 297-309, 1999.

[Paulo 2017] R.M.F. Paulo, P. Carlone, V. Paradiso, R.A.F. Valente, F. Teixeira-Dias, « Prediction of friction stir welding effects on AA2024-T3 plates and stiffened panels using a shell-based finite element model », *Thin-Walled Structures*, vol. 120, p. 297-306, 2017.

[Perez 2007] M. Perez, « Approche multi-échelle de la précipitation », HDR, Université de Lyon, 2007.

[Perlitz 1943] H. Perlitz, A. Westgren, *Arkiv. Kemi. Mineral. Geol.*, vol. 16B, n° 13, 1943.

[Phillips 1953] H.W.L. Phillips, « The constitution of alloys of aluminium, copper and iron », *J.inst.Met.*, vol. 82, p. 197-212, 1953.

[Pilvin 2010] P. Pilvin, « Notice d'utilisation de SiDoLo. Version 2.5298 ». 2010.

[Preston 2004] R.V. Preston, H.R. Shercliff, P.J. Withers, S. Smith, « Physically-based constitutive modelling of residual stress development in welding of aluminium alloy 2024 », *Acta Materialia*, vol. 52, n° 17, p. 4973-4983, 2004.

[Proton 2012] V. Proton, « Caractérisation et compréhension du comportement en corrosion de structures en alliage d'aluminium-cuivre-lithium 2050 assemblées par Friction Stir Welding (FSW) », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2012.

[Proton 2012] Vincent Proton, « Caractérisation et compréhension du comportement en corrosion de structures en alliage d'aluminium-cuivre-lithium 2050 assemblées par Friction Stir Welding (FSW) », p. 287, 2012.

[Proton 2014] Vincent Proton *et al.*, « The influence of artificial ageing on the corrosion behaviour of a 2050 aluminium–copper–lithium alloy », *Corrosion Science*, vol. 80, p. 494-502, 2014.

[Radmilovic 1999] V. Radmilovic, R. Kilaas, U. Dahmen, G.J. Shiflet, « Structure and morphology of S-phase precipitates in aluminum », *Acta Materialia*, vol. 47, n° 15-16, p. 3987-3997, 1999.

[Reich 2001] L. Reich, K. Svegh, J. Lendvai, A. Vertes, « Positron lifetime study of an Al-1.7at.% Mg-1.1at.% Cu alloy », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 81, n° 3, p. 145-151, 2001.

[Reynolds 2000] A.P. Reynolds, W.D. Lockwood, T.U. Seidel, « Processing-property correlation in friction stir weld », *Mater. Sci. Forum*, vol. 331-337, p. 1719-1724, 2000.

[Richards 2008] D.G. Richards, P.B. Prangnell, S.W. Williams, P.J. Withers, « Global mechanical tensioning for the management of residual stresses in welds », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 489, n° 1-2, p. 351-362, 2008.

[Ringer 2000] S.P. Ringer, K. Hono, « Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies », *Materials Characterization*, vol. 44, p. 101-131, 2000.

[Robe 2017] H. Robe, « Apports à la compréhension du soudage FSW hétérogène d'alliages d'aluminium par une approche expérimentale et numérique », Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2017.

[Robe 2019] H. Robe, C. Claudin, J. Bergheau, E. Feulvarch, « R-ALE simulation of heat transfer during friction stir welding of an AA2xxx/AA7xxx joint on a large process window », *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 155, p. 31-40, 2019.

[Robson 2006] J. D. Robson, A. Sullivan, « Process model for strength of age hardenable aluminium alloy welds », *Materials Science and Technology*, vol. 22, n° 2, p. 146-152, 2006.

[Rosen 1982] M. Rosen, E. Horowitz, L. Swartzendruber, S. Fick, R. Mehrabian, « The aging process in aluminum alloy 2024 studied by means of eddy currents », *Materials Science and Engineering*, vol. 53, nº 2, p. 191-198, 1982.

[Satnfort 1985] P. Satnfort, P. Guyot, « High-spatial-resolution STEM analysis of transition micro-phases in Al-Li and Al-Li-Cu alloys », *Philosophical Magazine A*, vol. 51, nº 4, p. 575-588, 1985.

[Sato 2003] T. Sato, S. Hirosawa, K. Hirose, T. Maeguchi, « Roles of microalloying elements on the cluster formation in the initial stage of phase decomposition of Al-based alloys », *Metall and Mat Trans A*, vol. 34, nº 12, p. 2745-2755, 2003.

[Serriere 2004] M. Serriere, « Modélisation des processus de transformation des dispersoides dans un alliage d'aluminium 3003. Influence de la description des équilibres thermodynamiques locaux », Thèse de doctorat, INPL, 2004.

[Shen 2006] Y.Z. Shen, K.H. Oh, D.N. Lee, « Serrated flow behavior in 2090 Al–Li alloy influenced by texture and microstructure », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 435-436, p. 343-354, 2006.

[Shercliff 1990] H.R. Shercliff, M.F. Ashby, « A process model for age hardening of aluminium alloys—I. The model », *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 38, nº 10, p. 1789-1802, 1990.

[Shercliff 2005] H.R. Shercliff, M.J. Russell, A. Taylor, T.L. Dickerson, « Microstructural modelling in friction stir welding of 2000 series aluminium alloys », *Mécanique & Industries*, vol. 6, nº 1, p. 25-35, 2005.

[Shih 1996] H.-C. Shih, N.-J. Ho, J. C. Huang, « Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, nº 9, p. 2479-2494, 1996.

[Sidhar 2016] H. Sidhar, R.S. Mishra, « Aging kinetics of friction stir welded Al-Cu-Li-Mg-Ag and Al-Cu-Li-Mg alloys », *Materials & Design*, vol. 110, p. 60-71, 2016.

[Sidhar 2016] H. Sidhar, N.Y. Martinez, R.S. Mishra, Juergen Silvanus, « Friction stir welding of Al–Mg–Li 1424 alloy », *Materials & Design*, vol. 106, p. 146-152, 2016.

[Sidhar 2017] H. Sidhar, R.S. Mishra, A.P. Reynolds, J.A. Baumann, « Impact of thermal management on post weld heat treatment efficacy in friction stir welded 2050-T3 alloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 722, p. 330-338, 2017.

[Silcock 1960] J.M. Silcock, *J.inst.Met.*, vol. 89, p. 203-210, 1960.

[Simar 2007] A. Simar, Y. Bréchet, B. de Meester, A. Denquin, T. Pardoen, « Sequential modeling of local precipitation, strength and strain hardening in friction stir welds of an aluminum alloy 6005A-T6 », *Acta Materialia*, vol. 55, nº 18, p. 6133-6143, 2007.

[Simar 2012] A. Simar, Y. Bréchet, B. de Meester, A. Denquin, C. Gallais, T. Pardoen, « Integrated modeling of friction stir welding of 6xxx series Al alloys: Process, microstructure and properties », *Progress in Materials Science*, vol. 57, nº 1, p. 95-183, 2012.

[Smithells 1992] C.J. Smithells, *Metals Referecne Book*, vol. 7. Butterworth-Heinemann, 1992.

[Sonne 2013] M.R. Sonne, C.C. Tutum, J.H. Hattel, A. Simar, B. de Meester, « The effect of hardening laws and thermal softening on modeling residual stresses in FSW of aluminum alloy 2024-T3 », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 213, nº 3, p. 477-486, 2013.

[Starink 1997] M.J. Starink, A.-M. Zahra, « An analysis method for nucleation and growth controlled reactions at constant heating rate », *Thermochimica Acta*, vol. 292, n° 1-2, p. 159-168, 1997.

[Starink 2005] M.J. Starink, N. Gao, L. Davin, J. Yan, A. Cerezo, « Room temperature precipitation in quenched Al–Cu–Mg alloys: a model for the reaction kinetics and yield strength development », *Philosophical Magazine*, vol. 85, n° 13, p. 1395-1417, 2005.

[Starink 2006] M.J. Starink, A. Cerezo, J. L. Yan, N. Gao, « Reply to the comments on "Room-temperature precipitation in quenched Al–Cu–Mg alloys: a model for the reaction kinetics and yield-strength development" », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 86, n° 4, p. 243-252, 2006.

[Starink 2009] M.J. Starink, S.C. Wang, « The thermodynamics of and strengthening due to co-clusters: General theory and application to the case of Al–Cu–Mg alloys », *Acta Materialia*, vol. 57, n° 8, p. 2376-2389, 2009.

[Styles 2012] M.J. Styles, C.R. Hutchinson, Y. Chen, A. Deschamps, T.J. Bastow, « The coexistence of two S (Al2CuMg) phases in Al–Cu–Mg alloys », *Acta Materialia*, vol. 60, n° 20, p. 6940-6951, 2012.

[Sullivan 2006] A. Sullivan, J.D. Robson, H.R. Shercliff, G. McShane, « Process Modelling of Friction Stir Welding for Aerospace Aluminium Alloys », *Advanced Materials Research*, vol. 15-17, p. 351-356, 2006.

[Thompson 1973] G. E. Thompson, B. Noble, « Resistivity of Al-Cu-Li alloys during T_1 (Al_2CuLi) Precipitation », *Metal Science Journal*, vol. 7, n° 1, p. 32-35, 1973.

[Urvoy 2021] R. Urvoy, « Simulation thermomécanique de soudage par friction-malaxage (FSW) d'alliages d'aluminium de la série 2000 », Université de Bretagne Sud, 2021.

[Wagner 1991] R. Wagner, R. Kampmann, P.W. Voorhees, « Homogeneous Second Phase Precipitation », *Material Science and Technology*, p. 213-303, 1991.

[Wang 2005] S.C. Wang, M.J. Starink, « Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys », *International Materials Reviews*, vol. 50, n° 4, p. 193-215, 2005.

[Wang 2006] S.C. Wang, M.J. Starink, N. Gao, « Precipitation hardening in Al–Cu–Mg alloys revisited », *Scripta Materialia*, vol. 54, n° 2, p. 287-291, 2006.

[Wang 2006] S.C. Wang, F. Lefebvre, J.L. Yan, I. Sinclair, M.J. Starink, « VPPA welds of Al-2024 alloys: Analysis and modelling of local microstructure and strength », *Materials Science and Engineering A*, p. 14, 2006.

[Wang 2007] S.C. Wang, M.J. Starink, « Two types of S phase precipitates in Al–Cu–Mg alloys », *Acta Materialia*, vol. 55, n° 3, p. 933-941, 2007.

[Wang 2011] L. Wang, M. Strangwood, D. Balint, J. Lin, T.A. Dean, « Formability and failure mechanisms of AA2024 under hot forming conditions », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, n° 6, p. 2648-2656, 2011.

[Wang 2017] S.B. Wang, Z.R. Liu, S.L. Xia, J. Key, J.H. Chen, « Tetragonal-prism-like Guinier–Preston–Bagaryatsky zones in an AlCuMg alloy », *Materials Characterization*, vol. 132, p. 139-144, 2017.

[Wang 2020] X. Wang, W. Shao, J. Jiang, G. Li, X. Wang, L. Zhen, « Quantitative analysis of the influences of pre-treatments on the microstructure evolution and mechanical properties during artificial ageing of an Al–Cu–Li–Mg–Ag alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 782, p. 139253, 2020.

[Whelan 1969] M.J. Whelan, « On the Kinetics of Precipitate Dissolution », *Metal Science Journal*, vol. 3, n° 1, p. 95-97, 1969.

[Winkelman 2007] G.B. Winkelman, K. Raviprasad, B.C. Muddle, « Orientation relationships and lattice matching for the S phase in Al–Cu–Mg alloys », *Acta Materialia*, vol. 55, nº 9, p. 3213-3228, 2007.

[Yamamoto 1995] A. Yamamoto, « Resistivity study of aging in Al-Li-Cu alloys », *MATERIALS TRANSACTIONS*, vol. 36, nº 12, p. 1447, 1995.

[Yan 1990] J. Yan, L. Chunzhi, Y. Minggao, « On the crystal structure of S' phase in AI-Cu-Mg alloy », *Journal of Materials Science Letters*, vol. 9, p. 421-424, 1990.

[Yan 2006] J. Yan, « Strength Modelling of Al-Cu-Mg Type Alloys », Thèse de doctorat, University of Southampton, 2006.

[Yan 2018] Y. Yan *et al.*, « On the corrosion, electrochemistry and microstructure of Al-Cu-Li alloy AA2050 as a function of ageing », *Materialia*, vol. 1, p. 25-36, 2018.

[Yang 2011] J. G. Yang, S. H. Sung, C. S. Chen, A. H. Tan, « Study of microstructural and mechanical properties of weld heat affected zones of 2024-T3 aluminium using Gleeble simulation », *Materials Science and Technology*, vol. 27, nº 1, p. 357-365, 2011.

[Yoshimura 2003] R. Yoshimura, T.J. Konno, E. Abe, K. Hiraga, « Transmission electron microscopy study of the evolution of precipitates in aged Al–Li–Cu alloys: the θ′ and T1 phases », *Acta Materialia*, vol. 51, nº 14, p. 4251-4266, 2003.

[Younes 2017] W. Younes, « Etude expérimentale et modélisation de la mise en forme à chaud d'alliages d'aluminium innovants », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers ParisTech, 2017.

[Zahra 1990] A.-M. Zahra, C.Y. Zahra, « Conditions for S'-formation in an AI-Cu-Mg alloy.pdf », *Joumal of lhemud Analysis*, vol. 36, p. 1465-1470, 1990.

[Zahra 2002] A.-M. Zahra, C.Y. Zahra, « Comment on "Positron lifetime study of an Al-1.7 at.% Mg-1.1 at.%Cu alloy" », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 82, nº 1, p. 9-12, 2002.

[Zain-ul-abdein 2010] M. Zain-ul-abdein, D. Nélias, J.-F. Jullien, A.I. Wagan, « Thermo-mechanical characterisation of AA 6056-T4 and estimation of its material properties using Genetic Algorithm », *Materials & Design*, vol. 31, nº 9, p. 4302-4311, 2010.

[Zhan 2011] L. Zhan, J. Lin, T.A. Dean, M. Huang, « Experimental studies and constitutive modelling of the hardening of aluminium alloy 7055 under creep age forming conditions », *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 53, nº 8, p. 595-605, 2011.

[Zhang 1989] C. B. Zhang, W. Sun, H. Q. Ye, « Investigation of the crystallography and morphology of the S′ precipitate in an Al(CuMg) alloy by HREM », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 59, nº 6, p. 265-271, 1989.

[Zhang 2014] Z. Zhang, B.L. Xiao, Z.Y. Ma, « Hardness recovery mechanism in the heat-affected zone during long-term natural aging and its influence on the mechanical properties and fracture behavior of friction stir welded 2024Al–T351 joints », *Acta Materialia*, vol. 73, p. 227-239, 2014.

[Zhang 2016] Fan Zhang *et al.*, « In situ structural characterization of ageing kinetics in aluminum alloy 2024 across angstrom-to-micrometer length scales », *Acta Materialia*, vol. 111, p. 385-398, 2016.

[Zhiguo 2005] C. Zhiguo, Z. Ziqiao, Y. Hongkun, « Effects of trace silver and magnesium on the microstructure and mechanical properties of Al−Cu−Li alloys », *J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit.*, vol. 20, nº 1, p. 9-12, 2005.

Annexes

Annexe 1 : Essais préliminaires en machine Gleeble

Homogénéité thermique

L'homogénéité thermique en zone centrale d'éprouvette de différentes dimensions a été étudiée pendant un traitement thermique à 350 °C avec une vitesse de chauffe de 110 °C/s. Durant tout l'essai la machine régule à force nulle. La température maximale de 350 °C est dans la gamme des températures maximales atteintes dans la ZAT lors du soudage FSW [Robe 2017], [Genevois 2004], [Mishra 2016]. La vitesse de chauffe de 110 °C/s correspond à des cinétiques thermiques rapides telles qu'observées dans la littérature [Robe 2017]. Le refroidissement de l'éprouvette est laissé libre, ce qui entraîne une vitesse de refroidissement plus faible pour les éprouvettes de plus grande longueur. L'objectif de cette étude est de déterminer les dimensions optimales permettant une zone homogène de 10 mm de longueur sur toute la largeur de l'éprouvette. Le second but est de caractériser le gradient thermique afin de pouvoir l'exploiter lors d'expériences de maintien isotherme. Pour cela, la température maximale atteinte pendant le cycle thermique, des essais de dureté et de conductivité électrique post-traitement ont été effectués. L'homogénéité thermique dans la zone d'intérêt a été caractérisée par thermocouples et également à l'aide d'une caméra thermique FLIR X6580sc. L'émissivité du matériau est étalonnée sur les valeurs de températures maximales mesurées par les thermocouples. Plusieurs dimensions d'éprouvettes ont été utilisées afin d'obtenir le bon compromis homogénéité thermique, vitesse de refroidissement. Pour cela, deux largeurs (25 et 30 mm) et trois longueurs (120, 135 et 150 mm) ont été étudiées sur l'alliage 2024 à l'état T3.

Mesures par thermocouples

L'instrumentation de l'éprouvette est présentée à la Figure A1.1, deux thermocouples sont disposés de part et d'autre à 5 mm du centre. Les résultats obtenus sont exposés dans le Tableau A1.1, la référence est le thermocouple central (TC1) puisque la machine régule la température de l'échantillon à l'aide de ce thermocouple. Comme on peut le constater, les moyennes des températures maximales des thermocouples situés à ±5 mm du centre sont proches de la température maximale du centre avec moins de 10 °C d'écart. Nous nous concentrerons donc dans la suite sur ces deux dimensions de 120 et 150 mm.

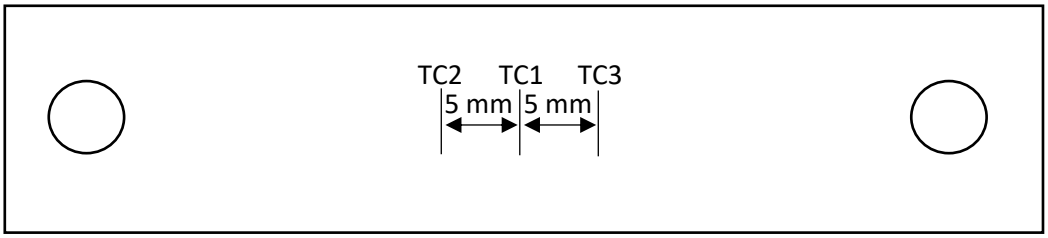


Figure A1.1 : Schéma des éprouvettes cyclées en Gleeble (''TC'' désigne les thermocouples)

Tableau A1.1 : Températures maximales moyennes et écarts-types en fonction des différentes configurations (épaisseur : 2 mm)

Longueur (mm)	Largeur (mm)	TC1 (°C)		TC2 (°C)		TC3 (°C)	
		Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
120	25	349,58	0,56	347,33	3,50	350,49	1,24
135	25	349,50	0,85	341,01	3,42	347,47	6,57

150	25	350,68	0,58	349,91	2,67	349,59	1,87
120	30	351,21	0,71	352,10	4,71	352,84	6,06
135	30	350,36	1,47	348,42	8,73	350,03	4,42
150	30	352,79	3,82	351,39	2,38	349,82	1,92

Mesure par caméra thermique

Afin d'augmenter l'émissivité des éprouvettes, celles-ci ont été recouvertes d'une peinture graphite. Cette peinture permet également de rendre l'émissivité de la surface homogène. Ceci est essentiel pour avoir des mesures fiables et ainsi pouvoir observer l'homogénéité et le gradient thermique dans l'éprouvette. L'émissivité de la surface a été étalonnée à l'aide des valeurs de température données par les thermocouples, l'émissivité de ces surfaces était d'environ 0,95. On obtient alors les cartographies ci-dessous avec une résolution d'approximativement 300 µm. On peut constater que le gradient thermique est faible au centre de l'éprouvette. La température est plus faible d'environ 10 °C lorsque l'on se situe à 10 mm du centre (cf. Figure A1.2). Dans la zone d'intérêt qui est située à ± 5 mm du centre, la température varie de moins de 5 °C par rapport au centre.

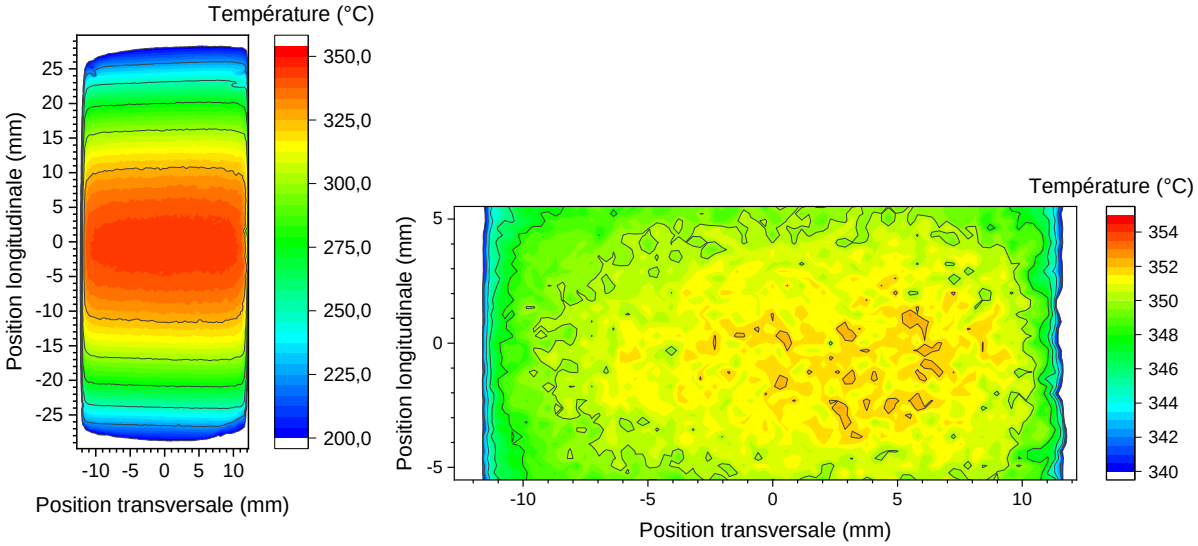


Figure A1.2 : Cartographies de température d'une éprouvette de 120 mm par 25 mm ($V_{chauffe}$=110 °C/s T_{max}=350 °C)

En réalisant un profil de température transversal à l'éprouvette (cf. Figure A1.3), on peut noter une diminution rapide de la température correspondant aux effets de bords à une distance d'environ 2 mm du bord de l'éprouvette. On peut également observer que la température est constante dans toute la largeur de l'éprouvette avec une dispersion d'environ 5 °C.

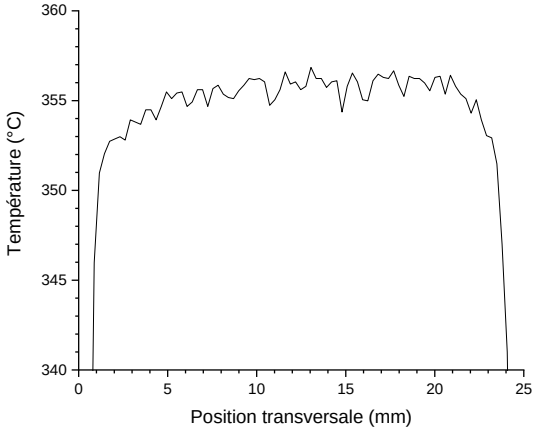


Figure A1.3 : Profil transversal de la température d'une éprouvette de 120 mm par 25 mm ($V_{chauffe}$=110 °C/s T_{max}=350 °C)

Homogénéité microstructurale

Pour faire suite aux résultats obtenus avec la caméra thermique, nous avons voulu vérifier si l'homogénéité thermique observée correspondait bien à une homogénéité microstructurale. Pour cela, des essais de dureté (duromètre Mitutoyo AVK-C2) et de conductivité électrique à l'aide d'une sonde à courant de Foucault (Fischerscope MMS PC2) post-traitement ont été effectués. La dureté nous donnera une information concernant les propriétés mécaniques obtenues tandis que la conductivité électrique nous apportera plutôt une indication sur l'état de précipitation. La dureté du métal de base en surface et sans polissage est de 156 ± 4 HV_1 avec une conductivité électrique de 16,8 ± 0,1 MS/m.

On peut observer que les résultats sont relativement homogènes (cf. Figure A1.4) en prenant en compte la dispersion expérimentale d'environ 4 HV_1 de la dureté sur l'alliage à l'état de réception. La dureté moyenne dans la zone étudiée est plus faible que dans le matériau de base de 20 HV_1 avec une valeur moyenne de 136 HV_1 et un écart-type de 4 HV_1. La conductivité électrique a augmenté de près de 3 MS/m avec une valeur moyenne de 19,5 ± 0,3 MS/m. Cet accroissement de conductivité électrique provient vraisemblablement d'un appauvrissement en élément d'alliage de la solution solide et donc d'une plus grande proportion de précipités dans la zone d'intérêt. Dans le même temps, la dureté diminue ce qui, d'après la littérature [Genevois 2004], peut être provoqué par la coalescence des phases de type S (S/S'/S'') lors de l'exposition à de hautes températures. Une étude complémentaire par calorimétrie différentielle à balayage et par microscopie électronique pourrait confirmer cette hypothèse. L'homogénéité de dureté et de conductivité électrique en zone centrale a été constatée sur toutes les dimensions d'éprouvette.

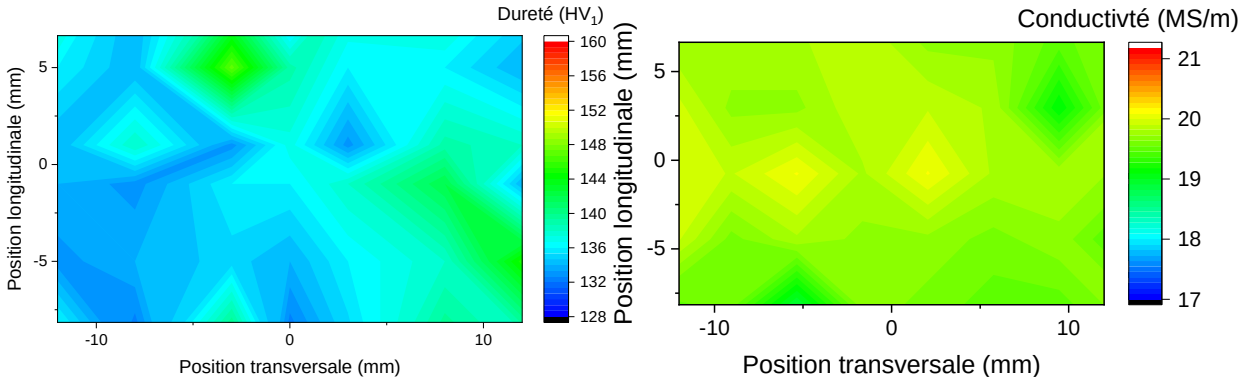


Figure A1.4 : Cartographie de dureté et de conductivité électrique d'une éprouvette de dimension 120 mm par 30 mm ($V_{chauffe}$=110 °C/s T_{max}=350 °C)

Les profils de conductivité électrique et de dureté après refroidissement ont été tracés en fonction de la distance au centre de l'éprouvette dans la direction longitudinale pour deux longueurs différentes (cf. Figure A1.5). Ces mesures ont été faites en moyennant plusieurs valeurs obtenues à la même position longitudinale, mais à différentes positions transversales. La zone centrale des profils provient des cartographies réalisées précédemment (cf. Figure A1.4).

On peut observer que la conductivité électrique est maximale au centre pour les deux dimensions d'éprouvette, avec un plateau en zone centrale un peu moins étendu pour l'éprouvette de longueur 120mm. La conductivité électrique est plus importante pour une longueur de 150 mm, car le refroidissement étant libre, cette éprouvette a refroidi plus lentement que l'éprouvette de 120 mm. De ce fait, l'éprouvette de 150 mm a donc séjourné plus longtemps à haute température, ce qui favorise la précipitation et la coalescence des phases de type S [Genevois 2004], [Legrand 2015]. Dans le cas des mesures de dureté, l'adoucissement est localisé au centre de l'éprouvette avec une dureté quasi constante entre -9 et +9 mm pour les deux longueurs. La longueur de 150 mm présente une dureté légèrement plus basse qui doit provenir là encore d'une durée d'exposition plus longue à haute température. La longueur de 120 mm avec une largeur de 25 mm semble être idéale puisque cette dimension est homogène microstructuralement et thermiquement dans la zone d'intérêt et que sa vitesse de refroidissement naturelle est la plus élevée du plan d'expérience effectué.

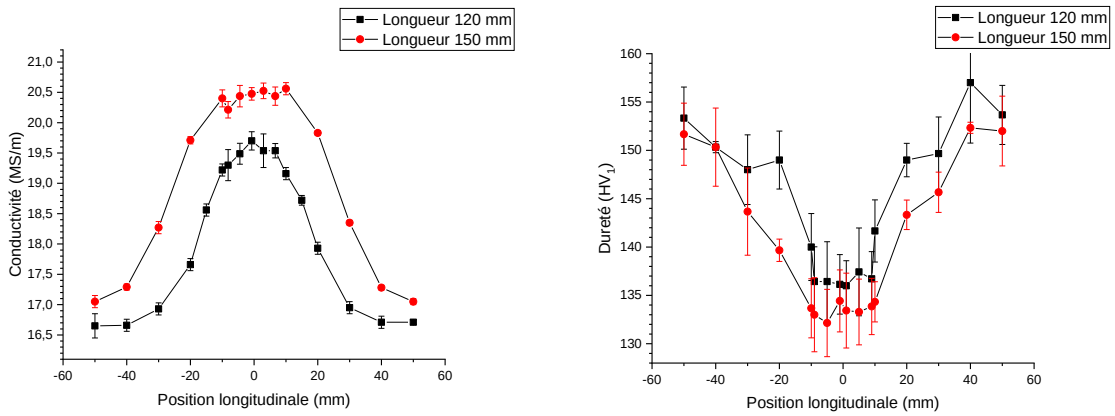


Figure A1.5 : Profils de conductivité électrique et de dureté en fonction de la position dans des éprouvettes de longueur 120 mm et 150 mm et de largeur 30 mm ($V_{chauffe}$=110 °C/s T_{max}=350 °C)

Annexe 2 : Comparaison des essais de résistivité électrique dans un four et en machine Gleeble

Un essai de résistivité électrique en machine Gleeble est présenté à la Figure A2.1. Lorsque la température commence à augmenter, on observe une forte baisse de la résistivité électrique. Ceci provient de l'augmentation du courant électrique traversant le matériau, avant ce point la valeur du courant est nulle et donc la mesure de résistivité électrique n'a pas de sens physique. Pendant le chauffage, la résistivité électrique augmente jusqu'à atteindre le pic de résistivité électrique quand le palier de température commence. Pendant le maintien on observe une baisse de la résistivité électrique provenant très certainement de la précipitation de la phase S.

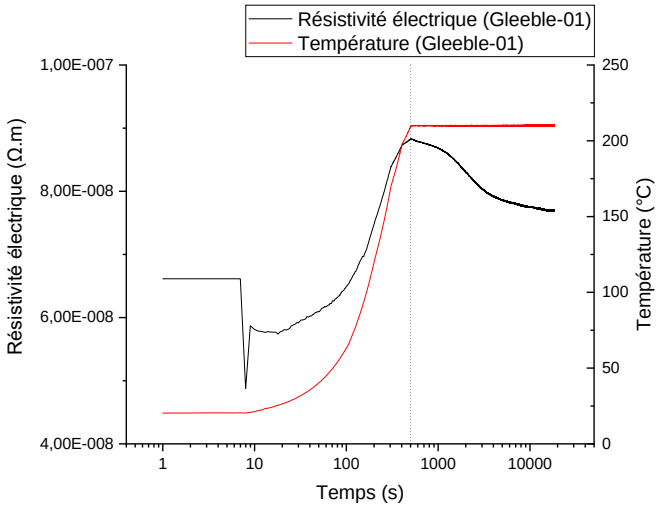


Figure A2.1 : Évolution de la résistivité électrique en fonction de la durée du traitement thermique à 210 °C (échelle log)

Les résultats des essais en Gleeble et sur four conventionnel sont comparés à la Figure A2.2. Les deux cycles en température dans la Gleeble et en mesure de résistivité 4 points dans le four conventionnel sont très proches. On peut ainsi constater que pour les deux essais, la résistivité électrique augmente au début du cycle thermique dû à l'augmentation de la température du matériau. Lorsque la température est maintenue constante (c.-à-d. au-delà de 500 secondes), on observe pour les deux cas une diminution de la résistivité électrique. La forme de la cinétique de transformation semble très proche pour les deux cas présentés. Une différence est tout de même notable concernant les amplitudes des signaux. Les deux essais commencent à une valeur assez similaire, mais la valeur mesurée en Gleeble augmente bien plus pendant le chauffage (augmentation d'environ $3{,}06*10^{-8}$ Ω.m contre $1.73*10^{-8}$ Ω.m en résistivité électrique 4 points dans un four). La diminution de résistivité électrique lors de la précipitation de la phase S semble également légèrement plus forte en Gleeble (environ $1{,}1*10^{-8}$ Ω.m) par rapport à la résistivité 4 points dans un four (environ $0{,}9*10^{-8}$ Ω.m). La méconnaissance de la méthode réelle de calcul de la résistance de l'éprouvette par la machine Gleeble rend difficile la comparaison des valeurs de résistivité électrique mesurées par les deux méthodes. C'est pourquoi la comparaison porte par la suite sur les résistivités électriques normalisées.

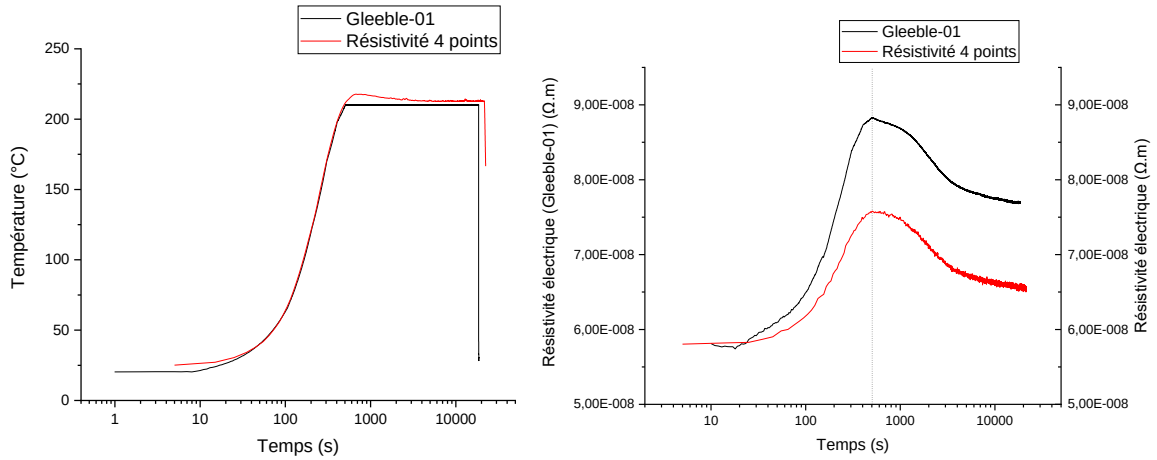


Figure A2.2 : Comparaison de l'évolution de la température et de la résistivité électrique en Gleeble et en résistivité 4 points (four conventionnel) lors d'un traitement thermique à 210 °C

L'évolution de résistivité électrique normalisée est ensuite tracée à la Figure A2.3 en prenant comme 0 la valeur maximale de résistivité électrique et comme 1 la valeur minimale de résistivité électrique. Nous observons alors que les deux cinétiques sont complètement superposées ce qui valide l'utilisation de la machine Gleeble pour caractériser les cinétiques d'évolution de l'état de précipitation.

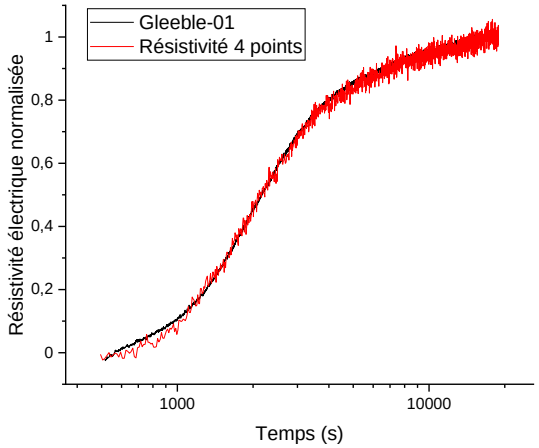


Figure A2.3 : Comparaison de l'évolution de la résistivité électrique normalisée en Gleeble et en résistivité 4 points lors d'un traitement thermique à 210 °C

Annexe 3 : Résistivité électrique du joint soudé FSW

La comparaison entre la fraction relative de phase T_1 calculée suite aux essais de résistivité électrique pris transversalement au joint soudé et les données de [Malard 2015] pour le joint soudé à mi-hauteur est présenté à la Figure A3.1. Les deux jeux de données sont particulièrement proches pour des distances de 16,5 et 13,5 mm correspondant à un comportement proche de l'état T34. Pour le reste une légère différence peut être observée entre les essais TOPMID (hauteur de 9,3 mm) et les essais BOTMID (hauteur de 5,6 mm) avec une valeur finale légèrement plus haute pour les essais TOPMID. Les mesures effectuées dans cette zone du noyau soudé sont globalement proches des données de [Malard 2015] excepté pour la distance de 10,5 mm. A cette distance, on se trouve proche de la limite du noyau soudé ce qui pourrait impacter les mesures de résistivité électrique qui sont réalisées sur une zone de 1,5 mm autour de ce point central.

Les résultats des essais pour la condition de soudage numéro 2 sont également présentés ci-dessous. Comme pour le cas de la condition de soudage numéro 1, une légère différence peut être observée entre les données TOPMID et les données BOTMID dès 10,5 mm tout comme pour la condition de soudage numéro 1. De plus, l'asymétrie semble bien plus marquée pour cette condition de soudage notamment à 13,5 mm et 4,5 mm du centre de la soudure.

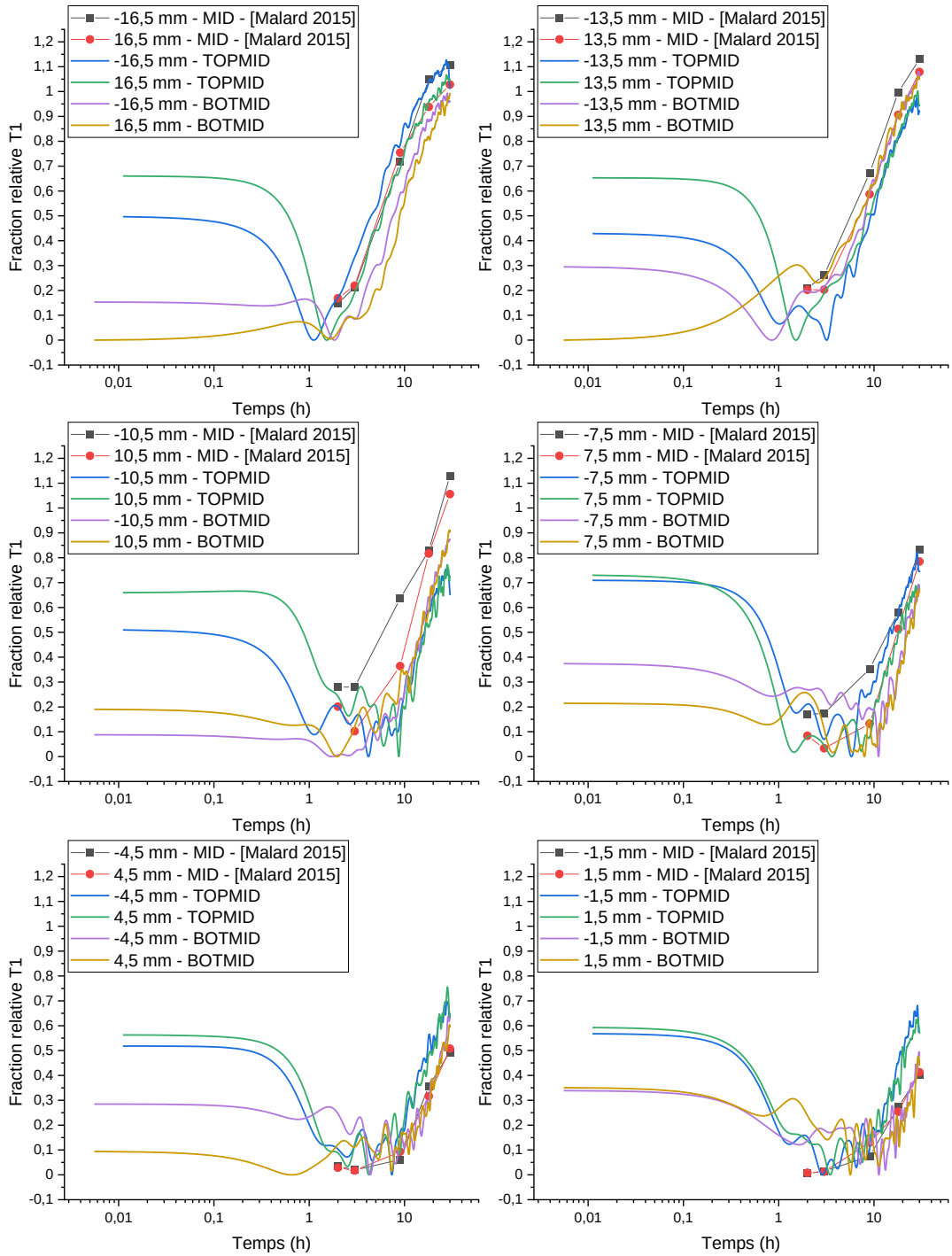


Figure A3.1 : Comparaison entre les fractions relatives calculées et les fractions volumiques mesurées par [Malard 2015] à différentes positions dans le joint soudé pendant le traitement thermique à 155 °C

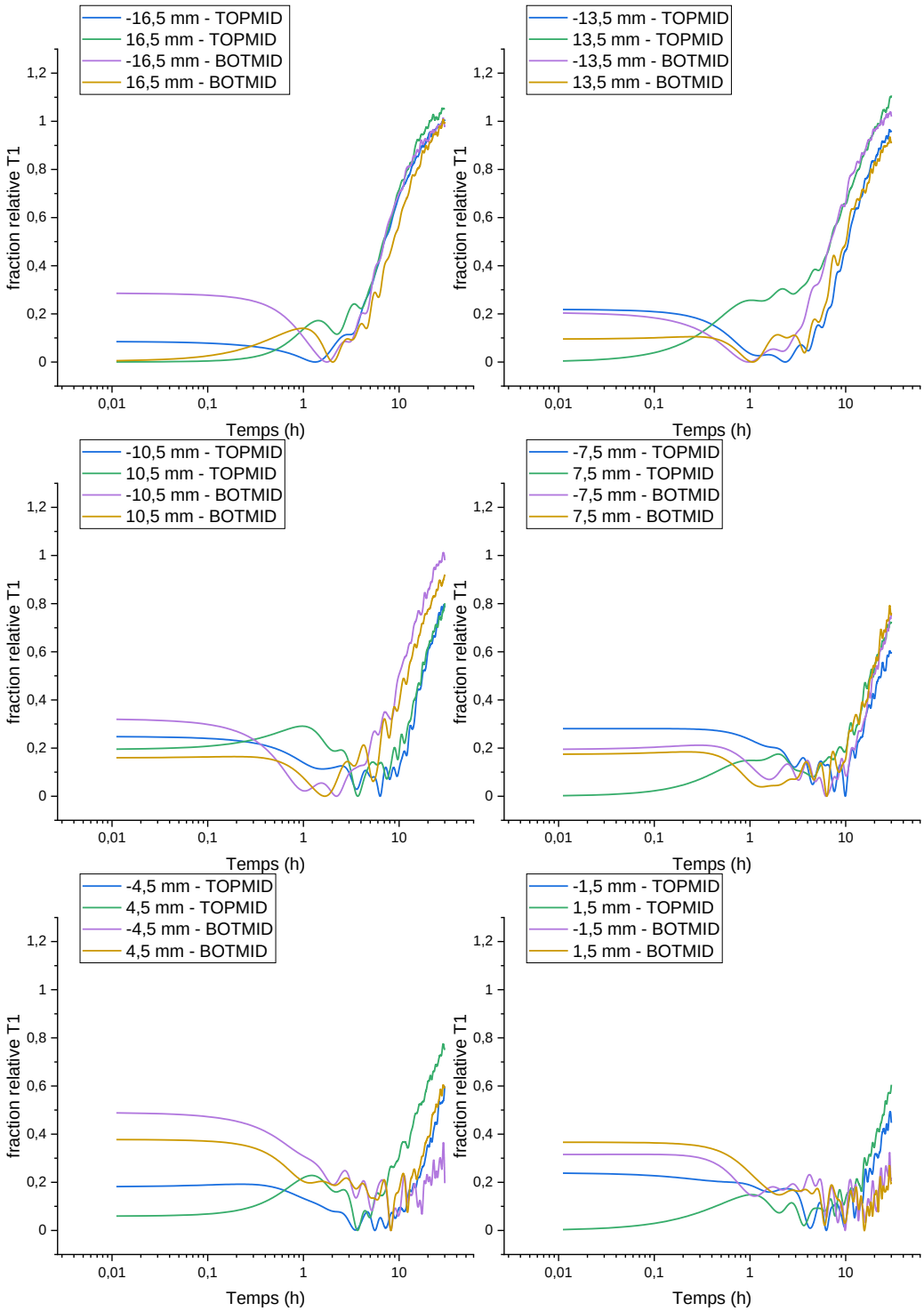


Figure A3.2 : Evolution de la fraction relative de phase T_1 calculée pendant le traitement thermique pour différentes positions dans le joint soudé de la condition de soudage numéro 2

Annexe 4 : Essais de sensibilité du modèle utilisé pour l'alliage 2050 lors du soudage FSW

Des essais de sensibilité sur les paramètres imposés pour simuler la dureté après soudage FSW ont été effectués. Pour cela, les résultats obtenus par [Malard 2015] seront comparés aux résultats du modèle. Les paramètres de rayon normalisé des clusters et de fraction normalisée de précipité peu durcissants prendront une valeur égale à 90 % de celles décrites dans le chapitre 4 dans le noyau. Pour la densité de dislocations normalisée, la valeur dans le noyau a été augmentée de 10 %.

Le premier essai concerne la diminution du rayon normalisé des clusters dans le noyau d'une valeur de 10 %. Cette modification ne change quasiment pas la cinétique de précipitation de la phase T_1 comme nous pouvons le constater à la Figure A4.1 b) avec seulement un léger décalage au temps court. Ceci était attendu puisque la réversion des clusters est terminée après une à deux heures de traitement thermique à 155 °C et donc n'aura pas d'influence sur la précipitation de la phase T_1 passé cette durée. De même, la dureté au-delà de deux heures de traitement thermique est identique entre les deux versions du modèle. Ce paramètre n'influence donc que la dureté initiale simulée avec une diminution de celle-ci d'environ 5 HV dans notre cas.

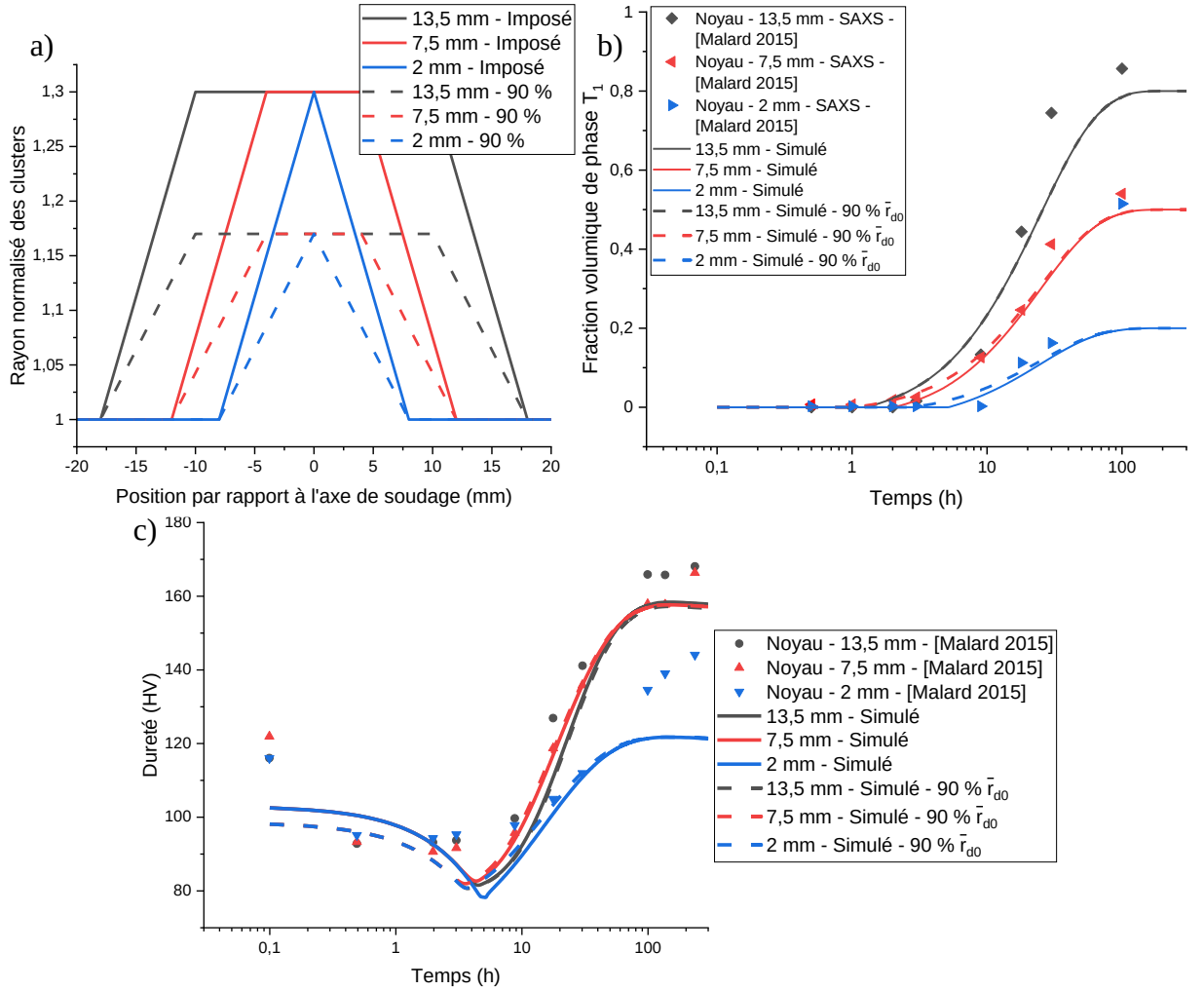


Figure A4.1 : a) comparaison entre les rayons normalisés des clusters imposés au chapitre 4 et imposés dans cet essai, b) Évolution de la fraction volumique de phase T_1 simulée par le modèle présenté au chapitre 4 et en utilisant les paramètres modifiés et comparaison aux données de [Malard 2015], c) Évolution de la dureté simulée par le modèle présenté au chapitre 4 et en utilisant les paramètres modifiés et comparaison aux données de [Malard 2015]

La densité de dislocations normalisée a quant à elle été augmentée de 10 % dans le noyau soudé dans ce second test. Nous pouvons observer à la Figure A4.2 b) que l'influence de cette augmentation sur la cinétique de précipitation est très faible. Ainsi, l'évolution de dureté lors de la précipitation de la phase T_1 présente une cinétique très similaire entre les deux versions du modèle. Toutefois, l'augmentation de la densité de dislocations normalisée entraîne une augmentation de la dureté d'environ 8 HV quelle que soit la position dans le noyau et la durée du traitement thermique.

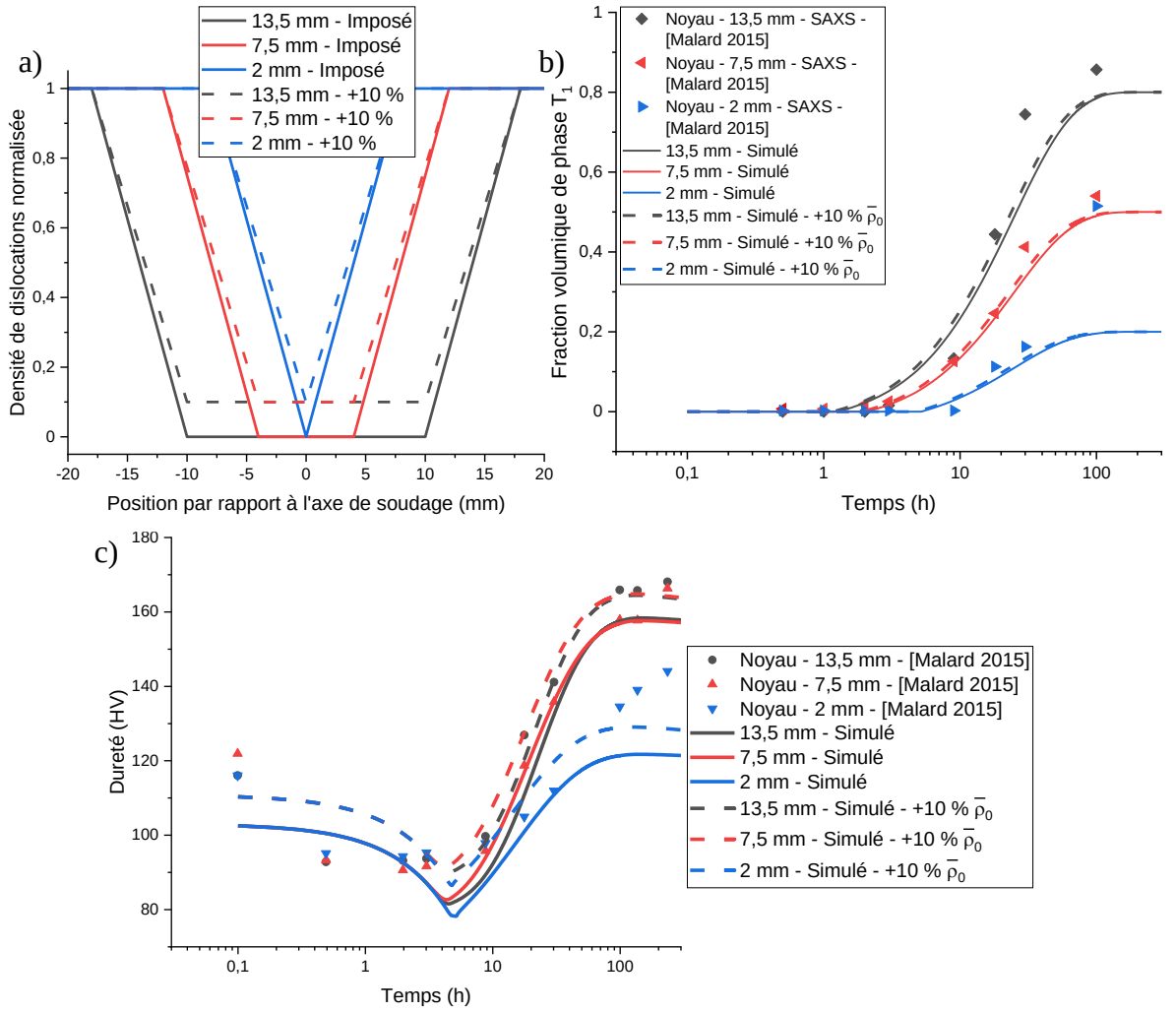


Figure A4.2 : a) comparaison entre la densité de dislocations normalisée imposée au chapitre 4 et imposés dans cet essai, b) Évolution de la fraction volumique de phase T_1 simulée par le modèle présenté au chapitre 4 et en utilisant les paramètres modifiés et comparaison aux données de [Malard 2015], c) Évolution de la dureté simulée par le modèle présenté au chapitre 4 et en utilisant les paramètres modifiés et comparaison aux données de [Malard 2015]

Pour terminer, la quantité maximale de phases peu durcissantes formée lors du traitement thermique a été diminuée de 10 % dans le noyau soudé. Cette diminution de la quantité maximale de phases durcissantes n'influe que peu sur la cinétique de précipitation de la phase T_1, mais influe sur la quantité maximale de phases T_1. Ainsi, pour une diminution de $\bar{f}_{tm}$, la fraction volumique de précipités T_1 va augmenter d'une valeur similaire. Ceci explique la faible variation observée pour le cas du haut du joint soudé et la forte variation pour le bas du joint soudé entre le modèle établi au chapitre 4 et la simulation effectuée ici. Les évolutions de dureté simulées s'avèrent très proches pour la ligne du milieu et la ligne du haut du joint soudé. Pour

la ligne du bas du joint soudé, le début de l'évolution de dureté est très similaire, mais la dureté atteinte au bout de 30 heures est plus importante d'environ 13 HV.

Nous avons pu observer ici que le rayon des clusters influe uniquement sur la dureté au début du traitement thermique et qu'une variation de 10 % de la densité de dislocations n'entraîne pas de différence notable concernant la cinétique de précipitation de la phase T_1. Toutefois, la variation de ce paramètre entraîne un durcissement général du matériau à ne pas négliger. Enfin, la fraction normalisée de phase peu durcissante présente une influence notable sur la quantité de phases T_1 à la fin du traitement thermique. Ceci peut engendrer dans certains cas, comme pour le bas du joint soudé, de fortes variations dans la dureté simulée à la fin du traitement thermique.

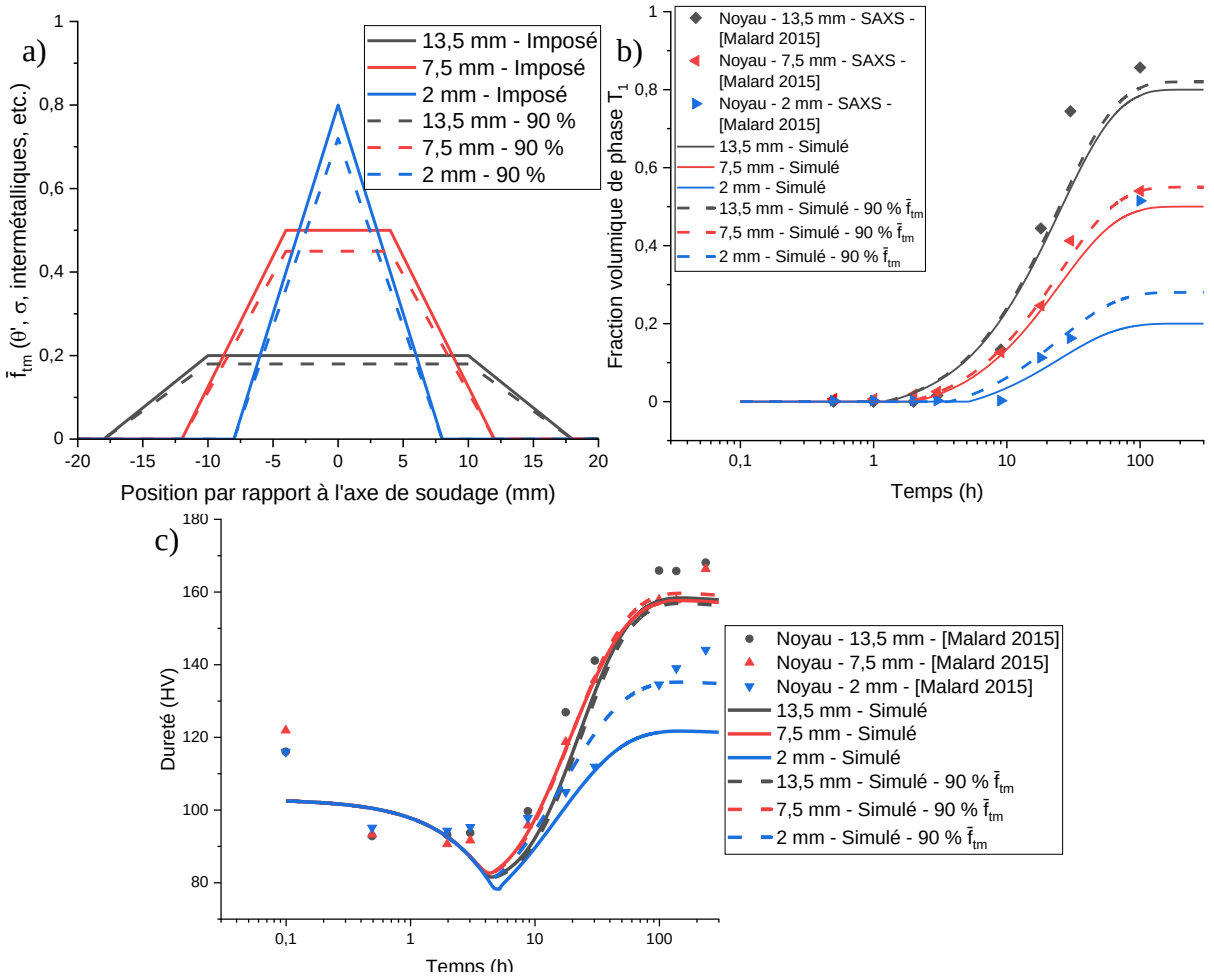


Figure A4.3 : a) comparaison entre la fraction de précipité peu durcissant imposés au chapitre 4 et imposée dans cet essai, b) Évolution de la fraction volumique de phase T_1 simulée par le modèle présenté au chapitre 4 et en utilisant les paramètres modifiés et comparaison aux données de [Malard 2015], c) Évolution de la dureté simulée par le modèle présenté au chapitre 4 et en utilisant les paramètres modifiés et comparaison aux données de [Malard 2015]

Titre : Prise en compte des évolutions de la précipitation dans la modélisation de la dureté après soudage FSW d'alliages d'aluminium à durcissement structural de la série 2000, pour des applications aéronautiques

Mots clés : Soudage par Friction-Malaxage (FSW), alliage 2024, alliage 2050, Modélisation, Précipitation, Dureté, Résistivité électrique

Le soudage par friction malaxage est un procédé permettant l'assemblage d'alliages d'aluminium de la série 2000 très utilisés dans le domaine aéronautique. Sa généralisation permettrait à terme de remplacer le rivetage avec un intérêt économique non négligeable. Les outils de simulation numérique, permettant une meilleure maîtrise du procédé, sont capables de décrire l'histoire thermo-mécanique dans le matériau. Cependant, pour prédire la tenue mécanique du joint soudé de ce type d'alliages, la modélisation doit nécessairement prendre en compte les évolutions de l'état de précipitation avec des temps de calcul raisonnables. Ces travaux se sont donc concentrés sur cette étape de la simulation avec pour objectif la prédiction de la dureté dans le joint. Des essais de soudage instrumentés en microthermocouples ont été réalisés et ont permis la validation des champs de températures simulés avec le code ESI Sysweld. La simulation de la précipitation est effectuée à l'aide de deux types de modèles. Une extension du modèle semi-analytique de Myhr et Grong est proposée pour prédire la dureté après soudage pour l'alliage 2024-T3. Un modèle à variables internes est utilisé pour simuler la dureté après un traitement thermique post-soudage de l'alliage 2050-T34. Des données issues de la littérature et d'essais complémentaires de traitement thermique en machine Gleeble et de résistivité électrique ont été utilisées pour étalonner les modèles. Les résultats obtenus sont discutés et comparés aux mesures expérimentales. Les travaux ont bénéficié d'une Bourse de thèse conjointe Université de Bretagne Sud - Université de Bretagne Occidentale et d'un soutien financier de Dassault Aviation.

Title : Consideration of the evolutions of precipitation in the modelling of hardness after FSW of 2xxx series heat-treatable aluminium alloys for aeronautical applications

Keywords : Friction Stir Welding (FSW), AA 2024, AA 2050, Simulation, Precipitation, Hardness, Electrical resistivity

Friction stir welding is a process used to assemble 2000 series aluminium alloys often used in aircraft industry. This process could lead to the replacement of the riveting technology allowing a significant economic gain. Numerical simulations, which allow better control of the process, can describe the thermomechanical history in the material. However, in order to predict the mechanical properties of the weld joint of heat treatable alloys, the simulation must take into account the evolution of the precipitation with reasonable computing time. This work was focused on this stage of the simulation with the purpose of predicting the hardness of the weld joint. Welding experiments instrumented with microthermocouples has been achieved in order to validate the thermal field simulated with the ESI Sysweld software. The simulation of the precipitation is performed with two different models. An extension of the semi-analytical model of Myhr & Grong is proposed to predict the hardness after welding of AA 2024-T3. A model based on an internal microstructural variable approach is used to simulate the hardness after post-welding heat treatment of AA 2050-T34. Data from the literature, specific heat treatments in a Gleeble machine and electrical resistivity measurements have been used to calibrate the models. The results achieved are discussed and compared to experimental measurements. This work has benefited from a PhD grant from Université de Bretagne Sud and Université de Bretagne Occidentale as well as a financial support from Dassault Aviation.