

THÈSE

Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique

Présentée devant

l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

pour obtenir

le GRADE DE DOCTEUR

École doctorale :

Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique

Spécialité :

MÉCANIQUE - GÉNIE MÉCANIQUE - GÉNIE CIVIL

par

Didier BARDEL

Thèse soutenue le 28 mai 2014 devant la Commission d'examen

Jury

A. DESCHAMPS	Professeur, INP Grenoble/IUF	Président
J.M. DREZET	Professeur, EPFLausanne	Rapporteur
A. SIMAR	Chargée de cours HDR, UCLouvain	Rapporteur
P. PILVIN	Professeur, UNIV-UBS	Examineur
J. GARNIER	Ingénieur de recherche, CEA Saclay	Examineur
F. BOURLIER	Ingénieur, AREVA NP Lyon	Examineur
D. NÉLIAS	Professeur, INSA Lyon	Directeur de thèse
M. PEREZ	Professeur, INSA Lyon	Directeur de thèse

LaMCoS - UMR CNRS 5259 - INSA de Lyon
20, avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex (FRANCE)
MATEIS - UMR CNRS 5510 - INSA de Lyon
25, avenue Capelle, 69621 Villeurbanne Cedex (FRANCE)

INSA Direction de la Recherche - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2011-2015

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Insa : R. GOURDON	M. Jean Marc LANCELIN Université de Lyon – Collège Doctoral Bât ESCPE 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 13 95 directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Secrétariat : M.C. HAVGOUDOUKIAN eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 65 55 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Insa : H. CHARLES	Mme Gudrun BORNETTE CNRS UMR 5023 LEHNA Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Forel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 06.07.53.89.13 e2m2@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE http://www.ediss-lyon.fr Sec : Samia VUILLERMOZ Insa : M. LAGARDE	M. Didier REVEL Hôpital Louis Pradel Bâtiment Central 28 Avenue Doyen Lépine 69677 BRON Tél : 04.72.68.49.09 Fax : 04 72 68 49 16 Didier.revel@creatis.uni-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES http://infomaths.univ-lyon1.fr Sec : Renée EL MELHEM	Mme Sylvie CALABRETTO Université Claude Bernard Lyon 1 INFOMATHS Bâtiment Braconnier 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 44.82.94 Fax 04 72 43 16 87 infomaths@univ-lyon1.fr
Matériaux	MATERIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Secrétariat : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry Ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 83 18 Fax 04 72 43 85 28 Jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://mega.ec-lyon.fr Secrétariat : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Saint Exupéry mega@insa-lyon.fr	M. Philippe BOISSE INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 Philippe.boisse@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/ Sec : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS Insa : J.Y. TOUSSAINT	M. OBADIA Lionel Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.77.23.86 Fax : 04.37.28.04.48 Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Remerciements

Cette thèse a été réalisée aux laboratoires LaMCoS et MATEIS de l'INSA de Lyon, j'aimerais donc remercier leurs directeurs respectifs : Alain Combescure (puis David Dureisseix) et Joël Courbon (puis Jérôme Chevalier) pour m'avoir accueilli dans leur laboratoire. J'aimerais également remercier la société AREVA et le CEA qui ont financé ces travaux et m'ont permis de bénéficier d'excellentes conditions de travail et d'une liberté très appréciable dans mes travaux. J'aimerais associer à ces remerciements tout le personnel administratif et technique de ces institutions pour leur aide et particulièrement Isabelle Comby, secrétaire de l'équipe MSE du LaMCoS, pour son indéfectible efficacité et sa gentillesse.

Je voudrais remercier les membres du Jury pour avoir accordé de leur temps à la lecture, à la critique et à l'amélioration de mon travail. Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Alexis Deschamps pour l'honneur qu'il m'a fait de présider mon jury, ainsi qu'à Jean-Marie Drezet et Aude Simar d'avoir accepté de rapporter ce travail et pour avoir apposé leurs regards d'experts sur mes travaux. Je tiens aussi à remercier Jérôme Garnier et Florent Bourlier pour avoir examiné ce travail mais aussi pour le suivi, tout en gentillesse, de mon travail lors de ces travaux de thèse.

J'aimerais que mes directeurs de thèse Daniel Nélias et Michel Perez trouvent ici toute ma gratitude pour m'avoir fait confiance en m'attribuant ce travail de recherche et pour m'avoir laissé suffisamment de liberté lors de ces travaux tout en me distillant de précieux conseils. J'aimerais remercier Daniel pour sa disponibilité/réactivité sans faille et ses nombreux conseils qui m'ont permis de toujours avancer efficacement. J'aimerais remercier Michel pour toutes les discussions scientifiques que l'on a pu avoir et pour les réunions « dream team PreciSo ». J'aimerais d'ailleurs associer à ces remerciements Thibaut Chaise, récent maître de conférence au LaMCoS, pour sa participation à ces réunions et pour toute la rigueur qu'il a pu apporter lors de la mise en place de la nouvelle architecture de PreciSo.

Je remercie maintenant le personnel d'AREVA et particulièrement les experts Philippe Gilles et Vincent Robin pour leurs encouragements sans failles et pour leur aide technique. J'aimerais que tous les membres du SRMA du CEA Saclay, dont notamment Vincent Sébastien, trouvent également ma gratitude pour leur accueil lors de mes visites et leurs conseils techniques et scientifiques. J'aimerais également remercier la société ESI Group pour l'intérêt porté à mes travaux et pour l'aide apporté lors du couplage Sysweld-PreciSo avec une mention spéciale pour Mickael Fontaine dont la gentillesse et l'efficacité sont très appréciables.

Je suis aussi reconnaissant envers Nacer Hamzaoui et Michael Di Loreto pour m'avoir donné ma chance en me laissant enseigner en TD d'analyse numérique, une matière que j'apprécie particulièrement. J'aimerais aussi remercier les collègues de

cette équipe pédagogique dont Naïm Naouar pour ses discussions et son amitié et Fabrice Morestin qui m'a permis d'utiliser gracieusement le logiciel Icasoft pour ma recherche. Je garderais aussi un fort souvenir de Tarek Mabrouki qui m'a permis de suivre et de m'initier à ses travaux sur l'usinage mais aussi pour son amitié, quelle tristesse de te voir partir de l'INSA.

Je voudrais ajouter dans ces remerciements, en vrac, toutes les personnes qui ont pu m'aider techniquement : Philippe Chaudet du LaMCoS pour son aide très précieuse lors de la mise en place des essais cycliques et pour le soudage instrumenté (auxquels je n'oublie pas d'associer Pan-Cheng Shao) ; Thilo Pirling de l'ILL pour la diffraction des neutrons ; Véronique Massardier et Damien Fabrègue de MATEIS pour les images MET et les mesures de dureté ; les membres de l'IUT du Creusot pour leur accueil et ceux du CEREP pour l'usinage de mes divers échantillons.

A titre un peu plus personnel, j'aimerais dire un grand merci à plusieurs professeurs que j'ai eu pendant ma jeunesse et particulièrement F. Soulas un professeur de mécanique, aussi passionné de physique (et souvent hors programme...), qui m'ont aidé à m'extirper des méandres profonds de l'orientation scolaire. Un petit clin d'oeil aussi à mes professeurs "d'école d'ingé." qui m'ont parfois consciemment (ou pas) aiguillés vers la recherche.

Faire ou non une liste pour remercier les collègues thésards, post-doc ou stagiaires des laboratoires LaMCoS et MATEIS ? Oui ! Au moins car la moindre évocation de leur prénom me permet déjà d'avoir de bons souvenirs et le sourire aux lèvres ! Je pense aux collègues de bureau du LaMCoS (en vrac) : "aux crapules" Clément (le marathonien) et Jérém (dit titi) et leur constante bonne humeur, maman Jing et son extrême gentillesse, "la mafia togolaise" qui m'a fait bien rire : Mandikizinoyou (merci encore pour ton aide pour la paperasse de thèse !), Espoir (mon psychologue) et Pipo (le chanteur), Lv (le faux calme), Jérôme et Naïm pour vos discussions sur pleins de sujet très (très !) variés, "Jerrrrrbi" que j'ai beaucoup embêté, Coco le philosophe ;), les jeunes du bureau Damien et Paul que je n'ai eu le temps de rendre fou, Rob la canaille et ses supers discussions EF (qui veut que je me mette au régime en m'achetant un t-shirt de running !), "les pères" Alex, Cédric et Gotgot ainsi que "la mère" Caro, Zain et les discussions soudage (en français de haute qualité !), Samy, Nacer, les Alexandre, Louis, Yannick qui croit que je n'ai plus rien à prouver car j'ai survécu à la ville de St-Etienne :), Guillaume, Lan, Nicolas, Pierre, Yancheng, Ismael, Aline, Eduardo, Muhibullah, Bhavesh, Sylvain, Bilel, Lucas, Jean-Guillaume, Daniel, Laurent, Wenfeng, Guillaume, Romain, Jikai, Pan-Cheng, Paul n°2, Celia, Mayssa... et tout ceux que j'ai pu oublier (et qui j'espère m'excuseront).

Je n'oublie pas les autres collègues du labo MATEIS que j'ai moins eu l'occasion d'embêter mais dont certains ont été irradié à forte dose par mes folies passagères, je pense notamment à mes conseillers "échantillons/microscopie" Xav qui fait exploser son taux de cholestérol avec les roudor (merci encore pour le MEB !) et "la Caro"

qui semble ne pas le ralentir dans sa frénésie de gateaux pur beurre, Joël (qui a cru que j'allais faire exploser la MTS pendant que ses manips tournaient comme des horloges), Razzak, Vincent et les nombreuses personnes que j'oublie et qui j'espère m'excuseront également.

Je fais aussi un petit clin d'oeil aux nouveaux collègues qui m'ont accueilli en Belgique pour un post-doc et Sylvain Dancette qui, en plus d'avoir passé pas mal de temps à discuter avec moi en fin de thèse, m'a aiguillé vers ces gentilles (et très compétentes) personnes. Une petit clin d'oeil également à Marie-Christine Baiuto et Michelle Seignol pour m'avoir facilité certaines démarches lors du démarrage anticipé de ce post-doc.

Pendant ces trois ans, il y a eu un soutien indéfectible : ma famille, belle famille et mes amis. Un grand merci à mes parents pour m'avoir toujours soutenu et encouragé, je n'en serais pas là où j'en suis aujourd'hui sans vous et votre aide ! Je remercie aussi ma petite soeur, mon professeur de français particulier, pour son aide lors de la correction du manuscrit. Puis je remercie mon épouse, ce grand rayon de soleil, pour tout son soutien et pour arriver à accomplir un véritable tour de force en me supportant au quotidien (et plus particulièrement durant cette thèse).

Résumé

Pour fabriquer le caisson-coeur du futur réacteur expérimental Jules Horowitz (RJH), un assemblage de viroles est effectué à l'aide d'un procédé haute énergie : le soudage par faisceau d'électrons (FE). L'aluminium 6061-T6 qui a été choisi pour la fabrication de ces viroles est un alliage à durcissement structural, ce qui signifie que ses propriétés mécaniques sont très fortement dépendantes de son état de précipitation. Lors du soudage des viroles, l'état microstructural du matériau est affecté : on assiste notamment à une dégradation de l'état fin de précipitation (T6). Les conséquences de cette dégradation microstructurale sont diverses. Notamment, l'évolution de l'état de précipitation au cours du soudage engendre une variation du comportement mécanique et impactera donc la distribution des contraintes résiduelles. De plus, les propriétés mécaniques en service à proximité du joint soudé seront grandement modifiées, on assiste par exemple à une chute de la limite d'élasticité.

Dans ce travail, des essais cycliques ont été effectués après des chargements thermiques représentatifs d'une opération de soudage mais aussi pendant des essais isothermes. L'analyse de ces résultats et la confrontation à des mesures de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) et de Microscopie Electronique en Transmission (MET) permettent de comprendre les effets de la précipitation sur la loi de comportement de l'alliage.

Afin de prédire les évolutions microstructurales et mécaniques dans l'alliage 6061, un logiciel de précipitation a été implémenté et couplé à un modèle élastoplastique à base physique. Les résultats obtenus permettent de représenter la grande variété de comportement observé lors de la campagne expérimentale. Un couplage entre simulation éléments finis thermique et précipitation a été effectué et permet d'ouvrir des perspectives de simulations plus physiques pour ce type d'alliage.

Mots clés: 6061-T6, loi de comportement, simulation multi-physique, essais cycliques, soudage instrumenté, neutronique

Table des matières

Table des matières	i
Introduction	1
1 Soudage de l'AA6061-T6 : campagne expérimentale	9
1.1 Généralités sur l'AA6061	11
1.1.1 L'alliage 6061 : un alliage à durcissement structural	11
1.1.2 Propriétés et comportement de l'AA6061	20
1.1.3 Phénomènes intervenants lors du soudage	23
1.2 Soudage FE instrumenté et analyse du cordon	26
1.2.1 Moyens expérimentaux	26
1.2.2 Préparation des essais	27
1.2.3 Résultats thermiques	29
1.2.4 Analyse du cordon	30
1.2.5 Mesures de dureté	34
1.3 Estimation des contraintes résiduelles	37
1.3.1 Origines des déformations et contraintes résiduelles	37
1.3.2 Mesures de déformations résiduelles par diffraction de neutrons	38
1.3.3 Mesures de déformations et estimation des contraintes résiduelles	44
1.4 Synthèse	49
2 Simulation du soudage et prévision de l'état microstructural	51
2.1 Modélisation et simulation numérique du soudage	53
2.1.1 Introduction	53
2.1.2 Modélisation thermique utilisée et résultats	54
2.1.3 Limitation des simulations actuelles	61
2.2 Etat de la précipitation post-soudage	68
2.2.1 Données à disposition	68
2.2.2 Procédure d'ajustement et résultats de DNPA	69
2.3 Modélisation de l'état de précipitation	75
2.3.1 Modélisation retenue	75
2.3.2 Le logiciel PreciSo et la précipitation de bâtonnets	76
2.3.3 Calibration et résultats	83

2.3.4	Couplages précipitation-diffusion chimique par Volumes Finis	86
2.4	Synthèse	92
3	Rhéologie du matériau d'étude	93
3.1	Etat de l'art	95
3.1.1	Phénomènes mis en jeu	95
3.1.2	Comportement à l'ambiante	96
3.1.3	Comportement en température	100
3.2	Déroulement des essais	102
3.2.1	Méthodologie adoptée	102
3.2.2	Mise en place des essais	105
3.3	Résultats	113
3.3.1	Traitements transitoires et microstructures associées	113
3.3.2	Comportement mécanique après transitoires thermiques	117
3.3.3	Comportement mécanique à chaud	129
3.4	Synthèse	134
4	Loi de comportement dépendante de la microstructure	137
4.1	Cadre de travail	139
4.1.1	Introduction et objectifs du chapitre	139
4.1.2	Echelle macroscopique	139
4.1.3	Echelle microscopique	142
4.2	Approche élasto-plastique semi-phénoménologique	149
4.2.1	Modélisation de la limite d'élasticité	149
4.2.2	Résultats et application à la dureté du joint soudé	155
4.2.3	Traction sur joint soudé : corrélation d'image et simulation	160
4.3	Modélisation physique du comportement cyclique	165
4.3.1	Limite d'élasticité	165
4.3.2	Effet des grains sur l'écoulement plastique et son application	167
4.3.3	Influence de la précipitation	173
4.3.4	Application et résultats	180
4.4	Synthèse	191
	Conclusions et perspectives	193
	Annexe du chapitre 1	197
	Annexe du chapitre 2	213
	Annexe du chapitre 3	221
	Annexe du chapitre 4	235
	Bibliographie	249

Introduction

Le réacteur RJH

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'inscrit dans le cadre du projet de développement du futur réacteur expérimental RJH (Réacteur Jules Horowitz, *cf.* figure 1) qui sera construit au commissariat à l'énergie atomique (CEA) de Cadarache. La construction de tels réacteurs de recherche est primordiale afin de pouvoir apporter des innovations en termes de matériaux de structure ou de combustible pour les prochaines générations de centrales nucléaires ; ils permettent notamment d'étudier le vieillissement de matériaux soumis à des flux neutroniques. Or, en Europe, les réacteurs de recherche nécessaires à ce type d'études (comme l'actuel Osiris du CEA Saclay), datent des années 60 et la plupart d'entre eux seront mis à l'arrêt à partir de la prochaine décennie. Le réacteur RJH sera chargé de prendre la relève d'OSIRIS en 2019, mais permettra aussi, par ses performances et sa polyvalence, de maintenir et développer une capacité d'expertise au niveau européen. RJH constituera un outil d'expérimentation unique à la disposition de l'industrie nucléaire, des instituts de recherche, des autorités de sûreté.

Il permettra d'obtenir un flux de neutrons rapides qui servira à étudier la résistance des matériaux de structure (avec une vitesse de vieillissement huit fois supérieure aux réacteurs actuels) ; ou un flux de neutrons ralentis dits thermiques pour étudier le comportement des combustibles (même en conditions accidentelles). Ce réacteur constituera également un site de production important pour deux applications : la médecine nucléaire en fournissant des radioéléments à vie courte (qui nécessitent une production permanente, 25 à 50% de la production européenne sera couverte), et l'industrie non nucléaire en fournissant du silicium haute performance pour les systèmes électroniques tels que ceux des voitures hybrides.

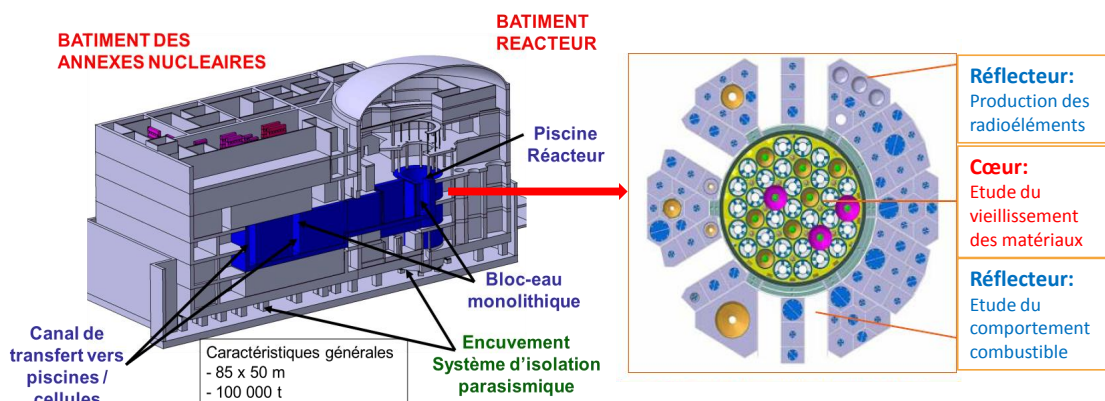


FIGURE 1 – Vue isométrique du R.J.H. et vue de dessus des échantillons entourant le cœur

Le caisson

Ce travail de thèse porte plus particulièrement sur le caisson-cœur de R.J.H. Le caisson (figure 3) est un composant central car il fait partie intégrante du circuit de refroidissement primaire : il permet la circulation de l'eau de refroidissement sous pression autour du cœur du réacteur (qui est placé dans le caisson). Cette pièce est placée entre le combustible (qui émet un flux de neutrons) et des échantillons à irradier qui se trouvent en partie autour du caisson (figure 1). Donc, en plus de la nécessité d'avoir de bonnes propriétés mécaniques, une bonne résistance à la corrosion et un échauffement faible sous rayonnement gamma, cette pièce doit être la plus transparente possible à l'irradiation par neutrons ; d'où le choix d'un alliage aluminium (ici AA6061-T6). Les dimensions de cette pièce sont importantes (une hauteur d'approximativement 5 m pour un diamètre de 72 cm et une épaisseur de 20 mm) et nécessite d'avoir un caisson composé de plusieurs viroles soudées entre elles [BOU 12]. Au cours de leur fabrication, les viroles subissent de nombreuses transformations afin d'avoir les caractéristiques mécaniques et géométriques souhaitées. Les différentes étapes de fabrication des viroles sont résumées dans [MAI 10] :

1. Billette ou lingot coulé : la première étape de fabrication consiste à porter le matériau au dessus de sa température de fusion puis à couler un lingot en AA6061 (alliage Al-Mg-Si) ; ces ébauches se présentent sous forme de billette de section circulaire.

2. Homogénéisation : ce traitement haute température (530°C), est appliqué sur la billette, il présente trois objectifs :

- Réduire les gradients de concentration issus de la coulée en éliminant les micro-ségrégations¹.

1. Hétérogénéités chimiques apparaissant lors de solidification dans des conditions imparfaites.

- Dissoudre les eutectiques² solubles éventuellement présents. Dans le cas du 6061, il s’agit d’intermétalliques³ Mg_2Si . D’autres intermétalliques (par exemple à base de Fe) sont insolubles aux températures pratiquées.
- Faire précipiter ou coalescer les dispersoïdes (Cr et Mn).
- Changer le type et la morphologie de certains intermétalliques ($\beta-Al_5FeSi$) néfastes à la résistance à l’endommagement/rupture [LAS 07].

3. Chutes tête et pied et écroutage : ces opérations sont effectuées sur les extrémités et surfaces des lingots pour s’affranchir des « effets de peaux » tels que les impuretés, les ségrégations, les défauts de coulés, etc.

4. Forgeage à chaud : c’est le procédé de forgeage qui a été retenu afin de mettre en forme les ébauches car il permet un taux de corroyage⁴ important, ce qui a pour conséquence de meilleures propriétés mécaniques. Cette étape permet notamment la refermeture des porosités provenant de la coulée ainsi que le morcèlement des intermétalliques riches en fer [VIN 11].

5. Usinage au profil de traitement thermique : les extrémités de l’ébauche forgée sont enlevées et la pièce est usinée pour obtenir le bon profil : pas trop épais pour la trempe mais avec assez de matière pour obtenir le profil de livraison.

6. Mise en solution : lors de ce traitement, l’alliage 6061 est chauffé à une température de 530°C et est maintenu à cette température pendant un temps suffisant pour permettre aux précipités⁵ de se dissoudre. Les atomes de solutés présents dans les précipités entrent en solution solide⁶ où ils seront retenus en état sursaturé après la trempe. La température utilisée doit être inférieure à la température de solidus (582°C [ALC 02]/587°C [CHA 01]). Ainsi, il n’y a théoriquement plus aucun précipité présent dans le matériau après cette phase de fabrication. Pratiquement, les intermétalliques au fer et les gros précipités de coulée Mg_2Si qui auraient subsistés au traitement d’homogénéisation sont toujours présents après la mise en solution [VIN 11].

7. Trempe : il s’agit d’une opération de refroidissement rapide qui permet de conserver à froid l’état microstructural obtenu à chaud après le traitement de mise en solution. La vitesse de refroidissement doit être assez rapide pour éviter toute précipitation grossière supplémentaire. Si la vitesse de trempe est inférieure à la vitesse critique⁷, des précipités grossiers ne permettant pas le durcissement structural se forment. La vitesse critique visée⁸ pour RJH est comprise entre 6 et 10°C/s selon le type de pièces.

8. Revenu : ce traitement (qui peut être précédé d’une maturation⁹) permet

-
- 2. Agrégats de plusieurs phases solides en équilibre formées simultanément.
 - 3. Composé défini ne comprenant que des atomes métalliques.
 - 4. Rapport entre la section avant et après déformation.
 - 5. Cristal de composition donné dispersé dans le matériau constituant une nouvelle phase.
 - 6. Phase homogène constituée des atomes du métal de base et des éléments d’addition répartis de façon aléatoire dans le réseau cristallin.
 - 7. Vitesse définie ici dans la gamme de température 450-200°C.
 - 8. Selon l’épaisseur de la pièce on peut ne pas atteindre cette vitesse.
 - 9. Chauffage modéré, ou souvent une simple conservation à température ambiante, qui permet

d'obtenir un durcissement structural. La température et la durée du revenu ont une grande influence sur les propriétés mécaniques finales de l'alliage, ici il s'agit d'un traitement de 8 heures à 175°C. Suite à cette étape de fabrication, la virole se trouve à l'état T6 qui est un état optimal car possédant les propriétés mécaniques les plus élevées.

9. Usinage : chaque virole est ensuite usinée afin d'en réduire l'épaisseur. Les traitements thermiques sont effectués sur une épaisseur de l'ordre de 120 mm et l'usinage est effectué jusqu'à obtenir une épaisseur de 40 mm.

10. Soudage : ensuite, les viroles sont assemblées entre elles afin de former le caisson. Cette opération est réalisée sous vide à l'aide d'un procédé haute énergie : le soudage par faisceau d'électrons (FE). Cette étape affectera particulièrement l'état des viroles précédemment obtenues et il s'agit du coeur de ce sujet de thèse.

11. Usinage final : Enfin, une dernière étape est nécessaire afin d'obtenir le caisson dans son état final, sans défaut d'aspect : il s'agit d'un usinage permettant de passer d'une épaisseur de 40 mm à 20 mm en moyenne.

Toutes ces phases de fabrication font intervenir des hautes températures ayant une influence sur l'état microstructural et donc les propriétés mécaniques des viroles (et donc du caisson). L'état de base du matériau est appelé T6, il est le plus durcissant et servira de base à notre étude.

L'étude de ces différentes étapes de fabrication (schématisées en figure 2) a fait l'objet d'un travail post-doctoral de S. Vincent [VIN 11]; de plus, l'étude de la ténacité de l'état T6 a fait l'objet d'une thèse au CEA [SHE 12]. Les travaux présentés dans ce manuscrit seront consacrés à l'opération de soudage et aux conséquences induites par ce procédé en terme d'évolution microstructurale, mécanique et de contraintes résiduelles.

de donner de la mobilité aux atomes afin de former des précipités.

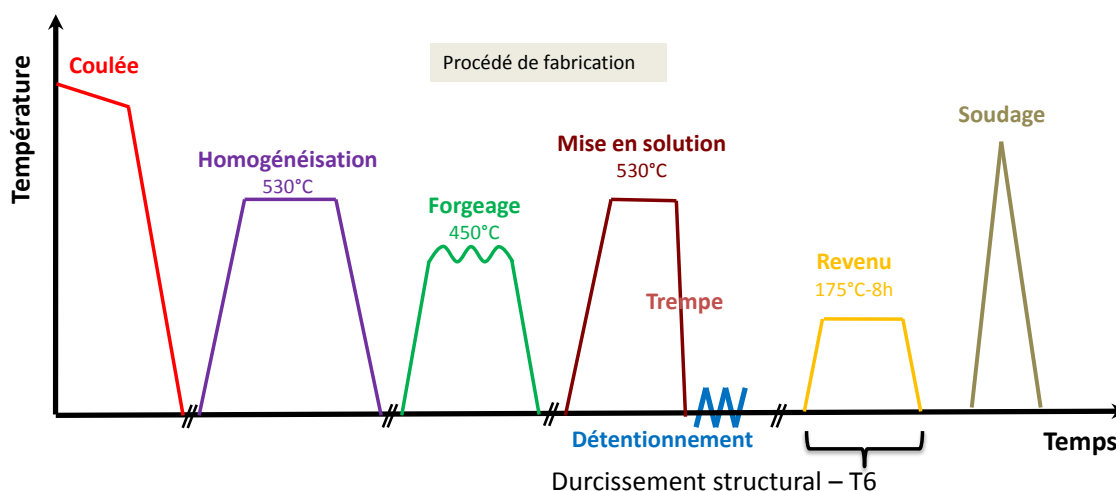


FIGURE 2 – Schématisation de la gamme de fabrication du caisson.

Opération de soudage

Lors de l'étape du soudage, les viroles sont placées dans une enceinte sous vide et sont soudées entre elles par un procédé haute énergie : le soudage FE. En figure 3, une image du caisson et la position des soudures sont présentées. Ce procédé consiste à focaliser un faisceau d'électrons afin que son énergie cinétique soit transformée lors de l'impact en énergie calorifique provoquant ainsi la fusion du matériau. Ce procédé ne nécessite pas, en zone courante de soudage, de matériau d'apport sauf dans la zone d'extinction de la torche [BOU 12].

Le soudage constitue une des dernières étapes de la gamme de fabrication du caisson, son importance est donc capitale. En effet, l'état microstructural du matériau dans la Zone Fondue (ZF) et dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) va dépendre de l'histoire thermique engendrée par ce procédé. Les forts gradients thermiques présents lors de cet assemblage vont également engendrer des contraintes résiduelles potentiellement importantes dans la structure. Ces contraintes doivent être évaluées afin de pouvoir dimensionner au mieux notre installation. De plus, afin d'avoir une meilleure compréhension du comportement mécanique en service, il sera nécessaire d'évaluer également toutes les conséquences microstructurales engendrées par ce procédé haute température.

Le contexte associé au travail présenté dans ce manuscrit est la mise en place d'une démarche de modélisation permettant de prédire de façon fine les contraintes résiduelles engendrées par le soudage FE. Pour atteindre cet objectif, il est tout d'abord nécessaire d'estimer l'évolution microstructurale du matériau et la loi de comportement résultante pour la ZAT (la zone pâteuse étant étudiée dans les travaux de E. Giraud [GIR 10]). Ces modélisations pourront servir de base pour l'étude en

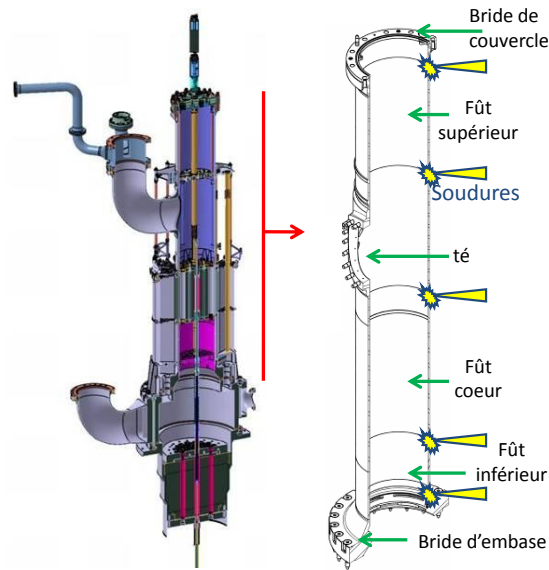


FIGURE 3 – Vue isométrique du caisson et position des soudures (inspiré de [BOU 12]).

service du caisson et un couplage thermo-mécanique permettra de connaître lors de simulations Elements Finis l'état de contraintes résiduelles dans la structure.

Cette thèse se situe dans la continuité des travaux de D. Maisonnette [MAI 10] et une partie des résultats expérimentaux déjà acquis sera retraitée et/ou réutilisée.

Présentation du manuscrit

L'objectif général, énoncé dans le précédent paragraphe, nécessite de connaître et modéliser précisément les phénomènes physiques prépondérants qui interviennent à l'échelle microscopique lors de l'opération de soudage. Ainsi, cette analyse détaillée permettra de remonter, par l'intermédiaire d'un modèle à base physique (dislocations), à une échelle macroscopique utilisable dans des codes de calculs éléments finis. Le modèle ainsi obtenu se vaudra au plus près de la physique du procédé et pourra être utilisé dans la prédiction du comportement post-soudage et pour la simulation de contraintes résiduelles (si les effets de température sont ajoutés au modèle).

Dans ce but, ce manuscrit a été scindé en quatre chapitres :

Le premier a pour objectif de présenter le soudage par faisceau d'électrons ainsi que le durcissement structural. Des essais de soudage instrumentés, des observations du joint soudé ainsi qu'une estimation des contraintes résiduelles ont été effectués afin de disposer d'une base de données expérimentale suffisamment importante pour bien saisir tous les aspects liés au soudage mais aussi pour valider de futurs modèles

éléments finis.

Le second chapitre sera consacré à la présentation du modèle microstructural, les hypothèses effectuées, ainsi que son implémentation. Ce modèle s'appuiera sur les conclusions de l'étude bibliographique qui nous aura servi à identifier les points clés d'une bonne modélisation. Dans cette perspective, les données expérimentales effectuées par Maisonnette et al. [MAI 10, MAI 11] ainsi que nos compléments nécessaires au recalage du modèle seront présentées. Dans un second temps, nous traiterons du couplage avec un code de calcul éléments finis qui a été effectué et nous présenterons les résultats associés.

Après ce second chapitre, nous aborderons la présentation de notre étude expérimentale qui est nécessaire pour connaître le comportement mécanique de notre matériau. Ce chapitre permettra d'apporter toutes les informations nécessaires à la mise en place de notre modèle mécanique. Les essais cycliques effectués permettront d'observer l'influence de la microstructure (et de la température) sur la loi de comportement de notre alliage; ils permettront également de confirmer les études antérieures effectuées par D. Maisonnette ainsi que de quantifier les aspects visqueux nécessaires à la prédiction des contraintes résiduelles.

Enfin, nous aborderons le coeur du sujet dans une dernière partie, qui aura pour objectif de mettre en place un modèle de comportement permettant de simuler les comportements cycliques que nous avons observés lors de l'étude expérimentale. Nous pourrons ainsi achever notre étude en comparant nos résultats numériques à divers essais de validation effectués.

En chaque début de chapitre, une première partie à caractère bibliographique est proposée afin de donner tous les éléments de compréhensions nécessaires.

Chapitre 1

Soudage de l'AA6061-T6 : campagne expérimentale

Dans ce chapitre, une présentation de l'AA6061-T6 et de son comportement lors du soudage est effectuée. Puis, dans les deux sections suivantes, des résultats issus d'une campagne expérimentale sur maquette instrumentée seront présentés : une mesure de champs de température in-situ, une analyse du cordon de soudure et une estimation des contraintes résiduelles.

Sommaire

1.1	Généralités sur l'AA6061	11
1.1.1	L'alliage 6061 : un alliage à durcissement structural	11
1.1.2	Propriétés et comportement de l'AA6061	20
1.1.3	Phénomènes intervenants lors du soudage	23
1.2	Soudage FE instrumenté et analyse du cordon	26
1.2.1	Moyens expérimentaux	26
1.2.2	Préparation des essais	27
1.2.3	Résultats thermiques	29
1.2.4	Analyse du cordon	30
1.2.5	Mesures de dureté	34

1.3	Estimation des contraintes résiduelles	37
1.3.1	Origines des déformations et contraintes résiduelles	37
1.3.2	Mesures de déformations résiduelles par diffraction de neutrons	38
1.3.3	Mesures de déformations et estimation des contraintes résiduelles	44
1.4	Synthèse	49

1.1 Généralités sur l'AA6061

Dans cette section, une revue bibliographique de la précipitation dans les alliages de la série 6xxx (Al-Mg-Si) est proposée. Son but est de décrire de manière fine la métallurgie de ces alliages afin de mieux appréhender leur comportement lors de la campagne expérimentale du soudage qui sera présentée dans un second temps. De plus, quelques éléments de compréhension générale sont ajoutés pour l'AA6061 et serviront de base pour la suite de ce manuscrit.

1.1.1 L'alliage 6061 : un alliage à durcissement structural

La série 6xxx

L'aluminium, à l'état pur, possède des caractéristiques mécaniques très faibles, on peut citer à titre d'exemple une limite d'élasticité de l'ordre de 10 MPa [MYH 01], ce qui limite son utilisation dans cet état. Afin de garder les avantages de ce métal (légèreté, résistance à la corrosion, transparence aux neutrons [VAR 61]) tout en améliorant ses caractéristiques mécaniques il est nécessaire d'utiliser diverses familles d'alliages. La classification de ces alliages dépend des éléments majoritaires ajoutés, on distingue sept séries¹ (de 1xxx à 7xxx) à partir de la chimie de l'alliage [DEV 2, DEV 2a]. Si on s'intéresse au mode de production, on peut distinguer deux groupes dans une nouvelle classification : les alliages de fonderie et ceux corroyés². En fonction des traitements que l'on applique, ces alliages peuvent développer des propriétés mécaniques très intéressantes. Pour les séries 1xxx, 3xxx, 4xxx et 5xxx, appelées également alliages non trempant, on peut procéder à des traitements d'écrouissage et d'adoucissement [BAS 06]. Les séries 2xxx, 6xxx et 7xxx sont dites à durcissement structural, ce qui signifie que des traitements thermiques peuvent leur être appliqués afin de modifier leur structure par un phénomène dit de précipitation. Dans la suite de ce document le principe de la précipitation est expliqué dans le cadre de la série 6xxx, plus particulièrement l'AA6061, mais le principe est similaire pour les autres alliages à durcissement structural, seules la nature et la séquence de précipitation sont différentes.

Le principe de la précipitation est connu depuis longtemps mais l'amélioration continue des caractéristiques physiques et mécaniques spécifiques³ des alliages à durcissement structural engendre une augmentation croissante de leur application dans de nombreux domaines comme l'industrie des transports, l'armement, l'industrie mécanique, etc [DUB 2].

Pour les alliages de la série 6xxx, il est admis depuis longtemps que la phase stable de précipitation est celle dont les précipités ont une stœchiométrie Mg_2Si

1. Une série nommée 8xxx peut être également rencontrée, elle correspond à une composition qui ne rentre dans aucune des autres séries.

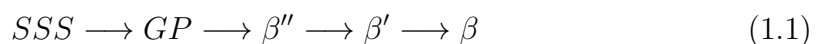
2. Mises en forme : laminage, matriçage, filage, forgeage, etc.

3. Rapportées à la densité.

(β) [EPI 93]. Afin d'obtenir cette précipitation, une méthode consiste à effectuer un traitement de mise en solution puis un refroidissement lent jusqu'à une température inférieure à la température de solvus. En effectuant ce refroidissement lent de l'alliage, on entre sur le diagramme de phase au sein d'une lacune de miscibilité et une précipitation d'équilibre apparaît. La fraction molaire des précipités Mg_2Si respecte la règle habituelle dite « segments inverses ». Cette précipitation ne présente que peu d'intérêt car elle se traduit par un faible nombre de précipités de grandes dimensions qui ne contribuent guère au durcissement structural [MAI 10].

Le durcissement structural trouve tout son intérêt lors de l'apparition de phases métastables. En effet, contrairement à la phase stable, la précipitation métastable confère un durcissement optimal grâce à une présence importante de précipités de faible taille (pour la phase β'' , qui correspond à un durcissement optimal [JI 11, WAN 03], l'ordre de grandeur est de 10^{23} particules par m^3 [DON 99]). L'apparition de ces phases métastables est conditionnée par l'utilisation de traitements thermiques. Une méthode (détaillée ci-dessous), pour obtenir ce durcissement structural optimum, est d'effectuer une mise en solution de l'alliage suivi d'une trempe, et un revenu⁴ [DEV 2b] :

Lors de la mise en solution l'alliage doit être chauffé à une température comprise entre le solvus et le solidus, c'est à dire entre 529 et $582^\circ C$ / $587^\circ C$ [ALC 02, CHA 01, ZAI 09]. A cette température la capacité de dissolution est importante et permet aux précipités de se dissoudre pour former une solution solide. Afin de conserver à température ambiante cet état de solution solide une trempe est effectuée. Puis, lorsque notre alliage est à l'ambiante il est dans une phase de maturation. La solution solide sursaturée est métastable et elle se décompose en formant de nombreux petits amas de soluté appelés classiquement zones de Guinier-Preston (GP) [GUI Sc, LUT 61]. Les zones GP sont placées au sein du réseau cristallin de manière à ce que la continuité de ce dernier soit assuré (*cf.* fig. 1.1). De plus gros amas cohérents peuvent également se former lors de la maturation, il s'agit de précipités Mg_5Si_6 (β'') [AND 98] anciennement appelés zones GP-II [MAR 01] qui germent probablement à partir de sites de germination des zones GP réparties très finement [AND 98]. Suite à cette éventuelle maturation, un revenu est effectué entre 150 et $200^\circ C$ afin de faire germer une fine distribution de particules semi-cohérentes β'' menant à un état nommé T6 [AND 98]. Si l'on poursuit le traitement ou que l'on mène l'alliage à des températures plus élevées la décomposition de la solution solide se poursuit, les précipités β'' se dissolvent et l'on observe une phase semi cohérente β' et éventuellement la précipitation β stable incohérente, ce qui constitue la séquence de précipitation classiquement admise [WAN 07, MAI 11] :



La séquence de précipitation qui vient d'être présentée est celle que nous adop-

4. Précédé éventuellement d'une maturation.

terons dans ce travail⁵; néanmoins il est important de faire remarquer que des séquences plus précises ont été observées dans la littérature. On peut notamment citer les travaux de [RAV 04, HUI 06, AND 07] qui permettent de faire un résumé des phases identifiées dans la littérature pour les alliages Al-Mg-Si et les travaux de [RAV 04] et [MAR 07] qui permettent de discuter de l'influence de la teneur en cuivre notamment de la présence de phase Q.

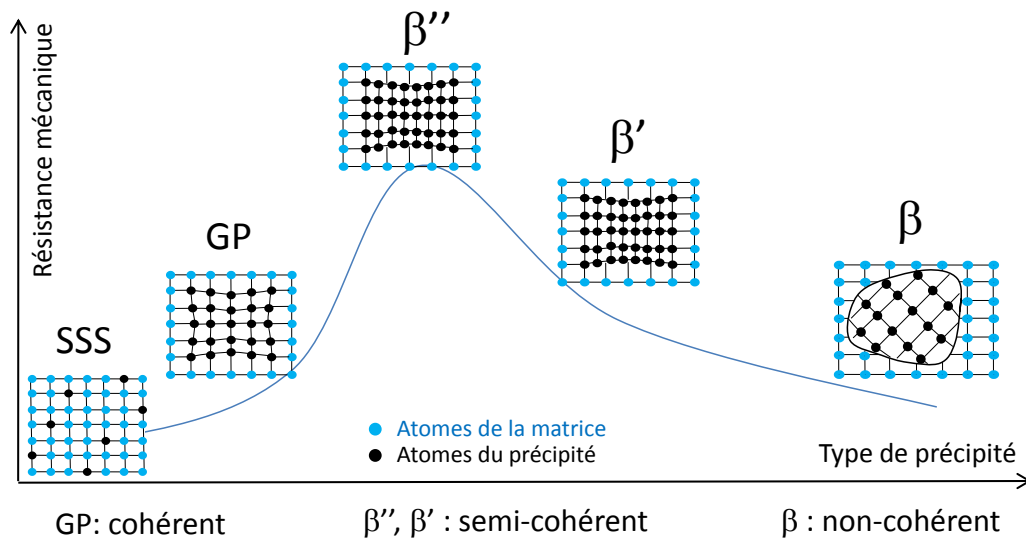


FIGURE 1.1 – Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx (figure inspirée de [BAS 06])

Les différentes phases de précipitation

Dans cette section, nous allons apporter un soin particulier à décrire les phases présentes dans la séquence de précipitation classiquement admise pour les alliages de la série 6xxx.

Zones GP :

Les premières études de précipitation dans le système ternaire Al-Mg-Si datent du milieu du siècle dernier avec les caractérisations par diffraction de rayons X des alliages d'aluminium industriels. Bien que Guinier et Lambot [GUI Sc] n'aient pu observer la présence d'amas de solutés dans la matrice après maturation à l'ambiante⁶, le durcissement mesuré lors de la maturation a été interprété comme le fait de la présence d'agrégats de solutés cristallographiquement cohérents avec la matrice. Ces zones sont communément appelées zones de Guinier-Preston (zones GP)

5. Plus de détails seront donnés dans le chapitre traitant de la modélisation microstructurale.

6. Notamment à cause des facteurs de diffusion extrêmement proches entre les trois éléments.

mais l'appellation « d'amas d'atomes » peut également sous certaines conditions être employée [GUE 05].

Dans l'état de réception, le matériau que nous utilisons se trouve originellement à l'état T6, dans cet état de précipitation les zones GP ont été remplacées par une précipitation plus dense : la phase β'' . Néanmoins, l'apparition de zone GP pourrait être possible après soudage par un mécanisme de maturation à l'ambiante ou lors de la présence de refroidissements lents.

Phase β'' :

Andersen *et al.* [AND 98] ont publié en 1998 une étude complète sur la phase β'' : ils déduisent de leurs observations que cette phase ne contient pas d'atomes d'aluminium (car la distance inter-atomique est difficilement acceptable pour ces derniers) ; et la chimie de cette phase est Mg_5Si_6 . Cette étude, a été très bien accueillie par la communauté scientifique, car depuis, elle a été reprise par de nombreux articles tels que [MAI 11, RAV 04, HUI 06, ZHA 10, YU 10, WAN 07, JI 11]. Néanmoins, un bémol a été apporté par le groupe de Andersen, Mariora *et al.* [MAR 01], le rapport Mg/Si de 5/6 ne serait qu'une valeur limite. En réalité, la phase β'' contiendrait dans les premiers stades (pré β'') du revenu des atomes d'aluminium en substitution des atomes de Mg [MAT 99, MAR 01] et plus le degré de cohérence diminue, plus la chimie s'écarte d'une composition $(Al+Mg)_5Si_6$ en perdant des atomes d'aluminium au profit d'atomes de magnésium et ainsi atteindre la stœchiométrie Mg_5Si_6 [MAR 01]. C'est cette précipitation qui apporte le durcissement maximal [JI 11] (*cf.* fig. 1.1). Cette phase (β''), précipite sous forme d'aiguilles [AND 98], la littérature s'accorde sur une structure monoclinique à bases centrées dont la représentation est en figure 1.2 (groupe d'espace C2/m). Les paramètres du réseau sont (*cf.* fig. 1.2) :

$$a = 1,516 \text{ nm}, b = 0,405 \text{ nm}, c = 0,674 \text{ nm}; \beta = 105,3^\circ \quad (1.2)$$

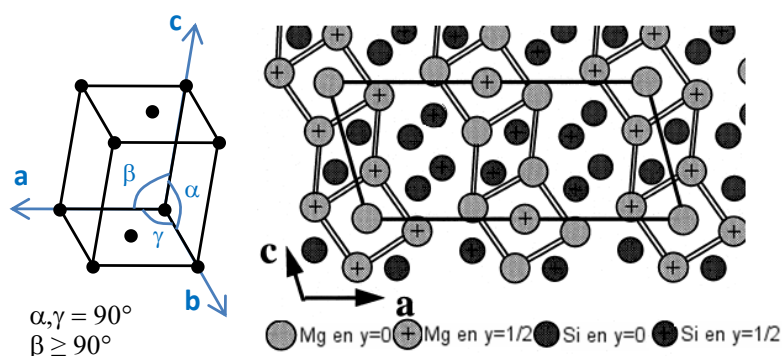


FIGURE 1.2 – Structure monoclinique de la phase β'' (inspiré de [AND 98])

De plus, les travaux d'Andersen *et al.* [AND 98] nous fournissent des ordres de grandeurs afin de caractériser quantitativement la phase β'' . Mais un an plus tard, un

article de Donnadiou *et al.* [DON 99] permet par une étude simultanée de Microscope Electronique en Transmission (MET) et Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) d'affiner cette description :

- Andersen *et al.* [AND 98] donnent des tailles d'aiguilles de dimensions approximatives $4 \times 4 \times 50 \text{ nm}^3$ et Donnadiou *et al.* [DON 99] ont étudié la distribution de taille typique d'une phase β'' et nous fournissent un diamètre moyen de 2,86 nm.
- Une densité de précipitation très élevée de l'ordre de 10^{22} \#/m^3 [AND 98] – 10^{23} \#/m^3 [DON 99].
- La fraction volumique est d'environ 1%.

Phase β' :

En 2007, une étude complète sur la phase β' a été initiée par le groupe de Andersen [VIS 07]. Dans cette publication, on peut y trouver une étude approfondie qui permet de valider des travaux antérieurs qui révèlent que la phase β' précipite sous forme de bâtonnets d'environ 10 nm de diamètre. La structure est hexagonale (groupe d'espace P63/m) et le précipité est semi cohérent avec la direction $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$ (axe c). Cette précipitation qui se trouve entre la phase β'' et la phase stable β peut coexister avec d'autres phases : B' U1 U2 dont plus de détails peuvent être trouvés dans [AND 07].

Ces travaux [VIS 07] permettent de déterminer les paramètres de la maille ainsi que la chimie du précipité et de les comparer à des calculs *ab initio*. Ainsi les auteurs obtiennent une chimie $\text{Mg}_{18}\text{Si}_{10}$ pour un hexagone et les paramètres suivants :

$$a = 0,715 \text{ nm}, c = 1,215 \text{ nm} \quad (1.3)$$

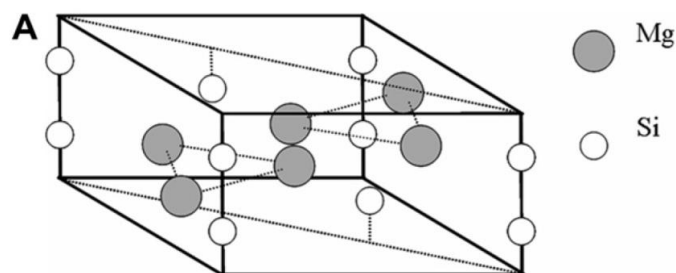


FIGURE 1.3 – Structure hexagonale de la phase β' [VIS 07]

Les caractéristiques morphologiques sont les suivantes [VIS 07] : la phase β' précipite sous forme de bâtonnets qui peuvent atteindre plusieurs centaines de nanomètres de long, pour 10 nm de diamètre (Vissers *et al.* donnent comme ordre de grandeur $10 \times 10 \times 500 \text{ nm}$). Pour des raisons de limitations des données thermodynamiques et expérimentales, nous ne tiendrons pas compte dans ce travail, des phases B' U1 U2 qui peuvent coexister avec β' .

Phase β :

Enfin β , qui est la dernière étape de la séquence de précipitation des Al-Mg-Si est une phase stable qui précipite sous forme de plaquettes de structure CFC (groupe espace $Fm\bar{3}m$) qui ont une taille supérieure à 10-20 micromètres [VIS 07]. Le paramètre de maille est de : 0,639 nm [VIS 07]. Cette phase, bien que possédant des relations d'orientations avec la matrice (le plan (001) du précipité est parallèle au plan (100) de la matrice [FAB 04]) est totalement incohérente.

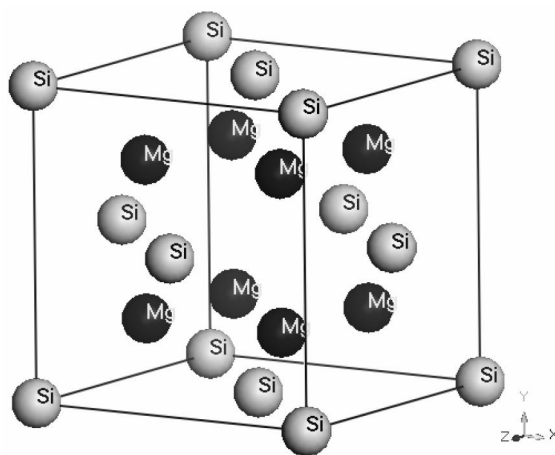


FIGURE 1.4 – Structure CFC de la phase β [QIA 09]

Thermodynamique de la précipitation

Après avoir introduit et décrit la séquence de précipitation dans les alliages de la série 6xxx, les prochains paragraphes vont permettre d'expliquer en détail les aspects thermodynamiques liés à la germination de ces divers types de précipités. Ceci nous permettra d'avoir tous les éléments nécessaires à la compréhension d'un prochain chapitre qui porte sur la modélisation de la précipitation dans notre alliage. Tout d'abord, nous allons effectuer un court rappel sur l'enthalpie libre de Gibbs G ; c'est cette grandeur qui nous servira de base dans la description thermodynamique de la germination.

L'enthalpie libre est une grandeur introduite par J.W. Gibbs, cette fonction d'état permet d'étudier l'évolution d'un système où la pression et la température sont imposées⁷, elle découle de la prise en compte des premier et second principes, son expression est :

$$G = H - TS \quad (1.4)$$

7. Monobare et monotherme sont différent d'isobare et isotherme : la pression et la température peuvent varier dans le système bien qu'au final $P_f = P_{ext}$.

où H est l'enthalpie, S l'entropie et T la température. Quand ΔG est négatif la réaction se déroule spontanément et le système évolue vers son état d'équilibre. En effet si $\Delta G < 0$ alors $\Delta H < T.\Delta S$, ce qui signifie que le terme entropique est plus grand que le terme enthalpique, donc l'entropie du système augmente jusqu'à atteindre l'état d'équilibre : l'entropie maximale (G minimale). A l'inverse, si le terme ΔG est positif, cela signifie qu'il faut un apport d'énergie du milieu extérieur au système pour rendre ce terme globalement négatif et que le processus ait lieu.

D'un point de vu thermodynamique, la germination est donc possible seulement si elle induit une diminution de l'énergie de Gibbs globale de la SSS⁸ (ce qui correspond donc à une augmentation de l'entropie). L'enthalpie libre se décompose en deux parties : un terme d'énergie molaire de formation d'un précipité (noté G), puis de barrières thermodynamiques s'opposant à la germination. Ces barrières seront décrites plus loin dans le paragraphe.

La figure 1.5, inspirée de [DUB 2, MAI 10], donne les courbes d'énergie libre de formation molaire G de différentes phases (zone GP, β' et β) en fonction de la concentration X en éléments d'addition. Ces courbes ont été tracées à la température T_H (légèrement inférieure à la température du solvus T_S) et à la température T_B (basse température de revenu). Sur cette même figure, le diagramme de phase a été tracé à partir des différentes courbes de G en minimisant l'énergie libre dans tout le domaine de température considéré. Le diagramme présenté est tracé pour un système binaire quelconque Al- x et correspond très bien au système de type Al-Mg₂Si ou apparenté [DUB 2, MAI 10].

Sur les graphiques b et c de la figure 1.5, sont dessinées les courbes d'énergie libre de Gibbs $G(\alpha)$, $G(\beta')$ et $G(\beta)$ en fonction de la concentration X . Ainsi, la courbe $G(\alpha)$ donne la variation d'énergie libre de Gibbs de la phase α ainsi que celle des zones GP (les zones GP ayant la même structure cristalline que la matrice, elles sont représentées sur la même courbe). Celle-ci présente deux minimums avec un global au voisinage de X^e (concentration en soluté à l'équilibre) et un minimum relatif proche de la concentration moyenne en soluté au voisinage des zones GP.

Dans le cas général, la concentration X^0 de l'alliage appartient au domaine de concentration situé à gauche du point I_1 pour la courbe tracée à la température T_H et I_2 pour la courbe tracée à la température T_B . A partir de là, le seul mode de décomposition de la solution solide qui permet une diminution de l'énergie libre globale est l'obtention d'une solution solide appauvrie et la formation de précipités riches en atomes de solutés. Ces précipités peuvent germer sous forme d'amas (zones GP) ou de précipités de phase β' ou β . Les compositions de la solution solide, des zones GP et des phases β' ou β sont données par l'abscisse des points de contact de la tangente commune aux deux parties à courbure positive de la courbe $G(x)$ (tracée en traits oranges sur la figure 1.5).

La germination d'un précipité de composition X^p est favorisée à toute température

8. Solution Solide Sursaturée.

pour laquelle sa courbe d'enthalpie libre est en dessous de la tangente à la courbe $G(\alpha)$ issue du point d'abscisse X^0 . En effet, l'enthalpie libre molaire de formation du précipité ΔG_i (représentée par des flèches sur la figure 1.5) est alors négative (ce qui entraîne une diminution de l'enthalpie libre globale), ce qui est toujours le cas du précipité d'équilibre β à une température inférieure à T_S .

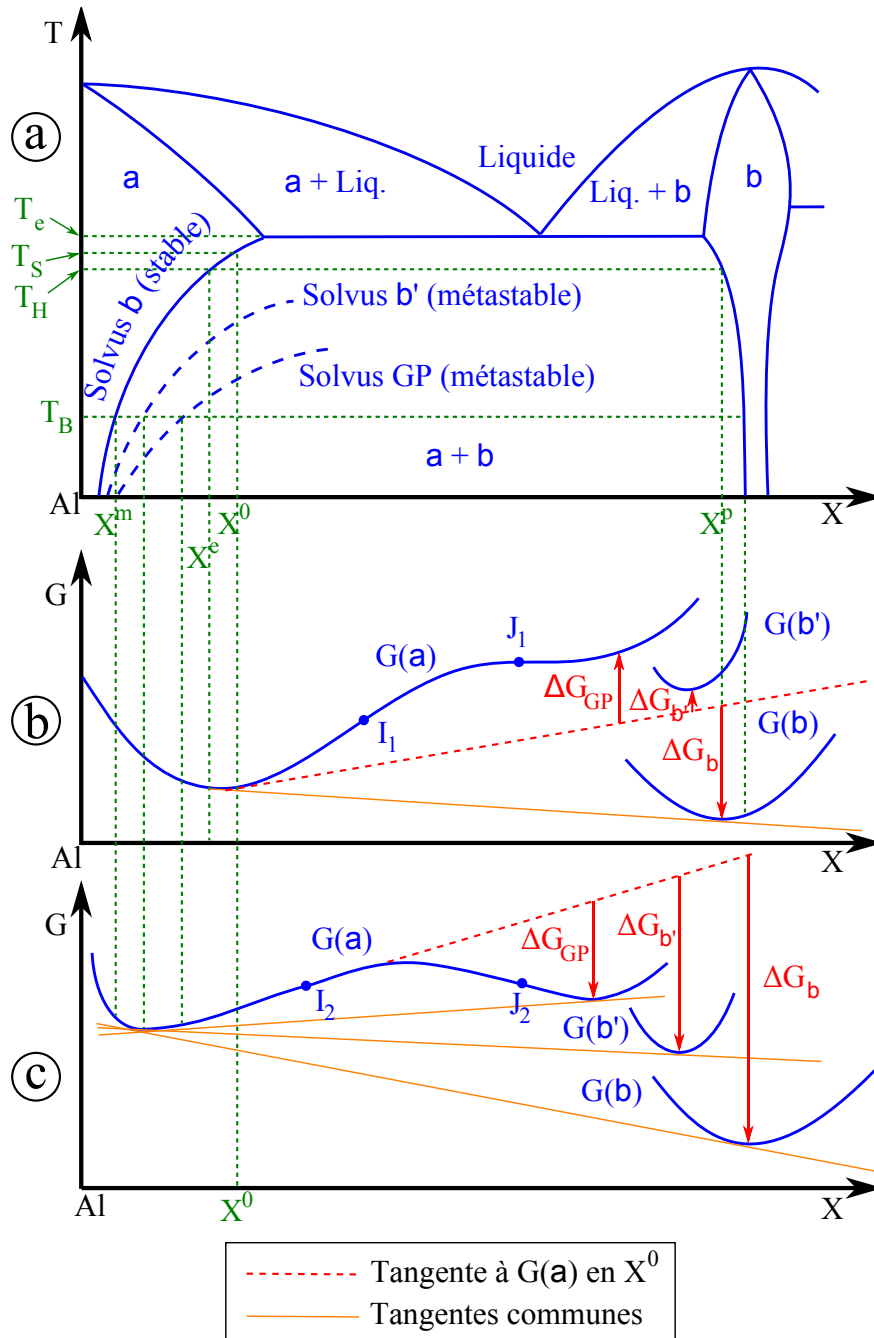
Lorsque la température est élevée (T_H par exemple) seule l'enthalpie libre de formation de la phase stable β est négative (figure 1.5), ce qui explique la germination de cette phase lors d'un refroidissement lent après une mise en solution. En revanche à basse température, les enthalpies libres de formation des zones GP et des phases β' et β sont toutes négatives. Et malgré le fait que l'enthalpie libre de formation de la phase stable β soit plus faible que les deux autres, les zones GP et les phases métastables β' apparaissent avant la phase stable β . Par exemple, lors d'une maturation, il y a germination de zones GP puis, lors du revenu il y a germination de phases β'' . La phase plus grossière β' peut éventuellement apparaître lors d'un éventuel sur-revenu (*cf.* séquence (1.1)). Cela permet de montrer que l'enthalpie libre de formation n'est pas la seule composante de la variation d'enthalpie libre nécessaire à la formation d'un germe et prouve l'existence de barrières thermodynamiques (mentionnées en début de paragraphe) s'opposant à la germination. Ce paragraphe nous a donc permis de comprendre pourquoi il est nécessaire d'obtenir une SSS à basse température pour pouvoir faire apparaître les phases méta-stables lors d'un revenu (qui seront durcissantes).

Ainsi la variation d'enthalpie libre ΔG nécessaire à la formation d'un germe se décompose en trois termes :

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S + \Delta G_d \quad (1.5)$$

ΔG_V représente le terme « moteur » de la germination, il s'agit de l'énergie volumique de formation d'un germe, il est négatif pour assurer l'apparition d'un germe. ΔG_S est l'une des barrières thermodynamique à la précipitation, en effet car la « création » d'une surface est un phénomène endothermique [KUR 02], il s'agit donc d'une enthalpie positive. Ce terme est d'autant plus positif que le précipité est incohérent car l'interface à former est plus importante. Enfin, pour ΔG_d , il s'agit d'une autre barrière thermodynamique à la germination : l'enthalpie nécessaire à la distorsion du réseau par notre germe. De la même manière que pour ΔG_S , on comprend que le terme ΔG_d sera défavorable à la précipitation et d'autant plus que le désaccord paramétrique entre la phase et la matrice est important.

Le constat fait lors de l'observation des micro-structures lors d'un traitement de revenu est l'apparition de zones GP et β'' avant des zones β' et β est donc tout à fait explicable par la thermodynamique : les précipités incohérents ou semi-incohérents ont une barrière d'énergie plus importante à franchir pour se former.



- (a) Diagramme de phases d'équilibre et de phases métastables**
(b) Enthalpie libre molaire G à une température haute T_H
(c) Enthalpie libre molaire G à une température basse T_B

FIGURE 1.5 – Schéma de construction du diagramme de phases de l'AA6061 (inspiré de [DUB 2] [MYH 01])

1.1.2 Propriétés et comportement de l'AA6061

Généralités

Les alliages d'aluminium de la série 6xxx sont nombreux, ils se différencient par la quantité des éléments d'alliage et principalement par leur teneur en magnésium et en silicium. Ces éléments interviennent bien évidemment dans les propriétés des alliages de cette série. Les spécifications liées à l'AA6061 sont répertoriées en table 1.1.

Parmi les qualités généralement observées dans le monde industriel on peut par exemple citer [DEV 2a] :

- Une très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matricage. Et également, une bonne aptitude à la mise en forme à froid en particulier dans les états recuits (O) et, à un degré moindre, trempé mûri (T4).
- Des caractéristiques mécaniques relativement bonnes à l'état trempé revenu (T6), ainsi qu'un bon comportement aux basses et très basses températures mais une résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 ° C suivant la durée du maintien à chaud.
- Une très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation,
- Une bonne aptitude au soudage.

Ce qui explique en partie la large utilisation de ce matériau dans diverses industries.

En plus de ces propriétés, le CEA a retenu cet alliage d'aluminium pour le projet RJH car il est transparent aux neutrons et il a de faibles échauffements lorsqu'il est soumis à des rayons gamma. L'AA6061-T6 a été retenu parmi les alliages de la série 6xxx pour la bonne stabilité de sa limite d'élasticité à 0.2 % ($\sigma_{y0.2}$) et de sa résistance à rupture R_m sous un flux neutronique intense ainsi que pour sa ductilité après irradiation [GAR 11b].

Dans la littérature, l'alliage 6061-T6 a fait l'objet de nombreuses études. Les propriétés classiques telles que la limite d'élasticité $\sigma_{y0.2}$, la résistance et l'allongement à la rupture R_m , A (%) et les modules d'élasticité (pour un comportement supposé isotrope) E et ν sont bien connus et les ordres de grandeur de ces différentes variables sont résumés dans les travaux de thèse de D. Maisonnette [MAI 10] (*cf.* table 1.2). Une courbe de traction à l'état T6 est présentée en figure 1.6.

AA6061 (wt%)	Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Mn	Zn	Ti	autres (chaque)	autres (total)
min	0.4	0.8		0.04	0.15					
max	0.8	1.2	0.7	0.35	0.4	0.15	0.25	0.15	0.05	0.15

TABLE 1.1 – Spécification de l'alliage 6061 en pourcentage massique (wt%).

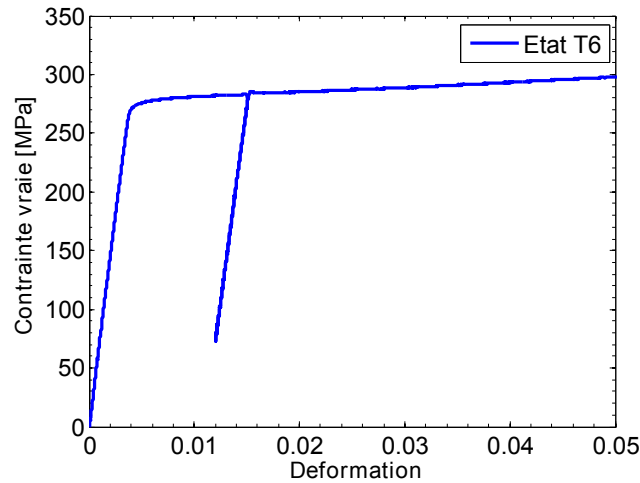


FIGURE 1.6 – Essai de traction à l'état T6 d'après [MAI 10].

$\sigma_{y0,2}$ (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)	ν
$\simeq 280$	$\simeq 310$	$\simeq 15$	$\simeq 69,5$	$\simeq 0,33$

TABLE 1.2 – Propriétés mécaniques classiquement admise pour l'AA6061-T6 [MAI 10]

L'allongement à rupture spécifié dans la table 1.2 est un ordre de grandeur, en réalité cette valeur dépend de la quantité de précipités grossiers, phases intermétalliques et dispersoïdes présents dans le matériau. Dans ce travail de thèse, l'étude de l'endommagement de l'alliage 6061 ne sera pas abordée. Néanmoins, le lecteur pourra se référer aux récents travaux de Y. Shen *et al.* [SHE 12, SHE 13] portants sur la ténacité de ce dernier.

Comportement en température

Pour une modélisation thermomécanique fine de procédés hautes températures tels que le soudage, la connaissance de la loi de comportement du matériau en température est inévitable [ZAI 10b]. Différentes études ont été menées sur la caractérisation de l'alliage 6061-T6⁹; on trouve notamment des études qui portent, tout comme ce travail, sur la gamme de température allant de l'ambiante jusqu'au solvus [SHA 00, ASS 04, MAI 10, MAI 11] afin de comprendre les phénomènes intervenant dans la ZAT. Des études portant sur la rhéologie de la zone pâteuse ont été menées par E. Giraud [GIR 10].

Les constantes élastiques d'un alliage 6061 sont représentées en figure 1.7. On

9. Une fois qu'un chauffage a été effectué sur le matériau, on ne peut plus parler d'état T6 car l'état microstructural a évolué.

TABLE 1.3 – Composition chimique de l'alliage 6061 utilisé pour les essais de Daniel Maissonnette [MAI 10, MAI 11]

	Mg	Si	Cu	Fe	Cr	Mn	others
wt%	0.93	0.61	0.28	0.26	0.2	0.12	0.123
at%	1.0	0.59	0.12	0.13	0.10	0.06	0.06

remarque que le module de Young varie fortement avec la température : il est quasiment divisé par deux lorsque la température passe de 20 à 500 ° C, ces ordres de grandeurs sont aussi confirmés par les travaux de D. Maissonnette [MAI 10] [MAI 14]. Sur cette même figure, on peut également observer la variation significative du coefficient de Poisson : il part d'une valeur proche de 0,328 puis diminue jusqu'à 0,321 avant d'augmenter jusqu'à atteindre une valeur proche de 0,4 pour une température de 500 ° C (la variation est de l'ordre de 25%).

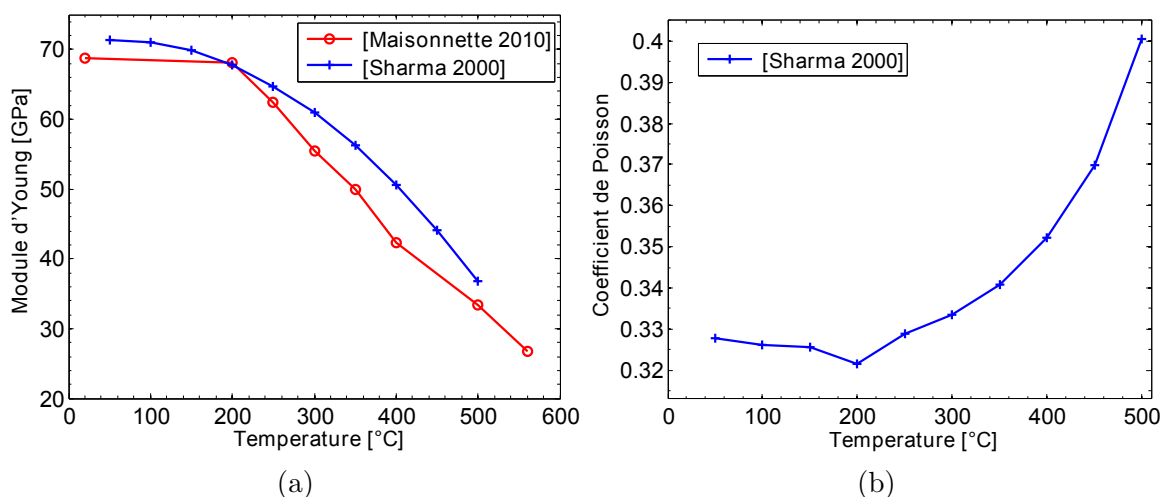


FIGURE 1.7 – (1.7a) Evolution expérimentale du module de Young [SHA 00, MAI 10] (1.7b) et du coefficient de Poisson [SHA 00].

En ce qui concerne l'évolution de la loi de comportement en température, des essais de traction à basses et hautes températures sont résumés dans le travail de thèse de Maissonnette [MAI 10]. Pour l'alliage ayant la composition donnée dans la table 1.3 (aluminium 6061 initialement à l'état T6), le comportement est très différent en fonction de la température d'essai (*cf.* fig. 1.8). A température ambiante, on observe un comportement durcissant (de l'écrouissage) durant la déformation, à des températures élevées¹⁰, le comportement s'apparente à une loi élastoplastique parfaite, tandis qu'aux températures intermédiaire il y a adoucissement (dû à

10. Lorsqu'on se rapproche de la température de solidus.

l'évolution en cours d'essai de l'état microstructural). De plus, la limite d'élasticité de cet alliage passe d'environ 280 MPa à l'ambiante à une valeur de l'ordre de 10 MPa à 560° C (*cf.* fig. 1.8).

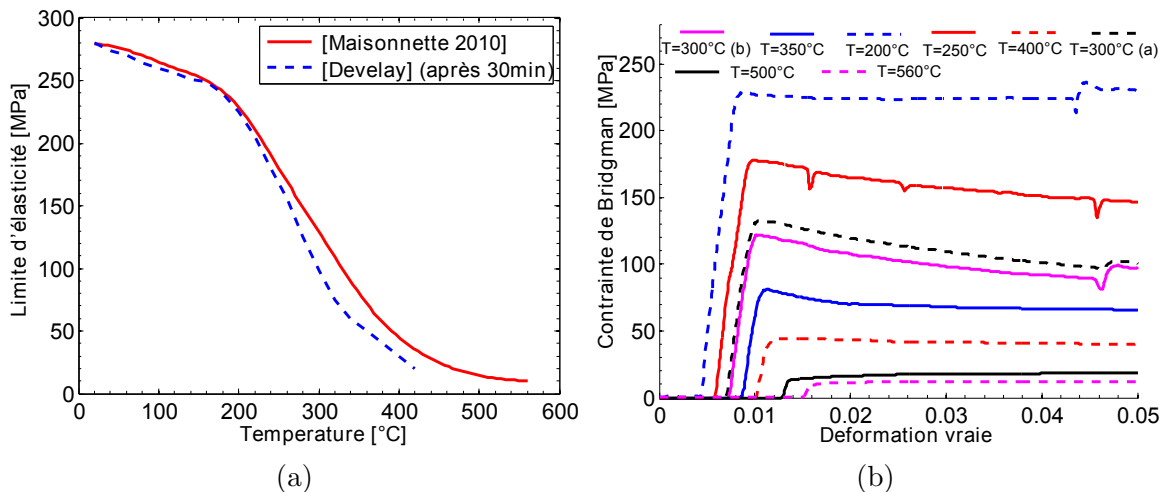


FIGURE 1.8 – (1.8a) Evolution de la limite d'élasticité avec la température [DEV 2a, MAI 10] (1.8b) courbes de traction en température [MAI 10] [MAI 14].

1.1.3 Phénomènes intervenants lors du soudage

Les procédés de soudage haute énergie de type laser/faisceau d'électrons (FE) sont fondamentalement différents des procédés de soudage par conduction thermique¹¹. Dans ces derniers, la surface du métal est chauffée avec une puissance relativement faible et un bain fondu apparaît comme un résultat de la conduction de la chaleur depuis la source. Pour les procédés type Laser/FE la densité d'énergie est bien plus élevée, elle est de l'ordre de 10^6 W/cm³ ce qui est trop important pour être évacué par conduction [FAB 04]. La cible se vaporise localement générant un capillaire par dépression du métal en fusion, une ionisation du métal se produit engendrant la formation d'un panache « keyhole » dont l'équilibre dépend des mouvements complexes du fluide en fusion (convection, effet de Marangoni...) [ZAI 10a, ROB 07] et bien entendu de la vitesse de soudage.

Quelque soit le type de procédé, le soudage par fusion induit des conséquences relativement similaires. Des études macrographiques révèlent quatre zones distinctes [FAB 04, MYH 04, ROB 07] (*cf.* fig. 1.10) :

- la Zone Fondue (ZF) :

il s'agit de la partie centrale d'un joint soudé. Dans cette zone, le matériau a été porté au dessus de sa température de liquidus (644° C [ZAI 10a]). Tous les précipités sont dissous et le matériau est en phase liquide. Lors du refroidissement une solidification

11. Comme le soudage à l'arc par exemple.

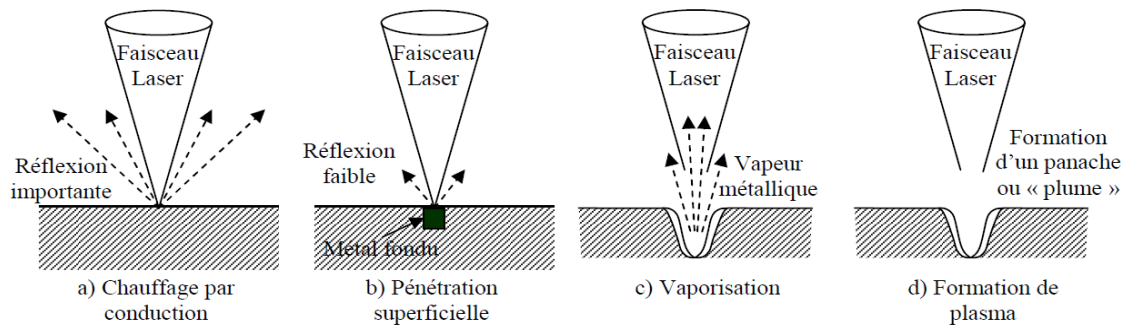


FIGURE 1.9 – Principales étapes de formation du bain de fusion [ROB 07]

a lieu et s'accompagne d'une contraction du matériau, ce qui peut potentiellement engendrer un phénomène appelé fissuration à chaud. Les phénomènes intervenant dans cette zone ne seront pas étudiés mais le lecteur pourra avantageusement consulter les travaux de J.M. Drezet [DRE 99] sur la fissuration à chaud. La question de la présence de porosités ne sera pas non plus étudiée. Notons que la présence de ces défauts est une des causes pour lesquelles de plus en plus d'industriels utilisent le procédé de Friction Stir Welding (FSW) [SIM 06a].

– La Zone de Transition (ZT) :

de part et d'autre de la ZF se trouve la zone de transition (appelée également zone pâteuse). Dans le cas d'un métal pur, cette zone est une surface sur laquelle des cristaux de solidification assurent, en s'édifiant, la liaison métallique avec le métal non fondu. Lorsque l'on a un alliage¹² cette zone devient plus large et s'étend entre le solidus (587° C [ZAI 10a]) et le liquidus. Pour l'alliage 6061, des études ont été menées sur cette zone dans les travaux de E. Giraud [GIR 10], d'une manière générale on peut également citer les contributions de M. Suery et J.M. Drezet [SUE 82, DRE 94]

– La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) :

il s'agit du coeur de ce travail de thèse. La gamme de température qui caractérise cette zone est définie comme la famille de température engendrant un changement de microstructure notable du métal de base tout en n'ayant pas atteint le solidus. Elle est donc entre le métal de base et la ZT, cette zone est d'autant plus étroite que le gradient thermique est important.

– Le métal de base (MB) :

c'est le matériau dans un état considéré quasi-similaire à l'état de départ avant soudage.

Le soudage des alliages d'aluminium de la série 6xxx a été beaucoup étudié, on peut notamment citer les travaux précurseurs de Myhr et Grong [MYH 91a, MYH 91b, MYH 01, GRO 02, MYH 04]. Dans leurs travaux, les

12. Ou un métal impur.

études expérimentales menées sur des ZAT d'alliages de la série 6xxx ou sur des échantillons représentatifs permettent de donner une cartographie typique d'une zone affectée thermiquement (*cf.* fig. 1.10). Dans la ZAT, plus on se rapproche de la ZT/ZF plus les températures sont élevées, on trouve proche de la ZT des températures inférieures au solidus du matériau mais tout en étant supérieures au solvus des phases précipités. Dans cette zone, où les cinétiques de refroidissement sont rapides [MAI 10, MYH 04], on retrouve post-soudage une zone de complète dissolution des phases durcissantes β''/β' [MYH 04], les propriétés mécaniques seront ainsi grandement affectées (néanmoins, remarquons qu'une maturation à l'ambiante permet de reprécipiter post-soudage des phases durcissantes). Au delà de cette zone de dissolution, les températures atteintes par le procédé sont de plus en plus faibles. On assiste à l'apparition d'une phase plus grossière que la phase initiale : la phase β' mais aussi plus proche du matériau de base, une zone où les précipités β'' peuvent coalescer et/ou partiellement se dissoudre.

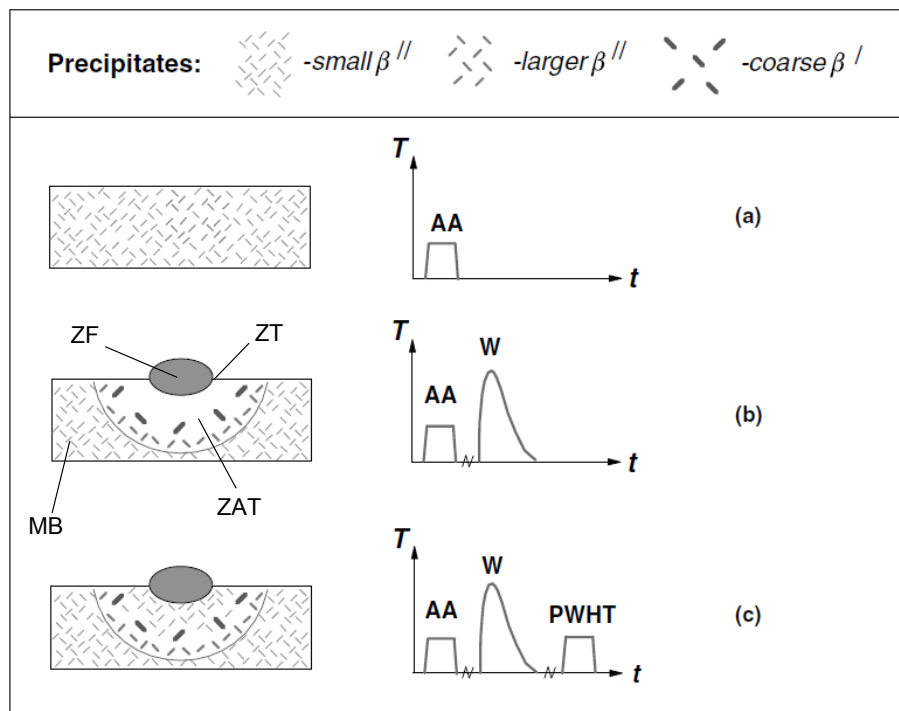


FIGURE 1.10 – Représentation d'une soudure typique d'un alliage de la série 6xxx d'après les travaux de Myhr, Grong *et al.* [MYH 04]. AA : artificial ageing (vieillissement artificiel), W : welding (soudage), PWHT : post weld heat treatment (traitement post soudage)

1.2 Soudage FE instrumenté et analyse du cordon

1.2.1 Moyens expérimentaux

Dans cette section, des essais de soudage FE instrumentés sont présentés, l'approche choisie se veut assez simpliste car elle a pour but principal de calibrer et valider une démarche de modélisation des phénomènes intervenants dans la ZAT. Ainsi, une simple ligne de fusion dans une plaque en 6061-T6 (la composition des plaques utilisées est donnée en table 1.4) représentative du caisson sera effectuée.

TABLE 1.4 – Composition chimique de l'alliage 6061 utilisé pour les essais de soudage instrumenté

	Mg	Si	Cu	Fe	Cr	Mn	others
wt%	1.02	0.75	0.25	0.45	0.05	0.056	0.086
at%	1.137	0.723	0.107	0.218	0.026	0.028	0.039

Le premier objectif est d'obtenir des données nécessaires au calage d'un modèle thermique, une fois ceci effectué, ce modèle thermique peut être appliqué sur des pièces plus complexes tel que le caisson. Les travaux de Zain-Ul-Abdein *et al.* [ZAI 10a] montrent qu'il est seulement nécessaire de connaître l'évolution de la température en quelques points pour calibrer une source de chaleur équivalente. Ainsi, plusieurs thermocouples ont été placés en différents points des plaques pour en mesurer la température. La préparation des plaques est détaillée dans la suite ainsi que le déroulement des essais.

Ces expériences ont été effectuées à l'IUT du Creusot, le dispositif utilisé est un faisceau d'électrons de puissance 5,47 kW ($U=55,9$ kV, $I=97,8$ mA) avec un vide dans le canon de 10^{-5} hPa¹³. Les dimensions maximales de tôles soudables dans la chambre (où le vide est de 5.10^{-3} hPa) sont de 200×200 mm. Pour le soudage de RJH, le dispositif industriel est plus puissant. Néanmoins, des modélisations éléments finis préliminaires effectuées par Maisonnette *et al.* [MAI 10] ont montré que l'évolution du profil de température dans la ZAT est équivalente quelle que soit la puissance du faisceau d'électrons utilisé dans la gamme qui nous intéresse.

13. La focalisation est fixée à 1150 (paramètre interne propre au dispositif).

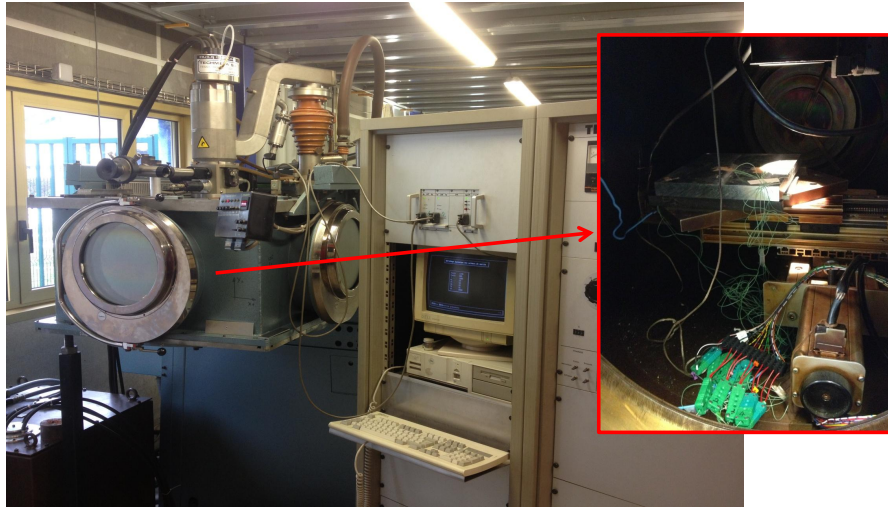


FIGURE 1.11 – Dispositif utilisé à l'IUT du Creusot

1.2.2 Préparation des essais

L'opération de soudage du caisson du RJH est effectuée à une vitesse de 0,45 m/min sur une tôle d'épaisseur 40 mm ; puis, une opération d'usinage vient ramener la plaque à 20 mm [BOU 12]. Des essais préliminaires, non présentés dans ce rapport, ont permis de montrer qu'avec le dispositif à disposition il n'est pas possible d'obtenir des lignes de fusion traversantes. Finalement, le choix effectué pour obtenir une ligne de fusion traversante est le soudage sur des plaques de dimensions 180x200x20 mm (posées sur deux parallélépipèdes rectangles de même longueur que la plaque et de section $h \times l = 15 \times 10$ mm). La plaque a été obtenue par usinage des faces inférieures et supérieures d'une tôle laminée d'épaisseur 30 mm (pour affecter le moins possible l'état de précipitation l'usinage est effectué à une vitesse modérée avec une forte lubrification), l'usinage a été effectué sous lubrification et avec de faibles passes afin de limiter l'effet de l'usinage (l'effet de l'usinage est négligé dans la suite). Le choix de garder la partie centrale de la plaque a été effectué afin de minimiser la présence de texture dans le matériau qui peut être néfaste lors de la mesure de contraintes résiduelles¹⁴. La soudure est dans le sens de la dimension 180 mm (sens de laminage) afin d'être hors extinction/allumage de la torche.

Afin d'évaluer l'influence de la vitesse de soudage sur l'évolution de la microstructure et la répartition des contraintes résiduelles, des essais ont été effectués à des vitesses de 0,45 m/min, 0,72 m/min et 0,9 m/min. Pour chaque groupe de vitesses, une seule plaque est instrumentée et deux autres sont soudées dans les mêmes conditions¹⁵. Dans ce rapport, la majorité des résultats présentés concernent

14. Si le matériau est trop texturé, lors d'une mesure de déformation par diffraction, il est possible qu'aucun grain ne diffracte dans le volume de jauge.

15. Afin de disposer de plaques caractérisables post-mortem et d'une plaque conservée intacte

la plaque soudée à 0,45 m/min, les résultats obtenus sur les autres plaques sont présents en annexes.

Afin de mesurer la température lors du soudage, des thermocouples de type K (80 μm) sont fixés sur les faces supérieures et inférieures des plaques par micro-soudage. Les thermocouples sont ensuite protégés à l'aide d'une goutte de vernis. Cette étape a pour but de rigidifier la connexion mais aussi d'obtenir des mesures plus précises en faisant barrière au rayonnement du faisceau. L'utilisation de seulement 10 thermocouples est possible sur ce dispositif¹⁶, leur position est présentée en figure 1.12.

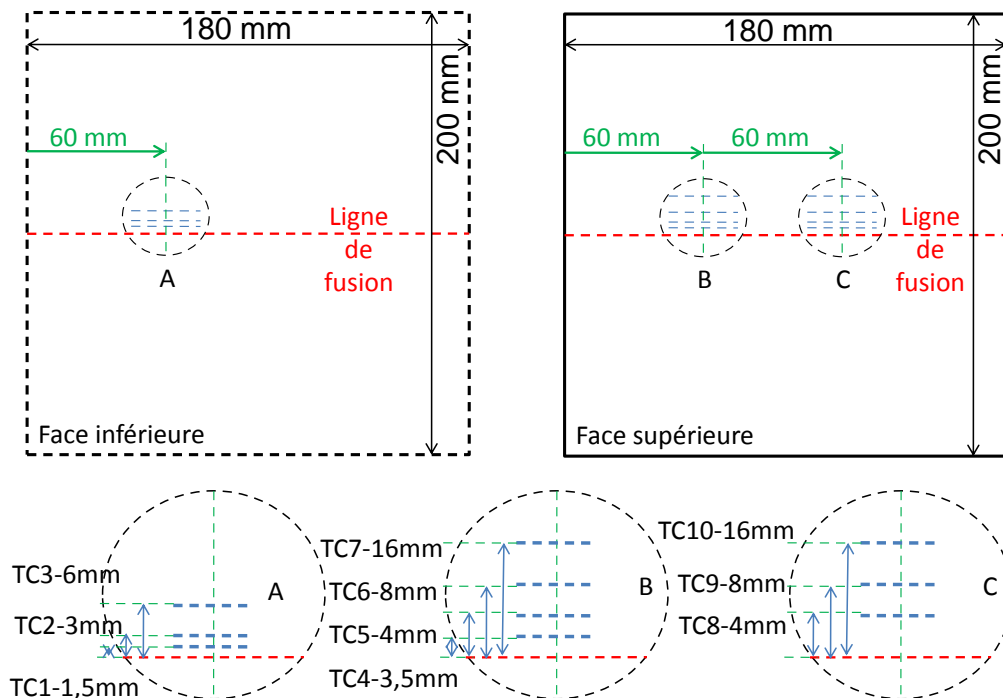


FIGURE 1.12 – Positions des thermocouples sur la plaque soudée à 0,45 m/min

Les thermocouples sont reliés à une centrale d'acquisition Nimtech FrontDAQ via des connecteurs étanches. Afin d'avoir des mesures précises, même lors de cinétiques rapides, une fréquence d'acquisition de 200 Hz a été choisie. Le temps de réponse du système a été déterminé, il est de 15 ms pour $\Delta T = 400^\circ \text{C}$ (cf. annexes).

pour des mesures de contraintes résiduelles.

16. Le soudage étant sous vide l'utilisation de connecteurs étanches est indispensable pour sortir les fils de l'enceinte et le nombre de connecteurs est de 10.

1.2.3 Résultats thermiques

La ligne de fusion effectuée se compose de quatre étapes :

- Démarrage hors plaque puis avance lente jusqu'au bord de la plaque afin d'amorcer en pleine pénétration.
- Soudage à la vitesse désirée jusqu'au bord extrême et extinction hors plaque.
- Refroidissement dans le vide pendant environ 5 min.
- Refroidissement à température ambiante jusqu'à l'ambiante.

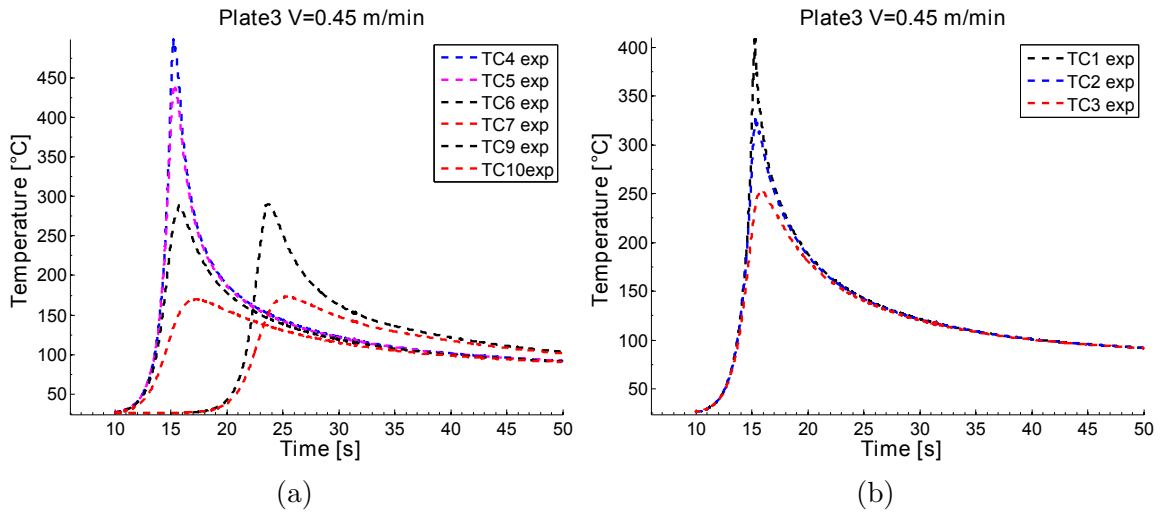


FIGURE 1.13 – Mesures obtenues par thermocouples sur la plaque soudée à 0,45 m/min, sur la surface supérieure (1.13a) et sur la face inférieure (1.13b)

Les mesures obtenues sont présentées en figure 1.13, elles ne comportent pas la phase de refroidissement à l'ambiante qui est en annexe.

Les mesures de température effectuées sur la face supérieure sont en phase excepté pour TC9/TC10 qui ont été soudés à 120 mm du point de départ contrairement aux autres thermocouples soudés à 60 mm. On note d'ailleurs que la cinétique de température est similaire pour ces derniers et est la même que pour TC6/TC7, ce qui témoigne de l'atteinte d'un régime stationnaire à partir de 60 mm du bord. On remarque que durant l'essai le thermocouple TC8 n'a pas fonctionné dû à un décollement lors de l'expérience. Sur la face supérieure, les températures atteintes sont plus importantes que sur la face inférieure pour une même distance au cordon, ceci est dû au fait que la répartition de la chaleur à travers l'épaisseur est de forme conique comme le confirme les macrographies de la prochaine section 1.14.

Concernant les vitesses de chauffage, la cinétique la plus rapide est mesurée par le thermocouple TC4 placé sur la face supérieure à 3,5 mm du centre de la ligne de fusion. La vitesse de chauffage mesurée (entre 50 et 500° C) vaut $V_C = 158^\circ \text{ C/s}$ et pour la phase refroidissement (mesurée entre la température maximale de 500° C et 150° C) la vitesse est $V_R = 32,9^\circ \text{ C/s}$. Cinquante secondes après le début de

l'expérience, il n'y a plus de gradient de température dans la plaque, les mesures de chaque thermocouple sont très proches. La vitesse de refroidissement est alors très faible sous vide (de l'ordre de $0,07^\circ \text{C/s}$), puis après environ 5 min le vide est coupé et le refroidissement s'accroît par mécanisme de convection (*cf.* annexes) ($\approx 0,15^\circ \text{C/s}$ juste après coupure du vide puis encore légèrement supérieur lors de la sortie de la plaque du dispositif).

1.2.4 Analyse du cordon

Macrographies

Les plaques étant soudées en trois exemplaires dans des conditions similaires, des analyses destructrices ont pu être effectuées tout en conservant également des plaques intactes pour des mesures de contraintes résiduelles (*cf.* prochaine section). Pour la mise en place d'une modélisation thermique par éléments finis (EF), une connaissance de la taille de la zone fondue est nécessaire [ZAI 09, ZAI 10a]. Afin de distinguer les différentes zones dans la soudure, des macrographies ont été effectuées après polissage, attaque au réactif de Keller, et visualisation au microscope optique (LEICA M420 avec un grossissement 3X) à l'IUT du Creusot. Une image pour chaque vitesse de soudage est présentée en figure 1.14 pour des échantillons prélevés près de la section centrale de la plaque.

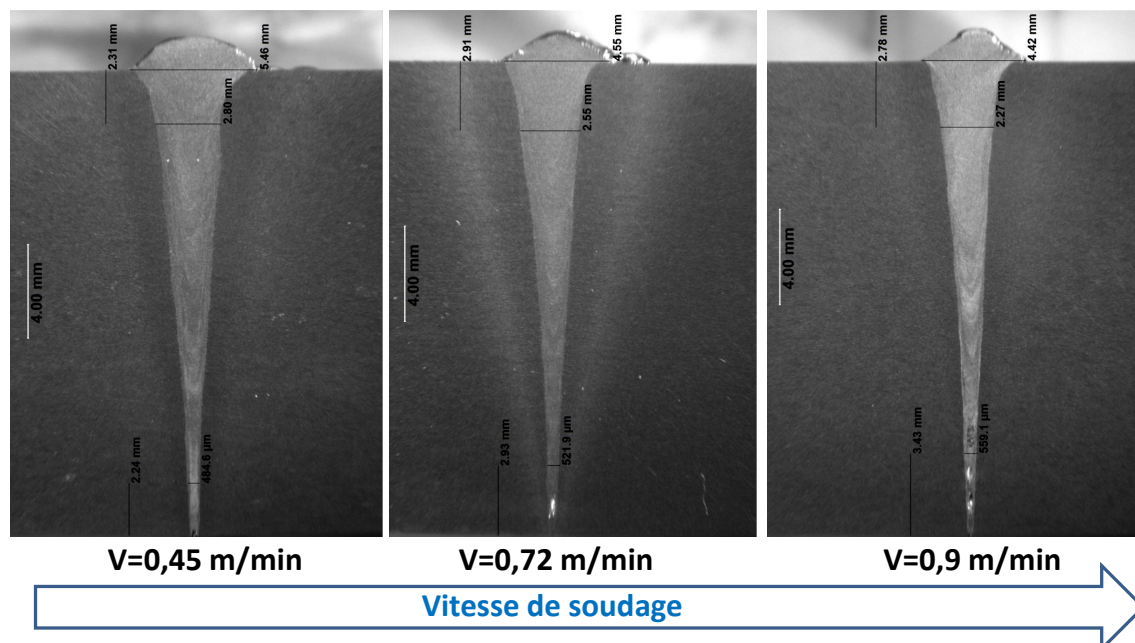


FIGURE 1.14 – Macrographies obtenues sur les plaques soudées

Sur ces macrographies, la ZF est facilement visible car elle a un contraste très clair au centre de la macrographie comparativement au métal de base qui est aux

extrémités de l'image. A la base de la ZF, tout en bas de la plaque, de petites porosités sont présentes, elles sont causées très probablement par l'écoulement sous gravité du bain fondu¹⁷. De part et d'autre de la ZF, une zone plus sombre permet de distinguer la ZAT, sa limite avec la ZF est bien marquée à l'aide d'une fine zone de transition (ZT) mais la limite avec le métal de base est moins nette¹⁸.

Microscopie à Balayage

En complément de ces macrographies, une étude au Microscope Electronique à Balayage (MEB) a été effectuée au laboratoire MATEIS sur le même dispositif que [BOU 13] afin de mieux décrire les lignes de soudures effectuées. Le dispositif utilisé est un MEB-FEG Zeiss Supra 55VP¹⁹ avec un diamètre de diaphragme de 60-120 μm muni d'un détecteur de type BSE (électrons rétrodiffusés pour un contraste en composition). Couplé à ce microscope un analyseur d'énergie des rayons X (EDX) est présent afin d'obtenir une information sur la chimie locale du matériau. Le lecteur pourra trouver en annexe la séquence de polissage et les analyses chimiques effectuées.

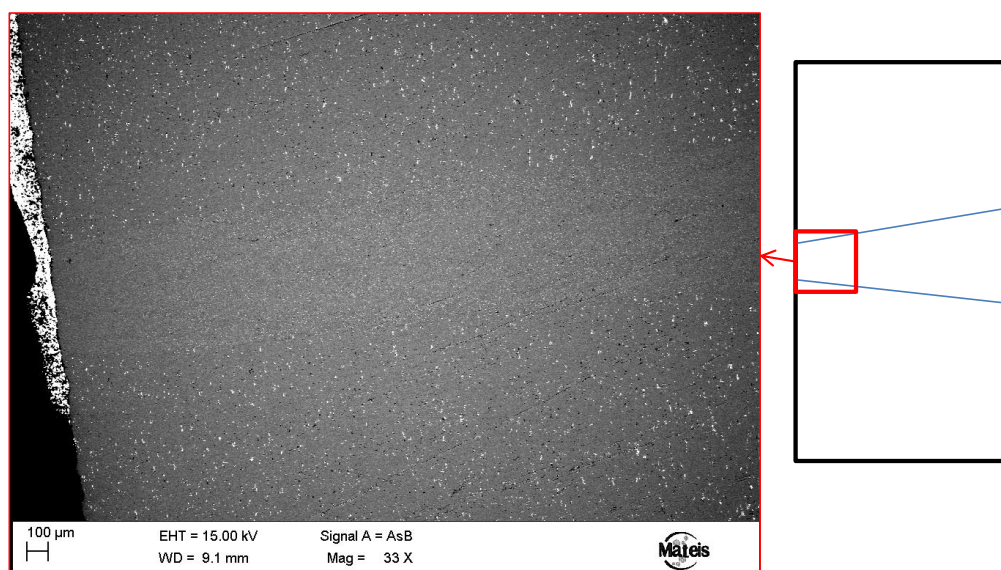


FIGURE 1.15 – Cliché MEB d'une ligne soudée obtenue avec une vitesse d'avance de 0,45 m/min.

L'image 1.15 présente une plaque soudée à 0,45 m/min, comme sur la macrographie 1.14 on distingue la ZF aisément. La première distinction que l'on peut faire

17. Car le soudage est effectué à plat.

18. D'autant plus que cette démarcation ne justifie pas nécessairement un état de précipitation totalement inchangé, seule une étude au MET pourrait clairement identifier la fin de ZAT.

19. FEG : Field Emission Gun. VP pour vide partiel, non utilisé ici.

entre ZF et métal non fondu se fait à l'aide des phases grossières qui apparaissent de façon assez uniforme en blanc et noir sur le cliché. Effectivement, comme le montre la figure 1.16 « les phases blanches et noires » sont plus finement réparties dans la zone fondue comparativement au métal de base où ces dernières sont très grossières. Ces phases ont été identifiées dans des travaux similaires [FAB 04] comme étant des intermétalliques au fer (phase claire) et des précipités grossiers Mg_2Si (phase sombre), l'analyse chimique présentée en annexe va dans le même sens. Ces intermétalliques sont bien connus dans les alliages 6061 car leur présence aux joints de grain est très pénalisante vis à vis de la ténacité de l'alliage [SHE 13].

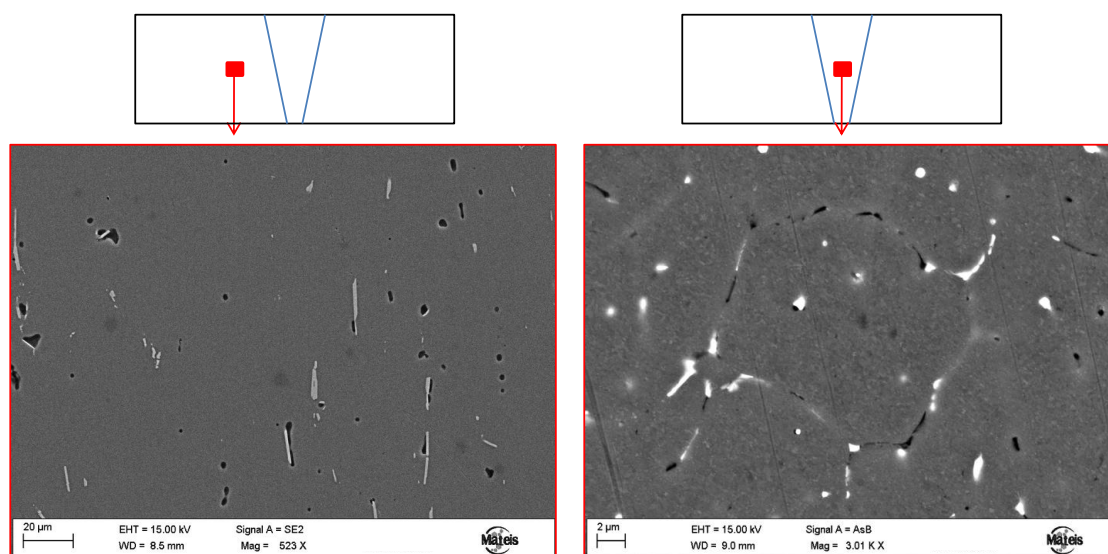


FIGURE 1.16 – Zoom sur les intermétalliques au fer et précipités grossiers dans le métal de base et la zone fondue.

Le second contraste que l'on remarque est engendré par la différence de taille de grain entre la ZF qui a subi une étape de solidification et la ZAT qui n'en a pas subi et qui conserve donc une taille de grain proche de l'originelle (pré-soudage). Les clichés présents en figure 1.17 permettent de discerner une variation importante de la taille de grain qui est de l'ordre de $200 \mu m$ dans la ZAT et submicrométrique dans la ZF.

Afin de compléter ces études sur section soudée, des mesures MEB ont été effectuées suivant une coupe longitudinale de la ligne de fusion et enrichies à l'aide d'analyses par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). Ces études ont été menées sur une ligne de fusion étroite (bas de la de celle effectuée à $0,9 \text{ m/min}$) afin d'obtenir des clichés montrant simultanément la structure granulaire de la ZF et ZAT. Lors de la solidification, la vitesse du front solide/liquide et l'ampleur des gradients de température ont une influence prépondérante sur la formation de la structure granulaire [REI 06]. Les travaux de Hunt [HUN 84] ont permis d'établir

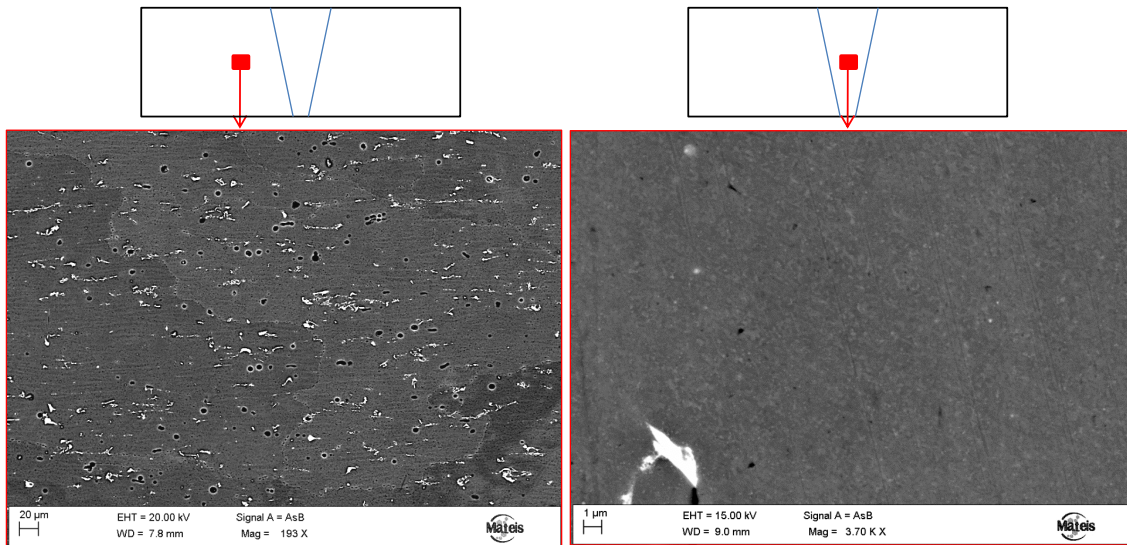


FIGURE 1.17 – Taille de grain dans la zone fondue et le métal de base. On remarque la présence de nombreux dispersoïdes/intermétalliques aux joints de grains dans le métal de base.

un critère analytique de transition colonnaire/équiaxe relativement simple. Pour des vitesses lentes et un gradient thermique important, une structure colonnaire se développe dans la direction du gradient tandis qu'en l'absence de gradient une structure équiaxe est générée. Dans notre cas (*cf.* fig. 1.18), on observe une structure de solidification intermédiaire dite « mixte » entre ces deux comportements extrêmes. Bien que la structure granulaire soit morphologiquement très différente entre la ZAT et la ZF, les analyses EBSD²⁰ en fig. 1.18 ne révèlent pas de texture particulière²¹ (ni de désorientation locale marquée : *cf.* annexes).

Bien que la modélisation de la structure de solidification soit importante pour la compréhension du comportement mécanique de la zone pâteuse et fondue, il n'en sera pas question dans ce travail de thèse. Pour plus d'informations sur ce type de modélisation le lecteur pourra se reporter notamment aux travaux de Rappaz et Gandin [RAP 93].

20. Ici représentée en IPF : rouge si (100) parallèle au plan normal à l'échantillon, vert pour (101) et bleu pour (111).

21. Orientation préférentielle du cristal par rapport à une direction macroscopique donnée.

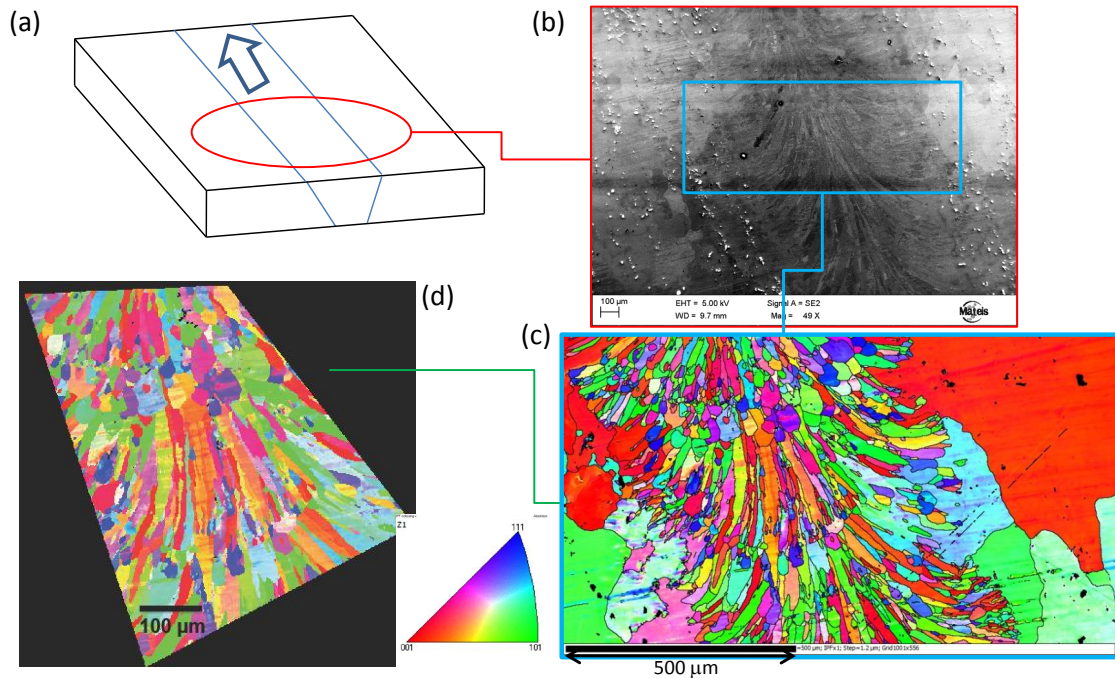


FIGURE 1.18 – (a) Illustration du prélèvement effectué sur une coupe longitudinale et (b) Cliché MEB associé. (c) Cartographie EBSD (pas $1,2 \mu\text{m}$) en représentation par figure de pôle inversée (IPF) et (d) zoom sur la zone fondue.

1.2.5 Mesures de dureté

Par sa simplicité mais aussi par sa sensibilité à l'état microstructural, la mesure de dureté représente un outil de choix pour caractériser un joint soudé indépendamment de l'état de contraintes résiduelles (relaxées lors de la découpe et du polissage). Il a donc été décidé d'effectuer, à l'aide d'une machine de microdureté BUEHLER OmniMet HMS semi-automatique présente au laboratoire MATEIS, une caractérisation mécanique de la section centrale (épaisseur 15 mm^{22}) d'une plaque soudée à $0,45 \text{ m/min}$ par mesure Vickers. Pour ces mesures, une charge de 300 g a été choisie afin d'obtenir des empreintes relativement faibles au vu de la taille de la zone fondue²³. Le temps d'indentation est de 10 s et la mesure est effectuée avec un objectif $\times 50$ (plus d'informations sont disponibles en annexes 1). La diagonale de l'empreinte d_{HV} pour le matériau de base est de l'ordre de $70 \mu\text{m}$ ce qui nécessite (cf. [FRA 1]) l'utilisation d'un espacement minimal entre mesures de l'ordre de $0,35 \text{ mm}$. Néanmoins, l'espacement choisi (cf. fig. 1.20) est de $0,40 \text{ mm}$ afin de disposer d'une marge de sécurité dans les zones où les empreintes sont plus importantes (ZF-ZAT).

22. Bien supérieure aux $1,5 \times d_{HV}$ conventionnellement préconisée [FRA 1].

23. Une charge plus faible aurait pu être prise mais afin d'obtenir des mesures fiables ce compromis a été choisi.

Afin d'avoir à disposition une caractérisation fine de la ligne de fusion, et au vu des faibles dimensions présentées sur la macrographie 1.14, il a été décidé d'effectuer des lignes transverses (9 dans l'épaisseur partant de 2 mm de la face supérieure) de 56 points. La cartographie obtenue est présentée en figure 1.20 ainsi que la schématisation des points de mesures associés.

Les mesures ont été effectuées sur une plaque soudée qui a été conservée au froid (au congélateur) après la ligne de fusion FE afin de ne pas influencer les résultats par une maturation à l'ambiante. Ainsi, comme le montre la figure 1.19, le profil de dureté obtenu post-soudage est typique d'une ligne de fusion d'un alliage d'aluminium à durcissement structural [GRO 96]. La ZAT mis en évidence par ces essais est de l'ordre de 7-8 mm près de la surface supérieure et d'environ 4 mm près de la face inférieure, l'ordre de grandeur de ces mesures de dureté sont en assez bon accord avec la littérature [SIM 06a, MAI 10].

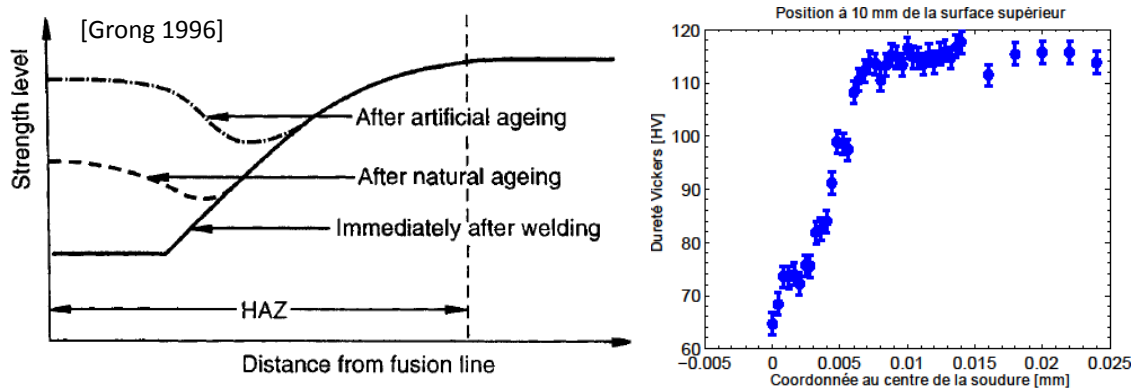


FIGURE 1.19 – (a) Profil de dureté typique d'un alliage Al-Mg-Si d'après [GRO 96] et (b) allure des résultats obtenus pour la ligne centrale de notre section (plus de détails en fig 4.10).

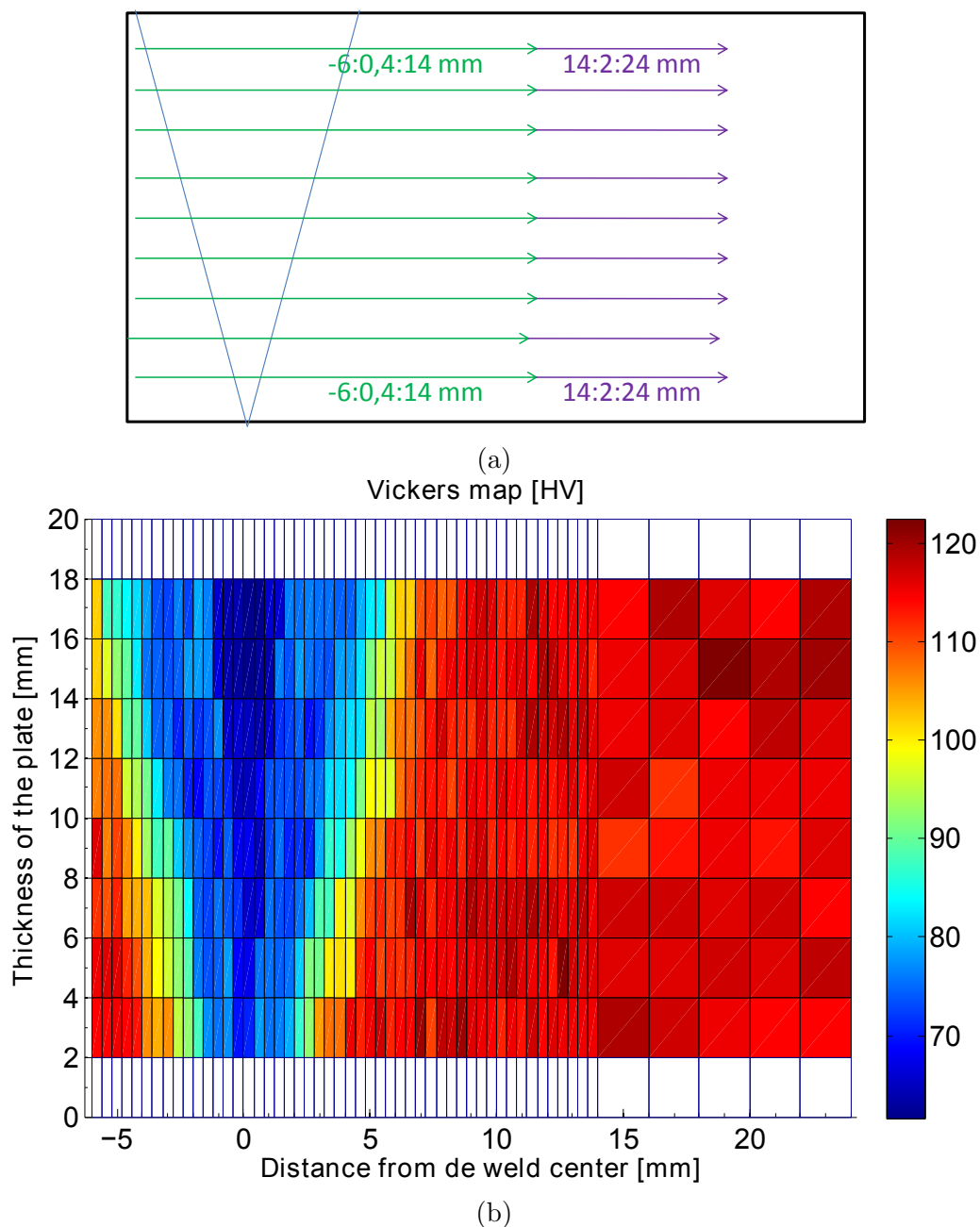


FIGURE 1.20 – (a) Points de mesures effectués (départ : pas : arrivée) (b) et représentation de la cartographie obtenue (l'intersection des lignes correspond aux points de mesures et la cartographie est l'interpolation de ces données).

1.3 Estimation des contraintes résiduelles

Les procédés de soudage sont souvent utilisés dans le secteur nucléaire afin d'assembler des pièces massives, or ce type de procédé induit dans ces assemblages un état de contraintes résiduelles qui peut s'avérer non négligeable. En l'absence d'une évaluation de cet état mécanique, pour un secteur aussi sécurisé que le nucléaire, les contraintes internes seront supposées égales à la limite d'élasticité, ce qui est très pénalisant pour un dimensionnement fin. Dans cette section, une estimation de cet état post-soudure sera effectué par diffraction de neutron afin de compléter la base de données thermomécanique déjà à disposition.

1.3.1 Origines des déformations et contraintes résiduelles

Les procédés de soudage causent un chauffage hautement non-uniforme des parties à assembler. Près de la soudure, la température peut parfois atteindre plusieurs milliers de degrés de façon très locale tandis que la chaleur va se diffuser progressivement dans le reste de la plaque qui était à température ambiante. Cet échauffement local suivi d'un refroidissement est à l'origine de changements volumétriques variés et non-uniformes spatialement, ce qui induit des déformations (et donc des contraintes) résiduelles. Considérons un corps composé de plusieurs petits éléments cubiques. Un chauffage uniforme de ces éléments va conduire à une expansion équivalente dans toutes les directions de tous ces éléments qui conserveront donc une taille homogène, ainsi il est aisé de les assembler afin d'obtenir un milieu continu et aucune contrainte résiduelle n'apparaîtra. A présent, si le chauffage de ces éléments est non-uniforme, chaque élément va se dilater proportionnellement à la variation ΔT de température ce qui rendra le respect de la continuité (équations de compatibilités) du matériau impossible à respecter sans l'introduction de contraintes ou de déformations d'incompatibilité. Si le matériau considéré est parfaitement élastique, chaque élément reviendra après refroidissement dans sa position initiale et aucune déformation résiduelle n'apparaîtra. Cependant, si lors du chauffage le matériau est siège de déformations plastiques, chaque élément de ce dernier tend à avoir une déformation finale proportionnelle à la quantité de déformations plastiques qu'il a subi. Ainsi, la présence de déformations (et donc de contraintes) résiduelles est inévitable [PIL 01].

Pour illustrer ceci, il est commode d'utiliser une modélisation uni-directionnelle comme en figure 1.21. Ce modèle comporte trois barres (A , B , C) de mêmes longueurs et mêmes compositions reliées par deux plaques rigides dont une encastrée. Si d'aventure un chauffage était effectué sur la barre B tout en conservant la température initiale sur les barres A et C , une dilatation contrainte de la barre centrale pourrait induire un état de compression plastifiant. Les poutres A et C ne « voient » chacune que la moitié de cet état de contrainte (mais en traction) et donc on peut supposer qu'elles n'auront pas plastifiées durant le chauffage (si tel était

le cas le raisonnement serait similaire, seules les positions finales recherchées par A et C seraient différentes du schéma 1.21). Ainsi, cette poutre B tendrait, en fin de refroidissement, à atteindre une longueur $L_0 - \epsilon^p.L_0$ tandis que les poutres A et C seraient à la recherche de leur état initial. Par équilibrage, une position intermédiaire serait trouvée causant la présence d'une déformation résiduelle globale.

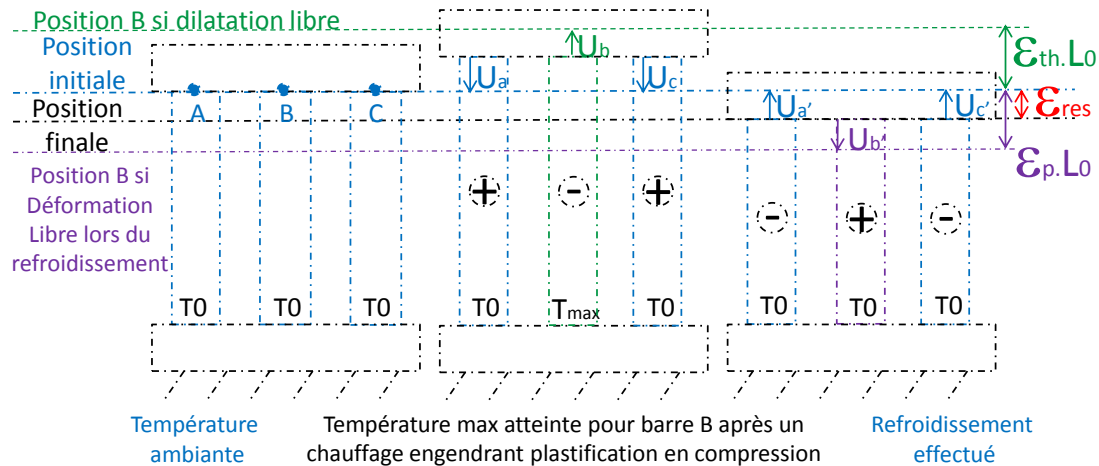


FIGURE 1.21 – Explication unidirectionnelle de l'origine des contraintes résiduelles pour un matériau homogène mais soumis à un gradient thermique.

Dans notre cas, il est beaucoup plus difficile d'avoir une idée intuitive de l'état de contraintes résiduelles dans le matériau. En effet, lors d'une opération réelle de soudage, la source de chaleur est non-uniforme, non seulement dans le plan mais aussi dans l'épaisseur, introduisant ainsi des gradients thermiques tridimensionnels. De plus, comme en témoigne la figure 1.8 notre matériau présente un comportement très dépendant de la température. Or, un raisonnement similaire à celui mené à l'aide de la figure 1.21 aurait pu être effectué et aurait mené aux mêmes conclusions pour un déplacement uniforme imposé avec une hétérogénéité de comportement des poutres. Lors du soudage, ces deux effets à l'origine des contraintes résiduelles (gradients thermiques et de propriétés) sont couplés.

1.3.2 Mesures de déformations résiduelles par diffraction de neutrons

Présentation du dispositif

Il existe plusieurs méthodes permettant d'estimer les contraintes résiduelles, on distingue généralement les méthodes destructrices [AUG 10] : méthode de la flèche, du trou incrémental... des méthodes non destructrices : diffraction

des rayons X (DRX)²⁴, diffractions des neutrons (DN), bruit Barkausen, ultrasons... [MON 12, AMA 07]. Dans ces travaux, le choix s'est porté sur les méthodes non destructrices, les méthodes ultrasons et du bruit Barkausen ont été immédiatement éliminées, à cause respectivement, de la distance caractéristique usuellement utilisée [BEL 8] entre points de mesures et la nature paramagnétique de l'aluminium [AMA 07]²⁵. Bien que la méthode de DRX soit classiquement la plus utilisée grâce à sa disponibilité sur des appareils de laboratoires [MON 12], le choix effectué ici s'est porté sur la DN qui permet de se dispenser des éventuelles erreurs engendrées par la nature très locale de la mesure DRX (hypothèse d'état de contraintes planes de la loi des $\sin^2 \psi$, algorithme de compensation de l'enlèvement de matière). Notons cependant que dans le cas de plaques minces (de l'ordre de 40 mm) en aluminium, un rayonnement synchrotron pourrait permettre une pleine pénétration tout comme la DN [MAL 08] (où la pénétration est de l'ordre de 300 mm dans l'aluminium [PIR op]).

Afin d'obtenir une base expérimentale thermomécanique complète et la moins biaisée possible, des mesures de déformations résiduelles par DN ont été effectuées à l'Institut Laue Langevin (ILL) de Grenoble sur l'instrument SALSA [PIR 06]. Cet instrument utilise un flux de neutrons élevé et les mesures sont peu affectées par le bruit de fond qui est faible sur cet instrument [ACE 12]. SALSA est un instrument de diffraction de neutrons conçu pour des mesures de déformations $\epsilon = (d_{hkl} - d_{hkl}^0) / d_{hkl}^0$, grâce à une détermination précise de la distance inter-réticulaire d_{hkl} qui joue le rôle de jauge de déformation pour un matériau sous contrainte [DRE 12]. Lorsqu'un flux de neutrons est projeté sur un matériau, chaque neutron est diffusé par les atomes de la cible. Ces neutrons diffusés interfèrent entre eux, et si les atomes de la cible sont ordonnés²⁶, alors les interférences peuvent être constructives dans certaines directions et l'on obtient ainsi un cône de diffraction (de demi-angle au sommet 2θ). Les angles 2θ qui permettent cette diffraction sont ceux qui respectent la loi de Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin(\theta) \quad (1.6)$$

D'après la loi de Bragg (eq. (1.6)) on voit (si l'on considère le premier ordre de diffraction $n = 1$ [WIT 07]) qu'il existe une relation unique entre la déviation 2θ et d_{hkl} ²⁷. Afin de mesurer la distance inter-réticulaire moyenne d_{hkl} d'un volume diffractant²⁸ (cf. figure 1.22) deux types de méthodes sont disponibles : « poly-

24. Pour des mesures en profondeur une séquence itérative enlèvement de matière/mesure peut être utilisée, on a donc à faire à une méthode destructive.

25. La méthode du bruit Barkausen est utilisable actuellement seulement pour des matériaux ferromagnétiques.

26. Un polycristal contient en tout point des domaines semblables à un monocristal (donc ordonné) que l'on nomme « cristallite » pour des poudres ou grain.

27. Un pic est présent pour l'angle 2θ s'il existe dans le cristal des plans espacés d'une distance $\lambda/2\theta$.

28. Intersection entre le faisceau primaire et de signal diffracté sélectionné par le collimateur secondaire.

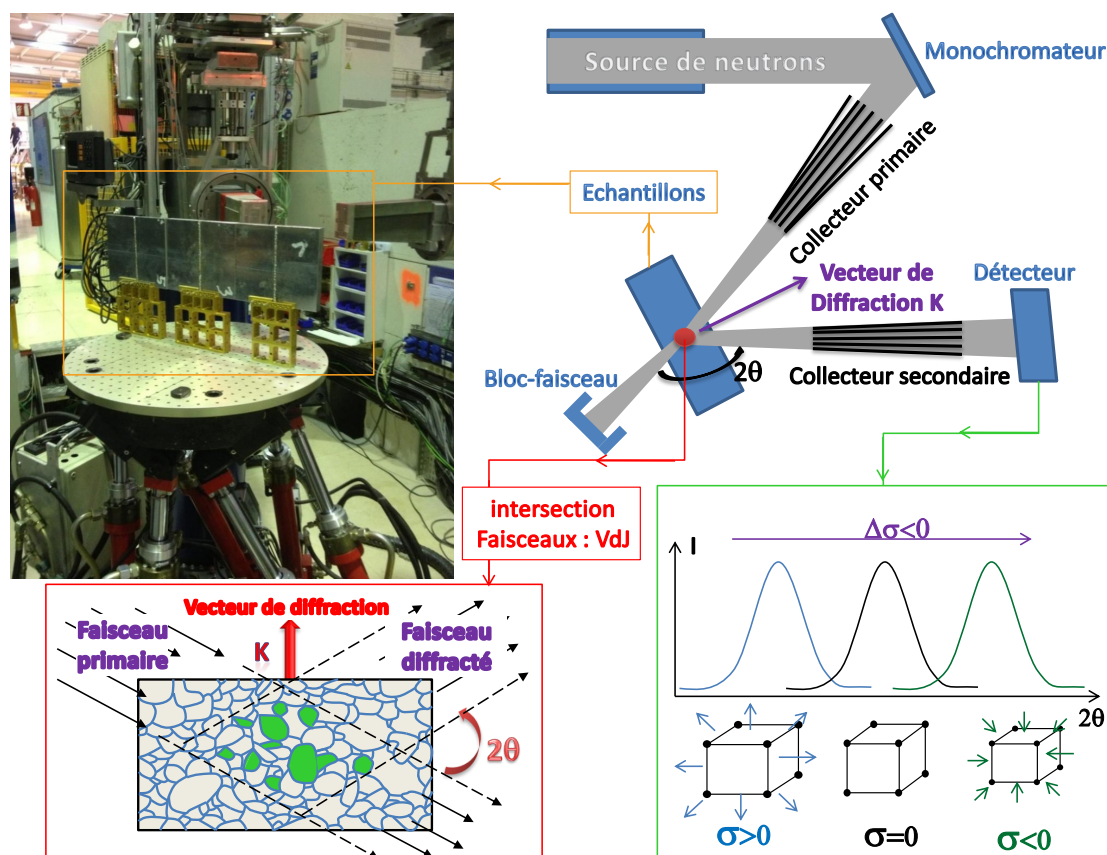


FIGURE 1.22 – Schéma de principe et photo du montage effectué sur SALSA. Illustration d'un zoom sur le volume de jauge (VdJ) où quelques grains sont en condition de diffraction, puis représentation de l'influence des contraintes sur la mesure de diffraction.

chromatic time of flight » et « monochromatic angular dispersive ». La première, particulièrement adaptée pour le suivi de transformation de phases, consiste à mesurer une multitude de pics de diffraction ainsi que la longueur d'onde par mesures dites « par temps de vol ». La deuxième méthode qui est utilisée sur SALSA, est bien adaptée aux mesures de contraintes macroscopiques, elle consiste à mesurer un pic de diffraction 2θ particulier avec une longueur d'onde monochromatique²⁹ [WIT 07] (ici environ 0,164 nm). Dans le cas où un seul pic de diffraction est enregistré, on choisit pour les matériaux CFC (cubique à face centré, comme l'aluminium) la famille de plans (311) car ils n'accumulent pas significativement de contraintes inter-granulaires durant une sollicitation et ont par conséquent un comportement représentatif de la matrice [WIT 07, DRE 12]. De plus, le pic de diffraction mesuré 2θ est proche de 90° (*cf.* fig. 1.23), ce qui permet d'obtenir un volume de jauge (VdJ)

29. Même faible, il existe toujours une petite dispersion engendrant un élargissement de pic.

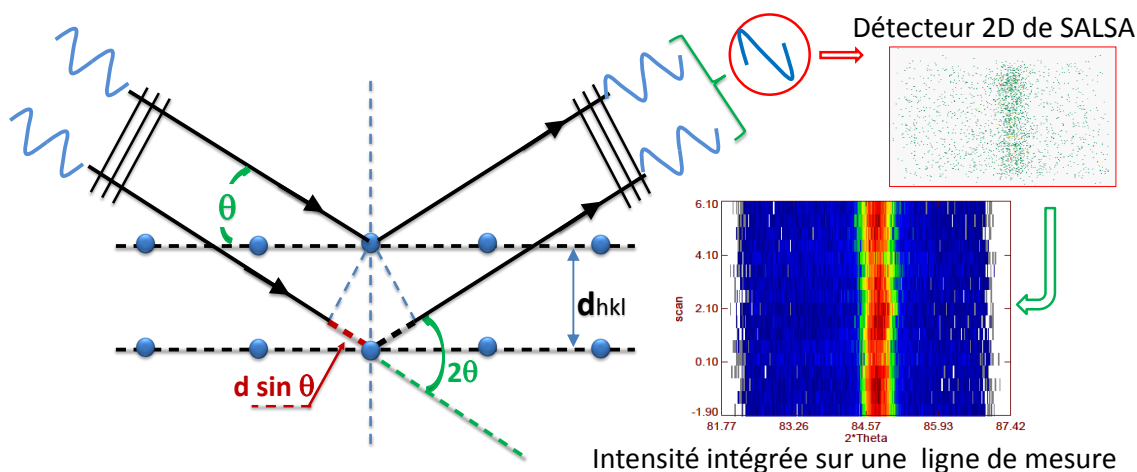


FIGURE 1.23 – (a) Illustration de la loi de Bragg et type de mesures obtenues sur SALSA : (b) intersection du cône de diffraction par le détecteur 2D et (c) intensité intégrée sur une série de points de mesures.

qui peut être assimilé à un parallélépipède rectangle. A partir de la position du pic de diffraction, une mesure de déformation moyenne sur le VdJ peut être effectuée et des contraintes peuvent être déduites. Les contraintes dont il est question ici sont des contraintes dites d'ordre I (l'échelle des milieux continus) : homogènes sur un ensemble de grains (*cf.* fig. 1.24).

Choix des mesures

Généralement, le vecteur de diffraction K (*cf.* figure 1.22), qui détermine la direction de mesure, est positionné dans trois directions orthogonales afin de déterminer la diagonale du tenseur des contraintes. Ici, les trois directions choisies sont longitudinale, transversale et normale à la ligne de fusion (fig. 1.25). En ce qui concerne le choix du VdJ, il dépend de plusieurs facteurs :

- tout d'abord des gradients auxquels on s'attend. Dans le cas des lignes de fusion présentées en fig. 1.14, la taille de la ZF est de l'ordre de 0,5 mm au pied du cordon, une section classique de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ pour le VdJ est donc à éviter le plus possible.
- Du temps de faisceau alloué. En effet, plus le VdJ sera petit, plus le flux de neutrons sera faible. Or, afin d'avoir un pic de diffraction statistiquement fiable le nombre de coups sur le détecteur (*cf.* fig. 1.23) doit être suffisamment élevé.

Pour les mesures présentées dans ce manuscrit ainsi que les phases de calibrations et d'alignements, le temps alloué pour la mesure dans trois plaques différentes (pour les trois vitesses de soudage effectuées) est de 5 jours. Au vu de l'étroitesse des diverses zones observées sur les macrographies en figure 1.14, une section de

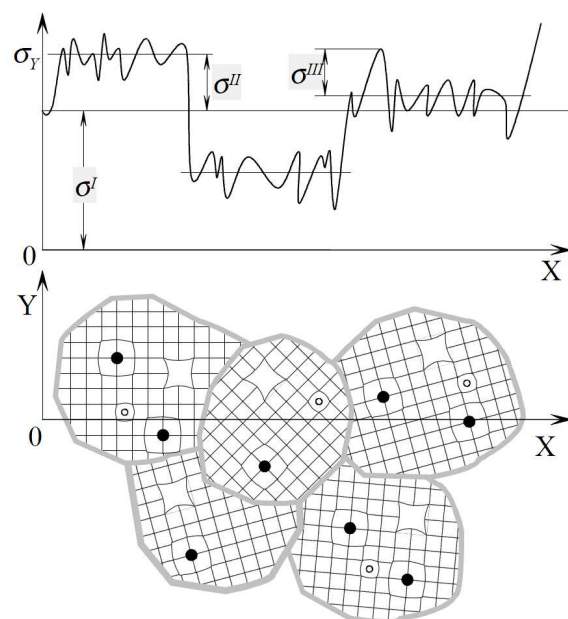


FIGURE 1.24 – Illustration des différents ordres de grandeurs des contraintes [PIL 01]. Ordre I : homogènes sur un très grand nombre de domaines (ici grains) du matériau (\approx mm), ordre II : homogènes à l'échelle d'un domaine (\approx μ m), ordre III : inhomogénéités/fluctuations à l'intérieur d'un même domaine (\approx nm).

VdJ³⁰ de $0,6 \times 0,6$ mm² a été choisie pour la mesure dans les directions normales et transversales³¹. Cette section étant très faible, le temps de comptage pour obtenir un pic de diffraction fiable est très long (de l'ordre de 30-40 min pour une seule direction), de plus, pour capter au mieux des gradients de déformation un recouvrement des points de mesure a été choisi (*cf.* fig. 1.25). Il a donc été choisi d'opter pour une hauteur de faisceau de 20 mm afin de réduire le temps de mesure. Au premier abord, cette dimension peut paraître importante, néanmoins dans les directions normales et transversales, la hauteur de faisceau coïncide avec la direction longitudinale du joint soudé (fig. 1.25). Ainsi, comme la mesure de déformation s'effectue au centre de la plaque (section transverse à la ligne de fusion) et que nous avons montré que dans cette zone la source de chaleur a un comportement stationnaire (fig. 1.13a) alors on peut s'attendre à une mesure de déformation quasi homogène dans cette zone pour un temps de comptage très raisonnable (de l'ordre de 7 min pour une direction). Pour la direction longitudinale, le choix de la section du VdJ est moins restrictif mais la hauteur du faisceau doit rester modérée et a donc été réduite à 15 mm (ce qui reste important dans cette direction), ainsi un VdJ de $2 \times 2 \times 15$ mm³ (fig. 1.25) a été choisi.

30. Donnée par le choix du collimateur de focalisation radial.

31. La résolution dans le sens transverse est donc d'environ 0,849 mm.

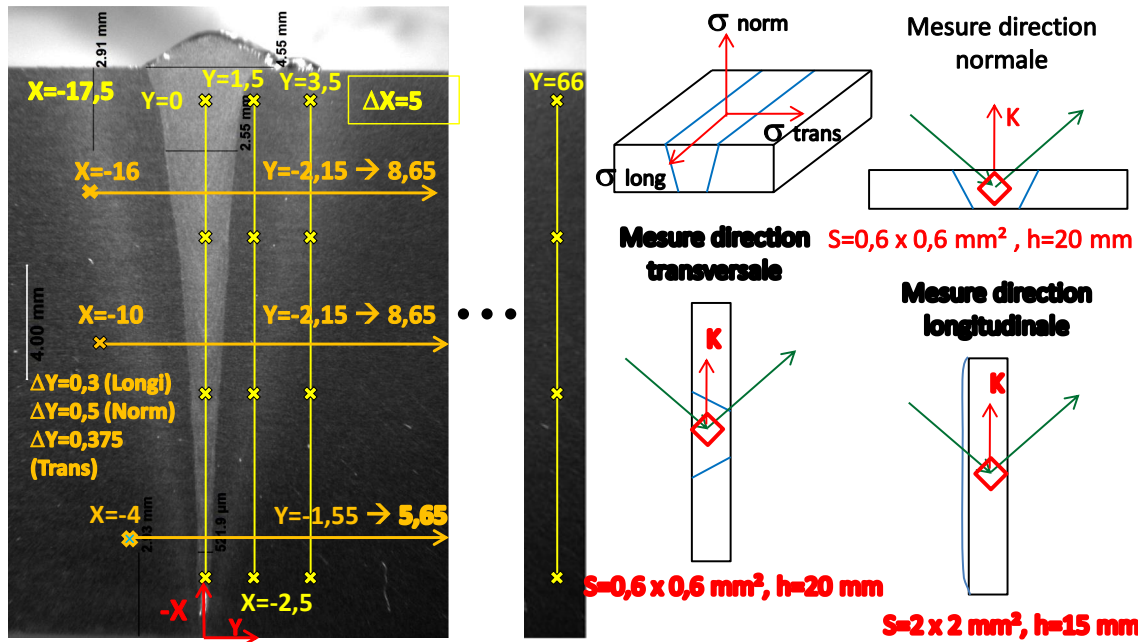


FIGURE 1.25 – (a) Illustration des points de mesures effectués pour les trois directions choisies et (b) représentation de la section du VdJ pour une orientation donnée.

Les choix précédemment effectués permettent d'obtenir un nombre de coups relativement correct pour des temps de mesure assez faibles. Ainsi, il a été décidé d'effectuer sur les trois plaques une centaine de points de mesure dans les trois directions, comme illustré en figure 1.25.

Les mesures obtenues sur le détecteur ont été ensuite analysées à l'aide du logiciel LAMP utilisé notamment sur la ligne SALSA [LAM] de l'ILL. Les mesures de diffraction sont intégrées (fig. 1.23) afin d'obtenir un pic de diffraction unidirectionnel ($I, 2\theta$) comme présenté en figure 1.22. A la suite d'une correction du bruit de fond³² un ajustement par une fonction gaussienne est effectué dont le centre nous donne la position 2θ . Pour la majorité des points de mesure, l'erreur engendrée par procédure d'ajustement (donnée par LAMP), est très faible. Cependant, dans la direction longitudinale, les premiers points de mesure ont montré des signaux diffractés faibles. Il a donc été décidé de procéder à des mesures plus courtes dans cette direction mais avec trois angles de rotation différents ($\pm 1, 5^\circ$) pour un même angle de diffraction, les mesures sont ensuite sommées et traitées normalement. Bien qu'une amélioration

32. Une correction linéaire est suffisante lors de la présence d'un pic très net mais pour des pics plus bruités une fonction bruit de fond est déterminée par sommation d'un grand nombre de mesures dans la configuration étudiée et extraction de la partie gaussienne du signal.

significative ait été remarquée, la qualité du signal de diffraction obtenue reste de moindre qualité par rapport aux directions transversales et normales. Ce constat a tout d'abord été attribué à une possible présence de texture mais les analyses EBSD effectuées ultérieurement (fig. 1.18) infirment cette hypothèse. La cause probable est un temps de comptage trop faible³³ (il est tout de même de 10 min) mais aussi, probablement, une influence de la croissance de grains colonnaires dans une direction privilégiée (fig. 1.18) qui rend la quantité de grains diffractant plus faible dans cette direction. Afin de compenser ces effets et d'obtenir des résultats de bonne qualité, une moyenne mobile à quatre points a donc été effectuée.

1.3.3 Mesures de déformations et estimation des contraintes résiduelles

Mesures de référence

Afin de mesurer la déformation élastique résiduelle $\epsilon = \Delta d_{hkl}/d_{hkl}^0$ au sein du matériau³⁴ une mesure de la variation de distance inter-réticulaire doit être effectuée dans la direction considérée. Or, dans le cadre de ces mesures sur le dispositif SALSA, il est également possible de faire cette mesure de déformation directement à partir des angles 2θ précédemment mesurés. En effet, ici, la longueur d'onde λ peut être considérée constante de telle sorte que l'on peut écrire par différentiation de la loi de Bragg [ACE 12, WOO 13] en eq. (1.6) (*cf.* annexe) :

$$\epsilon = -\frac{\Delta 2\theta}{2 \cdot \tan(\theta)} \quad (1.7)$$

où la quantité $\Delta 2\theta$ représente le déplacement du pic de diffraction par rapport à sa position $2\theta_0$ pour le même matériau (même composition locale) hors contraintes (*cf.* fig. 1.22). Bien entendu, cette définition représente une vision idéalisée de la mesure de déformation car il est très difficile, voire impossible, de pouvoir satisfaire ces exigences de façon stricte. Afin de s'approcher de la valeur de référence $2\theta_0$ au mieux et d'en déduire $\Delta 2\theta$, des mesures ont été effectuées sur une superposition de « peignes minces » (épaisseur d'environ 1 mm et largeur de peigne 1,5 mm) qui ont été découpés dans une section d'une plaque soudée (*cf.* figure 1.26). Cette structure en forme de peigne permet de relaxer les contraintes résiduelles (par l'introduction de bords libres) afin d'obtenir une référence qui s'approche au mieux d'un état sans contraintes. De plus, des mesures dans la ZF, la ZAT ainsi que le MB ont été effectuées pour s'affranchir au mieux des effets de variation de composition chimique³⁵. Lors de ces mesures, il a été observé une dilatation³⁶ du

33. Une panne intempestive de l'hexapode de SALSA a eu lieu durant les mesures empêchant un allongement de ce temps.

34. C'est cette déformation qui est source de contraintes dans le réseau.

35. Notamment les effets des atomes Mg et Si qui entrent dans la composition des précipités et qui ont un volume molaire supérieur à l'Al.

36. La fonction $\cotan(x)$ étant positive pour $x < \pi/2$ le signe de la déformation est opposé au

réseau lorsque l'on part du MB vers la ZAT (la dissolution des précipités induit dans la matrice une présence homogène de nombreux atomes de solutés) puis une légère compression entre la ZAT et ZF (la taille de grains plus faible ainsi que la possible présence de zones GP expliquent ce piégeage d'atomes de solutés et cette moindre dilatation par rapport à la ZAT).

Ces mesures de références ont donc été appliquées comme constantes dans la ZF et le MB et une interpolation³⁷ a été effectuée à toutes les positions des pics de diffraction dans la ZAT³⁸.

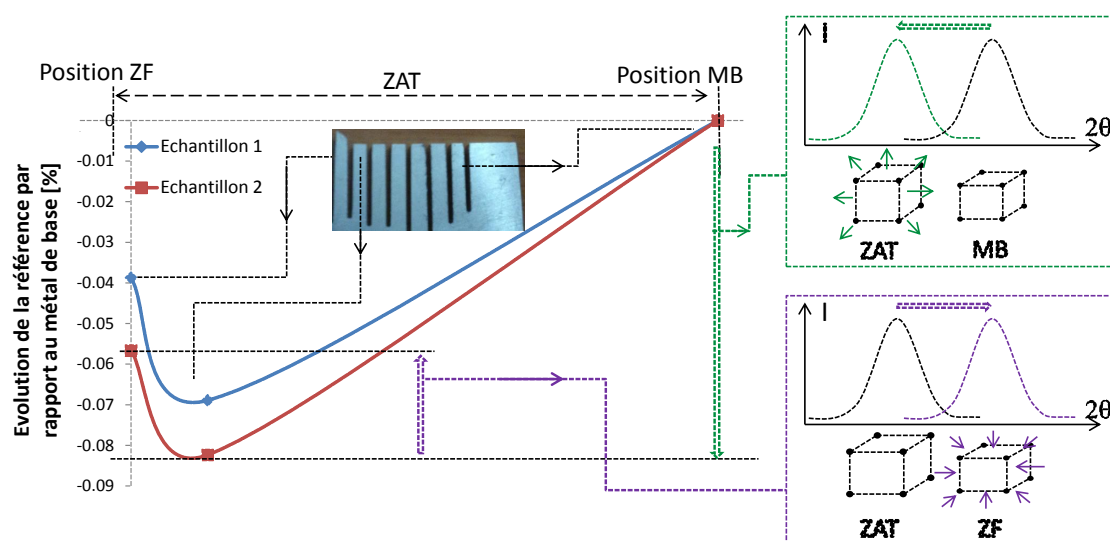


FIGURE 1.26 – Peigne utilisé pour la mesure de référence et schématisation de l'influence de la position de la mesure sur la valeur de l'angle de référence 2θ .

Résultats en déformations

La figure 1.27 représente des mesures de déformations résiduelles obtenues sur trois plaques soudées à des vitesses différentes. Il est important de noter que les barres d'erreurs présentés sur cette figure ne représentent que l'erreur engendrée par la procédure d'ajustement et non des diverses sources d'erreurs possible. En effet, l'erreur en déformation est déduite seulement de l'erreur d'ajustement sur la position du pic de diffraction fournie par le logiciel LAMP, et ceci à l'aide de la relation (1.8). Ainsi, on ne tient pas compte dans ces incertitudes :

- Des éventuels défauts d'alignement.

signe du déplacement du pic.

37. Par spline cubique naturelle.

38. Lors de l'interpolation une condition d'égalité entre le minimum interpolé et le minimum expérimental a été imposée.

- Des « défauts » de microstructure.
- De l'erreur engendrée par la résolution instrumentale.
- Et de l'état de contrainte qui est non totalement nul sur l'échantillon de référence.

$$E_{\epsilon(2\theta, 2\theta_0)} = \left| \frac{\partial \epsilon}{\partial 2\theta} \right| \cdot |E_{2\theta}| + \left| \frac{\partial \epsilon}{\partial 2\theta_0} \right| \cdot |E_{2\theta_0}| \quad (1.8)$$

Les déformations résiduelles présentées en figure 1.27 sont celles obtenues sur les trois différentes plaques pour trois directions de mesure³⁹. Par souci de concision, toutes les mesures effectuées sont présentes en annexes (fig. A.12 et A.13), il n'est présenté ici que les mesures obtenues pour la ligne transverse à mi-épaisseur (1.27a, 1.27b, 1.27c) ainsi qu'une mesure loin de la ligne de fusion dans la direction longitudinale (avec un balayage selon l'épaisseur).

A la vue des résultats sur une ligne de mesure transverse, on peut tout d'abord se satisfaire d'une relative bonne symétrie par rapport au centre du cordon. On note également sur les différentes courbes de la figure 1.27 un relatif bon encadrement des résultats pour la tôle soudée à 0,72 m/min par les tôles soudées à 0,45 m/min et 0,9 m/min. Ces premiers éléments permettent d'ores et déjà de vérifier une certaine cohérence dans l'obtention des données par diffraction. De plus, la décroissance des contraintes longitudinales proche du centre du cordon semble être en parfait accord avec les travaux de Sonne *et al.* [SON 13] qui ont identifié ce type d'effet à la dissolution de précipités dans un alliage de la série 2XXX.

Ensuite, on remarque tout d'abord en figure 1.27 (ainsi que sur les figures en annexe A.12) une amplitude de déformation dans la direction normale qui peut pratiquement être assimilée à un état de déformation nulle, et ce, hormis au voisinage de la transition ZAT-MB (*cf.* table A.4 en annexe). Dans la direction de mesure longitudinale, on part d'un état de déformation très proche de zéro, loin de la ZAT, vers un état de plus en plus en traction au fur et à mesure que l'on s'approche de la ZF, puis une diminution de l'état de traction dans cette dernière. Enfin, pour la direction transversale, on a au centre de la ligne de fusion un état de légère compression qui devient un état de traction à la frontière ZAT-MB et qui ensuite va tendre à revenir proche de zéro (fig. 1.27d).

A la vue des données que l'on peut trouver dans la littérature [ZAI 09, PIL 01], l'allure de ces résultats semble très proche d'un comportement observé lors du soudage de plaques minces. Par exemple, dans leurs travaux, Zain-Ul-Abdein *et al.* [ZAI 09], présentent des simulations éléments finis du soudage laser d'une plaque d'AA6056. Bien que ne portant pas sur un procédé strictement similaire, les résultats de leur étude (fig. 1.28), montrent des courbes de contraintes résiduelles relativement similaires aux courbes de déformations élastiques présentées ici (liées par la loi de Hooke). On peut ainsi accorder une relative justesse aux mesures de pics de diffrac-

39. La sommation de ces trois composantes nous indique aussi l'état de dilatation locale.

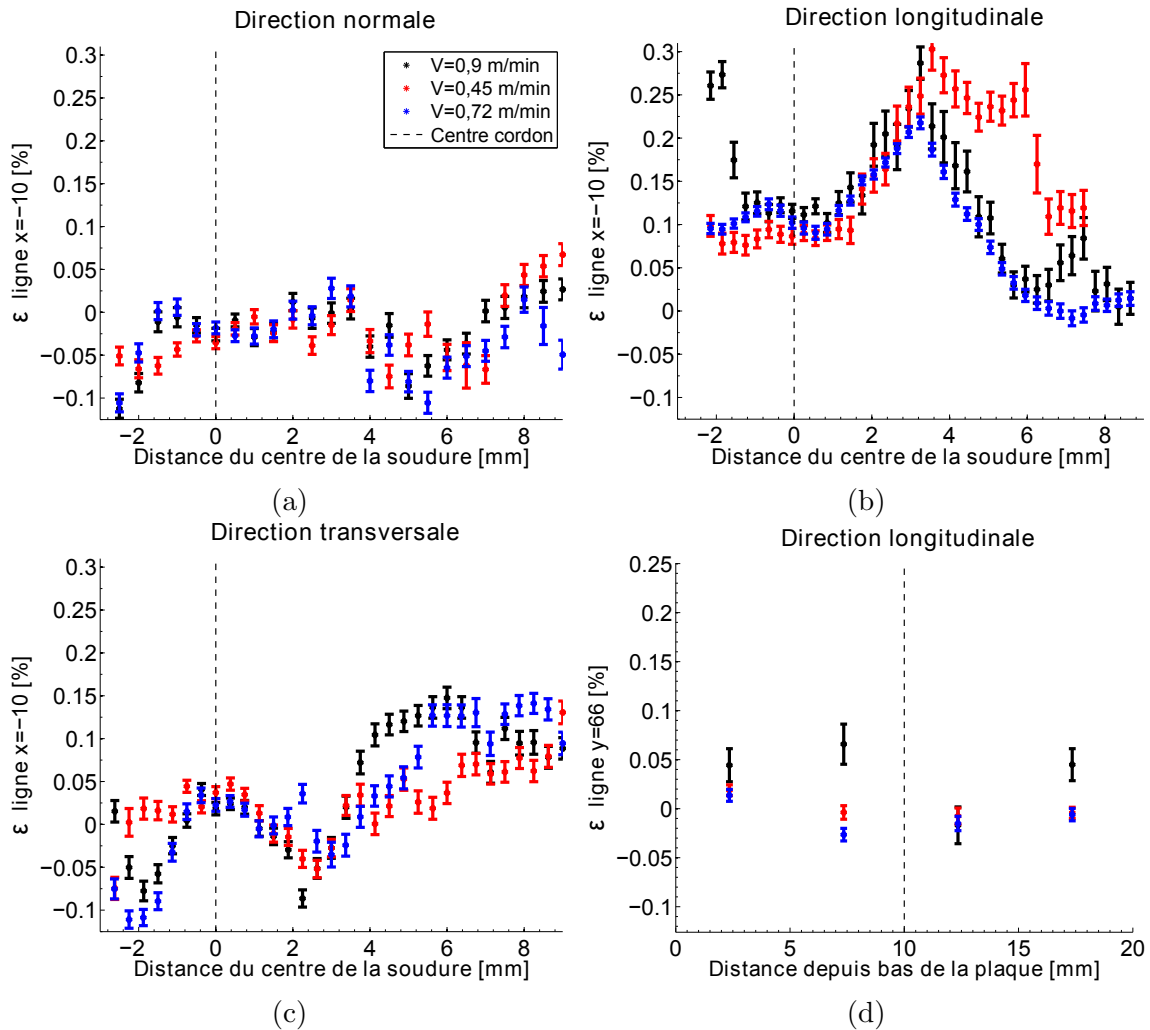


FIGURE 1.27 – Exemple de mesures de déformations obtenues par diffraction de neutrons.

tions obtenus ainsi qu'à la mesure de référence⁴⁰.

Estimation des contraintes

Des mesures de déformations⁴¹ ont été réalisées dans trois directions orthogonales en plusieurs points du joint soudé. Ce choix n'est pas anodin car il permet également d'obtenir des informations sur le niveau de contraintes résiduelles dans le matériau. En effet, à l'aide de la loi de Hooke en eq. (1.9) il est possible de déterminer la diagonale du tenseur des contraintes σ_{ij} par la seule connaissance

40. Un raffinement pourrait néanmoins être effectué en comparant le vecteur contrainte près d'un bord libre avec sa valeur théorique nulle.

41. Qui sont des déformations élastiques car il s'agit de la dilatation/compression du réseau.

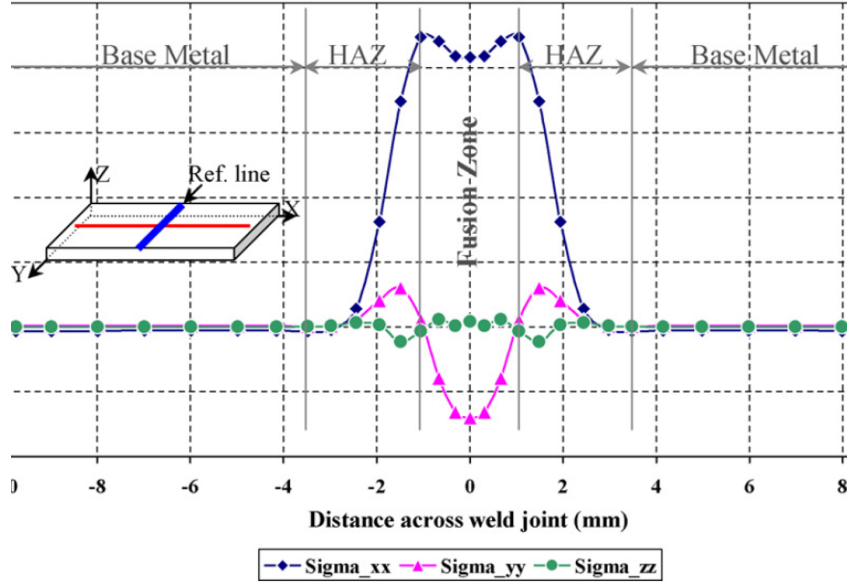


FIGURE 1.28 – Profil de contraintes résiduelles simulé par Zain-Ul-Abdein *et al.* [ZAI 09] pour des plaques d'aluminium AA6056.

des coefficients de Lamé (λ , μ) de l'alliage considéré et des déformations dans les directions longitudinales, normales et transversales :

$$\sigma_{ij} = \lambda \cdot \epsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \epsilon_{ij} \quad (1.9)$$

Dans le cas général, les composantes de cisaillements de σ_{ij} ne peuvent pas être déterminées avec seulement trois composantes de déformations orthogonales⁴². Les résultats en contraintes présentés en annexes (fig. A.14 et A.15) sont donc uniquement les composantes normales σ_{xx} , transversales σ_{yy} et longitudinales σ_{zz} mais ces informations sont déjà très importantes car il s'agit des directions où les contraintes sont généralement les plus élevées [PIL 01].

Bien que les résultats en contraintes soient déduits des déformations, il convient de remarquer que ce passage ne se fait pas sans ajout d'éventuelles erreurs, bien au contraire. En mécanique des milieux continus, on lie dans le domaine élastique la contrainte d'ordre I à une déformation macroscopique en faisant fi des types de plans cristallographiques sollicités. Or ici, la mesure de déformation est effectuée sur une famille bien déterminée (et seulement sur cette famille) de plan cristallins (311) puis est reliée à l'aide de la relation de Hooke à une contrainte macroscopique sous l'hypothèse que le cristal a le même module d'élasticité lors d'une déformation (311) que pour une déformation macroscopique (on néglige l'anisotropie de la structure CFC). Afin de lever cette hypothèse, une mesure des constantes élastiques

⁴². Hormis si l'on se trouve dans le repère principal ou en faisant des hypothèses menant dans un état où la matrice σ_{ij} est diagonale comme dans [DRE 12].

radio-cristallographiques [DAK 06] pourrait être effectuée afin d'améliorer le module d'élasticité pour une déformation de plans (311). Remarquons cependant que la famille de plans (311) a notamment été choisie pour son assez bonne corrélation avec le module d'élasticité macroscopique [WIT 07].

La seconde source d'erreur pour la détermination des contraintes résiduelles provient directement de la sommation par la loi de Hooke (1.9). Pour une direction de déformation donnée, il arrive de rencontrer une rangée de points R_i dont la mesure peut être aberrante or la sommation $\epsilon_{kk}\delta_{ij}$ va avoir pour effet de propager l'erreur d'une direction de déformation à toutes les directions de contraintes. Si cet effet se produit sur plusieurs petites portions R_i il est possible que la gamme de mesures de contraintes inexploitable⁴³ devienne non négligeable dans toutes les directions. De plus, la loi de Hooke engendre une sommation de déformations obtenues avec deux collimateurs différents et donc deux résolutions/VdJ non similaires ce qui peut donner une interprétation biaisée à la valeur moyenne obtenue.

C'est ce qui explique pourquoi il est préférable de s'intéresser aux mesures de déformations résiduelles plutôt qu'aux contraintes. Les résultats en contraintes sont tout de même présentés en annexes (fig. A.14 et A.15) afin d'identifier les ordres de grandeurs mis en jeu. Sur ces figures, on remarque pour les scans transverses (ceux ayant le plus de points et donc les plus fiables) que les contraintes résiduelles sont plutôt faibles par rapport à la limite d'élasticité de l'alliage 6061-T6 : en moyenne de l'ordre de 50 et 150 MPa dans la ZF et la ZAT. Néanmoins, comme nous le verrons dans la suite de ce travail, les limites d'élasticité locale sont grandement affectés par la modification de l'état de précipitation et l'ordre de grandeur mesuré est donc tout proche de la limite d'élasticité.

1.4 Synthèse

La première partie de ce chapitre a permis de présenter à la fois la séquence de précipitation mais aussi les propriétés mécaniques de l'alliage 6061-T6 (à l'ambiante et en température). Cette étude bibliographique permet d'avoir tous les éléments de compréhension nécessaires pour aborder le coeur de ce chapitre sur l'étude expérimentale du soudage FE. L'exploitation des données expérimentales, ainsi que l'étude de la littérature sur le sujet, ont permis de mettre en avant toute la complexité d'une opération de soudage et des conséquences induites pour ce type d'alliage. D'un point de vue thermo-mécanique ce procédé met en jeu de hautes températures, des cinétiques rapides, ainsi que des gradients importants qui sont sources de contraintes résiduelles dans les plaques soudées. D'un point de vue microstructural, le soudage FE induit des gradients de précipitation, la dissolution d'intermétalliques ainsi qu'une cristallisation complexe.

Une mesure des cinétiques thermiques sur les faces supérieures/inférieures des

43. Intersection des R_i .

plaques soudées, couplée à des analyses microstructurales, permettent d'obtenir une base de données expérimentales suffisamment importante pour modéliser l'évolution du champ de température dans la ligne de fusion. Ces analyses serviront de base pour des simulations Eléments Finis (EF) présentées dans le prochain chapitre.

En complément de ces analyses, des mesures de déformations résiduelles ainsi que de dureté ont été effectuées. Ces mesures serviront de base de validation pour les modélisations thermo-mécaniques développées dans le cadre de la simulation du soudage de RJH et notamment les applications effectuées aux chapitres 2 et 3.

Chapitre 2

Simulation du soudage et prévision de l'état microstructural

Dans ce chapitre, l'opération de soudage FE présentée en chapitre 1 sera simulée par une approche de type éléments finis. Les limites de l'approche microstructurale actuellement disponible dans ces logiciels seront présentées et permettront de présenter une des problématiques de cette thèse. Ensuite, une modélisation de l'état de précipitation et son couplage avec les éléments finis seront présentés et appliqués à l'alliage d'aluminium 6061.

Sommaire

2.1	Modélisation et simulation numérique du soudage	53
2.1.1	Introduction	53
2.1.2	Modélisation thermique utilisée et résultats	54
2.1.3	Limitation des simulations actuelles	61
2.2	Etat de la précipitation post-soudage	68
2.2.1	Données à disposition	68
2.2.2	Procédure d'ajustement et résultats de DNPA	69
2.3	Modélisation de l'état de précipitation	75
2.3.1	Modélisation retenue	75

2.3.2	Le logiciel PreciSo et la précipitation de bâtonnets	76
2.3.3	Calibration et résultats	83
2.3.4	Couplages précipitation-diffusion chimique par Volumes Finis	86
2.4	Synthèse	92

2.1 Modélisation et simulation numérique du soudage

2.1.1 Introduction

La modélisation des procédés de soudage est très complexe car elle fait intervenir de façon couplée de nombreux phénomènes physiques [DEB 95] à diverses échelles [HAM 08] :

- l'échelle macroscopique qui consiste à étudier l'histoire thermomécanique de la pièce complète afin d'en déduire les contraintes et distorsions résiduelles.
- L'échelle mésoscopique qui porte sur les divers couplages intervenant dans la formation et la dynamique de la zone fondue.
- L'échelle microscopique où l'enjeu est d'arriver à prédire les microstructures de solidification et les éventuels changements de phases.

Face à cette complexité, la simulation numérique du soudage est régulièrement divisée en plusieurs thématiques qui sont liées aux différentes zones que l'on trouve dans une soudure : zone fondue (ZF), zone de transition (ZT) et zone affectée thermiquement (ZAT).

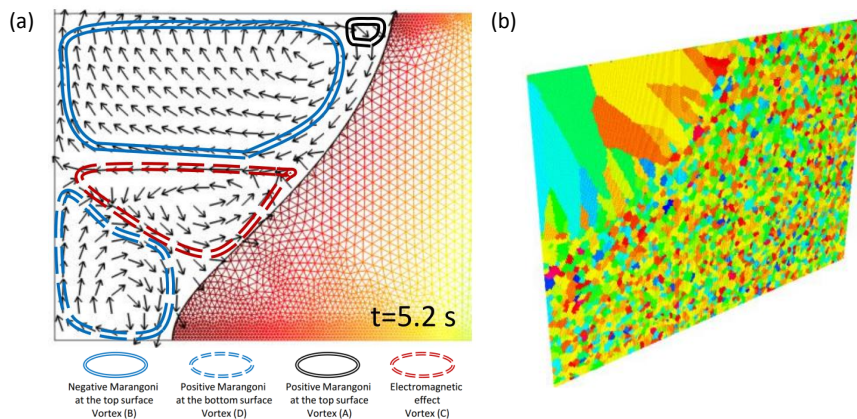


FIGURE 2.1 – Simulation des mouvements du bain fondu pour un procédé GTA (Tungsten Inert Gas) [TRA 11] et des structures de solidification obtenues après un soudage par point [AMI 13a] par le modèle CAFE [RAP 93].

Pour la simulation du bain de fusion, on fait appel à de nombreuses disciplines dont la mécanique des fluides, les transferts thermiques, la chimie¹ et l'électromagnétisme [DEB 95, HAM 08, BRO 09, TRA 11]. Le but recherché dans ce genre de modélisation est de comprendre l'importance relative des effets de convection naturelle, courant de Marangoni² et forces électromagnétiques³ afin de

1. Effets des gradients de concentration sur le gradient d'énergie d'interface en surface.
2. Dû à un gradient de tension superficielle en surface du bain.
3. Force de Lorentz en l'occurrence.

déterminer la forme et la position du bain fondu ainsi que la quantité d'énergie absorbée qui sera transférée par conduction dans la pièce. Pour la ZT, diverses applications (un exemple fig. 2.1) ont été effectuées afin de simuler les structures de solidification lors du soudage [MIL 12, AMI 13a] (à l'aide du CAFE-model [RAP 93]) et la transition de loi de comportement entre métal de base et ZF [SUE 82, DRE 94, GIR 10, AMI 13b].

Dans le cadre du soudage du caisson du RJH, les phénomènes intervenants dans la zone pâteuse ont été étudiés dans les travaux d'E. Giraud [GIR 10] et ne seront pas abordés ici. De plus, dans ces travaux, la prédiction de la forme/position de la ZF ne sont pas des paramètres recherchés. Le choix de modélisation qui a donc été fait est d'utiliser l'approche classique de source de chaleur équivalente comme dans les travaux de [GOL 84, DEP 04, ZAI 09, ZAI 10a, DAR 12]. Ce choix permet de diminuer grandement les couplages mis en jeu car la modélisation de la dynamique du bain fondu est remplacée par une source de chaleur volumique équivalente. Cette source doit donc être « recalée » à partir d'essais de soudage instrumentés afin d'obtenir une taille de ZF et une quantité de chaleur apportée à la pièce similaire au cas réel.

2.1.2 Modélisation thermique utilisée et résultats

Problème thermique considéré

L'objectif de la simulation numérique du soudage présentée ici est d'être capable de prédire le champ de température dans toute la plaque soudée. Pour cela, une approche de source de chaleur équivalente a été choisie. Ce type de méthodologie permet de ramener le problème très complexe de modélisation du bain fondu à un problème de conduction thermique (moyennant ce recalage d'une source équivalente). Ainsi, ce problème de transfert dans le domaine Ω peut se modéliser par l'équation de conservation de la chaleur suivante :

$$\rho(T).C_p(T).\frac{\partial T}{\partial t} - \text{div}(\lambda(T).\text{grad}T) - Q_i = 0 \quad (2.1)$$

où ρ , C_p , λ et Q_i sont respectivement la masse volumique [kg.m^{-3}], la chaleur spécifique massique [$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$], la conductivité thermique [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$] et une source interne de chaleur [W.m^{-3}] qui sera la source de chaleur équivalente imposée. Cette équation peut également s'écrire en fonction de l'enthalpie massique du matériau :

$$H(T) = \int_{T_0}^T C_p(u)du \quad (2.2)$$

$$\frac{\partial(\rho(T).H(T))}{\partial t} - \text{div}(\lambda(T).\text{grad}T) - Q_i = 0 \quad (2.3)$$

Ici, il s'agit bien de résoudre un problème de conduction de la chaleur dans la plaque soudée. Néanmoins, les conditions aux limites imposées (pertes de chaleur)

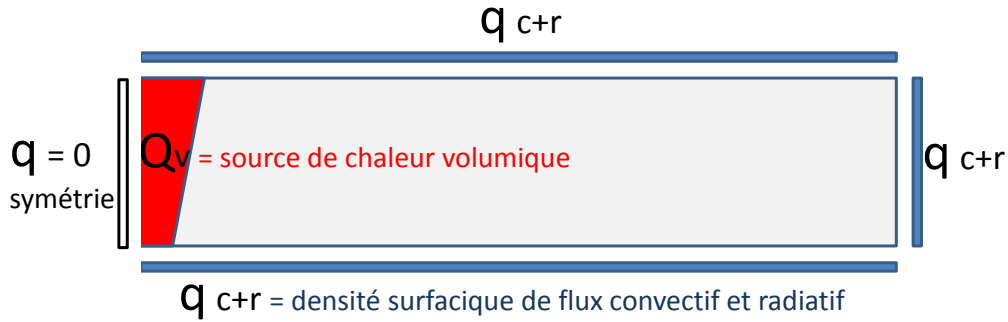


FIGURE 2.2 – Schématisation des conditions limites et du chargement.

sont de nature convective (lorsque le vide est coupé) et radiative, de telle sorte que la densité de flux imposée $q_{conv+rad}$ sur la normale à la surface sortante à la pièce s'écrit :

$$q_{conv+rad}(T) = h_{conv}(T) (T - T_{ch}) + \sigma_{SB} \Xi (T^4 - T_{ch}^4) \quad (2.4)$$

Où, si l'on écrit sous la forme d'un coefficient d'échange équivalent⁴ on a :

$$q_{eq}(T) = B(T) (T - T_{ch}) \quad (2.5)$$

avec :

$$B(T) = h_{conv}(T) + \sigma_{SB} \Xi (T + T_{ch}) (T^2 + T_{ch}^2) \quad (2.6)$$

où T , T_{ch} , h_{conv} , σ_{SB} et Ξ représentent respectivement la température au point considéré [K], la température de la chambre sous vide⁵[K], le coefficient de convection avec l'air [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$] lors de la coupure du vide, la constante de Stefan-Boltzmann = $5,67.10^{-8} \text{J.K}^{-4}.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ et le coefficient d'émissivité de la surface. Dans cette étude, le coefficient de convection h_{conv} peut être considéré indépendant de la température car le soudage s'effectue sous vide et la convection n'a donc lieu qu'à basse température lors de l'ouverture de la chambre sous vide jusqu'à la température ambiante.

Dans le cas d'un alliage, la capacité thermique⁶ subit, entre la température de solidus et de liquidus⁷ ($587^\circ\text{C}/644^\circ\text{C}$ [ZAI 09]) une discontinuité (*cf.* figure 2.3) qui est associée à la chaleur latente L_f^m de fusion⁸ qui peut être introduite dans le problème par l'intermédiaire du terme (2.7) à l'intérieur de l'équation (2.2).

$$H_{S-L} = f_S \cdot L_f \quad (2.7)$$

4. Souvent nécessaire pour une introduction aisée dans un logiciel éléments finis (EF).
5. Donnée par la mesure initiale des thermocouples.
6. Energie à fournir pour élever la température du corps
7. Pour un corps pur ceci se passe à la température de fusion.
8. Energie à fournir pour franchir la température de changement de phase.

Dans cette équation (2.7), f_s représente la fraction volumique de solide et L_f la chaleur latente massique de fusion. Dans le cadre d'un alliage d'aluminium L_f est de l'ordre de 4.10^5 J.kg^{-1} [ZAI 09, GAN 00]. La prise en compte de ce phénomène peut être traitée par une méthode dite de « C_p équivalent » mais une formulation enthalpique est à présent disponible dans les logiciels EF commerciaux et permet d'éviter de « manquer » cette discontinuité⁹ (fig. 2.3) et de résoudre les problèmes de convergence induits par la première formulation¹⁰.

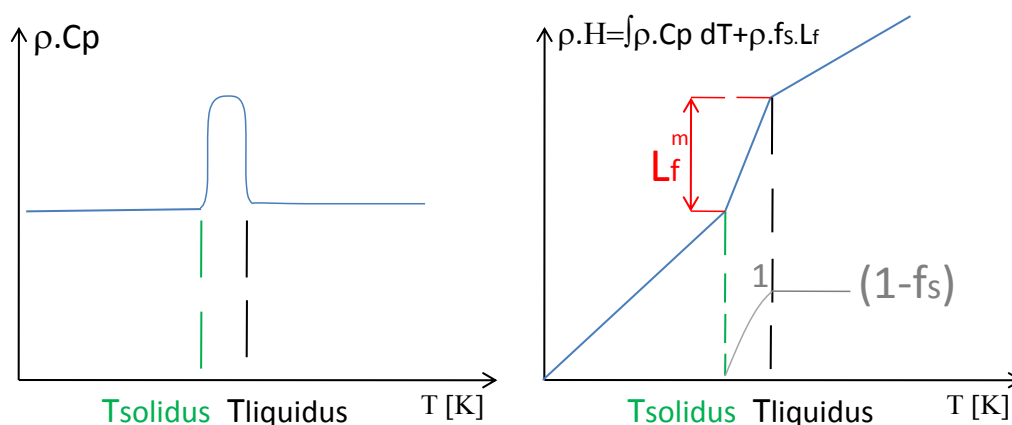


FIGURE 2.3 – Illustration de l'équivalence de la formulation enthalpique par rapport à la méthode « C_p équivalent » (figures schématiques).

La formulation faible utilisée est donc celle liée à l'équation (2.3). La discrétisation par EF permet de montrer que la résolution de ce problème revient à résoudre un système différentiel du type [HAM 08] :

$$[C] (\dot{H}) + [K] (T) = (F) \quad (2.8)$$

Bien que l'on ait à faire à un problème transitoire non-linéaire, la résolution de ce système peut s'effectuer à présent sans grandes difficultés à l'aide d'un schéma différences finies de type Euler implicite¹¹ puis d'une résolution couplée Newton-Raphson¹²/gradient conjugué.

Modèle éléments finis

La résolution du problème décrit précédemment a été effectuée à l'aide du logiciel EF Sysweld[®] (utilisé par Areva) et est inspirée des travaux de Zain-UI-Abdein [ZAI 09, ZAI 10a, ZAI 11]. Le procédé de soudage FE induit dans et

9. Par un pas de temps pas suffisamment faible.

10. Passage difficile de la discontinuité.

11. Inconditionnellement stable qui autorise donc l'utilisation de pas de temps importants, si besoin.

12. Ici BFGS pour améliorer la robustesse de la résolution.

Température [°C]	ρ [kg.m ⁻³]	C_p [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	λ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]
25	2680		
50	2680	920	206.6
100	2670	930	208.3
150	2660	950	210.3
200	2650	970	210.3
250	2630	990	210.9
300	2620	1010	208.6
350	2610	1020	205.6
400	2600	1040	201.9
450	2590	1060	197.5
500	2580	1080	190
550		1110	182.8

TABLE 2.1 – Propriétés matériaux utilisées pour la simulation du soudage [SIM 06b].

près de la ZF de forts gradients thermiques, une forte densité de mailles est donc exigée afin de capter correctement l'évolution du champ thermique dans cette zone. Loin de la ZF une densité d'éléments moins importante peut être utilisée, néanmoins afin de ne pas obtenir une interpolation grossière, la décroissance de cette densité ne doit pas s'effectuer de manière abrupte. Un maillage progressif a donc été effectué à l'aide d'une majorité d'éléments hexaédriques à 8 noeuds ainsi que quelques éléments prismatiques à 6 noeuds nécessaires à cette progressivité. Ensuite, une étude de convergence permet de choisir la taille de maille afin d'obtenir des temps de calculs et des tailles de fichiers raisonnables sans trop compromettre les résultats. Le maillage retenu est présenté en figure 2.4, il se compose de 519565 éléments et de 487321 noeuds. L'élément le plus petit a comme dimensions 0,5 mm × 0,5 mm × 0,5 mm dans la ZF. Ce maillage a été choisi particulièrement fin pour obtenir une bonne description de la ZF dans le pied de la ligne de fusion afin d'avoir des comparaisons fiables avec les macrographies (cf. fig. 2.5).

La connaissance des propriétés matériaux et constantes intervenant dans les conditions limites est cruciale afin d'obtenir de bons résultats avec le modèle numérique. Les données matériaux ont été obtenues par l'intermédiaire des travaux de A. Simar et al [SIM 06b] (cf. table 2.1) et le coefficient de convection ainsi que l'émissivité ont été déduits des travaux de Zain-Ul-Abdein [ZAI 10a] sur l'alliage 6056 :

- $h_{conv} = 0$ sous vide et 15 W.K⁻¹.m⁻¹ sous air.
- $\Xi = 0,08$ (surface polie).

Une fois le maillage et les propriétés matériaux définis, il convient de déterminer le modèle de source de chaleur équivalente à utiliser afin d'être le plus représentatif

du procédé, c'est à dire avoir un apport de chaleur correct et donc représenter correctement la ZF et les températures des thermocouples. Au vu des macrographies en figure 1.14, le modèle de source de chaleur choisi est celui d'une source volumique conique 3D (*cf.* figure 2.5) proposée dans les travaux de Zain-Ul-Abdein [ZAI 10a] pour le soudage laser. La puissance nette Q_0 absorbée par la plaque est donnée par la relation classique :

$$Q_0 = \eta UI = \int_{\Omega} Q_V dV \quad (2.9)$$

où U , I , Q_V représentent respectivement la tension [V] et l'intensité [A] du dispositif de soudage puis la puissance volumique totale apportée [W.m^{-3}] distribuée dans le volume d'application. Le rendement η représente la perte d'énergie intrinsèque au dispositif de soudage mais aussi la perte engendrée par les mouvements du bain fondu, la réflexion de la pièce, la chaleur transmise hors de la plaque¹³... etc. Pour ce modèle de source équivalente, la puissance volumique réellement absorbée dans la plaque Q_V peut s'écrire en fonction de la puissance volumique maximale de la gaussienne Q_c pour chaque plan z selon une distribution de type « gaussienne tronquée » de rayon $r_c(z)$ ¹⁴ :

$$Q_V(r, z) = Q_c \cdot \exp\left(-\frac{3r^2}{r_c(z)^2}\right) \quad (2.10)$$

L'écriture de la conservation d'énergie $\eta UI = \int_{\Omega} Q_V dV$ dans le volume V_s de la source, couplé à la connaissance de l'expression $r_c(z)$ en fonction des rayons en faces supérieure r_e et inférieure r_i de la plaque¹⁵, permet de déterminer l'expression de la puissance volumique Q_V en tout point (r, z) appartenant au cône [ZAI 10a] (*cf.* fig. 2.5) :

$$Q_V(r, z) = \frac{9\eta UI}{\pi(1 - \exp(-3))} \frac{1}{(z_e - z_i)(r_e^2 + r_e r_i + r_i^2)} \cdot \exp\left(-\frac{3r^2}{r_c(z)^2}\right) \quad (2.11)$$

Résultats

Le modèle de source de chaleur (2.11) a été implémenté dans Sysweld[®] par l'intermédiaire d'une sous-routine Fortran. Cette sous-routine permet de connaître en chaque instant, pour tout point d'intégration, la valeur de l'énergie volumique à intégrer. Dans l'expression (2.11) la quantité $z_e - z_i$ a été prise égale à l'épaisseur de la plaque et les quantités U et I ont été choisies égales aux paramètres machines présentés lors du premier chapitre. Les dimensions r_e , r_i et η ont été ajustées afin d'obtenir une ZF conforme à la macrographie présentée en figure 1.14 (en

13. Soudure traversante.

14. Ce rayon est classiquement défini par $Q_v(r_c) = 0,05 \cdot Q_c$ [DEP 04].

15. Il ne s'agit pas pour r_e et r_i des rayons de la ZF mais des rayons qui permettent d'obtenir cette zone fondue.

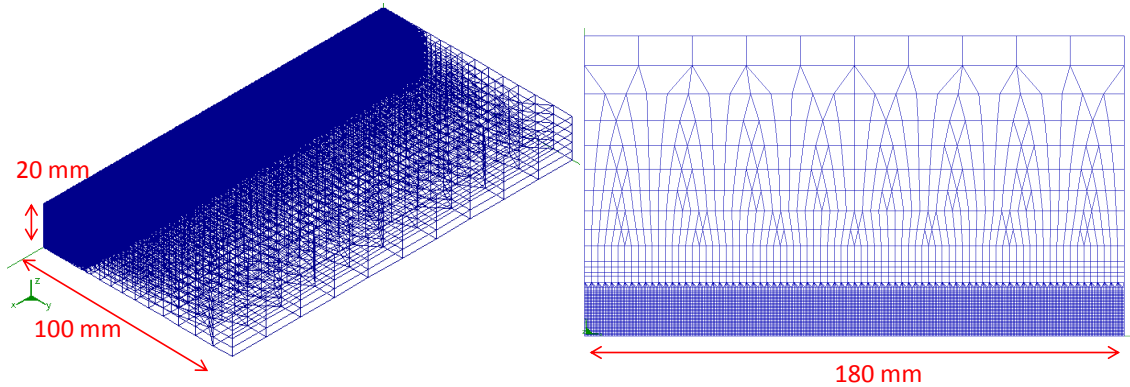


FIGURE 2.4 – Maillage éléments finis utilisé.

définissant la ZF numérique comme ayant une température supérieure ou égale au solidus) mais aussi afin de retrouver les mesures des thermocouples sur les faces inférieures et supérieures. On obtient ainsi $r_e = 0,9$ mm, $r_i = 0,48$ mm et $\eta = 0,86$.

Sur les résultats présents en figure 2.5 la couleur de contour rouge représente les températures supérieures au solidus. On remarque, que la ligne de fusion numérique est bien traversante tout comme les données expérimentales. De plus, la comparaison entre macrographie expérimentale et ZF numérique est présentée en figure 2.5, la ZF est très bien représentée par le modèle dans la demi-épaisseur inférieure. Pour la demi-épaisseur supérieure, les effets de tensions superficielles viennent engendrer une convexité qui n'est pas représentée par le modèle.

Les histoires thermiques obtenues par les thermocouples sont comparées avec le modèle numérique en figure 2.6. Les courbes temps-température présentes sur cette figure permettent d'observer dans quelle mesure les cinétiques de chauffage et refroidissement sont correctement représentées lors de la présence d'importants gradients thermiques dans la pièce. Les vitesses de chauffage et la température maximale atteinte dépendent grandement des propriétés matériaux et du calibrage de la source de chaleur. On remarque que ces quantités sont très bien capturées par le modèle EF, l'erreur maximale est obtenue pour le thermocouple TC4 (de l'ordre de 7 %) qui est le plus proche de la ZF ce qui est probablement dû à l'ajustement de la ZF proche de la surface supérieure. La vitesse de refroidissement est dépendante des conditions limites du problème, cette fois aussi ce phénomène est correctement représenté.

2. Simulation du soudage et prévision de l'état microstructural

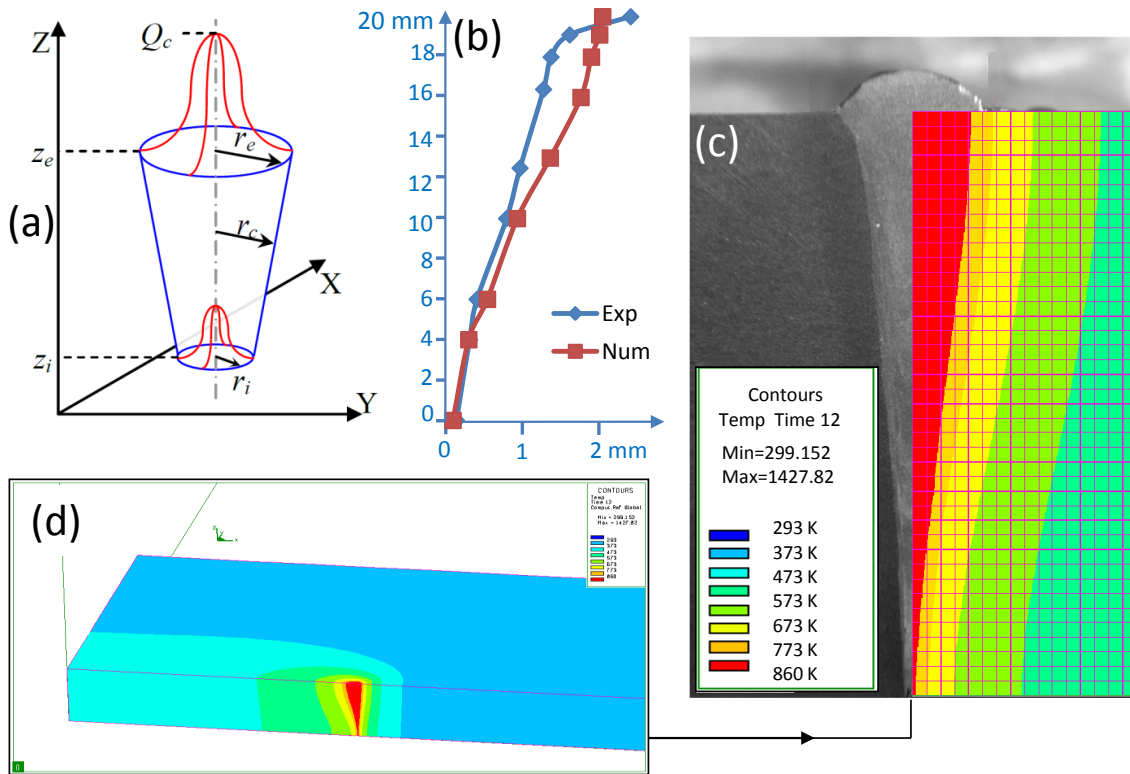


FIGURE 2.5 – Modèle de source de chaleur utilisé dans cette étude et résultats obtenus par éléments finis thermiques pour la plaque soudée à 0,45 m/min.

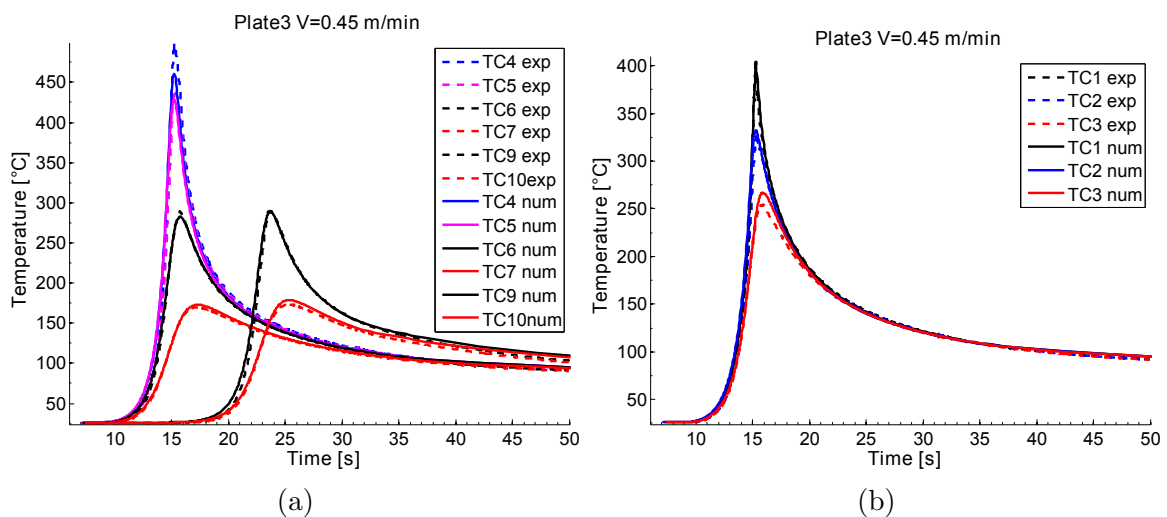


FIGURE 2.6 – Comparaison des histoires temps-température pour la plaque soudée à 0,45 m/min, sur la surface supérieure (2.6a) et sur la face inférieure (2.6b)

2.1.3 Limitation des simulations actuelles

Simulations disponibles pour le soudage de l'AA6061-T6

Bien que la prédiction du champ de température et de la taille de la ZF soit d'un grand intérêt pour les applications industrielles, les conséquences induites par le procédé en termes de contraintes résiduelles et état métallurgique¹⁶ sont primordiales. En effet, l'état microstructural du joint soudé va déterminer les propriétés mécaniques de l'assemblage et donc sa tenue sous sollicitations de service. Les contraintes résiduelles sont également des données importantes à prédire car elles jouent un rôle important pour la tenue en fatigue, la ténacité et la tenue à la corrosion des soudures [COS 10, DEP 11].

Pour les alliages à durcissement structural, et plus particulièrement les alliages de la série 6xxx, l'état de précipitation joue un rôle majeur sur le comportement mécanique du matériau [MAI 11, SIM 12]. Néanmoins, l'évolution de la précipitation au cours du soudage n'est pas systématiquement prise en compte dans la littérature (on peut notamment citer [ZAI 09]). Dans cette section, une application au soudage va être présentée afin de montrer que des modèles d'ores et déjà à disposition permettent d'obtenir une bonne estimation des contraintes résiduelles.

L'approche utilisée ici est basée sur un modèle de dissolution isocinétique issu des travaux de Myhr et Grong [MYH 91a] (également utilisé dans [FRI 01]) et dont la calibration a été effectuée sur des essais en thermo-mécanique présentés dans [MAI 14]. L'approche utilisée dans [MAI 14] considère deux pseudo phases pour l'AA6061 : une phase « durcie » par précipitation p_1 (égale à 1 pour l'état T6) et une phase « molle » (durcis par solution solide) $p_2 = 1 - p_1$ associée à l'état O (état où la précipitation durcissante $\beta'' - \beta$ a disparue). Pour un traitement anisotherme, la vitesse de formation de la phase molle est déterminée par [MYH 91a] :

$$\begin{cases} p_2(t=0) = 0 \\ \dot{p}_2 = \frac{n \cdot p_2^{(1-1/n)}}{t^*} \\ n = 0,5 - a \cdot p_2^b \\ t^* = t_r^* \cdot \exp \left[\left(\frac{Q_s}{nR} + \frac{Q_d}{R} \right) \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_r} \right) \right] \end{cases} \quad (2.12)$$

où $a = 0,394$ et $b = 0,107$ sont des constantes, $Q_s = 30$ kJ/mol l'enthalpie de dissolution, $Q_d = 130$ kJ/mol l'énergie d'activation de la diffusion, $t_r^* = 600$ s le temps nécessaire pour une dissolution complète à une température $T_r = 375^\circ\text{C}$. Ces données sont classiquement identifiées à partir d'essais de dureté comme dans les travaux de [HIR 00] (un exemple d'application est donné en annexe en fig. B.1 et montre l'évolution des proportions de phases sur deux traitements thermiques

16. Etat microstructural et mécanique.

distincts). Une loi de comportement de l'alliage en température $\sigma_{eq}(T)$ est ensuite définie à partir de ces proportions de « phases molles et dures » à l'aide d'une loi des mélanges (plus de détails dans [MAI 14]) :

$$\sigma_{eq}(T) = p_2 \cdot \sigma_O(T) + (1 - p_2) \cdot \sigma_{T6}(T) \quad (2.13)$$

où $\sigma_O(T)$ et $\sigma_{T6}(T)$ représentent les courbes de tractions en température de l'état T6 et de l'état O données en fig. 2.7. Ces comportements en température n'ayant pas de réel sens physique (l'état T6 en température n'est plus un état T6, de même pour l'état O) ils sont recalés par méthode inverse afin de retrouver les essais de traction en température effectués sur le matériau AA6061-T6 [MAI 14].

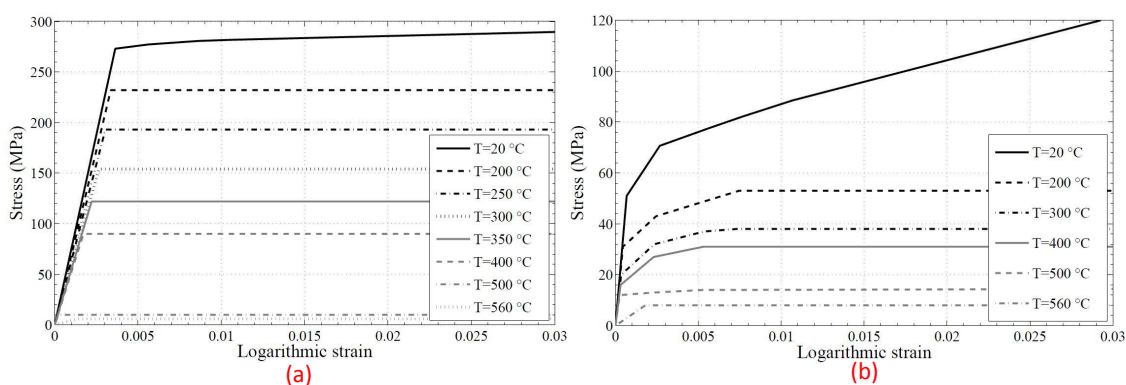


FIGURE 2.7 – Représentation des pseudo-phases déterminées dans [MAI 14] (a) pour l'état T6 et (b) de l'état O.

Application au soudage

Le modèle présenté en équations (2.12) et (2.13) est actuellement utilisé par Areva et a été couplé (de manière faible) à la simulation thermique d'une ligne de fusion proposée dans cette thèse sur un maillage similaire mais de discrétisation plus grossière (121 318 éléments, 108 474 noeuds, et taille la plus petite 1 mm × 1 mm × 1 mm afin de diminuer les temps de calculs tout en ayant des résultats acceptables). La zone fondue est délimitée par la température de solidus (les contraintes sont temporairement supposées nulles¹⁷ en zone liquide et l'histoire d'écroutissage est annulée dans ces éléments) tandis que dans la partie solide de la pièce la génération de contraintes va directement être liée au coefficient de dilatation thermique du matériau. Ce dernier, est choisit de manière tabulé à partir de la fig. 1.8b et le module de Young à chaud est déduit de la fig. 1.7a¹⁸.

17. Conséquence d'un seuil supposé nul et d'effets visqueux négligés.

18. Pour la ZF une valeur de module d'Young très faible (1 GPa) a été choisie et la dilatation thermique a été considérée constante.

Pour les conditions limites, elles consistent essentiellement à bloquer les mouvements de corps rigide car expérimentalement aucun bridage n'a été utilisé. Tout d'abord, la symétrie du problème est effectuée par l'intermédiaire de blocages transverses sur la face considérée. Ensuite, des supports verticaux sont imposés sur trois noeuds extrêmes de la surface inférieure. Enfin, pour bloquer les déplacements dans le sens de soudage (les 180 mm sur la fig. 2.4) deux noeuds extrêmes de la face inférieurs sont bloqués dans le sens longitudinal.

Les résultats obtenus (à partir de conditions initiales nulles en contraintes) sont confrontés aux mesures de SALSA (seules les déformations élastiques résiduelles sont confrontées car ce sont elles qui sont les plus correctes expérimentalement) sur les figures 2.8, 2.9 et 2.10 pour les lignes de mesures transverses à la ligne de fusion (car il s'agit des lignes où le plus de points de mesures ont été effectués). Afin d'obtenir des déformations résiduelles élastiques comparables aux mesures effectuées sur SALSA, un « moyennage » des résultats numériques a été effectué en accord avec les volumes de jauges présentés au chapitre 1 en fig. 1.25. Comme le montre la fig. 2.8a, loin de la ligne de fusion (à une distance de 66 mm), l'état de déformation résiduelle n'est pas nul dans le métal de base. Ceci peut être causé par les procédés de laminage ou de découpe des tôles mais aussi par un état de contrainte non nul sur le peigne de référence en fig. 1.26. Les simulations numériques présentées suggèrent que cet état de déformation, loin de la ligne de fusion, doit être nul. Ainsi, un faible décalage (0,5 % de la mesure moyenne) des pics de diffraction de référence a été effectué afin d'obtenir la moyenne des résultats expérimentaux proche de 0 % (loin de la ligne de fusion).

On remarque que le modèle métallurgique proposé dans [MAI 14] pour un alliage 6061 initialement à l'état T6, couplé à la simulation thermique par source de chaleur équivalente de ce chapitre, représente de manière relativement bonne les déformations résiduelles obtenues par diffraction de neutrons. Les ordres de grandeurs de déformations résiduelles ainsi que l'allure de ces résultats le long de la ligne de mesure sont bien captés. De plus, pour les déformations longitudinales, on retrouve au fur et à mesure que l'on s'approche de la ligne de fusion une diminution de l'état de déformation. Cet effet a été déjà expliqué dans la littérature par Sonne *et al.* comme étant un effet caractéristique du fort adoucissement provoqué sur la limite d'élasticité par les précipités [SON 13].

Néanmoins, on notera que même si la zone fondue est représentée de façon correcte par le modèle thermique (*cf.* fig. 2.5), le profil numérique de déformations résiduelles montre sur plusieurs des résultats en figs 2.8, 2.9 et 2.10 une inflexion qui se produit avec un décalage par rapport aux données expérimentales de SALSA.

Cet effet peut être causé par deux choses :

- soit un défaut d'alignement lors de mesures,
- soit une imprécision due au modèle de dissolution qui a tendance à minimiser la taille de la ZAT.

Au vu de la symétrie des résultats de diffraction par rapport au centre de la ligne de

fusion (point 0 sur les courbes en figs 2.8, 2.9 et 2.10) la première proposition peut raisonnablement être rejetée. Une évolution possible de cette modélisation serait donc d'améliorer la représentation phénoménologique de Myhr et Grong en eq. (2.12) en la remplaçant par un modèle plus physique (où en améliorant l'identification actuelle du modèle sur la base de ces nouveaux résultats expérimentaux). Le recalage de la source de chaleur pourrait également être amélioré en prenant en compte de façon plus précise les effets de surface que l'on retrouve sur la surface supérieure des lignes de fusion¹⁹. De plus, on note que le modèle d'érouissage utilisé dans cette étude est supposé isotrope, or le mouvement de la source de chaleur introduit un cycle mécanique qui pourrait être appréhendé de manière plus précise avec un modèle d'érouissage mixte.

Limitations

Dans le contexte d'alliage à durcissement structural, la méthode isocinétique a prouvé qu'elle pouvait fournir des résultats intéressants pour un faible coût de développement [MYH 01]. Dans cette étude, nous avons montré que les contraintes résiduelles peuvent être estimées de façon assez précise (pour un procédé mono-passe) lorsque la loi de comportement de l'alliage en température est correctement approximée, même de façon phénoménologique [MAI 14]. Cependant, pour les alliages d'aluminium à durcissement structural soumis à des traitements thermiques industriels, les effets de mémoire sont importants et cette approche peut échouer [MYH 01, GRO 02], c'est ce qui explique probablement les décalages entre numérique et expérience sur les figs 2.8, 2.9 et 2.10. Un autre inconvénient de la modélisation isocinétique est qu'elle ne permet pas de caractériser l'état microstructural de l'alliage. Aucune information sur les phases considérées n'est disponible (taille des précipités, forme...) ce qui rend donc impossible des études plus complexes telles que la compréhension des mécanismes d'érouissages cycliques ou de ténacité dans ces alliages.

Or, le but recherché dans ces travaux est de pouvoir expliquer de manière assez fine les évolutions microstructurales dans la ZAT du caisson coeur du RJH, afin d'en déduire des lois de comportements cycliques adaptées à la prédiction de la tenue en service de l'assemblage (mais aussi utilisable pour l'amélioration de la prédiction des contraintes résiduelles). Une autre approche compatible avec les EF doit donc être utilisée pour ces travaux.

L'objectif de la suite de ce chapitre sera donc, après une présentation de données expérimentales à disposition, de présenter la modélisation microstructurale retenue et les résultats qui en découlent.

19. Mais ce n'est très probablement pas la cause du décalage expérimental-numérique pour les déformations résiduelles.

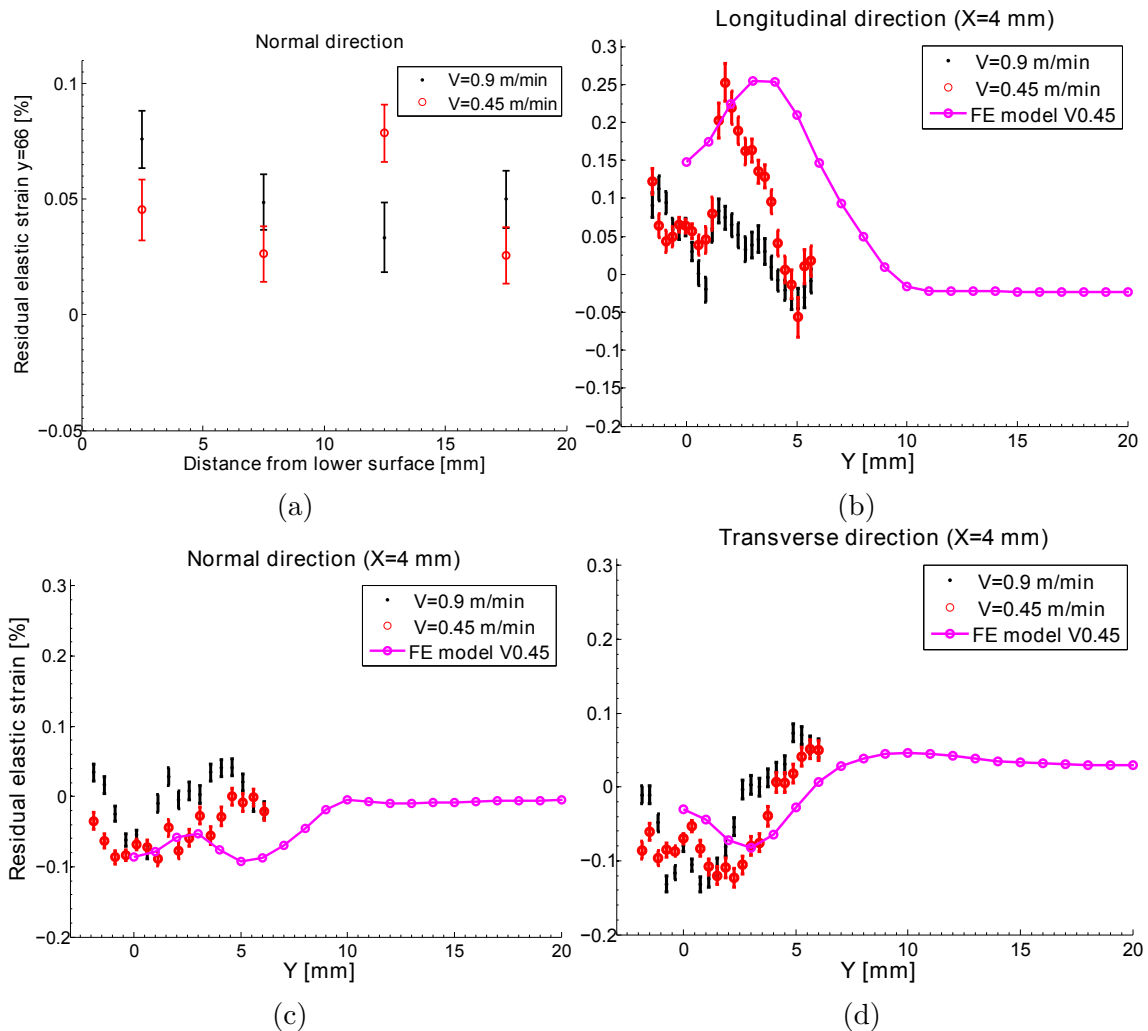


FIGURE 2.8 – (a) : résultats expérimentaux obtenus sur SALSA loin de la ligne de fusion pour les plaques soudées à 0,45 m/min et 0,9 m/min avec la mesure de référence "brute". (b, c, d) Déformations élastiques résiduelles pour une ligne transverse à la soudure qui se trouve à 4 mm de la surface inférieure de la plaque soudée. Confrontation entre les résultats numériques et expérimentaux pour une vitesse de soudage de 0,45 m/min. Des points expérimentaux supplémentaires de la plaque soudée à 0,9 m/min sont également présentés.

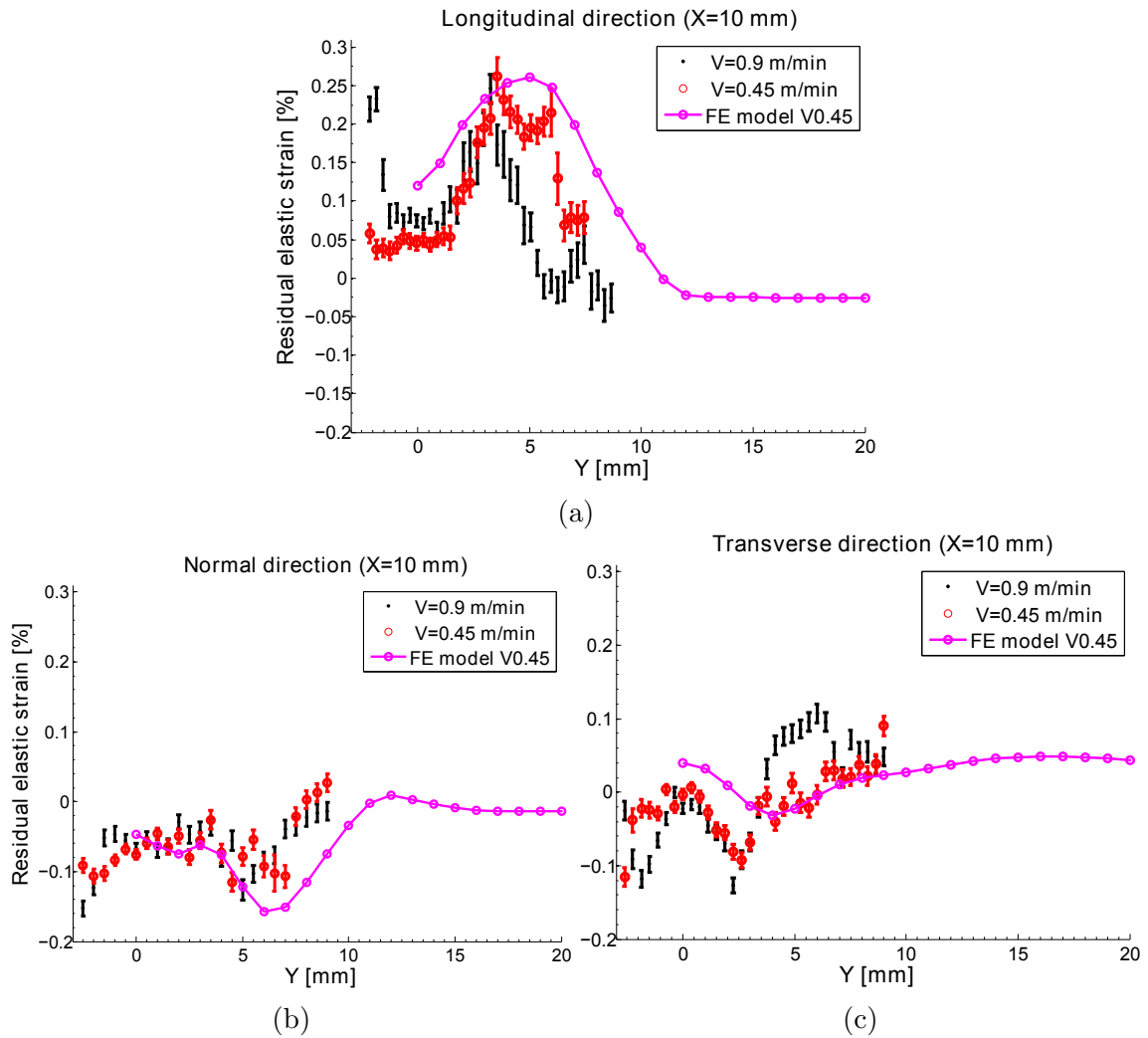


FIGURE 2.9 – Déformations élastiques résiduelles pour une ligne transverse à la soudure qui se trouve à 10 mm de la surface inférieure de la plaque soudée. Confrontation entre les résultats numériques et expérimentaux pour une vitesse de soudage de 0,45 m/min. Des points expérimentaux supplémentaires de la plaque soudée à 0,9 m/min sont également présentés.

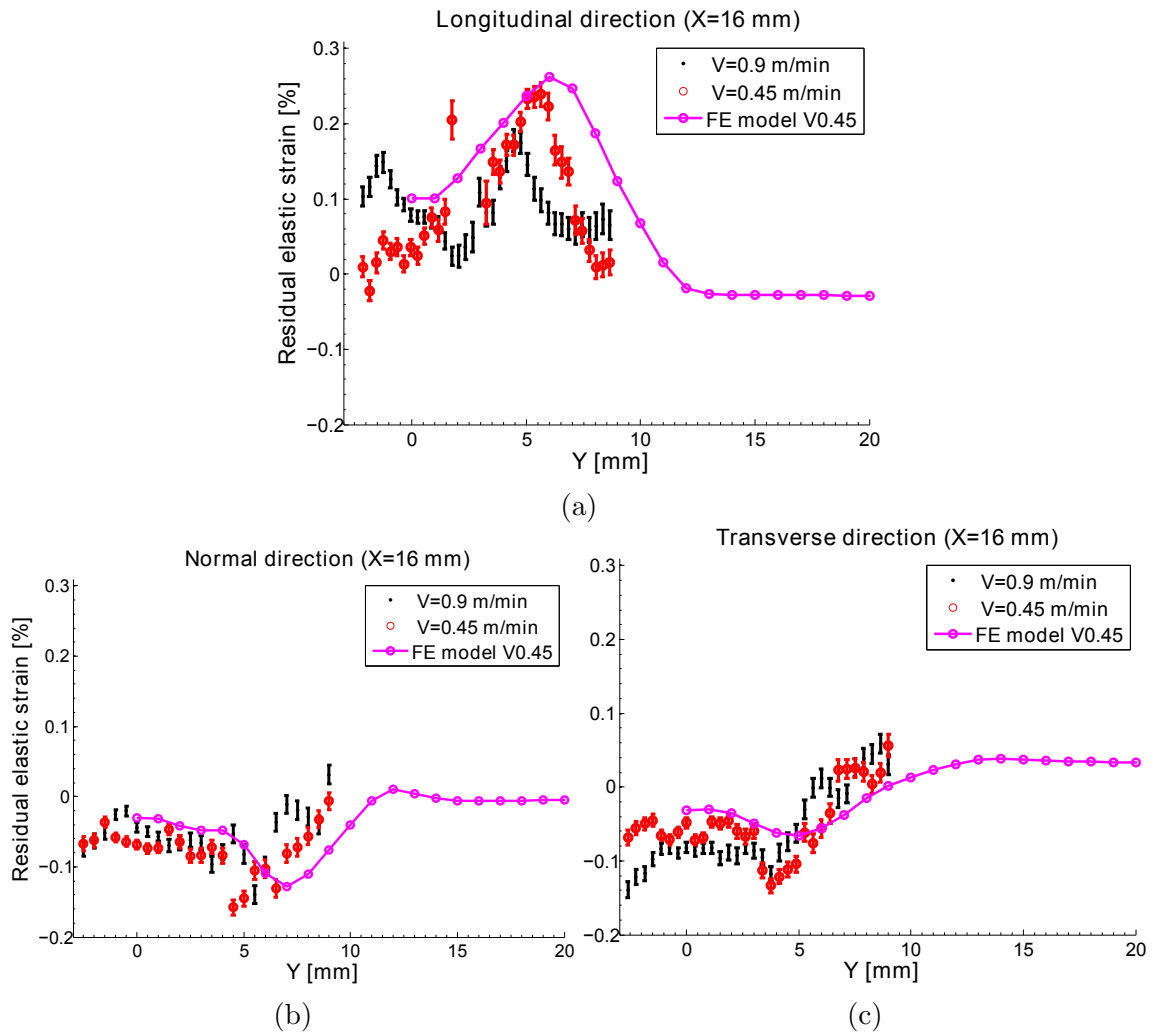


FIGURE 2.10 – Déformations élastiques résiduelles pour une ligne transverse à la soudure qui se trouve à 16 mm de la surface inférieure de la plaque soudée. Confrontation entre les résultats numériques et expérimentaux pour une vitesse de soudage de 0,45 m/min. Des points expérimentaux supplémentaires de la plaque soudée à 0,9 m/min sont également présentés.

2.2 Etat de la précipitation post-soudage

Afin de comprendre l'évolution de l'état de précipitation lors de traitements thermiques représentatifs du soudage du caisson RJH initialement à l'état T6, des essais de traction couplés à des caractérisations ont été effectués lors de la thèse de D. Maisonnette [MAI 10, MAI 11]²⁰. Dans cette section, les principaux résultats seront présentés et agrémentés par des données de la littérature dont les travaux de Donnadiou *et al.* [DON 99]. Ensuite, des mesures de Diffusion de Neutrons au Petits Angles (DNPA) effectuées par D. Maisonnette [MAI 10], qui ont été en partie retraitées dans le cadre de cette thèse, seront détaillées et discutées.

2.2.1 Données à disposition

Dans le but d'imiter les cycles thermiques qui surviennent dans une ZAT, des transitoires thermiques contrôlés ont été réalisés (fig. 2.11) sur l'échantillon présenté en table 1.3 (plus de détails dans [MAI 11]). Chaque cycle est composé d'une étape de chauffage (à une vitesse constante) jusqu'à une température maximale, ensuite un refroidissement à l'air est effectué (comme dans le cas d'une soudure). Dans une opération réelle, plus on s'approche du centre de la soudure, plus les températures et vitesses de chauffe sont hautes. Afin d'étudier les effets de température atteinte et de vitesse de chauffage, deux types de traitements thermiques ont été effectués :

- à une vitesse de chauffage fixée (15° C/s), pour des températures atteintes de 200° C à 560° C .
- Pour plusieurs vitesses de chauffage (de $0,5^\circ \text{ C/s}$ à 200° C/s) avec une température atteinte de 400° C .

Ces cycles permettent de donner une bonne représentation des diverses histoires temps-température que l'on peut observer pour le soudage d'aluminium 6061. Ces traitements ont été effectués sur une machine spécialement conçue au LaMCoS (plus de détails seront donnés dans le prochain chapitre).

Suite à ces traitements thermiques²¹, des expériences de Microscopie Electronique à Transmission (MET) ont été effectuées au Centre Lyonnais de Microscopie (CLYM) de l'INSA de Lyon sur un microscope JEOL 2010F à 200 kV (dont tous les détails se trouvent dans [MAI 11]). Le but de ces mesures est d'obtenir des données quantitatives sur certains des échantillons traités thermiquement afin de pouvoir comparer et compléter les mesures de DNPA présentées dans la suite de ce mémoire. Les premières mesures ont été effectuées sur l'alliage à l'état T6 en MET conventionnel mais aussi en microscopie haute résolution (HRTEM) afin d'obtenir une mesure précise de la morphologie des précipités : les bâtonnets β'' présents à l'état T6 ont une longueur de $(20 \pm 9) \text{ nm}$ et un rayon de $(2,0 \pm 0.3) \text{ nm}$. Ces ordres

20. Il convient de noter la présence d'une erreur de rédaction dans [MAI 10] concernant les mesures MET corrigée ensuite dans [MAI 11].

21. Les échantillons ont été entreposés dans un congélateur pour éviter les phénomènes de maturation à l'ambiante.

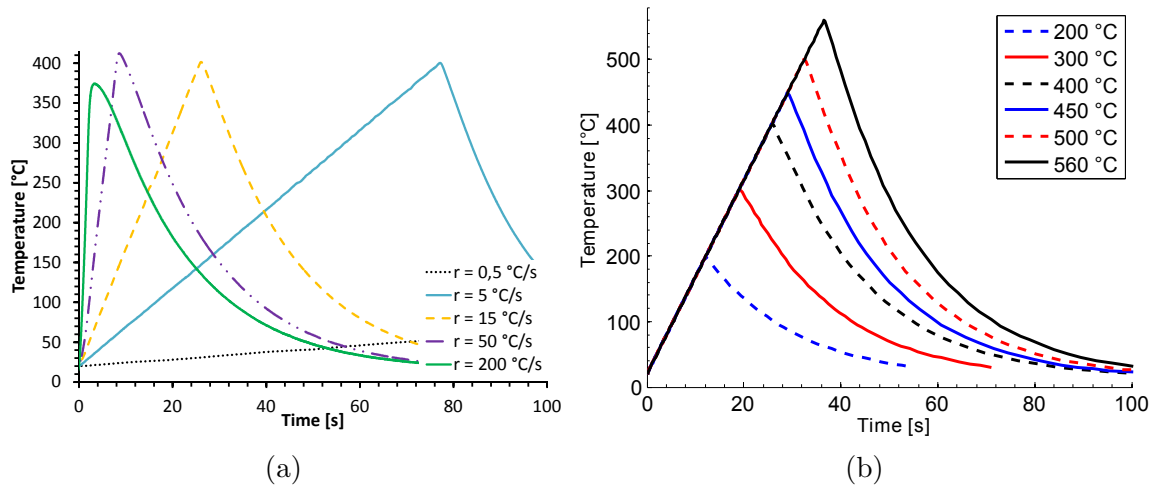


FIGURE 2.11 – Cycles thermiques effectués sur un alliage 6061. Les effets de la vitesse de chauffage ainsi que (a) de la température maximale (b) sont étudiés.

de grandeur sont confirmés par les résultats de DNPA présentés plus bas où il est montré que pour un état T6 les précipités ont un rayon de $(1,7 \pm 0,3)$ nm et un élanement de $\xi = (7 \pm 3)$ ²². Bien que la mesure de fraction volumique soit très difficile à évaluer par MET²³ D. Maisonnette *et al.* [MAI 11] estime cette dernière de l'ordre de 1,6 % pour l'état T6. Des mesures ont été également effectuées sur des échantillons traités thermiquement à une vitesse de 15° C/s pour des températures maximales de 300 et 400° C. Après un chauffage à 300° C, des bâtonnets associés à cette précipitation β'' ont été observés avec une longueur de (25 ± 15) nm pour un rayon de $(1,5 \pm 0,5)$ nm. Pour le chauffage à 400° C, beaucoup moins de précipités sont présents, ils peuvent néanmoins être identifiés comme des β' qui ont ici une longueur de (120 ± 50) nm et un rayon de (4 ± 2) nm.

2.2.2 Procédure d'ajustement et résultats de DNPA

Présentation

Afin d'obtenir des mesures complémentaires aux mesures de MET très locales, des approches globales (qui permettent la mesure sur un volume représentatif) comme la Diffusion des rayons X au Petits Angles (DXPA) sont utilisées dans la littérature [NIC 03]. Pour ce matériau, la matrice d'aluminium ainsi que les précipités riches en Mg-Si ont des numéros atomiques très proches. En conséquence, la technique classique et relativement bien utilisée de DXPA n'est pas efficace. La technique de DNPA utilisée dans [MAI 10], est une technique similaire (elle peut fournir des informations sur la distribution de particules et la fraction volumique)

22. L'élanement défini dans ce travail représente la longueur d'un ellipsoïde de révolution sur son rayon.

23. A cause de la mesure très locale et l'épaisseur de la lame mince difficile à estimer.

mais elle est sensible aux nucléons, rendant ainsi possible l'étude de précipités riches en Mg et Si.

Lors d'une mesure par DNPA un échantillon est placé dans un flux neutronique²⁴, ces neutrons vont interagir avec les inhomogénéités présentes dans le matériau (un matériau homogène ne diffuse pas) [LAI 04] et un signal diffusé va pouvoir être mesuré sur un détecteur bidimensionnel (cf. fig. 2.12). L'intensité de ce signal en une position donnée est égal au nombre de coups qui ont été portés par des neutrons sur la partie considérée du détecteur. La position au centre q , sur laquelle a été porté le coup est appelée vecteur de diffusion, ce vecteur est relié à l'angle de diffusion θ par la relation :

$$q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (2.14)$$

et nous informe sur la taille des objets mesurés (qui sont de l'ordre de $1/q$). On comprend ainsi que les spectres $I(q)$ vont pouvoir informer l'utilisateur à la fois sur la dimension et la fraction volumique des espèces diffusantes car ils fournissent une information quantitative (l'intensité) pour une multitude d'angles θ de diffusion (qui représentent plusieurs tailles d'inhomogénéités).

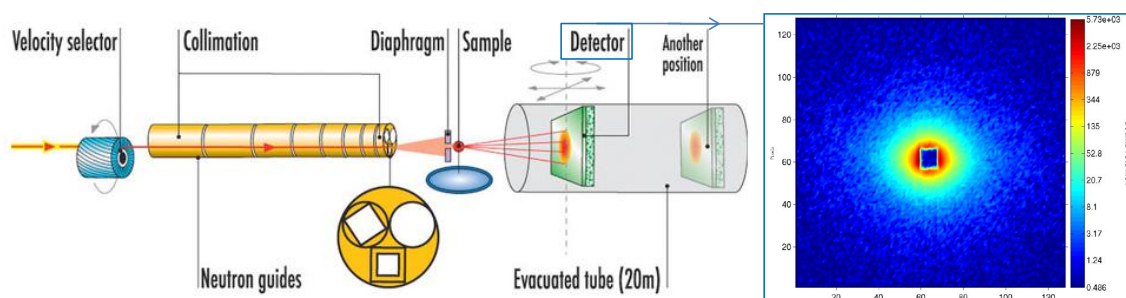


FIGURE 2.12 – Principe de mesure en DNPA [D22] et exemple de résultat obtenu sur un détecteur 2D à l'ILL [MAI 10].

Procédure utilisée

Les mesures présentées ici ont été effectuées sur le spectromètre D22 de l'ILL de Grenoble sur les échantillons soumis aux traitements présentés en figure 2.11 (voir ref. [MAI 10] pour tous les détails techniques). Les spectres 2D de diffusion ont été traités avec le logiciel GRASP de l'ILL (par [MAI 10]) suivant un protocole similaire à [DES 11a]. Le détecteur du spectromètre D22 est placé dans un tube de 20 m de long qui permet de faire des mesures à de très faibles angles θ (donc pour la mesure de très petites particules). Afin de capter une large gamme de rayons de

24. Dont la longueur d'onde λ a été sélectionnée par un monochromateur.

TABLE 2.2 – Détail des deux configurations utilisées sur la ligne D22 de l'ILL et gamme de rayon observable.

Parametres	Configuration 1	Configuration 2
Longueur d'onde [nm]	0.9	0.9
Distance du détecteur [m]	4	17.6
Temps d'acquisition [min]	17	20
Angle de diffusion [°]	$0,68 < \theta < 9,9$	$0,18 < \theta < 2,3$
Vecteur de diffusion [nm^{-1}]	$0,083 < q < 1,209$	$0,022 < q < 0,276$
Gamme de rayons [nm]	$0,8 < r < 12$	$3,5 < r < 45$

précipités (qui sont ici les espèces diffusantes) deux configurations ont été utilisées : une distance de 4 m (configuration 1) qui permet de mesurer des précipités dans une gamme de taille de 0,8 à 12 nm, et une distance de 17,6 m (configuration 2) qui permet une mesure dans une gamme plus grossière 3,5 à 45 nm (voir table 2.2).

Dans le but d'éliminer la diffusion causée par la matrice et le porte échantillon, le spectre de diffusion d'un échantillon sans précipités (chauffé à 560° C et trempé à l'air) a été soustrait aux autres spectres d'étude. Un exemple de spectres obtenus après la procédure de soustraction est présenté en figure 2.13 pour plusieurs états microstructuraux ainsi que les courbes « fittées » associées (selon la procédure détaillée plus loin).

Les intensités diffusées²⁵ (dont celles présentes en fig. 2.13) ont été ajustées à l'aide d'une « routine Excel » d'Alexis Deschamps pour une distribution log-normale d'ellipsoïdes de révolution [DES 11b]. Pour obtenir cette intensité diffusée I par la distribution d'ellipsoïdes (les précipités) en fonction du vecteur de diffusion q , on utilise l'hypothèse que les orientations sont distribuées aléatoirement (pas d'effet de texture). Ainsi, on peut simplement intégrer la contribution d'un ellipsoïde (de demi-axe majeur c , demi-axe mineur a et d'angle γ entre c et le vecteur de diffusion). Ensuite, la distribution de taille postulée nécessaire à l'ajustement des spectres de diffusion peut être « fittée » à l'aide de [DES 11b] :

25. En partie retraités dans ce travail.

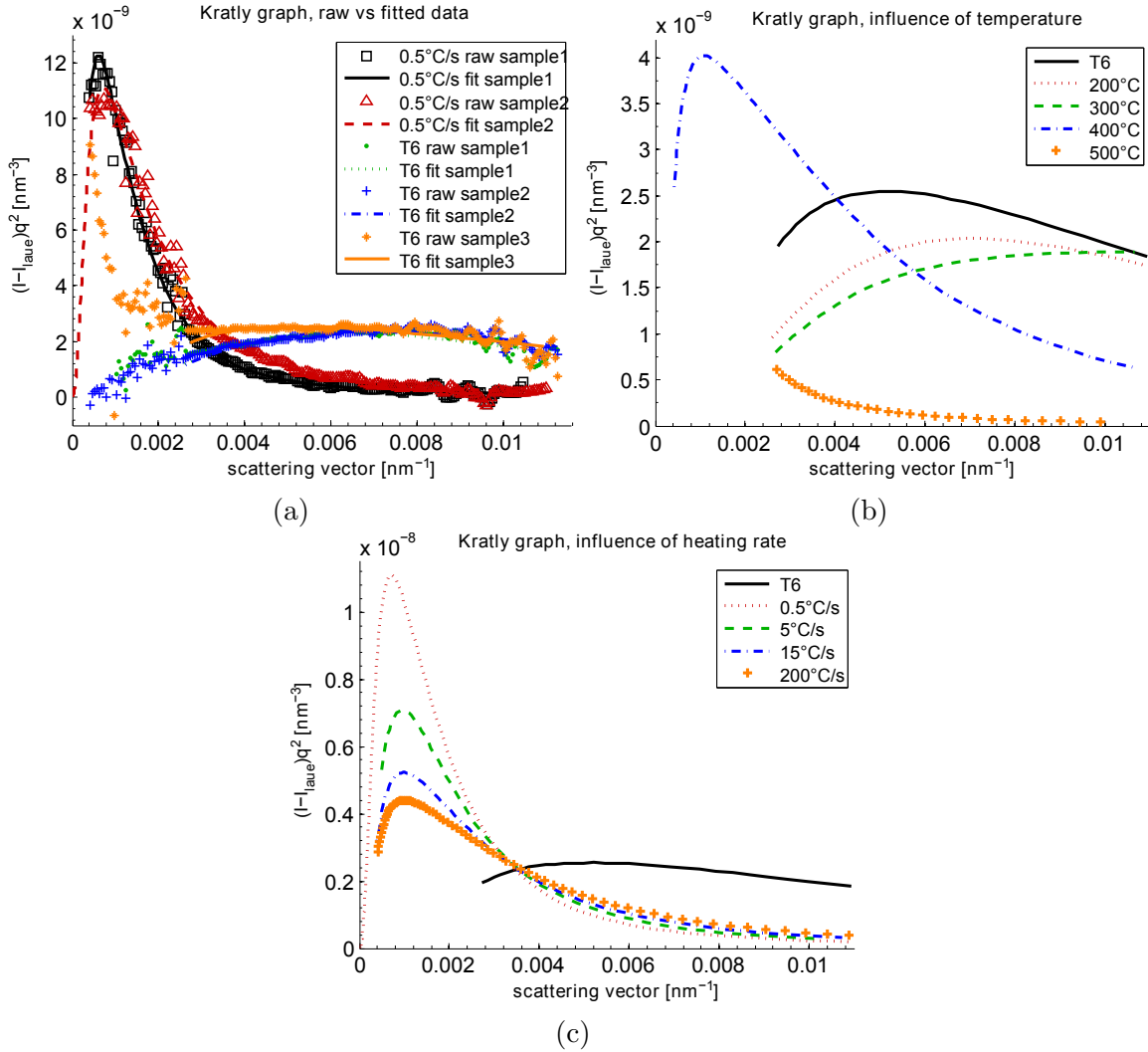


FIGURE 2.13 – (a) : Comparaison entre trois échantillons à l'état T6 et deux chauffés à 0,5° C/s. Les données brutes et ajustées sont présentées.(b) : Une courbe ajustée pour chaque température atteinte est présentée. (c) : Une courbe pour chaque vitesse de chauffage (car plusieurs échantillons pour chaque courbe).

$$\begin{cases} I(q) = \int_0^\infty I_{ell}(q, r_{ell})f(r_{ell})dr_{ell} \\ I_{ell}(q, r_{ell}) = \int_0^{\pi/2} I_{sphere}[q, r_{eq}(r_{ell}, \gamma)] \sin \gamma d\gamma \\ I_{sphere}(q, r_{eq}) = KV^2 \left[\frac{\sin(qr_{eq}) - qr_{eq} \cos(qr_{eq})}{(qr_{eq})^3} \right]^2 \\ r_{eq}(r_{ell}, \gamma) = \frac{r_{ell}}{(0.5\xi)^{1/3}} [1 + (0.25\xi^2 - 1) \cos^2 \gamma]^{1/2} \end{cases} \quad (2.15)$$

où I_{ell} et I_{sphere} sont les intensités diffusées d'un ellipsoïde et d'une sphère ; $I(q)$ l'intensité de la population d'ellipsoïdes ; r_{ell} le rayon d'une sphère de volume équivalent ($r_{ell}^3 = a^2c$) ; r_{eq} le rayon d'une sphère virtuelle qui a un comportement équivalent en

diffusion ; f la taille de la distribution de particules ; K une constante ; V le volume d'une particule ; ξ the rapport entre le grand axe $2c$ et le demi-axe a ($\xi = 2c/a$). Ces équations ont été obtenues en considérant que le comportement d'un seul ellipsoïde obéit à la même relation qu'une sphère virtuelle, pour laquelle le rayon r_{eq} dépend de l'angle γ et du facteur d'élanement ξ . Ainsi, en introduisant r_{eq} dans l'expression classique d'une distribution de sphères [DES 11b] il est possible d'identifier la distribution de précipités de forme ellipsoïdale.

Ensuite, pour la fraction volumique il suffit d'évaluer l'intensité intégrée Q_0 à l'aide de [NIC 03] :

$$Q_0 = \int_0^\infty I(q)q^2 dq = 2\pi\Delta p^2 f_v(1 - f_v) \quad (2.16)$$

où Δp est le facteur de contraste entre les hétérogénéités et la matrice. Comme il est remarqué dans [NIC 03], la détermination de ce paramètre est un vrai challenge car il requiert la connaissance exacte de la composition des précipités ce qui est très difficile pour d'aussi petites particules métastables. Selon Andersen *et al.* [AND 98], la phase β'' a pour composition Mg_5Si_6 , mais des compositions plus complexes ont également été proposées [MAR 01].

Il a donc été décidé de fixer le paramètre Δp à partir des mesures de MET. En effet, la campagne expérimentale présentée par D. Maisonnette *et al.* [MAI 11] a permis d'estimer la fraction volumique à l'état T6 comme étant de l'ordre de 1,6% ce qui permet de déduire à partir des mesures de DNPA sur l'état T6 $\Delta p^2 = 1,16 \times 10^{-8} \text{ nm}^{-4}$. Ainsi, à partir de ces mesures il est possible de connaître (i) le rayon moyen des ellipsoïdes, (ii) une évaluation de la fraction volumique et (iii) le facteur d'élanement des précipités riches en Mg-Si.

Résultats

Les données de DNPA sont résumées en table 2.3. On remarque que la température maximale atteinte affecte le rayon moyen aux alentours de 400° C car la coalescence prend place et pour des températures plus élevées les précipités commencent leur dissolution. Il convient de remarquer que les mesures où les échantillons ont été portés à 500° C sont affectées par une très large incertitude ce qui est très probablement une conséquence de l'apparition d'une autre phase plus grosse que la précipitation β'' - β' . Pour l'influence du chauffage à une température de 400° C les effets sont plus modérés excepté pour une vitesse de chauffe de 0,5° C/s, où la coalescence a tout le temps de prendre place et peut ainsi fournir une précipitation grossière.

Les courbes correspondantes à ces résultats seront présentées et comparées à la modélisation dans la prochaine section. Le facteur d'élanement est présent en figure 2.14, au vu des barres d'incertitude sur ce dernier nous l'avons considéré constant et égal à $\xi = 11$ pour les traitements présentés ici.

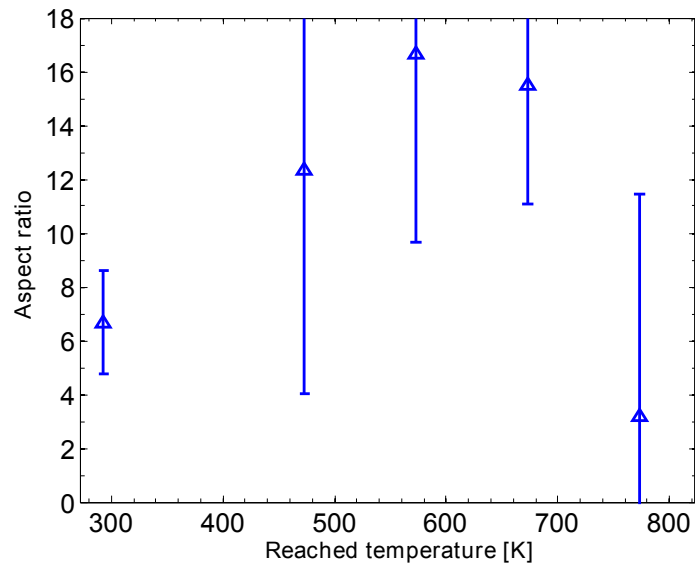


FIGURE 2.14 – Facteur d'élongement ξ provenant de l'ajustement des données de DNPA. Les barres d'erreurs représentent l'écart type donné par l'ajustement de plusieurs échantillons pour une même cinétique de traitement thermique.

TABLE 2.3 – Résultats de DNPA donnant des informations sur le rayon moyen, le facteur d'élongement ξ et la fraction volumique de précipités. TM et VC sont les diminutifs de « température maximale » et « vitesse de chauffe ».

Etat	Rayon moyen (nm)	coeff. élongement $\xi = 2c/a$	Fraction vol. (%)
T6	$1,7 \pm 0,3$	7 ± 3	$1,6 \pm 0,1$
TM200	$1,4 \pm 0,1$	12 ± 6	$1,4 \pm 0,1$
TM300	$1,3 \pm 0,1$	20 ± 10	$1,5 \pm 0,1$
TM400	$8,5 \pm 0,5$	15 ± 4	$1,3 \pm 0,2$
TM500	$3,5 \pm 3,5$	5 ± 5	$0,1 \pm 0,1$
VC0.5	21 ± 3	9 ± 1	$1,1 \pm 0,1$
VC5	$8,1 \pm 0,1$	9 ± 1	$1,2 \pm 0,1$
VC15	$8,5 \pm 0,5$	15 ± 4	$1,3 \pm 0,1$
VC200	$9,4 \pm 1,2$	20 ± 5	$1,3 \pm 0,1$

2.3 Modélisation de l'état de précipitation

2.3.1 Modélisation retenue

Echelles de modélisation

La modélisation de la précipitation dans les alliages à durcissement structural a été étudiée depuis plusieurs années de différentes façons (voir par exemple la revue générale proposée par [HUT 10] sur les alliages d'aluminium). La manière la plus simple est l'utilisation de modèles isocinétiques [MYH 91a] ou de type Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [ESM 03b]. Bien que ces approches phénoménologiques permettent, dans certains cas, à l'aide d'un seul paramètre (la fraction volumique f_V) de corrélérer des expériences simples, elles ont le défaut de ne pas permettre une compréhension des mécanismes physiques et ne peuvent pas être étendues, dans la plupart des cas, à des traitements thermiques complexes. D'un autre côté, des approches atomistiques sont utilisées. On peut citer les travaux de Clouet *et al.* sur la dynamique d'amas [CLO 05] et les méthodes de type Monte Carlo cinétique (KMC) [CLO 04]. Ces modèles sont de bons candidats mais ne peuvent pas être utilisés dans une approche globale sur des structures réelles à cause de leur coût de calcul élevé.

Afin de palier aux inconvénients des méthodes atomistiques et phénoménologiques, et pour permettre un couplage avec des modélisations EF, des méthodes formulées à l'échelle continue sont en développement. Des approches à champs de phases ont été implémentés dans des logiciels EF [AMM 09] puis plus récemment appliquées à la précipitation [AMM 11] mais ces méthodes ne permettent pas encore de gérer les phénomènes de germination [HUT 10]. D'un autre côté, il a été montré [CLO 04] que les approches KMC peuvent également être avantageusement décrites par la théorie classique de la germination [VOL 26, BEC 35, ZEL 43, RUS 80] (*cf.* revue dans [PER 07]).

Approche continue et choix de modélisation

De nombreux auteurs ont procédé à la simulation de la précipitation à l'aide de la théorie classique de la germination. On peut notamment citer les travaux de Deschamps et Bréchet [DES 99a] qui modélisent la distribution de précipités à l'aide d'un modèle à rayon moyen qui permet de prédire des cinétiques de précipitation complète (germination, croissance/dissolution, coalescence) dans un alliage d'aluminium. Ce type de modélisation est très performant et peut être utilisé dans de nombreux cas, mais pour des traitements industriels complexes cette approche échoue et on doit y préférer un modèle multi-classes type Kampman Wagner Numerical model (KWN) car :

- soit la distribution de précipités peut devenir, pour certains traitements, bimodales [HUT 10],

- soit à cause d'un phénomène de dissolution à rayon moyen quasi constant qui ne peut pas être reproduit par une approche à rayon moyen [NIC 03, DES 04, DES 10].

Les conséquences de ce second point sont importantes car on peut observer une variation de la cinétique de dissolution/coalescence des précipités lors de traitements de réversion [NIC 03, DES 04, DES 10] où lors de traitements anisothermes [NIC 03]. Ceci rend également inutilisable une approche à rayon moyen lors de distribution non-LSW²⁶ [PER 08]. Pour toutes ces raisons, l'approche KWN sera donc utilisée dans ce travail.

Grâce à leur versatilité et simplicité, les théories classiques de croissance et nucléation (acronyme anglais CNGTs) sont largement utilisées pour la modélisation d'une distribution de taille de précipités (voir la contribution originale de Kampmann et Wagner [KAM 84]). Les travaux de Perez *et al.* [PER 08, PER 09] permettent de faire un comparatif des deux classes d'implémentation possibles :

- le modèle « Euler-like », où l'on calcule des flux entre différentes classes de précipités.
- le modèle « Lagrange-like » qui permet de suivre l'évolution temporelle de classes que l'on fait germer en cours de calcul.

Bien que ces deux méthodes (dont tous les détails se trouvent dans [PER 08, PER 09]) donnent des résultats équivalents et que la méthode de type « Euler-like » ait déjà été utilisée pour des couplages avec des simulations éléments finis [MYH 10, SIM 12], le choix effectué dans ces travaux s'est porté sur une implémentation de type « Lagrange-like ». Ce choix a été effectué car [PER 08, PER 09] :

- dans le cadre de collaborations industrielles, le code doit pouvoir être le plus adaptable possible. Or, les simulations de types eulériennes ne permettent pas de simuler des précipitations à chimie variable.
- Les modèles de type lagrangien s'adaptent aisément à tous type de traitements tandis que la gestion des classes dans la méthode eulérienne est application-dépendante (la taille des classes et leur position dépendent du précipité choisi ainsi que du traitement thermique).

2.3.2 Le logiciel PreciSo et la précipitation de bâtonnets

Contexte de travail et hypothèses

PreciSo est un logiciel de précipitation à formulation lagrangienne qui a été initialement développé (en C++) à l'INSA de Lyon par Michel Perez [PER 08, PER 09]. Ici, dans le cadre d'une collaboration industrielle forte avec de nombreux partenaires, une réimplémentation complète du code a été effectuée, afin de passer d'un programme dédié à des applications spécifiques, à un logiciel à tendance généraliste

26. En référence aux travaux de Lifshitz-Slyozov-Wagner.

et dont la structure soit parallélisable et facilement adaptable à n'importe quel programme extérieur et code éléments finis. Néanmoins, dans cette section nous nous attarderons seulement sur la précipitation de l'alliage 6061.

Dans leurs contributions pionnières sur la cinétique de précipitation dans les alliages d'aluminium Myhr *et al.* [MYH 01] et Deschamps et Bréchet [DES 99a] ont simplifié la complexe cascade de métastabilité par la prise en compte d'une unique β''/β' ou η' phase de précipitation sphérique. Ensuite, ils couplèrent le modèle de précipitation à un modèle de durcissement. Une approche similaire a été ensuite également utilisée sur des traitements thermiques anisothermes dans les travaux de [MYH 04].

Les modélisations de type KWN permettent de décrire les différents phénomènes qui peuvent intervenir dans une large gamme d'histoires thermiques comme lors de procédés de soudage : la nucléation, la croissance/dissolution et la coalescence [MYH 04]. Ce type de modèle est généralement implémenté en considérant les précipités sphériques [PER 08, PER 09, PER 05, MYH 01, MYH 04, NIC 03, SIM 07, SIM 12]. Cependant, dans certains cas, incluant la série 6XXX [MYH 04], cette hypothèse n'est pas réellement acceptable à cause du facteur d'éclatement important (voir fig. 2.14 et également [HUT 10]) ou d'une morphologie de type « plaquette » [COS 08]. Il convient de remarquer que des efforts de modélisation ont déjà été effectués pour la précipitation non sphérique. On peut citer par exemple les travaux de Teixeira *et al.* [COS 08] (qui utilisent la théorie de Zener-Hillert [HIL 03]) pour des précipités en forme de « plaquette » mais aussi les travaux de Bahrami [BAH 12] sur la précipitation de bâtonnets (cependant ces derniers utilisent une intégration de la loi de croissance à force motrice constante²⁷ qui n'est pas adaptée à de la précipitation anisotherme.)

Dans ces travaux, nous effectuerons des hypothèses qui seront un compromis entre une modélisation réaliste et accommodante :

- la précipitation sera considérée comme homogène (afin de s'affranchir de l'introduction de paramètres d'ajustement supplémentaires [GAL 08]) et l'énergie élastique due aux précipités ne sera pas prise en compte ;
- un seul type de précipités sera considéré : une phase équivalente $\beta''-\beta'$ où la chimie Mg_xSi_y sera considérée égale à celle du précipité β' (i.e. $x = 18, y = 10$). Ce type de simplification est largement utilisée dans la littérature [MYH 01, MYH 04, NIC 03, SIM 07] à cause des difficultés expérimentales pour caractériser quantitativement ces deux phases séparément.
- les précipités seront considérés comme des bâtonnets en forme de cylindre de longueur $l - 2r_p$ et de rayon r_p avec des extrémités hémisphériques (fig. 2.15) ;
- le facteur d'éclatement $\xi = l/r_p$ sera considéré constant et égal à celui déterminé par DNPA (où des ellipsoïdes sont considérées et ont un éclatement

27. i.e. une loi de croissance parabolique, R proportionnel à $t^{0,5}$.

- moyen de $\xi = 11$);
- le modèle décrit une distribution de précipités par l'intermédiaire de l'évolution de N_i et r_i , qui sont la densité de précipités par m^3 et le rayon d'une classe i (voir fig. 2.17b).

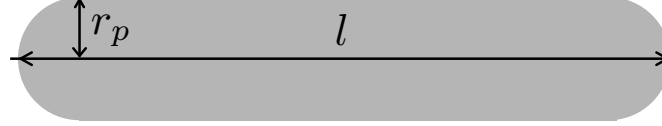


FIGURE 2.15 – Précipités en forme de bâtonnets constitués d'un cylindre de longueur $l - 2r_p$ et rayon r_p à embouts hémisphériques.

Etape de germination

Lorsque l'on néglige l'énergie de distorsion du réseau par un précipité (cf. eq. (1.5)), la variation de l'énergie de Gibbs (fig. 2.16) induite par la génération d'un germe de type bâtonnet à partir d'une solution solide s'écrit :

$$\Delta G = \left(\frac{3\xi}{4} - \frac{1}{2} \right) \frac{4}{3} \pi r_p^3 \Delta g_v + \left(\frac{\xi}{2} \right) 4\pi r_p^2 \gamma \quad (2.17)$$

où γ ($[J.m^{-2}]$) est l'énergie d'interface du germe et Δg ($[J.m^{-3}]$) la force motrice volumique. La variation d'énergie de formation en fonction du rayon $\Delta G(r)$ est donnée en figure 2.16 (pour un germe sphérique mais le raisonnement ici est similaire). On peut y voir que les effets de surface et de volume sont antagonistes car Δg_v est une force motrice de germination négative tandis que l'énergie de surface représente une barrière. L'énergie d'interface est prépondérante pour les petits rayons, alors que pour les rayons plus grands, l'énergie de volume devient dominante et diminue la valeur de ΔG . On voit donc que l'énergie $\Delta G(r)$ passe par un maximum ΔG^* donné pour un bâtonnet par :

$$\Delta G^* = \frac{16}{3} \pi \frac{\gamma^3}{\Delta g^2} \frac{2\xi^3}{(3\xi - 2)^2} \quad (2.18)$$

à la position :

$$r^* = -\frac{2\gamma}{\Delta g} \frac{2\xi}{3\xi - 2} \quad (2.19)$$

Si les précipités ont un rayon inférieur à $r_{k_b}^*$ (cf. fig. 2.16) ils seront instables et auront tendance à réduire puis se dissoudre. Par contre, si le rayon est supérieur à $r_{k_b}^*$, ils seront sur-critiques et un germe stable pourra apparaître. Dans ces équations, la force motrice de germination s'écrit dans notre cas, sous l'hypothèse de solution solide idéale :

$$\Delta g_v = \frac{-1}{V_{mol}^p} \left[k_b T \ln \left(\frac{X_{Mg}^x X_{Si}^y}{X_{Mg}^{eq} X_{Si}^{eq}} \right) \right] = \frac{-k_b T}{V_{mol}^p} s \quad (2.20)$$

Avec s la sursaturation de la solution solide vis à vis de la précipitation Mg_xSi_y , V_{mol}^p le volume molaire du précipité et K_s le produit de solubilité que l'on suppose de la forme :

$$\text{Log}_{10}K_s = \text{Log}_{10} (X_{Mg}^{eq} X_{Si}^{eq}) = -\frac{A}{T} + B \quad (2.21)$$

où A et B sont deux constantes à évaluer. Ainsi, si le produit de solubilité K_s de la phase en question ainsi que son énergie d'interface γ sont connus alors il est possible de connaître la taille des germes stables $r_{k_b}^* = r^* + 0,5\sqrt{\frac{k_b T}{\pi\gamma}}$ qui apparaîtront à une température T .

Il est à présent possible de connaître à un instant t , pour une température T , la taille de la classe générée. Néanmoins, le taux de particules par unité de volume doit également être connu et il sera donné par l'équation de Kampmann et Wagner [KAM 84] :

$$\frac{dN}{dt} = N_0 Z \beta^* \exp\left(\frac{-\Delta G^*}{k_b T}\right) f(\tau, t) \quad (2.22)$$

Dans cette expression, le nombre de sites de germination homogène N_0 (pour une température proche de l'état T6, Myhr et Grong [MYH 01] estime l'énergie de germination hétérogène à 5 atomes.m⁻³) sera pris égal à $N_0 = 1/V_{at}^{SS}$ (le nombre de sites de germination hétérogène sont considérés négligeables devant N_0), avec V_{at}^{SS} le volume atomique de la Solution Solide Sursaturée SSS (*cf.* eq. (2.41)). La fonction d'incubation $f(\tau, t)$ ne sera pas prise égale à l'expression classique $f(\tau, t) = \exp(-\tau/t)$ mais plutôt à :

$$f(\tau, t) = 1 - \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right) \quad (2.23)$$

qui est plus en accord avec des modélisations atomistiques de type Monte-Carlo [MAU 05] (où τ est le temps d'incubation²⁸ dont l'expression $\tau = 2/\pi\beta^*Z^2$ [PER 07, PER 08, PER 09] est indépendante de la forme du précipité [BAR 14]). Le taux de condensation β^* de monomères qui forment un germe (*cf.* fig. 2.16) est pris égal à [PER 08, PER 09] :

$$\beta^{*-1} = \sum_{e \in \text{precip}} X_e^p \beta_e^{*-1} = \frac{a^4}{4\pi R^{*2}} \sum_{e \in \text{precip}} \left(\frac{X_e^p}{D_e X_e}\right) = \frac{a^4}{4\pi R^{*2}} \left(\frac{X_{Mg}^p}{D_{Mg} X_{Mg}} + \frac{X_{Si}^p}{D_{Si} X_{Si}}\right) \quad (2.24)$$

avec a , R^* , X_e^p , D_e et X_e qui sont respectivement : le paramètre de maille de la matrice, le rayon de germination ; la fraction atomique de l'espèce e dans le précipité « precip » en question ; le coefficient de diffusion puis la fraction atomique de l'espèce e en solution solide.

28. Le temps nécessaire pour qu'un germe sous critique passe la barrière thermodynamique ΔG^* et atteigne sa taille définitivement stable $R_{k_b T}^* = R^* + 0.5\sqrt{k_b T/\pi\gamma}$.

Dans l'équation (2.22) deux paramètres sont dépendants de la forme du précipité, il s'agit de ΔG^* (cf. eq. (2.18)) et Z . Le facteur de Zeldovich Z , peut s'écrire pour le précipité ici considéré (fig. 2.15) comme égal à (cf. annexes) :

$$Z = \frac{v_{at}^P(x+y)}{\pi R^{*2}(3\xi-2)} \sqrt{\frac{2\xi\gamma}{k_b T}} \quad (2.25)$$

avec v_{at}^P , γ , k_b ; qui sont respectivement le volume atomique du précipité, son énergie d'interface (considérée isotrope) et la constante de Boltzmann²⁹.

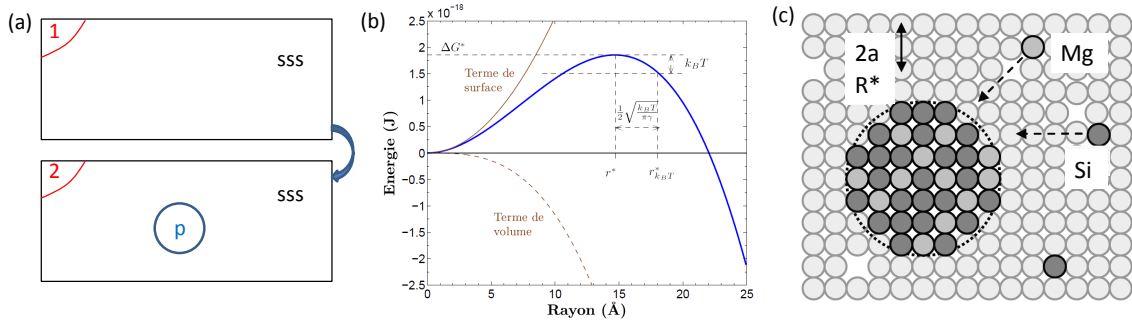


FIGURE 2.16 – Schématisation de (a) l'étape de germination, (b) l'énergie de Gibbs pour un précipité sphérique [PER 09] et (c) du taux de condensation (inspiré de [FRI 09]).

Etape de croissance/dissolution et coalescence

Comme pour l'étape de germination, l'équation de croissance dépend également de la forme des précipités considérés. Pour des précipités sphériques, sous l'hypothèse classique d'équilibre local et de profil de concentration stationnaire, le taux de croissance peut être écrit pour un précipité composé de « n » éléments de chimies ψ_i :

$$\begin{cases} \dot{r} = \frac{D_1}{r} \frac{X_1^{SS} - X_1^i}{\alpha X_1^p - X_1^i} \\ \dots \\ \dot{r} = \frac{D_n}{r} \frac{X_n^{SS} - X_n^i}{\alpha X_n^p - X_n^i} \\ (X_1^i)^{\psi_1} (X_2^i)^{\psi_2} \dots (X_n^i)^{\psi_n} = K_s \cdot \exp\left(\frac{2\gamma \cdot V_{at}^p \cdot (\sum_{i=1}^n \psi_i)}{r k_b T}\right) = K_{GT} \end{cases} \quad (2.26)$$

où X_i représente la fraction atomique à l'interface (inconnue) et α le ratio entre le volume atomique de la solution solide V_{at}^{ss} et celui du précipité V_{at}^p (on note que dans la littérature cette expression n'est pas toujours utilisée, on trouve soit $\alpha = 1$ soit $V_{at}^{ss} = V_{at}^m$ ce qui n'est correct que sous certaines hypothèses). La difficulté pour

29. $k_b = 1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$.

résoudre ce système non linéaire (2.26) dépend du nombre d'éléments considérés, de leur chimie et des simplifications possibles pour des éléments à forte diffusion. Dans le cas général, pour chaque équation \dot{r} l'élément « j » peut être isolé $X_j^i = \alpha X_j^p - \frac{D_j(X_j^{SS} - \alpha X_j^p)}{\dot{r}r - D_j}$ et le taux de croissance s'obtient par résolution de :

$$\prod_{j=1}^n \left(\alpha X_j^p - \frac{D_j (X_j^{SS} - \alpha X_j^p)}{\dot{r}r - D_j} \right)^{\psi_j} - K_{GT} = 0 \quad (2.27)$$

Dans ces équations, K_{GT} représente le produit solubilité modifié par la prise en compte de la courbure de ce dernier (ou plus exactement le rapport volume sur surface), c'est l'effet Gibbs-Thomson [PER 05]. Dans le cas d'un précipité de type Mg_xSi_y il s'écrit [PER 05] :

$$X_{Mg}^i x X_{Si}^i y = K_s \cdot \exp\left(\frac{r_0}{r}\right) \quad (2.28)$$

où r_0 est la longueur de capillarité donnée pour un bâtonnet par (*cf.* annexes) :

$$r_0 = \frac{4\xi\gamma v_{at}^P(x+y)}{(3\xi-2)k_bT} \quad (2.29)$$

Dans le cadre de cette étude, les équations de croissance présentées dans le système (2.26) doivent être modifiées afin de prendre en compte la forme de nos précipités. Dans la littérature, les travaux de Trivedi [TRI 70] proposent une solution pour ce type de morphologie, néanmoins des travaux récents [HIL 03] ont montré que ce type de solution peut se comporter très mal lors de certaines valeurs de sursaturation. Le choix de l'équation de croissance s'est donc porté sur une variante de l'équation de Zener-Hillert [HIL 57] pour des bâtonnets :

$$\frac{dl}{dt} = 1.5 \frac{D_{Mg}}{2r_p} \frac{X_{Mg} - X_{Mg}^i}{\alpha X_{Mg}^p - X_{Mg}^i} = 1.5 \frac{D_{Si}}{2r_p} \frac{X_{Si} - X_{Si}^i}{\alpha X_{Si}^p - X_{Si}^i} \quad (2.30)$$

Dans ce travail, il est proposé de supprimer le facteur multiplicatif originel $(1-r^*/r_p)$ qui rend compte de la limitation de la diffusion par les effets capillaires. En effet, lors d'un couplage avec l'équation de Gibbs-Thomson (2.28) ce comportement est implicitement pris en compte [BAR 14].

Ainsi, pour un précipité Mg_xSi_y et sous l'hypothèse d'un rapport d'élanement constant et d'une forme hémisphérique, le système non linéaire (2.26) peut être résolu par un algorithme hybride Newton-Raphson/Brent [BRE 73]³⁰ et la croissance des bâtonnets peut être connue à chaque pas de temps.

30. En cas de non convergence de Newton-Raphson l'algorithme de Brent [BRE 73] résout le problème grâce à son inconditionnelle convergence (pour un bon choix de bornes).

Résolution

Les équations de nucléation, croissance/dissolution (si une classe devient trop petite³¹ elle est supprimée) et coalescence ont été adaptées pour des bâtonnets. Ainsi, pour tout temps t on peut à l'aide d'un schéma explicite à pas Δt adaptatif (contrôlé soit sur la variation de r^* [PER 08] soit sur X_e ³² ainsi que sur la positivité des fractions d'atomes en solution solide) résoudre les équations (2.22), (2.26). Si ce pas de temps est accepté, le bilan des atomes restant en solution est effectué à l'aide de l'équation (2.40) présentée plus loin et l'expression de la fraction volumique des bâtonnets :

$$f_v = \sum_i \pi r_i^3 (\xi - 2/3) N_i \quad (2.31)$$

puis un re-équilibrage du nombre de classes est effectué afin d'éviter les oscillations numériques et conserver un nombre de classes suffisant (typiquement entre 250 et 500) pour une bonne description de l'état de précipitation (*cf.* [PER 08]). Dans ce travail, un algorithme basé sur une interpolation linéaire de la densité de distribution est proposé et permet de rendre plus robuste cette étape de la simulation. L'ensemble des étapes présentées est résumé en figure 2.17a.

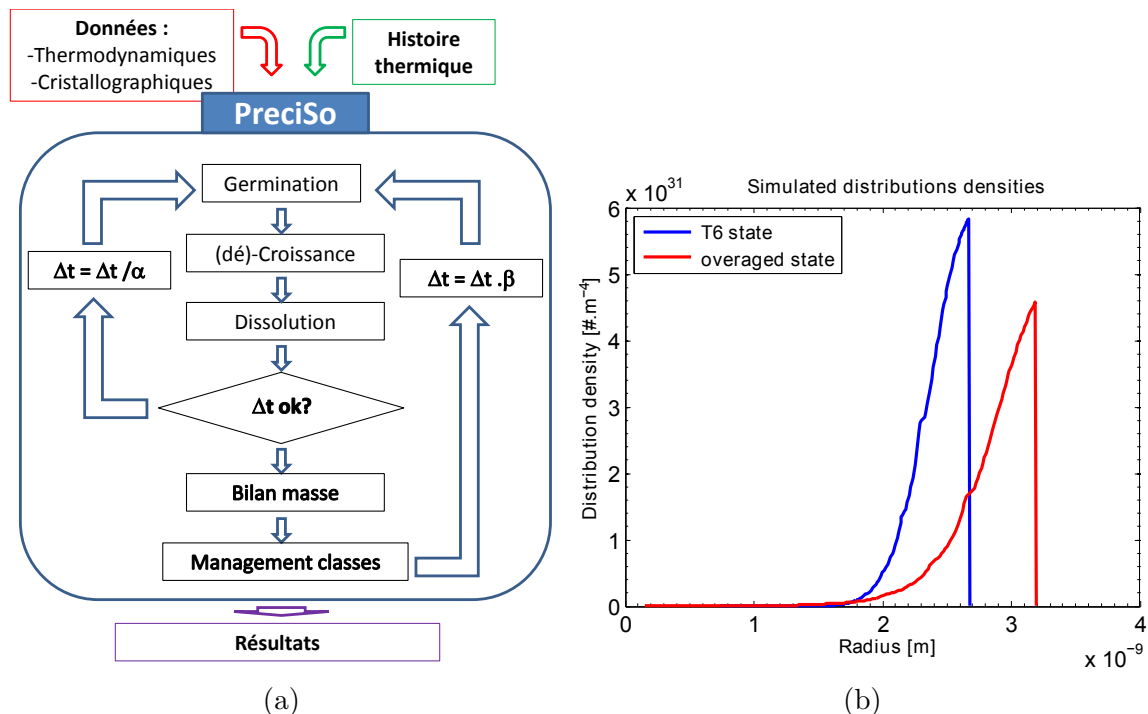


FIGURE 2.17 – (a) Schéma de principe de PreciSo et (b) exemple de distributions obtenues pour un état T6 et un état T6 sur-vieilli.

31. De l'ordre de grandeur d'un atome.

32. Moins rapide mais plus robuste.

2.3.3 Calibration et résultats

Calibration

La calibration (la détermination de A , B et γ) du modèle proposé pour cet alliage se déroule en deux étapes. Tout d'abord, le produit de solubilité peut être obtenu en faisant l'hypothèse que (i) la fraction volumique f_v de précipités β'' - β' est de l'ordre de 1,6% pour la température correspondante au traitement de l'état T6 (175° C); (ii) que la complète dissolution de ces précipités se produit vers 465° C (*cf.* fig. 3.14), comme proposé par l'étude expérimentale de Massardier *et al.* [MAS 00] et confirmé par les ordres de grandeur fournis par calcul thermodynamique [ZHA 10]. Sous ces conditions, il vient : $A = 30750$ K et $B = -16,3$. Ensuite, l'énergie d'interface précipité/matrice γ peut être déterminé en simulant un état T6 (8 h à 175° C) à partir d'une solution solide sursaturée (SSS). En effet, l'énergie d'interface est directement liée au taux de germination et donc la densité [m^{-3}] de précipités. Nous choisissons comme « valeur objectif » une densité de 10^{23} m^{-3} en accord avec la caractérisation fine de l'état T6 d'un alliage similaire qui a été proposée dans les travaux de Donnadiou *et al.* [DON 99]. On voit ainsi sur la figure 2.18 qu'une valeur de $\gamma = 0,108 \text{ J/m}^2$ mène à une valeur raisonnable de densité de précipités (fig. 2.18b), mais aussi de rayon moyen (fig. 2.18a). De plus, comme nous le verrons dans le dernier chapitre, ce choix confirme que l'énergie d'interface choisie permet d'obtenir une limite d'élasticité optimale pour l'état T6 (*cf.* fig. 4.7).

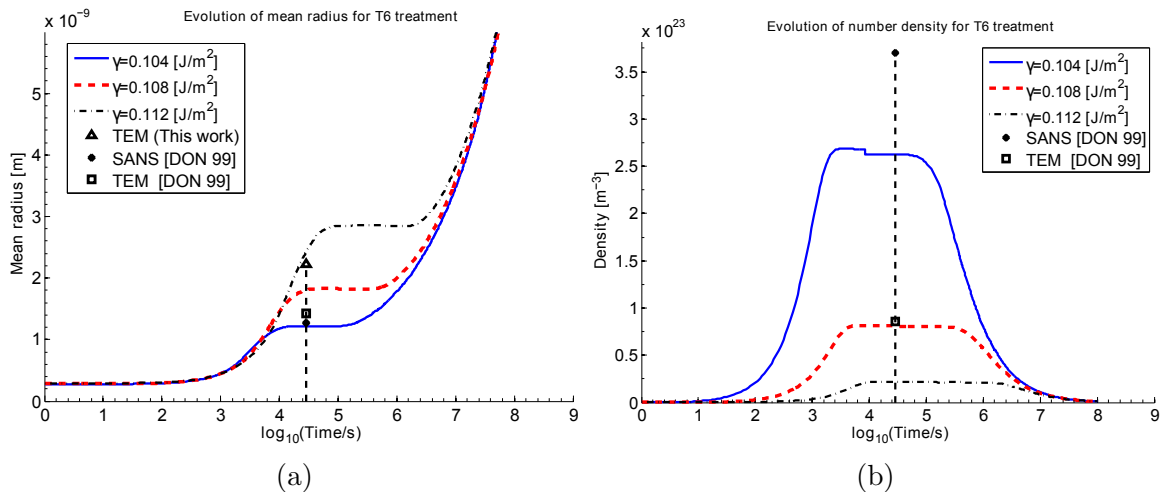


FIGURE 2.18 – Evolution (a) du rayon moyen des précipités, et (b) de la densité de précipités pour un isotherme correspondant à un état T6 suivi d'un vieillissement à cette même température (depuis une SSS).

Les coefficients de diffusion du magnésium et du silicium sont pris dans la littérature depuis la référence [MYH 01], il a été vérifié que ces valeurs sont en accord avec des études expérimentales menées sur des alliages d'aluminium [DU 03]. La chimie des précipités a été considérée comme étant celle des précipités β' et à

TABLE 2.4 – Paramètres utilisés pour le modèle de précipitation.

Paramètre	Valeur	Source
x	18	[VIS 07]
y	10	[VIS 07]
D_i^0 [m ² /s]	$2,2 \times 10^{-4}$	[MYH 01]
Q_i^0 [kJ/mol]	130	[MYH 01]
v_{at}^P [m ³]	$1,92 \times 10^{-29}$	[VIS 07]
A [K]	30750	Ce travail
B	-16.3	
γ [J.m ⁻²]	0.108	Depuis état T6
a [m]	$4,05 \times 10^{-10}$	[RAV 04]
v_{at}^M [m ³]	$1,66 \times 10^{-29}$	[VIS 07]

partir des travaux de Vissier *et al.* [VIS 07], leur chimie sera considérée comme étant Mg₁₈Si₁₀ avec un volume atomique moyen de $v_{at}^P = 1,92 \times 10^{-29}$ m³.

Tous les paramètres sont listés dans la table 2.4.

Résultats

A partir de l'état T6 simulé, tous les traitements thermiques représentatifs du soudage représentés en figure 2.11 ont été appliqués. Les résultats obtenus pour toutes ces histoires thermiques sont représentés sur la figure 2.19, on y voit l'évolution du rayon moyen simulé ainsi que la fraction volumique en fonction de la température atteinte lors du traitement (pour une même vitesse) et l'influence de la vitesse de chauffage (pour une même température atteinte).

Il peut être observé sur les figures 2.19a et 2.19b que l'état de précipitation n'évolue pas de façon significative pour des traitements où la température atteinte est en deçà de 300° C. Pour des températures plus importantes, la coalescence apparaît simultanément à une dissolution des précipités, ce qui engendre une augmentation du rayon tandis que la fraction volumique diminue. Au final, proche de la température de solvus (465° C) de la phase β' , la phase durcissante β'' - β' est complètement dissoute. Ces résultats sont en bon accord avec les données de MET et DNPA.

Le modèle prédit un effet limité de la vitesse de chauffage sur le rayon moyen (fig. 2.19b) et la fraction volumique f_v (fig. 2.19d) pour une température de 400° C excepté pour des vitesses basses où la coalescence engendre une augmentation du rayon moyen.

On note que le modèle sous estime f_v dans les températures comprises entre 350 et 500° C. Cet effet peut être lié au fait que la chimie des précipités s'éloigne assez significativement de l'état initial rendant le facteur de contraste (*cf.* eq. (2.16)) obsolète. Mais ceci peut également être dû au fait que le modèle ne prend en compte que les phases β'' - β' . Une apparition de phases non prises en compte dans la modélisation est probablement détectée par la DNPA et amplifie donc la fraction volumique me-

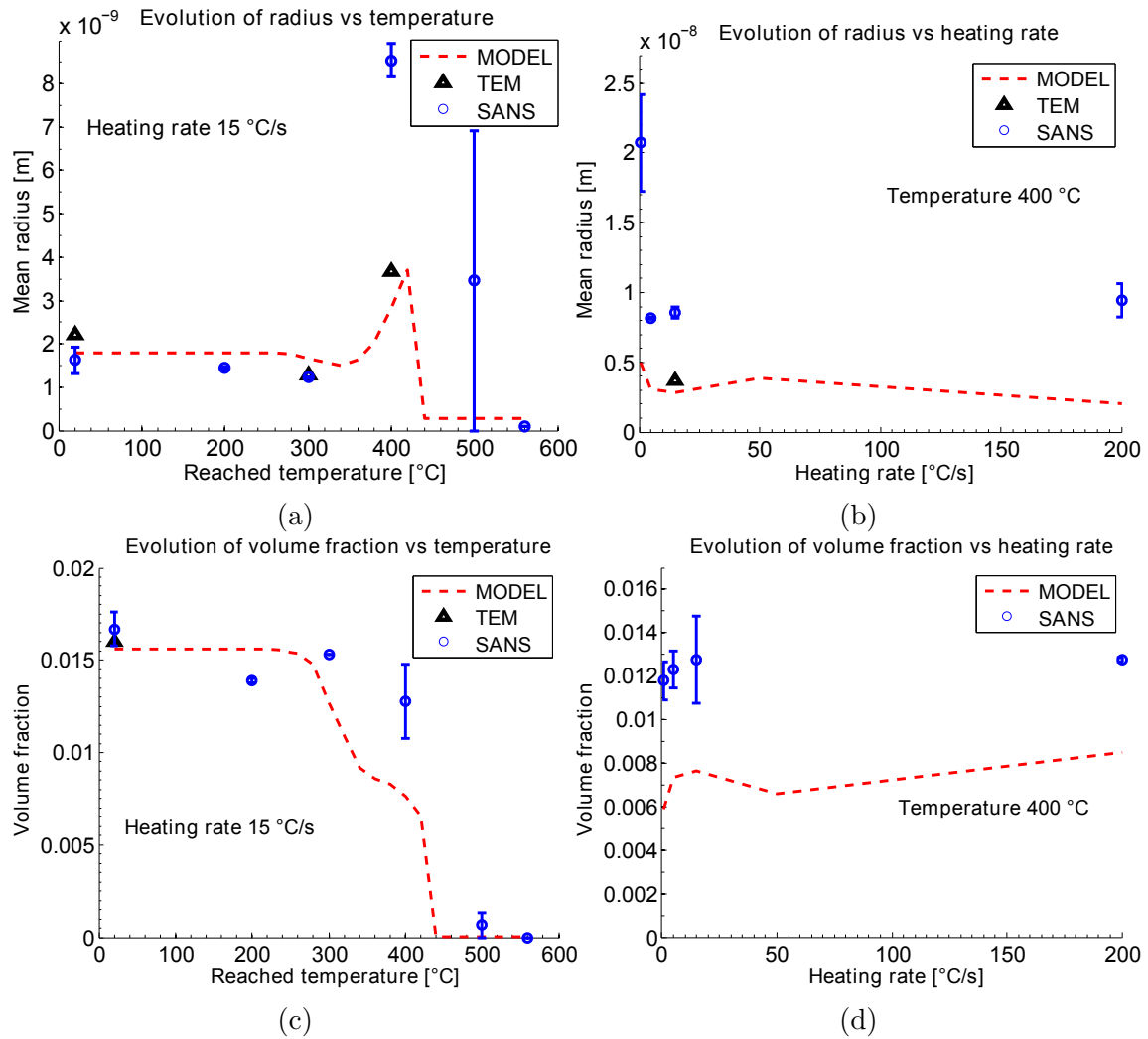


FIGURE 2.19 – Evolution du rayon moyen (a et b) et de la fraction volumique précipitée (c et d) pour différentes températures atteintes (vitesse de chauffage 15° C/s : a et c) et plusieurs vitesses de chauffage (pour une température atteinte de 400° C : b et d).

surée, mais aussi le rayon moyen qui est mesuré à 400° C par DNPA. Ceci n'est pas critique car il est classiquement établi que ces phases ont un rôle négligeable sur les propriétés mécaniques (d'ailleurs les modélisations de limite d'élasticité du dernier chapitre viendront confirmer ceci).

2.3.4 Couplages précipitation-diffusion chimique par Volumes Finis

Nécessité d'extension du modèle

A l'aide de données expérimentales en MET et DNPA, on a pu dans les précédents paragraphes mettre en place une modélisation de la phase durcissante β'' - β' . A présent le maillage du modèle Eléments Finis (EF) présenté en figure 2.5, ainsi que l'histoire thermique de chaque maille, peuvent être fournis à PreciSo qui générera un « objet C++ PreciSo » indépendant pour chacune d'entre elle (ce qui facilite la future parallélisation du code). Ainsi, il est possible de connaître l'état de précipitation dans toute la structure. Avant de discuter des résultats de cette application (fig. 2.22), une extension du logiciel PreciSo va être présentée.

En effet, dans le cadre d'un contexte industriel fort, il a été décidé d'étendre les possibilités de PreciSo par la prise en compte de la diffusion à longue distance. On parlera donc de couplage fort précipitation-diffusion. Ce choix s'explique par la volonté de mettre à disposition des industriels un code de précipitation utilisable sur une majorité d'applications réelles. Or dans la littérature, ce type de modèle n'est pas disponible hormis en 1D dans les travaux de [LAN 12] mais où la modélisation de la précipitation se fait par une approche simpliste de type rayon moyen. Le cadre fourni ici est une modélisation KWN de type lagrangienne qui permet d'ors et déjà d'effectuer des simulations pour des traitements anisothermes où les précipités peuvent potentiellement avoir une chimie variable³³. L'extension du modèle par un couplage fort permettra ensuite d'étendre les applications pour :

- des matériaux présentant un gradient de précipitation et/ou chimie initial, comme pour les pièces massives coulées [CHO 12],
- des matériaux revêtus [BAR],
- ou des procédés de type nitruration [LAN 12], cémentation...

Ici, si l'on considère le caisson de RJH homogène, il sera tout de même intéressant de vérifier l'hypothèse qui consiste à négliger la diffusion à longue distance, qui pourrait potentiellement provenir des gradients de dissolution de précipités³⁴.

Une schématisation de l'algorithme « nodePreciSo » proposé est présentée en figure 2.20.

Traitement de la diffusion et bilan de masse

Dans le cadre de ces travaux, la Méthode des Volumes Finis (FVM) a été choisie pour résoudre le problème de diffusion pour deux raisons :

- la facilité de mise en oeuvre (permettant de conserver ce type de résolution au sein même de PreciSo),
- le respect de la conservation locale des espèces,

33. Non traité dans le cadre de cette thèse, cf. [PER 08].

34. Un gradient de précipitation induit un gradient d'éléments en SS disponible pour la diffusion.

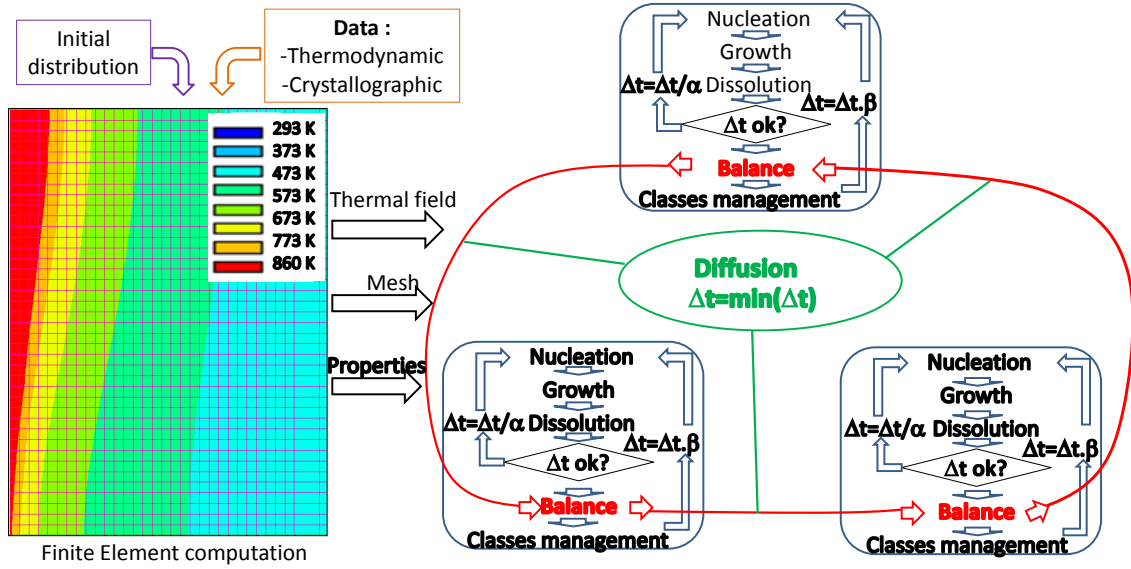


FIGURE 2.20 – Schématisation du fonctionnement du couplage (algorithme « node-PreciSo »). Ici, trois blocs indépendants similaires (ou non : des propriétés différentes peuvent être renseignées) sont couplés à une résolution de type volumes finis pour la diffusion à longue distance.

- ainsi que la possibilité d'utiliser des maillages non structurés (mais néanmoins admissibles³⁵).

Par souci de simplicité, il a été également supposé que le flux d'espèce ne suit pas une loi de Nernst-Einstein [LAN 12] mais plutôt une loi de Fick.

Ainsi, l'équation de conservation de l'espèce j nous permet d'écrire pour chaque élément e du maillage :

$$\frac{\partial}{\partial t} \int \int \int C_e^j dV = D \int \int \text{grad}(C_e^j) \vec{n} dS \quad (2.32)$$

S'il est à présent considéré que le volume est indépendant de la diffusion et que la concentration est constante dans chaque élément³⁶, alors durant le pas de temps Δt la variation d'atomes n entre les mailles e et $e + 1$ pour l'espèce j s'écrit :

$$\Delta n_{e \rightarrow e+1}^j = -D^j(T) \frac{(X_{SS}^j/V_{SS}^{at})_{e+1} - (X_{SS}^j/V_{SS}^{at})_e}{|P_{e+1} - P_e|} S_{e \rightarrow e+1} \Delta t \quad (2.33)$$

où P_e est la coordonnée du barycentre de l'élément e ; X_{SS}^j la fraction atomique en solution solide de j et $S_{e \rightarrow e+1}$ la surface de transfert. Dans cette équation (2.33), Δt

35. Sauf pour une triangulation de Delaunay car l'on peut résoudre sur le maillage dual qui est de Voronoi et donc admissible.

36. Le point d'intégration est le barycentre.

représente le « pas de temps PreciSo », il est adapté au problème de précipitation (cf. fig. 2.17) mais aussi à la résolution explicite du problème de diffusion, par le respect de la condition de stabilité³⁷ Courant–Friedrichs–Lewy (CFL) (cf. annexes).

Le nombre d'atomes initial (avant diffusion) de chaque espèce est calculé à l'aide de l'expression :

$$n_e^j = \frac{X_e^j \cdot V_e}{V_e^{at}} \quad (2.34)$$

où le volume atomique moyen V_e^{at} de la maille (de volume V_e) s'écrit (cf. eq. (2.40)) :

$$V_e^{at} = \frac{1}{\frac{1 - \sum_p f v_p}{V_{ss}^{at}} + \sum_p \frac{f v_p}{V_p^{at}}} \quad (2.35)$$

Mise en place du couplage par l'intermédiaire du bilan de masse

Le couplage entre précipitation et diffusion est obtenu par l'équation (2.33). En effet dans cette équation (2.33), la quantité X_{SS}^j représente la fraction atomique de solutés j non captés par des précipités durant le pas Δt et donc disponibles pour la diffusion. L'expression X_{SS}^j est obtenue par un bilan de masse des atomes j qui se trouvent soit en solution soit dans les précipités (bilan évoqué lors de la présentation de l'eq. (2.31)). On a donc pour chaque élément e :

$$n_e^j = n_{ss}^j + \sum_p n_p^j \quad (2.36)$$

et, si on divise par le nombre total d'atomes n_e^T on obtient :

$$X_e^j = \frac{n_{ss}^j}{n_{ss}^T} \frac{n_{ss}^T}{n_e^T} + \sum_p \frac{n_p^j}{n_{ss}^T} \frac{n_{ss}^T}{n_e^T} = X_{ss}^j \frac{n_{ss}}{n_{ss} + \sum_p n_p^j} + \sum_p X_{p_j}^j \frac{n_{p_j}^j}{n_{ss} + \sum_p n_p^j} \quad (2.37)$$

Dans cette expression, X_e^j est le nombre total³⁸ d'atomes de l'élément j dans le noeud e ; $X_{ss}^j = n_{ss}^j/n_{ss}^T$ et $X_{p_j}^j = n_{p_j}^j/n_p^T$. Le nombre d'atomes total j dans le précipité p n_p^j est calculé en fonction de V_p^{at} (voir eq. (2.42)) par :

$$n_p^j = \frac{V_p^j}{V_p^{at}} = V_e^T \frac{V_p^j}{V_e^T V_p^{at}} = \frac{V_e^T}{V_{ss}^{at}} \alpha_p f v_p \quad (2.38)$$

et similairement le nombre total n_{ss}^T est obtenu par :

$$n_{ss}^T = \frac{V_{ss}}{V_{ss}^{at}} = \frac{V_e^T - \sum_p V_p}{V_{ss}^{at}} = \frac{V_e^T}{V_{ss}^{at}} \left[1 - \sum_p f v_p \right] \quad (2.39)$$

37. La précision du schéma étant fixée par un coefficient multiplicatif sur la condition CFL.

38. En solution solide et dans les précipités.

A présent, en introduisant les équations (2.38) et (2.39) dans (2.37) on retrouve l'expression du bilan de masse évoquée dans l'application sur l'alliage 6061 (*cf.* explications liées à l'eq. (2.31)) :

$$X_{ss}^j = \frac{X_e^j \left(1 - \sum_p fV_p + \sum_p \alpha_p fV_p \right) - \sum_p X_p^j \alpha_p fV_p}{1 - \sum_p fV_p} \quad (2.40)$$

On peut noter que malgré sa généralité et sa formulation intrinsèque³⁹ cette équation (2.40), utilisée ici pour le bilan de masse, n'est pas présente dans la littérature. Pour notre application (alliage faiblement allié), il est possible d'effectuer l'hypothèse $V_{ss}^{at} = V_m^{at}$ classique, néanmoins nous lui préférons les équations :

$$V_{ss}^{at} = \frac{(n_m + n_{sub}) V_m^{at} + n_{int} V_{int}^{at}}{n_{ss}^T} = \left(1 - \sum_{k \in int} X_{ss}^k \right) V_m^{at} \quad (2.41)$$

associé à (avec $\alpha'_p = V_{at}^M / V_{at}^p$) :

$$\alpha_p = \left(1 - \sum_{k \in int} X_{ss}^k \right) \alpha'_p \quad (2.42)$$

obtenues sous la seule hypothèse que les atomes substitutionnels diffusés ont un volume atomique moyen similaire à ceux de la matrice et que les interstitielles ne « gonflent » pas la maille, ce qui est très raisonnable pour des alliages faiblement alliés.

Application à la simulation du soudage

Après vérification de l'implémentation sur des cas simples (*cf.* annexes), le modèle de précipitation a été appliqué sur le cas du soudage de l'alliage 6061-T6. Le calcul a été effectué pour la section transversale qui se trouve au centre de la plaque. Afin de pouvoir comparer les résultats avec et sans le couplage fort précipitation/diffusion, un maillage admissible de taille comparable à celui de la section originale maillée en fig. 2.4 a été généré⁴⁰ pour le support du champ de température.

Les résultats en figure 2.22 présentent l'évolution du rayon moyen et la fraction volumique pour trois lignes transversales à la soudure (les mêmes lignes horizontales utilisées pour la diffraction de neutrons 1.25). On remarque sur ces figures que plus on se rapproche du centre de la soudure, plus les précipités ont été dissous (jusqu'à atteindre une complète dissolution) avec une zone de coalescence qui se manifeste

39. Indépendante du volume d'étude.

40. Sans re-équilibre.

par une augmentation du rayon moyen. Comme on pouvait s'y attendre, on remarque que le couplage précipitation/diffusion n'a pas d'influence sur la cinétique de précipitation dans la soudure. En effet, le matériau de départ a été considéré homogène et la fraction maximale de précipité reste faible 1,6%. Ainsi lors du soudage, les gradients de concentration dans la solution sont très faibles et leur transport n'est pas facilité par le coefficient de diffusion modéré des éléments Mg et Si. De plus, pour des transitoires thermiques rapides (t petit) la longueur de diffusion $\sqrt{2Dt}$ est faible.

La figure 2.21 représente une cartographie 2D des résultats obtenus après soudage⁴¹. On remarque que les champs de rayon moyen Rm et de fraction volumique ont une allure similaire aux cartographies de températures maximales précédemment présentées en figures 2.5–2.20 pour cette section. En se basant sur les travaux de Myhr, Grong *et al.* [MYH 04], on remarque que le profil des résultats obtenus est typique d'un alliage de la série 6xxx (*cf.* fig. 1.10) n'ayant pas subi de traitement de maturation post-soudage. En effet, on observe successivement : une zone où le matériau n'est pas affecté, une partielle dissolution, l'apparition de phases grossières puis une complète dissolution. Il convient de noter que, durant ce traitement, le modèle de précipitation est appliqué dans la ZF de manière similaire à la ZAT sans prise en compte des effets de solidifications.

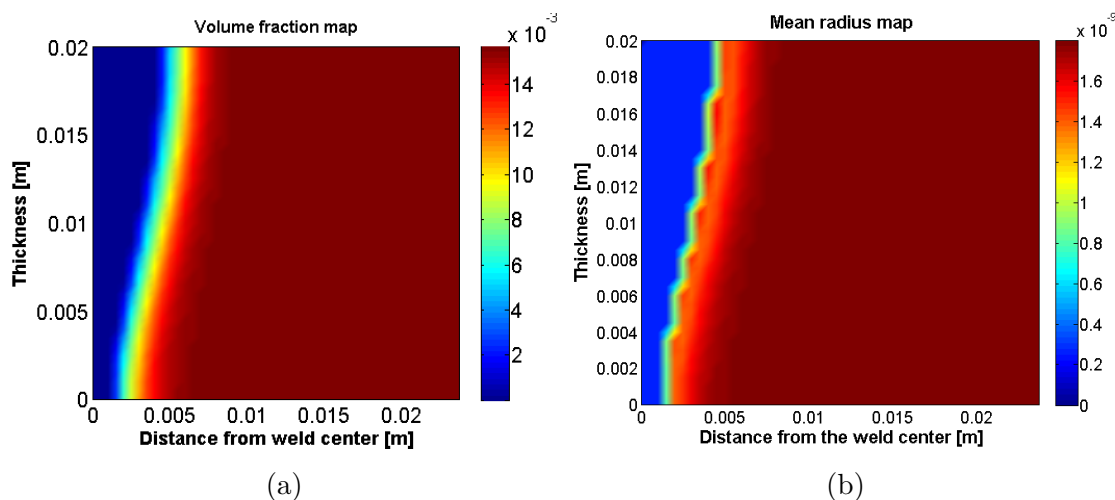


FIGURE 2.21 – Représentation (a) de la fraction volumique et (b) du rayon moyen de la distribution simulée sur le maillage de projection. Ces résultats proviennent de la section centrale de la soudure EF (les résultats avec et sans couplage en diffusion fournissent les mêmes cartographies).

41. Calcul EF stoppé à environ 60° C.

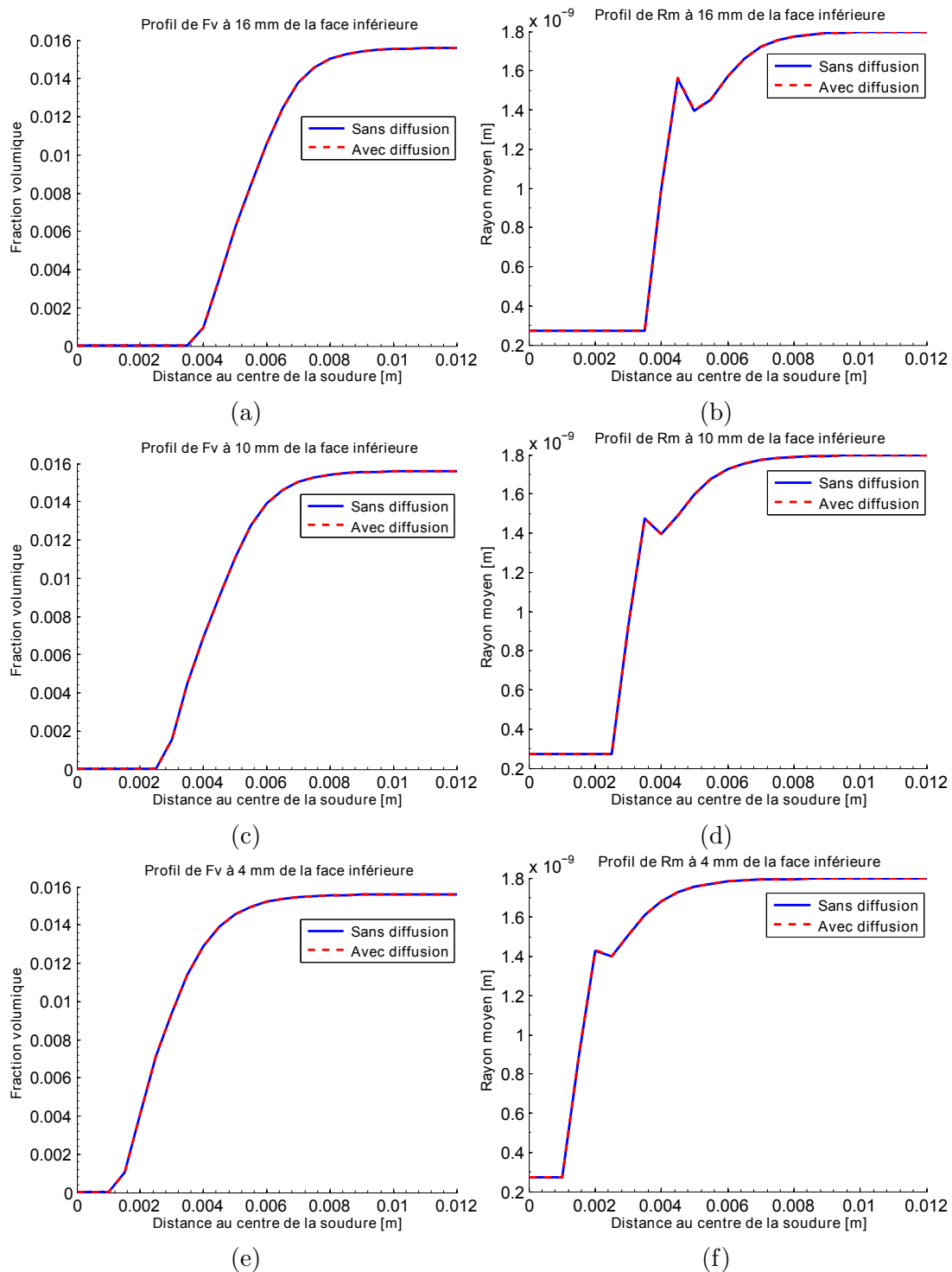


FIGURE 2.22 – Zoom sur le profil (b, d, f) du rayon moyen R_m , (a, c, e) de la fraction volumique F_v . La zone fondue est traité comme la ZAT dans ce travail (pas d'effets de la solidification.)

2.4 Synthèse

Un aperçu de la simulation du soudage a été donné dans la première partie de ce second chapitre permettant d'évaluer la complexité de la simulation de tels procédés. Afin d'obtenir une prédiction du champ de température dans une plaque ayant subi une ligne de fusion, l'approche par chargement thermique équivalent a été utilisée. La simulation thermique proposée a ensuite été couplée à une analyse mécanique phénoménologique de la dissolution. Ce type d'approche est intéressant car il a permis d'obtenir des résultats (thermiques et mécaniques) très raisonnables pour un investissement en terme de modélisation assez réduit.

La seconde partie de ce chapitre a permis de faire un point sur une combinaison de données de caractérisations locales/globales provenant des travaux de D. Maisonnette [MAI 10] mais aussi sur le bilan du retraitement des mesures de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA). Ces données ont servi de base pour la calibration et la modélisation de la cinétique de précipitation des phases β'' et β' pour des traitements représentatifs des cinétiques thermiques mesurées au premier chapitre.

Ensuite, une modélisation originale de la précipitation des phases durcissantes β'' - β' a été proposée. Cette modélisation se base sur une morphologie de précipités non-sphériques ce qui a permis de revisiter les équations de la théorie classique de la germination/croissance. Après calibration sur un traitement isotherme « type T6 », on voit que le modèle proposé représente de façon assez fidèle les évolutions microstructurales que l'on trouve lors de traitements fortement anisothermes. Ce modèle a donc pu être introduit dans un logiciel de précipitation de l'INSA Lyon « PreciSo » qui a été totalement ré-implémenté pour l'occasion.

La dernière partie de ce chapitre a permis de montrer le couplage de PreciSo avec les simulations thermiques effectuées précédemment. Les résultats semblent tout à fait cohérents avec la littérature et permettent d'envisager la suite du travail sur le comportement mécanique de l'AA6061-T6. Une ouverture en fin de chapitre a été proposée afin de présenter une extension des capacités de modélisations actuelles pour des applications plus proches de cas industriels complexes (matériaux non homogènes, revêtus...).

Chapitre 3

Rhéologie du matériau d'étude

Ce chapitre vise à comprendre l'influence de la dégradation de l'état de précipitation, due à des traitements potentiellement anisothermes, sur le comportement mécanique de l'alliage 6061-T6. Des essais cycliques seront faits dans plusieurs états de précipitations et les différents comportements observés seront analysés par comparaison avec les évolutions de microstructures. La première section passera en revue les méthodes de caractérisations employées dans la littérature pour comprendre le lien entre propriétés mécaniques et microstructure. Dans une seconde partie, la mise en place, la méthodologie employée ainsi que les résultats obtenus lors de cette thèse seront présentés et discutés.

Sommaire

3.1	Etat de l'art	95
3.1.1	Phénomènes mis en jeu	95
3.1.2	Comportement à l'ambiante	96
3.1.3	Comportement en température	100
3.2	Déroulement des essais	102
3.2.1	Méthodologie adoptée	102
3.2.2	Mise en place des essais	105

3.3	Résultats	113
3.3.1	Traitements transitoires et microstructures associées	113
3.3.2	Comportement mécanique après transitoires thermiques	117
3.3.3	Comportement mécanique à chaud	129
3.4	Synthèse	134

3.1 Etat de l'art

Ce chapitre vise à mettre en avant les variations de comportement mécanique de l'alliage 6061-T6 à la suite ou lors de traitement thermiques de type soudage. Cette partie bibliographique permet de présenter les données à disposition dans la littérature, leurs limites, mais aussi de justifier l'approche expérimentale choisie dans la suite de ce chapitre.

3.1.1 Phénomènes mis en jeu

La simulation numérique a fait des progrès importants ces dernières décennies, à tel point que la simulation par éléments finis n'est pas seulement devenue un outil incontournable pour la prédiction du comportement d'une structure mais aussi pour l'étude de procédés industriels complexes tels que le forgeage [AHM 10], le soudage laser [ZAI 09], l'usinage [COU 11], le soudage par friction malaxage [SIM 06a]..., et de leur optimisation.

Néanmoins, la qualité de ces simulations dépend en grande partie des lois de comportements utilisées et de leur justesse vis-à-vis de la gamme de déformations, du type de sollicitations et températures que l'on souhaite modéliser.

Le soudage est un procédé haute température¹ qui sollicite le matériau de façon complexe. En plus d'être plastifiant (comme expliqué en figure 1.21), le chargement est également non monotone², multiaxial et à vitesse de sollicitation variable. Pour s'en rendre compte, il suffit d'observer la figure 3.1 qui représente le champ thermique typique rencontré lors de ce procédé. Durant un temps Δt lors du soudage, un incrément de température ΔT différent va être imposé en tout point de la pièce, sous l'effet de la dilatation³ un taux de déformation ϵ_{th} va être imposé durant Δt . Lors de cette passe de soudage, tout point proche de la zone fondue (ZF) sera en compression sous l'action de la dilatation bloquée par l'extrémité. Quelques instants plus tard, ce même point se trouvera dans un état de traction lors du refroidissement. Ainsi, chaque point traversé par l'opération de soudage, subit un chargement thermique qui induit un cycle de déformation traction-compression. Ces contraintes engendrées par la dilation du matériau se produisent dans diverses directions. Si on couple ceci à des gradients de température, on obtient un chargement complexe multiaxial et à vitesse de déformation variable (car la vitesse de chauffe/refroidissement varie également en tous points).

De plus, comme cela a été montré dans les chapitres précédents, l'histoire ther-

1. On parle de haute température généralement au dessus du 1/3 de la température de fusion.
 2. On note même la présence de plusieurs cycles traction/compression lors d'un soudage multipasses.
 3. Le coefficient de dilatation peut également être différent en tous points si une dépendance en température est considérée.

mique imposée par le procédé de soudage a aussi des conséquences microstructurales importantes. Dans les conditions de soudage utilisées on assiste à une solidification engendrant une structure granulaire mixte dans la ZF (structure colonnaire et équiaxe). Dans cette ZF, mais aussi dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT), l'état de précipitation va être grandement affecté et plus particulièrement les phases durcissantes β'' - β' (cf. fig. 2.19 et 1.10) engendrant, comme il sera montré plus loin, une grande variété de comportements.

Dans ce travail de thèse, l'objectif recherché est de pouvoir comprendre le rôle de la précipitation durcissante sur le comportement de l'alliage AA6061-T6 après et lors du soudage (les effets de vieillissement post-soudage ne sont pas étudiés). En effet, l'amélioration de la compréhension du comportement de cet alliage en fonction de l'état de précipitation est un point clef car il permettrait de modéliser de façon fiable l'évolution mécanique du caisson une fois soudé mais aussi d'améliorer les modélisations actuellement disponibles dans les logiciels éléments finis (EF) pour le soudage et la prédiction des contraintes résiduelles. L'influence de la température et de la vitesse de déformation sera également discuté dans ce mémoire.

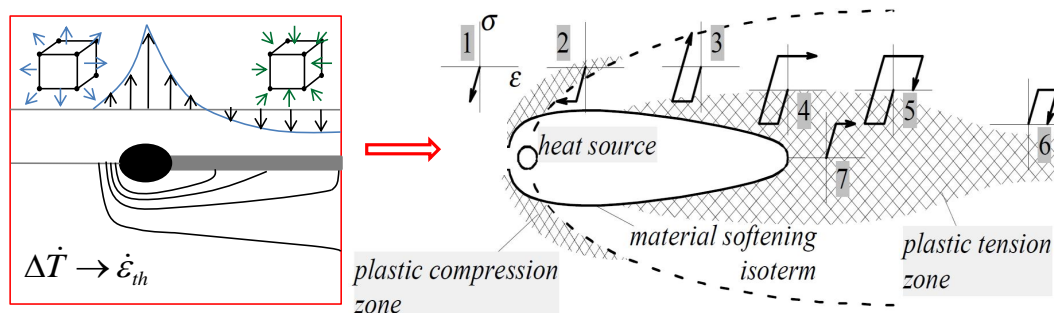


FIGURE 3.1 – Schématisation du chargement impliqué par le soudage (inspiré de [PIL 01]).

3.1.2 Comportement à l'ambiante

Traitements isothermes

Contrairement aux alliages des séries 1xxx, 3xxx et 5xxx, les alliages à durcissement structural ont leur résistance qui est principalement contrôlée par la précipitation (en plus de l'effet hall-Petch, de l'augmentation de la densité de dislocations et des effets de la solution solide).

De nombreuses études ont été effectuées dans la littérature afin d'évaluer l'influence de la précipitation sur le comportement mécanique. Dans les travaux de Esmaili *et al.* [ESM 03b, WAN 03, ESM 03a] puis plus récemment dans ceux de

Marceau *et al.* [MAR 13], les auteurs utilisent un alliage 6111 dans un état de Solution Solide Sursaturée (SSS) et étudient l'influence d'une maturation⁴ et/ou de traitements thermiques durcissants (dont des traitements de type T6). A partir de mesures de limites d'élasticités couplées à des mesures de Microscopie Electronique à Transmission (MET) ou de mesures tomographiques par sonde atomique [MAR 13] les auteurs corrélient de façon intéressante l'évolution de la densité de précipités avec l'évolution de limite d'élasticité.

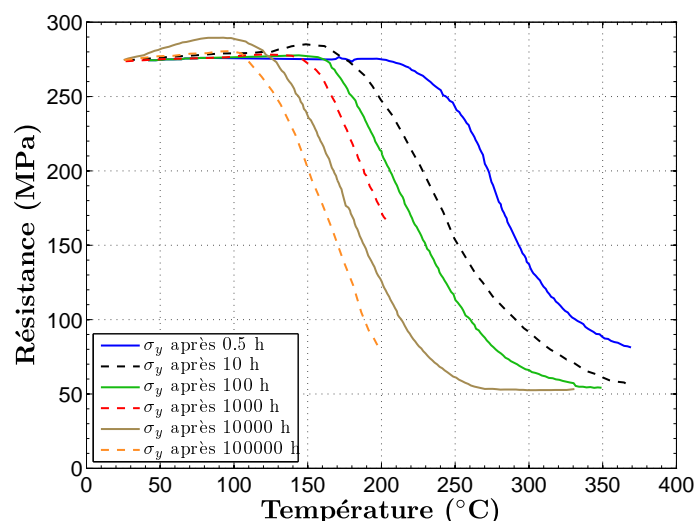


FIGURE 3.2 – Représentation de la limite d'élasticité mesurée à température ambiante en fonction de la température et la durée d'un traitement préalable [DEV 2a].

L'alliage utilisé ici est également de la série 6xxx mais utilisé à partir d'un état T6, l'étape de soudage aura donc pour effet de dégrader l'état de précipitation à forte densité de β'' par coalescence, dissolution et/ou changement de phase (*cf.* fig. 2.19). Afin de comprendre dans quelle mesure les changements microstructuraux influent la dégradation du comportement du matériau, des essais mécaniques peuvent être effectués après traitement thermique. Dans les travaux de Develay [DEV 2a], l'auteur donne notamment l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température et de la durée d'un chauffage préalable. Les courbes ainsi obtenues sont tracées en figure 3.2. En plus de mettre en avant l'accentuation de la dégradation des propriétés avec la température, ces courbes montrent également qu'un maintien long a un effet plutôt négatif sur les propriétés mécaniques (excepté en dessous de 110°C où l'agitation thermique n'est pas suffisante à la dissolution/coalescence). Ce type de résultats se corrèle parfaitement avec les résultats présentés dans le chapitre précédent : plus la température est élevée, plus la diffusion est accentuée et les phénomènes de dissolution/coalescence importants. De plus, pour une même température, plus le traitement est long, plus la diffusion peut se poursuivre ce qui explique l'allure de ces

4. Précipitation à température ambiante.

courbes.

Traitements anisothermes

Dans la littérature, la majorité des études portant sur la compréhension et la modélisation des interactions entre état de précipitation et propriétés mécaniques se base sur des traitements isothermes [MYH 01, NIC 03, SIM 07, GAL 08]. Bien que ce type d'investigations soit primordial pour comprendre la réaction du matériau soumis à des traitements simples, l'extension à des problématiques de type soudage peut être soumise à cautions. En effet, lors de procédés industriels type soudage, le matériau est soumis à une gamme de température importante et avec des vitesses de chauffage et refroidissement variables selon le point considéré (*cf.* fig. 1.13). Dans le cadre d'une modélisation simplifiée de la séquence de précipitation (ce qui est toujours le cas au vu de la multitude des phénomènes présents : précipitation dynamique, phases multiples, sites de germinations variables...) une validation sur des traitements proches de ceux utilisés devient nécessaire [MYH 04]. De plus, on remarquera que lors de travaux sur des isothermes, les vitesses de chauffage ne sont bien souvent pas communiquées malgré l'importance des effets que l'on peut remarquer sur les courbes de traction présentés en figure 3.3 à 400°C.

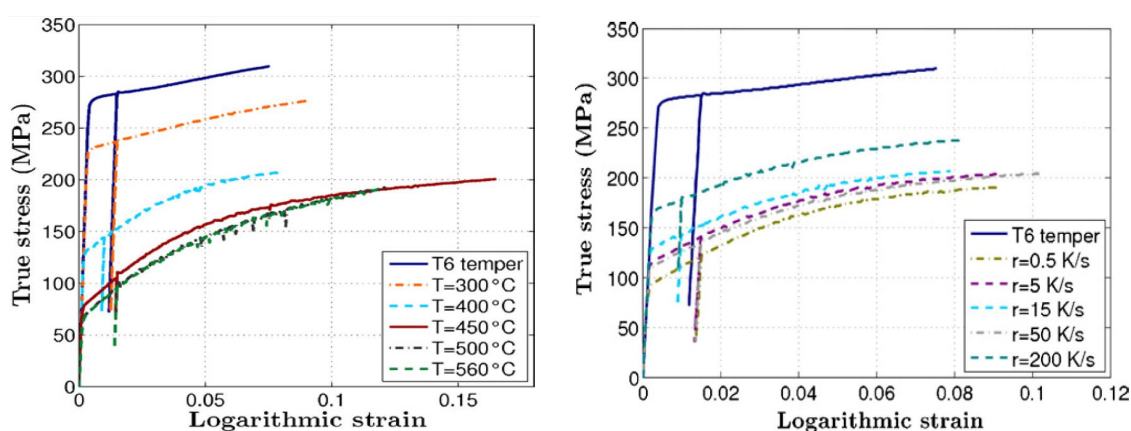


FIGURE 3.3 – Essais de traction de [MAI 11] après des traitements thermiques dépendant (a) de la température atteinte ainsi que (b) de la vitesse de chauffage.

Dans le cadre des travaux sur le caisson RJH, il a donc été décidé de procéder à des traitements thermiques se rapprochant des cycles thermiques que l'on rencontre dans une ZAT. Lors des travaux de D. Maisonnète [MAI 11] des cycles thermiques à températures maximales et vitesses de chauffage variables ont été proposés (*cf.* fig. 2.11). A la suite de ces traitements, des caractérisations ainsi que des essais mécaniques ont été effectués et sont présentés respectivement en figures 2.19 et 3.3, on y remarque une forte influence de l'état de précipitation sur le comportement en

traction de l'alliage 6061. Ces résultats serviront de base de travail dans nos travaux de modélisation et seront discutés plus en détails dans le dernier chapitre.

Précipitation dynamique

Bien que la température soit un facteur majeur sur la séquence de précipitation, il est important de noter que les effets mécaniques peuvent, sous certaines conditions, devenir non négligeables. Outre le fait que les dislocations puissent servir de sites de germination hétérogène [GAL 08] un phénomène dit de « précipitation dynamique » peut également se produire, il s'agit d'une présence de précipitation ayant pour force motrice la déformation et qui vient donc durcir le matériau. Bien que de nombreuses études l'évoquent [DES 99b, ROV 08, Hö 10, FRI 11, SIM 07, SIM 12] ou proposent des exemples de modélisations [DES 03b, DES 12] (et Simar *et al.* [SIM 07, SIM 12] pour une modélisation des conséquences) les mécanismes physiques de cette dernière restent difficile à comprendre et modéliser. D'une part, la précipitation est accélérée par le transport d'atomes par les dislocations et la génération de densité élevée de lacunes, mais d'une autre part le cisaillement des précipités peut également être source de dissolution [DES 03a] (effet Gibbs-Thomson).

En ce qui concerne la quantification des effets de la précipitation dynamique (évolution de la limite d'élasticité par exemple), il convient de remarquer l'excellente étude effectuée par Deschamps *et al.* [DES 03b] par diffusion centrale des rayons X. Dans cette étude, les auteurs montrent pour l'alliage AA7010 (*cf.* fig. 3.4) l'importance de l'évolution de la fraction volumique lors d'un essai de traction in-situ en fonction de la même évolution mais pour de la précipitation statique à température ambiante (maturation). La figure 3.4 montre que la quantité de déformation n'est pas le seul paramètre qui pilote cette précipitation dynamique, le taux de déformation a également un effet très important.

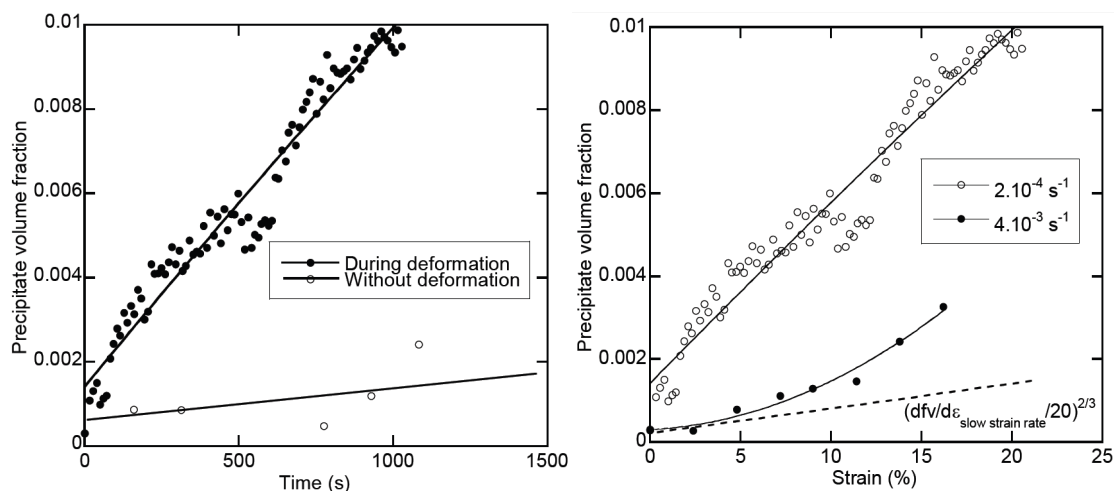


FIGURE 3.4 – Représentation de la fraction volumique d'un alliage 7010 en fonction (a) de la déformation et (b) du taux de déformation tirées de [DES 03b].

3.1.3 Comportement en température

Essais isothermes

Dans les précédents paragraphes, l'importance de la précipitation sur le comportement mécanique a été mise en avant. Ces données, couplées avec les résultats du second chapitre, permettent de disposer d'une base expérimentale très intéressante pour comprendre et modéliser le comportement du matériau en service. Néanmoins, pour la prédiction des contraintes résiduelles, ces données ne sont pas suffisantes. En effet, lors du soudage ou pour d'autres procédés, on a bien souvent à faire à une sollicitation de type thermomécanique et des essais mécaniques à chaud deviennent donc indispensables.

Dans les travaux de D. Maisonnette [MAI 10], une compilation de travaux de la littérature est présentée (*cf.* fig. 3.5). Ces résultats sont reportés en figure 1.8a, ils montrent l'évolution de la limite d'élasticité à chaud d'un alliage 6061 initialement à l'état T6. Cette même figure compare les résultats obtenus pour plusieurs temps de maintiens différents⁵. Sur les courbes présentées en figure 1.8a, on remarque que par rapport à la figure 3.2 l'effet de la température est relativement marqué. Les propriétés mécaniques chutent à partir de 100°C.

5. On remarque parfois un décalage d'un article à l'autre ce qui explique que les courbes à 1000 h et 10000 h sont presque confondues.

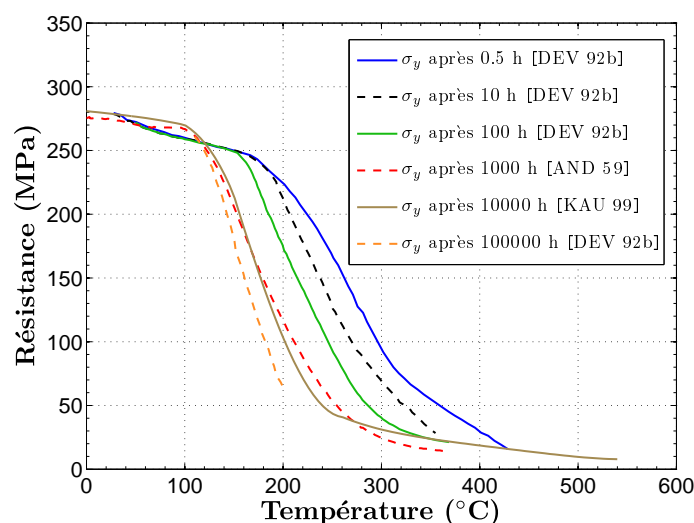


FIGURE 3.5 – Représentation de la limite d'élasticité mesurée à chaud (différentes températures utilisées en abscisses) en fonction de la durée du traitement [MAI 10].

Essais sans maintien

Dans les résultats présentés précédemment, les chargements thermiques sont des isothermes de durées allant de quelques dizaines de minutes à plusieurs milliers d'heures. Les cinétiques de chauffe et refroidissement ne sont elles, que très rarement précisées, la volonté des auteurs étant de stabiliser le matériau afin qu'il y ait peu d'évolution microstructurale durant l'essai de traction. Ces investigations sont très importantes car elles permettent d'obtenir une base de données thermomécaniques très complète pour la modélisation/simulation de phénomènes à cinétique lente.

Cependant, pour un procédé de type soudage, les traitements thermiques sont loin d'être isothermes : pour un soudage à 0,45 m/min (valeur utilisée pour le procédé industriel) la vitesse de chauffage qui a été mesurée sur la maquette du chapitre 1 est de l'ordre de 160°C/s (*cf.* fig. 1.13). De plus, bien qu'aucun maintien en température soit présent, on a pu observer en figure 2.19 que les changements microstructuraux sont importants.

Dans la littérature, de nombreux travaux effectuent des caractérisations thermomécaniques sur base d'essais isothermes, on note cependant que des auteurs tels que Zain-Ul-Abdein [ZAI 10b] et D. Maisonnette [MAI 10] ont procédé à des essais de traction à chaud sans maintien en température plus représentatifs des cinétiques thermiques rencontrées lors du soudage. Comme en témoignent les courbes fournies au premier chapitre en figure 1.8 (ou les travaux de Zain-Ul-Abdein [ZAI 10b]), on remarque qu'en cours de déformation on peut ainsi assister à un comportement adoucissant dans une large gamme de températures, ce qui est plus représentatif du comportement du procédé où la microstructure évolue hors équilibre.

3.2 Déroutement des essais

3.2.1 Méthodologie adoptée

Limites des données bibliographiques

Les essais expérimentaux présentés précédemment, particulièrement ceux de D. Maisonnette basés sur des cinétiques thermiques représentatives du soudage, constituent d'ores et déjà une base de données très intéressante pour appréhender le comportement de l'alliage 6061-T6 lors d'un procédé de soudage FE. Néanmoins, dans le cadre de ces travaux il a été décidé de procéder à des essais de caractérisations cycliques. Pour cette application, ce choix se justifie pour deux raisons :

- le procédé d'étude induit du cyclage lors d'une passe de soudage⁶. De plus, ce phénomène est amplifié dans la zone de recouvrement mais aussi lors d'une opération de réparation où des cycles supplémentaires seront appliqués au matériau.
- Après soudage, le caisson est sollicité de façon cyclique (circulation du fluide, marche-arrêt réacteur, cycles thermiques en fonctionnement) et la seule connaissance du comportement en traction est limitante pour une bonne description de son comportement mécanique et de sa tenue en service.

En plus de ces aspects applicatifs, ces travaux de thèse ont également pour objectif de mieux comprendre le couplage entre comportement mécanique et précipitation. Dans ce cadre là, le changement de direction de sollicitation est la seule voie possible pour mettre en avant les effets liés à l'érouissage cinématique ou isotrope. Cette meilleure compréhension des mécanismes mis en jeu permettra également d'améliorer la vision employée actuellement pour la simulation des contraintes résiduelles lors du soudage (*cf.* équation (2.12)).

Dans la littérature, assez peu de travaux portent sur l'influence de la précipitation sur l'érouissage cyclique, ce qui peut avoir comme conséquence une quantification éronnée des phénomènes physiques mis en jeu en attribuant à des phénomènes isotropes des effets cinématiques. Néanmoins, on note le travail de certains auteurs comme Proudhon *et al.* [PRO 08] sur la quantification de l'effet Bauschinger sur un alliage de la série 6xxx soumis à des traitements isothermes (repris également par Fribourg *et al.* [FRI 11] pour la série 7xxx). Cependant, outre les questions d'extrapolations à des traitements anisothermes, l'étude de l'effet de la précipitation sur un seul retour plastique en compression peut aussi être remise en question. En effet, comme le montre les travaux de Chaboche *et al.* [CHA 08, LEM 09], l'évolution de l'érouissage cinématique peut avantageusement être modélisé pour une large gamme de matériaux par des modèles mettant en jeu à la fois, l'amplitude de déformation plastique ϵ_p mais aussi la déformation plastique cumulée p de manière « séparée ».

6. Une seule passe est nécessaire pour le soudage de RJH.

Campagne d'essais

Au vu des divers points soulignés dans le paragraphe précédent, le choix d'essais a été porté sur une sollicitation cyclique multi-amplitudes à moyenne nulle (les effets de relaxation de la contrainte moyenne ne sont pas étudiés). Le nombre de cycles a été fixé à 30 et trois amplitudes différentes ont été choisies (*cf.* fig. 3.6). Par souci de simplicité mais aussi de disponibilité machine, les effets de type sur-écrouissage [AUB 06] seront négligés et le comportement du matériau sera considéré de type von Mises (cette hypothèse est néanmoins très réaliste pour cette application au vu de la texture de l'alliage utilisé pour RJH [SHE 12]). Les essais seront donc uniaxiaux (traction/compression) et la campagne multiaxiale ne sera donc pas effectuée (mais une présentation des éprouvettes initialement prévues pour cette application se trouve en annexes 3).

Lors du soudage, le pilotage de la sollicitation est donné par la dilatation ce qui explique que les essais présentés dans ce manuscrit seront effectués à déformation imposée. Si l'on considère que le coefficient de dilatation linéique moyen pour cet alliage est de $\approx \kappa = 24,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [VAR 61], on obtient au maximum une amplitude de déformation de 1,5 % dans la ZAT pour une vitesse de déformation maximale de⁷ $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Comme expliqué dans la prochaine section, l'amplitude de déformation maximale sera néanmoins limitée à 1%, de plus, la vitesse de déformation choisie sera assez lente dans la majorité des essais ($\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) afin d'obtenir des essais comparables à ceux effectués dans les travaux de Maisonnette *et al.* [MAI 10].

Les expériences seront effectuées sur un alliage 6061 initialement à l'état T6 pour principalement deux types d'investigations :

- des essais à froid après un transitoire thermique,
- et des essais à chaud durant un palier isotherme.

Le premier type d'essais a pour but d'évaluer l'influence de traitements anisothermes sur le comportement mécanique et de pouvoir corrélérer ceci avec les mesures de DNPA présentées au chapitre 2. Ces essais seront le coeur de ce travail car ils permettront d'observer l'influence seule de la précipitation sur la rhéologie du matériau d'étude dans le cadre d'une large gamme de traitements thermiques. Une schématisation des essais effectués est présentée en figure 3.6. On remarque sur cette figure que l'essai mécanique est effectué immédiatement après la trempe à l'air⁸ ce qui a pour but de caractériser des états potentiellement instables comme une SSS en négligeant les aspects de vieillissement naturel (NA).

Le second type d'essais effectué est à chaud, il permet d'observer l'effet couplé de la précipitation et de la température sur l'évolution du comportement cyclique. Ces essais seront eux-mêmes divisés en deux parties : les essais à cycles mécaniques

7. Données obtenues par la relation $\epsilon_{ij} = \kappa \cdot \Delta T \cdot \delta_{ij}$

8. Au vu des vitesses de refroidissement mises en jeu on peut effectivement parler de trempe, excepté pour les essais à vitesse de refroidissement contrôlée.

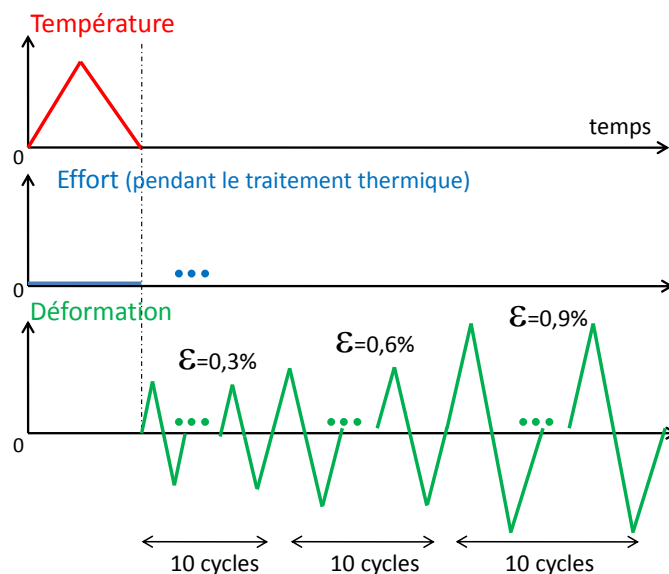


FIGURE 3.6 – Schématisation des essais effectués à température ambiante après un transitoire thermique.

continus et ceux à cycles mécaniques discontinus permettent d'étudier des gammes de temps de maintien plus importantes mais aussi d'entreposer un essai de relaxation (d'une durée égale à un cycle) entre deux cycles (*cf.* fig. 3.7) et donc quantifier des effets « visqueux ».

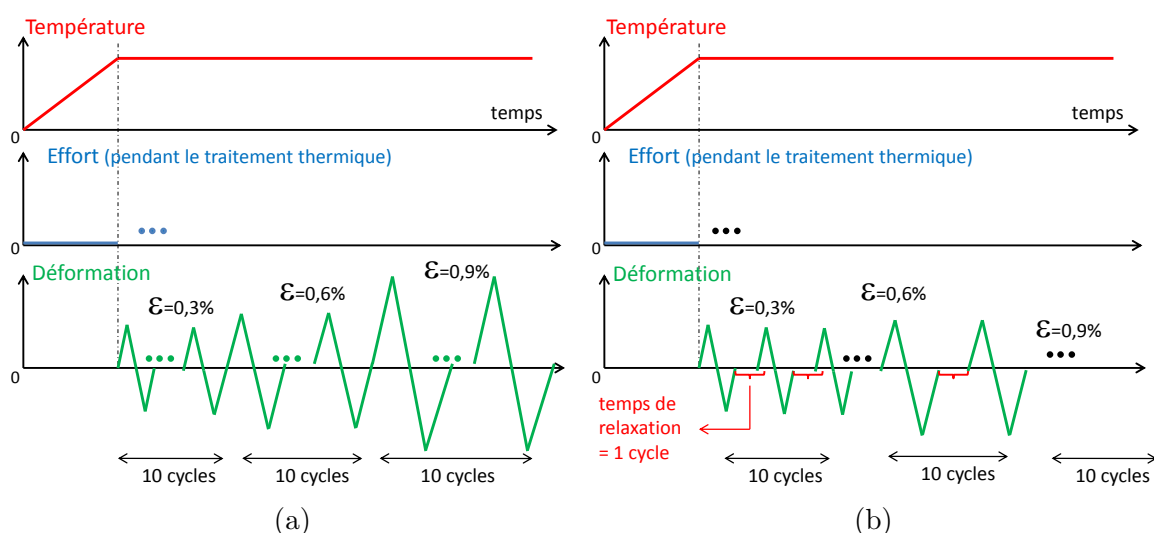


FIGURE 3.7 – Représentation des essais à chaud effectués (a) sans interruption, et (b) avec interruptions de temps entre chaque cycles.

3.2.2 Mise en place des essais

Matériel existant

Afin d'appliquer les sollicitations thermomécaniques présentées précédemment, une machine électrohydraulique MTS-809 asservie de traction-torsion sera utilisée. Ces capacités maximales sont de 250 kN en traction/compression et de 2 kN.m en torsion. Cette machine est pourvue d'une cellule d'effort⁹ (la seule cellule disponible est de capacité maximale 100 kN) et de couple ainsi que de capteurs de déplacement et rotation. La commande est asservie par le système MTS multiPurpose Testware piloté par PC.

Le système de chauffage utilisé a été mis en place lors de la thèse de D. Maisonne [MAI 10], il consiste à connecter une armoire électrique (intensité maximale de 5000 A sous une tension 2-10 V) sur des mors en cuivre spécialement conçus et isolés électriquement du bâti par des entretoises en vétronite¹⁰. Le chauffage s'effectue ainsi par effet Joule ce qui permet, contrairement à un système de four ou d'induction, d'atteindre des vitesses de chauffages élevées pour tous type d'éprouvettes même en aluminium (paramagnétique) pourvu que la géométrie soit adaptée. La régulation de température est effectuée par l'intermédiaire de thermocouples (TC) reliés à un régulateur Eurotherm 2704 (temps de traitement : 110 ms), le signal de régulation est une tension 0-10 V qui permet de faire la mesure de température en temps réel.

Les câbles de connexion ainsi que les mors sont refroidis par un système de refroidissement à eau, ce qui assure par la même occasion le refroidissement de l'éprouvette par conduction. Ce choix technologique, couplé à des têtes d'éprouvettes massives (*cf.* annexes), permet d'obtenir des vitesses de refroidissements élevées lors de la coupure du chauffage. Les températures maximum atteintes ici sont de l'ordre de 580°C (donc supérieures à la température de solvus de 530°C [CHA 01]) (pour de ce type d'alliage d'aluminium).

Conception des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour cette application devront respecter de multiples contraintes :

- La cinétique de chauffe maximale mesurée pour la maquette soudée à 0,45°C/min (*cf.* chapitre 1 et fig. 1.13) est de 158°C/s ce qui impose de travailler avec une section faible.
- Les éprouvettes doivent avoir une longueur suffisamment importante pour minimiser les gradients thermiques dans la zone utile [MAI 10].

9. Une alimentation de ce capteur en courant continu a permis une diminution importante du bruit de mesure lié à des phénomènes d'induction dus au système de chauffage.

10. Composite dont la matrice est une résine époxyde, ce matériau permet une bonne isolation électrique tout en ayant des propriétés mécaniques intéressantes.

- Néanmoins, on doit pouvoir s'assurer que les éprouvettes ne flamberont pas lors de la compression et donc l'élançement doit être suffisamment faible.

Dans les paragraphes suivants, une explication du dimensionnement effectué est présentée.

Le choix de la section d'éprouvette a été estimé à partir de quelques calculs analytiques ; en effet, on peut en première approximation considérer que l'énergie dissipée par effet Joule $E = R_{\Omega}.i^2.dt$ n'est pas évacuée lors d'une rapide montée en température et est donc égale à $m.C_p.dT$ ce qui permet d'écrire avec $R_{\Omega} = \omega.L/S$ et $m = \rho.S.L$:

$$S = \sqrt{\frac{\omega.i^2.dt}{C_p.\rho.dT}} \quad (3.1)$$

avec R_{Ω} , ω , L , S , ρ , m et C_p qui sont respectivement la résistance électrique, la résistivité, la longueur de l'éprouvette, la section, la masse volumique, la masse et la chaleur spécifique massique. Si l'on considère que toute l'intensité est fournie à l'éprouvette ($i = 5000$ A) et que l'on cherche à atteindre 250°C (on surestime volontairement à cause des hypothèses simplificatrices) en $dt = 1$ s alors on obtient (avec $\omega = 3,7.10^{-8}$ $\Omega.\text{mm}^2/\text{m}$, $C_p = 896$ $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\rho = 2700$ $\text{kg}.\text{mm}^{-3}$ [MAI 10])¹¹ une section nécessaire de ≈ 39 mm^2 (soit un diamètre d'éprouvette de $\approx 7,05$ mm, une étude Elements Finis (EF) électro-thermique est présentée en annexe 3 et confirme que ce diamètre est suffisant pour un tel cahier des charges et sera donc conservé).

Le choix de la longueur de la zone utile L résulte d'un compromis entre importance du gradient thermique et amplitude de déformation maximale admissible en compression¹². Ce dimensionnement a été effectué à l'aide d'un modèle EF électro-thermique (*cf.* annexe 3) et sous l'hypothèse du respect de la théorie du flambage d'Euler.

Après itérations, on trouve dans le cas le plus défavorable (où le module de Young est pris égal à $E = 62$ GPa ce qui est une valeur à 500°C [MAI 10], le coefficient k de flambage égal à¹³ 0,5 et un coefficient de sécurité proche de 2) qu'une déformation critique $\epsilon_{crit} = F_{crit}/(S.E)$ de 1 % permet d'obtenir grâce à (avec I l'inertie quadratique) :

$$F_{crit} = \frac{\pi^2.E.I}{k^2L^2} \quad (3.2)$$

11. Paramètres choisis défavorablement afin de s'assurer une marge de sécurité.

12. L'homogénéité des contraintes n'est pas le critère dimensionnant après analyse de la norme [AFN 90] et la localisation de la déformation sera assurée par la dégradation de la précipitation dans la zone utile.

13. Poutre encastrée-encastrée mobile selon l'axe vertical.

Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Mn	Zn	V	Ga	Ti	Ni	autres
1,02	0,75	0,45	0,25	0,06	0,056	0,038	0,016	0,015	0,012	0,005	0,15

TABLE 3.1 – Composition chimique de l’alliage d’étude d’après le certificat de conformité Almet.

une longueur $L = 71$ mm (soit têtes comprises 137 mm¹⁴) tout en obtenant des gradients thermiques simulés faibles (*cf.* fig. C.2). En effet, le gradient thermique simulé à l’aide du modèle éléments finis est de l’ordre de 4 % à 505°C à $\pm 7,5$ mm du centre de l’éprouvette.

L’usinage des éprouvettes (schémas présentés en annexe) a été effectué par la société Microrectif à partir de parallélépipèdes de dimensions $142 \times 50 \times 50$ mm extraits d’une plaque laminée (*cf.* figure 3.8). La section utile de l’éprouvette ($d = 7,05$ mm) se trouvant à mi-épaisseur de la plaque laminée, on peut raisonnablement considérer les effets de textures faibles et ils seront donc négligés dans la suite de ce rapport.

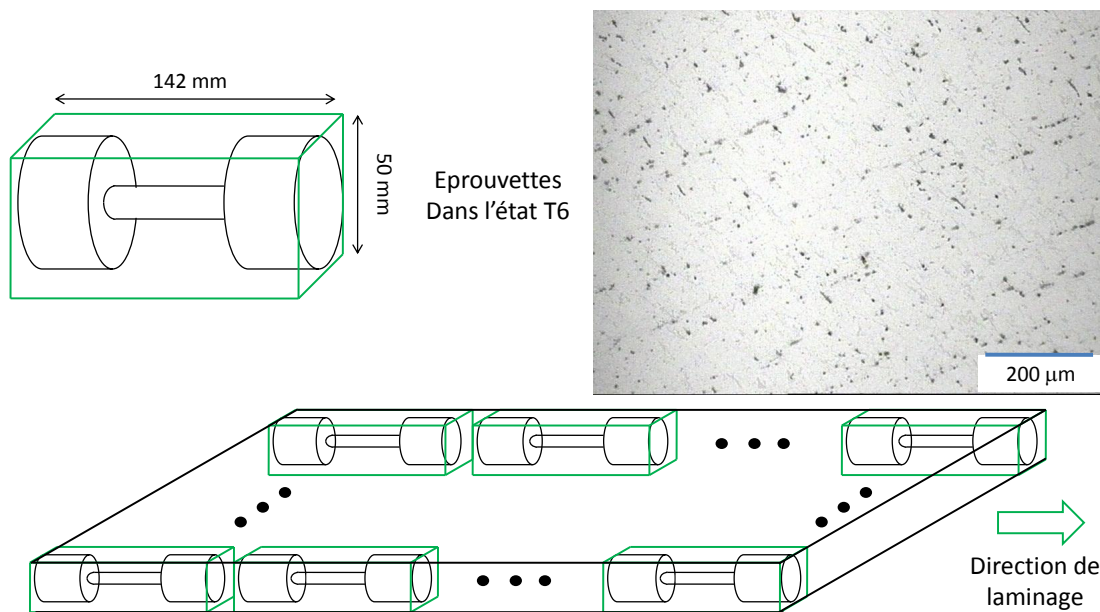


FIGURE 3.8 – Schématisation du mode de prélèvement des éprouvettes et illustration de la microstructure observée par microscope optique sur ces échantillons.

14. Les dimensions des têtes sont données et permettent d’assurer des vitesses de refroidissements importantes.

N'ayant pas à disposition l'alliage utilisé pour le projet RJH, le choix s'est porté sur un alliage 6061-T6 fourni par la société Almet (tout comme au chapitre 1) dont la composition est donnée en table 3.1.

Amélioration du dispositif de mesure de température

La mise en place d'une géométrie appropriée pour les éprouvettes permet des vitesses de refroidissement et de chauffage conformes au cahier des charges fixé (cf. figure 3.9) :

- une montée en température minimale de 160°C/s ;
- des vitesses de refroidissement supérieures à 10°C/s .

Néanmoins, le dispositif actuel ne permet pas une mesure fiable de la température à cause de l'utilisation des thermocouples (TC) (plus de détails dans le prochain paragraphe) et des erreurs d'asservissement significatives qui peuvent également apparaître à cause du temps de traitement trop important du régulateur Eurotherm 2704 (cf. figure 3.9). Afin d'obtenir des mesures plus fiables¹⁵ le système de mesure a été transféré¹⁶ sur un contrôleur MTS teststarS IIIm dont le temps de réponse est de 10 ms. Le réglage des PID n'est pas détaillé dans ce rapport mais le choix adopté consiste à utiliser seulement un correcteur proportionnel (P) afin de disposer de vitesses de chauffage parfaitement linéaires même pour des vitesses très importantes. L'erreur de statisme engendrée est compensée par une température maximale de commande plus importante.

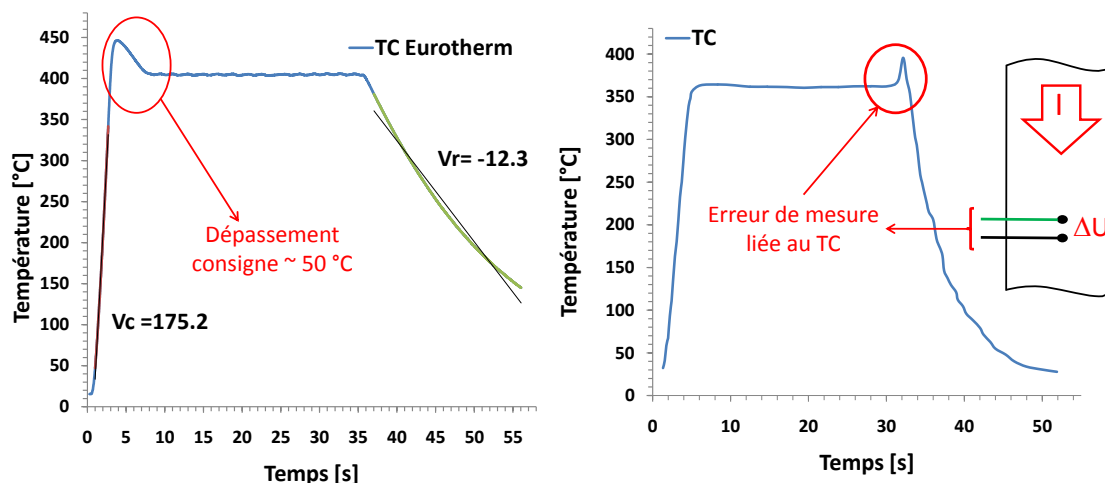


FIGURE 3.9 – Mise en évidence de problèmes d'asservissements avec le dispositif à disposition ainsi que la présence d'erreur de mesure due à la présence d'une tension aux bornes du thermocouple.

15. Mais aussi de pouvoir piloter les traitements thermiques par le logiciel MTS.

16. Grâce à la présence d'entrées analogiques.

Le second type d'erreur de mesure rencontré sur le dispositif actuel est directement lié à l'utilisation de TC. Pour ce type de mesure, deux métaux de natures différentes sont reliés par deux jonctions à des températures T_1 et T_2 différentes. Par effet Seebeck, le TC fournit une différence de potentiel qui sera dépendante de la différence de température $T_2 - T_1$ entre les deux jonctions. En pratique, il n'est pas aisé de souder les deux fils du thermocouple exactement sur le même point (les thermocouples utilisés sont les mêmes qu'au chapitre 1). De manière générale, l'écart entre les deux fils au point de mesure ne conduit pas forcément à une erreur. Par contre, dans le cas d'un chauffage par effet Joule, la forte intensité qui passe dans l'éprouvette provoque une différence de potentiel entre les deux fils qui conduit à une erreur de mesure qui peut se révéler importante comme montrée en figure 3.9. Pour mettre en évidence cette erreur, il suffit d'observer l'allure de la température lors de la coupure du courant (figure 3.9). Cette erreur est fonction de divers paramètres : l'intensité du courant, l'espacement entre les fils au point de soudure et la température. Deux solutions se présentent pour s'affranchir de cette erreur de mesure :

- la mise en place d'un protocole de soudure des thermocouples qui permet de s'assurer que pour chaque mesure l'erreur est négligeable,
- ou un changement de stratégie de mesure de la température.

Dans la pratique, il s'est avéré difficile de souder les thermocouples sur les éprouvettes de manière parfaite (i.e. en s'assurant d'avoir la soudure exactement au même point¹⁷), le choix qui a été effectué est donc le changement de stratégie de mesure de température : la pyrométrie.

Ainsi, en plus de s'affranchir de l'erreur due au passage du courant dans l'éprouvette, la mesure par pyromètre éliminera par la même occasion les risques de décrochement des thermocouples durant l'essai (qui sont assez fréquents pour l'aluminium¹⁸ et qui ont pour conséquences l'arrêt de l'essai). D'autres avantages peuvent également être notés :

- la mesure sur des objets en mouvement, difficilement accessibles ou très chauds.
- Des temps de réaction et de mesure très courts.
- Mesure sans détérioration de la surface de l'éprouvette.

Le dispositif utilisé est un pyromètre thermoMETER CTlaser CTLF-CF2-C3 de la marque « Micro-Epsilon » (temps de réponse 9 ms, répétabilité et précision de $\pm 1\%$ et $\pm 1,5\%$), la gamme de température mesurable s'étend de -50°C à 975°C . La plage de longueur d'onde utilisée pour la mesure est de 8 à 14 μm , ainsi on s'assure d'une excellente transmission du signal provenant de l'éprouvette en s'acquittant de l'absorption atmosphérique (*cf.* figure C.6 en annexe). Les températures de l'objet seront donc déterminées avec précision. Cependant, pour que ces températures soient obtenues, un paramètre doit être renseigné à notre pyromètre : l'émissivité du matériau. En théorie, l'émissivité dépend du matériau, de la nature de sa surface,

17. Notamment à cause de la mauvaise soudabilité des TC sur l'aluminium.

18. Les thermocouples ont une faible tenue sur l'aluminium.

de la température et de la longueur d'onde. Dans cette étude l'émissivité a été recalée par rapport à des mesures effectuées par des thermocouples, pour calibrer cette émissivité, deux solutions sont possibles afin de s'affranchir de l'erreur de mesure liée aux thermocouples :

- calibrer à partir de l'instant où le courant est coupé dans l'éprouvette (phase de refroidissement libre).
- Calibrer avec un thermocouple dont la soudure est parfaitement effectuée¹⁹.

La méthode choisie utilise ces deux solutions, un pré-réglage de l'émissivité est effectué à partir de la phase de refroidissement d'un TC déjà existant et une validation est effectuée pour une éprouvette où le thermocouple a été soudé avec un grand soin (*cf.* figure 3.10). Pour un matériau comme l'aluminium, une couche de graphite (couche résistante jusqu'à 900°C) doit être déposée sur l'éprouvette afin d'obtenir une émissivité assez importante pour mesurer un signal avec le pyromètre. L'utilisation de ce dépôt sur notre éprouvette a également l'avantage de réduire très fortement la réflexion ambiante et la variation de l'émissivité avec la température. Ainsi, une émissivité de 0,75 nous permet d'obtenir une mesure de température aussi précise qu'avec un thermocouple « parfaitement soudé » (*cf.* figure 3.10) et ceci pour toutes les températures utilisées. La méthode ainsi mise en place permet d'atteindre la température souhaitée avec une assez grande précision ($\pm 2^\circ\text{C}$). De plus, la reproductibilité des essais est très bonne.

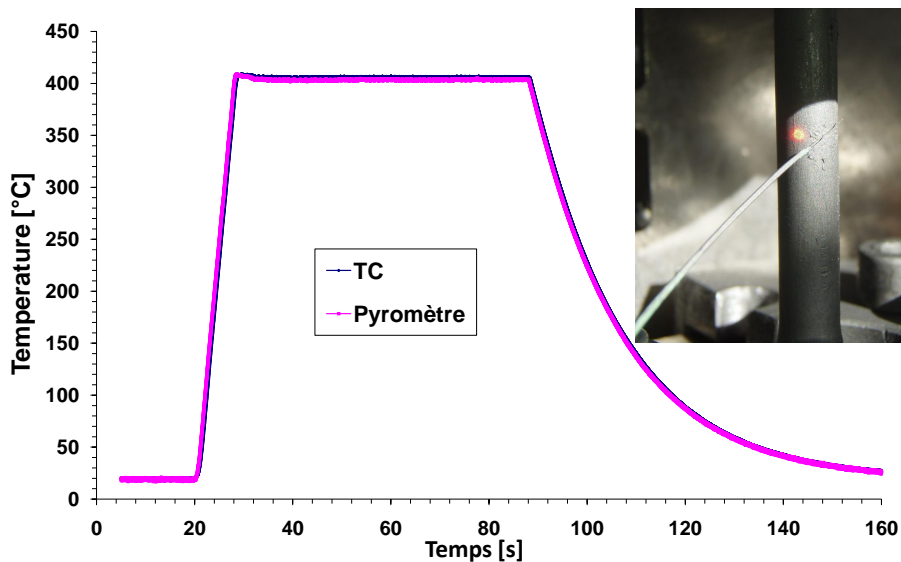


FIGURE 3.10 – Comparaison de température entre un thermocouple (TC) (où l'erreur est négligeable) et le pyromètre réglé à une émissivité de 0,75.

19. Chose difficile à obtenir mais une fois obtenue on s'aperçoit que le pic de température dû au passage du courant n'est plus présent lors du refroidissement.

Amélioration de l'ensemble mécanique

Les mesures de déformations seront effectuées par l'intermédiaire d'un extensomètre biaxial pour mesures à chaud MTS (figure 3.12) nouvellement acquis et dédié à ce dispositif. Celui-ci est constitué de deux tiges écartées de 25 mm qui sont reliées à des capteurs de déformations maintenus par deux lames flexibles. Les capteurs ainsi que le support de l'ensemble sont refroidis par eau ce qui a nécessité la modification du système de refroidissement actuel. La figure C.4 (annexes) permet d'illustrer schématiquement le montage final et la photo 3.11 représente ce dernier avec ses différentes modifications²⁰.

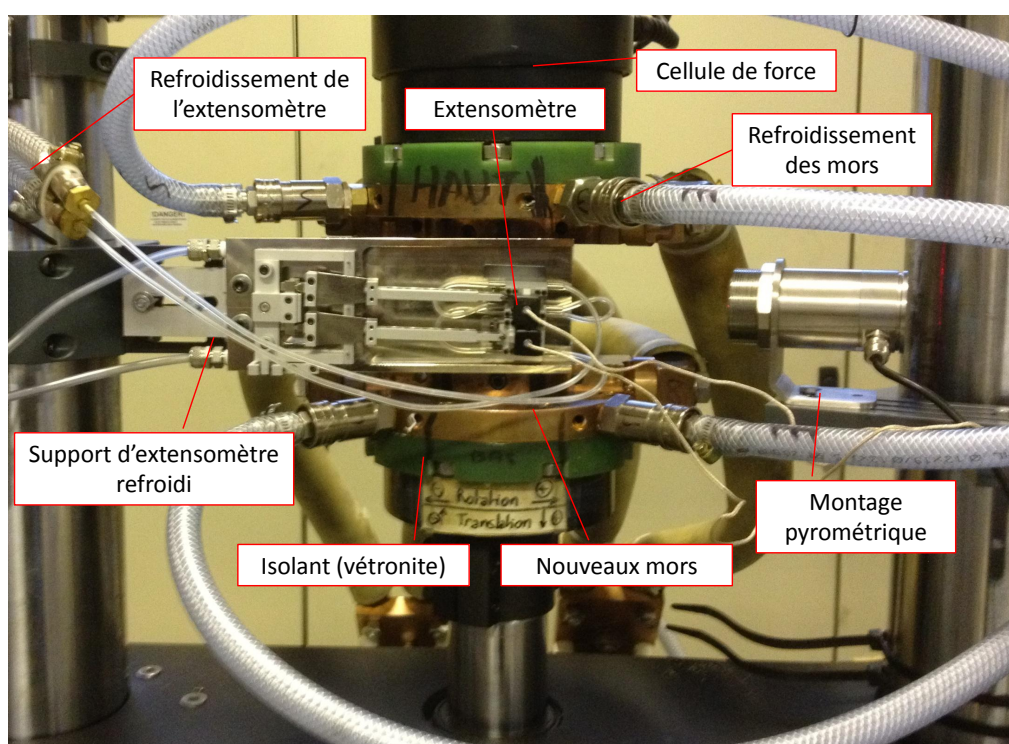


FIGURE 3.11 – Photo du montage utilisé lors des essais.

Le type d'extensomètre utilisé présente habituellement deux types de problèmes [COR 01] :

- La raideur des ressorts de maintien est importante et peut engendrer une déformation de l'éprouvette lors d'essais en zone pâteuse.
- L'entraxe entre les deux tiges en alumine (25 mm) est bien souvent trop important car la température n'est pas nécessairement homogène dans cette zone.

Le premier point souligné n'est pas pénalisant dans notre étude car les essais seront limités à des température de 560°C, néanmoins pour le second point une quantifica-

20. Modification des mors, pyromètre, supports, circuit de refroidissement...

3. Rhéologie du matériau d'étude

tion réelle du gradient thermique est nécessaire. En effet, bien que la présence de gradient thermique ait été quantifiée lors du dimensionnement de l'éprouvette par EF, une validation doit être effectuée afin de s'affranchir des hypothèses de modélisation (comme la variation de conductivité en fonction de microstructure ou du coefficient de convection) et d'observer ainsi le gradient réel. Cette validation a été effectuée à l'aide d'une caméra thermique FLIR SC7750L 8 – 9,4 μm (cf. fig. 3.12) : on observe un gradient thermique légèrement supérieur à celui simulé, il est de 6 % à $\pm 7,5$ mm du centre de l'éprouvette de traction pour des températures de l'ordre de 500°C (le gradient radial, qui pourrait être évalué analytiquement par résolution d'une équation de conduction à source de chaleur interne n'a pas été évalué car l'intensité électrique n'a pas été enregistré lors de l'essai). Afin de limiter le gradient thermique dans la zone de mesure des déformations à une valeur de 6 %, l'espacement des tiges d'extensomètre a été réduit à 15 mm tout comme dans les travaux de [COR 01]. Pour effectuer cette modification, l'extensomètre a été muni de tiges en alumine à axes brisés fabriquées par la société SCERAM. Un réétalonnage de l'extensomètre a donc été nécessaire et un dispositif a donc été conçu pour l'occasion (cf. fig. C.7 annexes).

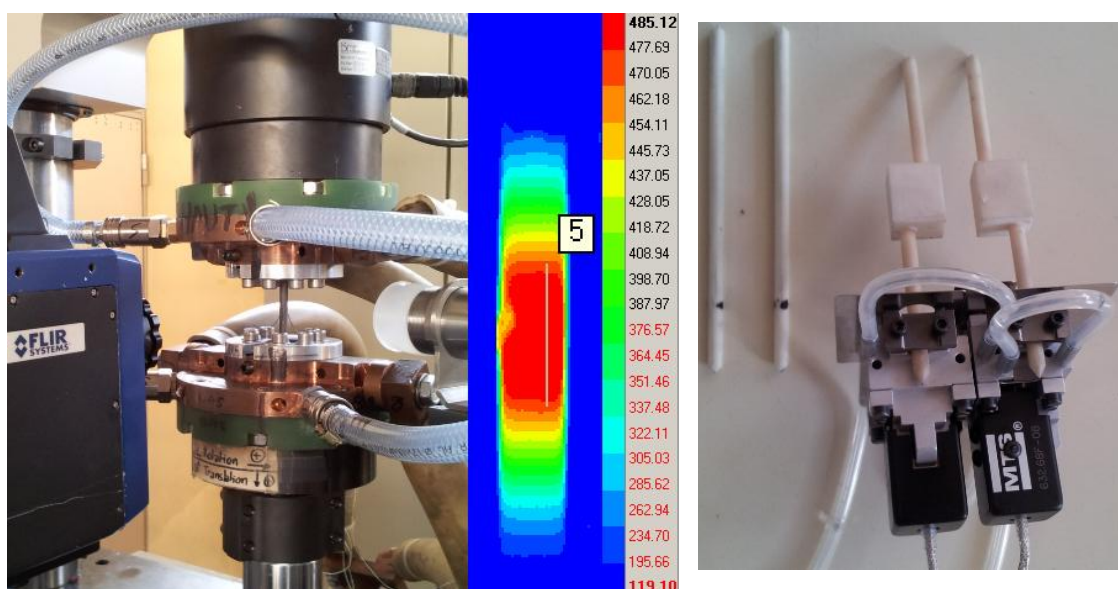


FIGURE 3.12 – Mesure du gradient réel par thermographie infrarouge dans une éprouvette et photo de l'extensomètre avec les tiges en alumines d'entraxe 15 mm.

Le pilotage des essais est assuré par un P.C. à l'aide du logiciel MTS multiPurpose Testware. Le bon déroulement d'un essai passe par la maîtrise de trois grandeurs : l'effort, la déformation et la température²¹. Chacune des sollicitations est gérée par une boucle d'asservissement indépendante dans le contrôleur MTS teststarS II

21. Et le couple pour des essais multi-axiaux.

où 6 sorties analogiques ± 10 V sont disponibles. L'acquisition est assurée par le même ensemble avec 6 entrées analogiques ± 10 V filtrées à 300 Hz. La fréquence d'acquisition est variable et peut être ajustée en fonction du type de mesure et des cinétiques mises en jeu.

Dans ce rapport, le réglage des PID en déplacement, effort et déformation a été effectué conformément à la documentation constructeur mais cette étape ne sera pas détaillée dans le rapport car aucun point n'est à souligner : la consigne et le signal sont parfaitement superposés.

3.3 Résultats

Dans cette section, les transitoires thermiques et les microstructures associées seront présentés. Ensuite, l'étude du comportement mécanique cyclique de l'AA6061-T6 d'étude (*cf.* table 3.1 et fig. 3.8) après ces divers traitements anisothermes sera présentée. Ces essais représentent le coeur de la thèse car ils permettront de comprendre le comportement de l'alliage post-soudage en fonction de l'état de précipitation. Enfin, dans une dernière sous section quelques essais effectués à chaud seront discutés.

3.3.1 Traitements transitoires et microstructures associées

Traitements thermiques

Les histoires thermiques utilisées dans ce travail sont de formes similaires à celles utilisées par D. Maisonnette [MAI 10] (*cf.* fig. 2.11) mais en y ajoutant l'influence de la vitesse de refroidissement. Chaque traitement est appliqué en maintenant un effort nul conformément à la figure 3.6. Le but est de procéder à des traitements anisothermes simples qui permettent de balayer une large gamme de cinétiques thermiques suffisamment représentative d'un procédé de soudage et d'obtenir une microstructure en conséquence. Les traitements thermiques utilisés sont de trois types (*cf.* fig. 3.13) :

- les traitements d'étude de la Température Atteinte (TA) où une vitesse de chauffage est fixée (et la plus constante possible) jusqu'à atteindre une température visée, puis suivi d'un refroidissement naturel.
- Les traitements d'études de la Vitesse de Chauffage (VC) où une température est choisie et on fait varier la vitesse pour y arriver, puis refroidissement naturel.
- Les traitements d'étude de la Vitesse de Refroidissement (VR) où VC et TA sont choisis et on fait varier VR.

Les courbes mesurées par pyrométrie sont représentées en figures 3.13b, 3.13c et 3.13d. On remarque une qualité de signal très correcte malgré le fait qu'aucun filtre n'ait été appliqué, néanmoins on note une légère différence avec la consigne (fig. 3.13a) mais qui reste très raisonnable (les valeurs réellement mesurées seront

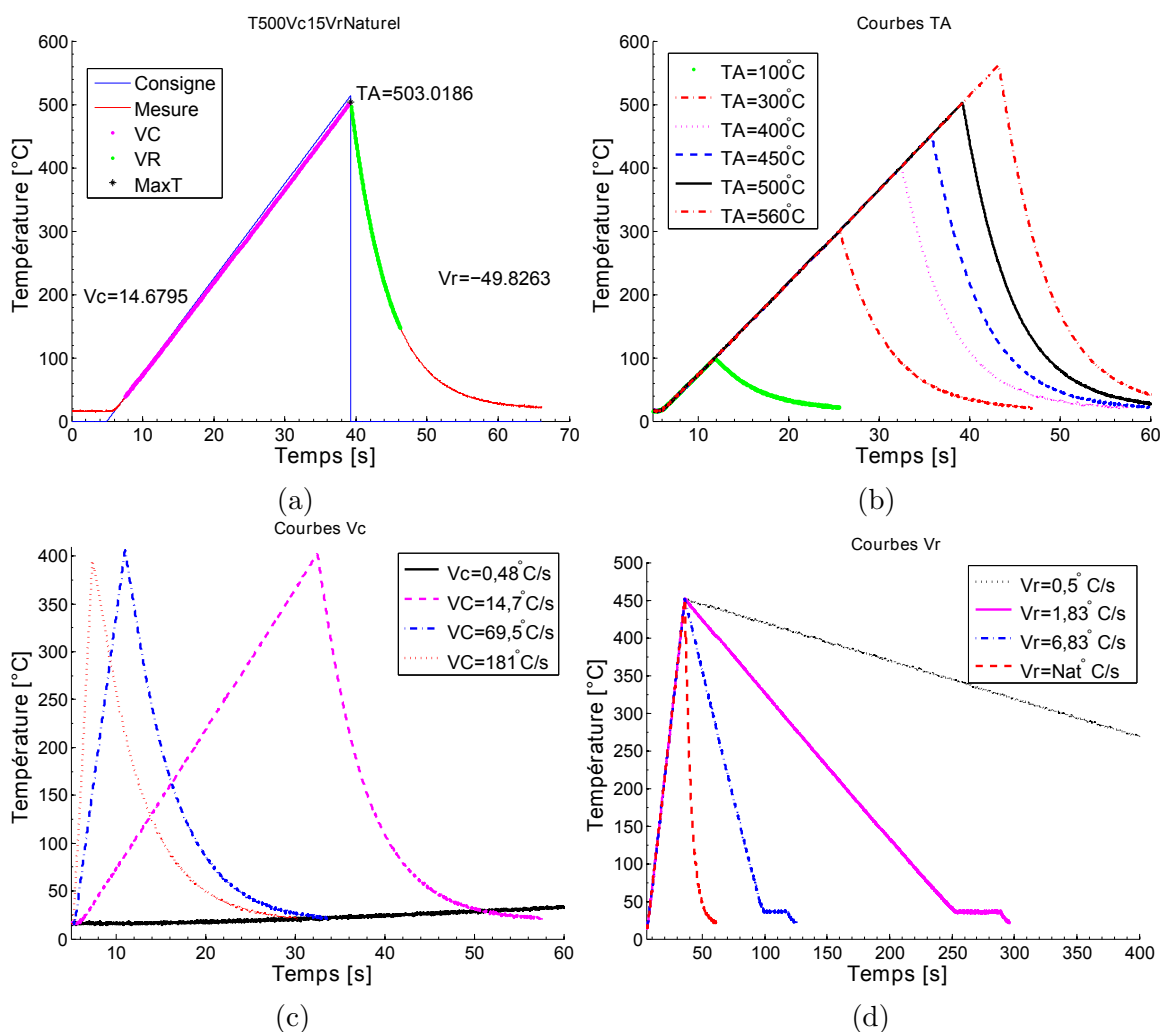


FIGURE 3.13 – (a) : Représentation d'une courbe obtenue, comparaison avec la consigne associée et détermination des vitesses VC et VR par fit linéaire. (b) : Différents traitements TA utilisés. (c) : Traitements VC. (d) : Traitements VR.

notées entre parenthèses à côté des valeurs théoriques visées). Pour les essais de TA, les températures choisies sont 100 (99,1), 300 (299,8), 400 (402), 450 (452,5), 500 (503) et 560°C (562,6) pour une vitesse de chauffage de 15°C/s ($14,6 \pm 0,1$). Les essais VC seront effectués pour une température atteinte de 400°C ($\pm 5^\circ$) et des vitesses de 0,5 (0,477), 15 (14,65), 70 (69,5) et 180°C/s (180,8). Ces traitements TA et VC sont volontairement choisis très proches des travaux présentés en figure 2.11 afin de pouvoir bénéficier des résultats microstructuraux obtenus au chapitre 2 par DNPA. Les essais VR seront effectués à la température de 450°C ($\pm 3^\circ$) et les vitesses de refroidissements seront la vitesse naturelle (non constante mais de l'ordre de 49 C/s²²), 7°C/s (6,83), 2°C/s (1,83) et 0,5°C/s (0,498).

22. Comme définit dans l'introduction.

La vitesse de refroidissement naturelle mesurée lors de ces essais dépend de la TA mais pour l'essai à la température la moins élevée (300°C)²³ la vitesse VR mesurée est de 35°C/s ce qui est très important au vu de la vitesse de l'ordre de 10°C/s définie comme critique dans le cadre du projet RJH²⁴.

Evolutions microstructurales et application du modèle de précipitation

Lors des travaux de D. Maisonnette [MAI 10, MAI 11] une campagne de MET a été effectuée pour quantifier l'état de précipitation dans un alliage de composition proche soumis à des traitements similaires. De plus, le chapitre 2 a permis de présenter les résultats de DNPA associés qui ont été partiellement retraités dans cette thèse. Bien que ces données soient très importantes et nous informent sur les cinétiques de dégradation de l'état microstructural, une étude complémentaire a été menée sur les éprouvettes dont la composition est présentée en table 3.1 et figure 3.8 afin de compléter les données déjà à disposition.

Pour effectuer ces mesures, des sections d'éprouvettes ont été prélevées dans la partie centrale : à l'état T6, pour TA= 450°C et TA= 500°C puis ont subi un amincissement mécaniquement jusqu'à une épaisseur proche de $100\ \mu\text{m}$. Suite à un polissage électrolytique, les lames minces ont été observées par V. Massardier à l'INSA de Lyon (sur le même dispositif présenté en chapitre 2), suivant le protocole [MAS 00].

Trois des images obtenues sont présentées en figure 3.14. La première montre un état T6, on remarque de très fines aiguilles de forte densité, ce qui est tout à fait caractéristique de précipités β'' . Le rayon moyen mesuré sur une famille de 100 précipités est de l'ordre de $1,61\ \text{nm}$. La seconde image représente des bâtonnets grossiers typiques d'une phase β' , le rayon moyen étant de l'ordre de $4,6\ \text{nm}$. Enfin, pour un alliage 6061-T6 porté à 500°C on remarque qu'il y a eu dissolution des phases durcissantes β'' - β' laissant place à une seule précipitation grossière β (qui ne contribue pas au durcissement). La limite de solubilité de l'ordre de 465°C proposée par Massardier *et al.* [MAS 00] pour la phase β' est donc tout à fait en accord avec ces observations.

A présent, si l'on considère que l'élançement moyen des précipités β'' - β' et la fraction volumique de l'état T6 sont du même ordre de grandeur que pour l'alliage en table 1.3 (tous les détails sont au chapitre 2) il est possible de calibrer le modèle de précipitation sur cet alliage (composition en table 3.1). Le produit de solubilité ($A = 20945/B = -28,77$ pour la définition du produit de solubilité donnée en eq. (2.21)) est obtenu comme précédemment et l'ajustement de l'énergie d'interface sur l'état T6 fournit $\gamma = 0,085\ \text{J.m}^{-2}$. Ce modèle, appliqué sur les traitements de la figure 3.13, permet d'obtenir les résultats en fig. 3.15. Il a été choisi de montrer

23. Comme au chapitre 1, cette vitesse a été choisie comme la vitesse qui permet de repasser en dessous des 150°C , ce qui explique également que l'on ne s'intéresse pas à VR pour TA= 100.

24. *cf.* l'explication sur la trempe en introduction.

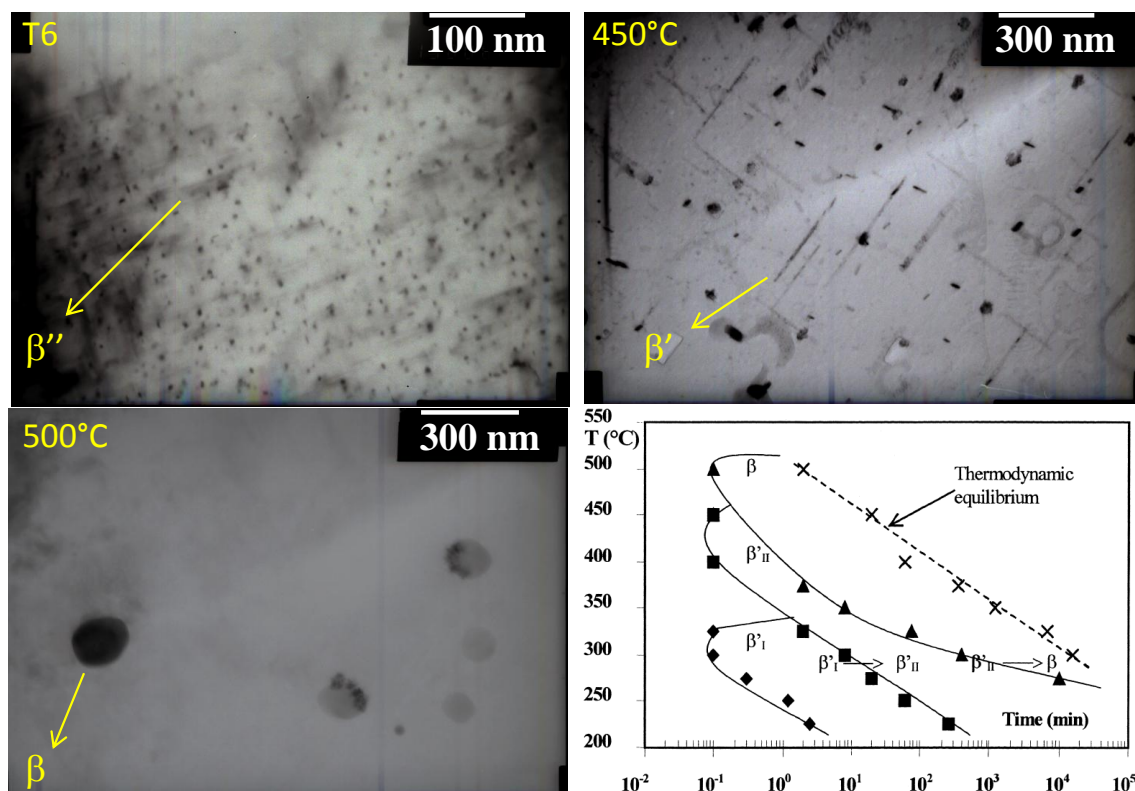


FIGURE 3.14 – Images MET obtenues pour un état T6, un état TA= 450°C ainsi qu'un état TA= 500°C, puis représentation d'un diagramme TTT tiré de [MAS 00].

en figure 3.15a la confrontation du modèle aux mesures de MET puis en fig. 3.15b l'évolution de la densité de précipités en fonction de la température atteinte où l'on remarque que la dissolution de la phase durcissante est ainsi bien présente entre 450°C et 500°C comme vue au MET (fig. 3.14). Les résultats pour les traitements de type VC ne sont pas présentés par souci de concision car ils sont très similaires à ceux du chapitre 2 (*cf.* figs. 2.19d- 2.19b).

Les traitements de type Vitesse de Refroidissement (VR) sont présentés en figures 3.15d- 3.15c, on y voit que pour une température atteinte (TA) de 450°C une baisse de la vitesse de refroidissement conduit à la fois à une diminution de la densité de précipités mais aussi à une augmentation du rayon moyen. Cet effet pourrait être attribué à un effet de la coalescence, mais il s'agit ici d'un phénomène de précipitation grossière (comme le montre les compléments présentés en annexes). En effet, après avoir dissout une majorité de précipités durcissants lorsque $T \approx 450^\circ\text{C}$, une précipitation grossière apparaît lors du refroidissement et elle est de plus en plus grossière avec la lenteur du refroidissement. On observe (*cf.* fig. C.12) également une très légère précipitation pour une vitesse de refroidissement naturelle mais ce phénomène n'est pas présents pour des températures plus élevées (où le refroidisse-

ment à l'air a une cinétique légèrement plus rapide comme le montre la fig. 3.13), laissant ainsi place à une solution solide sursaturée (néanmoins, il convient de noter que des précipités grossiers de coulée peuvent toujours coexister).

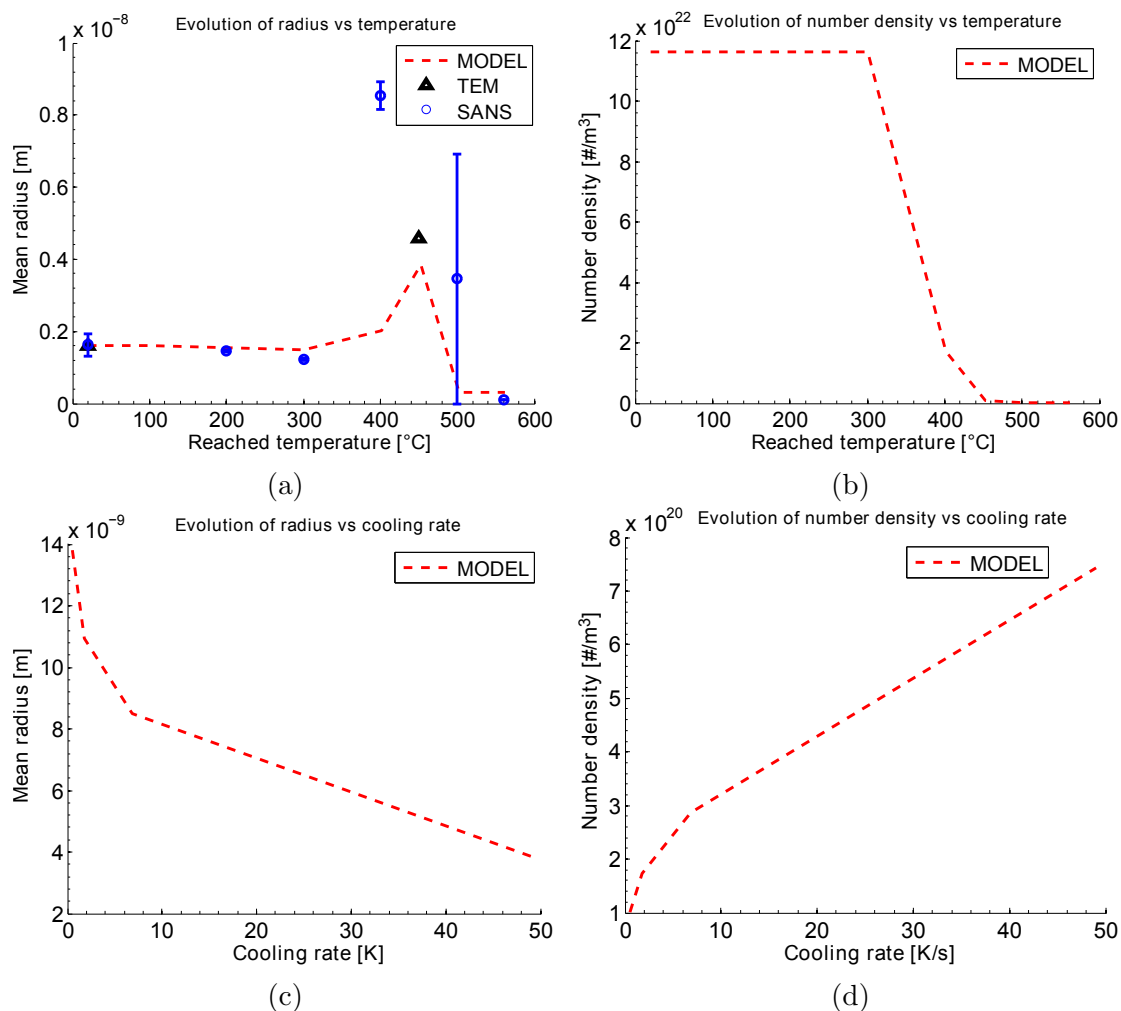


FIGURE 3.15 – Simulations pour l’alliage présenté dans ce chapitre, évolution pour les traitements Température Atteinte (TA) et Vitesse de Refroidissement (VR) du (a,c) : rayon moyen et de la densité de précipités (b,d).

3.3.2 Comportement mécanique après transitoires thermiques

Influence de la température atteinte

Suite aux traitements représentés dans la sous-section précédente des cycles en déformation ont été imposés conformément à la schématisation en fig. 3.6, les résultats présentés seront donnés en déformations et contraintes vraies (*cf.* annexes

et figure C.14 pour plus de détails). La figure 3.16 représente les résultats obtenus pour tous les traitements thermiques TA (excepté TA= 100°C qui se trouve en annexe²⁵). Ces courbes permettent de représenter la grande variété de comportement que l'on peut obtenir pour ce même alliage suivant l'état de précipitation.

On remarque que les résultats obtenus sont très différents en fonction de l'état de dégradation de la précipitation. Tout d'abord on observe que plus l'état de coalescence/dissolution des précipités est avancé plus la limite d'élasticité σ_y chute pour passer d'environ 280 MPa pour l'état T6 à une limite d'élasticité d'environ 55 MPa pour l'état TA= 560°C où tous les précipités durcissants ont été dissous (cf. figure 3.15). On remarque d'ailleurs que lors de la présence d'une précipitation fine les premiers cycles ne sont pas plastifiants. De plus, lors d'un premier cycle de charge/décharge on observe un effet Baushinger marqué sur tous les échantillons. Comme l'illustre la figure 3.17, cet effet se manifeste par un déplacement X de la surface de charge f (R représente l'écroutissage isotrope) :

$$f = |\sigma - X| - (\sigma_y + R) \quad (3.3)$$

et donc une dissymétrie de limite d'élasticité entre la fin de la traction par rapport à la compression suivante. Ainsi, la seconde observation qui peut être effectuée porte sur le comportement plastique du matériau où l'on passe d'un écroutissage purement cinématique X à l'état T6 (les cycles à même amplitude se superposent) à un mécanisme d'écroutissage mixte X/R pour des états dégradés.

La limite d'élasticité conventionnelle choisie en ingénierie est définie à 0,2 % de déformation plastique. Cependant, au vu de la qualité des courbes obtenues en figure 3.16, une limite d'élasticité définie à 0,02 % est « facilement détectable ». Le choix de $\sigma_y^{0,02\%}$ sera effectué dans ces travaux au vu de la faible amplitude des premiers cycles mais aussi afin de travailler avec un domaine élastique défini de la manière la plus rigoureuse possible²⁶. La méthode choisie pour détecter la limite d'élasticité sur ces courbes consiste à effectuer un fit moindre carré linéaire en zone élastique et de stocker la valeur de contrainte lorsqu'un écart en déformation de 0,02 % est détecté.

Suite à l'automatisation de ces traitements, l'évolution de la limite d'élasticité et du module de Young en fonction de la température atteinte peut ainsi être tracée et comparée à des résultats de la littérature en figure 3.18. On remarque que les résultats d'influences de la température atteinte se trouvent proches de ceux de D. Maisonnette [MAI 11] pour des essais comparables²⁷. Le module de Young mesuré lors de la première décharge²⁸ a une valeur moyenne de l'ordre de 71,5 GPa. Cependant, on note pour des états de précipitations grossiers une diminution de ce

25. Car le résultat est le même que pour l'état T6.

26. Ecoulement plastique négligeable.

27. Ce qui vient confirmer également la faible influence du gradient thermique sur nos essais à haute température.

28. Car la linéarité est plus nette lors de la décharge et la faible déformation permet de dire que l'endommagement est négligeable.

module (*cf.* figs. 3.18- 3.24- 3.23), ces aspects ne seront pas abordés dans la suite de ce rapport.

Par une détermination des extrémums de cycles et des limites d'élasticité de chaque cycle, la part d'écrouissage cinématique et isotrope peut être déduite par étude de l'évolution de la surface de charge f (eq. (3.3)). La figure 3.19 permet de représenter l'évolution du déplacement de la surface de charge X ainsi que son gonflement R pour deux traitements extrêmes : l'état de précipitation fin T6 et l'essai TA= 560°C où tous les précipités durcissants $\beta'' - \beta'$ sont dissous. Le gonflement de la surface de charge (et donc la présence d'écrouissage isotrope) n'est pas discernable pour un état T6 et son déplacement X est quasiment constant et évolue peu au cours des cycles. Au contraire, pour un état TA= 560°C, on remarque une évolution progressive des deux composantes d'écrouissage (il convient de noter que la valeur d'écrouissage cinématique mesurée dépend de « l'offset » choisi pour la détection de limite d'élasticité).

3. Rhéologie du matériau d'étude

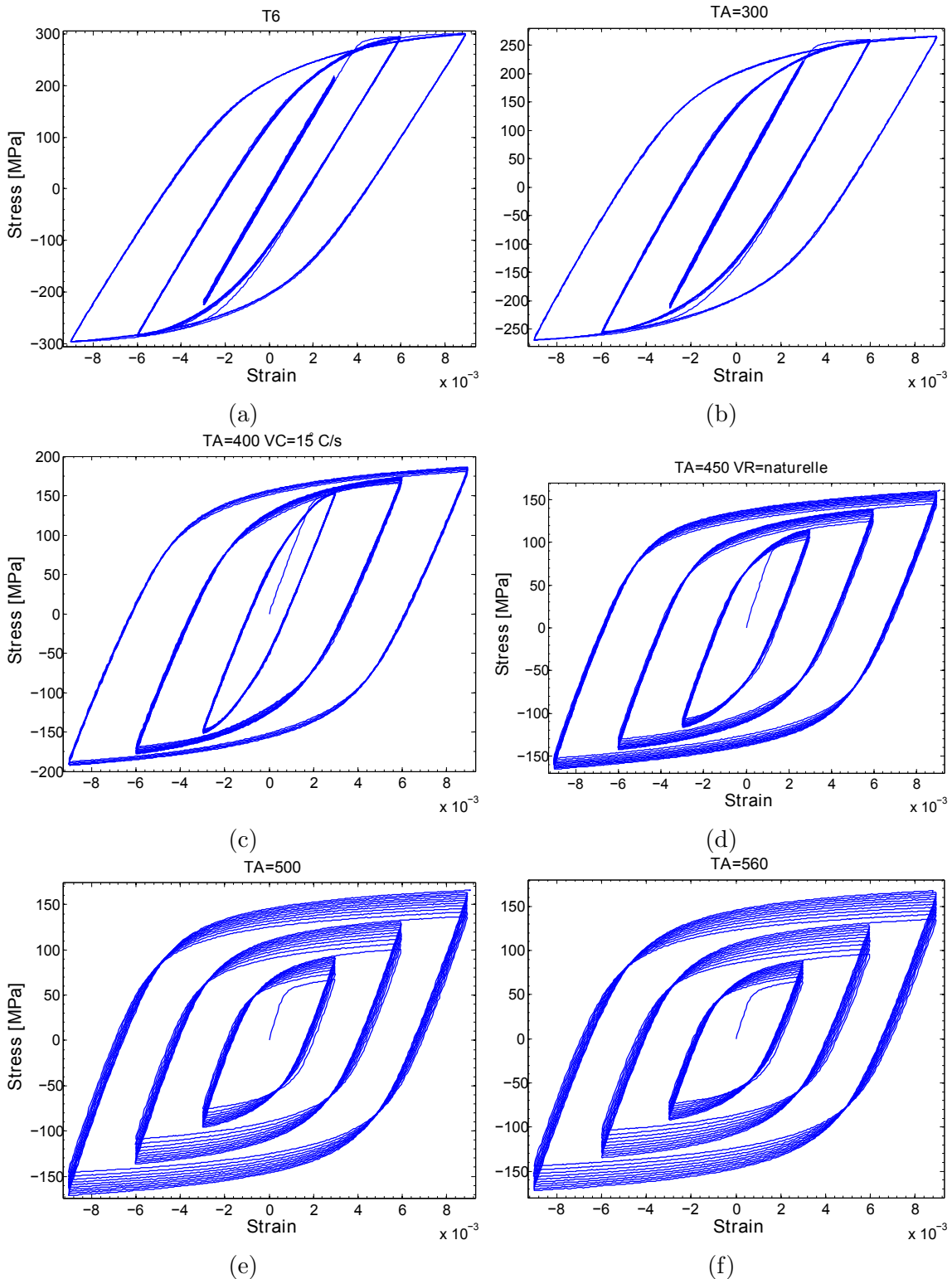


FIGURE 3.16 – Représentation des courbes obtenues, (a) : pour l'état T6 puis suite à des traitements de (b) : 300°C, (c) : 400°C, (d) : 450°C, (e) : 500°C et (f) : 560°C. Le chargement imposé se compose de trois amplitudes de déformation (0,3 %-0,6 %-0,9 % pourcents) de 10 cycles chacune.

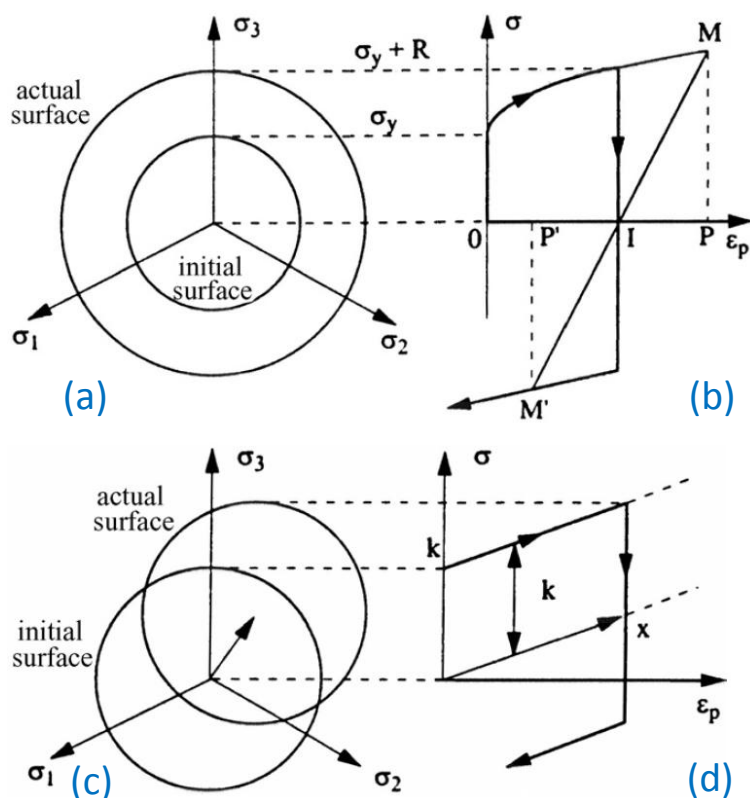


FIGURE 3.17 – Représentation de la surface de charge f dans le plan du déviateur ainsi que son évolution pour l'érouissage isotrope (a) et (b) cinématique. (c),(d) représentation des courbes contraintes déformations associées (tiré de [CHA 08]).

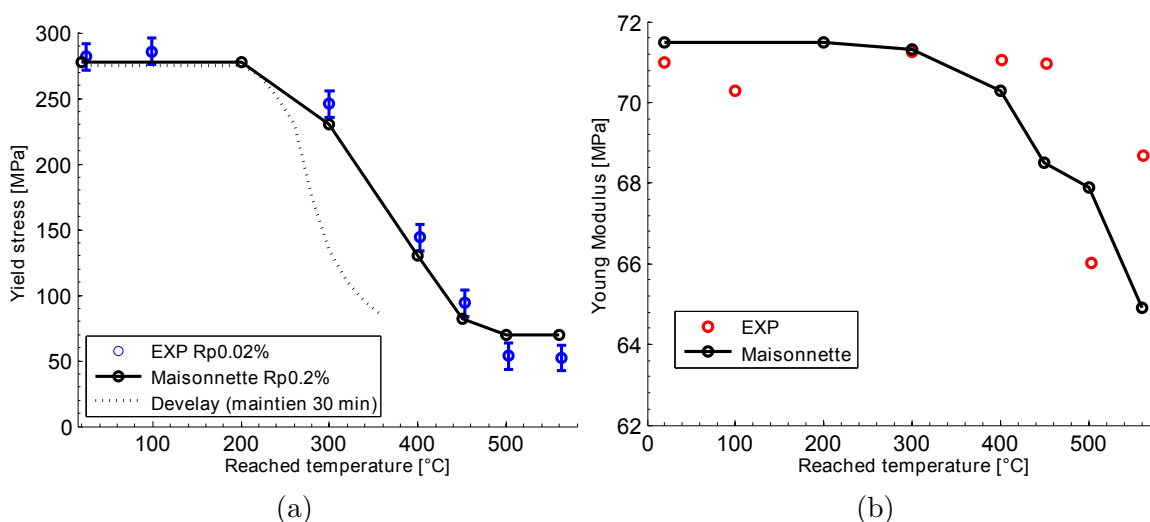


FIGURE 3.18 – Représentation de l'évolution de (a) la limite d'élasticité et du (b) module de Young en fonction de la température atteinte.

3. Rhéologie du matériau d'étude

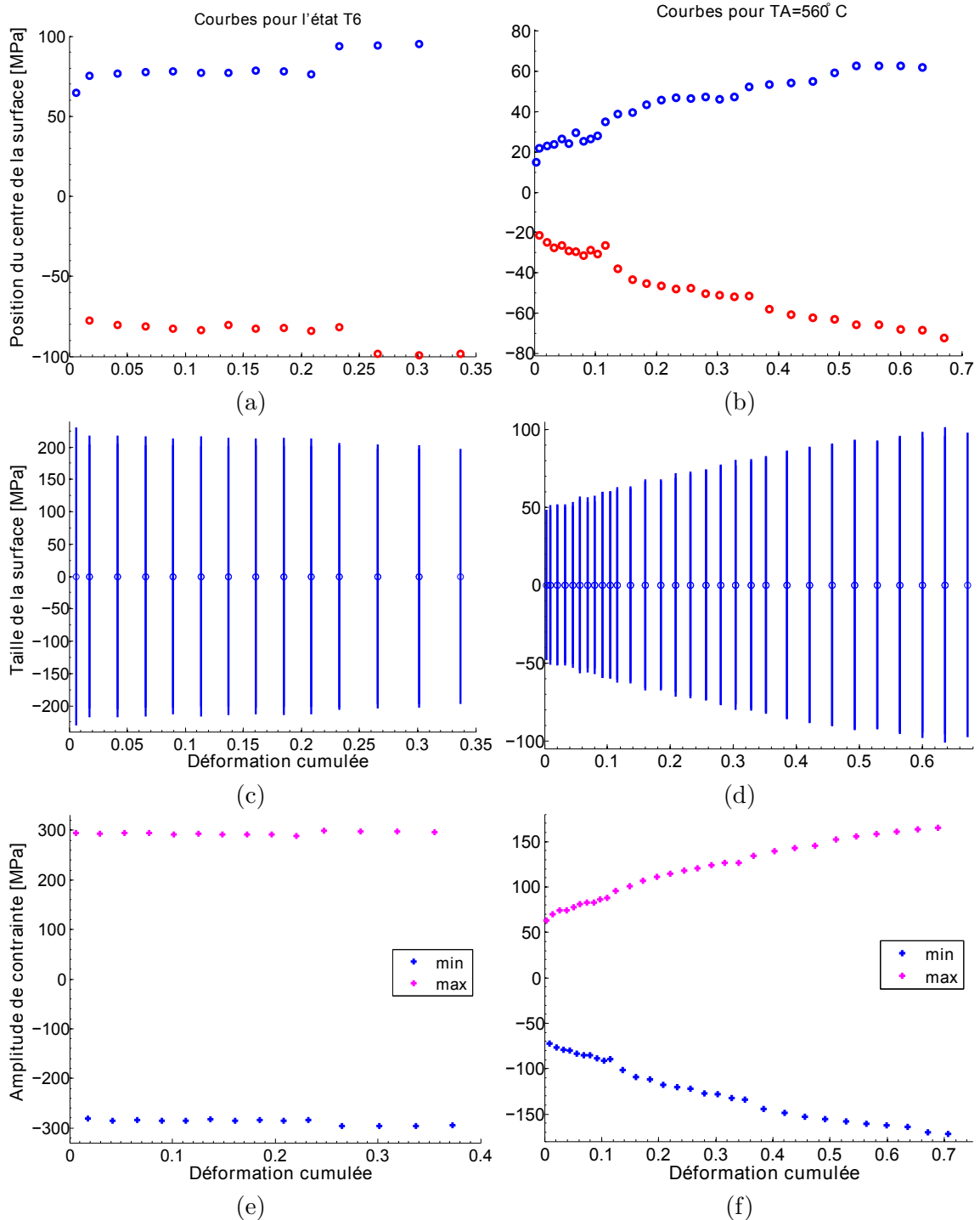


FIGURE 3.19 – (a,b) Représentation du déplacement de la surface de charge (compression en rouge) pour les états T6 et TA= 560°C. (c,d) Représentation du gonflement de la surface de charge unidimensionnelle (déplacement non représenté). (e,f) Evolution de l'amplitude des cycles mettant en avant le durcissement cyclique.

Influence de la vitesse de chauffage et de refroidissement

Les résultats présentés en figures 3.20 et 3.22 permettent de mettre en avant l'influence des vitesses de chauffage et de refroidissement pour des températures atteintes égales respectivement à 400°C et 450°C. Plus VC est faible plus les mécanismes de dissolution/coalescence peuvent se produire ce qui explique la diminution de limite d'élasticité présente en figure 3.24 (la diminution de la densité de précipités facilite le mouvement des dislocations). Entre les résultats obtenus et les travaux de D. Maissonnette [MAI 11, MAI 10] on remarque des tendances relativement proches bien que la composition de l'alliage et les températures réellement mesurées ne soient pas tout à fait similaires (on rappelle également qu'une correction de mesure de température est effectuée dans les travaux de D. Maissonnette [MAI 10] pour compenser au mieux les erreurs liées aux thermocouples). Ici, l'asservissement permet d'obtenir les cinétiques voulues hormis pour les vitesses de chauffages de 70°C/s et 181°C/s où les températures réellement atteintes sont de 405°C et 395°C. Dans les travaux de D. Maissonnette [MAI 11, MAI 10] des écarts de températures atteintes pour les cinétiques de 50°C/s et 200°C/s sont plus importants car il avait été obtenu : 408°C et 362°C (ce qui explique notamment le décrochement sur la courbe noire²⁹). La figure 3.21 montre que l'effet de VC sur le comportement plastique est similaire à l'étude TA, plus la dégradation de la microstructure est avancée plus la capacité d'écrouissage est importante : le durcissement cyclique et l'écrouissage cinématique évoluent plus sensiblement au cours des cycles.

Lors des traitements de type VR, une dissolution quasiment complète est présente et une précipitation apparaît lors du refroidissement (*cf.* figs. C.12- 3.15). Cette précipitation a une densité très faible mais le refroidissement lent donne une taille de particules très grossière (*cf.* figs. C.11- 3.15) qui induit un durcissement faible. De plus, ces précipités grossiers « pompent » des éléments en solution solide et leur capacité de durcissement. Ces deux effets sont ainsi la cause d'une légère chute de la limite d'élasticité lors d'un refroidissement lent 3.23. Aucune donnée dans la littérature n'a été trouvée pour effectuer une comparaison.

La fig. 3.25 permet d'observer le comportement plastique lié à l'étude VR. On remarque sur cette figure que, contrairement à l'intuition que l'on pourrait avoir, le comportement observé est contraire à l'étude VC : ici, plus la vitesse (VR) est importante plus la capacité d'écrouissage est élevée et l'on observe ainsi un durcissement cyclique prononcé. Dans le cas d'une faible vitesse VR le modèle de précipitation montre que de gros précipités se forment, ces précipités ne contribuent guère au durcissement et de plus ils piègent les atomes de solutés Mg/Si. On peut ainsi penser que l'écrouissage isotrope plus important pour des VR élevées est lié à un phénomène de précipitation dynamique plus prononcé que dans le cas de VR faibles où la force motrice de précipitation est moindre.

29. Ce décrochement est moindre dans notre cas car la TA est plus proche de la consigne mais aussi car la cinétique est plus rapide et donc cet écart à la consigne est plus bref.

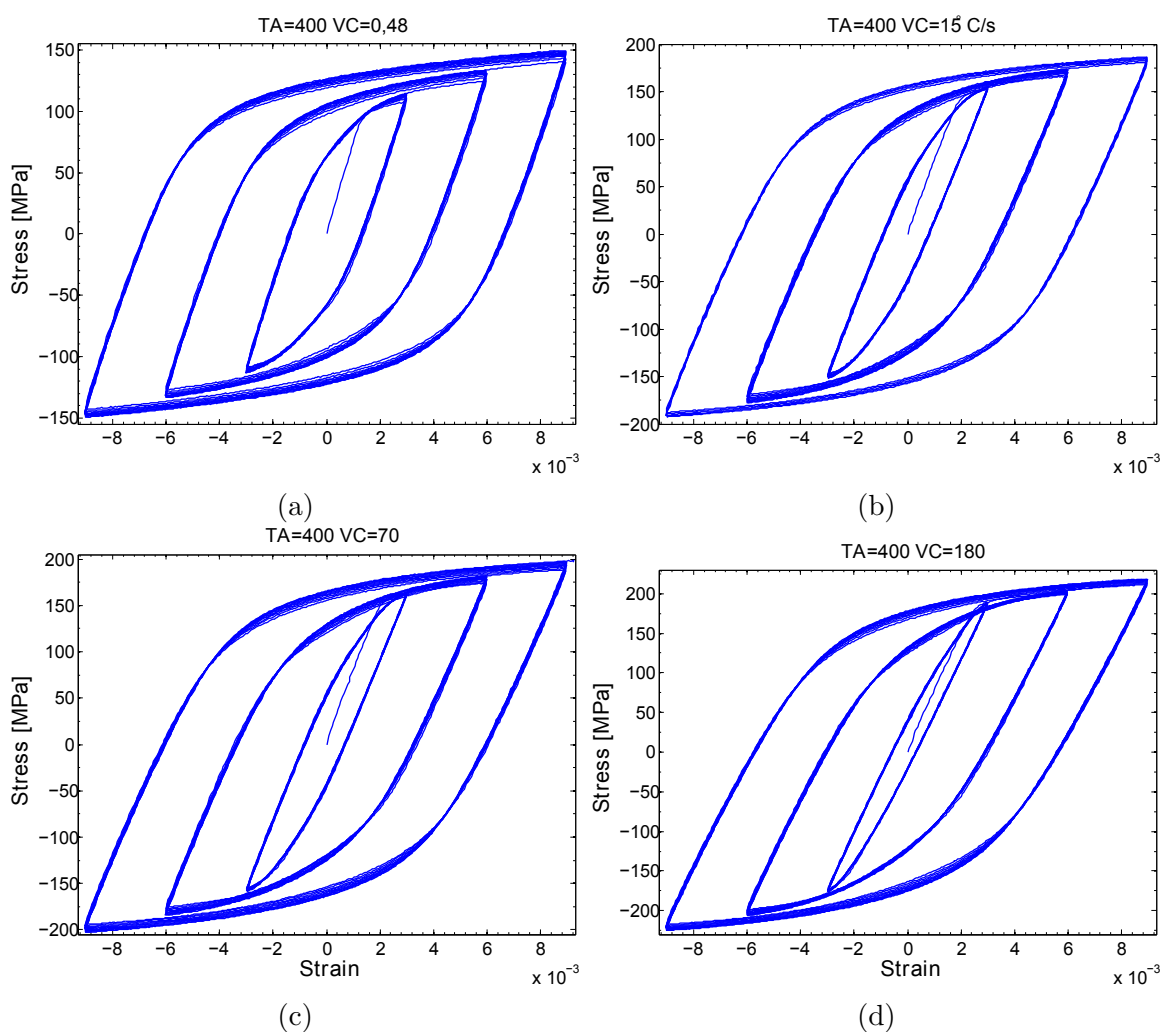


FIGURE 3.20 – Représentation des courbes obtenues pour une température atteinte de 400°C et des vitesses de montée en température de (a) : 0,48°C/s, (b) : 14,7°C/s, (c) : 69,5°C/s et (d) : 181°C/s. Le chargement imposé se compose de trois amplitudes de déformation (0,3 %-0,6 %-0,9 % pourcents) de 10 cycles chacune.

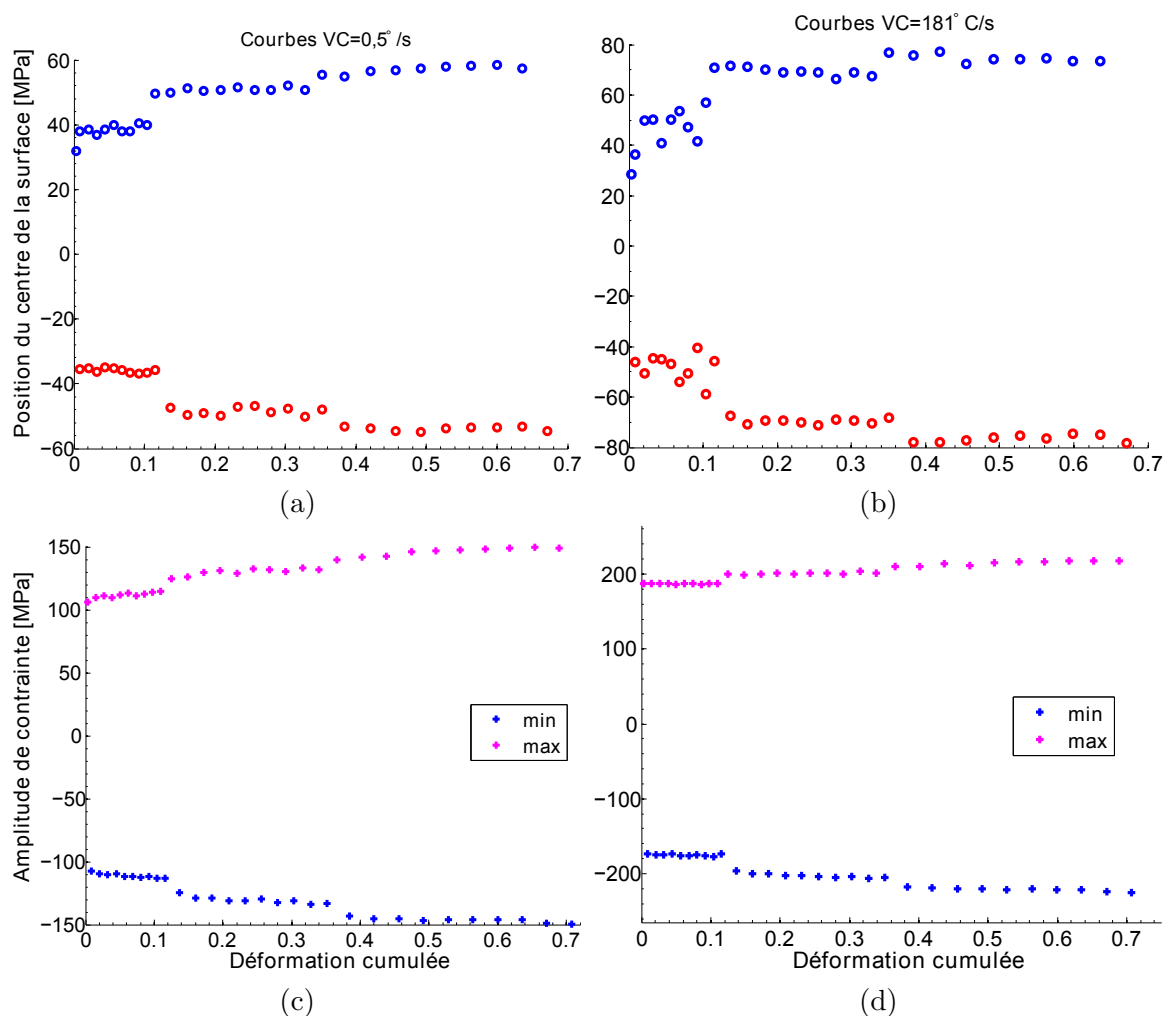


FIGURE 3.21 – (a,b) Représentation du déplacement de la surface de charge (compression en rouge) pour les états $VC=0,5^{\circ}C/s$ et $VC=181^{\circ}C/s$. (c,d) Evolution de l'amplitude des cycles mettant en avant le durcissement cyclique pour ces mêmes états.

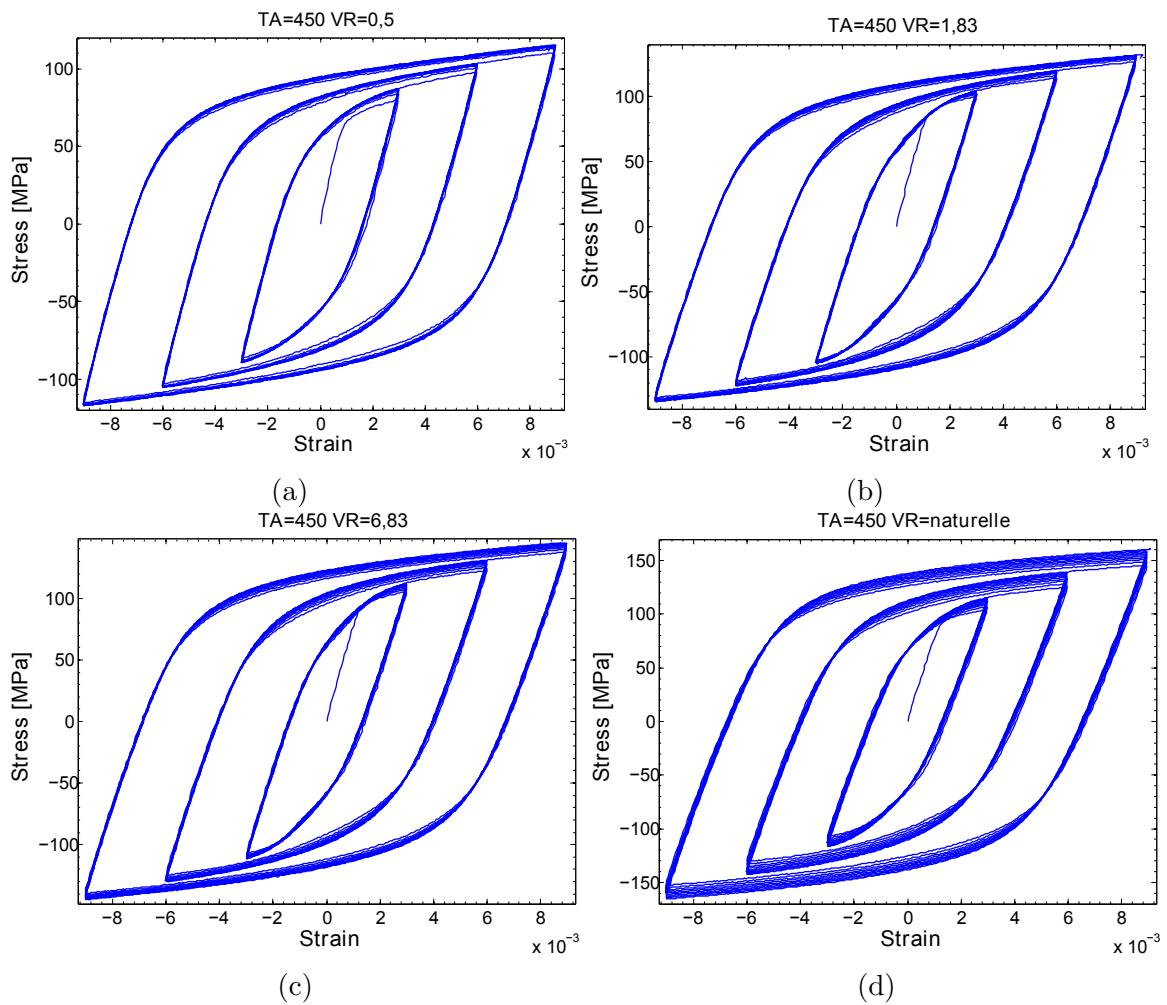


FIGURE 3.22 – Représentation des courbes obtenues pour une température atteinte de 450°C et des vitesses de refroidissement de (a) : 0,5°C/s, (b) : 1,83°C/s, (c) : 6,83°C/s et (d) la vitesse de refroidissement naturelle de l'ordre de 49°C/s. Le chargement imposé se compose de trois amplitudes de déformation (0,3 %-0,6 %-0,9 % pourcents) de 10 cycles chacune.

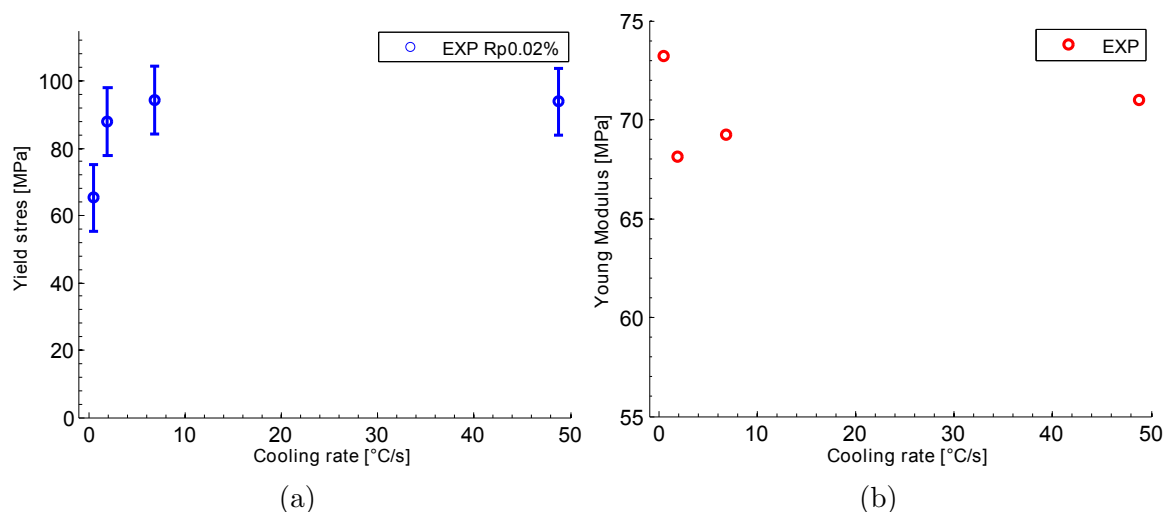


FIGURE 3.23 – Représentation de l'évolution de (a) la limite d'élasticité et du (b) module de Young en fonction de la vitesse de refroidissement ($T_A = 450^\circ\text{C}$).

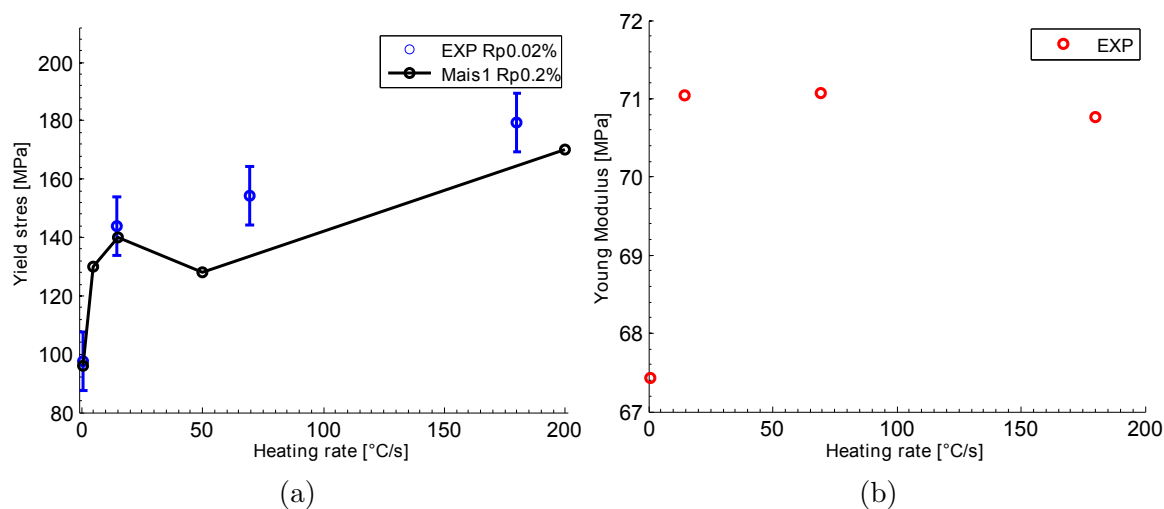


FIGURE 3.24 – Représentation de l'évolution de (a) la limite d'élasticité et du (b) module de Young en fonction de la vitesse de chauffage ($T_A = 400^\circ\text{C}$).

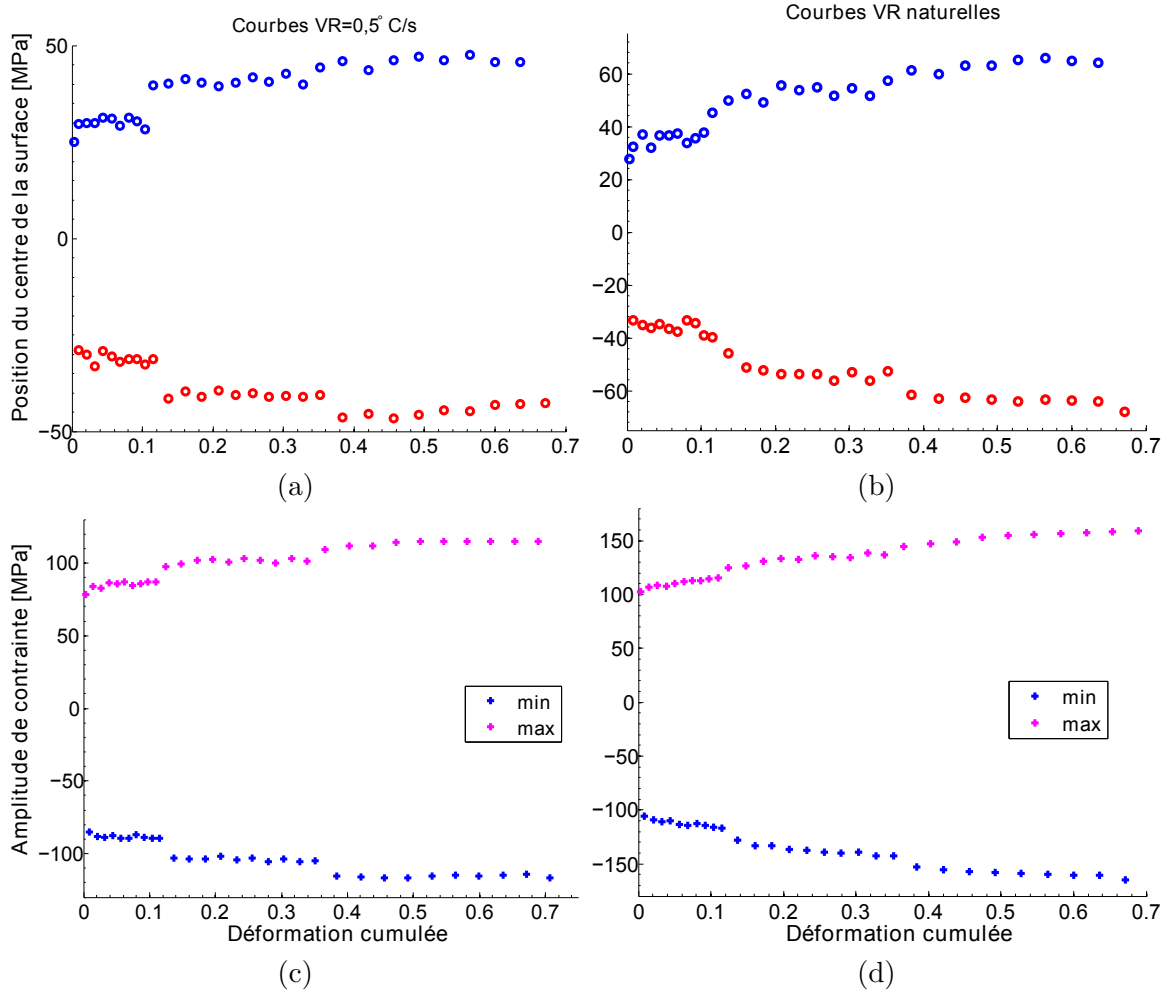


FIGURE 3.25 – (a,b) Représentation du déplacement de la surface de charge (compression en rouge) pour les états VR= 0, 5°C/s et VR≈ 49°C/s. (c,d) Evolution de l'amplitude des cycles mettant en avant le durcissement cyclique R pour ces mêmes états.

3.3.3 Comportement mécanique à chaud

Les essais présentés précédemment constituent le coeur de ce travail car ils permettent de comprendre l'influence de la précipitation sur le comportement de l'alliage. Néanmoins, des essais complémentaires représentant le comportement de l'alliage en température seront détaillés dans cette section, le but étant de disposer de données thermomécaniques utilisables pour de futures simulations de contraintes résiduelles où les effets de températures et de vitesses de déformation peuvent avoir une influence non négligeable [DEP 04].

Traitements thermiques et réponses mécaniques

Les traitements thermiques utilisés dans cette étude sont lents et les écarts à la consigne sont ainsi négligeables, ils sont au plus de $2,5^{\circ}\text{C}$. Les traitements de cette étude sont composés d'une rampe à une vitesse de 15°C/s où l'asservissement en force maintient une dilatation libre, suivis d'une isotherme durant toute la durée de l'essai où la déformation est imposée de la même manière que pour les essais à froid. Les températures atteintes (TA) sont 100°C , 300°C , 400°C , 450°C , 500°C et 560°C . Les TA et la rampe de chauffage sont volontairement similaires aux essais à froid afin d'observer l'influence de la température sur la limite d'élasticité lors du premier cycle dans des conditions similaires à celles qui ont permis de déterminer l'influence de l'état de précipitation. Ensuite, les cycles sont poursuivis pour observer le comportement de l'alliage en température et les éventuels effets de durcissement et adoucissement.

Lors de ces essais, un bruit de mesure important a été remarqué sur la mesure d'effort comme le montre la figure 3.26, l'importance de ce bruit pour TA= 560°C engendre même un arrêt de cet essai au bout de quelques cycles³⁰. Cet effet est la conséquence de l'utilisation d'une cellule de force surdimensionnée mais aussi d'une vibration du système de chauffage pour des isothermes $T > 400^{\circ}\text{C}$ prolongés. Dans la suite de ce rapport, les courbes présentées auront été préalablement filtrées, un filtrage modéré (effectué par extinction de bandes de fréquences appropriées puis FFT inverse) est appliqué afin de garder quasi-intact les transitions élastiques-plastiques, ce qui n'aurait pas été le cas avec un fort filtrage et aurait dégradé l'interprétation physique (limite d'élasticité notamment).

Sur la figure 3.27 les courbes contrainte-déformation sont présentés pour les isothermes à 100°C , 200°C et 300°C . Ces courbes permettent de montrer le comportement cyclique de l'alliage mais aussi la phase de dilatation (déformation à contrainte nulle) du début d'essai. Sur cette même figure, les contraintes sont également tracées en fonction de la déformation cumulée afin de mettre en avant la prépondérance de l'adoucissement qui se produit lors de ces essais par dissolution/coalescence des

30. Une amplification anormalement élevée se produit, elle est due aux importantes incertitudes sur la mesure d'effort.

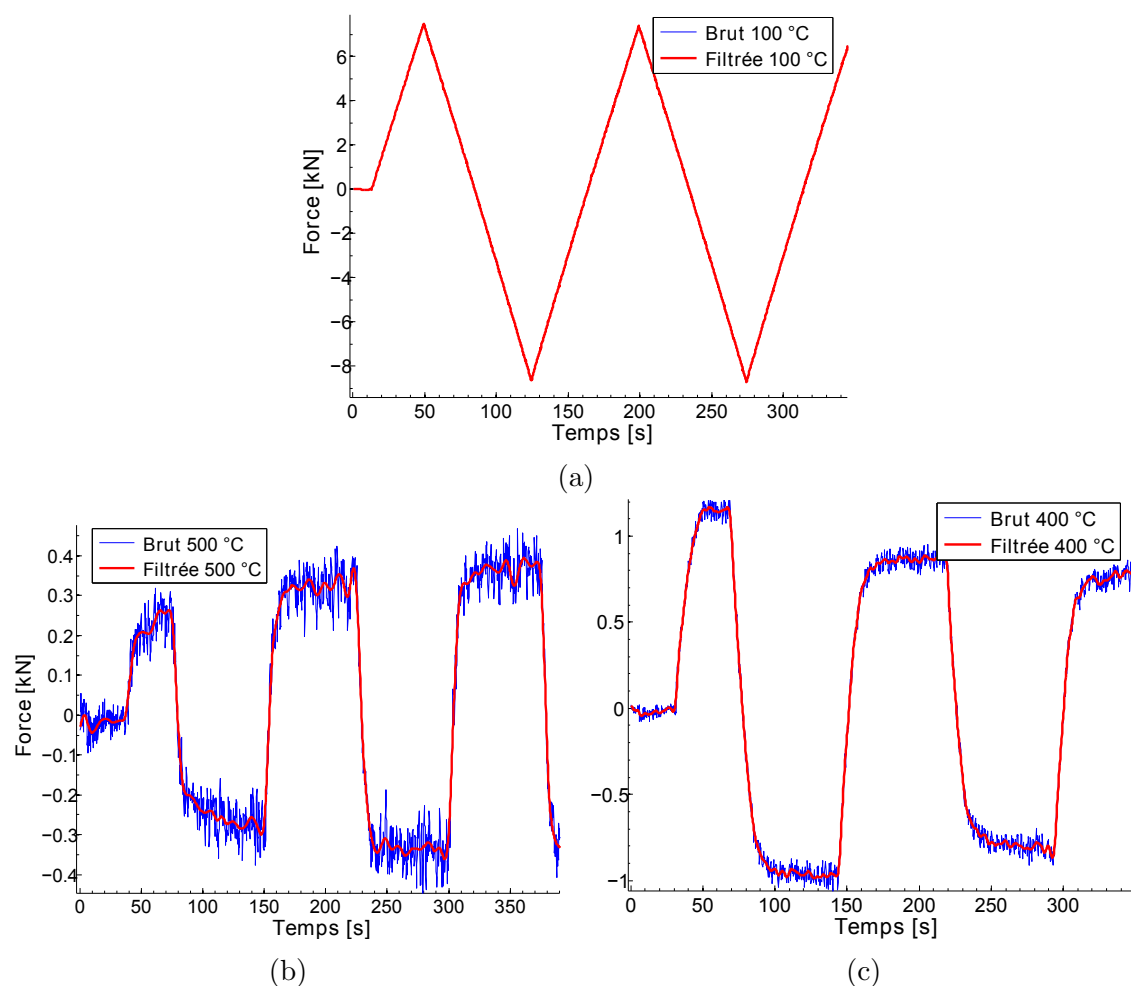


FIGURE 3.26 – Représentation des courbes brutes et filtrées pour des isothermes à (a) 100°C, (b) 500°C et (c) 400°C.

précipités face au durcissement par forêt de dislocations.

A cause d'un bruit important sur les courbes d'efforts aux températures plus élevées, les courbes $\sigma - \epsilon$ sont moins lisibles, de telle façon qu'il est plus aisé de représenter les résultats en fonction de la déformation cumulée. C'est ce choix de représentation qui a été retenu pour les températures 100°C, 200°C et 300°C représentées en figure 3.28. Sur ces courbes on aperçoit non plus un adoucissement cyclique mais un durcissement, ce qui s'explique par une dissolution quasi complète des précipités lors d'une TA= 450°C sans maintien (*cf.* fig. 3.15). Ainsi, la microstructure est proche d'un état stable (à ces températures, seule une précipitation grossière peut apparaître qui n'est pas durcissante, *cf.* fig. 3.15) et donc l'écroutissage par augmentation de densité de dislocation est prépondérant. La nature de l'écroutissage est la même que pour les essais après transitoires pour le premier cycle mais on évolue, plus ou moins rapidement selon la température,

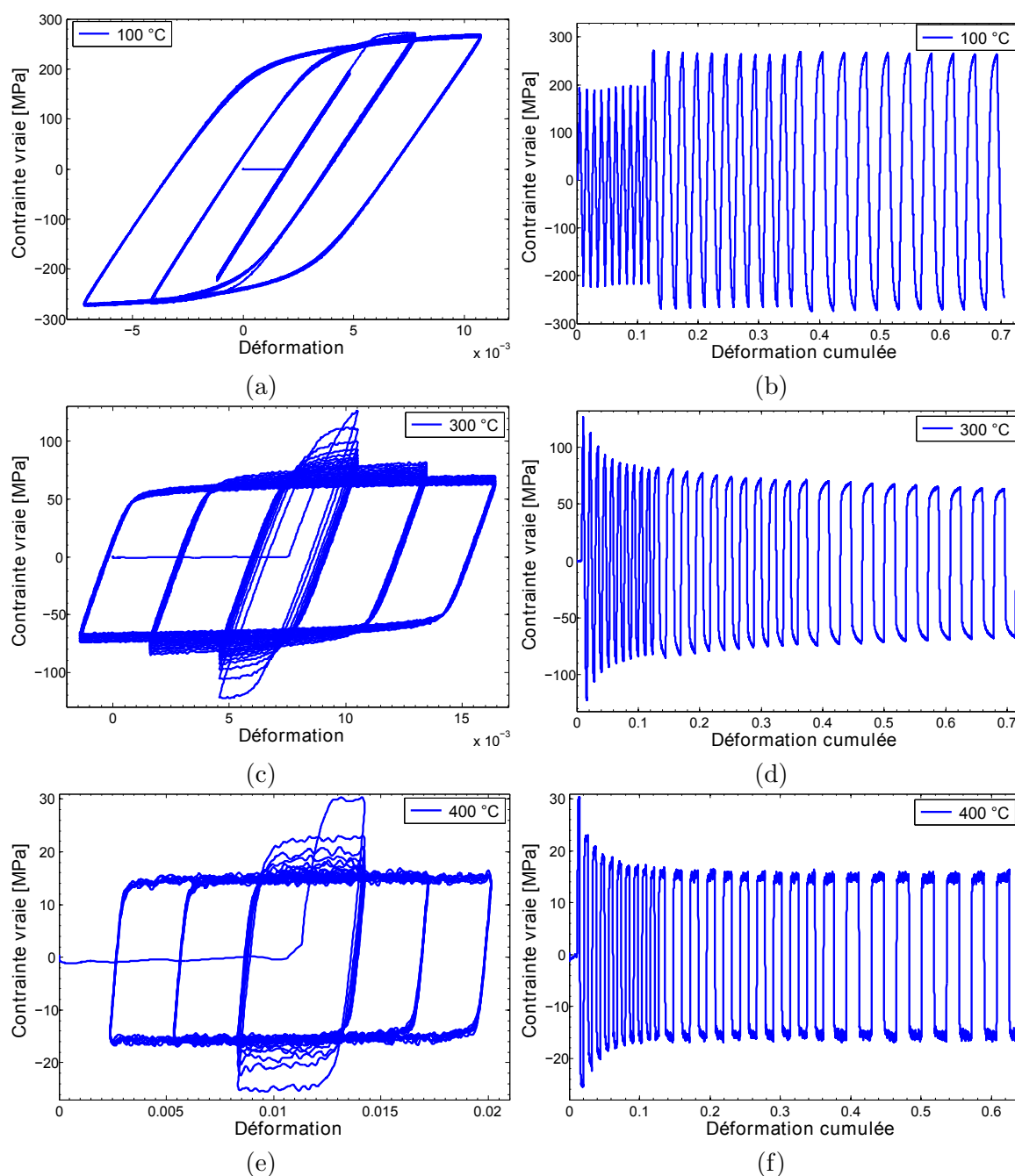


FIGURE 3.27 – (a, c, e) Représentation des courbes $\sigma - \epsilon$ pour des isothermes à 100°C, 300°C et 400°C. (b, d, f) Représentation des mêmes essais mais en déformation cumulée.

vers un écrouissage quasi nul pour les cycles suivants³¹. La limite d'élasticité a été déterminée (avec une précision moindre que lors des essais à froid) pour chaque essai

31. Tout au moins, à partir de 300°C.

3. Rhéologie du matériau d'étude

et un bilan est présenté en figure 3.29. Les rampes de température et la vitesse de déformation étant similaires pour les essais à chaud et après transitoires la différence de limite d'élasticité entre les figs. 3.18 et 3.29 peut ainsi être attribuée à des effets purement thermiques (activation thermique des dislocations). Le module de Young n'a pas pu être déterminé de façon précise et ne sera donc pas présenté, néanmoins on pourra se fier aux travaux de D. Maisonnette en fig. 1.8.

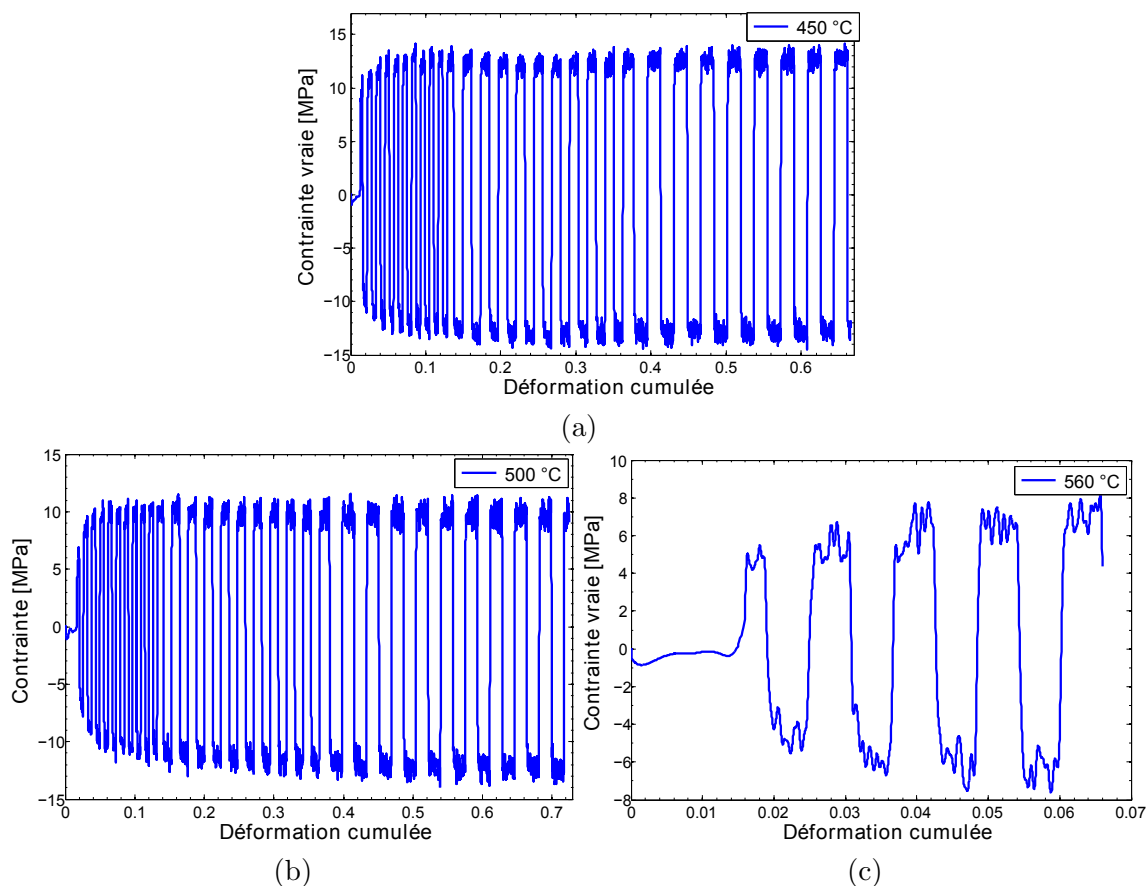


FIGURE 3.28 – Représentation de l'évolution des contraintes en fonction de la déformation cumulée pour des isothermes à 450°C, 500°C et 560°C. Le chargement imposé se compose de trois amplitudes de déformation (0, 3%-0, 6%-0, 9% pourcents) de 10 cycles chacune excepté à 560°C où la faible amplitude d'effort engendre un arrêt de l'essai.

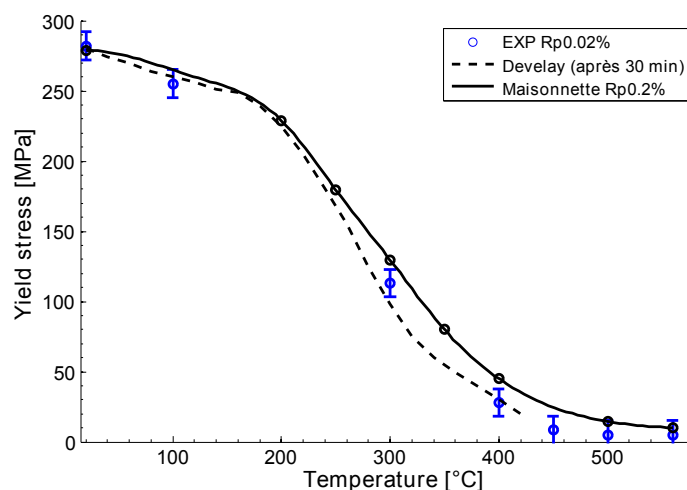


FIGURE 3.29 – Limite d'élasticité à chaud mesurée et comparaison avec la littérature.

Effets visqueux

Les essais après transitoires thermiques et durant des isothermes ont permis de mettre en avant un comportement élasto-plastique très variable pour cet alliage. Néanmoins, pour comprendre tous les effets présents lors de traitements uniaxiaux des investigations sur la quantification des effets dits « visqueux » doivent être menées. Classiquement, elles s'effectuent par des essais de relaxation ou fluage, ici des sollicitations cycliques interrompues (*cf.* fig. 3.7) permettent d'effectuer une mesure de relaxation entre les divers cycles. De plus, l'utilisation de ces cycles interrompus permet d'observer le comportement du matériau sur des gammes de temps plus importantes que pour les essais présentés dans la précédente section.

La figure 3.30 permet de montrer les résultats obtenus pour des températures de 100°C et 300°C. Sur ces courbes aucun filtrage n'a été effectué car ce dernier a pour conséquence la dissimulation des effets visqueux. La présence d'un cycle à amplitude nulle engendre sur les courbes une relaxation de la contrainte. Ces effets sont assez limités pour les températures d'étude, des essais à plus haute température ont été effectués mais le dispositif à disposition ne permet que l'obtention de résultats où le bruit de mesure est d'importance équivalente au phénomène d'étude. Quelques essais supplémentaires de traction à haute température et de sollicitations thermomécaniques à partir d'une solution solide sursaturée (SSS) ont été effectués, mais ils ne seront pas présentés dans ce rapport pour les mêmes raisons qu'évoquées précédemment sur le bruit de mesure³².

32. Plus des phénomènes de non localisation de la déformation pour les éprouvettes SSS.

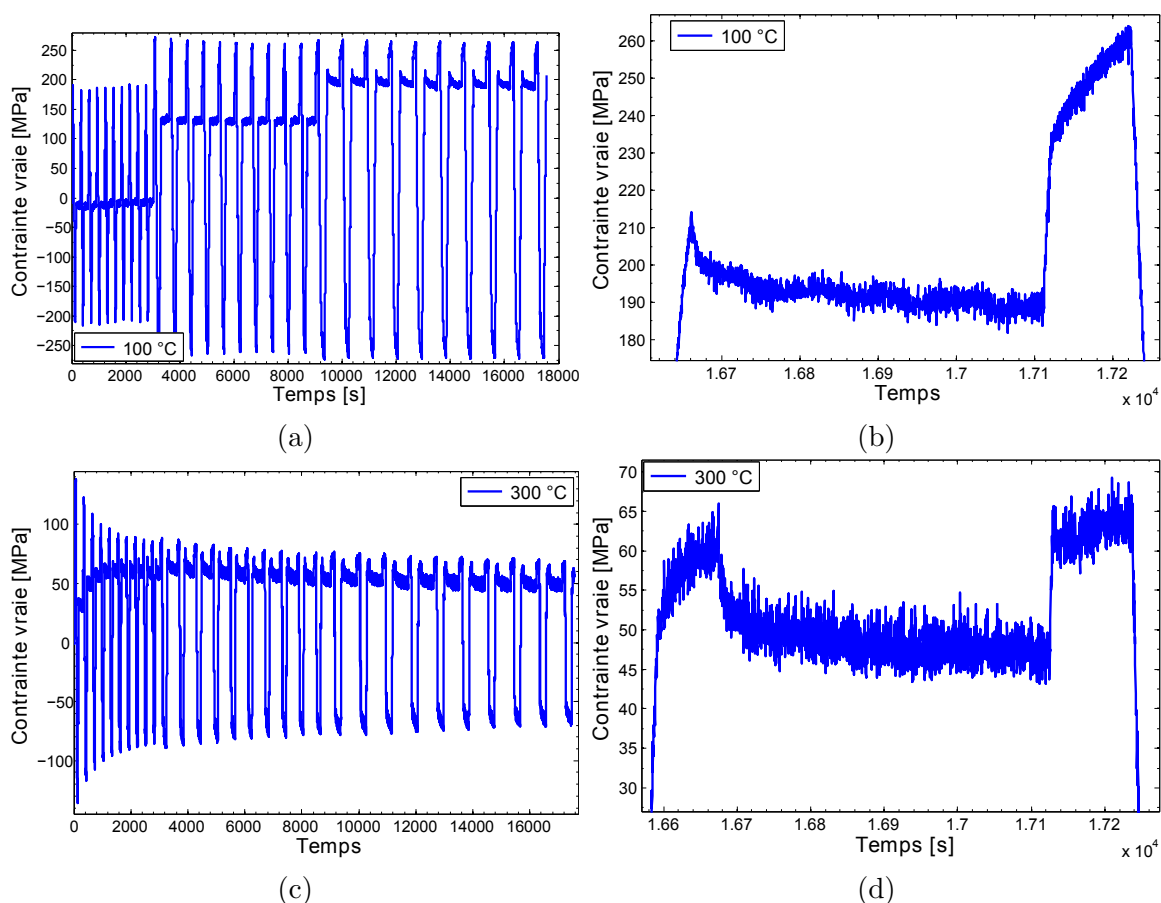


FIGURE 3.30 – Représentation de l'évolution des contraintes en fonction du temps pour des isothermes de (a) 100°C et (b) 300°C lors de cycles discontinus mettant en avant des effets visqueux.

3.4 Synthèse

La première partie de ce chapitre a permis de discuter des différentes méthodes de caractérisation du comportement mécanique des alliages d'aluminium à durcissement structural tel que l'AA6061. Bien que la littérature soit abondante, il est apparu un manque en terme de comportement cyclique de cet alliage. Pourtant, la compréhension des mécanismes de déformations (élasto-plastique) passe nécessairement par une étude cyclique pour pouvoir attribuer aux phénomènes d'écrouissages cinématiques et isotropes leurs quantifications respectives et leurs lois d'évolutions.

Dans une seconde partie, le matériel à disposition ainsi que les améliorations nécessaires à une caractérisation fine du comportement de l'AA6061-T6 ont été présentés. Les essais ont été effectués sur des éprouvettes spécialement conçues pour atteindre des vitesses de chauffage élevées tout en permettant la mise en

place d'essais cycliques (non-flambement des éprouvettes, encombrement...). La campagne d'essais proposée est composée de deux grandes parties : l'étude du comportement cycliques après divers traitements thermiques anisothermes et l'étude du comportement à chaud avec ou sans temps de relaxation. Ces essais représentent une base expérimentale importante pour de futures modélisations.

La dernière partie de ce chapitre concerne la présentation des résultats obtenus pour cette campagne d'essais. Le dispositif de mesure mis en place a permis de mettre en avant une grande variété de comportements. Lors d'essais à température ambiante, l'alliage 6061 passe, lors d'une précipitation fine, d'un comportement plastique totalement cinématique à un comportement à écrouissage mixte pour des états de précipitations grossiers ou dissolus.

Contrairement aux essais à température ambiante où un durcissement cyclique est présent, les essais en température ont permis de montrer le fort adoucissement que produit l'état de précipitation. Néanmoins, pour des températures élevées le comportement redevient durcissant à cause de la dégradation de l'état de précipitation quasi-instantanée.

Les derniers essais présentés consistent en la mise en avant de phénomènes visqueux (relaxation) à haute et moyenne température tout en effectuant un cyclage mécanique. Le but de cette campagne étant l'extension de la modélisation à des modèles élasto-visco-plastiques pouvant prédire de manière fine l'évolution des contraintes résiduelles. Néanmoins, ces essais ne sont que partiellement exploitables à cause des limitations intrinsèques du dispositif à disposition (système de chauffage, cellule de force surdimensionnée) et ils constituent donc une perspective de ce chapitre et de ce travail de thèse.

Chapitre 4

Loi de comportement dépendante de la microstructure

Ce chapitre a pour objet de reproduire la grande variété de comportements élastoplastiques rencontrés dans les précédentes sections. Après une première partie posant le cadre de travail et rappelant différentes notions de base aux échelles micro et macroscopiques, des modélisations de limite d'élasticité, de dureté ainsi que d'écoulement plastique dans un joint soudé seront présentées. Dans une dernière partie, une modélisation à base physique du comportement cyclique sera proposée.

Sommaire

4.1	Cadre de travail	139
4.1.1	Introduction et objectifs du chapitre	139
4.1.2	Echelle macroscopique	139
4.1.3	Echelle microscopique	142
4.2	Approche élasto-plastique semi-phénoménologique	149
4.2.1	Modélisation de la limite d'élasticité	149
4.2.2	Résultats et application à la dureté du joint soudé	155
4.2.3	Traction sur joint soudé : corrélation d'image et simulation	160
4.3	Modélisation physique du comportement cyclique	165

4.3.1	Limite d'élasticité	165
4.3.2	Effet des grains sur l'écoulement plastique et son application	167
4.3.3	Influence de la précipitation	173
4.3.4	Application et résultats	180
4.4	Synthèse	191

4.1 Cadre de travail

4.1.1 Introduction et objectifs du chapitre

Les résultats présentés au chapitre 3, mais aussi dans les travaux de D. Maissonnette [MAI 10], ont permis de montrer que l'alliage d'aluminium étudié dans le cadre du projet RJH a un comportement très complexe. Bien que des effets dits « visqueux » ont été mis en avant lors d'essais en température, les efforts de modélisation de ce dernier chapitre se limiteront à une modélisation élastoplastique précipitation-dépendante car ces effets sont de tout premier ordre et complexes à modéliser.

Dans ce chapitre, la modélisation portera tout d'abord sur les essais monotones effectués par D. Maissonnette [MAI 10] (alliage noté D.M dans la suite et présenté en table 1.3). Une approche à base physique sera proposée afin de modéliser l'évolution de la limite d'élasticité de l'alliage puis la dureté dans le joint soudé.

Enfin, une modélisation du comportement cyclique (alliage D.B., en table 3.1) sera proposée dans la dernière section en se reposant sur une vision la plus unifiée possible de la plasticité aux échelles micro et macroscopiques. Cette section permet donc de rappeler le cadre classique élastoplastique pour les matériaux métalliques, à l'échelle macroscopique (en accord avec les travaux de Lemaitre et Chaboche [LEM 09] et [FRA 91]) ainsi que les travaux à l'échelle microscopique sur les dislocations [FRI 64, MAR 00, MER 02, KOC 03, EST 96]. Pour des informations complémentaires, plus particulièrement les aspects thermodynamiques liés à la plasticité, le lecteur pourra se référer aux mêmes références [LEM 09, FRA 91].

4.1.2 Echelle macroscopique

Critère de plasticité et surface de charge

De nombreux résultats expérimentaux, tels que les dix premiers cycles effectués sur l'état T6, montrent qu'il existe un domaine où la déformation n'est pas plastifiante et donc totalement réversible. Lors d'un chargement plus important, l'état de contrainte $\bar{\sigma}$ atteint un seuil de plasticité et un écoulement plastique se produit $\bar{\epsilon}_p$. La surface délimitant le domaine élastique est appelée surface de charge et est fonction de la contrainte mais aussi de l'état des variables d'écrouissages isotropes R (gonflement de la surface) et cinématiques X (déplacement) : $f(\bar{\sigma}, R, \bar{X})$.

Toutes ces notions sont définies classiquement dans le cadre tridimensionnel et l'état de contrainte $\bar{\sigma}$ doit donc être comparé à la limite d'élasticité σ^y du matériau par l'intermédiaire d'une contrainte équivalente/critère. Pour les matériaux métalliques, où on observe généralement une incompressibilité plastique¹ et une insensibilité à la contrainte hydrostatique de telle sorte que la surface de charge est exprimée en fonction du déviateur des contraintes, comme dans le cadre de la

1. Le glissement est à la base de la déformation plastique.

contrainte équivalente de von Mises :

$$f(\bar{\sigma}, R, \bar{X}) = J_2(\bar{\sigma} - \bar{X}) - (\sigma_y + R) \quad (4.1)$$

Nos essais étant exclusivement uniaxiaux, dans la suite du rapport la définition d'une surface de charge uniaxiale sera conservée :

$$f = |\sigma - X| - (\sigma_y + R) \quad (4.2)$$

Lors de la plastification on a $f = 0$ et on remarque de plus qu'une décharge de la sollicitation $\dot{f} < 0$ induit immédiatement un retour dans le domaine élastique. Ainsi, le cadre élastoplastique classique consiste à imposer au point représentatif de l'état de contrainte de ne pas quitter la surface pendant l'écoulement :

$$\dot{f} = \frac{\partial f}{\partial \bar{\sigma}} : \dot{\bar{\sigma}} + \frac{\partial f}{\partial \bar{X}} : \dot{\bar{X}} + \frac{\partial f}{\partial R} \dot{R} = 0 \quad (4.3)$$

on parle de condition de cohérence (ici exprimée en isotherme).

Déformation et écoulement plastique

Une fois que la notion de surface de charge a été introduite il est possible de quantifier le taux de déformation plastique des matériaux dit standards [FRA 91]. Les matériaux métalliques ont un mécanisme de déformation plastique basé sur de la déformation par glissement sur des plans particuliers, ainsi, comme présenté en annexe on peut montrer que le principe de Hill est strictement vérifié². Formulation due à Hill (traduction de [CAI 12]) : *Le travail des contraintes réelles $\bar{\sigma}$ associées aux vitesses de déformations plastiques réelles $\dot{\bar{\epsilon}}_p$ est supérieur au travail de tout autre tenseur de contraintes admissibles $\bar{\sigma}_*$ (i.e. ne violant pas la loi de plasticité) associé à $\dot{\bar{\epsilon}}_p$, de telle sorte que l'on peut écrire :*

$$(\bar{\sigma} - \bar{\sigma}_*) : \dot{\bar{\epsilon}}_p \geq 0 \quad (4.4)$$

Ceci revient donc à un problème d'optimisation contraint où l'on cherche le maximum de la quantité $\bar{\sigma} : \dot{\bar{\epsilon}}_p$ par rapport à σ sous la contrainte $f = 0$. Le lagrangien à minimiser devient donc :

$$\mathcal{L} = \bar{\sigma} : \dot{\bar{\epsilon}}_p - \lambda f(\sigma) \quad (4.5)$$

ce qui nous permet de démontrer la loi de normalité à laquelle obéissent les matériaux métalliques [FRA 91]³

$$\dot{\bar{\epsilon}}_p = \lambda \frac{\partial f(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}} \quad (4.6)$$

2. Il ne s'agit donc plus d'un principe dans ce cas là.

3. On s'assure effectivement d'obtenir un maximum si la surface de charge est convexe.

où le scalaire $\dot{\lambda}$ est le lagrangien du problème d'optimisation qui est également appelé multiplicateur plastique. On remarque à l'aide de l'expression (4.6) que le taux d'écoulement plastique est normal à la surface de charge ce qui est bien conforme aux expérimentations effectuées sur les matériaux métalliques [LEM 09] et les conditions d'écoulement sont données par :

$$\begin{cases} \dot{\lambda} > 0 \text{ si } f = 0 \text{ et } \dot{f} = 0 \\ \dot{\lambda} = 0 \text{ si } f < 0 \text{ ou } \dot{f} < 0 \end{cases} \quad (4.7)$$

En plus du cadre élastoplastique défini précédemment, les modélisations proposées s'effectueront dans le cadre de l'hypothèse des petites perturbations (HPP) car la norme des déformations reste petite ($|\epsilon| < 2 - 5.10^{-2}$) [LEM 09]. Dans ces conditions la partition additive des taux de déformations peut s'écrire en fonction du tenseur de déformation $\bar{\epsilon}^4$:

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \dot{\bar{\epsilon}}_e + \dot{\bar{\epsilon}}_p \quad (4.8)$$

La modélisation portant sur des essais uniaxiaux, la nature tensorielle des variables sera omise par souci de simplicité dans la suite de ce chapitre. Aussi la loi de Hooke sera donc donnée par $\sigma = E\epsilon_e$ et la déformation plastique cumulée par $p = \int_0^t |\dot{\epsilon}_p(\tau)| d\tau$.

Lois d'érouissage

Afin de disposer d'une loi élastoplastique complète, des lois d'évolutions pour les variables d'érouissage cinématique X et isotrope R doivent être identifiées, ce qui se fait généralement à l'aide de modèles phénoménologiques. On notera dans ce cadre l'importance des travaux de J.L. Chaboche *et al.* [CHA 08, LEM 09] qui proposent l'utilisation d'une loi d'érouissage mixte : isotrope (type Voce) et cinématique (Armstrong-Frederick) pour des applications cycliques :

$$\begin{cases} \dot{R} = b(R_\infty - R)\dot{p} \\ \dot{X} = C.\dot{\epsilon}_p - \gamma.X.\dot{p} \end{cases} \quad (4.9)$$

où C , γ , b et R_∞ représentent des constantes à identifier. Ces lois, en plus de représenter une grande variété de comportements expérimentaux, découlent de potentiels d'écoulements convexes qui assurent le respect de la positivité de la dissipation et donc le respect des principes de la thermodynamique des processus irréversibles [LEM 09].

4. Car le tenseur taux de déformation (qui lui seul admet une décomposition additive) s'identifie à ϵ en HPP.

4.1.3 Echelle microscopique

Introduction

De par leur capacité à prédire des comportements complexes et, pour quelques modèles, à se fondre dans le moule de la thermodynamique des milieux continus l'approche phénoménologique est une voie de choix pour la modélisation élastoplastique. Néanmoins, depuis quelques décennies, de nombreux travaux comportant des densités de dislocations comme variables internes ont vu le jour en plasticité afin de palier au manque de description physique de la modélisation phénoménologique. Cette section a pour objet de rappeler quelques éléments de base de ce type de modélisation, des compléments seront également apportés au fur et à mesure du chapitre lors de la présentation de la modélisation proposée.

Ecrouissage d'un polycristal pur

Le cadre employé pour la modélisation à base physique des métaux est bien souvent celui proposé dans les travaux de Kocks-Mecking et Estrin (KME) [KOC 03, EST 96]. Dans leurs travaux, ces auteurs proposent de modéliser l'écrouissage à partir de l'évolution de la densité de dislocation au fur et à mesure de la déformation plastique en raisonnant sur chaque système de glissement. Pour ce faire, l'évolution de la densité de dislocations stockées s'écrit à partir de la compétition de deux termes fonction du cisaillement plastique γ_p , un source et un d'annihilation :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} = \left(\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} \right)^+ - \left(\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p} \right)^- \quad (4.10)$$

Le terme source de l'équation 4.10 provient du mécanisme de multiplication Frank-Read (*cf.* fig. 4.1). Lorsqu'une dislocation se propage dans le plan de glissement elle peut se trouver coincée entre deux points d'ancrage. Sous l'application d'une contrainte de cisaillement supplémentaire la dislocation se courbe et se sépare en deux parties : la dislocation initiale puis une seconde se propageant (*cf.* fig. 4.1) dans le cristal. Ce mécanisme de multiplication peut être lié au cisaillement local dans le plan de glissement comme représenté en fig. 4.2 : lorsque la dislocation initialement bloquée sur les premiers obstacles aura parcourue la distance d (le libre parcours moyen) la séparant des prochains obstacles, un décalage du cristal de norme b apparaîtra ainsi qu'une nouvelle dislocation. Si ce cisaillement local est faible⁵ on peut écrire $\tan(\gamma_p) = \gamma_p$, en introduisant la densité de dislocation on a :

$$\gamma_p = \frac{b}{h} = \frac{l_d}{l_d \cdot d \cdot h} b \cdot d = \frac{l_d}{V_{cristal}} b \cdot d = \rho \cdot b \cdot d \quad (4.11)$$

Lors de la propagation de la dislocation sur la distance d une variation de la densité de dislocation apparaîtra ainsi qu'une variation de l'angle de cisaillement et

5. Ce qui peut aisément être considéré pour un déplacement de l'ordre de b .

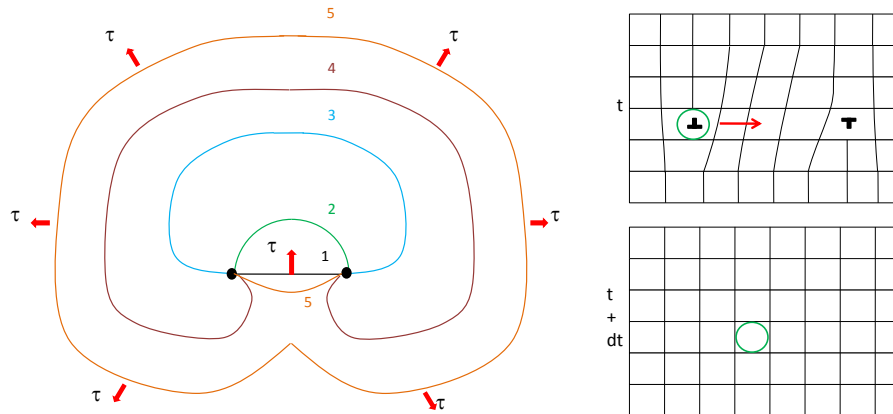


FIGURE 4.1 – Mécanismes de Frank-Read et de restauration.

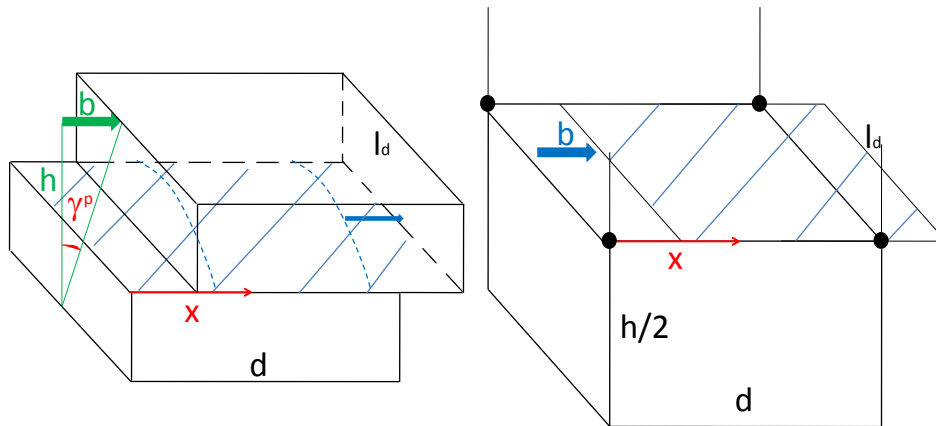


FIGURE 4.2 – Cisaillement du cristal par propagation de dislocations.

ceci pour chaque nouvelle propagation de dislocation. Si on prend l'équation (4.11) sous forme différentielle on obtient : $d\gamma_p = d\rho \cdot b \cdot d$ et donc le terme source du modèle KME :

$$\left(\frac{\partial \rho}{\partial \gamma_p}\right)^+ = \frac{1}{b \cdot d} \quad (4.12)$$

où d est le libre parcours moyen, $d\gamma_p$ la variation de l'angle de cisaillement et $d\rho$ la variation de densité de dislocations engendrée par le parcours d'une dislocation initiale à travers le cristal. Cette équation de base servira dans la suite afin d'introduire le stockage dû à divers obstacles présents dans le plan de glissement.

Le terme d'annihilation de l'équation (4.10) correspond au fait qu'une dislocation peut s'annuler avec une autre de vecteur de Burgers opposé durant la déformation. En effet, pour ces dislocations, les champs de contraintes sont opposés et mèneront à une annulation du défaut dans le cristal et à une concentration de contrainte nulle.

Ce phénomène étant binaire le taux de restauration ($\partial\rho/\partial t$) est donc quadratique en fonction de la densité de dislocations⁶. Cette remarque, couplée à l'utilisation de l'équation d'Orowan $d\gamma_p = \rho \cdot b \cdot dx = \rho \cdot b \cdot v \cdot dt$ (cf. eq. (4.11)) permet d'obtenir :

$$\left(\frac{\partial\rho}{\partial\gamma_p}\right)^- = \frac{\partial\rho}{\partial t} \frac{dt}{d\gamma_p} = k_2\rho \quad (4.13)$$

d'autres raisonnements plus géométriques permettent également de retrouver cette expression [FRI 09].

Pour un matériau où seule la présence de dislocations intervient comme obstacle à leur propre mouvement, d représente la distance entre dislocations forêts et k_2 est une constante représentative de l'efficacité du mécanisme de restauration (température dépendante). Si l'on considère que le réseau d'obstacles dans le plan de glissement est distribué uniformément la distance d est égale à l'inverse de la densité de dislocations (cf. annexe) : $d = 1/\sqrt{\rho}$. Afin de rendre cette vision moins idéalisée, une nouvelle constante d'efficacité est introduite et est noté k_1 . Cette constante peut être vue comme une certaine efficacité dans la production de dislocations mais aussi un facteur correctif à l'image idéalisée d'une distribution uniforme de dislocations, on a ainsi :

$$\frac{\partial\rho}{\partial\gamma_p} = k_1\sqrt{\rho} - k_2\rho \quad (4.14)$$

Afin d'avoir une loi d'écroissance à base physique, il est nécessaire à présent de pouvoir lier la densité de dislocations à la contrainte dans le matériau. Pour ce faire, les éléments suivants sont rappelés (cf. annexes) :

- la tension de ligne d'une dislocation mixte s'écrit $\Gamma = \beta\mu b^2$
- la contrainte de cisaillement nécessaire au « désancrage » d'une dislocation entre deux obstacles est $\tau = F/bd = 2\Gamma \cdot \sin(\theta/2)/bd$ où d est la distance inter-obstacles et $\theta/2$ l'angle critique de franchissement de l'obstacle (cf. figure 4.3).

On peut ainsi écrire la contrainte dans le plan de glissement τ nécessaire à la propagation des dislocations :

$$\tau_d = \frac{2\beta\mu b^2 \sin(\theta/2)}{b \cdot d} = \frac{\alpha\mu b}{d} \quad (4.15)$$

et si l'on considère que la distance entre obstacles d sont les dislocations forêt, on en tire :

$$\tau_d = \alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad (4.16)$$

avec α une constante $\in [0, 1]$ représentative de l'interaction entre dislocations

6. Si on considère l'évènement (en $t + dt$) « obtenir une nouvelle dislocation dans un volume V » indépendant de l'évènement précédent et que chacun de ces événements sont proportionnels à la densité de dislocation on obtient bien un terme de restauration quadratique.

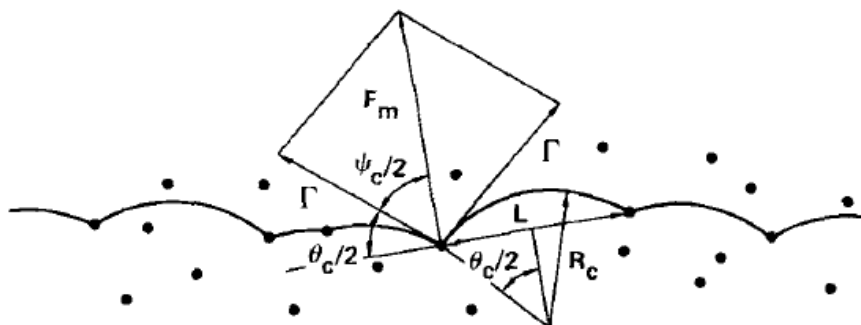


FIGURE 4.3 – Courbure de dislocation et force de franchissement [ARD 85].

mobiles et dislocations forêts⁷ prise égale à 0,27 dans les travaux de Deschamps et Bréchet [DES 99a] pour un alliage Al-Zn-Mg.

Pour un matériau polycristallin, la contrainte macroscopique est liée à la contrainte de cisson résolue par l'intermédiaire du facteur de Taylor moyen M (M^{-1} est le facteur de Schmid pour un monocristal). La valeur de M est difficilement accessible car elle dépend de la texture de l'alliage et de l'angle de traction [STA 03]. Néanmoins, des modèles comme ceux de Taylor et Sachs permettent de connaître les bornes supérieures et inférieures de M . Les travaux de Starink *et al.* [STA 03] qui portent sur plusieurs types de textures d'un alliage 7xxx montrent qu'il peut être compris entre 2 et 4 suivant les conditions et le modèle utilisé.

Dans ces travaux de thèse, le facteur de Taylor moyen M sera une variable d'ajustement considérée constante⁸ et permettra de passer des lois d'écroutissage définies dans le plan de glissement (*cf.* eqs.(4.14)-(4.16)) à des grandeurs macroscopiques telles que la déformation $\epsilon = \gamma/M$ et la contrainte uniaxiale $\sigma = M.\tau$ des essais présentés au chapitre 3. On écrira ainsi pour le durcissement « de la forêt » :

$$\sigma_d = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad (4.17)$$

Obstacles au mouvement des dislocations

Dans les paragraphes précédents, seul le durcissement du matériau par augmentation de la densité de dislocation (effet forêt) a été évoqué. Or, on trouve dans les métaux de nombreux autres obstacles qui entravent le mouvement des dislocations et nécessitent un incrément de contrainte supplémentaire pour être franchi (*cf.* par exemple la revue dans [ARG 08]).

A l'échelle la plus fine on trouve la force de friction de réseau de Peierls-Nabarro qui est nécessaire pour déplacer une dislocation dans un plan d'atomes. L'ampli-

7. Permettant notamment de moyenniser le fait que les dislocations puissent former des jonctions.

8. Ce qui n'est qu'une approximation car cela dépend du nombre de systèmes actifs.

tude de cet effort varie périodiquement [ARG 08] (tout comme le réseau cristallin dans lequel doit se propager le défaut) et son intensité est très faible [THO 1] particulièrement pour les matériaux CFC [MAR 00]. Dans l'aluminium l'ordre de grandeur est de 1 MPa [FRI 09]. A une même échelle se produit le durcissement par solution solide, qui est engendré par la force de freinage induite par les interactions entre dislocations et les atomes étrangers en solution. L'importance de cet effort dépend de l'effet de taille de l'atome étranger considéré selon la théorie de Mott et Nabarro [FRI 64]. Chaque atome étranger du réseau va provoquer une légère distorsion du réseau et ainsi freiner le mouvement des dislocations. L'effet sera d'autant plus important que la concentration en solutés C est élevée [FRI 64, ARG 08]. Pour une dislocation rectiligne de longueur l_d , la contribution à la contrainte de cisaillement engendrée par un facteur de taille η est donnée en moyenne par⁹ :

$$\tau_{ss} = \frac{\mu\eta b}{2l_d} C^{2/3} \quad (4.18)$$

A une échelle supérieure, les joints de grains constituent également des barrières à la déformation plastique. On constate expérimentalement que la valeur de la limite d'élasticité macroscopique augmente de façon systématique lorsque la taille de grain D diminue, du moins si la taille de grain est supérieure à une vingtaine de nanomètres [THO 1]. Cette contribution peut avantageusement être décrite à l'aide de la relation phénoménologique de Hall-Petch qui explique pourquoi les polycristaux à grains fins ont une limite d'élasticité plus élevée que ceux à gros grains¹⁰ :

$$\tau_G = K_G/\sqrt{D} \quad (4.19)$$

après ajustement de la constante K_G (qui dépend du matériau et de la température). Dans ce rapport, les macles qui sont d'autres obstacles bidimensionnels, ne seront pas considérés au vu de la forte énergie de fautes d'empilement de l'aluminium [MAG 84] qui rend cette contribution négligeable.

Enfin, le dernier type de contribution au durcissement classiquement rencontré, et qui fera l'objet d'une étude plus détaillée dans la prochaine section, est la précipitation¹¹. Les principaux mécanismes physiques intervenant dans le durcissement structural se classent classiquement en fonction du mode d'interaction entre les précipités et les dislocations : effets à grande/courte distance, cisaillement direct ou contournement des précipités par les dislocations. Ces modes d'interactions sont souvent simultanés et dépendent des caractéristiques physico-chimiques de la matrice et des précipités à la température de l'essai. Les mécanismes d'interactions sont nombreux, on peut notamment citer les durcissements par [ARG 08] :

9. Dans le cas d'interstitiels, ces atomes peuvent migrer vers le coeur de la dislocation (s'ils sont suffisamment mobiles) et former un nuage de Cottrell cause de l'effet PLC.

10. Mais bien souvent au prix d'une plus forte sensibilité au fluage.

11. Les précipités sont des défauts tridimensionnels du réseau cristallin.

- différence de module de cisaillement,
- contrainte de cohérence,
- incrément de surface,
- différence d'énergie de fautes d'empilement,
- par effet d'ordre,
- contournement de type glissement primaire ou dévié.

Il paraît difficile de représenter à l'échelle macroscopique tous les effets de ces phénomènes microscopiques, les modèles classiquement employés sont donc basés sur deux principaux mécanismes : le contournement des précipités et leur cisaillement [SHE 90, DES 99a, MYH 01] (*cf.* fig. 4.4).

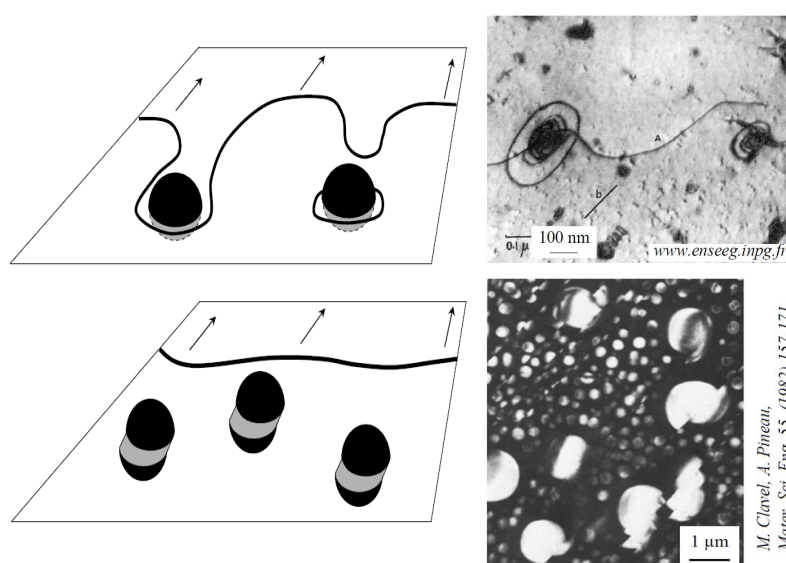


FIGURE 4.4 – Représentations du cisaillement et du contournement de précipités (image tirée de [mms]).

Ces modèles prennent en compte le mécanisme de contournement des précipités le plus simple : le contournement d'Orowan qui est représenté sur la figure 4.4 : la ligne de dislocation évite par contournement le précipité tout en restant dans son propre plan de glissement. Les deux brins de la ligne de dislocation, incurvés de part et d'autre de l'obstacle, se combinent, permettant l'échappement de la dislocation et laissant autour du précipité une boucle de dislocation. Ce mécanisme de contournement concerne les précipités non cisillables parce qu'ils sont incohérents ou parce que le champ de distorsion élastique environnant s'oppose à l'approche de la dislocation, ou enfin parce que le bilan énergétique est favorable au contournement même si les précipités sont cristallographiquement cisillables (car cohérents ou semi cohérents comme dans l'étude ici présente) [DUB 2].

Une hypothèse qui est effectuée classiquement lors de la modélisation des interactions dislocations-précipités, est de considérer la fraction volumique de précipités f_v et le rayon moyen \bar{R} . De nombreuses études ont été menées, et les résultats

expérimentaux qui en découlent, permettent d'accepter que la contribution à la limite d'élasticité du phénomène de cisaillement est de la forme [SHE 90] :

$$\tau_{sh} = C_{sh} f_v^m \bar{R}^n \quad (4.20)$$

D'une manière moins phénoménologique, [SHE 90] donnent dans le cas de précipités contournés la relation :

$$\tau_{bp} = C_{bp} \sqrt{f_v} / \bar{R} \quad (4.21)$$

où C_{sh} , C_{bp} , m et n sont des données à identifier. Les travaux de Deschamps *et al.* [DES 99a] utilisent une approche plus physique afin de contourner l'identification de nombreuses constantes phénoménologiques. Dans ces travaux, il est montré que pour des précipités sphériques équi-répartis (réseau carré) la contribution du contournement ($\theta/2 = \pi/2$) d'une distribution gaussienne (écart type supposé égal à $\bar{R}/4$) de précipités impénétrables s'écrit :

$$\tau_{bp} = 0,6\mu b \sqrt{f_v} / \bar{R} \quad (4.22)$$

De plus, ces mêmes travaux utilisent l'approximation de V. Gerold [GER 79] selon laquelle l'effort de cisaillement $2\Gamma \cdot \sin(\theta/2)$ est proportionnel au rayon des précipités et déduisent que pour des précipités cisailables on a :

$$\tau_{sh} = 0,7k^{2/3} \mu \sqrt{f_v \bar{R} / b} \quad (4.23)$$

où la constante k s'obtient grâce à la connaissance du rayon de transition contournement/cisaillement R_c et par simple égalité des forces de cisaillement et contournement :

$$\begin{cases} F_{sh} = k\mu b \bar{R} \\ F_{bp} = 2\Gamma = 2\beta\mu b^2 \end{cases} \quad (4.24)$$

et donc :

$$k = \frac{2\beta b}{R_c} \quad (4.25)$$

Le seul paramètre ajustable pour la contribution au durcissement devient ainsi le rayon de transition R_c entre cisaillement et contournement¹². Afin d'avoir une estimation de ce rayon de transition, Wang *et al.* [WAN 03] proposent une estimation théorique basée sur la différence de module entre précipités et matrice. Or ici, ce rayon R_c est pris proche du rayon moyen \bar{R} au pic de durcissement (état T6) comme dans les travaux de Simar *et al.* [SIM 07], ce qui se justifie clairement au vu des équations (4.22) et (4.23). En effet, lors du vieillissement d'un état T6 une coalescence se produit (*cf.* fig. 2.18) et la limite d'élasticité diminue, or pour une fraction volumique constante (caractéristique de la coalescence) la seule possibilité pour avoir une chute de la limite d'élasticité est de poser (*cf.* fig. 4.5) :

$$R_c = \bar{R}_{T6} \quad (4.26)$$

12. Ici, les précipités sont potentiellement cisailables car semi-cohérents.

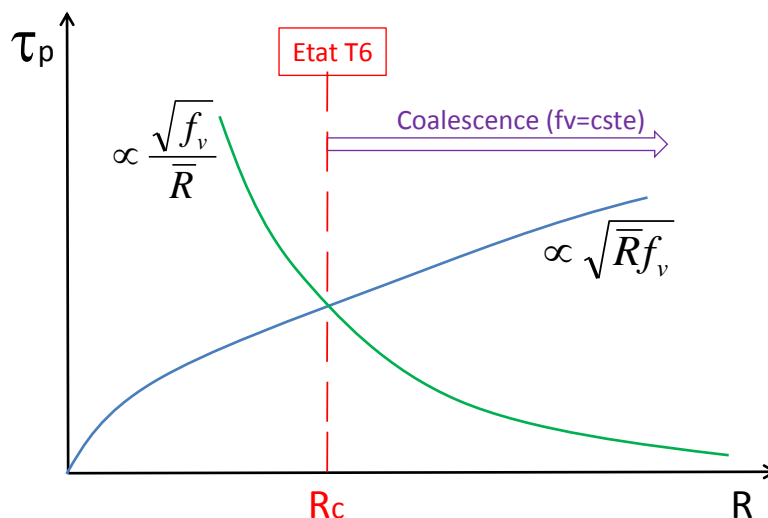


FIGURE 4.5 – Schématisation de la contrainte d'écoulement en fonction du mécanisme d'interaction dislocations/précipités pour une fraction volumique f_v constante. En vert est représenté le contournement et en bleu le cisaillement.

4.2 Approche élasto-plastique semi-phénoménologique

Dans cette section, une modélisation va être proposée afin de reproduire les évolutions de limite d'élasticité observées dans la thèse de D. Maisonnète [MAI 10] mais aussi la cartographie de dureté effectuée au premier chapitre sur le joint soudé. Les données à disposition sont des essais de traction effectués sur l'alliage présenté en table 1.3 (que nous noterons « D.M. »).

Enfin, dans la dernière partie de cette section, le modèle de limite d'élasticité proposé sera couplé à un modèle phénoménologique d'écroutissage ajusté sur des essais de traction issus de [MAI 10]. Le modèle semi-phénoménologique proposé est enfin utilisé pour une confrontation numérique/expérimentale (corrélation d'image) de traction sur joint soudé.

4.2.1 Modélisation de la limite d'élasticité

Introduction

Pour la modélisation d'évolution de limite d'élasticité dans les alliages d'aluminium on distingue deux types d'approches : les approches purement phénoménologiques qui consistent à choisir une fonction mathématique qui ajuste au mieux les évolutions de limite d'élasticité [ZAI 10b] et les approches à base physique qui permettent d'obtenir de bonnes estimations du comportement [DES 99a] tout en apportant une compréhension fine des mécanismes mis en jeu.

L'approche choisie pour prédire la limite d'élasticité (*cf.* courbes 3.18 et 3.24) est la modélisation à base physique. Pour cela, les distributions de précipités simulées présentées en figure 2.19 serviront de paramètres d'entrée à la modélisation mécanique.

Contributions au durcissement et lois d'homogénéisation

Comme évoqué dans les sections précédentes, divers mécanismes tels que les dislocations forêts, joints de grain, précipités, atomes de solutés influent sur le mouvement des dislocations. Le franchissement de chaque obstacle nécessite l'application d'une certaine contrainte τ dans le plan de glissement et doit être pris en compte pour l'évaluation de la limite d'élasticité (la précipitation sera discutée dans la prochaine sous-section).

La modélisation de la limite d'élasticité σ_y passe par l'homogénéisation des diverses contributions $\Delta\tau$ qu'apportent ces obstacles au durcissement en augmentant la limite d'écoulement des dislocations. La façon dont ces diverses contributions peuvent se combiner dépend de leur échelle et de leur amplitude, la forme générique de ces lois d'homogénéisation s'écrit [QUE 10] :

$$\tau_{tot}^k = \tau_1^k + \tau_2^k \quad (4.27)$$

Les lois de composition les plus utilisées ont été proposées par des auteurs comme [QUE 10] :

- Brown et Ham qui ont proposé une addition linéaire ($k = 1$) qui ne fournit une bonne prédiction que dans le cas de quelques obstacles forts parmi une majorité de faibles, et est donc utilisée pour additionner des effets à des échelles très différentes tels que les joints de grains $\Delta\tau_G$ et la contribution de la solution solide $\Delta\tau_{SS}$ [DES 99a].
- Koppenaal et Kuhlmann-Wilsdorf qui ont proposé une additivité quadratique ($k = 2$) pour la prise en compte d'une homogénéisation d'efforts de même ordre de grandeur mais de densités d'obstacles différentes, cette loi typiquement utilisée pour homogénéiser les effets de la précipitation et du durcissement forêt [DES 99a]. Les travaux de Queyreau *et al.* [QUE 10] ont confirmé cette utilisation¹³ en validant l'extrême précision de ces lois lors de l'écoulement plastique par dynamique des dislocations (DDD). Cependant, dans les premiers stades de la déformation, les prédictions sont moindres et cette loi est ainsi qualifiée de bonne prédiction (et fiable) par les mêmes auteurs.
- Labusch qui proposa un facteur égal à $k = 3/2$ pour des obstacles de densités similaires et forces disparates. Cependant, les mêmes travaux en DDD [QUE 10] ont montré que cette loi fournit des résultats comparables à la loi quadratique avec un très faible écart de comportement sur une gamme de 0-1000 MPa pour un acier de cuve 16MND5.

13. Dans l'article en question seul le mécanisme d'Orowan est utilisé.

Ici, tout comme dans [QUE 10], la loi quadratique sera privilégiée pour ses bonnes prédictions dans une très large gamme de configurations dislocations/précipités mais aussi pour sa robustesse dans le cadre d'éventuelles interactions multiples entre dislocations.

Dans la suite de ce travail et en accord avec les lois d'homogénéisation discutées précédemment, la limite d'élasticité sera modélisée, tout comme notamment [DES 99a, FRI 11], par :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \Delta\sigma_{SS} + \sqrt{\Delta\sigma_p^2 + \Delta\sigma_d^2} \quad (4.28)$$

Dans cette expression, σ_0 est la limite d'élasticité d'un aluminium pur ≈ 10 MPa [MYH 01, SIM 07], qui prend en compte les efforts de Peierls-Nabarro [DES 99a] mais aussi une contribution moyenne de la taille de grains par rapport à un monocristal d'aluminium pur. Dans les deux cas, cette contribution s'additionne linéairement à la solution solide car cette dernière rentre dans le cadre d'obstacles forts au milieu de nombreux faibles (liaisons du réseau contre insertion substitutionnelle) pour les forces de Peierls-Nabarro et de même pour la taille de grain par rapport à la solution solide.

La contribution de la solution solide $\Delta\sigma_{SS}$ est classiquement utilisée dans la littérature [MYH 01, MYH 04, SIM 07, GAL 08, SIM 12] sous la forme :

$$\sigma_{SS} = \sum_j k_j X_j^{2/3} \quad (4.29)$$

avec X_j la fraction massique ou atomique de l'élément j et k_j une constante de durcissement liée à cet élément. Une forme avec une seule contribution globale est également utilisée dans les travaux de Hutchinson et Fribourg [HUT 05, FRI 11] et semble plus appropriée car elle considère implicitement une sommation des concentrations plutôt qu'une sommation des contraintes de durcissement σ_{SS}^j . Les travaux de Myhr et Grong [MYH 01] sont très souvent repris dans la littérature [MYH 04, GAL 08, SIM 07, SIM 12] avec l'utilisation des constantes de durcissement suivantes : $k_{Mg} = 29$, $k_{Si} = 66,3$, $k_{Cu} = 46,4$ MPa.wt%^{-2/3}. Dans ce travail, par souci de simplicité mais aussi grâce à la qualité des résultats obtenus lorsque tous les précipités sont dissous, la contribution des éléments Mg et Si sera prise en compte selon les constantes de durcissement identifiées par Myhr et Grong [MYH 01]. Néanmoins, il convient de garder un oeil critique sur cette utilisation car dans le modèle original de Mott et Nabarro [FRI 64] ce durcissement n'est pas exprimé en fonction de la fraction atomique d'éléments en solution et encore moins¹⁴ en fonction de la fraction massique mais à l'aide de la concentration. De plus, les constantes de durcissement k_j englobent dans l'utilisation de Myhr

14. Le poids des atomes n'a pas de raison d'intervenir dans le durcissement.

et Grong [MYH 01] le facteur de Taylor moyen de leur étude (qui n'est pas nécessairement le même ici) mais aussi : la longueur moyenne des dislocations dans le matériau et le module de cisaillement (comme le montre l'équation (4.18)). La fraction de précipités grossiers Mg_2Si et les dispersoïdes/intermétalliques qui peuvent subsister, captent des éléments Mg et Si (*cf.* chap.1) et devrait être pris en compte pour $\Delta\sigma_{SS}$, ce qui n'est pas le cas dans la littérature et difficilement quantifiable. Pour toutes ces raisons, on parlera donc ici d'un ajustement du durcissement de la solution solide et non d'une prédiction réelle comme souvent suggéré dans la littérature.

On note également dans l'expression (4.28) que l'effet Hall-Petch (raffinement de la taille de grain par rapport à la valeur moyenne σ_0) n'est pas représenté tout comme dans [MYH 01, SIM 12, DES 99a, GAL 08] car considéré négligeable par rapport à la précipitation : il est évalué dans la majorité des cas à moins de 10 MPa [STA 08]. Tout comme dans la littérature, la contribution des dislocations forêts $\Delta\sigma_d$ ne sera également pas prise en compte dans l'estimation de la limite d'élasticité car des calculs préliminaires ont montré que cette contribution est négligeable par rapport à la précipitation dans des états peu écrouis comme c'est le cas avant plastification.

Effet de la précipitation

La modélisation de la précipitation par une approche de type KWN (*cf.* chap. 2) permet l'estimation de la contribution $\Delta\sigma_p$ (eq. (4.28)) à partir de la distribution de précipités simulés (*cf.* fig. 2.17). Contrairement aux approches de type rayon moyen/fraction volumique (on peut notamment citer [SHE 90, ESM 03b]) la prise en compte de la distribution de précipités simulée permet d'éviter de nombreuses approximations comme par exemple les effets de distributions de précipités potentiellement bimodales où l'écart à la densité moyenne de précipités pour des distributions larges $3f_v/4\pi\bar{R}^3 \neq \sum_i N_i$ (exprimé ici pour des sphères). Il s'agit de l'approche proposée par Deschamps et Bréchet [DES 99a]¹⁵, et reprise à présent dans de nombreux travaux pour les alliages de la série 6000 [MYH 01, MYH 04, SIM 12, GAL 08], qui permet de prendre en compte explicitement la distribution simulée. Dans ce travail, $\Delta\sigma_p$ sera calculé en prenant en compte la distribution complète de précipités tout comme dans [MYH 01, MYH 04, GAL 08, SIM 12] mais en l'adaptant aux bâtonnets simulés (*cf.* fig. 2.15) en s'inspirant de l'approche à rayon moyen proposée dans [ESM 03b].

Si l'on considère qu'une dislocation doit traverser dans le plan de glissement tous les précipités rencontrés pour causer la contrainte macroscopique, alors $\Delta\sigma_p$ s'écrit [DES 99a] (*cf.* eq. (4.133)) :

$$\Delta\sigma = \frac{MF^p}{b\bar{L}} = \frac{M}{b\bar{L}} \int_0^\infty f(R)F(R)dR \quad (4.30)$$

15. Bien qu'il ne s'agit pas d'une modélisation KWN dans leurs travaux.

où $f(R)$ est la densité de distribution de précipités $D(R)$ normalisée par la densité de précipités N_v (i.e. $D(R)/N_v$). En prenant en compte les efforts $F(R)$ dus au cisaillement $[0, R_c]$ et au contournement $[R_c, R_{max}]$ et après discrétisation ($dR \rightarrow \Delta R$, $\int \rightarrow \sum$ et $f_i(R) \rightarrow D(R_i)/N_v = N_i/(\Delta R \cdot N_v)$) on peut montrer que l'on a :

$$\Delta\sigma_p = \frac{MF_p}{b\bar{L}} = \frac{M \sum_i N_i F_i}{b\bar{L} N_v} \quad (4.31)$$

avec N_i et F_i la densité de précipités de la classe « i » et l'effort associé (eq. (4.24)).

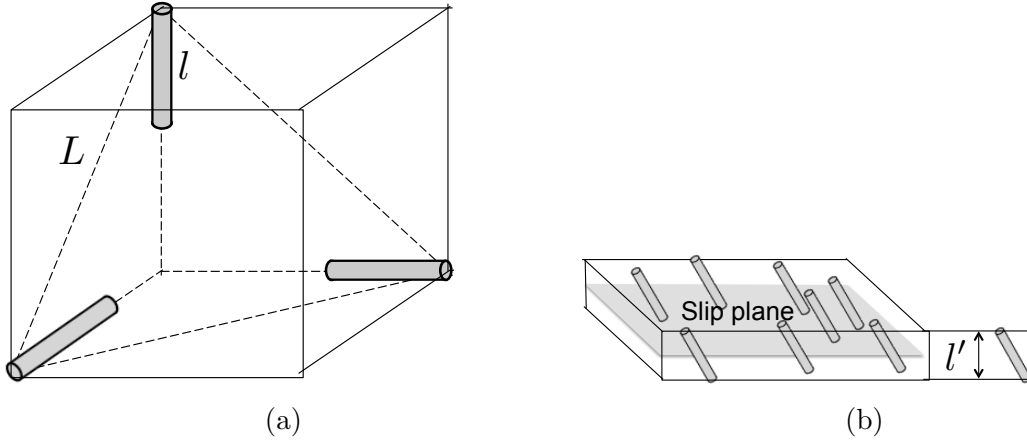


FIGURE 4.6 – Représentation de l'orientation des précipités durcissants (a) et du plan de glissement macroscopiquement (b).

Dans le cas présent, la précipitation durcissante $\beta'' - \beta'$ est composée de bâtonnets de longueur l_i et rayon r_i alignés dans la direction $\langle 100 \rangle$ pour un plan de glissement $\{111\}$ (cf. fig. 4.6). La projection de l_i dans la direction perpendiculaire à $\{111\}$ donne :

$$l'_i = l_i \cos([\{111\}], [100]) = \frac{l_i}{\sqrt{3}} \quad (4.32)$$

L'aire du triangle entre les trois bâtonnets dans le plan de glissement est $A = \bar{L}^2 \sqrt{3}/4$ et le nombre de précipités dans ce plan $n_a = 3 \times 1/6$. On a donc un nombre de précipités par unité de surface égal à $N_a = n_a/A$, soit la distance moyenne entre précipités :

$$\bar{L} = \sqrt{\frac{2}{N_a \sqrt{3}}} \quad (4.33)$$

Le nombre de précipités n par unité de surface $N_a = n/S$ est lié à la densité de précipités par mètre carré N_v par l'expression $N_a = P \cdot N_v$ où P est la probabilité d'intersection des précipités avec la section considérée. Si l'on choisit un parallélépipède dont la section à mi-épaisseur S coïncide avec le plan de glissement et dont l'épaisseur est la longueur moyenne des précipités \bar{l}' (cf. fig. 4.6), alors chaque

bâtonnet \bar{l}' dont le centre appartient à ce volume va intercepter S tel que :

$$N_a = \frac{n}{S} = \frac{N_v \bar{l}' S}{S} = \frac{N_v \bar{l}}{\sqrt{3}} \quad (4.34)$$

Avec $N_v = \sum_i N_i$ et $\bar{l} = \sum_i N_i l_i / \sum_i N_i$ on obtient :

$$\bar{L} = \sqrt{\frac{2}{\sum_i l_i N_i}} \quad (4.35)$$

Lorsque les obstacles dans le plan de glissement sont faibles, comme dans le cas de précipités cisailés, la distance entre obstacles L_{sh} dépend du rayon de courbure de la dislocation qui elle-même dépend de la contrainte (*cf.* annexes). Pour un cisaillement τ très faible, la dislocation est quasiment une ligne droite et n'interagit donc pas avec des obstacles ($L_{sh} \rightarrow \infty$). Puis, lorsque la contrainte augmente, la dislocation va se courber jusqu'à être en contact avec les précipités. Pour estimer la variation de L_{sh} , Friedel [FRI 64] considère un écoulement stationnaire durant lequel, en moyenne, l'aire \mathcal{A} balayée par la dislocation après avoir franchi un précédent obstacle contient un nouvel obstacle. En d'autres mots, le produit de la surface balayée \mathcal{A} par la densité surfacique de précipités N_a est exactement un : $\mathcal{A} N_a = 1$ (*cf.* annexes). Cette aire \mathcal{A} peut également être estimée par des considérations géométriques (*cf.* annexes) de telle façon que l'on obtient la distance entre précipités de force faible :

$$L_{sh} = \sqrt{\frac{2\Gamma}{F N_a}} = \sqrt{\frac{\sqrt{3}\Gamma}{F} \bar{L}} \quad (4.36)$$

Dans la littérature [MYH 01, MYH 04, GAL 08, SIM 12] seule l'équation (4.30) est utilisée en remplaçant \bar{L} par L_{sh} pour des précipités équi-répartis. Ce choix est effectué car, pour un réseau d'obstacles uniforme, L_{sh} converge vers \bar{L} lorsque $F = 2\Gamma$. Or l'équation (4.36) a permis de montrer que pour un réseau d'obstacles triangulaires, comme présenté en figure 4.6, la distance L_{sh} entre précipités de forces faibles n'est pas égale à \bar{L} même lorsque $F = 2\Gamma$. Ces considérations mènent donc à proposer l'utilisation de deux contributions au durcissement par précipitation (avec $\bar{L} = L_{bp}$) :

$$\begin{cases} \Delta\sigma_{sh} = \frac{M F_{sh}^{\bar{}}}{b L_{sh}} = M(k\mu)^{3/2} \sqrt{\frac{b \sum_{i < i_c} l_i N_i}{2\sqrt{3}\Gamma}} \left[\frac{\sum_{i < i_c} N_i R_i}{\sum_{i < i_c} N_i} \right]^{3/2} \\ \Delta\sigma_{bp} = \frac{M 2\beta\mu b^2}{b L_{bp}} = \sqrt{2} M \beta \mu b \sqrt{\sum_{i > i_c} l_i N_i} \end{cases} \quad (4.37)$$

comme discuté lors de la présentation de l'équation (4.27), l'homogénéisation de ces équations pour obtenir $\Delta\sigma_p$ sera effectuée à l'aide d'une loi d'additivité quadratique à la lumière des travaux de [QUE 10]. Dans ces équations, sh et bp représentent les quantités liées au cisaillement (shearing) et au contournement (by-passing).

Au final, on a :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \Delta\sigma_{SS} + \sqrt{\Delta\sigma_{sh}^2 + \Delta\sigma_{bp}^2 + \Delta\sigma_d^2} \quad (4.38)$$

TABLE 4.1 – Paramètres utilisés pour la modélisation de la limite d'élasticité.

Paramètres	Valeur	Sources
b [m]	$2,86 \times 10^{-10}$	depuis paramètre maille [RAV 04]
M	2	[SIM 07, SIM 12, GAL 08, DES 99a]
β	0,28	[SIM 12, GAL 08]
σ_0 [MPa]	≈ 10	[DES 99a]
E [GPa]	71,5	[MAI 11]
ν	$\approx 0,33$	[SHA 00]
r^c [nm]	1,8	depuis état T6
k_{Mg} [MPa/wt% ^{2/3}]	29	[MYH 01]
k_{Si} [MPa/wt% ^{2/3}]	66,3	[MYH 01]

4.2.2 Résultats et application à la dureté du joint soudé

La modélisation de limite d'élasticité présentée dans les précédents paragraphes est utilisée dans cette section afin de prédire la dureté dans le joint soudé. L'alliage utilisé ici est l'alliage D.M. (Daniel Maissonette) car les modélisations du chapitre 2 ont été effectuées sur cette composition.

Recalage et résultats

Dans la modélisation présentée précédemment, plusieurs paramètres doivent être identifiés (un bilan de toutes les variables est en table 4.1) :

- le rayon de transition R_c entre cisaillement et contournement, il est choisi égal au rayon moyen de l'état T6 (*cf.* discussion associée à l'équation (4.26)) soit $R_c = 1,8$ nm. Cette valeur permet de représenter de façon tout à fait appropriée l'allure de l'évolution de la limite d'élasticité (*cf.* fig. 4.8) puis le pic de durcissement de l'état T6 (*cf.* fig. 4.7).
- La constante de tension de ligne β dépend de la force et nature des précipités (*cf.* discussion en annexes). La valeur classiquement retenue est 0,5 [DES 99a] mais des auteurs comme [BRO 71] suggèrent que 0,25 est une meilleure estimation. Ici, la valeur ajustée (en même temps que M) sur la limite d'élasticité de l'état T6 donne $\beta = 0,28$ tout comme dans les travaux de Gallais *et al.* [GAL 08] ainsi que Simar *et al.* [SIM 12].
- Le facteur de Taylor moyen M dont la valeur dépend de la texture, du nombre de systèmes actifs ainsi que de l'orientation de l'essai de traction, a été identifiée avec β sur l'état T6 et la valeur obtenue est $M = 2$. Cette valeur peut paraître assez éloignée de ce qui est donné classiquement par le modèle de Taylor (3,06) mais ce dernier suppose une déformation uniforme dans chaque grain ce qui est une vision idéalisée, d'autant plus lorsque l'on a des précipités intragranulaires.

La limite d'élasticité est finalement calculée en utilisant la distribution complète de précipités obtenue avec le logiciel de précipitation PreciSo développé au chapitre 2. La comparaison avec les valeurs expérimentales de limite d'élasticité des travaux de D. Maissonette [MAI 11] est présentée en figure 4.8. On remarque qu'avec assez peu de données d'ajustements (seuls β et M sont réellement ajustés) les résultats obtenus représentent très bien les données expérimentales excepté la présence d'une légère surestimation des propriétés pour des vitesses de chauffages élevées (lors d'une température atteinte proche de 400°C) et lorsque tous les précipités ont été dissous (la valeur simulée est de 85 MPa pour des valeurs expérimentales plus proches de 70-80 MPa). Cependant, il convient de noter (comme discuté précédemment) que les constantes de durcissement par solution solide (SS) qui agissent ne sont pas réellement une prédiction car tous les éléments en SS n'ont pas été représentés tout comme l'influence de la précipitation grossière. Les différentes valeurs utilisées (*cf.* table 4.1) sont très proches de leurs valeurs théoriques excepté pour le facteur de Taylor moyen M qui correspond à une borne inférieure des solutions proposées dans les travaux de Starink *et al.* [STA 03]. La constante de tension de ligne β a été choisie par souci de simplicité comme constante et la valeur identifiée et très proche de la valeur de 0,25 suggérée par Brown est Stobbs [BRO 71]. Notons cependant que cette approche à champ moyen néglige des aspects tels que les interactions dipolaires entre dislocations, or des études en dynamique des dislocations (DDD) ont montré que ces aspects peuvent être non négligeables [QUE 08] ce qui induit un biais dans l'identification des paramètres du modèle.

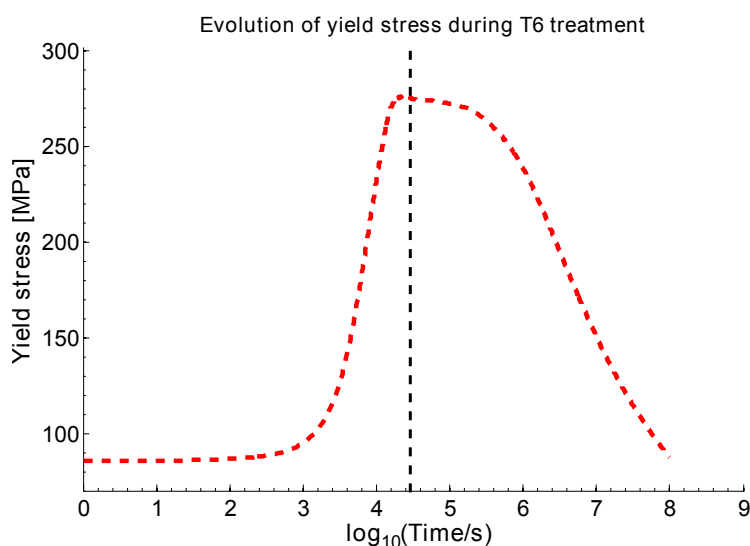


FIGURE 4.7 – Evolution de la limite d'élasticité en fonction du temps pour un traitement T6 suivi d'une phase de coalescence (*cf.* évolutions microstructurales en fig. 2.18).

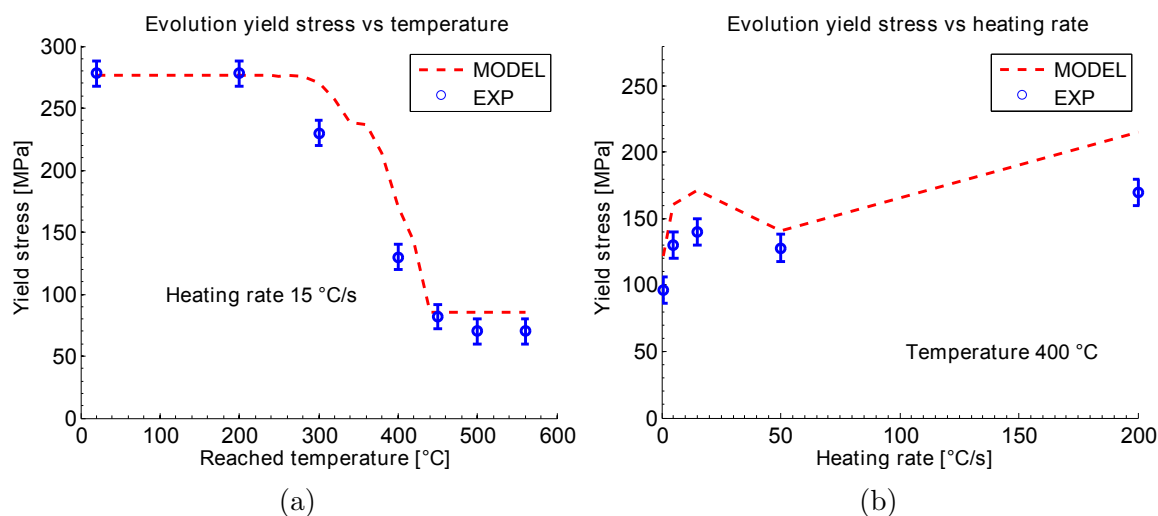


FIGURE 4.8 – Représentation de l'évolution de la limite d'élasticité mesurée sur l'alliage D.M. et des résultats de modélisation obtenus. Représentation en fonction de la température atteinte (a) et de la vitesse de chauffage utilisée (b).

Dureté

La modélisation de l'évolution de la précipitation durcissante $\beta'' - \beta'$, couplée au modèle de limite d'élasticité, a permis d'obtenir des résultats très satisfaisants dans une large gamme de traitements anisothermes représentatifs (*cf.* fig. 1.13). Cette modélisation peut à présent être utilisée pour prédire des cartographies de limites d'élasticité dans une soudure à l'aide d'une classe « mécanique » ajoutée dans PreciSo. Cette application a été effectuée sur la même section soudée (*cf.* fig. 2.21) que celle présentée en chapitre 2, les résultats donnés en figure 4.9 représente un zoom sur la section soudée puis le profil de contrainte le long de la ligne centrale.

En l'absence d'équivalence en données expérimentales, les cartographies de limites d'élasticité ont été converties en dureté Vickers (HV) afin de les comparer aux mesures effectuées au premier chapitre (*cf.* fig. 1.20). En effet, en première approche on peut considérer qu'il existe une relation linéaire entre la dureté et la limite d'élasticité [KAM 07, MYH 01, GAL 08, SIM 12] :

$$HV = A_{HV} \cdot \sigma_y + B_{HV} = 0,24 \cdot \sigma_y + 48,5 \quad (4.39)$$

avec ici A_{HV} et B_{HV} identifiées par comparaison entre les essais de traction de l'état T6 et l'éprouvette où les précipités durcissant ont été dissous (TA= 560°C) puis les mesures de dureté correspondantes (métal de base et ZF)¹⁶. La confrontation expérimentale/numérique est présentée en figure 4.10 où l'on remarque une bonne corrélation sur les trois profils mesurés dans l'épaisseur. Pour cette application, le modèle de précipitation ne prédit pas de re-précipitation durant le refroidissement

16. On rappelle qu'un effort particulier a été apporté afin de ne pas avoir de contribution de la maturation à l'ambiante pour tous les échantillons analysés.

4. Loi de comportement dépendante de la microstructure

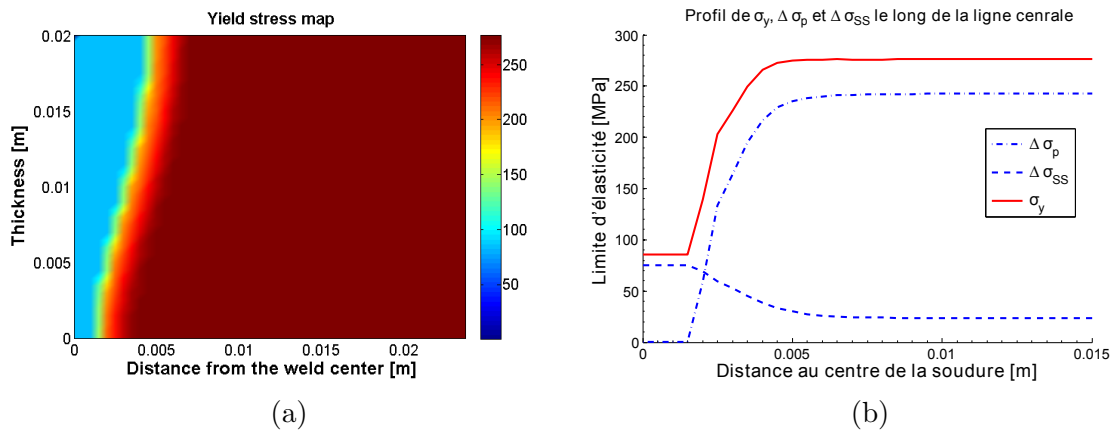


FIGURE 4.9 – (a) Cartographie de la limite d'élasticité du joint soudé obtenue après simulation microstructurale/mécanique. (b) Profil de limite d'élasticité (et des contributions associées) pour la ligne centrale de cette section.

et tout le durcissement s'effectue donc par solution solide. Ici, la zone fondue est traitée de la même manière que la ZAT : seule la précipitation est considérée.

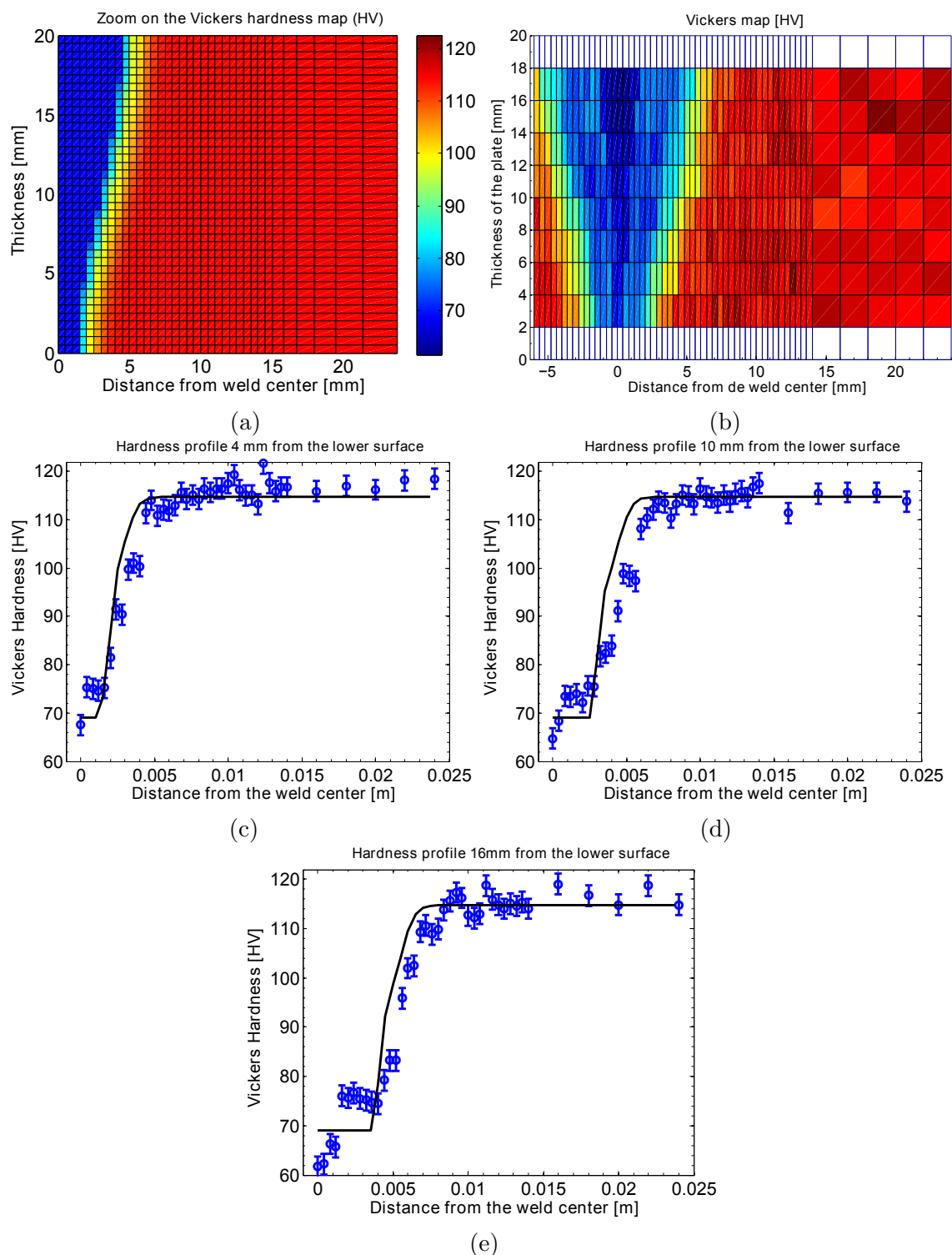


FIGURE 4.10 – (a) Cartographie numérique de la dureté pour la section centrale soudée et (b) équivalent expérimental ;(c,d,e) confrontation sur trois profils travers joint à 4, 10 et 16 mm de la surface inférieure.

4.2.3 Traction sur joint soudé : corrélation d'image et simulation

En complément des mesures de duretés effectuées sur joint soudé, un essai de traction "travers joint", inspiré de [GAR 11a], a été effectué. Ce type d'essai présente l'avantage de solliciter l'ensemble d'une structure hétérogène (ici le joint soudé) et d'étudier le champ de déformation induit. Ce type d'approche est ainsi un bon test de validation de loi de comportement.

Corrélation d'image

La section centrale d'une plaque soudée à 0,45 m/min (voir fig. 1.14) a été extraite par la société EDM Precision à l'aide d'une découpe au fil (électro-érosion). Ensuite, des peintures noires et blanches ont été pulvérisées sur l'éprouvette plane obtenue (de dimensions 20×200 mm et d'épaisseur 4 mm) afin de générer un fin motif aléatoire unique pour la future corrélation. Les tests sont effectués sur une machine électrique Zwick (traction/compression) de capacité maximale 100 kN. L'essai de traction est piloté grâce au logiciel testXpertII en imposant à la traverse supérieure une vitesse de déplacement de 0,2 mm/min. Bien que l'effort soit également mesuré, les contraintes déduites ne seront pas étudiées vu la non-homogénéité de l'essai. Durant l'essai, des captures d'images sont automatiquement obtenues toutes les deux secondes à l'aide du logiciel VicSnap. Afin d'avoir une très bonne précision de mesure, une caméra Allied CCD de 16 millions de pixel (4872 × 3248) est utilisée¹⁷ et associée à un objectif AF Micro-Nikkor de distance focale 200 mm. Le dispositif complet est présenté en figure 4.11.

La fissuration de l'éprouvette s'initie après 664 s, au pied de la soudure, au niveau des légères porosités induites par le procédé de soudage sur la face inférieure¹⁸ alors que la contrainte équivalente de von Mises maximale se trouve à l'interface ZF/ZAT. L'effort mesuré à cet instant est de 16,1 kN et le déplacement de la traverse est de 2,21 mm. La corrélation d'image a été effectuée avec le logiciel Icasoft de l'INSA Lyon [MGU 97a, MGU 97b] depuis l'image de référence jusqu'à l'image précédent l'initiation de la fissure. Les champs de déplacements et déformations obtenus sont présentés sur la figure 4.12 (taille de motif 20 pixels).

On remarque sur ces images, comme on pouvait s'y attendre¹⁹, une localisation des déformations (de Green-Lagrange) dans la zone fondue. Sur ces images, les champs de déplacements sont clairement asymétriques tandis que les champs de déformations E11 et E22 le sont par rapport à la ligne centrale de la soudure.

17. Un très fin mouchetis a donc été utilisé.

18. Ces porosités apparaissent par gravité lors d'un soudage où la plaque est positionnée horizontalement.

19. Du fait que les effets de maturation ont été limités au maximum.

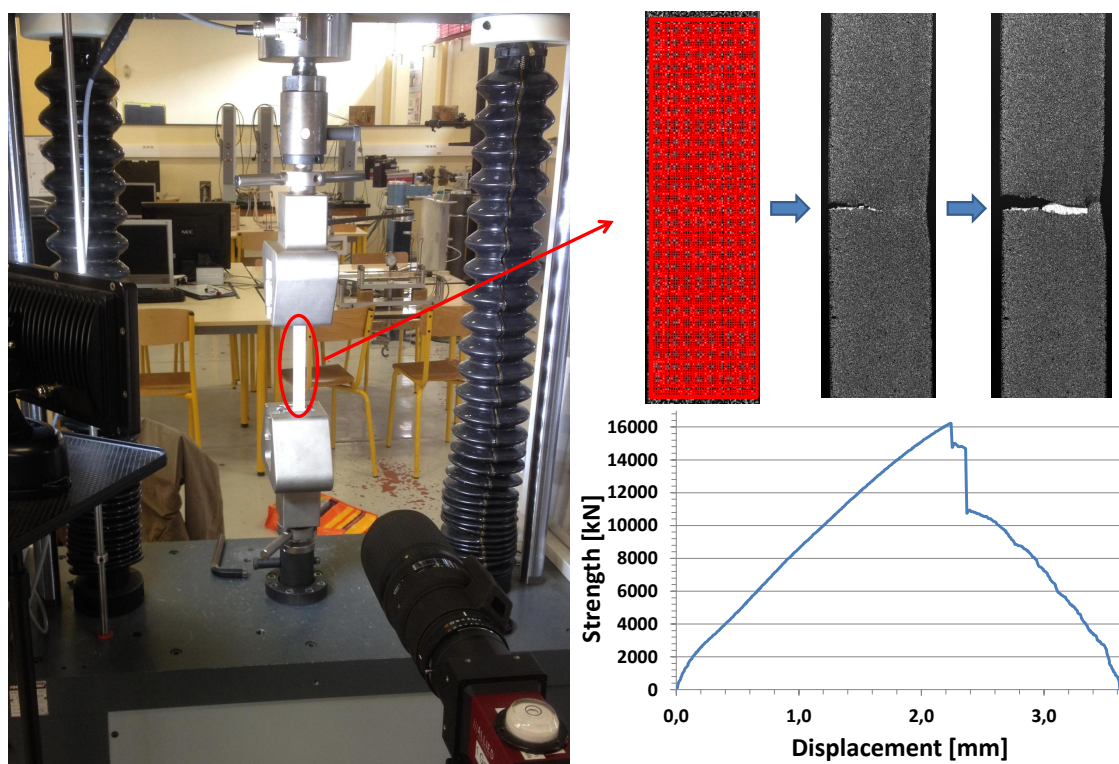


FIGURE 4.11 – Dispositif de mesure pour l’essai de traction ”travers joint”, représentation de la courbe force-déplacement ainsi que trois images représentatives de l’essai effectué. La première image est représentée avec le maillage de corrélation utilisé.

Modélisation et couplage avec Sysweld

Afin de modéliser la déformation du joint soudé, le modèle de limite d’élasticité est nécessaire mais pas suffisant. La limite d’élasticité du matériau (ici à 0,2% de déformation plastique comme dans [MAI 11]) sera fournie par le logiciel PreciSo en accord avec le modèle précédemment présenté. L’écoulement plastique sera obtenu également par analyse et modélisation des essais de tractions effectués dans les travaux de D. Maisonnette [MAI 11].

Bien que ces essais apportent de nombreux éléments de compréhension sur l’évolution du comportement mécanique, la quantification de la transition de comportement isotrope/cinématique (*cf.* chap.3) n’est pas discriminable et rend ainsi la modélisation à base physique difficilement accessible. En effet, à l’aide de seuls essais de tractions une modélisation à base physique risque d’attribuer à des effets cinématiques des mécanismes isotropes (et *vice versa*). Il a ainsi été décidé de représenter le comportement plastique par une approche phénoménologique : les paramètres d’une loi de comportement seront ajustés sur chaque courbe afin de disposer d’une courbe maîtresse (paramètres d’écrouissage-évolution de la précipitation) pouvant reproduire tous les essais de traction représentés en figure 4.13a.

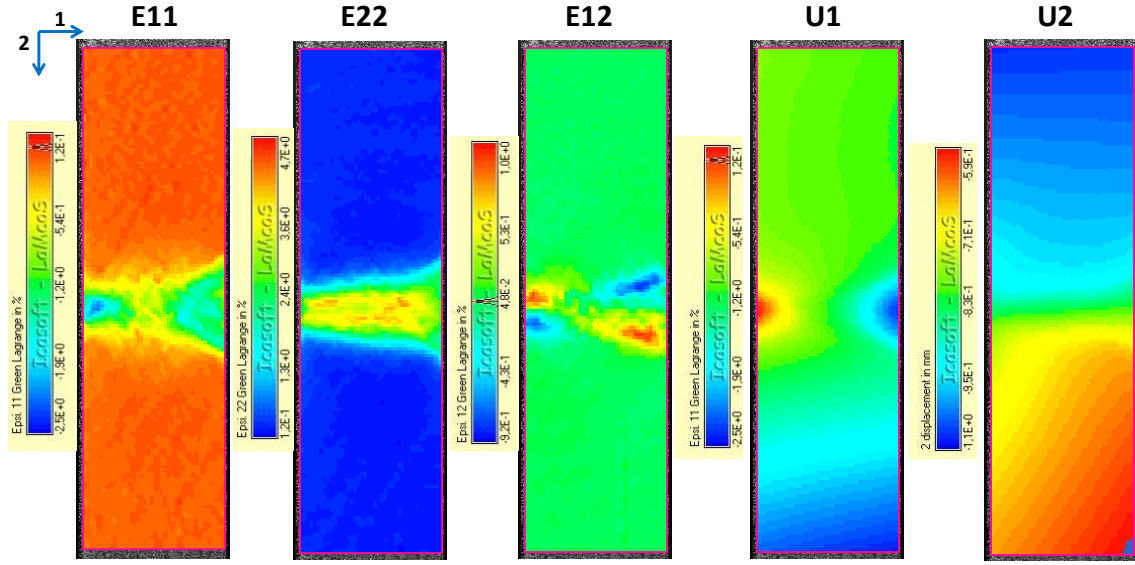


FIGURE 4.12 – Mesures obtenues par corrélation d’images.

Ainsi, un modèle d’érouissage cinématique d’Amstrong-Frederick, disponible sous Sysweld, a été fitté sur toutes les courbes en figure 4.13a avec la limite d’élasticité expérimentale :

$$\dot{X}_{AF} = \frac{2}{3}CX_{AF} - \gamma \cdot X_{AF} \cdot p \quad (4.40)$$

Les paramètres d’érouissages sont tracés en fonction de la contribution de la précipitation $\Delta\sigma_{ppt}$ (en MPA) et ajusté par des polynômes d’ordre 2 (*cf.* fig. 4.13), les polynômes obtenus sont :

$$\begin{aligned} \gamma &= -847.8e^{-6}\Delta\sigma_{ppt}^2 + 169.5e^{-3}\Delta\sigma_{ppt} + 15.61 \\ C &= -51220e^{-6}\Delta\sigma_{ppt}^2 + 5456e^{-3}\Delta\sigma_{ppt} + 2168 \end{aligned} \quad (4.41)$$

Ensuite, à l’aide de la société ESI Group (éditeur de Sysweld) le logiciel PreciSo a été couplé avec le logiciel Sysweld qui a servi à faire les simulations thermiques présentées en chapitre 2. Une simulation thermique a été de nouveau effectuée avec un maillage contenant l’éprouvette (version numérique) qui a servi aux essais de corrélation d’images (*cf.* fig. 4.14). Ensuite, un essai de traction sur la zone d’étude (expérimentale) a été effectuée en imposant les conditions limites en déplacements issus de la corrélation. Les résultats sont présentés en fig. 4.14 et montrent une très bonne corrélation avec les expériences en fig. 4.12.

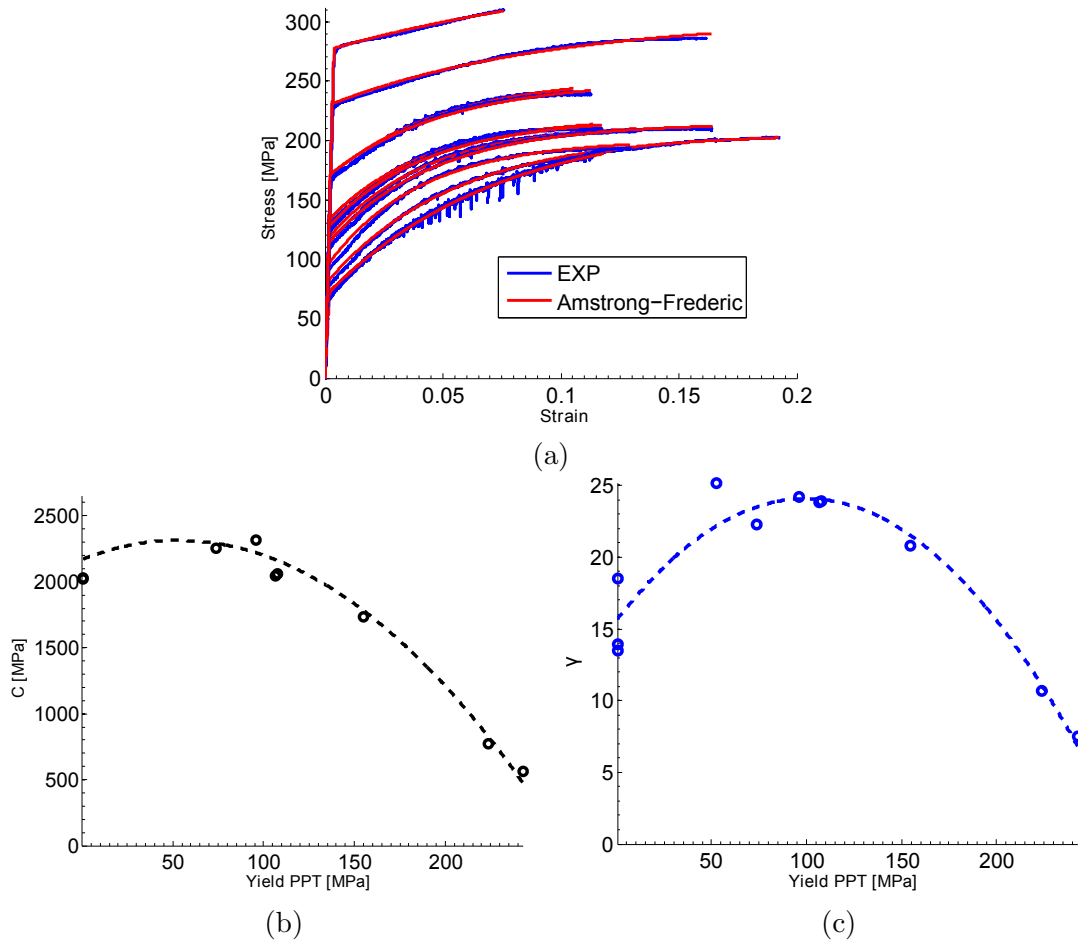


FIGURE 4.13 – (a) Confrontation entre toutes les données expérimentales de l'article [MAI 11] et la loi d'Armstrong-Frederick. (b) et (c) ajustement des constantes C et γ de la loi d'érouissage d'Armstrong-Frederick en fonction d'une grandeur d'intérêt (ici la contribution au durcissement des précipités).

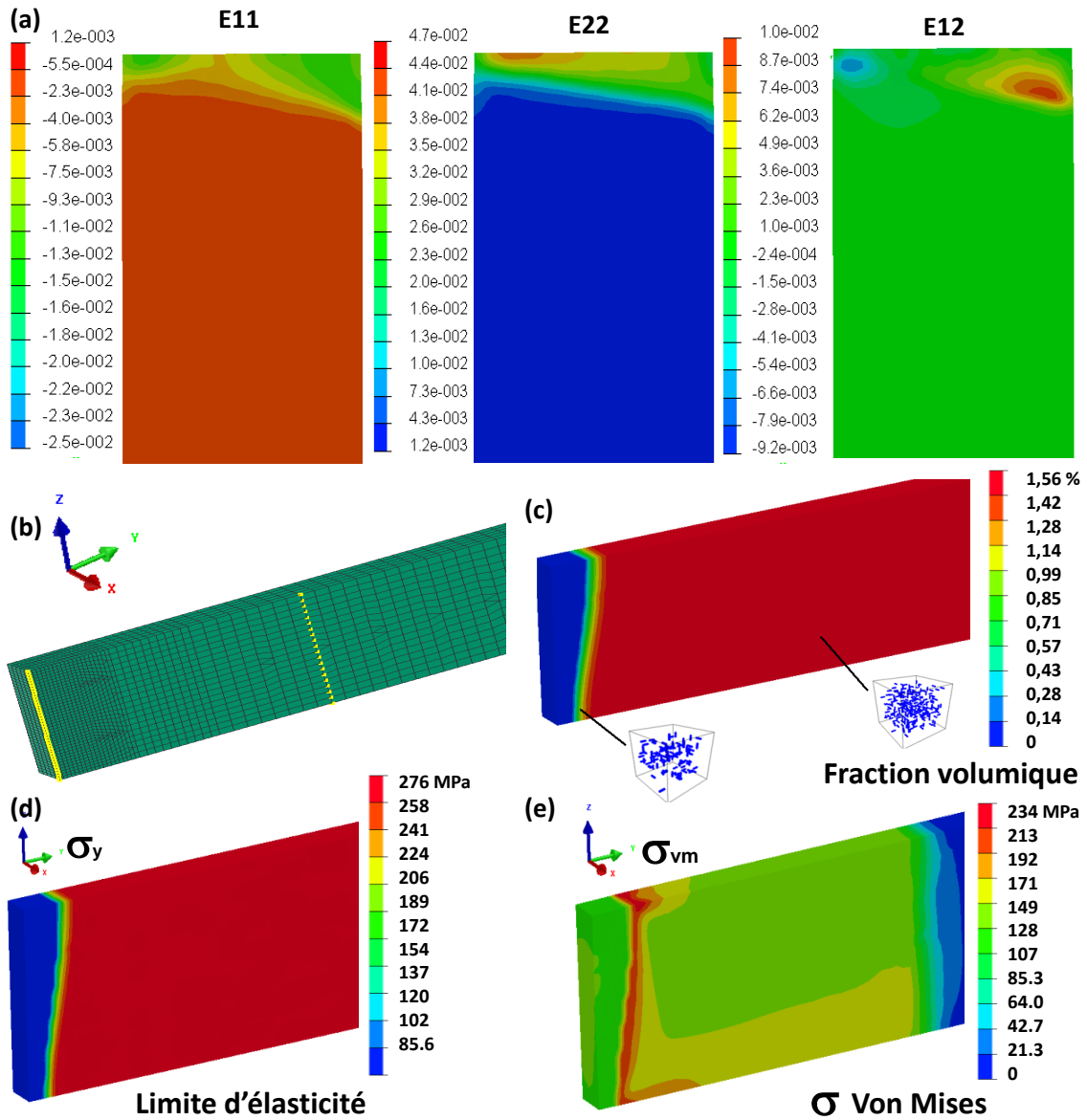


FIGURE 4.14 – (a) Champs de déformation de Green-Lagrange déduit de l'éprouvette numérique (même système d'axe qu'expérimental (*cf.* fig. 4.12)) ; (b) Représentation du maillage utilisé et position des conditions limites issus de la corrélation d'images ; (c,d,e) champs de : fraction volumique, limite d'élasticité (initiale) et contrainte équivalente de von Mises.

4.3 Modélisation physique du comportement cyclique

Dans cette section, la modélisation va porter sur le comportement élasto-plastique cyclique de l'alliage D.B. utilisé au chapitre 3. La connaissance de ce comportement cyclique permet une quantification de l'évolution des composantes isotropes/cinématiques de l'écroutissage en fonction de l'état de précipitation (et de l'écoulement plastique) et permet ainsi la mise en place d'une modélisation à base physique qui est l'extension naturelle du modèle semi-phénoménologique présenté avec les mesures de corrélation d'images.

4.3.1 Limite d'élasticité

La première étape de modélisation de ces essais cycliques porte sur la limite d'élasticité, l'approche utilisée est la même que celle présentée dans la section portant sur l'alliage D.M.. L'identification de la constante de tension de ligne β et le facteur de Taylor moyen M s'est fait à partir de la limite d'élasticité de l'état T6 et le rayon de transition R_c a été choisi égal au rayon moyen de l'état T6 (*cf.* figs. 3.15 et 3.14). Les résultats obtenus sont représentés en traits noirs sur la figure 4.15, on note une surestimation très prononcée de la limite d'élasticité par rapport aux points de mesures.

Pour les états de précipitation où la précipitation durcissante $\beta'' - \beta'$ est dissoute (TA= 500°C et TA= 560°C, *cf.* fig. 3.15) on remarque que la surestimation de la limite d'élasticité par le modèle est l'ordre de 40 MPa avec les constantes de durcissement k_j données par Myhr et Grong [MYH 01] (*cf.* eq. (4.29)). Il a donc été décidé de procéder à un ajustement des constantes k_{Mg}/k_{Si} (et en les rendant égales par simplicité), l'unité de ces constantes a été conservée en accord avec les travaux de Myhr et Grong [MYH 01] bien qu'elle parait non cohérente (*cf.* discussion liée à l'eq. (4.29)) afin d'avoir un comparatif.

Toutes les valeurs utilisées sont présentées en table 4.2, on remarque que les constantes de durcissement k_{Mg}/k_{Si} sont bien plus faibles que celles données dans les travaux de Myhr et Grong [MYH 01]. Ceci s'explique par la non prise en compte du cuivre contrairement aux travaux [MYH 01]²⁰ mais aussi par la présence d'une quantité de précipités grossiers moins importante dans notre alliage captant ainsi moins de solutés. En effet, comme montré au premier chapitre, une présence importante de phases grossières (Mg₂Si et intermétalliques principalement) peut subsister même après les traitements de mise en solution pré-T6. Les phases Mg₂Si viennent capter du Mg et Si et les intermétalliques qui sont très nombreux capturent du Si (*cf.* fig. A.7) diminuant d'autant la capacité de durcissement par solution solide. Des analyses de ces phases grossières ont été effectuées au CEA sur l'alliage D.B. (état T6) afin de quantifier ces phases grossières présentes dans le matériau. Bien que ces

20. En toute logique tous les éléments de composition de l'alliage devraient intervenir.

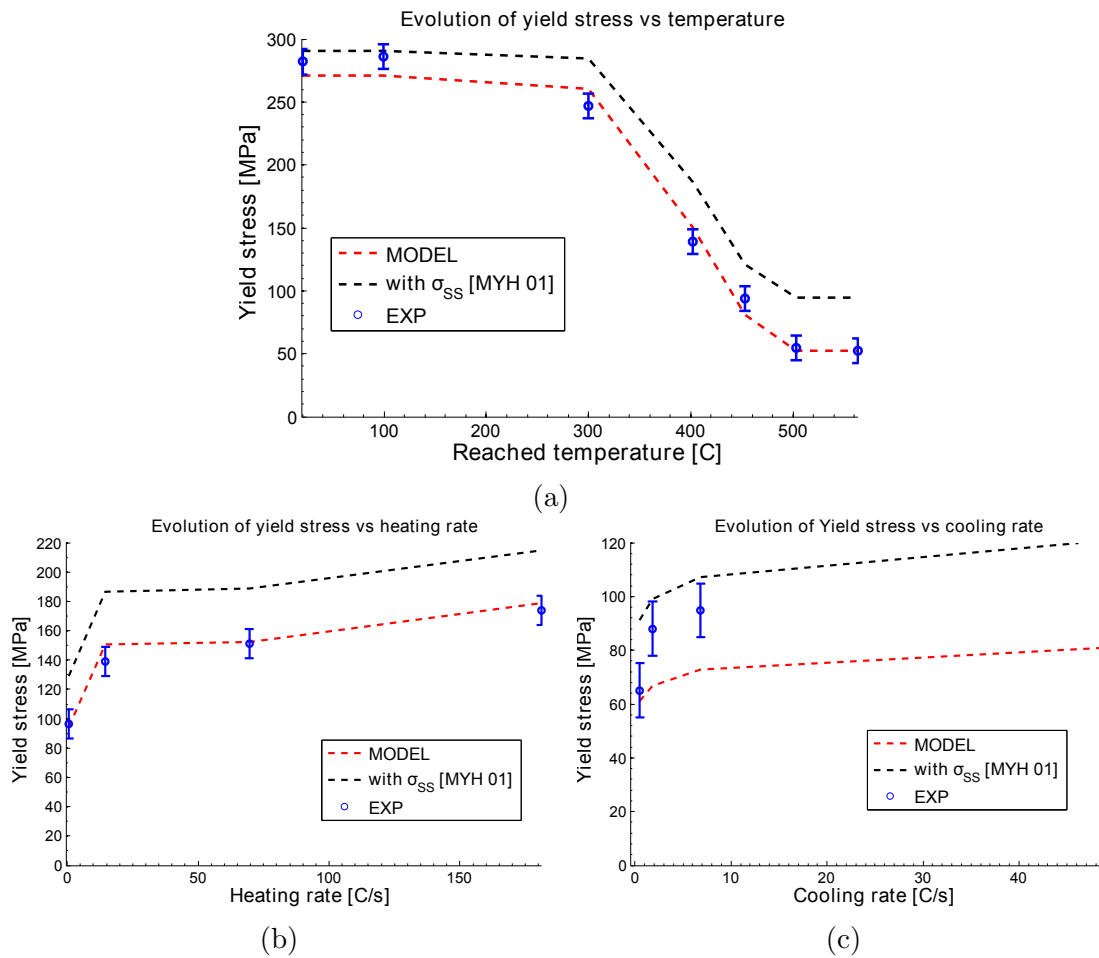


FIGURE 4.15 – Représentation de la limite d'élasticité simulée et des expérimentations effectuées au chapitre 3, pour l'étude de (a) la température atteinte (b) la vitesse de chauffage pour $T_A = 400^\circ\text{C}$ (c) et la vitesse de refroidissement $T_A = 450^\circ\text{C}$. La courbe rouge représente le modèle retenu et en noire celui avec les constantes de durcissement de solution solide de Myhr et Grong [MYH 01].

aspects n'aient pas été ajoutés à la modélisation (ce qui a une conséquence sur les constantes k_{Mg}/k_{Si} identifiées mais aussi sur le produit de solubilité) ils constituent une des perspectives de ce travail de thèse dans le but d'évoluer vers des simulations plus prédictives.

Les résultats obtenus avec la modélisation retenue représentent de manière assez précise les différentes évolutions de limite d'élasticité mesurées. On remarque néanmoins une corrélation beaucoup moins bonne pour le graphique étudiant l'influence de la vitesse de refroidissement pour $T_A = 450^\circ\text{C}$, cet effet est probablement dû à une représentation trop simpliste de la phase de nucléation qui ne considère pas les phases G.P. (car lors de refroidissement lent on note l'apparition d'une germination, cf. fig. C.12).

TABLE 4.2 – Paramètres utilisés pour la modélisation de limite d'élasticité de l'alliage D.B..

Paramètres	Valeur	Sources
a [m]	$2,86 \times 10^{-10}$	[RAV 04]
M	2	[SIM 07, SIM 12, GAL 08, DES 99a]
β	0,25	[BRO 71]
σ_0 [MPa]	≈ 10	[DES 99a]
E [GPa]	71,58	This work from T6
ν	0,33	
r^c [nm]	1,6	experiments for T6
k_{Mg} [MPa/wt% ^{0,2/3}]	23	when precipitates dissolved
k_{Si} [MPa/wt% ^{0,2/3}]	23	when precipitates dissolved

4.3.2 Effet des grains sur l'écoulement plastique et son application

Introduction et hypothèses

La sous-section précédente a montré que la modélisation de la limite d'élasticité proposée permet d'obtenir des résultats de bonne qualité pour de nombreux traitements thermiques anisothermes (fig. 4.15), ouvrant ainsi l'accès à la modélisation de l'écoulement plastique de l'alliage D.B. lors des essais cycliques (*cf.* chapitre 3). A l'aide des expérimentations présentés au chapitre 3, on remarque que pour des éprouvettes où la précipitation durcissante $\beta'' - \beta'$ est totalement dissoute (*cf.* fig. 3.16) le comportement de l'alliage est mixte (isotrope/cinématique). Ce comportement peut s'expliquer en première partie par un durcissement isotrope lié à une augmentation de la densité de dislocation (*cf.* eq. (4.14)) plus de la précipitation dynamique²¹ et en seconde partie par un effet cinématique causé par l'ancrage des dislocations aux joints de grains. Cette sous-section vise donc à expliquer ce comportement. Au vu d'une quantification très peu abondante dans la littérature, la précipitation dynamique dans les alliages 6xxx sera négligée dans ce travail tout comme dans d'autres travaux sur la modélisation du comportement cyclique d'alliages d'aluminium [HAN 11, COS 09]. Ce choix se justifie également en partie par la relative faible influence observée dans les travaux de Roven *et al.* [ROV 08].

Contribution à l'écrouissage isotrope

Dans [EST 96], Estrin propose une revue des interactions entre obstacles dans le plan de glissement et évolution de la densité de dislocation. Dans le cas limite où la densité d'obstacles de type joints de grains est très grande devant les dislocations forêts, le libre parcours moyen d (*cf.* eq. (4.12)) peut être identifié comme l'espace

21. C'est lors de fortes sursaturations que l'apparition de ce phénomène est la plus probable.

entre ces obstacles qui est ici la taille de grain moyenne D , on a ainsi :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon_p} = M \left(\frac{1}{b.D} - k_2 \rho \right) \quad (4.42)$$

Dans ce type d'approche, le facteur de Taylor M est considéré constant lors de la déformation et le coefficient de restauration dynamique k_2 est considéré indépendant de ces nouveaux obstacles (*cf.* eq. (4.13)).

Dans un cas plus général, lorsqu'une superposition des effets d'immobilisation des deux obstacles (dislocations/joints de grains) est considérée, la distance inverse entre obstacles $1/d$ peut être exprimée comme une combinaison linéaire des distances inverses des deux types d'obstacles pris séparément : $d^{-1} = D^{-1} + \sqrt{\rho}$. En d'autres termes, on suppose que les densités d'obstacles sont additifs, ce qui implique que les obstacles de différents types sont équivalents dans leur effet d'immobilisation et de multiplication des dislocations [EST 96]. La loi d'évolution de la densité de dislocations s'écrit dans ce cas :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon_p} = M \left(k_1 \sqrt{\rho} + \frac{1}{b.D} - k_2 \rho \right) \quad (4.43)$$

où le terme $1/bD$ peut éventuellement être négligé dans le cas de matériaux à gros grains devant la distance interdislocations $1/\sqrt{\rho}$.

Contribution à l'écroissage cinématique

L'approche proposée par Estrin [EST 96] ne permet pas d'expliquer et de décrire la part d'écroissage cinématique engendrée par ces nouveaux obstacles que sont les joints de grains (JdG) contrairement aux travaux de Sinclair *et al.* [SIN 06] (à présent utilisés dans d'autres articles tels que [BOU 08, BOU 11]) qui vont être repris et étendus aux essais cycliques. Pour des obstacles bi-dimensionnels, une multiplication des dislocations peut effectivement se produire comme décrit dans les travaux de Estrin mais un blocage des dislocations à ces joints de grains peut également engendrer un effet cinématique. En effet, les dislocations n_G arrivant aux JdG voient un champ de contrainte dû aux dislocations déjà bloquées plus important dans le sens de sollicitation que dans le sens de désencrage où aucun champ de surcontrainte n'est présent.

Aux faibles déformations, ces joints de grains sont une barrière opaque et les dislocations stockées dans ces défauts bidimensionnels entravent donc parfaitement la progression des dislocations similaires. Une forme simple, proposée par Sinclair *et al.* [SIN 06] (et utilisé dans [BOU 08, BOU 11]) pour modéliser le lien entre dislocations stockées au JdG n_G et variable d'écroissage cinématique X_G ²² est :

$$X_G = M \frac{\mu b}{D} n_G \quad (4.44)$$

22. Appelé « backstress » dans l'article en question.

La contrainte cinématique macroscopique est considérée comme la somme de toutes les contributions des dislocations stockées aux JdG. Lors de l'écoulement plastique, une contrainte d'écoulement de la même forme que eq. (4.15) (mais où la distance inter-obstacles d est la taille de grain moyenne D) bloque la propagation des dislocations. Si l'on considère comme dans [SIN 06] que les JdG agissent comme des obstacles « forts » alors on a $\sin(\theta/2) = 1$ et donc $X_G = M2\beta\mu b/D$ pour une dislocation. De plus, si l'on considère la constante de tension de ligne β égale à 0,5 alors on obtient la contrainte d'écoulement cinématique présentée en équation (4.44) avec $n_G = 1$.

En supposant que chacune des dislocations ancrées engendre un champ de contrainte « non relaxé » additif de la forme $X_G = M2\beta\mu b/D$ on retrouve l'expression de Sinclair *et al.* [SIN 06]. Dans la suite de ce document, nous préférerons ne pas effectuer l'hypothèse $\beta = 0,5$ et donc :

$$X_G = M \frac{2\beta\mu b}{D} n_G \quad (4.45)$$

Loi d'évolution des dislocations stockées

Afin d'obtenir une loi d'érouissage complète, un dernier élément est nécessaire : l'évolution du nombre de dislocations stockées de manière inter-granulaire n_G . Sinclair *et al.* [SIN 06] proposent :

$$\frac{\partial n_G}{\partial \epsilon_p} = \frac{\lambda_G}{b} \left(1 - \frac{n_G}{n_G^*} \right) \quad (4.46)$$

où λ_G représente la distance entre plans de glissement.

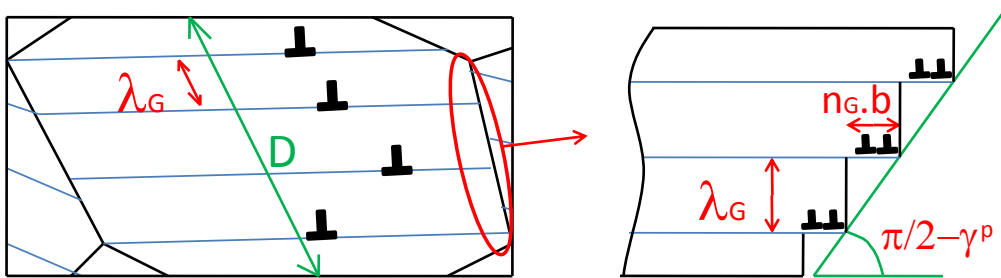


FIGURE 4.16 – Schématisation d'un grain et définition de l'angle de cisaillement induit par des dislocations inter-granulaires.

Pour expliquer cette relation (4.46) il suffit d'observer la figure 4.16. Dans cette approche, on utilise une représentation de type champ moyen de tel sorte que chaque plan de glissement contient n_G dislocations en moyenne. Si l'on considère que l'angle de cisaillement local est faible alors on a $\tan(\gamma_p) \approx \gamma_p$, on peut ainsi exprimer cet angle de cisaillement en fonction de la distance entre plan de glissement λ_G et le

décalage du cristal sur chaque plan de glissement $n_G \cdot b$ induit par les dislocations stockées aux joints de grains. On obtient ainsi :

$$\gamma_p = \frac{n_G \cdot b}{\lambda_G} \quad (4.47)$$

A présent, si l'on prend la forme différentielle de cette expression (4.47), on a :

$$\frac{\partial n_G}{\partial \gamma_p} = \frac{\lambda_G}{b} \quad (4.48)$$

Bien que physiquement cohérente, une loi d'évolution telle que (4.48) n'est pas envisageable car au fur et à mesure de la déformation le nombre de dislocations stockées aux JdG croît sans saturation. En effet, le stockage de dislocations va induire proche des JdG un champ de contrainte de plus en plus important empêchant l'arrivée de nouvelles dislocations. Afin de palier à ce problème, Sinclair *et al.* [SIN 06] proposent de conserver cette loi d'évolution mais en y ajoutant un terme de saturation. Les dislocations stockées n_G ne pourront pas dépasser un nombre critique noté n_G^* , pour rendre compte de ceci le terme $(1 - n_G/n_G^*)$ est ajouté à l'eq. (4.48) et permet de retrouver l'eq. (4.46).

On remarque grâce à ces explications que l'expression (4.46) proposée par Sinclair *et al.* [SIN 06] n'est correcte que pour un facteur de Taylor égal à 1. Dans un cadre plus général, pour exprimer l'évolution du nombre de dislocations stockées aux JdG nous utiliserons donc l'expression suivante :

$$\frac{\partial n_G}{\partial \epsilon_p} = M \frac{\lambda_G}{b} \left(1 - \frac{n_G}{n_G^*} \right) \quad (4.49)$$

Effets complexes

Dans la présentation ci-dessus, plusieurs effets présentés par Sinclair *et al.* [SIN 06] ont été négligés. En réalité, les JdG ne sont pas parfaitement isolés les uns des autres et un phénomène d'écrantage²³ de dislocations peut apparaître entre ces derniers (le champ de contrainte stocké de part et d'autre d'un joint peut s'annuler pour des vecteurs de Burgers de signes opposés²⁴). Dans le cas où ce phénomène est non négligeable, la contribution cinématique peut être atténuée d'un facteur $1 - n_G/n_{G_s}^*$ tel que :

$$X_G = M \frac{2\beta\mu b}{D} n_G \left(1 - \frac{n_G}{n_{G_s}^*} \right) \quad (4.50)$$

où $n_G/n_{G_s}^*$ représente la probabilité d'écrantage.

23. En anglais le terme de screening est employé.

24. Un moulin de Frank Read dans un grain produit des dislocations bloquées positives d'un côté du grain et négative de l'autre.

Dans nos travaux, comme dans [BOU 08, BOU 11], les effets d'écrantage inter-granulaires seront négligés. Ce choix se justifie par le fait que nous travaillons à faible amplitude de déformation lors de nos essais (l'amplitude maximale de déformation est proche de 1 %) et que l'isolation entre grains est donc assez marquée [SIN 06].

Comme expliqué par Estrin avec l'équation (4.43), les JdG agissent comme des points d'ancrages, sources d'un éventuel mécanisme de multiplication de dislocations. Or, dans les travaux de Sinclair *et al.* [SIN 06] cette expression est remplacée par :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon_p} = M \left(k_1 \sqrt{\rho} - k_2 \rho + \frac{k_3}{bD} \left(1 - \frac{n_G}{n_{Ga}^*} \right) \right) \quad (4.51)$$

où k_3 est une nouvelle constante d'efficacité et n_G/n_{Ga}^* un nouveau terme rendant compte de la probabilité d'auto-annihilation des dislocations mobiles avec les dislocations stockées aux JdG, cette probabilité est d'autant plus élevée que le nombre de dislocations stockées aux joints est élevé. On a ainsi un couplage entre écrouissages cinématiques et isotropes.

La méthode proposée par Sinclair *et al.* [SIN 06] fournit tous les éléments pour modéliser l'évolution de l'écrouissage isotrope et cinématique dans un matériau polycristallin :

- l'équation (4.51) couplée à (4.17) permet de lier la densité de dislocations à la contrainte macroscopique.
- Les équations (4.51) et (4.46) fournissent les lois d'évolution de la densité de dislocations.
- Enfin, l'eq. (4.44) (ou (4.50) dans des cas plus complexes) permet d'évaluer la composante cinématique de l'écrouissage.

Néanmoins, plusieurs éléments nécessitent d'être connus :

- la taille moyenne de grain D , disponible par observations microscopiques (ici de l'ordre de 200 μm).
- Les constantes n_{Gs}^*, n_{Ga}^* et n_G^* mais qui sont classiquement choisies égales dans la littérature par souci de simplification [SIN 06, BOU 08, BOU 11].
- Les quantités $n_G^*, \lambda_G, k_1, k_2$ et k_3 qui doivent être ajustées.

Adaptation aux essais cycliques

Les lois proposées jusqu'alors ont été formulées dans le cadre d'essais non cycliques²⁵. Afin de pouvoir modéliser l'évolution de nos variables d'écrouissage, il est nécessaire de proposer une nouvelle formulation permettant de prendre en compte le changement du sens de la déformation lors des essais uni-axiaux. Tout d'abord, notons que la quantité X_G qui représente l'écrouissage cinématique doit être une

25. Une traction suivie d'un seul retour en compression pour évaluer le backstress.

quantité signée afin de pouvoir être additionnée ou soustraite à la contrainte σ en fonction du sens de déformation (*cf.* surface de charge eq. (4.1)). Pour ce faire, la quantité n_G sera prise par convention positive lorsque les dislocations seront ancrées aux JdG lors d'un état de traction et négative dans le cas de la compression. De plus, afin d'avoir une loi d'évolution similaire en traction et compression la quantité n_G^* sera remplacée par $n_G^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)$ avec $n_G^* > 0$. Si le taux de déformation plastique $\dot{\epsilon}_p$ est de signe positif, alors les dislocations n_G qui vont s'ancrer aux JdG iront là où la saturation est donnée par n_G^* positif, et lorsqu'il y aura un taux de déformation négatif la saturation sera donnée par n_G^* négatif. L'opération mathématique permettant de rendre compte de ce phénomène correspond bien à $n_G^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)$ avec n_G^* une constante positive.

Ce constat étant fait, les relations suivantes devront donc être employées pour la modélisation de l'écroissage cinématique :

$$\begin{cases} X_g = M \frac{2\beta\mu b}{D} n_G \\ \frac{\partial n_G}{\partial \epsilon_p} = M \frac{\lambda_G}{b} \left(1 - \frac{n_G}{n_G^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)} \right) \end{cases} \quad (4.52)$$

De la même manière que pour l'écroissage cinématique, les lois d'évolutions liées au comportement isotrope de l'écroissage doivent également être modifiées afin de prendre en compte les déformations non monotones. Premièrement, l'évolution de la densité de dislocation doit être insensible au sens de déformation : une déformation de 1 % en compression doit générer une densité de dislocations similaire à une déformation de 1 % en traction. Ainsi, les lois d'évolutions de l'écroissage isotrope ne doivent pas être exprimées en fonction de la déformation plastique ϵ_p comme ceci se fait dans la littérature mais plutôt en fonction de la déformation plastique cumulée p , on a donc (on ajoute également une valeur absolue à l'eq. (4.51)) :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_0 + R = \sigma_0 + \Delta\sigma_{SS} + \sqrt{\Delta\sigma_d^2 + \Delta\sigma_p^2} \\ \Delta\sigma_d = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \\ \frac{\partial \rho}{\partial p} = M \left(k_1\sqrt{\rho} - k_2\rho + \frac{k_3}{bD} \left(1 - \left| \frac{n_G}{n_G^*} \right| \right) \right) \end{cases} \quad (4.53)$$

Bilan

L'ensemble des relations présentées en équations (4.52) (4.53) permet de représenter le comportement du matériau lorsque les effets de la précipitation pourront être considérés négligeables. On remarque que contrairement aux modèles phénoménologiques habituellement utilisés dans la littérature, cette modélisation à base physique propose un couplage entre variables d'écroissages cinématiques et isotropes au travers de la variable n_G , ceci est très certainement une description plus proche de la réalité/généraliste que les modèles phénoménologiques que traduisent les équations (4.9).

4.3.3 Influence de la précipitation

Effet de la précipitation sur le stockage des dislocations

Dans les matériaux à durcissement structural, la présence de précipités au sein de la matrice n'a pas seulement une influence sur la limite d'élasticité mais aussi sur la loi d'écoulement lors d'un chargement plastifiant. Dans la littérature, de nombreux travaux ont abordé la modélisation de l'écrouissage en présence de précipités. Estrin [EST 96], propose de prendre en compte la présence de précipités comme des points d'ancrages d'un mécanisme de multiplication de dislocations de la même manière que pour l'eq. (4.51). En effet, pour des précipités contournés, un mécanisme similaire à celui de Frank-Read est activé : une dislocation va être stockée sur les obstacles tandis que la dislocation initiale va poursuivre son trajet et chaque boucle d'Orowan va servir à contribuer au durcissement de la forêt. Une illustration de ce mécanisme est présenté en figures 4.17 et conduit Estrin [EST 96] à proposer la relation :

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon_p} = M \left(k_1 \sqrt{\rho} - k_2 \rho + \frac{1}{b \cdot \bar{L}_{bp}} \right) \quad (4.54)$$

où \bar{L}_{bp} est la distance moyenne entre précipités contournés. Cette équation (4.54) suppose que lors du contournement, tous les précipités contournés stockeront une dislocation n_p . Comme souligné dans les travaux de Simar *et al.* [SIM 06a, SIM 07] et repris par Fribourg *et al.* [FRI 11] cette vision idéalisée peut être modifiée en introduisant un paramètre d'efficacité ϕ ($[0, 1]$) au numérateur du nouveau terme de l'équation (4.54). Une autre formulation équivalente, proposée par Fribourg *et al.* [FRI 11] lors d'un couplage entre écrouissage cinématique et isotrope, propose de conserver la forme classique de l'équation de contribution de la forêt (4.16) tout en tenant compte des boucles d'Orowan stockées autour des précipités comme une nouvelle densité de dislocations additive contribuant au durcissement. Cette densité notée ρ_{ppt} peut être évaluée simplement à l'aide de considérations géométriques : le nombre de boucles réellement stockées $n_{ppt}\phi$ représente une longueur $n_{ppt}\phi 2\pi R_{bp}$ autour d'un précipité contourné et si l'on multiplie cette quantité par la densité de particules contournées au m^3 (N_{bp}) de rayon moyen \bar{R}_{bp} fournit par PreciSo on obtient :

$$\rho_{ppt} = \sum_i 2\pi N_i \bar{R}_{bp} n_{ppt} \phi = 2\pi N_{bp} \cdot \bar{R}_{bp} n_{ppt} \phi \quad (4.55)$$

de telle sorte que l'on a au final la loi d'écrouissage par augmentation de la densité de dislocations qui s'écrit pour ce type de matériaux (si l'on suppose que les boucles d'Orowan contribuent au durcissement forêt comme proposé par Fribourg *et al.* [FRI 11]) :

$$\begin{cases} \frac{\partial \rho}{\partial \epsilon_p} = M (k_1 \sqrt{\rho} - k_2 \rho) \\ \rho_{ppt} = 2\pi n_{ppt} \phi N_{bp} \cdot \bar{R}_{bp} \\ \Delta \sigma_d = M \alpha \mu b \sqrt{\rho_{ppt} + \rho} \end{cases} \quad (4.56)$$

où n_{ppt} , qui est donnée par la loi d'évolution présentée plus loin en eq. (4.74), est le nombre de dislocations stockées sous forme de boucles d'Orowan.

Effet de la précipitation sur la restauration dynamique

En plus de l'ajout d'un terme de stockage dans l'expression classique du modèle KME, plusieurs auteurs dont [EST 96, SIM 07, ROS 90] ont remarqué une dépendance du paramètre de restauration dynamique k_2 avec la présence de précipités. Comme expliqué dans [SIM 06a] ces effets sont encore mal compris, d'ailleurs on note que les travaux de Estrin [EST 96] supposent que le taux de restauration est réduit par l'interaction dislocation/précipité qui joue comme un inhibiteur du détachement des boucles d'Orowan. Au contraire, les travaux de Simar *et al.* [SIM 06a, SIM 07, SIM 12] expliquent que le champ de contraintes dû aux boucles d'Orowan favorise le glissement dévié des dislocations mobiles ce qui conduit à une augmentation de la distance d'annihilation.

Les travaux très importants de Simar *et al.* [SIM 06a, SIM 07, SIM 12] sont à présent repris dans plusieurs études telles que [FRI 11, COS 09] et ce choix sera également effectué ici au vu des résultats obtenus dans la dernière sous section.

Lorsque des boucles d'Orowan sont stockées autour des précipités le champ de contrainte autour des précipités non cisillables est important et favorise donc le glissement dévié. La distance critique d'annihilation entre deux dislocations mobiles est réduite et la restauration dynamique peut apparaître plus rapidement [FRI 11, SIM 06a]. En utilisant un processus de Poisson, les travaux de Simar [SIM 06a] ont montré que la probabilité pour deux dislocations de s'annihiler sans être aidée par des précipités est égale à $P(0) = \exp(-l_d\phi/\bar{L}_{bp})$ avec $l_d = 1/\sqrt{\rho}$ de telle manière que le facteur de restauration dynamique peut s'écrire (on rappelle que $k_2 = 2y/b$ avec y la distance interplans [FRI 11]) :

$$k_2 = k_2^0 \cdot \exp\left(-\frac{l_d\phi}{\bar{L}_{bp}}\right) + k_2^p \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{l_d\phi}{\bar{L}_{bp}}\right)\right) \quad (4.57)$$

avec k_2^0 et k_2^p deux constantes représentatives des distances d'annihilation sans et avec la présence de précipités.

Écrouissage cinématique et déformation non-relaxée

Dans la littérature, des travaux sur l'effet Bauschinger et la quantification de la contrainte interne associée (« back-stress ») ont été effectués pour des matériaux à durcissement structural. On peut notamment citer les travaux de Ashby [ASH 66], Brown et Stobbs [BRO 71] ainsi que ceux de Proudhon *et al.* [PRO 08]. Cette contrainte interne est la part d'écrouissage cinématique stockée dans le matériau lors d'un essai de traction, cette contrainte est simplement évaluée à partir d'une compression ultérieure.

Lors de l'essai de traction, les précipités présents sur le plan de glissement qui seront contournés par des dislocations vont devenir une zone de stockage de boucles d'Orowan. La présence de ces boucles de dislocations autour des précipités va engendrer une polarisation de l'interaction dislocation/précipité. En effet, comme expliqué précédemment, lors du contournement d'un précipité, la boucle se formant va nécessairement générer des vecteurs de Burgers opposés autour de ce dernier. Ainsi, lors d'une déformation en traction prolongée, les nouvelles dislocations arrivant sur un précipité contenant déjà des boucles seront freinées par la présence du champ de contrainte du même signe. Au contraire, lors du changement de signe de la déformation les dislocations ne rencontreront plus un vecteur de Burgers de même signe sur le précipité mais un vecteur de signe opposé induisant un mécanisme de restauration, ceci est d'autant plus vrai que les mécanismes de glissement déviés seront faibles²⁶. Cet effet peut en partie expliquer l'effet Bauschinger qui peut être observé dans des matériaux à durcissement structural [PRO 08].

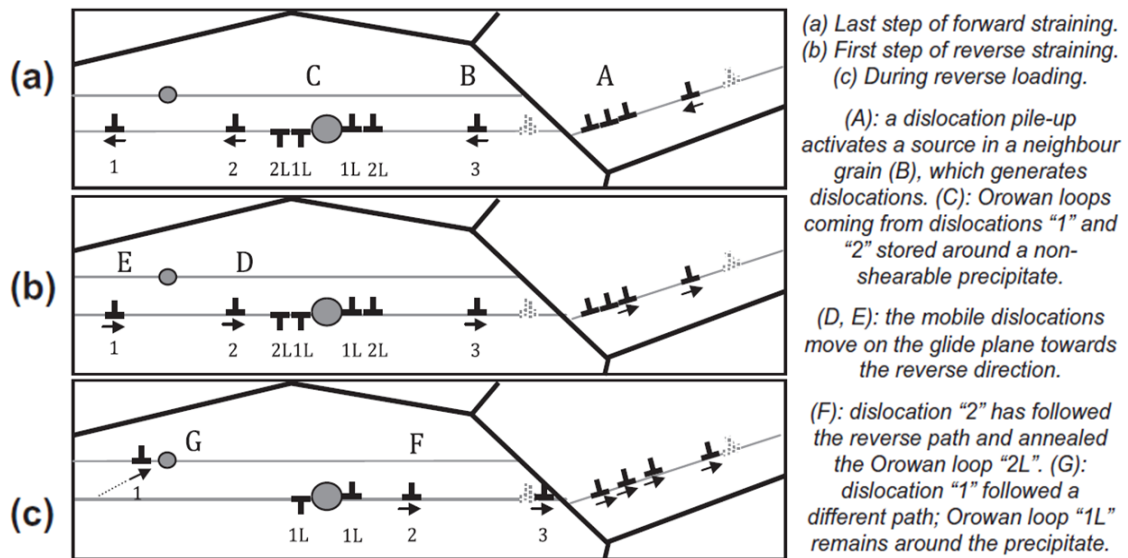


FIGURE 4.17 – Description des interactions dislocation/précipité d'après Fribourg *et al.* [FRI 11].

Une modélisation de ces effets peut être apportée grâce à la contribution de travaux précurseurs comme ceux d'Ashby [ASH 66] ainsi que Brown et Stobbs [BRO 71], qui, grâce au formalisme d'Eshelby [ESH 57, ESH 59] permettent de lier la présence de boucles d'Orowan autour de précipités sphériques à des quantités plus macroscopiques telles que la déformation ou l'état de contrainte²⁷. Ici, ces formulations seront adaptées pour des inclusions ellipsoïdales. Dans les travaux de modélisation d'Ashby, repris également par Brown et Stobbs et Proudhon *et*

26. Ce qui est le cas à faibles températures.

27. En présence de bâtonnets on considère que le rayon et le facteur de forme de l'inclusion sont égaux à ceux du bâtonnet.

al. [PRO 08], une modélisation simplifiée comme schématisée sur la figure 4.18 permet d'évaluer le champ de déformation « non relaxé » présent au sein de d'une inclusion. On peut ainsi écrire l'angle de cisaillement dans le plan de glissement comme :

$$\gamma_{ppt}^* = \frac{n_{ppt} \cdot b}{2r_0} \quad (4.58)$$

avec n_{ppt} le nombre de boucles stockées sur le plan primaire et r_0 le rayon du précipité. Un raisonnement similaire mais pour un bâtonnet de longueur l orienté dans la direction $\langle 100 \rangle$ et une quantité de précipités réellement stockée $n_{ppt}\phi$ conduit à :

$$2\epsilon_{ppt}^* = \gamma_{ppt}^* = \frac{n_{ppt}\phi \cdot b \cdot \sqrt{3}}{l} \quad (4.59)$$

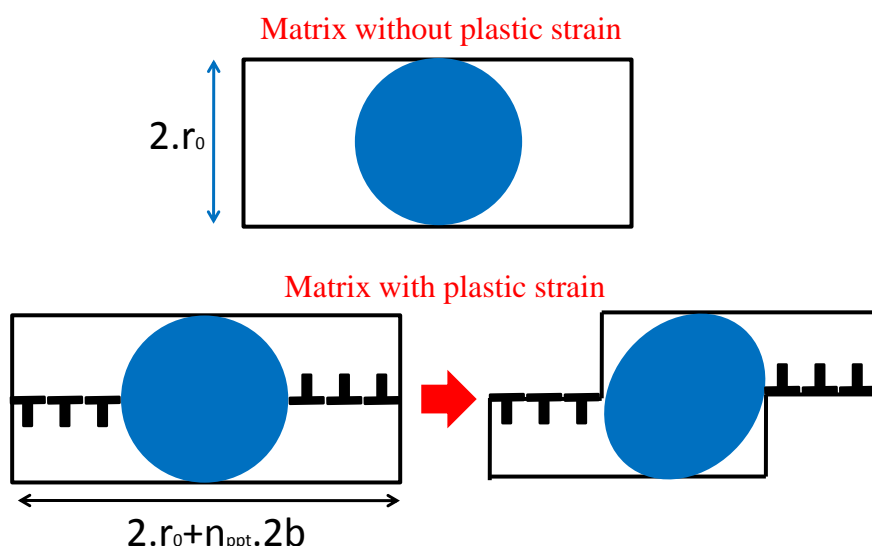


FIGURE 4.18 – Lien entre déformation plastique de la matrice et déformation dans le précipité.

En réalité le nombre de boucles de dislocations engendrant un effet d'écrouissage cinématique est supérieur à la quantité n_{ppt} . La figure D.8, tirée des travaux de Ashby [ASH 66] et présentée en annexe, permet de comprendre le lien entre le nombre total de boucles de dislocations géométriquement nécessaires à l'accommodation d'un précipité et le nombre de dislocations équivalentes sur le plan primaire qui cause cet écrouissage. Dans la suite, par simplicité, nous conserverons la forme simple présenté précédemment (eq. (4.58)), ce qui revient à négliger la partie anti-symétrique de la déformation résultante mais surtout la part de dislocations forêts engendrées par les boucles d'Orowan ρ_{ppt} .

Contrainte cinématique

Dans la section précédente, on a vu que le nombre de boucles d'Orowan peut être lié à la déformation plastique non relaxée des inclusions. A présent, à l'aide des travaux d'Eshelby [ESH 57, ESH 59], il est ainsi possible d'exprimer la contrainte stockée aux seins des précipités. En effet, l'introduction d'une inclusion déformée (de forme sphérique, ellipsoïdale...) dans un cristal libre de contrainte peut être vu comme un problème d'Eshelby et la quantification de l'état de contrainte résultant peut s'écrire en fonction de la déformation non relaxée et du tenseur d'Eshelby S_{ijkl} défini comme suit :

$$\epsilon_{ij} = S_{ijkl}\epsilon_{kl}^* \quad (4.60)$$

où ϵ_{ij} et ϵ_{ij}^* représentent respectivement la déformation totale et la déformation inélastique dans l'inclusion (ici la déformation plastique non relaxée). De plus, en petites déformations, la partition des déformations permet d'écrire :

$$\epsilon_{ij} = \epsilon_{ij}^e + \epsilon_{ij}^* \quad (4.61)$$

de plus, avec la loi de Hooke on a :

$$\sigma_{ij} = 2\mu (\epsilon_{ij} - \epsilon_{ij}^*) + \lambda \delta_{ij} (\epsilon_{pp} - \epsilon_{pp}^*) \quad (4.62)$$

A présent, si comme suggéré dans [BRO 71], on applique cette relation dans le plan de glissement où le tenseur des déformations se réduit à $\epsilon_{13} = \epsilon_{31} = \epsilon_{ppt}^*$, on obtient une seule équation scalaire qui permet de lier la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement σ_{31} à la déformation plastique non relaxée. En effet, en introduisant (4.60) dans (4.62) et en étudiant σ_{31} on a :

$$\sigma_{31} = 2\mu (S_{31kl}\epsilon_{kl}^* - \epsilon_{31}^*) + 0 \quad (4.63)$$

et comme seules les composantes ϵ_{13} et ϵ_{31} sont non nulles, et qui plus est sont égales, la sommation précédente se réduit à :

$$\sigma_{31}/2\mu = (S_{3131} + S_{3113} - 1) \epsilon_{13}^* \quad (4.64)$$

Le tenseur d'Eshelby relie deux tenseurs symétriques donc $\epsilon_{ij} = S_{ijkl}\epsilon_{kl}$ est équivalent à $\epsilon_{ji} = S_{jilk}\epsilon_{lk}$, de plus ceci signifie également que ces symétries supplémentaires existent [MUR 87] : $S_{ijkl} = S_{jikl} = S_{ijlk}$. On a ainsi la contrainte élastique dans le précipité qui peut s'écrire :

$$\sigma_{31} = 2\mu (2S_{3131} - 1) \epsilon_{31}^* = -2\mu\Omega\epsilon_{31}^* = -\mu\Omega\gamma_{31}^* \quad (4.65)$$

où $\Omega > 0$ est appelé le facteur d'accomodation [QUE 09]. Dans les travaux de Proudhon *et al.* [PRO 08] ainsi que Fribourg *et al.* [FRI 11] ce facteur est choisi égal à l'unité. En réalité, pour des précipités sphériques on a $\Omega = (7 - 5\nu)/15(1 - \nu)$ selon [BRO 71, MUR 87].

Pour les inclusions de type ellipsoïde de révolution allongées²⁸ ($a_1 > a_2 = a_3$) on a $S_{3131} = S_{2121}$ qui est égal également par symétrie du tenseur d'Eshelby à S_{1212} qui est donnée par [MUR 87] :

$$S_{3131} = S_{1212} = \frac{(a_1^2 + a_2^2)I_{12} + (1 - 2\nu)(I_1 + I_2)}{16\pi(1 - \nu)} \quad (4.66)$$

avec :

$$\begin{cases} I_2 = \frac{2\pi a_1 a_3^2}{(a_1^2 - a_3^2)^{3/2}} \left(\frac{a_1}{a_3} \left(\frac{a_1^2}{a_3^2} - 1 \right)^{1/2} - a \cosh \left(\frac{a_1}{a_3} \right) \right) \\ I_1 = 4\pi - 2.I_2 \\ I_{12} = \frac{I_2 - I_1}{a_1^2 - a_2^2} \end{cases} \quad (4.67)$$

Dans notre cas, le facteur de contrainte Ω pour des précipités ellipsoïdaux est à présent obtenu en posant $a_2 = a_3$ et $a_1 = \kappa a_3$, on a ainsi :

$$\Omega = 1 - 2S_{3131} = \frac{a \cosh(\kappa) [\kappa^3(1 + \nu) + \kappa(2 - \nu)] + \sqrt{\kappa^2 - 1} [\kappa^4(1 - \nu) + \kappa^2(\nu - 4)]}{(2 - 2\nu)(\kappa^2 - 1)^{5/2}} \quad (4.68)$$

Afin de connaître la contrainte macroscopique homogénéisée engendrée par la distribution d'inclusions il suffit de faire intervenir la fraction volumique²⁹ du matériau [BRO 71] de sorte qu'au final on peut écrire la norme de la contrainte cinématique moyenne X_{ppt} stockée par les précipités³⁰ :

$$X_{ppt} = M\tau_{ppt} = M\mu \cdot f_v^{bp} \cdot \Omega \cdot \gamma_{ppt}^* = M2\mu \cdot f_v^{bp} \cdot \Omega \cdot \epsilon_{ppt}^* \quad (4.69)$$

Dans le formalisme présenté précédemment, les précipités sont présentés comme des inclusions, or il s'agit en réalité d'inhomogénéités au sens d'Eshelby (modules d'élasticités différents de la matrice). A l'aide de la méthode de l'inclusion équivalente détaillée dans les travaux de Mura [MUR 87], il est possible de décomposer la déformation non relaxée dans les inhomogénéités ϵ_{31}^{**} comme la somme de la déformation non relaxée d'une inclusion ϵ_{31}^* plus la déformation équivalente ϵ_{31}^{eq} représentative de l'écart entre les modules d'élasticités :

$$\epsilon^{**} = \epsilon^* + \epsilon^{eq} \quad (4.70)$$

Puis, en utilisant la méthode de l'inclusion équivalente il est possible d'établir la relation d'équivalence entre la déformation non relaxée dans une inhomogénéité et celle présente dans le cas d'une inclusion similaire³¹

$$\epsilon_{31}^{**} = \frac{2\mu\epsilon_{31}^*}{4(\mu^* - \mu)S_{3131} + 2\mu} = \frac{\mu^*\epsilon_{31}^*}{\mu^* - \Omega(\mu^* - \mu)} = \frac{1}{2} \frac{\mu^*\gamma_{31}^*}{\mu^* - \Omega(\mu^* - \mu)} \quad (4.71)$$

28. De forme prolate.

29. On parle ici des précipités contournés.

30. On remarque que contrairement aux travaux de Proudhon *et al.* [PRO 08], ce n'est pas le module de Young qui intervient mais le module de cisaillement de la matrice.

31. Ici, tout comme pour l'équation (4.63) nous nous intéresserons qu'à la composante non nulle dans le plan de glissement.

On en déduit ainsi, pour des précipités dont la forme est considérée proche d'un ellipsoïde, l'expression de l'écroissage cinématique :

$$X_{ppt} = M \frac{\mu \cdot f_v^{bp} \cdot \Omega \cdot \mu^*}{\mu^* - \Omega (\mu^* - \mu)} \frac{n_{ppt} \cdot \phi \cdot b \cdot \sqrt{3}}{l_{bp}} \quad (4.72)$$

Maintenant, afin de quantifier l'évolution de cet écroissage cinématique une loi d'évolution pour n_{ppt} doit être postulée. Dans les travaux de Proudhon *et al.* [PRO 08], la relation (4.59) sert de base à l'écriture d'une loi d'évolution, elle exprime la proportionnalité entre n_{ppt} et la déformation plastique non relaxée et donc suppose sous forme différentielle ce type d'évolution :

$$\frac{\partial n_{ppt}}{\partial \epsilon^*} = M \frac{l_{bp}}{b\sqrt{3}} \quad (4.73)$$

Si l'on suppose que la variation $\partial n_{ppt} / \partial \epsilon^*$ est similaire à la variation du nombre de boucles avec la déformation plastique [PRO 08], et que l'on souhaite prendre en compte tout comme Sinclair *et al.* [SIN 06] la saturation de l'écroissage cinématique, on a alors :

$$\frac{\partial n_{ppt}}{\partial \epsilon_p} = M \frac{l_{bp}}{b\sqrt{3}} \left(1 - \frac{n_{ppt}}{n_{ppt}^*} \right) \quad (4.74)$$

Adaptation aux essais cycliques

Le formalisme présenté précédemment permet de prendre en compte l'effet de la précipitation dans les lois d'évolution de l'écroissage. Néanmoins, comme il a été expliqué lors de la présentation de l'équation (4.52) le formalisme classiquement employé n'est pas adapté à des essais cycliques mais seulement à des essais de quantification de la contrainte interne. Afin de remédier à ceci, tout comme pour l'équation (4.52) un effet directionnel doit être pris en compte dans l'équation (4.74), il est ainsi proposé :

$$\frac{\partial n_{ppt}}{\partial \epsilon_p} = M \frac{l_{bp}}{b\sqrt{3}} \left(1 - \frac{n_{ppt}}{n_{ppt}^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)} \right) \quad (4.75)$$

où n_{ppt}^* représente une quantité signée par la direction de sollicitation $\dot{\epsilon}_p$. De la même manière, l'effet de l'écroissage isotrope doit être formulé afin de prendre en compte la dépendance du sens de déformation (et donc l'utilisation de p plutôt que ϵ_p), on obtient au final pour l'écroissage isotrope :

$$\begin{cases} \frac{\partial \rho}{\partial p} = M (k_1 \sqrt{\rho} - k_2 \rho) \\ \Delta \sigma_d = M \alpha \mu b \sqrt{\rho} + \rho_{ppt} \\ \sigma = \sigma_0 + R = \sigma_0 + \Delta \sigma_{SS} + \sqrt{\Delta \sigma_d^2 + \Delta \sigma_p^2} \\ \rho_{ppt} = 2\pi |n_{ppt}| \phi N_{bp} \cdot \bar{R}_{bp} \end{cases} \quad (4.76)$$

et pour l'écoulement cinématique :

$$\begin{cases} X_{ppt} = M \frac{\mu \cdot f_v^{bp} \cdot \Omega \cdot \mu^*}{\mu^* - \Omega(\mu^* - \mu)} \frac{n_{ppt} \cdot \phi \cdot b \cdot \sqrt{3}}{l_{bp}} \\ \frac{\partial n_{ppt}}{\partial \epsilon_p} = M \frac{l_{bp}}{b\sqrt{3}} \left(1 - \frac{n_{ppt}}{n_{ppt}^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)} \right) \end{cases} \quad (4.77)$$

A présent, l'apport de la précipitation sur le comportement cinématique de l'écoulement peut donc être pris en compte. Cependant il convient de noter que des travaux sont en cours par l'équipe de B. Devincere, pour confronter des modélisations de type continues comme celle de Brown et Stobbs [BRO 71] à des études en dynamique des dislocations (DDD). Les premiers résultats donnés dans [QUE 09], permettent d'ores et déjà de discuter de la difficulté pour l'approche continue à décrire les interactions à faible distance. Ces conclusions ont été reprises dans les travaux de Han *et al.* [HAN 11] et des modélisations sont proposées afin d'améliorer notamment la descriptions des transitoires élastoplastiques lors d'un changement de direction de sollicitation.

4.3.4 Application et résultats

Bilan et intégration numérique

Dans la section précédente, des lois d'écoulement cycliques à base physique ont été proposées par adaptation des travaux de Sinclair *et al.* [SIN 06] ainsi que Brown et Stobbs [BRO 71], puis sur l'utilisation de l'effet de la précipitation sur le glissement dévié comme proposé par Simar *et al.* [SIM 07, SIM 12].

En couplant ces modélisations aux effets de durcissement (isotropes) présentés lors de la modélisation de la limite d'élasticité, la loi de comportement de notre matériau se définit par (en accord avec le cadre de travail présenté en début de

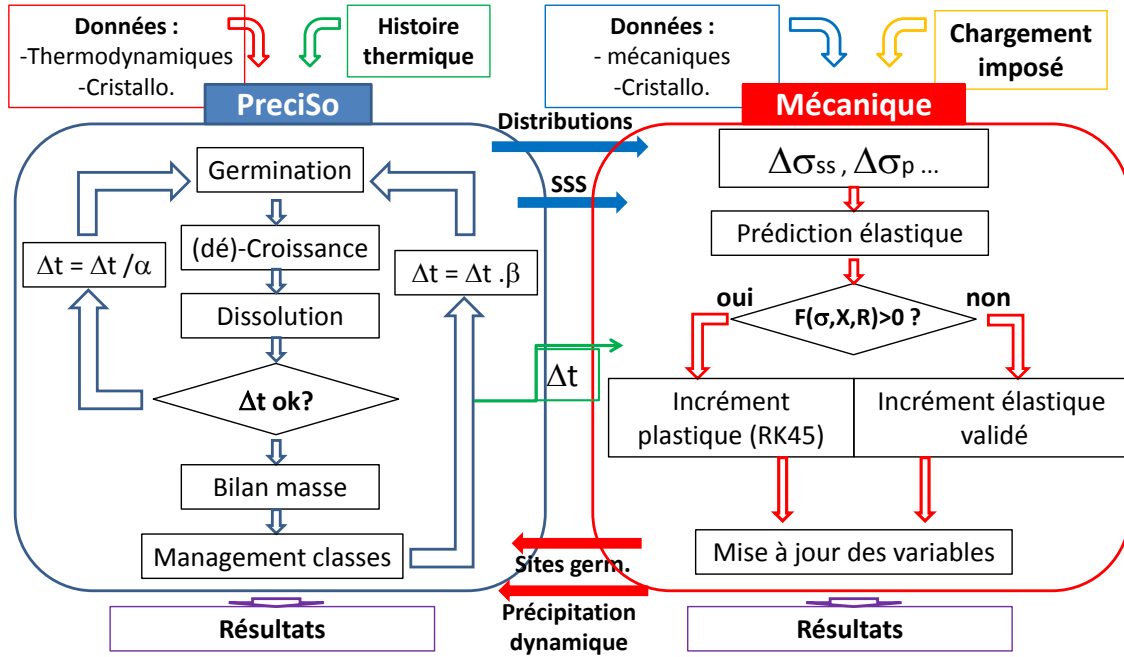


FIGURE 4.19 – Schématisation du problème mécanique et de son couplage avec PreciSo. Le couplage fort est implémenté mais n'est pas appliqué dans le cadre de ces travaux de thèse.

chapitre) :

$$\left\{ \begin{array}{l}
 \dot{\sigma} = E (\dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_p) \\
 \dot{\epsilon}_p = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \sigma} = \dot{\lambda} \text{Sign} (\sigma - X_G - X_{ppt}) \\
 f = |\sigma - X_G - X_{ppt}| - (\sigma_0 + R) \\
 R = \Delta\sigma_{SS} + \sqrt{\Delta\sigma_p^2 + \Delta\sigma_d^2} \\
 \Delta\sigma_d = M\alpha\mu b\sqrt{\rho + \rho_{ppt}} \\
 \frac{\partial \rho}{\partial p} = M \left[k_1\sqrt{\rho} - k_2(\rho)\rho + \frac{k_3}{bD} \left(1 - \left| \frac{n_G}{n_G^*} \right| \right) \right] \\
 k_2(\rho) = k_2^0 \cdot \exp\left(-\frac{\phi}{\sqrt{\rho}L_{bp}}\right) + k_2^p \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{\phi}{\sqrt{\rho}L_{bp}}\right) \right) \\
 \frac{\partial n_G}{\partial \epsilon_p} = \frac{M\lambda_G}{b} \left(1 - \frac{n_G}{n_G^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)} \right) \\
 X_G = \frac{M2\beta\mu b}{D} \cdot n_G \\
 \frac{\partial n_{ppt}}{\partial \epsilon_p} = \frac{M \cdot l_{bp}}{b\sqrt{3}} \left(1 - \frac{n_{ppt}}{n_{ppt}^* \cdot \text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)} \right) \\
 \rho_{ppt} = 2\pi |n_{ppt}| N_{bp}^{bp} \bar{R}_{bp} \phi \\
 X_{ppt} = M \frac{\mu\Omega\mu^*b\sqrt{3}}{\mu^* - \Omega(\mu^* - \mu)} \cdot \phi \cdot \frac{f_v^{bp}}{l_{bp}} n_{ppt} = A_I \cdot \frac{f_v^{bp}}{l_{bp}} n_{ppt} \\
 \dot{p} = |\dot{\epsilon}_p| = \dot{\lambda}
 \end{array} \right. \quad (4.78)$$

Afin d'être intégrée aisément et couplée à la simulation PreciSo (*cf.* fig. 2.17a) la loi de comportement doit être formulée en terme de dérivée temporelle. En se rappelant

des relations $\frac{\dot{\epsilon}_p}{\text{Sign}(\dot{\epsilon}_p)} = |\dot{\epsilon}_p| = \dot{p} = \dot{\lambda}$ et $\frac{\partial |n_{ppt}|}{\partial t} = n_{ppt} \cdot \text{Sign}(n_{ppt})$, on obtient les diverses formes différentielles de la loi de comportement ³² :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\sigma} = E \left[\dot{\epsilon} - \dot{\lambda} \cdot \text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) \right] \\ \dot{\rho} = \frac{\partial \rho}{\partial p} \frac{\partial p}{\partial t} = M \dot{\lambda} \left[k_1 \sqrt{\rho} - k_2(\rho) \cdot \rho + \frac{k_3}{bD} \left(1 - \left| \frac{n_G}{n_G^*} \right| \right) \right] = \dot{\lambda} \cdot A_C \\ \dot{n}_G = \frac{\partial n_G}{\partial \epsilon_p} \frac{\partial \epsilon_p}{\partial t} = \frac{M \cdot \lambda_G}{b} \left[\text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) - \frac{n_G}{n_G^*} \right] \dot{\lambda} = \dot{\lambda} \cdot A_T \\ \dot{X}_G = -\frac{M2\beta\mu b n_G \dot{D}}{D^2} + \frac{M2\beta\mu b}{D} \dot{\lambda} A_T = A_F + \dot{\lambda} \cdot A_G \cdot A_T \\ \dot{n}_{ppt} = \frac{\partial n_{ppt}}{\partial \epsilon_p} \frac{\partial \epsilon_p}{\partial t} = \frac{M \cdot l_{bp}}{b\sqrt{3}} \left[\text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) - \frac{n_{ppt}}{n_{ppt}^*} \right] \dot{\lambda} = \dot{\lambda} \cdot A_J \cdot l_{bp} \\ \dot{X}_{ppt} = A_I \left(\frac{f_v^{ip} l_{bp} - f_v^{bp} l_{bp}}{l_{bp}^2} \right) n_{ppt} + A_I \cdot \left(\frac{f_v^{bp}}{l_{bp}} \right) \dot{n}_{ppt} = A_I \cdot A_O + A_I \cdot \left(\frac{f_v^{bp}}{l_{bp}} \right) A_J \cdot l_{bp} \cdot \dot{\lambda} \\ \dot{\rho}_{ppt} = 2\pi\phi N_{bp} \bar{R}_{bp} \dot{\lambda} \cdot A_J \cdot l_{bp} \cdot \text{Sign}(n_{ppt}) + 2\pi\phi |n_{ppt}| \left(N_{bp}^{ip} \bar{R}_{bp} + N_{bp}^{bp} \dot{R}_{bp} \right) \\ \quad = l_{bp} A_N A_J \dot{\lambda} + A_K \\ \dot{\Delta\sigma}_d = \frac{M\alpha\mu b}{2\sqrt{\rho + \rho_{ppt}}} (\dot{\rho} + \dot{\rho}_{ppt}) = A_R \cdot (A_C + A_N \cdot A_J \cdot l_{bp}) \dot{\lambda} + A_K \cdot A_R \\ \dot{R} = \Delta\dot{\sigma}_{SS} + \left[\Delta\dot{\sigma}_p \Delta\sigma_p + \Delta\sigma_d \cdot A_R \left(A_K + \dot{\lambda} (A_C + A_N \cdot A_J \cdot l_{bp}) \right) \right] / \sqrt{\Delta\sigma_p^2 + \Delta\sigma_d^2} \end{array} \right. \quad (4.79)$$

où l'inconnue principale du problème : le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$, peut être déterminé par la condition de cohérence (cf. eq. (4.3)) :

$$\dot{\lambda} = \frac{\text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) \cdot [E\dot{\epsilon} - A_F + A_I A_O] - \frac{\Delta\sigma_p \Delta\dot{\sigma}_p + \Delta\sigma_d A_K A_R}{\sqrt{\Delta\sigma_p^2 + \Delta\sigma_d^2}} - \Delta\dot{\sigma}_{SS}}{E + \frac{\Delta\sigma_d A_R (A_C + A_N A_J l_{bp})}{\sqrt{\Delta\sigma_p^2 + \Delta\sigma_d^2}} + \text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) \cdot [A_G A_T + A_I f_v^{bp} A_J]} \quad (4.80)$$

et les quantités $\Delta\dot{\sigma}_{SS}$, $\Delta\dot{\sigma}_p \dots$ sont données par PreciSo.

L'intégration du comportement se fait à l'aide d'un module couplé de façon forte (si nécessaire) comme montré en figure 4.19. Le calcul se déroule en deux étapes suivant le comportement de l'incrément de chargement $\Delta\epsilon$ (durant Δt) et les conditions d'écoulement (eqs (4.7)) :

- Un calcul supposé élastique $\sigma^{i+1} = E(\epsilon^{i+1} - \epsilon_p^i)$ est effectué et validé si la surface de charge n'est pas dépassée.
- Si la prédiction élastique est erronée ($f > 0$) le calcul du multiplicateur plastique est effectué puis une intégration de la loi de comportement est réalisée par un algorithme de Runge-Kutta à pas adaptatifs (RK45) implémenté en accord avec les travaux de Hairer *et al.* [HAI 93].

De plus, dans un but d'amélioration de l'intégration numérique l'évolution des densités de dislocations $\dot{\rho} - \dot{\rho}_{ppt}$ a été normalisé par le vecteur de Burger (et donc les densités également $\rho = Z/b$) :

$$\dot{Z} = \dot{\rho} \cdot b \quad (4.81)$$

32. Afin d'alléger l'exposé, de nombreuses variables intermédiaires A_i sont posées.

rendant ainsi les ordres de grandeur dans notre système différentiel plus homogène et améliorant ainsi la résolution.

Hypothèses et constantes d'identification

La loi de comportement présentée dans le précédent paragraphe permet la prise en compte de nombreux phénomènes physiques sur la loi d'écoulement. Néanmoins, cette description détaillée engendre l'ajustement de constantes complémentaires à celles déjà identifiées sur l'évolution de la limite d'élasticité :

- k_1 représentative de l'importance de la multiplication des dislocations par effet forêt.
- k_2^0 , constante liée à la distance d'annihilation entre dislocations en l'absence de précipités.
- k_2^p liée à la distance d'annihilation en présence de précipités.
- k_3 représentative de la multiplication des dislocations par ancrage aux obstacles bidimensionnels.
- n_G^* qui représente le nombre de dislocations maximum stockable aux joints de grains (par plan de glissement).
- n_{ppt}^* nombre maximum de boucles d'Orowan stockables autour des précipités.
- ϕ efficacité du stockage des boucles d'Orowan.
- λ_G distance entre plans de glissement actifs.

D'autres quantités cristallographiques doivent également être renseignées mais leur ordre de grandeur peut être déterminé ou évalué tel que :

- ρ_0 la densité de dislocations initiale. En l'absence de très fortes déformations lors de l'élaboration des éprouvettes³³ et en raison d'éventuels effets de restauration lors des traitements thermiques, la densité de dislocation initiale n'a pas été choisie très élevée $\rho_0 = 10^{12} \text{ m}^{-2}$ tout comme dans [FRI 11], ce qui correspond à un ordre de grandeur pour une éprouvette brute d'élaboration [DEV 10].
- α la constante liant la densité de dislocations au durcissement dans le plan de glissement. Cette constante peut être déterminée expérimentalement [DEV 93] sur des monocristaux et son ordre de grandeur est de 0,3 pour des matériaux CFC [DEV 93]. Ici, elle sera choisie comme étant égale à 0,27 comme dans les travaux de Deschamps et Bréchet [DES 99a].
- D la taille de grain moyenne, des images MEB (*cf.* annexes) ont permis d'obtenir un ordre de grandeur de $D = 200 \mu\text{m}$.
- ν le coefficient de Poisson, il est choisi égal à $\nu = 0,33$ en accord avec les travaux de [SHA 00].

Les autres grandeurs identifiées ou nécessaires pour la modélisation ont pu être précédemment obtenues à partir des simulations de limite d'élasticité (*cf.* table 4.2).

33. Elles ont été prélevées au coeur d'une plaque laminée.

Afin de simplifier la modélisation, le couplage fort entre mécanique et précipitation a été négligé tout comme dans d'autres travaux portant sur la simulation du comportement cyclique d'alliage d'aluminium [HAN 11, COS 09]. De plus, la taille de grains moyenne peut être considérée comme constante lors de nos essais de telle façon que $\dot{D} = 0$. Ainsi le système différentiel (4.79) s'en retrouve grandement simplifié et devient :

$$\begin{cases} \dot{\sigma} = E \left[\dot{\epsilon} - \dot{\lambda} \cdot \text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) \right] \\ \dot{\rho} = M \dot{\lambda} \left[k_1 \sqrt{\rho} - k_2(\rho) \cdot \rho + \frac{k_3}{bD} \left(1 - \left| \frac{n_G}{n_G^*} \right| \right) \right] = \dot{\lambda} A_C \\ \dot{n}_G = \frac{M \cdot \lambda_G}{b} \left[\text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) - \frac{n_G}{n_G^*} \right] \dot{\lambda} = \dot{\lambda} \cdot A_T \\ \dot{X}_G = \frac{M 2 \beta \mu b}{D} \dot{\lambda} A_T = \dot{\lambda} \cdot A_G \cdot A_T \\ \dot{n}_{ppt} = \frac{M \cdot l_{bp}}{b \sqrt{3}} \left[\text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) - \frac{n_{ppt}}{n_{ppt}^*} \right] \dot{\lambda} = \dot{\lambda} \cdot A_J \cdot l_{bp} \\ \dot{X}_{ppt} = A_I \cdot \left(\frac{f_v^{bp}}{l_{bp}} \right) \dot{n}_{ppt} = A_I \cdot \left(\frac{f_v^{bp}}{l_{bp}} \right) A_J \cdot l_{bp} \cdot \dot{\lambda} \\ \dot{\rho}_{ppt} = 2 \pi \phi N_{bp} \bar{R}_{bp} \dot{\lambda} \cdot A_J \cdot l_{bp} \cdot \text{Sign}(n_{ppt}) = l_{bp} A_N A_J \dot{\lambda} \\ \Delta \dot{\sigma}_d = \frac{M \alpha \mu b}{2 \sqrt{\rho + \rho_{ppt}}} (\dot{\rho} + \dot{\rho}_{ppt}) = A_R \cdot (A_C + A_N \cdot A_J \cdot l_{bp}) \dot{\lambda} \\ \dot{R} = \Delta \sigma_d \cdot A_R \dot{\lambda} (A_C + A_N \cdot A_J \cdot l_{bp}) / \sqrt{\Delta \sigma_p^2 + \Delta \sigma_d^2} \end{cases} \quad (4.82)$$

et le multiplicateur plastique est à présent :

$$\dot{\lambda} = \frac{\text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) \cdot E \dot{\epsilon}}{E + \frac{\Delta \sigma_d A_R (A_C + A_N A_J l_{bp})}{\sqrt{\Delta \sigma_p^2 + \Delta \sigma_d^2}} + \text{Sign}(\sigma - X_G - X_{ppt}) \cdot [A_G A_T + A_I f_v^{bp} A_J]} \quad (4.83)$$

Identification

En travaillant sur la courbe TA=560°C, une première partie de l'identification peut être aisément effectuée. En effet dans ces conditions, les équations $\dot{X}_{ppt} - \dot{\rho}_{ppt}$ sont nulles et les variables d'érouissages liées à la précipitation n'ont donc aucun effet. De plus, il vient $k_2^0 = k_2$ (cf. eq. (4.57)). Les constantes à identifier à partir de ce premier essai sont donc k_1 , k_2^0 , k_3 pour la part de l'érouissage qui est isotrope (ajustement sur le durcissement cyclique) et $\lambda_G - n_G^*$ pour l'érouissage cinématique (ajustement sur l'effet Baushinger et la saturation de l'érouissage).

Au vu de l'importance de la taille de grain D devant la distance caractéristique entre dislocations ($D \gg \rho^{-0.5}$, facteur 200), la constante k_3 peut être considérée nulle comme suggérée par Estrin [EST 96]. L'identification mène ainsi à : $k_1 = 87.10^6$, $k_2^0 = 3, 5$, $\lambda_G = 25, 8 \times 10^{-6}$ m et $n_G^* = 1100$ et les résultats obtenus sont de très bonne qualité (hormis dans les premiers stade de l'érouissage) comme en témoigne la figure 4.20. La valeur des constantes identifiées a un ordre de grandeur comparable aux travaux de Sinclair *et al.* [SIN 06] (sur un polycristal de cuivre) excepté pour n_G^* qui est de l'ordre de 7 dans leurs travaux.

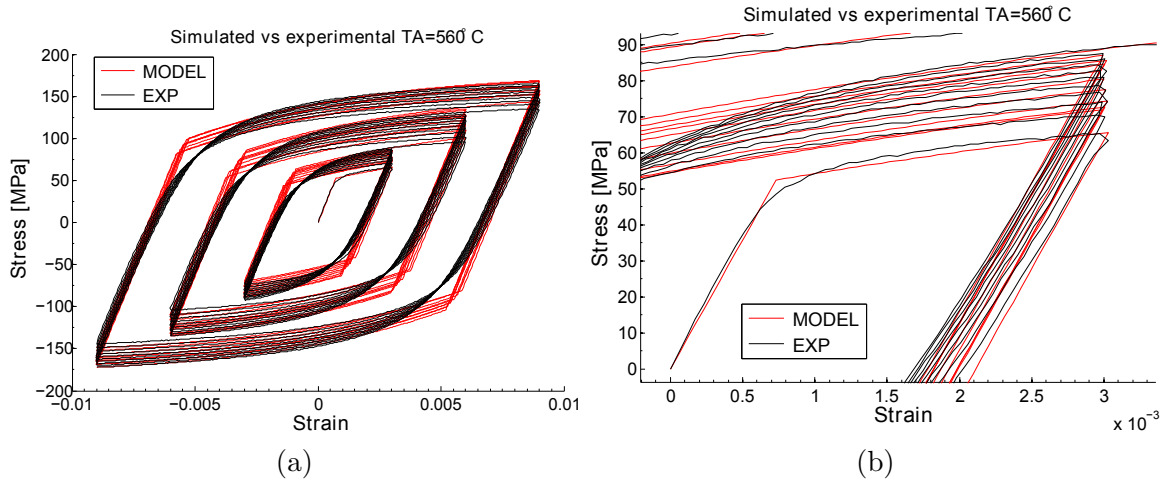


FIGURE 4.20 – (a) Comparaison entre simulation et expérimentation pour un état où la précipitation est dissoute TA=560°C (VR naturelle). (b) Zoom sur les premiers cycles.

Cependant on remarque que la quantité n_G^*b/λ_G , qui représente l'angle de cisaillement par bande de glissement, est du même ordre de grandeur que dans leur travaux.

Dans un second temps, des simulations considérant l'influence de la précipitation négligeable sur l'écoulement plastique ont de nouveau été effectuées (i.e. $k_2^p = \phi = 0$, $n_{ppt}^* = 1$) sur l'état T6 ainsi que sur des états de coalescence modérée TA= 400°C et plus avancée VC= 0, 5°C/s. Le but de ces simulations est d'observer le comportement du modèle lors de l'apparition d'une forte densité de précipités (T6) et lors d'états de précipitation grossière. Les résultats de ces simulations sont présentés en figure 4.21.

Sur ces simulations, il apparaît clairement une capacité du modèle très intéressante vis à vis de la transition d'écrouissage mixte (fig. 4.20) à un écrouissage évoluant vers une contribution de plus en plus cinématique au fur et à mesure qu'une précipitation fine apparaît (VC= 0, 5°C/s, TA= 400°C puis T6). La bonne capacité du modèle à reproduire ces transitions d'écrouissage est une conséquence de la loi d'homogénéisation quadratique qui rend la contribution du durcissement cyclique de plus en plus faible au fur et à mesure que la composante $\Delta\sigma_p$ est importante.

Ces courbes révèlent également deux autres points :

- tout d'abord la très bonne représentation des effets cinématiques, ce qui suggère que la part d'écrouissage cinématique dû à la précipitation est négligeable devant la contribution cinématique X_G .
- On remarque aussi que plus la précipitation est grossière (T6, TA= 400°C, VC= 0, 5°C/s) plus la part isotrope de l'écrouissage est surestimée par le modèle.

Cette dernière remarque conforte la nécessité de prendre en compte le glissement dévié lors de la présence de boucles d'Orowan comme suggéré par Simar *et*

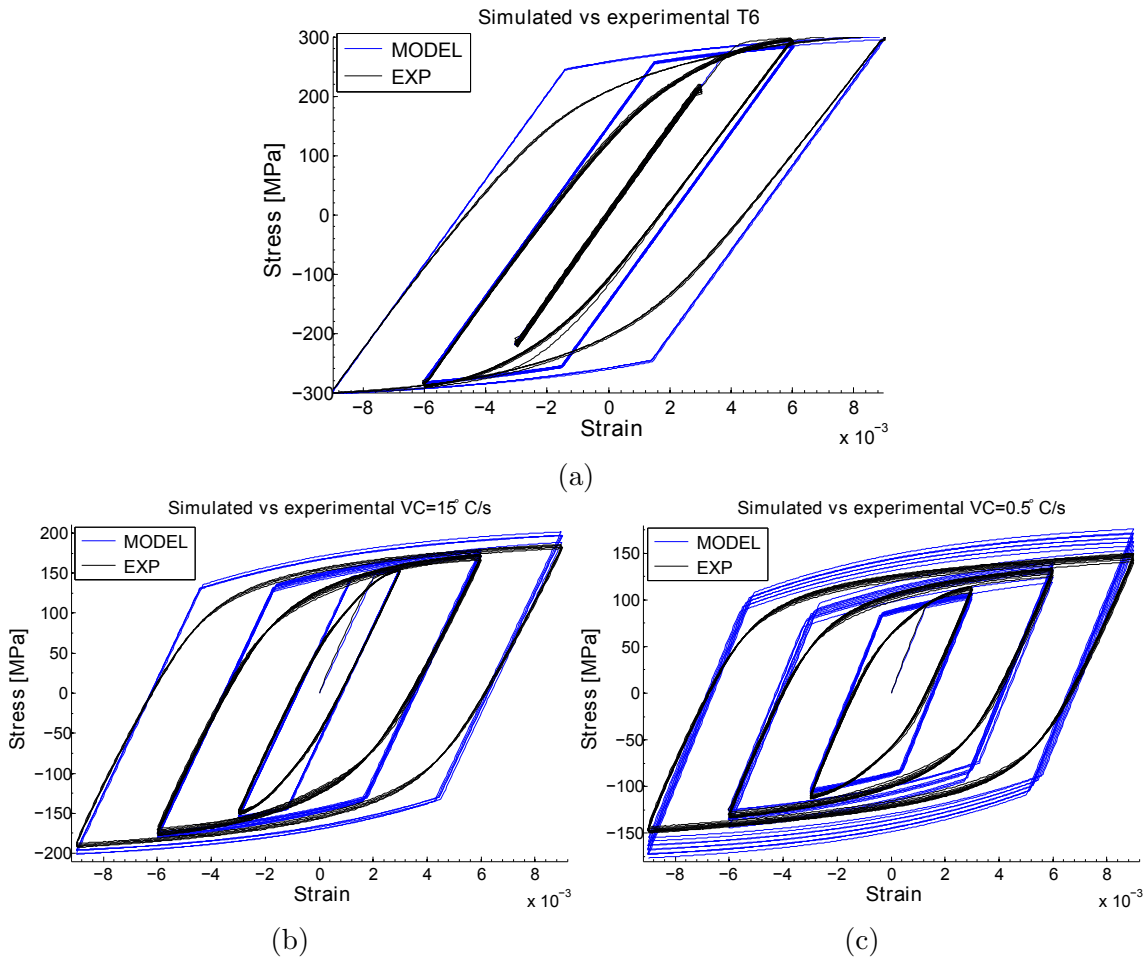


FIGURE 4.21 – Représentation des résultats obtenus dans le cas où les aspects liés à la précipitation sont négligés (lors de l’écoulement plastique, mais pas $\Delta\sigma_p$) dans la modélisation. (a) Pour l’état T6 (b) l’état TA= 400°C (VC= 15°C/s, VR naturelle) et (c) VC= 0,5°C/s (TA= 400°C, VR naturelle).

al. [SIM 06a, SIM 07, SIM 12].

Suite aux remarques précédentes un ajustement des constantes dû à la précipitation ϕ , n_{ppt}^* et k_2^p doit être effectué. Le stockage des boucles d’Orowan n’ayant que très peu d’influence sur l’écrouissage cinématique il a été décidé de poser $\phi = 1$ et ³⁴ $n_{ppt}^* = 10000$ afin d’observer la contribution maximale X_{ppt} que la précipitation peut avoir. La constante k_2^p a été ajustée afin d’augmenter la restauration dynamique dans le cas où les précipités sont grossiers.

Les résultats obtenus avec $k_2^p = 15$ sont présentés en figure 4.22 où l’on remarque l’amélioration des simulations avec la prise en compte du glissement dévié. Par contre, on note un apport négligeable des effets d’écrouissage cinématique liés à la

34. Pour ne pas limiter encore plus la contribution X_{ppt} déjà très faible.

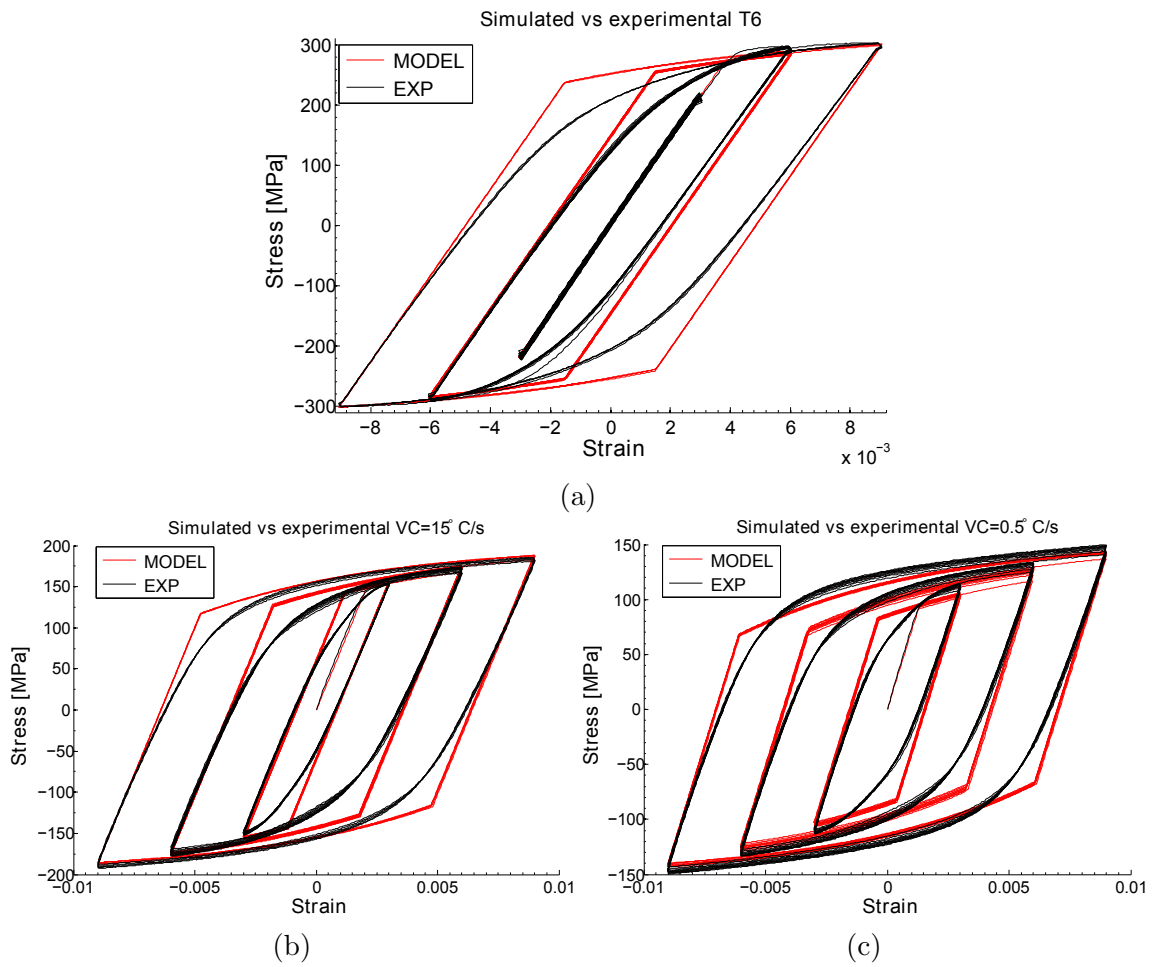


FIGURE 4.22 – Représentation des résultats obtenus dans le cas où la précipitation est prise en compte dans les lois d'écoulement plastique. (a) Pour l'état T6 (b) l'état TA= 400°C (VC= 15°C/s, VR naturelle) et (c) VC= 0,5°C/s (TA= 400°C, VR naturelle).

précipitation.

Résultats complémentaires

La modélisation proposée a été appliquée à tous les essais cycliques présentés en chapitre 3. Les courbes obtenues dans l'étude de la température atteinte TA sont exposées en figure 4.23 en complément des figures 4.20 et 4.22 a. On remarque que les résultats du couplage simulations microstructurales/mécaniques permettent d'obtenir de très bonnes corrélations entre essais cycliques numériques et expérimentaux. Néanmoins, pour l'état $TA=450^{\circ}\text{C}$, la limite d'élasticité simulée est plus faible que dans le cas expérimental et les résultats sont de ce fait moins précis (*cf.* résultats en figure 4.24 où un « fit » de σ_y a été effectué).

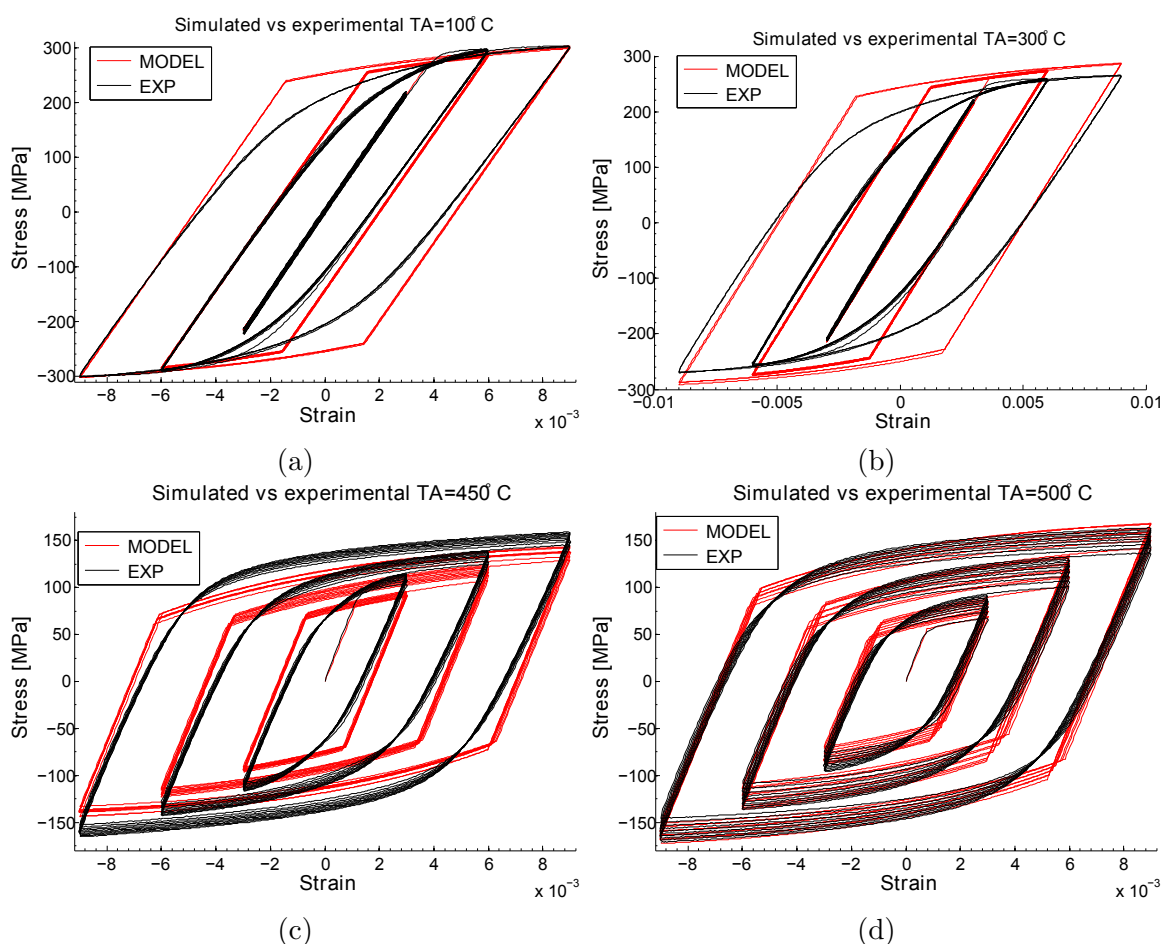


FIGURE 4.23 – Comparaison entre simulations et expérimentations pour (a) $TA=100^{\circ}\text{C}$; (b) $TA=300^{\circ}\text{C}$; (c) $TA=450^{\circ}\text{C}$; (d) $TA=500^{\circ}\text{C}$ (avec $VC=15^{\circ}\text{C/s}$ et VR naturelle).

La figure 4.25 permet de représenter les courbes VC non présentées en figure 4.22(b) et 4.22(c). On remarque également une très bonne corrélation expérimentale/numérique pour ces essais.

Enfin, la dernière figure 4.26 montre que le comportement fourni par cette

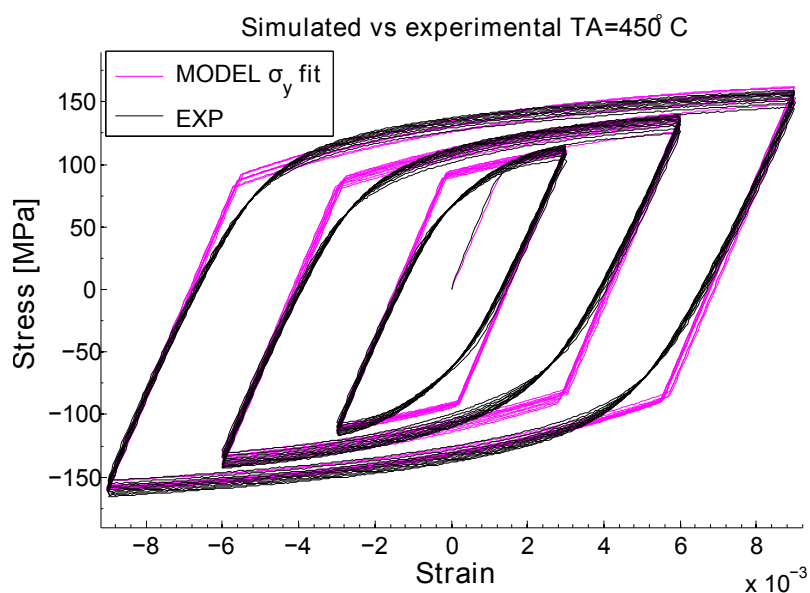


FIGURE 4.24 – Comparaison expérimentale/numérique de l’essai TA= 450°C (VC= 15°C/s, VR naturelle) dans le cas où la limite d’élasticité est ajustée.

modélisation couplée est de plus faible qualité lors de vitesses de refroidissements lentes. Au vu de la très bonne corrélation numérique/expérimentale pour toutes les autres simulations cet aspect a donc été attribué à une quantification approximative du modèle de nucléation lors du refroidissement.

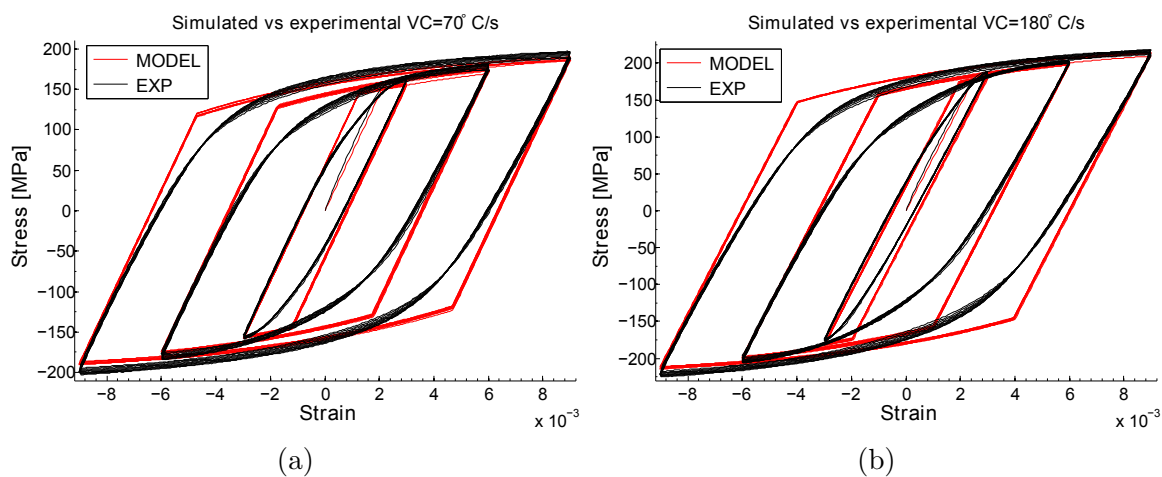


FIGURE 4.25 – Comparaison entre simulations et expérimentations pour (a) VC= 70°C/s et (b) VC= 180°C/s (TA= 400°C, VR naturelle).

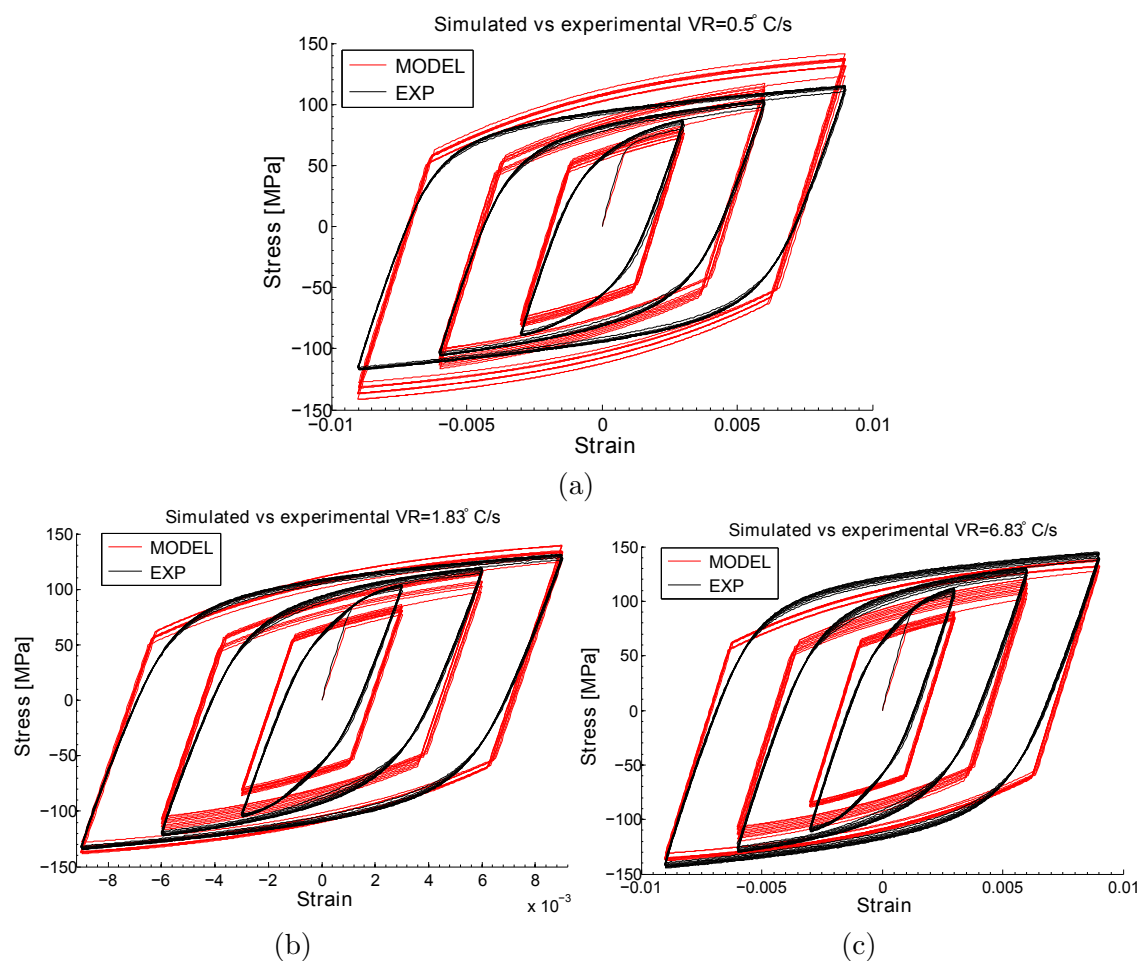


FIGURE 4.26 – Résultats obtenus pour (a) $VR= 0,5^{\circ}C/s$ (b) $VR= 1,83^{\circ}C/s$ (c) $VR= 6,83^{\circ}C/s$ ($TA= 450^{\circ}C$, $VC= 15^{\circ}C/s$).

Discussion et démonstration de la loi d'Amstrong-Frederick

La modélisation proposée est une adaptation pour les essais cycliques et précipités non sphériques de travaux tels que ceux de Sinclair *et al.* [SIN 06], Brown et Stobbs [BRO 71] puis Simar *et al.* [SIM 07, SIM 12] et les paragraphes précédents ont permis de montrer les très bonnes capacités de ce modèle face à une grande variété de comportements élasto-plastiques (figs. 4.23 4.25).

Pour les petites déformations misent en jeu l'impact de la précipitation sur l'écroutissage cinématique X_{ppt} est très peu marqué (quelques MPa) même avec $\phi = 1$ et sans saturation $n_{ppt}^* \rightarrow \infty$ ³⁵. Néanmoins, ce constat devra être confirmé par des études en grandes transformations où le nombre de boucles d'Orowan devrait être plus conséquent. De plus, lors des simulations présentées, une conditions supplémentaire a été imposée $\Delta\sigma_d = \alpha\mu b\sqrt{\rho + \rho_{ppt}} = \alpha\mu b\sqrt{\rho + 0}$ car (i) cette contri-

35. En pratique 10000 est choisit.

bution est très faible (quelques MPa dans le cas le plus favorable) (ii) et car cette contribution induit un léger effet d'adoucissement lors de chaque cycle au moment où $\epsilon \rightarrow 0$ or ceci n'a pas été remarqué expérimentalement.

Les résultats obtenus dans l'étude de la vitesse de refroidissement sont de moins bonne qualité. Cette limitation ne sera pas nécessairement très pénalisante dans l'étude du soudage au vu des très fortes vitesses de refroidissements généralement observées (qui font que l'on reste dans le domaine d'utilisation où le modèle correspond parfaitement aux données expérimentales).

Il convient aussi de noter qu'avec les hypothèses de travail effectuées (*cf.* eqs. (4.82)) les lois d'écouissage cinématique utilisées sont de type Armstrong-Frederick et lorsque $k_2 = cste$ on retrouve la loi de durcissement isotrope de Chaboche (4.9). Cette remarque est intéressante car elle permet de justifier la cohérence physique de modèles phénoménologiques de comportement très utilisés dans la littérature et permet de mettre ce modèle facilement sous forme tensorielle. De plus, les modèles proposés rentrent donc dans le cadre de l'utilisation de potentiels convexes qui assurent le respect de la positivité de la dissipation et donc le respect des principes de la thermodynamique des processus irréversibles [LEM 09].

4.4 Synthèse

Après une première partie à caractère bibliographique, ce chapitre s'est focalisé sur la mise en place d'une modélisation à base physique du comportement élasto-plastique de l'alliage pour une large gamme de traitements thermiques. Le modèle de limite d'élasticité proposé prend en compte de manière complète la distribution de précipités et est adapté à la précipitation durcissante $\beta'' - \beta'$ rendant ainsi les constantes d'identification très proches de leurs valeurs théoriques, ce qui vient valider la description physique des phénomènes. Ce modèle de durcissement a ensuite été appliqué à la modélisation des cartographies de dureté dans un joint soudé et a montré la capacité de ce modèle à une prédiction du comportement que l'on rencontre dans une ZAT. Pour la zone fondue, la dissolution des intermétalliques et Mg_2Si grossiers (*cf.* chap.1) ainsi que la mise en place de la structure de solidification, ne sont pas pris en compte par le modèle et il s'agit donc d'une perspective naturelle de ce travail.

Enfin, la dernière partie a consisté à étendre de manière rigoureuse la modélisation au comportement cyclique de l'alliage. La nature même des essais présentés au chapitre 3 a permis de comprendre les transitions de comportement plastique isotrope/cinématique et une modélisation adaptée a été proposée. Le modèle de comportement ainsi mis en place reproduit de façon très correcte ces transitions de comportements hormis pour l'étude de la vitesse de refroidissement ce qui est toutefois de moindre importance au vu des fortes cinétiques habituellement rencontrées lors du soudage (qui font que l'on reste dans la gamme de très

bonne prédiction du modèle). De plus, le modèle proposé pourrait être encore amélioré afin de décrire de façon plus fine la transition élastique plastique. Bien qu'un couplage fort précipitation/mécanique ait été implémenté ce chapitre s'est limité à la description du comportement élasto-plastique sous couplage faible, cette limitation du modèle pourrait être levée avec l'étude expérimentale de la précipitation dynamique dans les alliages de la série 6xxx comme l'ont proposé des auteurs comme Deschamps *et al.* [DES 12] dans les 7xxx.

Bien que la modélisation présentée soit complexe et fasse intervenir plusieurs coefficients d'ajustement, sa base physique permet à la fois de capter les principaux effets microstructuraux mais aussi de donner un sens aux valeurs identifiées, ce qui facilite par la même occasion l'identification du modèle sans avoir recours à des méthodes inverses (pour un nombre de données expérimentales suffisantes).

Conclusions et perspectives

Synthèse

Ce travail présente, de façon progressive, des éléments de modélisation dans la perspective de mettre à disposition des simulations à base physique pour les alliages de la série 6xxx (initialement à l'état T6). Les modèles proposés sont systématiquement validés et confrontés à l'aide d'expérimentations dédiées et les plus représentatives possibles du procédé de soudage.

Le premier chapitre présente une large campagne expérimentale qui a pour but d'étudier les conséquences du soudage par faisceau d'électrons sur un alliage industriel 6061 initialement à l'état T6. Des caractérisations par microscopie, couplées à des mesures par thermocouples, ont permis de discuter des conséquences induites par le procédé mais aussi, en début de second chapitre, de calibrer une source de chaleur d'une simulation thermique éléments finis.

Ensuite, le couplage d'un modèle métallurgique au modèle éléments finis thermique a permis de montrer qu'une approche isocinétique peut, même si elle ne prend pas en compte tous les phénomènes intervenants lors de la précipitation, représenter de façon correcte l'évolution des contraintes résiduelles pour un procédé mono-passe. Cette validation a été effectuée à l'aide de mesures de déformations résiduelles obtenues sur l'appareil SALSA de l'Institut Laue Langevin.

Les limitations de cette approche ont également été discutées et une nouvelle modélisation de la précipitation dans les alliages de la série 6xxx a été proposée pour le soudage. Cette approche permet de prendre en compte à la fois la morphologie des précipités mais aussi les effets de diffusion à longue distance afin de proposer un outil généraliste pouvant traiter de nombreuses situations complexes. Cette modélisation a été retenue par des partenaires industriels et des développements sont actuellement en cours pour une intégration dans des codes éléments finis commerciaux tels que Sysweld[®] et Morfeo[®].

Les chapitres 3 et 4 ont tout d'abord porté sur la mise en évidence de l'effet de la précipitation sur le comportement de l'alliage (pour des traitements de type soudage) mais aussi sur la modélisation associée. Plusieurs éprouvettes en AA6061-T6 ont subi des cycles anisothermes représentatifs du soudage et des essais cycliques multi-amplitudes ont été appliqués.

Cette campagne expérimentale a permis de mettre en lumière le comportement com-

plexe à l'ambiante des alliages à durcissement structural de la série 6xxx pour divers états de précipitation. Pour l'état T6, une haute limite d'élasticité a été mesurée ainsi qu'un comportement plastique purement cinématique. Au contraire, lorsque l'état de précipitation se dégrade, la limite d'élasticité chute et le comportement plastique de l'alliage est mixte. Des mesures de diffusions aux neutrons aux petits angles (retraitées dans ce travail de thèse) ainsi que des mesures de microscopie en transmission ont permis de coupler une modélisation élasto-plastique originale à des données microstructurales.

Ce nouveau modèle basé sur un formalisme de type Kocks-Mecking-Estrin permet, en plus de représenter correctement ces transitions de comportement, d'attribuer facilement à des mécanismes inter et intragranulaires leurs contributions aux évolutions d'écroissements isotropes et cinématiques. La base physique de ce modèle permet également une identification de la loi de comportement aisée par un simple ajustement manuel.

Perspectives

Deux grands types de modélisation ont été employées et/ou développées dans ce travail : (i) tout d'abord une approche métallurgique phénoménologique (écrouissage isotrope) qui, couplée à des simulations thermiques, permet de donner une bonne estimation des contraintes résiduelles ; (ii) puis une approche à base physique qui permet de représenter de façon précise le comportement cyclique du matériau mais en étant limité à des essais à l'ambiante. Ainsi, la première perspective de ce travail consiste à étendre la modélisation élasto-plastique proposée au chapitre 4 à des essais thermo-mécaniques couplés et de l'appliquer ensuite à la prédiction des contraintes résiduelles. Comme montré dans les travaux de Depradeux [DEP 04], le choix de la nature de l'écrouissage peut avoir un effet sur la prédiction de ces contraintes et il serait intéressant d'observer son effet pour ce type d'alliage. De plus, à l'aide du couplage fort intégré dans PreciSo "précipitation-diffusion chimique" ce type d'étude pourrait également être étendue aux soudures dissimilaires.

La seconde perspective consiste à prendre en compte de manière encore plus précise l'évolution de la précipitation dans ces alliages. Actuellement, seule la population durcissante $\beta'' - \beta'$ est modélisée par une famille équivalente. Or, toutes les phases grossières et intermétalliques/dispersoïdes contribuent au « pompage » d'atomes de solutés en solution, ce qui a un effet sur la cinétique de précipitation lors de leur dissolution ou germination (on notera les récents travaux de [E.P 13] qui apporte d'ores et déjà des éléments intéressants). Bien que la modélisation de la phase durcissante proposée permet d'améliorer l'état des simulations actuelles, en proposant une formulation en bâtonnets, les limitations sont nombreuses : (i) les premiers stades de germination (GP zones) ne sont pas considérés et donc ceci limite l'utilisation pour des effets de maturation post-soudage, (ii) actuellement le facteur d'élancement des précipités est considéré constant hors ceci

n'est pas forcément le cas, des études complémentaires devraient être conduites, (iii) puis dans le même esprit, un travail de fond pourrait également être apporté sur les solutions de Hillert qui ont été ici utilisées sous l'hypothèse de précipités hémisphériques (rendant ainsi la solution de type parabolique).

Du point de vue de la modélisation mécanique à base physique, ces travaux présentent un réel intérêt car ils permettent de décorréliser clairement la part d'écrouissage isotrope et son évolution avec la précipitation. De plus, le modèle proposé capte de manière très correcte les divers phénomènes complexes observés. Néanmoins, l'étude proposée dans ce travail comporte encore de nombreuses limitations : (i) la précipitation dynamique est encore très mal comprise et documentée dans la littérature des alliages 6xxx et ces aspects ont été négligés ici, (ii) la transition de comportement élastique-plastique est mal captée par un modèle de type champ moyen comme celui-ci, (iii) puis on ne peut se satisfaire de l'utilisation intensive du facteur de Taylor comme paramètre de fit dans ces modèles de comportement. Des travaux impliquant des transitions d'échelles doivent être menés pour progresser sur ces points.

Annexe du chapitre 1

Préparation des essais de soudage FE

Lors des mesures effectuées à l'IUT du Creusot, plusieurs plaques ont subi une ligne de fusion afin de pouvoir disposer d'une base expérimentale assez large. Des essais similaires ont été effectués sur plusieurs échantillons afin de disposer de plaques pouvant être étudiées par mesures destructives et non destructives.

Voici en table A.1 un bilan des plaques soudées et la fréquence d'acquisition utilisée. La mesure du temps d'acquisition de l'ensemble « connectique + thermocouples + système acquisition Nimtech FrontDAQ » pour une consigne simulée de 400°C est présentée en figure A.1 et la position des thermocouples en figure A.2.

N° plaque	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Vitesse de la table (m/min)	0,9	0,45	0,45	0,45	0,72	0,72	0,72	0,9	0,9
Fréquence acquisition (Hz)	100	200	200	/	200	/	/	/	/

TABLE A.1 – Plaques soudées à l'IUT du Creusot (le signe « / » signifie que la plaque en question n'a pas été instrumentée).

Tout d'abord, la figure A.2 présente la position des thermocouples utilisés pour les plaques 1 et 5 qui ont été soudées aux vitesses 0,9 m/min et 0,72 m/min contrairement aux autres plaques soudées à la vitesse de 0,45 m/min (plaque 3).

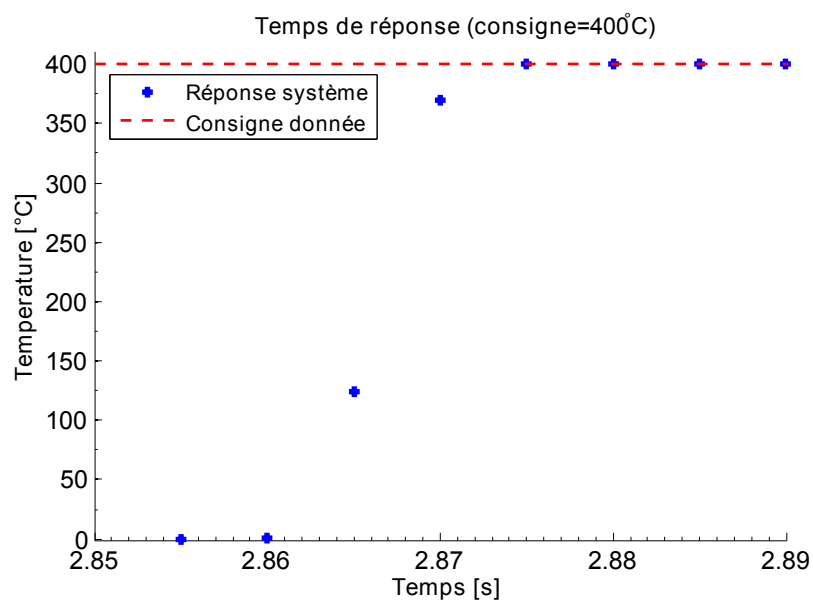


FIGURE A.1 – Temps de réponse du système de mesure de température utilisé lors du soudage FE.

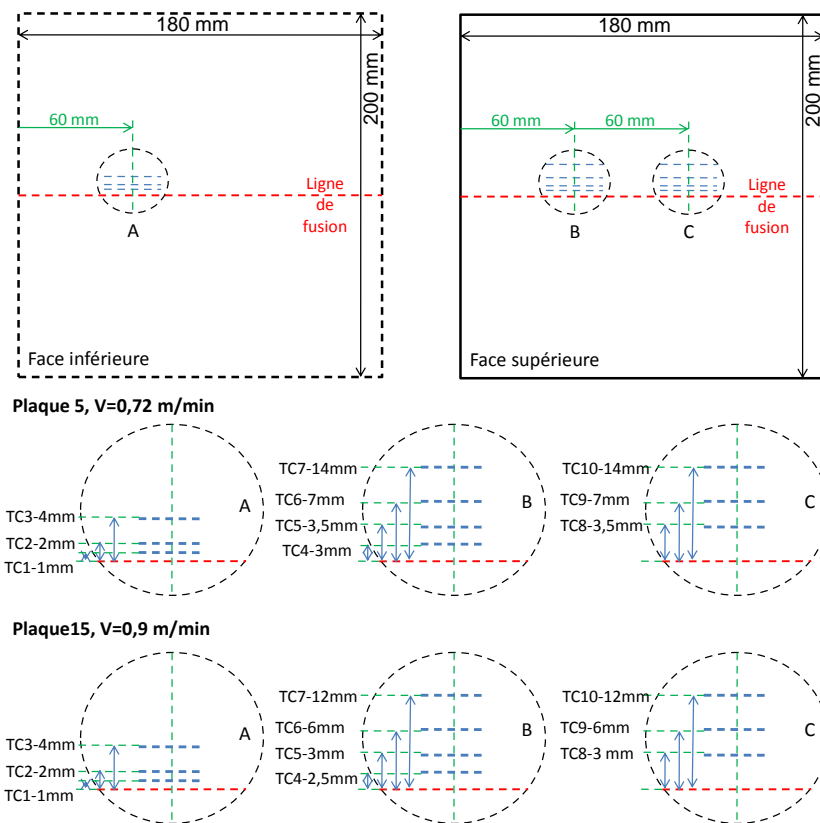


FIGURE A.2 – Position des thermocouples sur la plaque 5 soudée à 0,72 m/min ainsi que la plaque 1 soudée à 0,9 m/min

Mesures de températures par thermocouples

Dans cette partie, des mesures complémentaires à celles contenues dans le rapport sont détaillées. Tout d'abord, les mesures de température pour les plaques 1 et 5 sont présentées en figure A.3 et A.4. Puis, le tableau A.2 présente un bilan des cinétiques de chauffage mesurées. Enfin, en figure A.5 la mesure du thermocouple 4 de la plaque 1 est présentée jusqu'à l'ouverture de la chambre sous vide (on remarque un pic de température à cet instant dont l'origine n'est pas clairement identifiée³⁶).

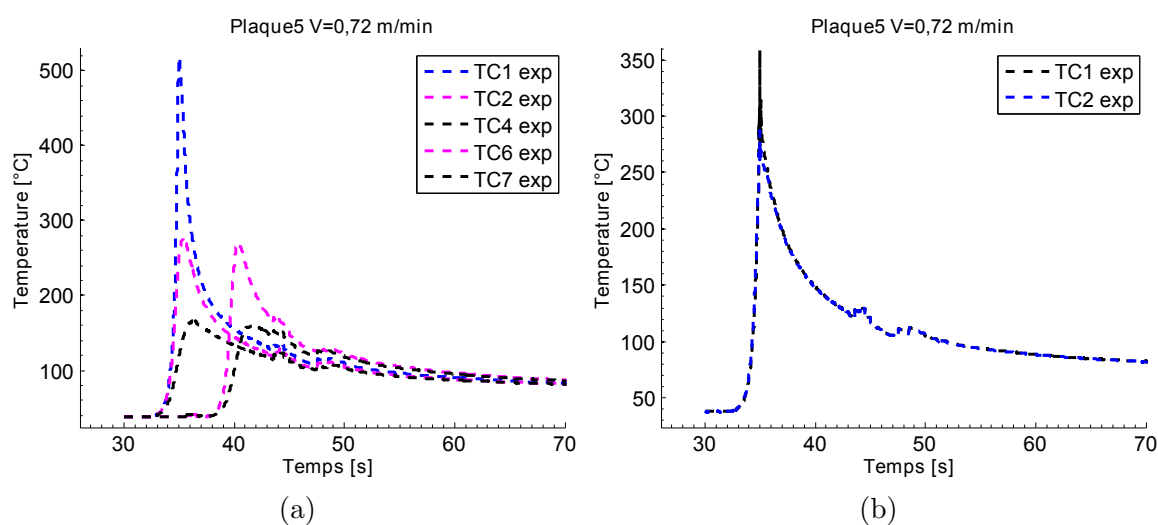


FIGURE A.3 – Mesures obtenues par thermocouples sur la plaque soudée à 0,72 m/min, sur la surface supérieure (A.3a) et sur la face inférieure (A.3b)

36. Probablement l'effet d'un mouvement convectif dû à l'air entrant et de son contact avec le canon à électrons.

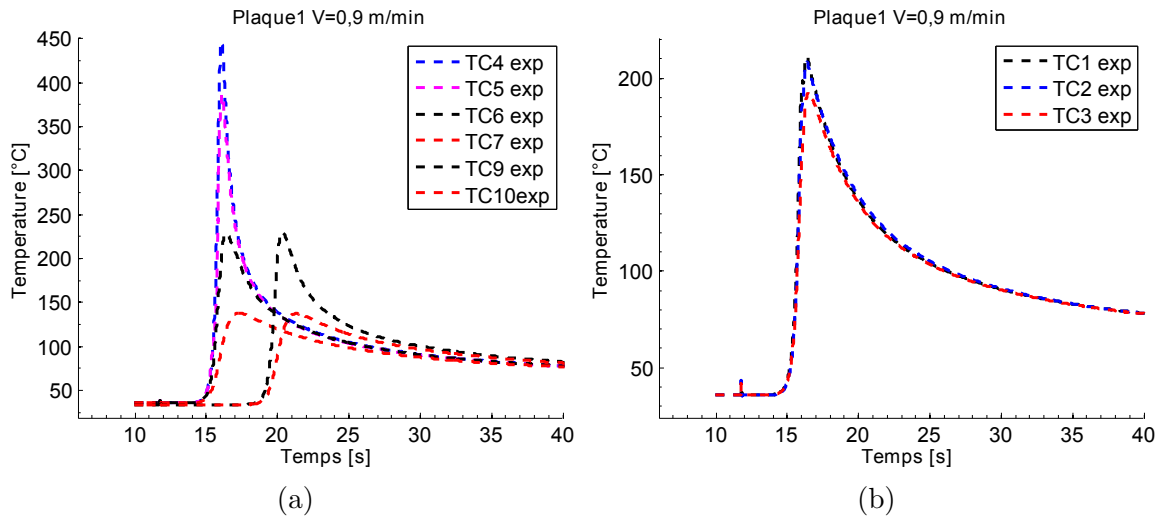


FIGURE A.4 – Mesures obtenues par thermocouples sur la plaque soudée à 0,9 m/min, sur la surface supérieure (A.4a) et sur la face inférieure (A.4b)

TC	Plaque 1, [°C], [°C/s]			Plaque 3, [°C], [°C/s]			Plaque 5, [°C], [°C/s]		
	T	V_C	V_R	T	V_C	V_R	T	V_C	V_R
1	211	165	23,4	409	123	22,6	359	162	28,4
2	208	169	21,1	326	101	19,9	287	159	25
3	193	137	19,2	254	73,7	14,2	X	X	X
4	446	444	80,5	500	158	32,9	519	294	55,5
5	387	358	69,8	438	148	29,9	X	X	X
6	229	176	34,1	289	88,8	18,2	276	150	31,3
7	138	*	*	170	*	*	166	*	*
8	X	X	X	X	X	X	X	X	X
9	230	179	36,5	290	84,8	17,1	271	147	24,6
10	137	*	*	173	*	*	159	*	*

TABLE A.2 – Bilan des cinétiques de chauffage et refroidissement mesurées sur les plaques instrumentées. La vitesse de chauffage est définie entre 50°C et la température maximale atteinte, la vitesse de refroidissement est définie entre le maximum et 150°C. Les vitesses V_C et V_R n'ont pas été mesurées pour les thermocouples loin de la zone de fusion (noté avec *) où la température maximale est voisine de 150°C. Les thermocouples (TC) qui se sont détachés durant l'essai sont notés à l'aide d'une croix.

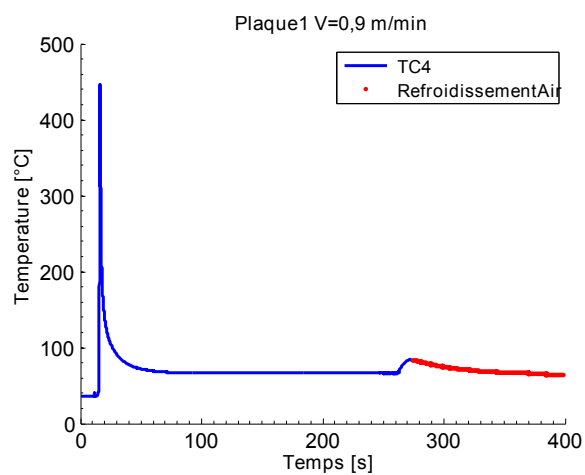


FIGURE A.5 – Mesure du thermocouple 4 de la plaque 1 jusqu'à l'ouverture de la chambre sous vide.

Compléments sur les macrographies

Compléments de mesures pour les macrographies en figure 1.14. Mesure de la ZF et de la ZAT (en millimètres).

Position depuis face inférieure	$V = 0,45$ m/min	$V = 0,72$ m/min	$V = 0,9$ m/min
$h = 4$ mm	0,35	0,31	0,3
$h = 10$ mm	0,81	0,63	0,60
$h = 16$ mm	1,30	1,19	1,02

TABLE A.3 – Mesures du rayon de la ZF pour les lignes transversales investiguées par diffraction de neutrons.

Position depuis face inférieure	$V = 0,45$ m/min	$V = 0,72$ m/min	$V = 0,9$ m/min
$h = 4$ mm	1,58	1,23	1,10
$h = 10$ mm	3,51	3,04	2,75
$h = 16$ mm	5,5	5,2	4,4

TABLE A.4 – Mesures du rayon de la ZAT (apparente) pour les lignes transversales investiguées par diffraction de neutrons.

Préparation échantillons MEB

Après découpe, les échantillons ont suivi la séquence de polissage progressif afin d'obtenir une surface la plus dépourvue de rayures possible, mais aussi, pour annuler l'érouissage de surface potentiellement présent lors d'un polissage grossier. La séquence utilisée est la suivante :

- tapis au carbure de silicium (SiC) de taille 600 pour la planéité.
- SiC 1200 quelques minutes.
- SiC 2500 quelques minutes jusqu'à une apparence de quasi-miroir.
- Pâte diamantée $3\mu\text{m}$ sur drap Trident environ 2 min.
- Pâte diamantée $1\mu\text{m}$ sur drap Trident environ 1 min.
- Suspension de silice colloïdale, $0,05\mu\text{m}$ (solution MasterMet2) durant 1 min.

Entre chaque étape de ce polissage un nettoyage est effectué à l'éthanol afin de s'affranchir des impuretés provenant des étapes précédentes. Ensuite, un bain à ultrasons permet le décollement des éventuelles inclusions de silice colloïdale, puis un collage sur plot métallique est effectué à l'aide d'une laque d'Argent conductrice.

Analyses chimiques et phases grossières

Les phases claires et sombres observées par MEB ont été associées dans ce mémoire à la présence d'intermétalliques au fer et à des précipités grossiers Mg_2Si conformément aux données de la littérature. Les analyses chimiques DRX (Diffraction de Rayons X) présentes en figure A.7 viennent confirmer ces analyses.

Une analyse chimique sur coupe longitudinale permet aussi de distinguer la démarcation entre ZF et ZAT vis à vis de la répartition des intermétalliques au fer moins grossiers dans la ZF (cf. fig. A.6).

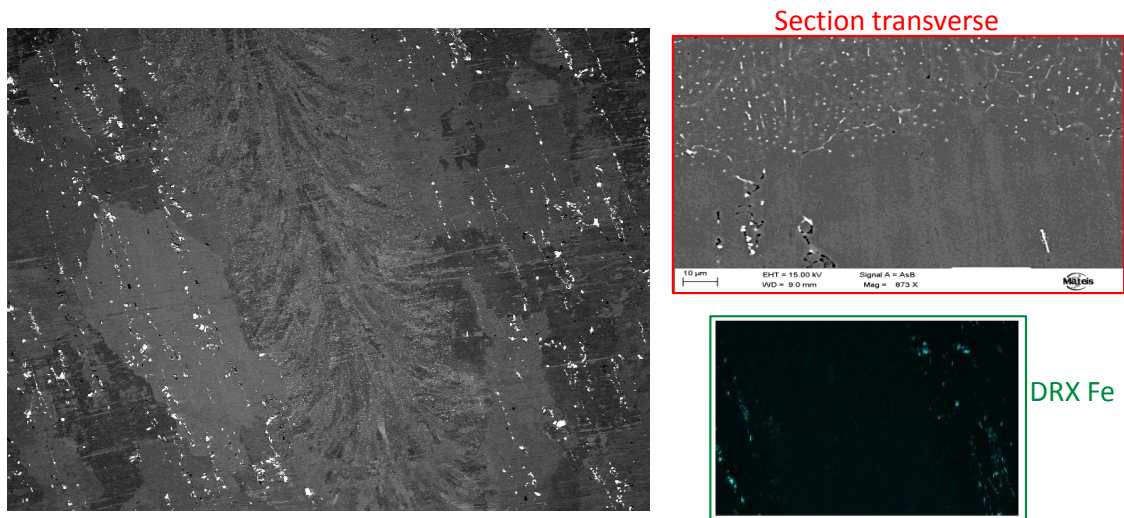


FIGURE A.6 – Dissolution des intermétalliques grossiers lors du soudage.

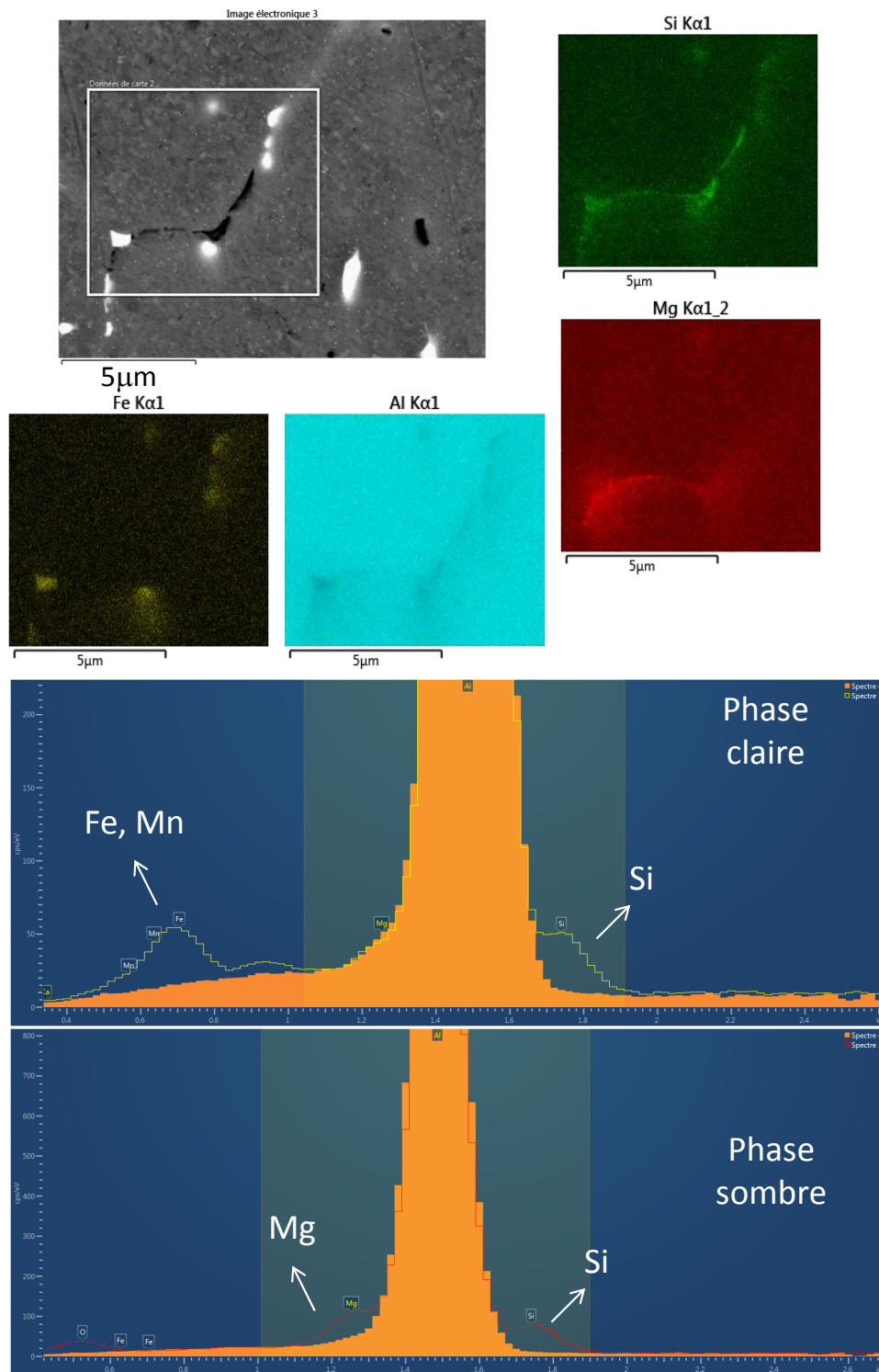


FIGURE A.7 – Analyse chimique effectuée sur un ensemble de phases grossières. Spectres de diffraction présentant la matrice (orange) et la phase en question (spectre filiforme).

Mesure de désorientation KAM

En complément des mesures EBSD présentées dans le rapport, une cartographie de désorientations locales KAM (Kernel Average Misorientation) est montrée en figure A.8, elle représente la déformation moyenne d'un pixel par rapport à ses voisins. Aucune désorientation intragranulaire marquée est observée (quelques désorientations sont présentes mais leur disposition régulière témoigne seulement d'un effet induit par la préparation de l'échantillon). Cela confirme la bonne disposition de l'échantillon pour la mesure de déformations résiduelles : pas de texture marquée et pas d'hétérogénéités intragranulaires marquées (qui sont représentatives des contraintes d'ordre II et III non mesurées par diffraction de neutrons).

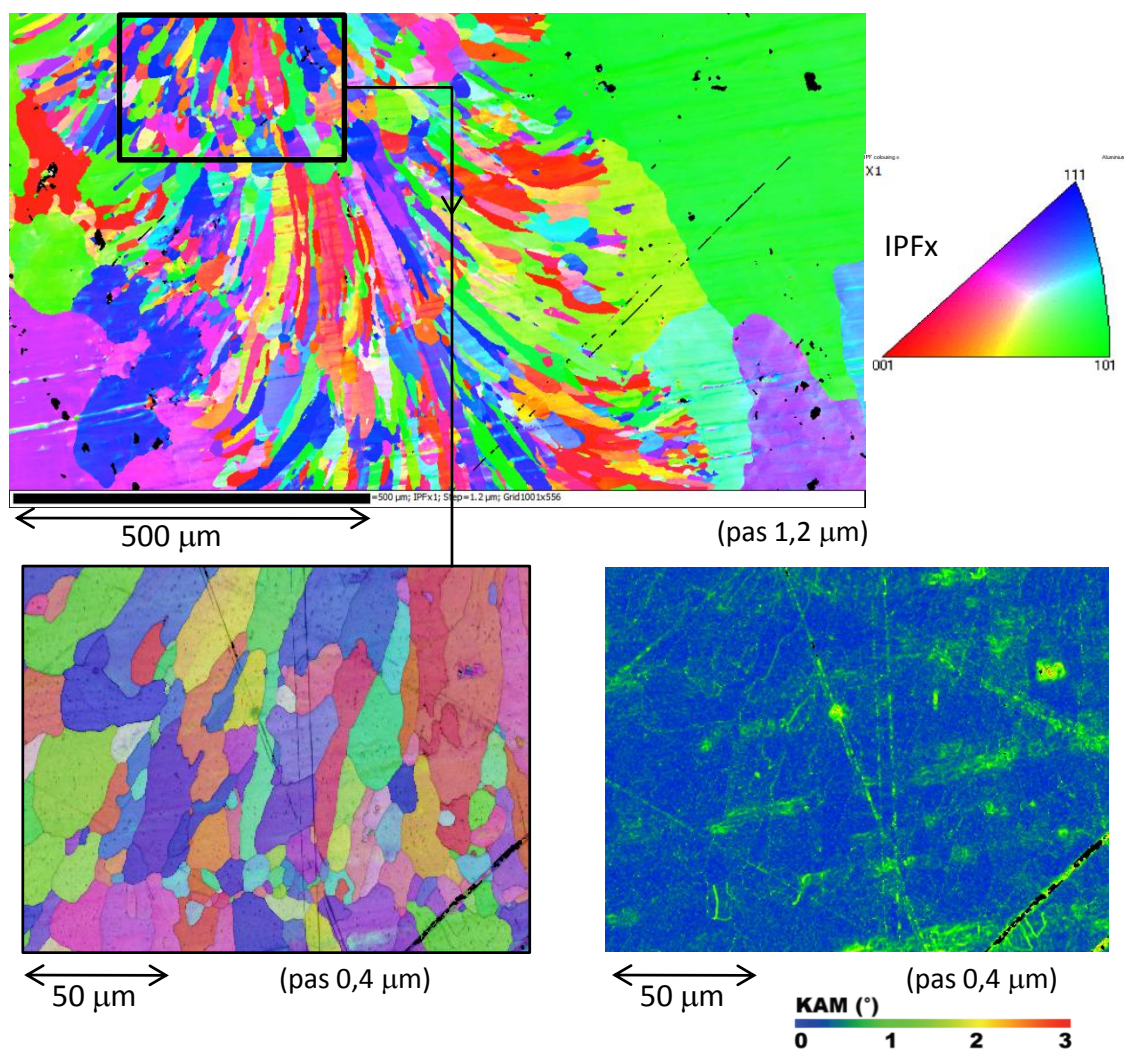


FIGURE A.8 – Cartographie EBSD d'une coupe longitudinale ($V = 0,9$ m/min) et mesure de désorientation locale associée à un zoom sur la ZF.

Mesures de dureté

Les mesures de dureté présentées au premier chapitre ont été effectuées à l'aide d'un dispositif semi-automatique présenté en figure A.9. Sur cette même figure est représenté une mesure de dureté ainsi que l'échelle et la valeur de dureté correspondante à cette mesure.

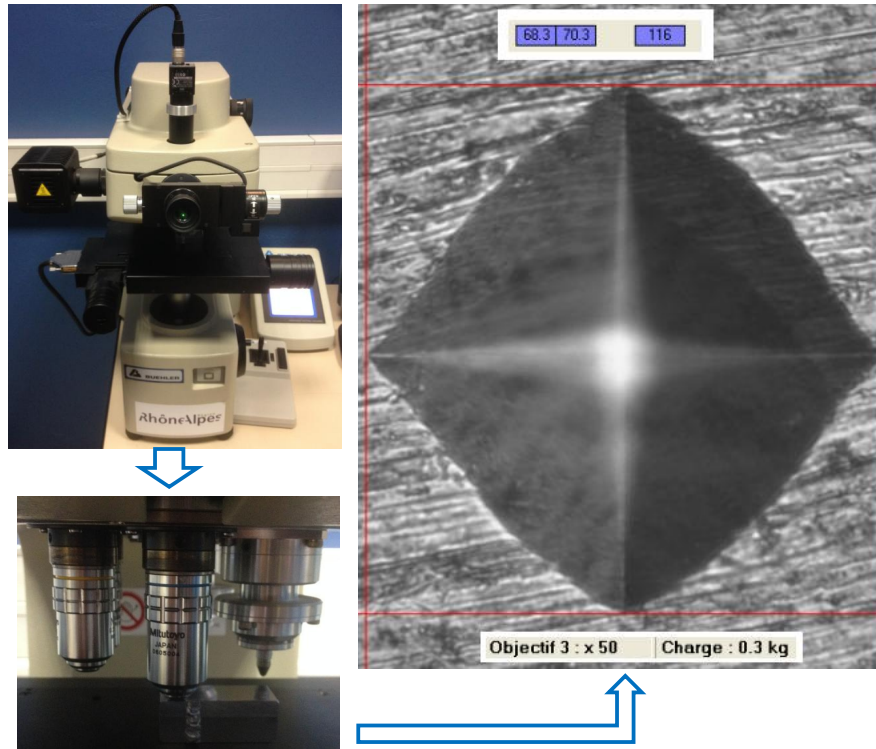


FIGURE A.9 – Appareil BUEHLER OmniMet HMS utilisé pour la mesure de dureté et représentation d'un résultat obtenu.

Mesures à l'ILL et ajustement des pics de diffraction

Les déformations résiduelles présentées dans le corps de cette thèse en figure 1.27 sont extraites d'une série de mesures présente dans ces annexes en figures A.12 et A.13. Les résultats en terme d'angle de diffraction sont obtenus à partir de l'ajustement d'une fonction gaussienne sur le « pic » de diffraction grâce à l'intégration des mesures du détecteur SALSA (cf. illustrations en figures A.10 et A.11) Ensuite, par différentiation de la loi de Bragg, on peut en déduire les déformations

résiduelles. En effet, en considérant constante la longueur d'onde λ on a :

$$\begin{cases} 2.d.\sin(\theta) = \lambda \\ 2.(\delta d.\sin(\theta) + d.\cos(\theta).\delta\theta) = 0 \\ \epsilon = \delta d/d = -0,5.\cotan(\theta).\delta 2\theta \end{cases} \quad (4.84)$$

Enfin, les contraintes (en figures A.14 et A.15) peuvent être obtenues à partir de l'application de la loi de Hooke³⁷. Les barres d'erreurs sont une conséquence de la sommation des erreurs modérées dans les directions normales et transversales avec la direction longitudinale où l'erreur est plus importante.

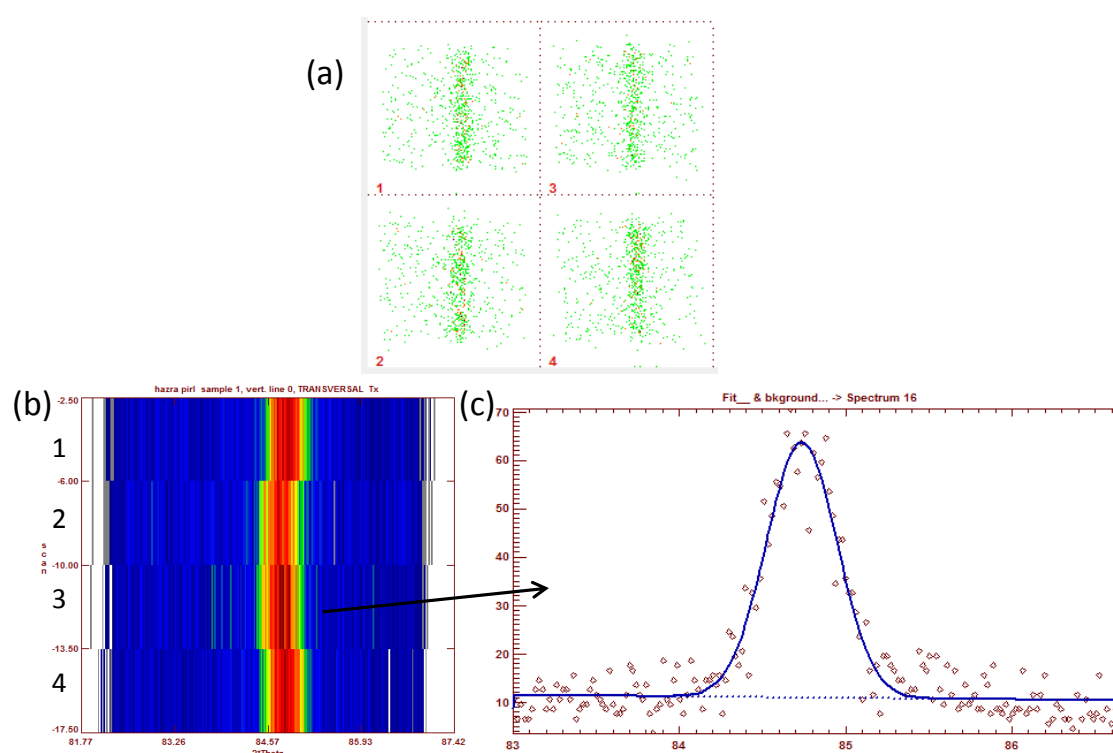


FIGURE A.10 – (a) Mesures sur le détecteur pour quatre positions, (b) intensité intégrée (c), ajustement par une gaussienne d'un des pics (bruit de fond considéré linéaire).

37. Il convient de noter que les mesures de déformations n'ont pas été tout à fait effectuées aux mêmes points dans les trois directions et donc une interpolation par spline cubique (naturelle) a été utilisée afin de palier à ceci.

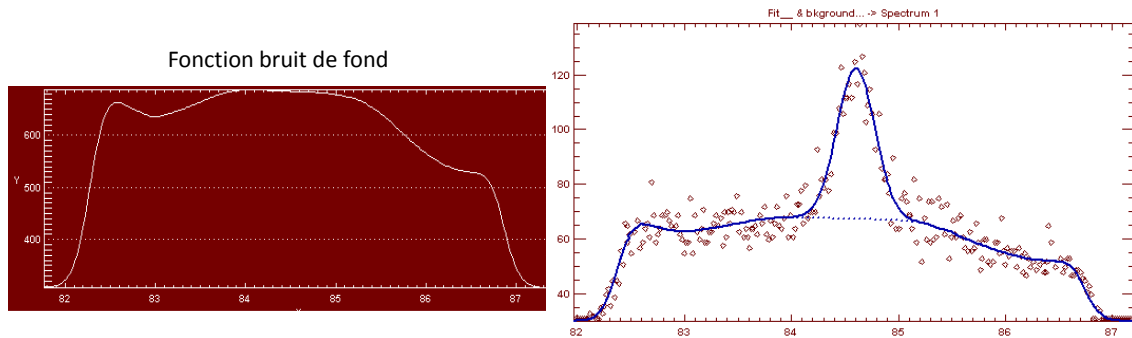


FIGURE A.11 – (a) Fonction bruit déterminée expérimentalement, (b) utilisation pour l'ajustement par une gaussienne sur un pic bruité.

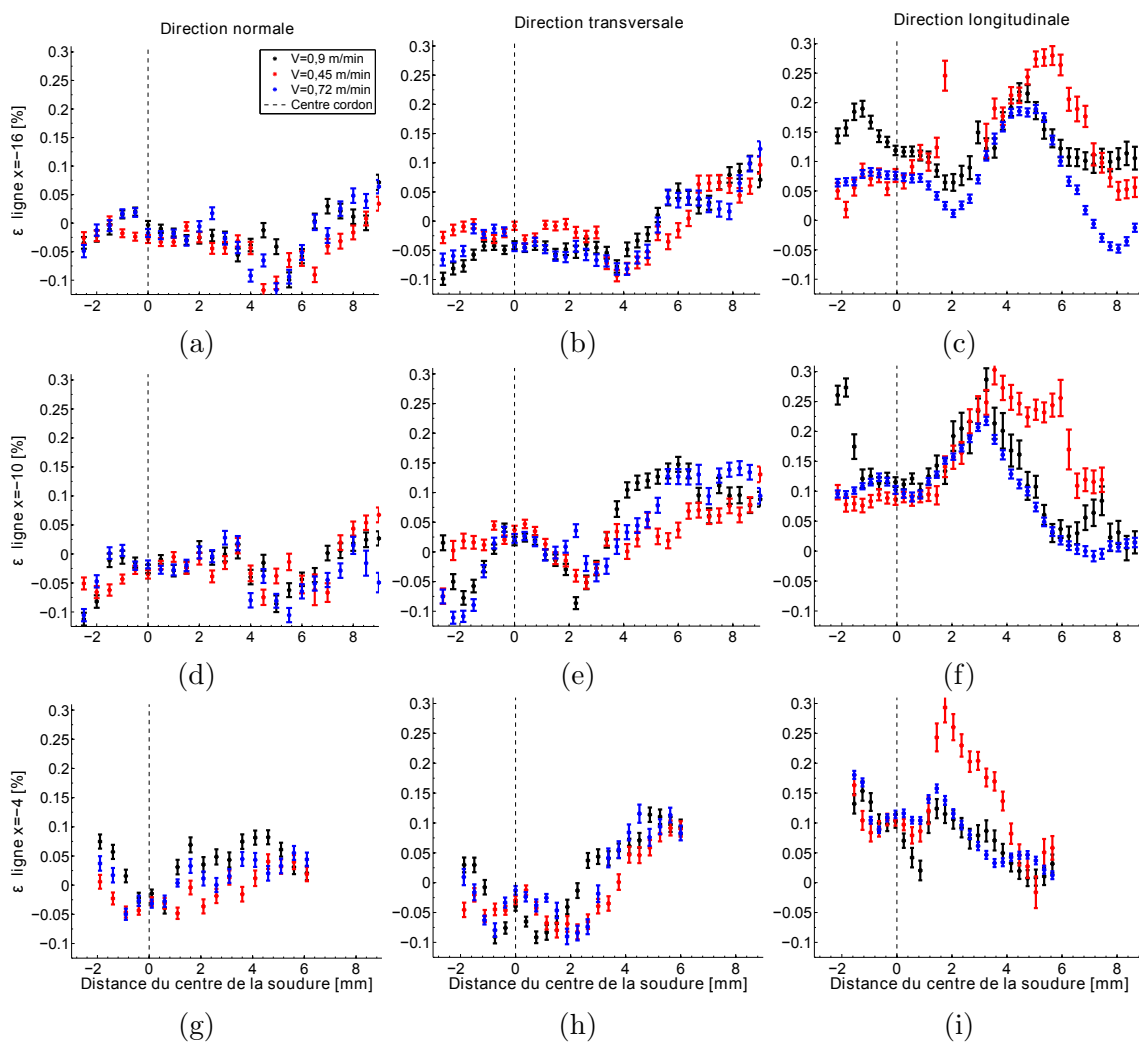


FIGURE A.12 – Résultats de déformations résiduelles obtenues à l'ILL pour trois plaques soudées à trois vitesses différentes pour les « scans » transverses.

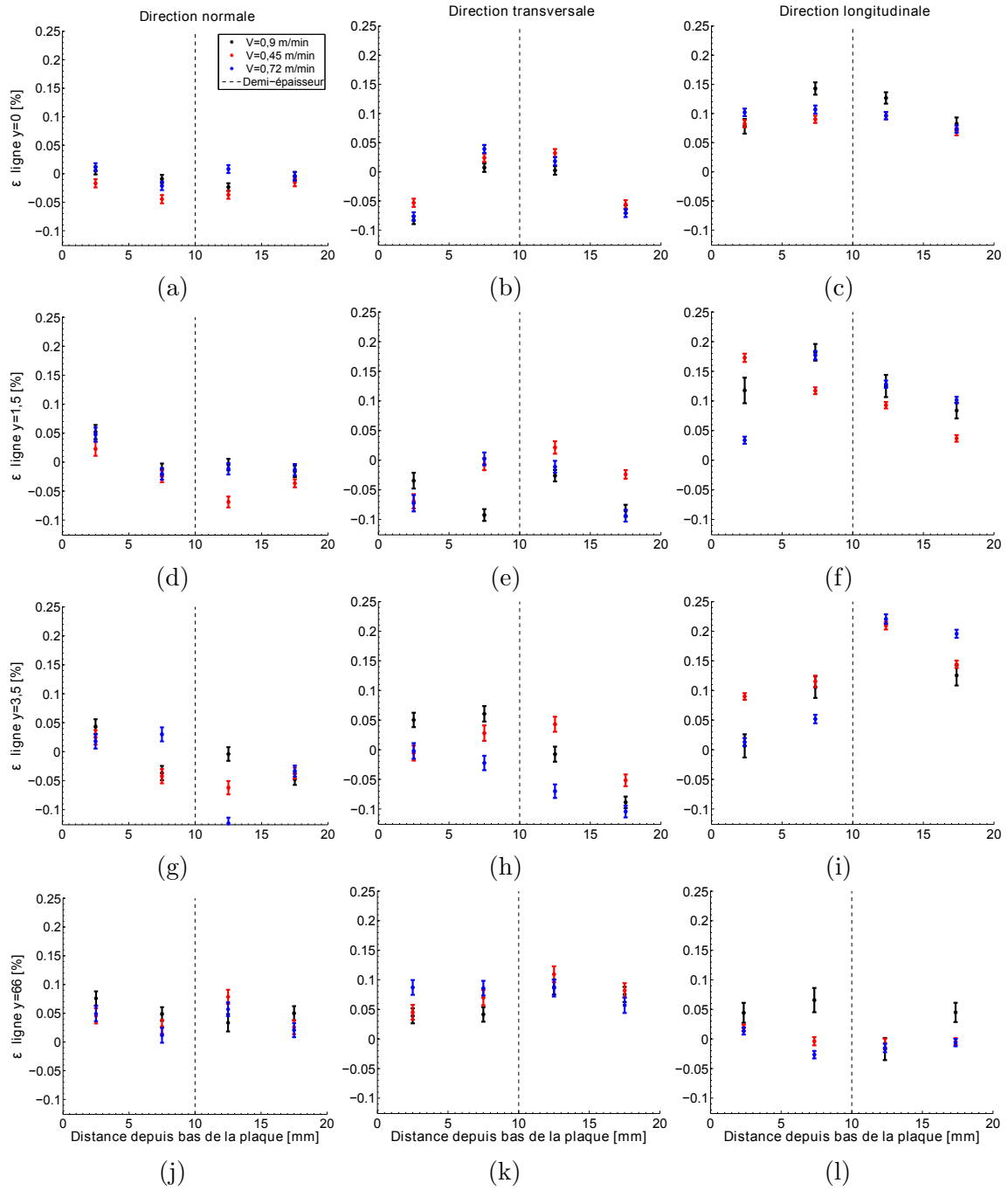


FIGURE A.13 – Résultats de déformations résiduelles obtenues à l'ILL pour trois plaques soudées à trois vitesses différentes pour des mesures dans l'épaisseur.

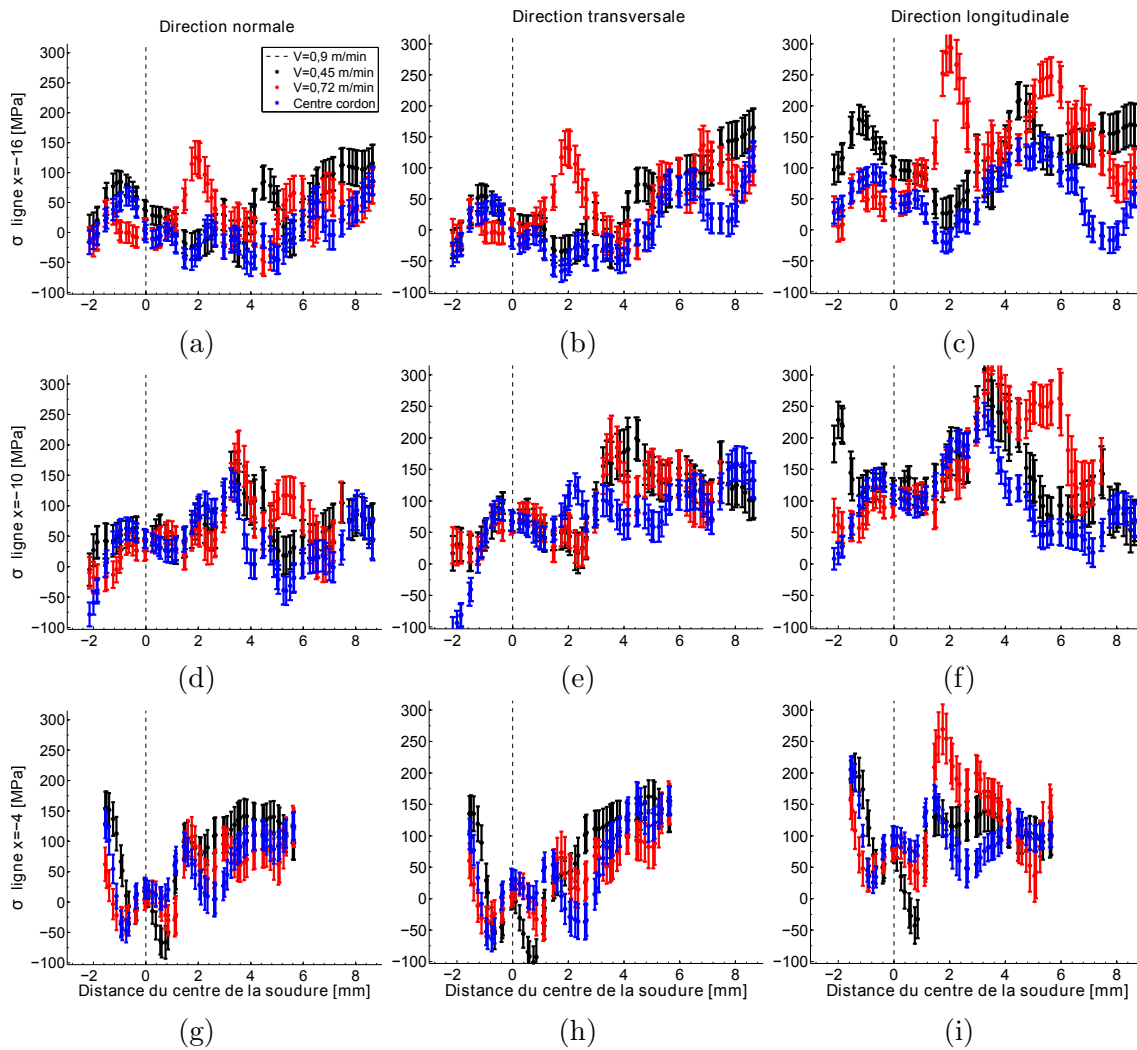


FIGURE A.14 – Résultats de déformations résiduelles obtenues à l'ILL pour trois plaques soudées à trois vitesses différentes pour les « scans » transverses.

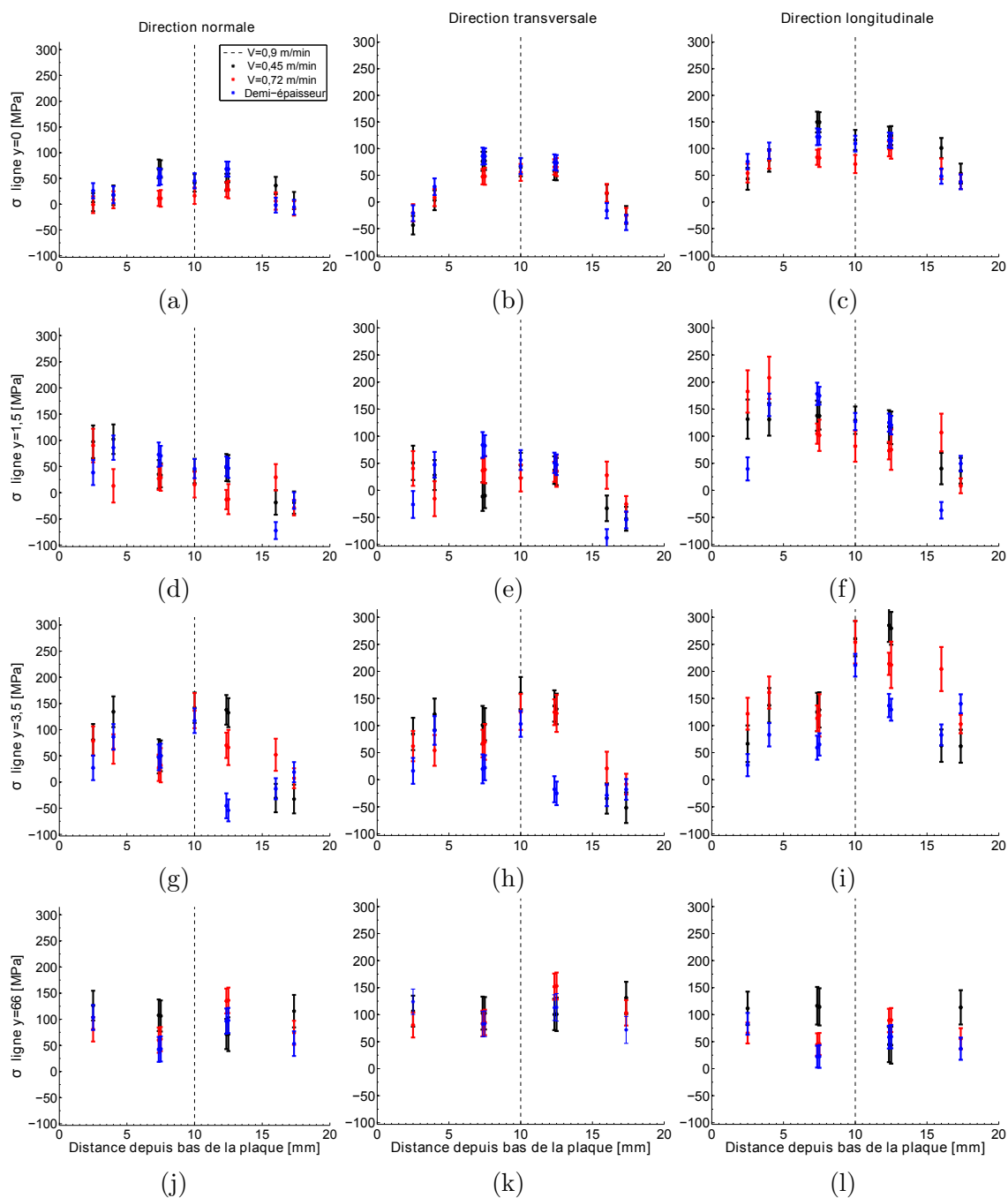


FIGURE A.15 – Résultats de déformations résiduelles obtenues à l'ILL pour trois plaques soudées à trois vitesses différentes pour des mesures dans l'épaisseur.

Annexe du chapitre 2

Evolution des proportions de phases du modèle iso-cinétique

Afin de donner au lecteur des éléments de compréhension supplémentaires, un exemple d'évolution des proportions de phases du modèle de dissolution présenté en eq. (2.12) est donné dans cette annexe en fig. B.1

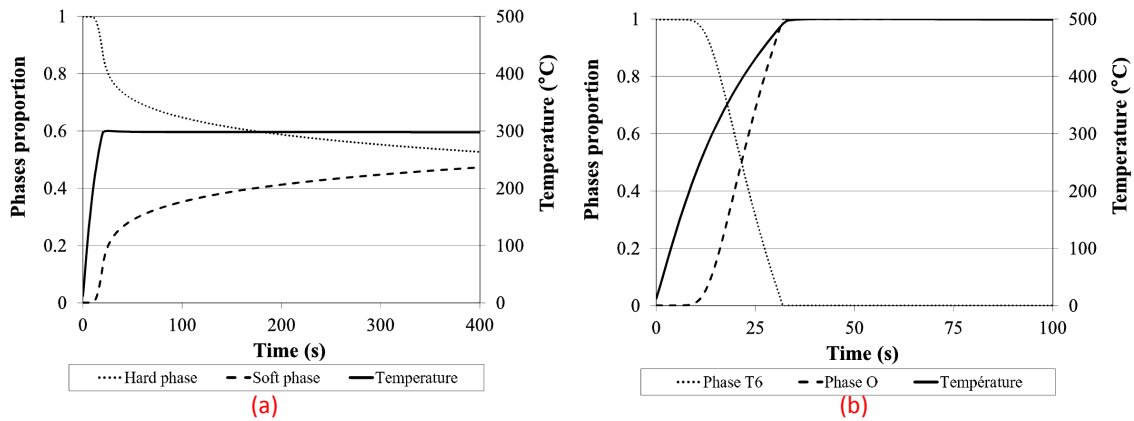


FIGURE B.1 – Evolution des proportions de phases du modèle de dissolution pour des isothermes à (a) 300°C et (b) 500°C.

Facteur de Zeldovich pour des bâtonnets

Le facteur de Zeldovich [ZEL 43] est un coefficient introduit dans la théorie de la germination afin d'obtenir une solution analytique au problème du flux de germe présenté en équation (2.22) [PER 07]. Sa forme générale est :

$$Z = \sqrt{\frac{-1}{2\pi k_b T} \left. \frac{\partial^2 G}{\partial n^2} \right|_{n=n^*}} \quad (4.85)$$

Afin d'effectuer la dérivation dans cette équation, il est nécessaire d'écrire en fonction du nombre d'atomes composants un germe n . Tout d'abord, rappelons la forme de ΔG en fonction de r (le rayon du bâtonnet) :

$$\Delta G(r) = \delta g \pi r^3 (\xi - 2/3) + \gamma 2\pi r^2 \xi \quad (4.86)$$

or on a $Volume = n.V_{mol}^p = \pi r^3 (\xi - 2/3)$ donc :

$$r = \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{1/3} \quad (4.87)$$

A présent, on peut remplacer dans cette expression (4.86) le rayon par son expression en fonction de n et on obtient :

$$\begin{cases} \Delta G(n) = \delta g \pi \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{3/3} (\xi - 2/3) + \gamma 2\pi \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{2/3} \xi \\ \Delta G(n) = \delta g.n.V_{mol}^p + 2\gamma\pi\xi \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{2/3} \end{cases} \quad (4.88)$$

On dérive cette expression une première fois :

$$\Delta G(n) = \delta g.n.V_{mol}^p + 2\gamma\pi\xi \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{2/3} \quad (4.89)$$

et on obtient :

$$\frac{\partial \Delta G(n)}{\partial n} = V_{mol}^p \delta g + 2\gamma\pi\xi \frac{2}{3} \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{-1/3} \frac{V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \quad (4.90)$$

On prend à présent la dérivée ci dessus que l'on dérive par rapport à n et on a :

$$\frac{\partial^2 \Delta G(n)}{\partial n^2} = 0 - \frac{2\gamma\pi\xi 2/3 V_{mol}^p}{3\pi (\xi - 2/3)} \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{-4/3} \frac{V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \quad (4.91)$$

et donc :

$$\frac{\partial^2 \Delta G(n)}{\partial n^2} = \frac{-4\gamma\xi (V_{mol}^p)^2}{\pi (3\xi - 2)^2} \left(\frac{n.V_{mol}^p}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{-4/3} \quad (4.92)$$

Pour le calcul du facteur de Zeldovich on doit évaluer la dérivée seconde au point où $n = n^*$, il nous faut donc l'expression de n^* . Pour ceci, il suffit d'écrire le volume d'un précipité :

$$n^* V_{mol}^p = (\xi - 2/3) \pi (r^*)^3 \quad (4.93)$$

d'où :

$$n^* = \frac{(\xi - 2/3) \pi (r^*)^3}{V_{mol}^p} \quad (4.94)$$

Si on introduit cette expression dans eq. (4.92) alors on a :

$$\left. \frac{\partial^2 \Delta G(n)}{\partial n^2} \right|_{n=n^*} = \frac{-4\xi\gamma (V_{mol}^p)^2}{\pi (3\xi - 2)^2} (r^*)^{-4} \quad (4.95)$$

et en utilisant eq. (4.95) dans eq. (4.85) :

$$Z = \sqrt{\frac{-1}{2\pi k_b T} \frac{\partial^2 \Delta G(n)}{\partial n^2} \Big|_{n=n^*}} = \sqrt{\frac{4(r^*)^{-4} \xi \gamma (V_{mol}^p)^2}{2\pi k_b T \pi (3\xi - 2)^2}} \quad (4.96)$$

et donc au final :

$$Z = \frac{V_{mol}^p}{(r^*)^2 (3\xi - 2) \pi} \sqrt{\frac{2\xi\gamma}{k_b T}} \quad (4.97)$$

Pour un facteur d'élanement $\xi = 2$ on a une sphère (car bâtonnets considérés hémisphériques) et donc on remarque que l'on retrouve l'expression classique de Zeldovich [ZEL 43].

Equation de Gibbs-Thomson pour des bâtonnets

Le terme correctif de Gibbs-Thomson provient de la dérivation de [PER 05] :

$$G(r) = G(\infty) + \gamma S \quad (4.98)$$

par rapport au nombre de molécules n_β d'un précipité. On peut montrer que le terme dans l'exponentielle de l'expression de Gibbs-Thomson présentée dans le rapport en équation (2.28) est $\gamma \cdot \partial S / \partial n_\beta$, on va donc expliciter ce terme. On rappelle que la surface et le volume de notre bâtonnet s'écrivent :

$$\begin{cases} S = 2\pi r^2 \xi \\ V = V_m n_\beta = \pi r^3 (\xi - 2/3) \end{cases} \quad (4.99)$$

de l'expression du volume on peut déduire l'expression du rayon du bâtonnet en fonction de n_β :

$$r = \left(\frac{V_m n_\beta}{\pi (\xi - 2/3)} \right)^{1/3} \quad (4.100)$$

ainsi qu'une autre relation qui nous sera utile :

$$n^{1/3} = r \left(\frac{\pi (\xi - 2/3)}{V_m} \right)^{1/3} \quad (4.101)$$

Maintenant, si l'on insère eq. (4.100) dans l'expression de la surface eq. (4.99) on obtient :

$$S = \frac{2\pi \xi V_m^{2/3} n_\beta^{2/3}}{\pi^{2/3} (\xi - 2/3)^{2/3}} \quad (4.102)$$

et si l'on dérive :

$$\frac{\partial S}{\partial n_\beta} = \frac{4\xi V_m^{2/3} \pi^{1/3}}{3 (\xi - 2/3)^{2/3} n_\beta^{2/3}} \quad (4.103)$$

A présent, si l'on remplace $n_\beta^{2/3}$ par son expression eq. (4.101) on a :

$$\frac{\partial S}{\partial n_\beta} = \frac{4\xi V_m^{2/3} \pi^{1/3} V_m^{1/3}}{3(\xi - 2/3)^{2/3} r \pi^{1/3} (\xi - 2/3)^{1/3}} \quad (4.104)$$

qui donne au final :

$$\frac{\partial S}{\partial n_\beta} = \frac{4\xi V_m}{3r(\xi - 2/3)} \quad (4.105)$$

et donc, l'équation de Gibbs-Thomson devient ici :

$$X_i(r)^x X_i(r)^y = K_s \exp\left(\frac{4\gamma\xi V_m}{3rk_b T (\xi - 2/3)}\right) \quad (4.106)$$

Dans le cas où l'on considère une sphère on a $\xi = 2$ et cette expression devient bien égale à l'expression de Gibbs-Thomson classique [PER 05].

Gestion du pas de temps et validation de nodePre-ciSo

Dans la structure de nodePreciSo présentée en figure 2.20 on peut distinguer trois pas de temps :

1. le pas de temps du logiciel EF (extérieur à nodePreciSo),
2. le pas de temps de chaque calcul PreciSo qui est dépendant de la variation de précipitation dans chaque maille,
3. et le pas de temps du problème de diffusion résolu par volumes finis.

Au départ, le maillage EF ainsi que l'histoire thermique de chaque noeud sont fournis au code de précipitation-diffusion « nodePreciSo ». Ensuite, chaque élément du maillage va procéder à un calcul durant Δt où la température sera considérée constante dans toute la maille. Pendant ce pas Δt , les précipités peuvent germer, croître, coalescer ou se dissoudre et le pas de temps sera accepté si :

- toutes les fractions atomiques respectent $0 < X < 1$,
- et que l'état de précipitation n'a pas trop évolué (le critère généralement choisi porte sur la variation du rayon critique r^* [PER 08]).

sinon, le pas est rejeté et réduit pour la maille posant problème. Le pas de temps le plus faible de toute la structure est conservé pour résoudre le problème et le calcul du flux d'espèce est effectué à l'aide d'une formulation Volumes Finis (VF) explicite. Cependant, pour résoudre de manière correcte ce problème de diffusion, on doit également s'assurer du respect de la stabilité du schéma utilisé. Pour cela, le pas de temps sera également rejeté si la condition Courant-Friedrichs-Lewy (CFL) :

$$\Delta t < \frac{|P_e - P_{e+1}|^2}{2D} \quad (4.107)$$

n'est pas respectée dans la maille la plus défavorable. De plus, afin de laisser à l'utilisateur le choix de la précision de cette discrétisation temporelle, un facteur multiplicatif (inférieur à l'unité) est introduit sur le critère (4.107). Néanmoins, la condition CFL devrait être suffisante, car en plus de représenter un critère de stabilité mathématique, la condition CFL permet de s'assurer que durant un pas Δt la longueur de diffusion³⁸ $\Delta x = \sqrt{2D\Delta t}$ ne peut pas traverser une distance plus grande que la différence des barycentres $|P_e - P_{e+1}|$.

Afin de valider cet algorithme et la gestion automatique du pas de temps, on désactive tout d'abord la diffusion et les résultats de précipitation sont comparés à [PER 08, PER 09]. Ensuite, la précipitation est à son tour désactivée et le problème de diffusion par VF est confronté à deux calculs de référence :

- un cas de diffusion 1D résolu analytiquement,
- un cas de diffusion 2D résolu sur un maillage admissible par une méthode de différences finis programmée sous Matlab.

Pour la confrontation 1D, on considère l'équation de diffusion suivante :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (4.108)$$

Comme condition initiale, on choisit un profil de concentration C ([*atomes.m*⁻³]) triangulaire (de sommet h et longueur L) et pour les conditions aux limites des conditions nulles de type Dirichlet. Ainsi, le problème peut aisément être résolu par séparation de variable et donne comme solution :

$$\begin{cases} C(x, t) = \sum_{n=1}^{\infty} C_n \sin\left(\frac{n\pi}{L}x\right) e^{-\left(\frac{n\pi\sqrt{D}}{L}\right)^2 t} \\ C_n = \frac{8h}{n^2\pi^2} \sin\frac{n\pi}{2} \end{cases} \quad (4.109)$$

Ensuite, le cas de conditions nulles de type Neumann est effectué avec pour solution analytique :

$$\begin{cases} C(x, t) = \sum_{n=0}^{\infty} C_n \sin\left(\frac{n\pi}{L}x\right) e^{-\left(\frac{n\pi\sqrt{D}}{L}\right)^2 t} \\ C_n = \frac{4h}{n^2\pi^2} \left(2 \cos\left(\frac{n\pi}{2}\right) - \cos(n\pi) - 1\right) \end{cases} \quad (4.110)$$

Pour valider l'algorithme, un maillage constitué de 101 éléments est utilisé dont la teneur maximale initiale (en [wt%]) et le volume sont choisis afin d'obtenir la même concentration (([*atomes.m*⁻³]) que pour les solutions analytiques (4.109) (4.110). Le matériau choisi pour l'étude est un alliage binaire Fe ($V_m^{at} = 1.1664e - 29$) avec 50%[wt%] de carbone ($D = 6.2e - 7e^{-80000/RT}$). Les calculs nodePreciSo ont été effectués dans le cas où le carbone est interstitiel et lorsque cet atome est considéré substitutionnel (cf. eq. (2.42) et eq. (2.41)). Les résultats sont similaires et permettent de valider l'approche et l'équation de conservation utilisées (2.40). Un exemple de résultats obtenus est présenté en figure B.2. Ces résultats ont été obtenus pour un isotherme de 1273 K.

38. Il s'agit d'un mouvement Brownien.

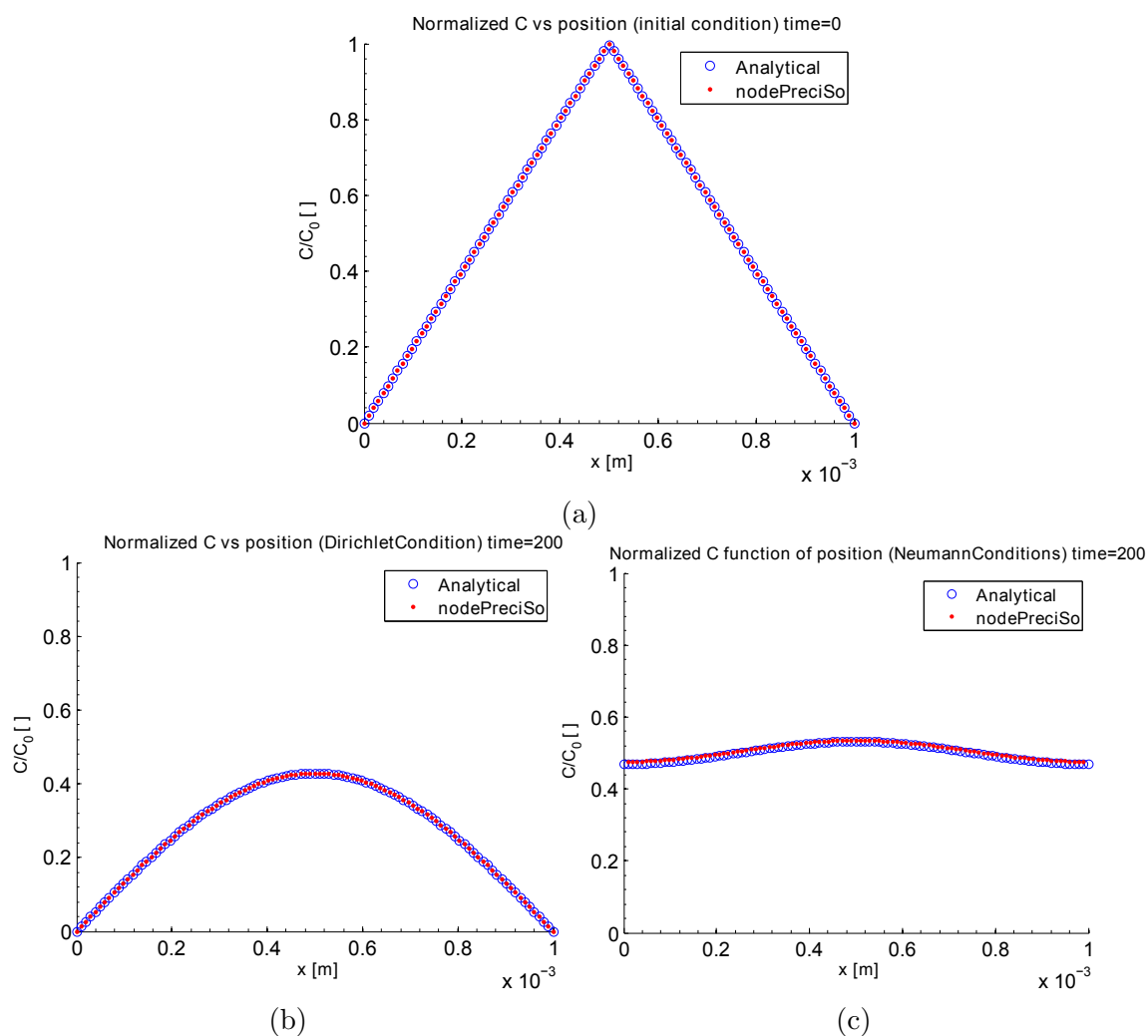


FIGURE B.2 – (a) Condition initiale utilisée, puis présentation des résultats obtenus avec l’algorithme » nodePreciSo « et analytiquement pour des conditions aux bords nulles b) de type Dirichlet (c) ainsi que de type Neumann.

Pour la validation 2D, l’équation (4.108) est résolue par une méthode de différences finis explicite où les points d’intégrations sont choisis comme étant les barycentres des éléments de nodePreciSo et avec une condition initiale homogène. Comme dans le cas 1D, les cas substitutionnels et interstitiels sont validés et sont présentés en figure B.3 pour des conditions de type Dirichlet.

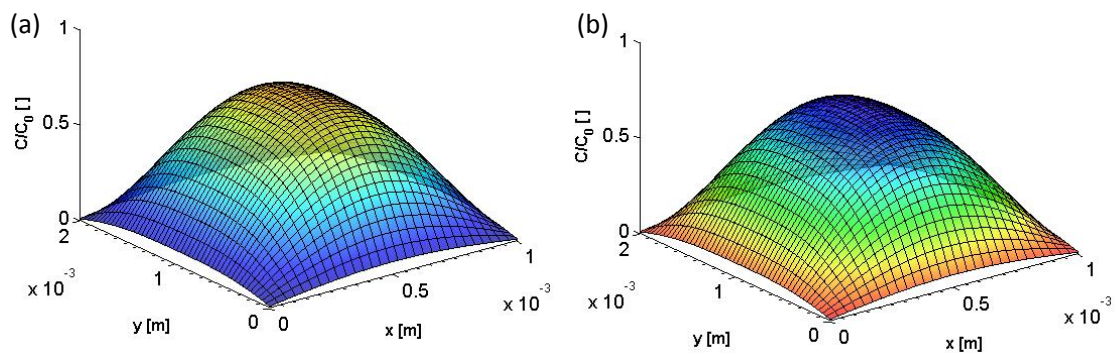


FIGURE B.3 – Confrontation entre une solution différences finis classique (représentée sous forme de grille) et la solution fournie par nodePreciSo (représentée sans grille et en couleur), (a) dans le cas où le carbone est interstitiel et (b) lorsqu’il est considéré comme un atome substitutionnel. Le temps de simulation est de 200 s et les conditions limites sont de type Dirichlet et nulles sur tous les bords.

Annexe du chapitre 3

Compléments sur la conception des éprouvettes

Dans ces travaux, la conception d'éprouvettes pour des essais multiaxiaux (traction et torsion combinées) a été menée. Bien que ces essais n'ont pas été effectués, ils constituent une des perspectives de ce travail et quelques éléments de conception sont donc détaillés dans cette annexe en plus des compléments sur les éprouvettes utilisées dans le rapport. Quelques éléments de pré-dimensionnement ont été détaillés dans le rapport et permettent de connaître la section de nos éprouvettes. Néanmoins, une simulation électrocinétique éléments finis est effectuée, elle a pour intérêt de visualiser le gradient thermique mais aussi de vérifier les cinétiques thermiques. Les simulations sont effectuées pour des longueurs déterminées par le dimensionnement mécanique.

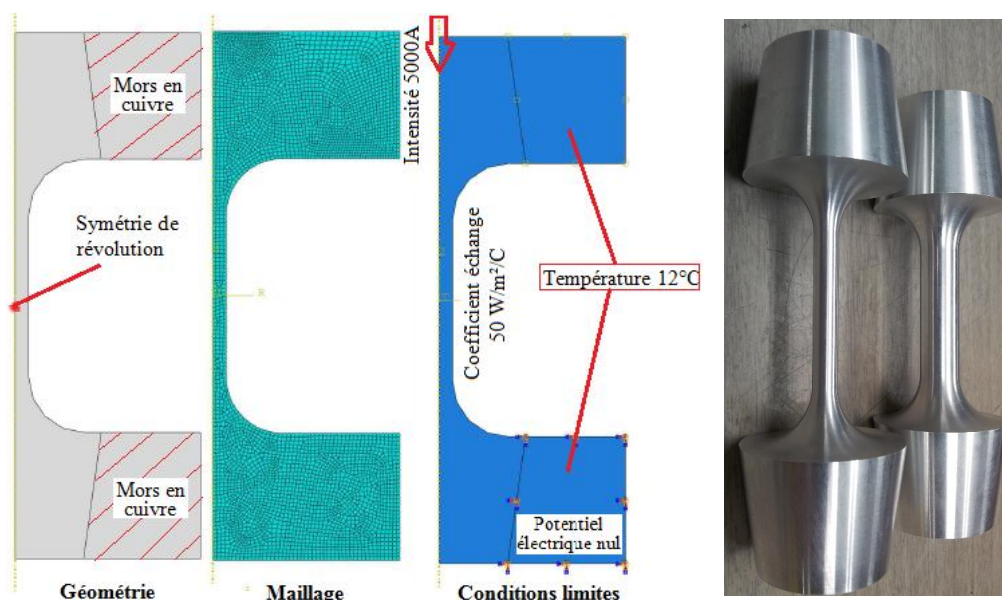


FIGURE C.1 – Modèle électro-cinétique utilisé sous Abaqus pour le dimensionnement des éprouvettes et photo des éprouvettes usinées (traction et torsion).

La modélisation effectuée sur le logiciel Abaqus est présentée en figure C.1.

Pour ce calcul électrothermique, la résistivité électrique $\omega = 3,7.10^{-8} \Omega.m$ et la capacité thermique massique $C = 896 J.K^{-1}.kg^{-1}$ du matériau ont été considérées indépendantes de la température³⁹. En revanche, la masse volumique et la conductivité thermique K sont dépendantes de la température. A $0^\circ C$, $\rho = 2700 kg/m^3$ et $\rho = 2617 kg/m^3$ à $400^\circ C$ puis $K = 150 W.m^{-1}.K^{-1}$ à $0^\circ C$, $K = 184 W.m^{-1}.K^{-1}$ à $350^\circ C$ et $K = 173 W.m^{-1}.K^{-1}$ à $540^\circ C$ [VAR 61, MAI 10]. Les mors en cuivre de la machine ont été modélisés avec les paramètres indépendants de la température $\omega = 1,678.10^{-8} \Omega.m$, $K = 401 W.m^{-1}.K^{-1}$, $\rho = 8960 kg/m^3$, $C = 380 J.K^{-1}.kg^{-1}$. Les mors en cuivre utilisés sur la machine sont refroidis par eau, nous leur imposons donc comme conditions limites une température de $12^\circ C$ (température mesurée) et pour un des mors, un potentiel nul pour donner le sens de circulation au courant de 5000 Ampères. Une condition de convection est également imposée à l'éprouvette dans la zone en contact avec l'air ambiant, le coefficient d'échange est fixé à 50 conformément à [MAI 10] où une étude similaire est présentée. Le calcul est divisé en deux pas de temps, on procède tout d'abord au chauffage de l'éprouvette sous 5000 A pendant une seconde, puis on procède au refroidissement sous courant imposé nul pendant une seconde. Les résultats de ce calcul nous permettent de vérifier que les cinétiques de chauffage et de refroidissement souhaitées sont bien atteintes. En effet, la vitesse de chauffage minimale (éprouvette multiaxiale) est de $240^\circ C/s$ et celle de refroidissement de $20^\circ C/s$ (éprouvette de traction).

La seconde chose qui doit être effectuée est la quantification du gradient thermique dans la zone utile. Un autre calcul pour l'éprouvette de traction (gradient le plus important) nous permet de voir que ce dernier est vite stabilisé et que lors du chauffage à une température de $505^\circ C$ il est de l'ordre de 4% à plus ou moins 7,5 mm du centre de l'éprouvette. Ce gradient pourrait être diminué en allongeant les éprouvettes. Cependant, comme nous le verrons dans la prochaine partie, l'augmentation de la longueur est à proscrire car les risques de flambages seraient importants.

Pour les éprouvettes de traction-torsion, l'épaisseur doit être suffisamment faible pour pouvoir effectuer l'hypothèse de contraintes homogènes dans l'épaisseur. Pour des raisons d'usinabilité, nous ne descendrons pas en dessous de 1 mm, cette épaisseur est également celle que l'on trouve pour des essais similaires [CAL 97, COR 01, AUB 06]. Une fois toutes les dimensions déterminées, une dernière vérification s'impose pour les éprouvettes subissant de la torsion : il s'agit de vérifier que l'éprouvette plastifiera bien dans la gamme d'angle de rotation maximum mesurable par notre extensomètre et voir dans quelle mesure l'hypothèse de contraintes homogènes est fautive. A l'aide d'un calcul éléments finis (cf. figure C.3), on voit qu'une rotation entre têtes de $4,5^\circ$ ⁴⁰ permet bien d'entrer dans la zone plastique. Sur cette même figure, on observe que dans la zone utile la différence de contrainte entre le diamètre intérieur et l'extérieur est de $\pm 7\%$; cette erreur est importante mais pour des raisons d'usinabilité nous ne descendrons pas en dessous

39. Cas le plus défavorable car la résistivité à haute température est plus élevée et donc les vitesses de chauffage aussi.

40. La rotation au niveau de l'extensomètre est environ deux fois plus faible (cf. figure C.3).

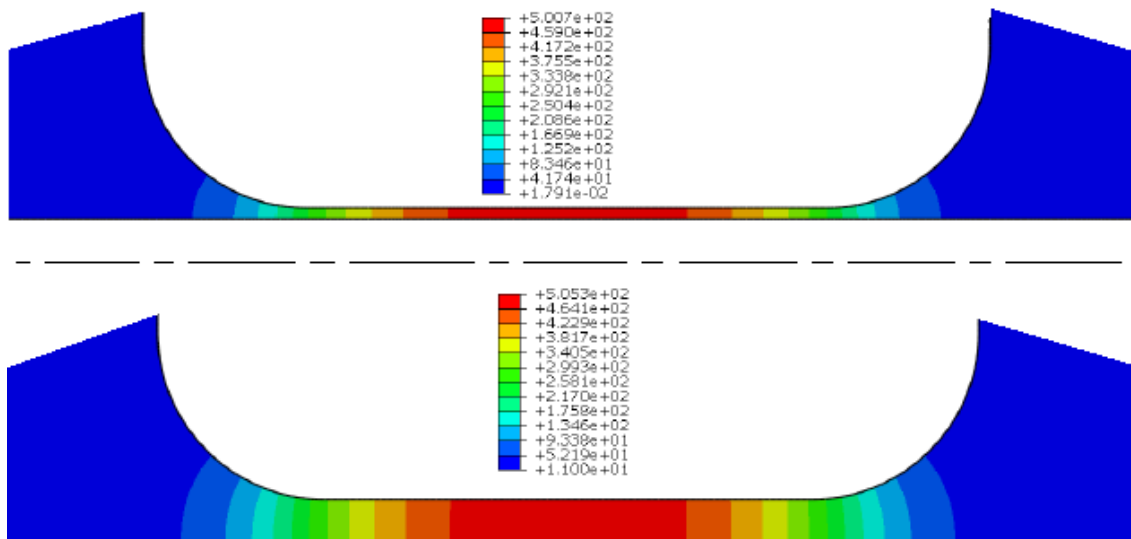


FIGURE C.2 – Profil thermique lors d'une température maximale de 500° C.

d'une épaisseur de 1 mm⁴¹.

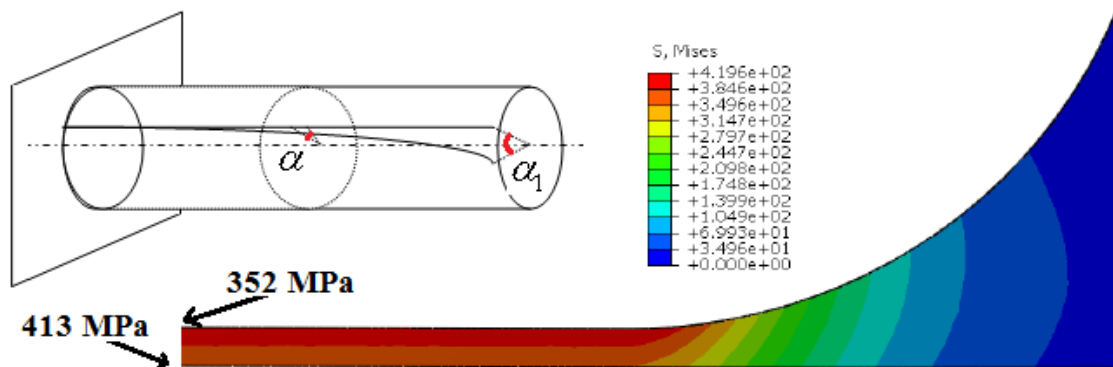


FIGURE C.3 – Contrainte de von Mises lors de la torsion de notre éprouvette (angle de rotation entre tête=4, 5°).

Compléments sur le dispositif

41. Le diamètre de l'éprouvette ne peut pas non plus être augmenté conformément à l'étude thermique présentée précédemment.

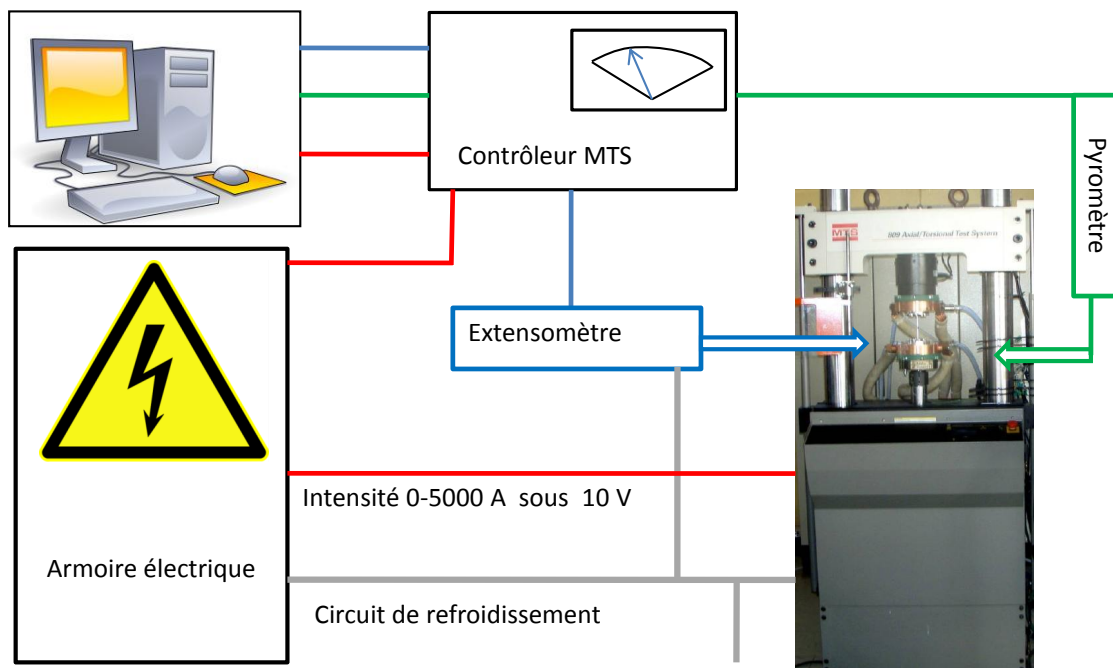


FIGURE C.4 – Schématisation du montage utilisé pour les essais (pour de longs traitements thermiques un refroidissement par air comprimé de l'armoire électrique est ajouté).

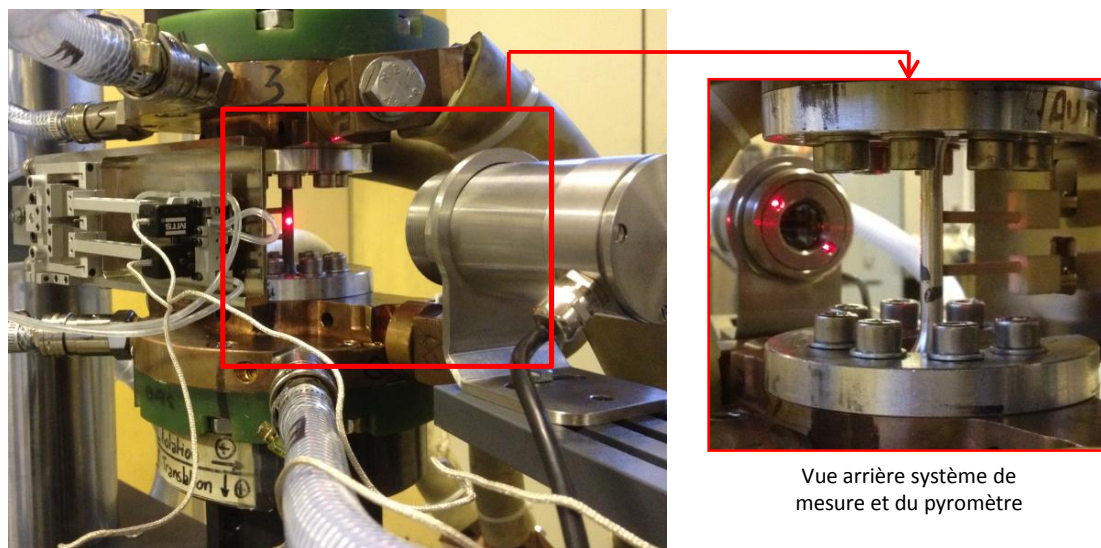


FIGURE C.5 – Représentation supplémentaire du système de mesure et de son pyromètre.

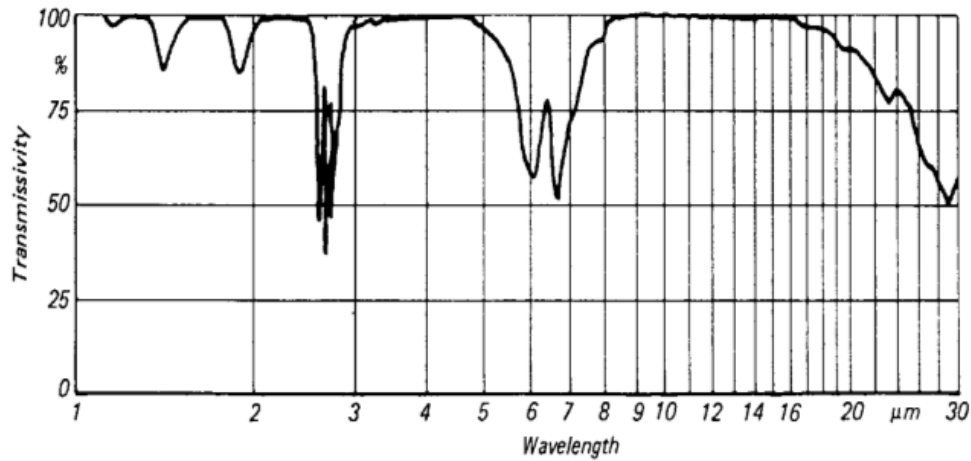


FIGURE C.6 – Transmission dans l'atmosphère en fonction de la longueur d'onde (d'après la documentation constructeur).

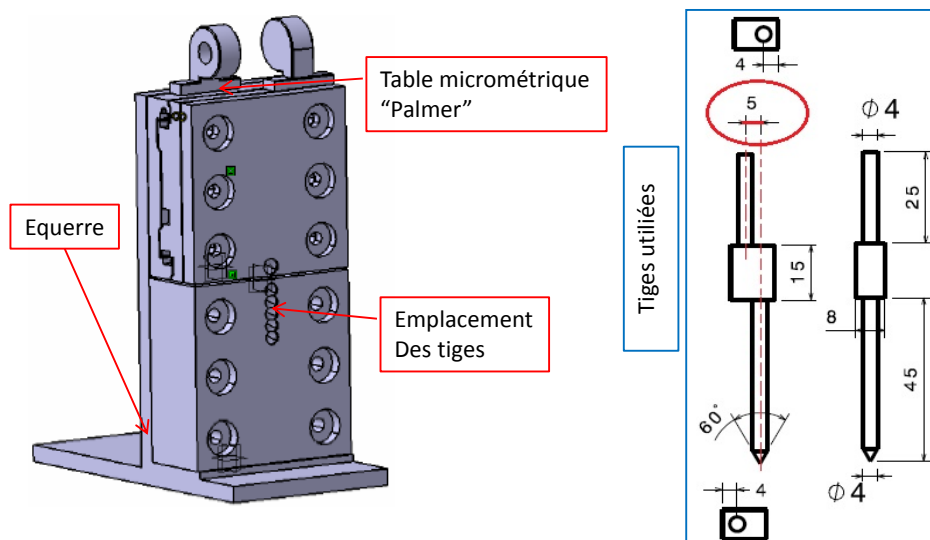


FIGURE C.7 – Dispositif spécialement conçu pour la calibration de l'extensomètre et tiges à axes brisés utilisées.

Mors utilisés

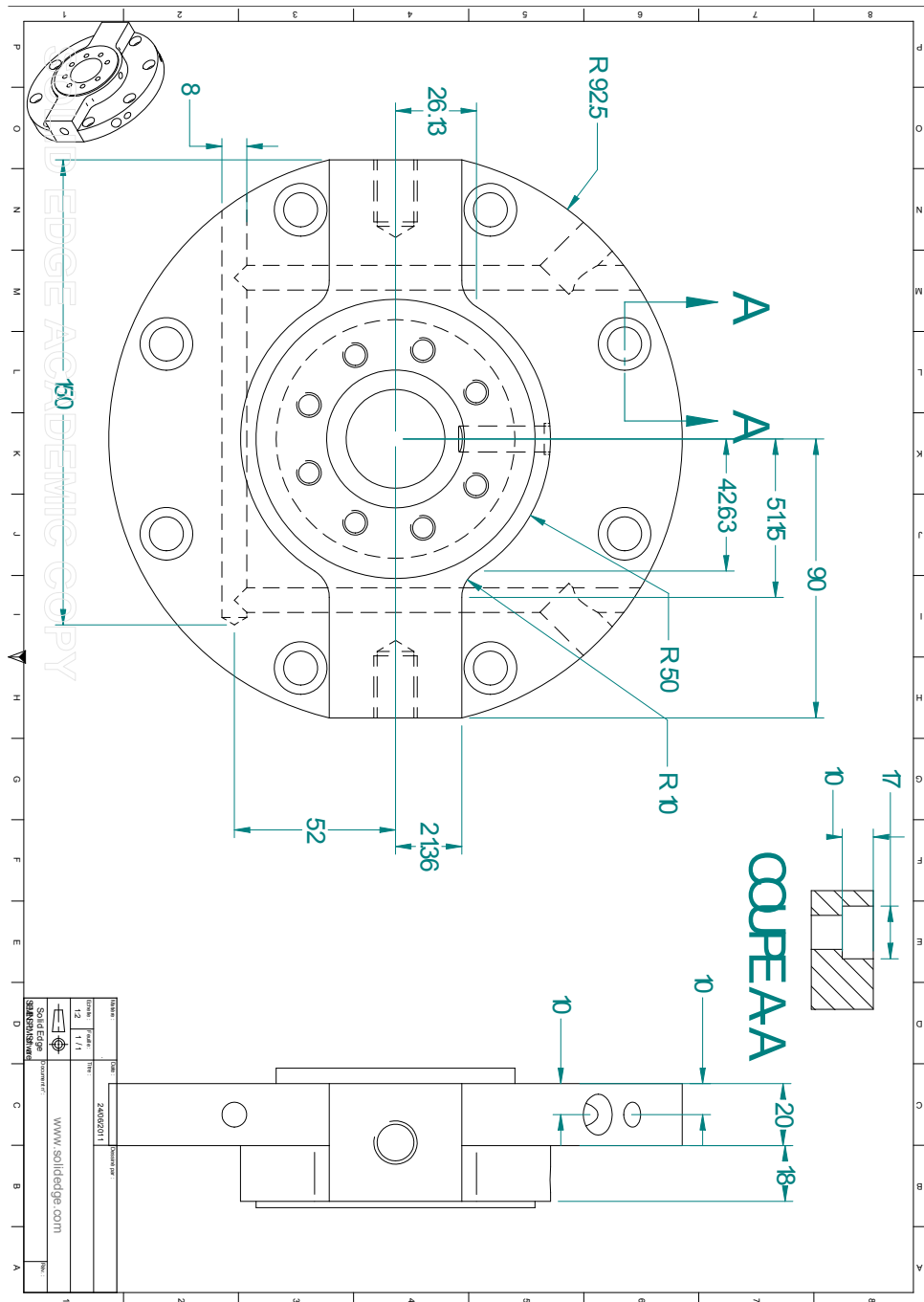


FIGURE C.8 – Mors utilisés pour les essais spécialement usinés en s’inspirant de la conception effectuée dans les travaux de [MAI 10].

Eprouvette uniaxiale

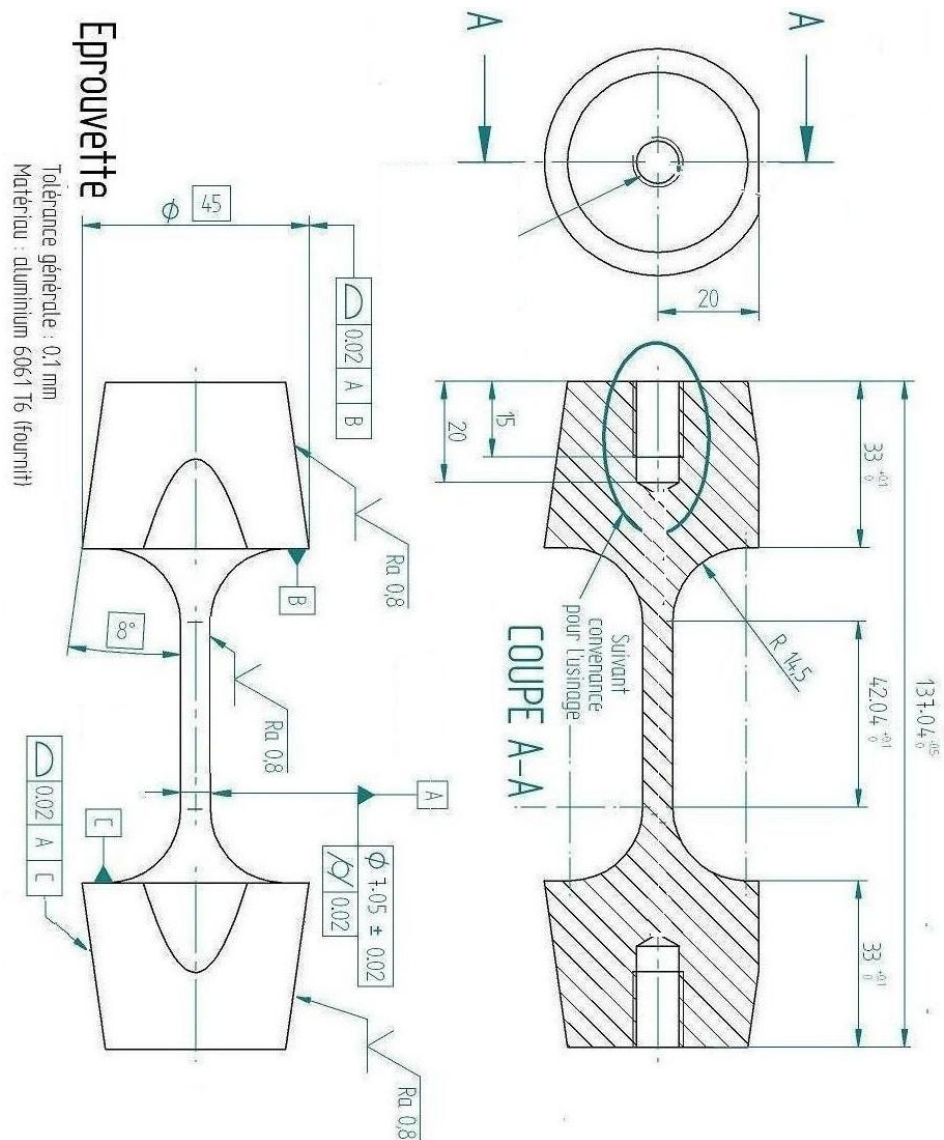


FIGURE C.9 – Epreuves uniaxiales utilisées.

Eprouvette multi-axiale

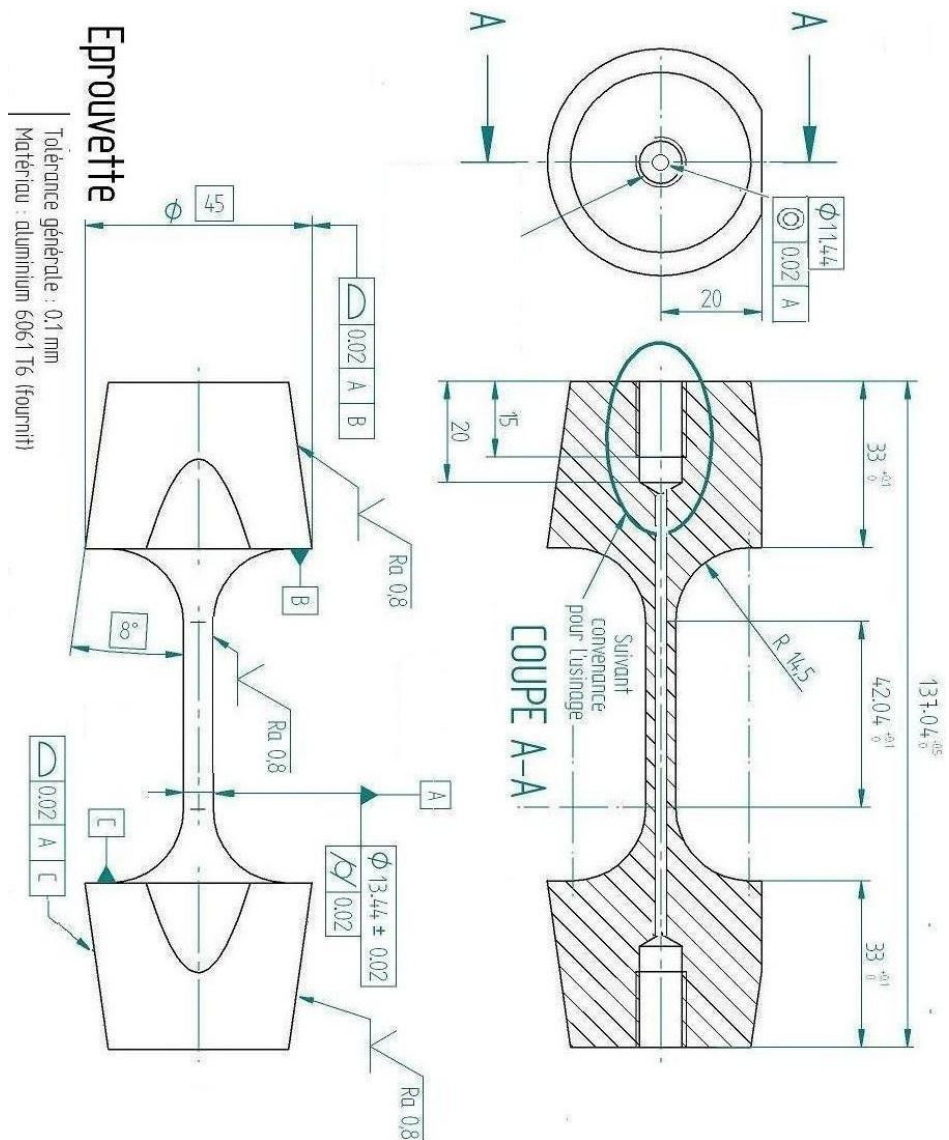


FIGURE C.10 – Eprouvettes de traction/torsion conçue en perspectives d’essais multi-axiaux.

Influence de la vitesse de refroidissement

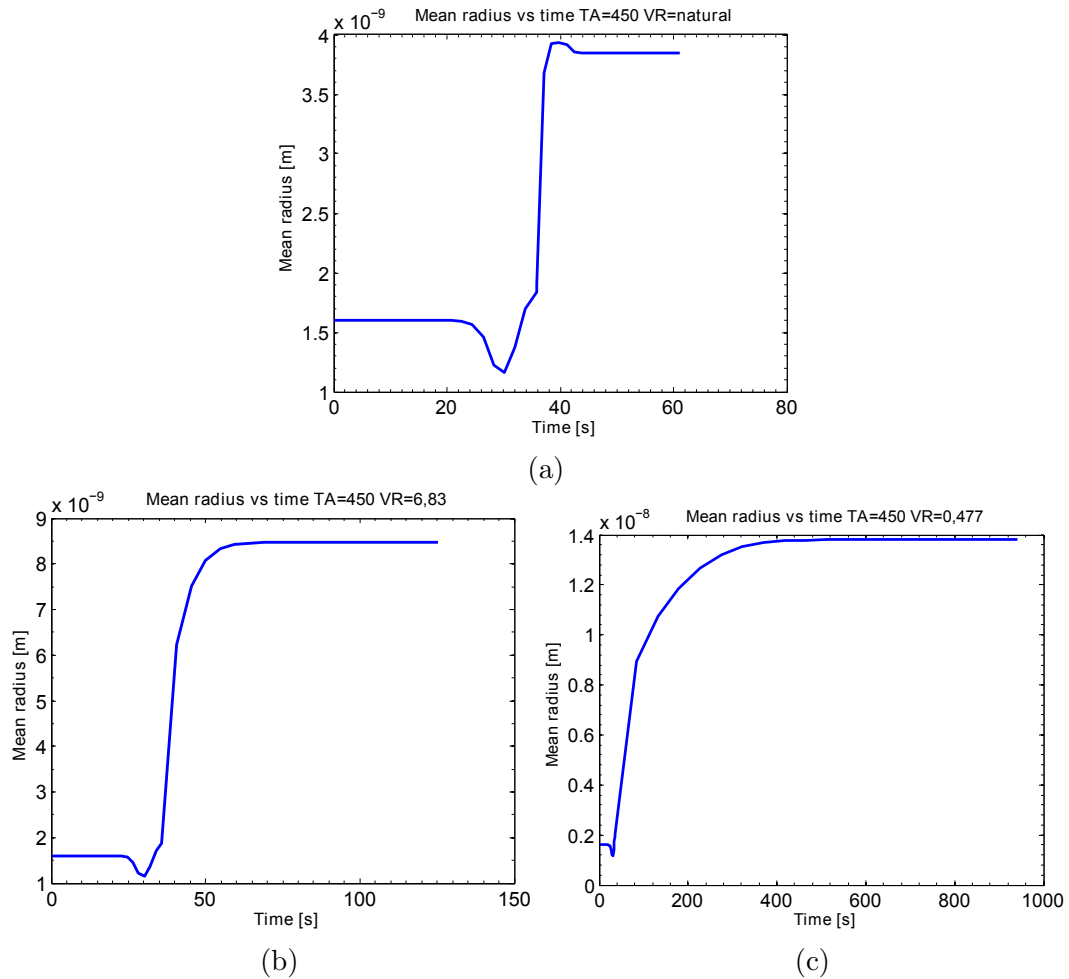


FIGURE C.11 – (a,b,c) Courbes complémentaires du modèle présenté en chapitre 3 montrant l'évolution du rayon moyen pour l'influence de la vitesse de refroidissement.

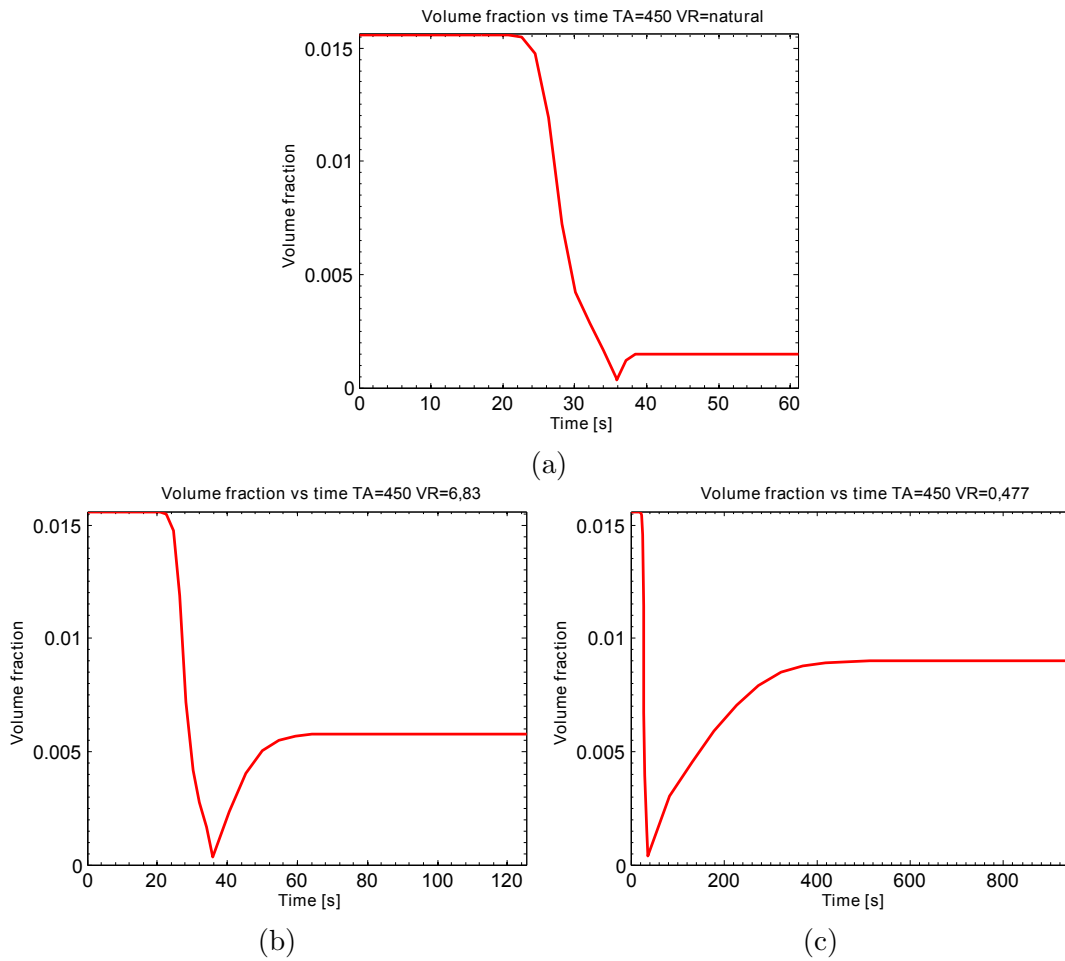


FIGURE C.12 – (a,b,c) : courbes complémentaires du modèle présenté en chapitre 3 montrant l'évolution de la fraction volumique pour l'influence de la vitesse de refroidissement.

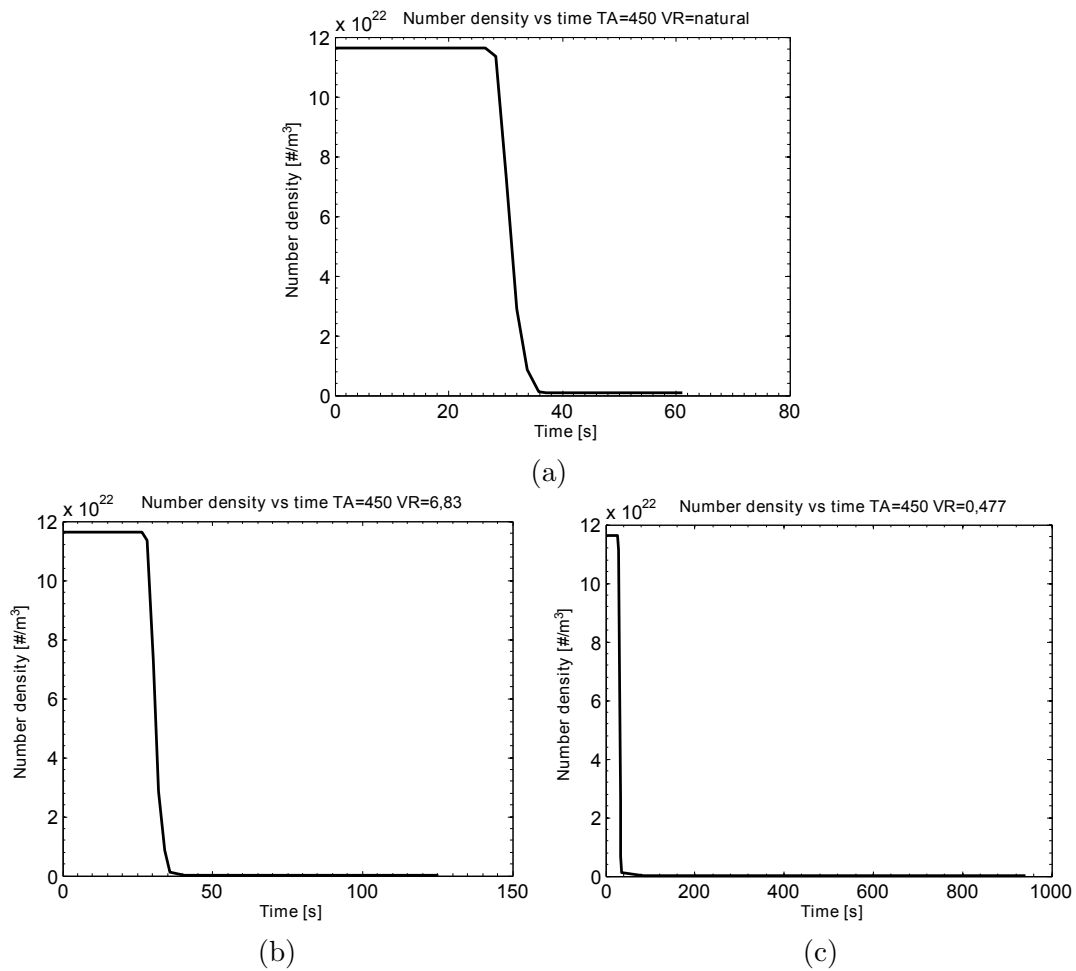


FIGURE C.13 – (a,b,c) : courbes complémentaires du modèle présenté en chapitre 3 montrant l'évolution de la densité de précipités pour l'influence de la vitesse de refroidissement.

Essais à froid, compléments

Dans cette section, quelques compléments sur les essais effectués à froid sont donnés.

La figure C.14 représente un exemple de conversion déformations/contraintes conventionnelles vers déformations/contraintes vraies. On remarque ainsi la faible influence sous l'hypothèse d'incompressibilité plastique (qui n'est pas une hypothèse en réalité puisque le mécanisme physique de la plasticité est le glissement engendré par le mouvement des dislocations). Les équations de conversions peuvent être retrouvées en posant l'équation de conservation du volume avant et après déformation $S_0.l_0 = S.l$, puis en utilisant la déformation vraie de hencky $\epsilon_v = \int_{l_0}^l dl/l = \ln(l/l_0)$, on obtient ainsi $\epsilon_v = \ln(l/l_0) = \ln(S_0/S)$ et donc :

$$\begin{cases} \epsilon_v = \ln(1 + \epsilon) \\ \sigma_v = \sigma \cdot \exp(\epsilon_v) = \sigma \cdot (1 + \epsilon) \end{cases} \quad (4.111)$$

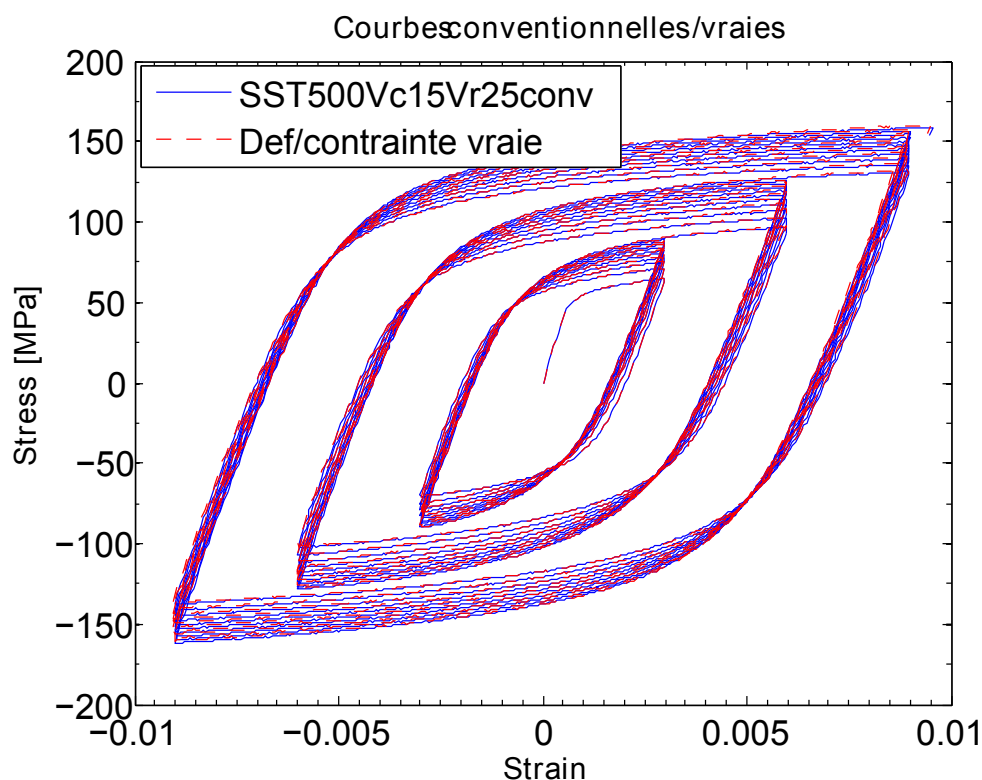


FIGURE C.14 – Courbe donnée en déformation et contrainte conventionnelle (bleu) puis en déformation et contrainte vraie (rouge).

Par souci de concision, seules quelques courbes cycliques ont été données dans le rapport, on propose donc dans cette annexe de compléter par des courbes non

présentées dans le manuscrit. Tout d'abord, en figure C.15, se trouve la courbe de l'essai effectué pour une température atteinte de 100°C qui n'a pas été présenté dans le manuscrit. On remarque que cette courbe est très proche de l'état obtenu pour l'état T6.

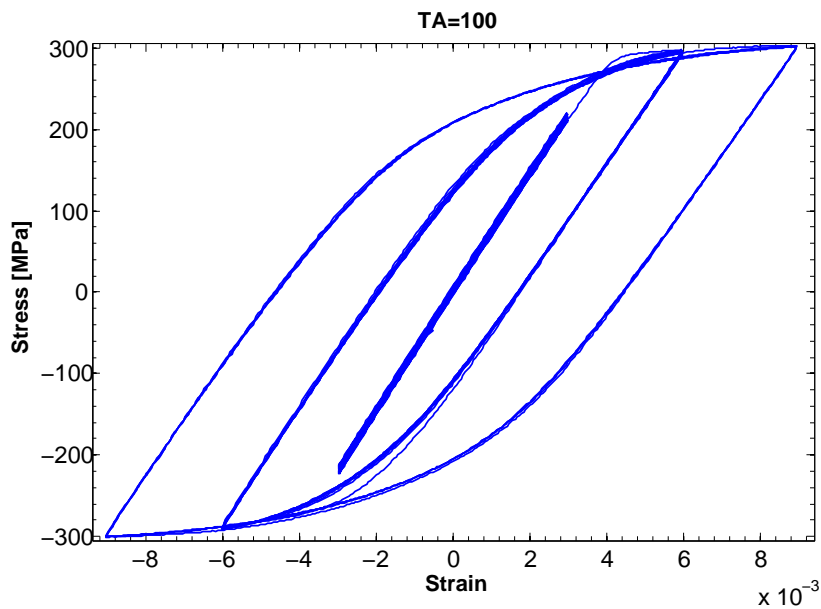


FIGURE C.15 – Courbe cyclique pour l'essai $TA= 100^{\circ}\text{C}$ ($VC= 15^{\circ}\text{C/s}$ et VR naturelle).

Annexe du chapitre 4

Loi de normalité pour les matériaux cristallins

Dans le cadre de matériaux obéissant à la loi de Schmid, le principe du travail maximal de Hill peut être démontré. La démonstration ci dessous est fournie dans les travaux de [FRA 91, CAI 12].

On considère un monocristal métallique qui se déforme plastiquement sur un seul système de glissement (\bar{n}, \bar{m}) . On peut donc écrire (avec $\dot{\gamma}$ positif, une sollicitation en sens opposé déclencherait un autre système en direction $-\bar{m}$) :

$$\bar{\bar{\epsilon}}_p = \frac{1}{2} \dot{\gamma} (\bar{m} \otimes \bar{n} + \bar{n} \otimes \bar{m}) \quad (4.112)$$

Le vecteur contrainte sur la facette \bar{n} est $\bar{T} = \bar{\bar{\sigma}} : \bar{n}$, et la cission réduite τ dans le plan \bar{n} en direction \bar{m} vaut :

$$\tau = \bar{m} \cdot \bar{\bar{\sigma}} \cdot \bar{n} \quad (4.113)$$

Il vient donc, grâce à la symétrie du tenseur des contraintes :

$$\bar{\bar{\sigma}} : \bar{\bar{\epsilon}}_p = \frac{1}{2} (n_j m_i + n_i m_j) \sigma_{ij} = \frac{1}{2} \dot{\gamma} \sigma_{ij} n_i m_j = \tau \dot{\gamma} \quad (4.114)$$

Pour un état de contrainte admissible $\bar{\bar{\sigma}}_*$, il vient : $\bar{\bar{\sigma}}_* : \bar{\bar{\epsilon}}_p = \tau_* \dot{\gamma}$. Dire que $\bar{\bar{\sigma}}_*$ est admissible au sens de la loi de Schmid revient à dire que la cission appliquée reste inférieure ou égale à la cission critique τ_c ; il s'ensuit, avec $\dot{\gamma} > 0$ que :

$$\tau_* \dot{\gamma} \leq \tau_c \dot{\gamma} \quad (4.115)$$

si bien que l'on obtient également : $\bar{\bar{\sigma}}_* : \bar{\bar{\epsilon}}_p \leq \bar{\bar{\sigma}} : \bar{\bar{\epsilon}}_p$. Ce résultat se généralise au cas de plusieurs systèmes actifs [FRA 91, CAI 12].

Espacement entre dislocations

Afin de justifier l'équation (4.117) qui donne le lien entre densité de dislocations et libre parcours moyen il suffit d'observer la figure D.1. Cette figure représente un motif de base d'une structure périodique plus vaste qui est un plan de glissement

avec des dislocations forêts uniformément distribuées. On désigne "p" le nombre de dislocations appartenant à cette portion de cristal et "n_d" le nombre de points géométriquement présents, on a ainsi :

- (n_d - 2)(n_d - 2) points comptant pour une dislocations.
- 4.(n_d - 2) points comptant pour 1/2 dislocations.
- 4 points comptant pour 1/4 dislocations.

- soit au total $p = (n_d - 2)(n_d - 2).1 + 4.(n_d - 2).\frac{1}{2} + 4.\frac{1}{4} = n_d^2 - 2n_d + 1$

De plus, la surface du plan peut s'écrire $S = (n_d - 1)(n_d - 1)d^2 = (n_d^2 - 2n_d + 1)d^2 = pd^2$ et si l'on considère que les dislocations forêts ont une longueur moyenne L_{tot_d}/p on peut écrire le volume associé à ce plan de glissement de telle sorte :

$$V = \frac{L_{tot_d}}{p} S = \frac{L_{tot_d}}{p} pd^2 \quad (4.116)$$

Par inversion de cette relation on retrouve bien :

$$d = \frac{1}{\sqrt{\rho}} \quad (4.117)$$

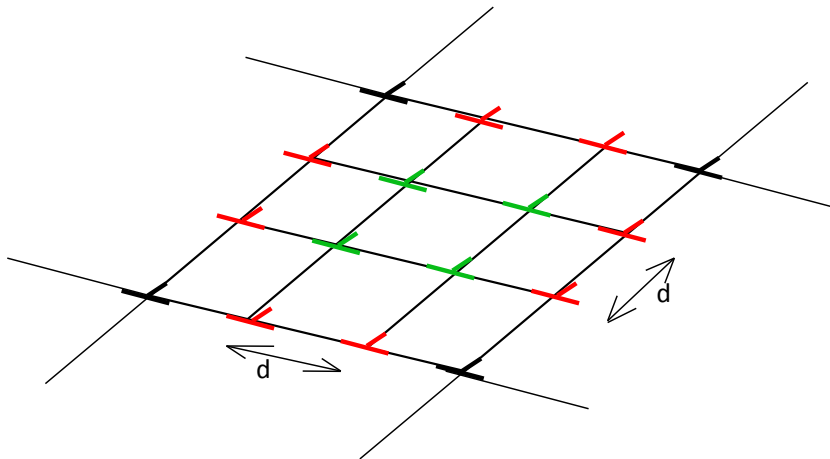


FIGURE D.1 – Distribution uniforme de dislocations forêts dans le plan de glissement.

Tension de ligne

Introduction

La valeur de constante de tension de ligne β fait l'objet de discussions dans la littérature, des auteurs la considère égale à 0,5 [WAN 03], 0,25 [BRO 71] ou même comme un paramètre ajustable [DES 99a, GAL 08, SIM 12] (choix effectué ici également). Afin de mieux appréhender cette quantité, il a été choisi de rappeler quelques éléments de théorie des dislocations dans cette annexe inspiré des travaux de [FRI 64, MAR 00, mms].

Champs de contrainte de Volterra

Les dislocations engendrent une déformation élastique du réseau (il retrouve sa forme après le passage de la dislocation) et donc un état de contrainte. Afin de quantifier les déformations/contraintes engendrées par ces défauts linéaires, un volume cylindrique autour de chaque dislocation est considéré dans le modèle de Volterra (fig. D.2) et la théorie de l'élasticité est appliquée (hormis dans le coeur de la dislocation $R < R_0$ qui a pour ordre de grandeur b à $5b$ [MAR 00]).

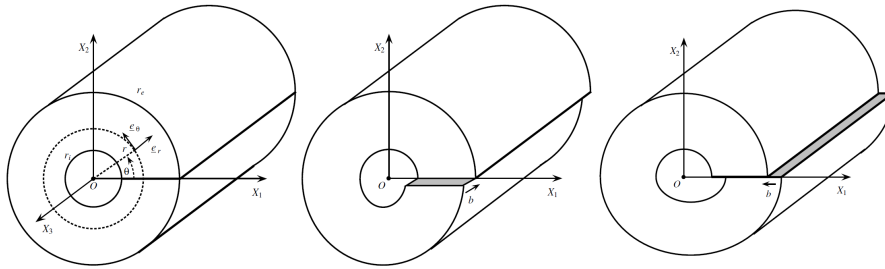


FIGURE D.2 – Paramétrisation du modèle de Volterra puis schématisation respective de dislocations vis et coin [mms].

Dans le cas d'une dislocation vis, on a $U_r = U_\theta = 0$, $U_z(\theta = 0) = 0$ et $U_z(\theta = 2\pi) = b$. Dans ce cas, il est naturel de poser $U_z(\theta) = b\theta/2\pi$ et après un changement de coordonnées $\theta = \arctan(y/x)$ on obtient :

$$U_z(x, y) = \frac{b}{2\pi} \arctan(y/x) \quad (4.118)$$

Pour ce solide considéré infini on a $\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = \epsilon_{zz} = \epsilon_{xy} = 0$ et le champs de déformation peut se déduire de l'équation (4.118) :

$$\begin{cases} \epsilon_{xz} = \frac{1}{2} \frac{\partial U_z}{\partial x} = \frac{-b \cdot y}{4\pi(x^2+y^2)} \\ \epsilon_{yz} = \frac{1}{2} \frac{\partial U_z}{\partial y} = \frac{b \cdot x}{4\pi(x^2+y^2)} \end{cases} \quad (4.119)$$

après passage en coordonnées cylindriques, seule la composante $\epsilon_{z\theta}$ est non nulle et l'on obtient la solution suivante (non valable pour le coeur de la dislocation $r \rightarrow 0$) :

$$\begin{cases} \epsilon_{z\theta} = \frac{b}{4\pi r} \\ \sigma_{z\theta} = \frac{\mu b}{2\pi r} \end{cases} \quad (4.120)$$

Energie et tension de ligne

La distorsion engendrée par une dislocation mobilise une certaine énergie élastique qui est stockée au voisinage du défaut. Pour expliciter cette quantité on pose l'hypothèse classique que l'énergie lié au coeur est négligeable devant l'énergie élastique totale. Pour une dislocation vis, la composante $\sigma_{z\theta}$ qui permet de faire

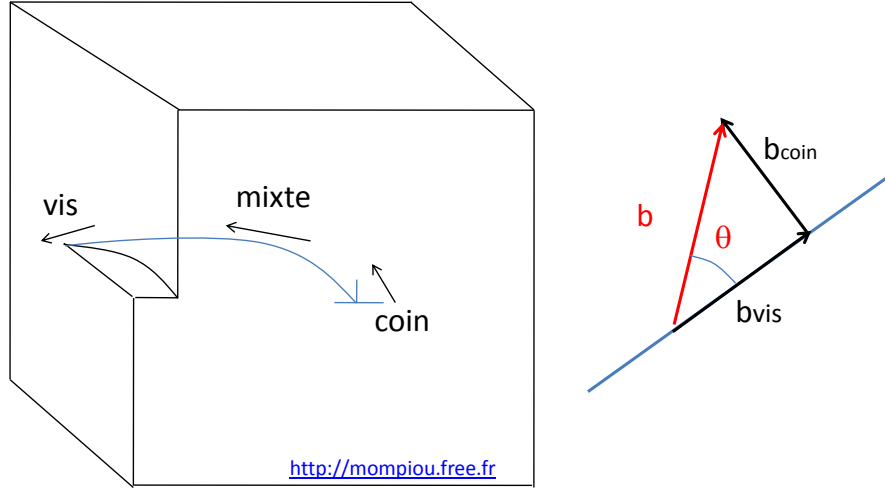


FIGURE D.3 – Dislocation mixte et schématisation de la composition des vecteurs de Burgers.

avancer la dislocation de b , à l'abscisse $x < b$ a pour valeur : $\sigma_{z\theta} = \frac{\mu x}{2\pi r}$. L'effort infinitésimal dF engendré par cette contrainte sur une section $l_d \cdot dr$ est donné par $dF = \sigma_{z\theta} l_d \cdot dr$, on en déduit donc l'effort sur la section $l_d \cdot (R - R_0)$ à l'abscisse :

$$F(l_d) = \int_{R_0}^R \frac{\mu x}{2\pi r} l_d \cdot dr = \frac{\mu x \cdot l_d}{2\pi} \ln \left(\frac{R}{R_0} \right) \quad (4.121)$$

Ainsi, le travail par unité de longueur de dislocation T nécessaire pour effectuer le déplacement b est donné par :

$$T_{vis} = \frac{W_{vis}}{l_d} = \frac{1}{l_d} \int_{x=0}^{x=b} F(l_d) dl_d = \frac{\mu b^2}{4\pi} \ln \left(\frac{R}{R_0} \right) \quad (4.122)$$

Des calculs analogues peuvent être menés avec une dislocation coin et permettent de trouver :

$$T_{coin} = \frac{W_{coin}}{l_d} = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)} \ln \left(\frac{R}{R_0} \right) \quad (4.123)$$

et par combinaison des équations (4.123) et (4.122) on obtient (cf. fig. D.3) pour une dislocation mixte :

$$T_{mixte} = \frac{W_{mixte}}{l_d} = \frac{\mu b^2}{4\pi} \left[\frac{\sin^2 \theta}{1-\nu} + \cos^2 \theta \right] \ln \left(\frac{R}{R_0} \right) \quad (4.124)$$

Lors de l'ancrage d'une dislocation sur des obstacles (cf. fig. 4.3) une tension de ligne Γ va apparaître et s'opposer au déplacement de la dislocation tout en voyant à chaque extrémité une extension $dl_d/2$. Le travail engendré par cette elongation

s'écrit ainsi $dW = 2\Gamma \cdot \frac{dl_d}{2}$ où la tension de ligne représente un travail par unité de longueur qui peut s'écrire dans la cas général :

$$\Gamma = \beta\mu b^2 \quad (4.125)$$

où la constante de tension de ligne β dépend de la nature de la dislocation, et la taille de son coeur (en accord avec l'équation (4.124)). On comprend ainsi que dans le cadre de matériaux industriels cette valeur est difficile à évaluer et justifie l'utilisation d'un « fit » sur β .

Contrainte de franchissement d'obstacles

Afin de disposer de tous les éléments nécessaires à la compréhension des interactions entre les dislocations et les divers obstacles qu'elle peut rencontrer dans son plan de glissement, quelques éléments vont être rappelés dans cette annexe. Tout d'abord, considérons une dislocation se propageant dans un plan de glissement tel que schématisé en figure 4.2. Le travail nécessaire au cristal supérieur pour se déplacer d'une valeur b (norme du vecteur de Burgers) par rapport au cristal inférieur est :

$$W = \tau \cdot (l_d \cdot d) \cdot b \quad (4.126)$$

Or, le travail que doit fournir le cristal supérieur pour se déplacer de b est égal au travail que la dislocation fournit dans son mouvement le long du cristal. Si on note f la force par unité de longueur de dislocation, alors la résultante $f \cdot l_d$ fournit un travail :

$$W = f \cdot l_d \cdot d \quad (4.127)$$

pour se déplacer sur la longueur d . De telle façon que l'on peut identifier la force par unité de longueur f comme étant égale à :

$$f = \tau \cdot b \quad (4.128)$$

Or, d'après la figure proposée par Ardell 4.3, on remarque que la force de franchissement F d'un obstacle peut s'écrire en fonction de la tension de ligne Γ :

$$F = 2\Gamma \cdot \sin(\theta_c/2) \quad (4.129)$$

où $\sin(\theta_c/2)$ est représentatif de la résistance de l'obstacle (= 1 pour un objet contourné). A présent, si on effectue l'équilibre des forces sur une portion de longueur infinitésimale on peut ainsi écrire :

$$F = f \cdot dl_d = \tau \cdot b \cdot dl_d = 2\Gamma \cdot d\theta_c/2 \quad (4.130)$$

et comme $dl_d = R_{courb} \cdot d\theta_c$ on obtient l'expression de la tension de ligne en fonction du rayon de courbure de la dislocation :

$$R_c = \Gamma / (\tau \cdot b) \quad (4.131)$$

D'autre part, la distance entre obstacles d (où L suivant les notations d'Ar-dell 4.3) peut s'écrire en fonction du rayon de courbure R_{courb} de la dislocation ancrée sur des obstacles :

$$R_{courb} = \frac{d}{2 \cdot \sin(\theta_c/2)} \quad (4.132)$$

et on en tire l'expression générique d'interaction dislocations/obstacles donnée dans le mémoire notamment pour l'équation (4.15) :

$$\tau = \frac{2\Gamma \cdot \sin(\theta_c/2)}{bd} = \frac{F}{bd} \quad (4.133)$$

Remarquons que, dans le cas général, l'effort (4.128) doit être remplacé par la formule de Peach et Koehler pour tenir compte de l'orientation de la contrainte par rapport à la dislocation et son vecteur de Burgers [FIV 08, MAR 00] :

$$\bar{f} = \bar{\sigma} \cdot \bar{b} \wedge \frac{d\bar{l}_d}{|d\bar{l}_d|} \quad (4.134)$$

Distance entre précipités lors d'obstacles faibles

Dans cette annexe, une démonstration inspirée de [ARD 85] de la distance inter-obstacles est présentée dans le cadre de précipités offrant une faible résistance. Pour estimer L_{sh} considérons la situation décrite en figure D.4.

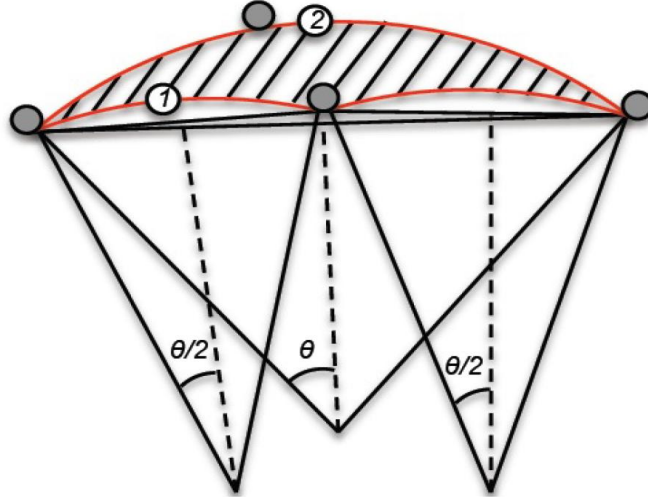


FIGURE D.4 – Entre la situation 1 et 2 l'aire balayée par la dislocation est $R_c^2 \theta_c^3 / 2$.

Comme proposé par Friedel, si un écoulement stationnaire est atteint (pour une contrainte critique τ_c), en moyenne l'aire \mathcal{A} balayée par une dislocation après avoir franchi un obstacle contient exactement un obstacle. En d'autres termes, le produit

de la surface balayée par la densité surfacique de précipités N_a est exactement un (pour une aire où 4 précipités comptent pour 1/4) :

$$\mathcal{A}N_a = 1 \quad (4.135)$$

L'aire \mathcal{A} est la surface de la portion de cercle balayé par (2θ) (et coupée par la corde reliant les deux obstacles les plus éloignés) moins les deux petites portions de cercles balayés par (θ) (cf. figure D.4). Chacune de ces aires sont calculées avec : $S = \frac{R_{courb}^2}{2}(\theta - \sin(\theta))$, et si on considère θ petit alors on a : $\theta - \sin(\theta) = \frac{\theta^3}{6}$ (développement de Taylor : $\sin(x) = x - \frac{x^3}{3!}$), ce qui mène à :

$$\mathcal{A} = R_{courb}^2 \left[\frac{2\theta}{2} - \frac{\sin 2\theta}{2} \right] - 2R_{courb}^2 \left[\frac{\theta}{2} - \frac{\sin \theta}{2} \right] \approx \frac{R_{courb}^2 \theta^3}{2} \quad (4.136)$$

A l'aide de la figure 4.3, on a vu que $L_{sh} = 2R_{courb} \sin(\theta/2)$ (cf. eq. (4.132)), ce qui mène à $R_{courb}^2 \theta^3 \approx L_{sh}^2 \theta$ et avec la condition de Friedel on obtient :

$$\frac{L_{sh}^2 \theta}{2} N_a = L_{sh}^2 \frac{\bar{F}}{2\Gamma} N_a = 1 \quad (4.137)$$

ce qui permet d'écrire l'espacement entre précipités :

$$L_{sh} = \sqrt{\frac{2\Gamma}{\bar{F}N_a}} = \sqrt{\frac{\sqrt{3}\Gamma}{\bar{F}} \bar{L}} \quad (4.138)$$

Précipitation grossière

Au travers de ce rapport de thèse, le rôle des phases grossières telles que les intermétalliques au Fer et les précipités grossiers Mg_2Si résiduels⁴² a été discuté. La modélisation présentée au chapitre 4 suggère notamment que leur présence devrait être prise en compte lors de modélisations plus avancées du comportement mécanique afin d'obtenir des modèles plus prédictifs (pour les calculs cinétiques sous PreciSo cette contribution constitue également une perspective de ce travail toujours dans un objectif d'amélioration de la prédictivité).

Une étude a ainsi été menée au CEA par J. Garnier, S. Vincent, D. Hamon et B. Arnal afin de quantifier la fraction volumique de ces phases grossières ainsi que leur composition sur l'alliage D.B. utilisé dans cette thèse.

Fraction de phases grossières

La première étude consiste à une quantification des phases grossières présentes dans l'alliage à l'état T6 à l'aide d'un MEB FEI de type nanolab 650 (détecteur

42. Au sens où ils n'ont pas été dissous lors des traitements d'homogénéisation.

d'électrons rétrodiffusés CBS) sous les conditions opératoires suivantes : tension d'accélération 20 kV, intensité 0,80 nA, distance de travail 6 mm, largeur des champs d'observations 403 μm (équivalent à un grandissement de x300 sur le MEB Cambridge de type S260), résolution 1536 \times 1024 octets et niveau de gris 8 bits.

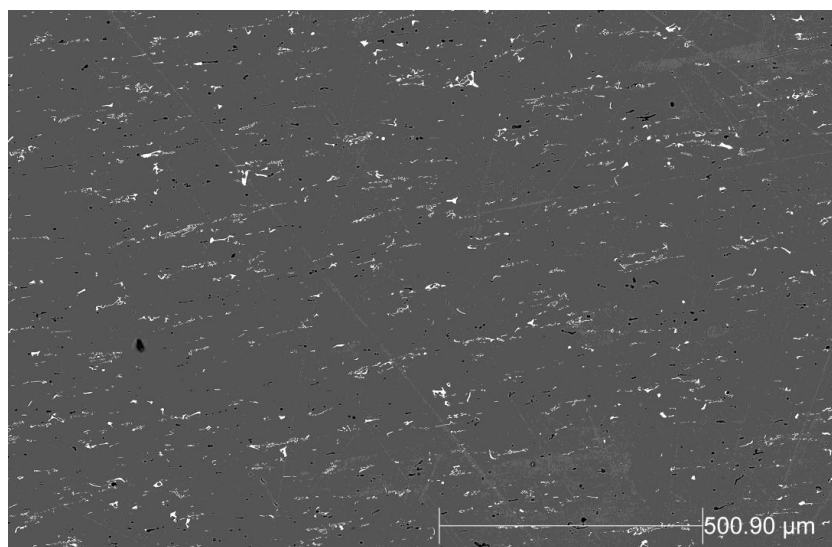


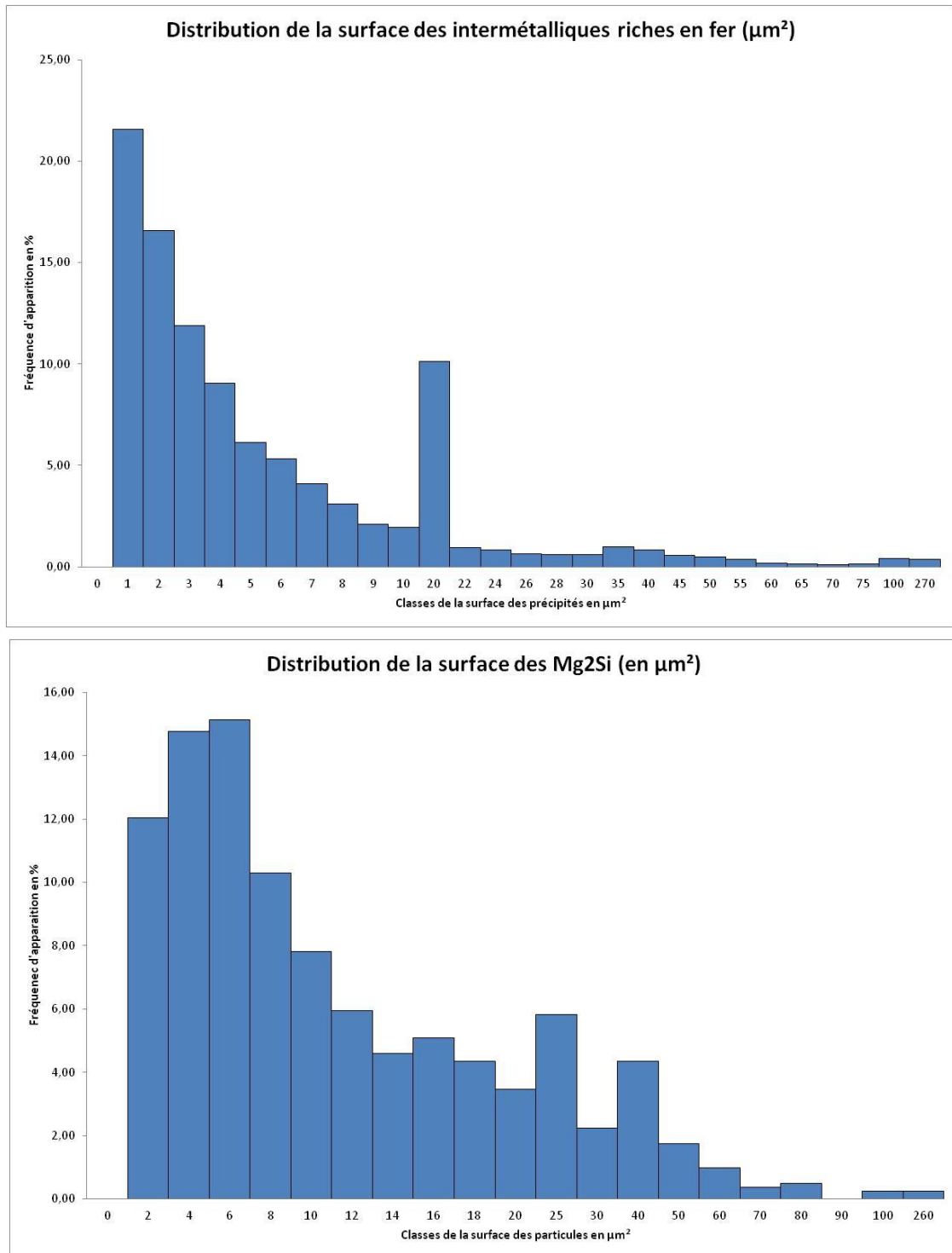
FIGURE D.5 – Image reconstruite à partir des 16 champs d'observations, la surface totale a été estimée à $1639.10^3 \mu\text{m}^2$.

Après l'acquisition de 16 champs d'observations une image est reconstituée (cf. fig. D.5) à l'aide du logiciel Visilog 7.0. Sur le champ reconstitué, la densité surfacique, le taux surfacique et la surface moyenne des intermétalliques riches en fer et des Mg_2Si ont été déterminés à l'aide de leur niveau de gris par le logiciel de traitement d'image.

Intermétalliques riches en fer				Précipités grossiers Mg_2Si			
Nb []	Densité surfactive [mm^{-2}]	Fraction surfactive [%]	Surface moyenne [μm^2]	Nb []	Densité surfactive [mm^{-2}]	Fraction surfactive [%]	Surface moyenne [μm^2]
3016	1841	1,32	7,15 $\pm 13,9$	806	492	0,6	12,27 $\pm 15,90$

TABLE D.1 – Densité surfacique, fraction surfacique et surface moyenne des précipités.

La figure D.6 permet de représenter les distributions de précipités mesurées et la table D.1 de présenter un bilan des grandeurs macroscopiques obtenues.

FIGURE D.6 – Distributions d'intermétalliques et de Mg_2Si .

Analyse des phases grossières

La seconde étude sur ces précipités grossiers a été effectuée sur une microsonde électronique Castaing SX 100 (tension 15 kV, intensité 20 nA) au CEA Saclay après avoir effectué un polissage mécanique papier SiC jusqu'à une granulométrie 1200, pâte diamantée 6 et 3 μm puis finition par un polissage alumine sur plateau vibrant. Le but étant de faire une cartographie des éléments sur quelques grains (taille de l'ordre de 200 μm) mais aussi des filiations sur les phases grossières observées.

Les cartographies obtenues (cf. fig. D.7) mettent en évidence la présence de ségrégations de 2 types, les premières enrichies en Mn, Cr, Cu, Fe, Si et V qui sont les intermétalliques au Fer et les secondes en Mg et Si (les Mg_2Si). On remarque également la présence de 2 types de bandes : les premières de quelques μm d'épaisseurs appauvries en Si, Cr, Mn et Fe, et les secondes enrichies en V et Ti qui ne correspondent pas forcément au premier type de bandes.

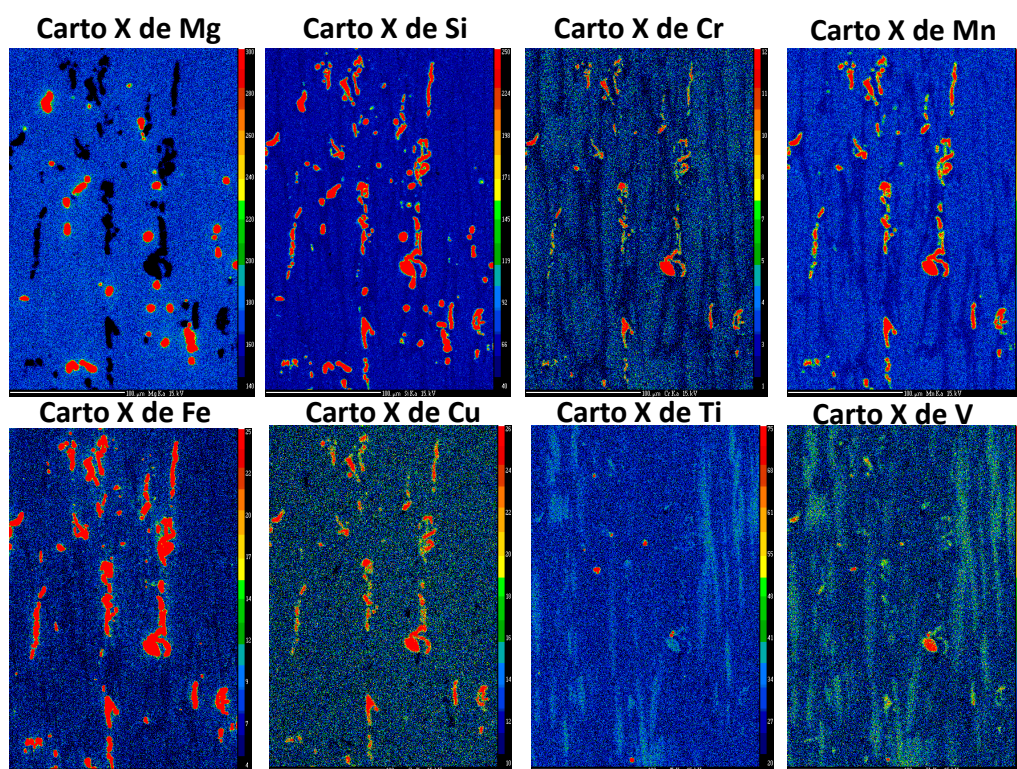


FIGURE D.7 – Cartographies X obtenues sur les phases grossières (courant 100 nA, largeur de la cartographie 200 μm).

Des filiations à travers les 2 types de ségrégations ont été effectuées ainsi que des pointés d'analyses. La phase sombre en électrons rétrodiffusés (BSE) est composée principalement de Mg (54 % masse) et Si (39 % masse) mais le bouclage dans cette phase n'est pas tout à fait à 100 %. La phase blanche en BSE est enrichie

principalement en Fe (25 % masse) en Si, Mn, Cu et Cr. Plus de détails sont données dans les tables D.2 et D.3

	Mg	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Ga	Al	Tot
M	0.06	7.96	0.00	0.10	1.12	3.20	25.44	1.53	0.04	0.04	59.72	99.20
S	0.01	0.18	0.01	0.03	0.24	0.21	0.89	0.14	0.08	0.08	1.24	1.69

TABLE D.2 – Composition chimique (M= % massique, S=écart type) des intermétalliques riches en fer.

	Mg	Si	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Ga	Al	Tot
M	53.89	38.49	0.00	0.00	-0.02	-0.01	0.01	0.00	0.00	-0.01	1.47	93.78
S	1.94	1.13	0.01	0.02	0.04	0.05	0.04	0.06	0.08	0.04	0.57	0.97

TABLE D.3 – Composition chimique (M= % massique, S=écart type) des précipités grossiers assimilés à Mg_2Si . Remarque : dans le tableau il existe des valeurs négatives, dans les conditions opératoires utilisées et pour ces éléments, nous sommes dans la limite de détection.

Boucles d'Orowan et boucles primaires nécessaires au cisaillement

Représentation des boucles d'Orowan suivant Ashby et la déformation anti-symétrique induite. La modélisation proposée dans ce rapport ne prend en compte que les dislocations primaires, cause de l'écroissage cinématique.

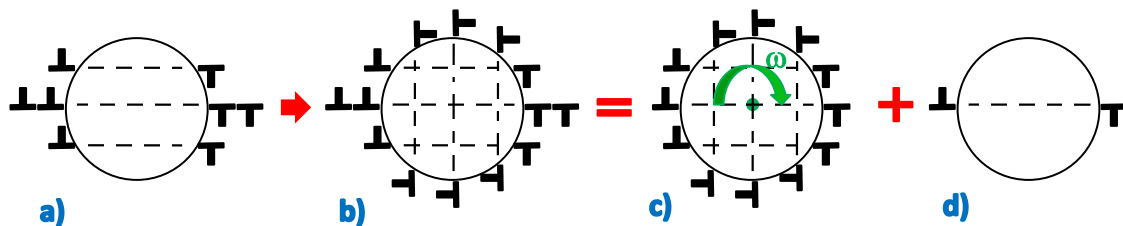


FIGURE D.8 – a) le cisaillement sur un premier plan de glissement engendre la présence de boucles autour de la particule. b) Un deuxième glissement est engendré par la nucléation et le mouvement de boucles. c) La structure complexe de b) est la superposition d'un arrangement de plus faible énergie engendrant une rotation plus les boucles résiduelles présentées en d). d) Boucles résiduelles causant l'écroissage.

Essai travers joint : compléments

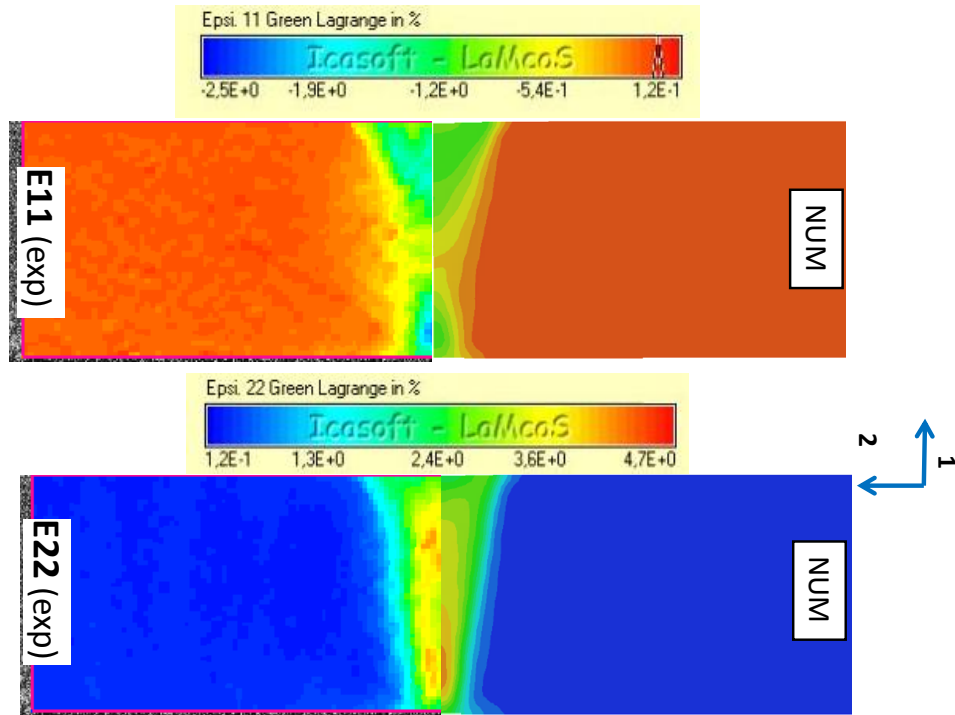


FIGURE D.9 – Confrontation expérimental/numérique sur les champs de déformations travers joint.

Compléments sur l'évolution des écrouissages

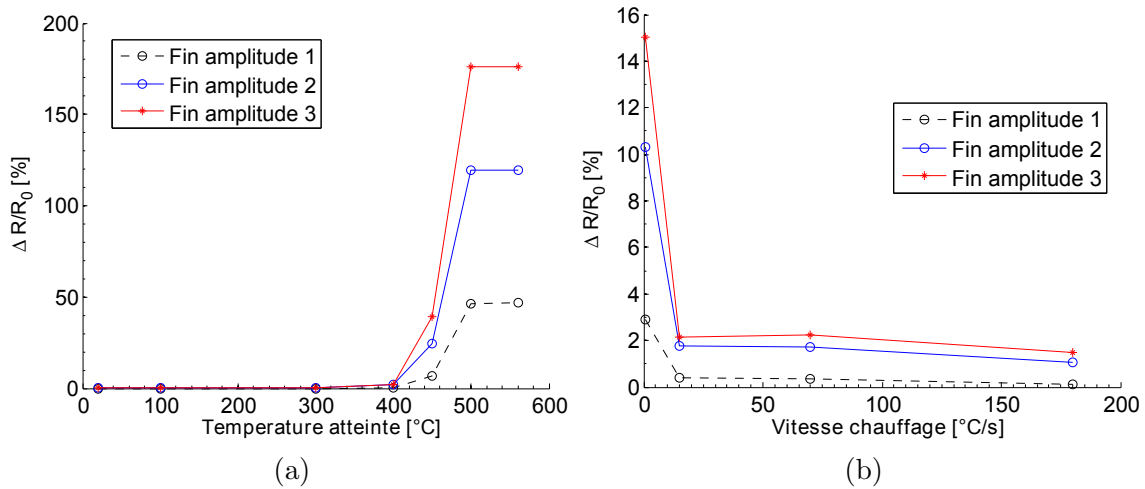


FIGURE D.10 – Augmentation de la part isotrope par rapport à la valeur avant déformation R_0 (a) en fonction de la température atteinte (VC=15) (b) et de la vitesse de chauffage (TA=400). (Une courbe le dernier cycle de chaque amplitude de déformation imposée.)

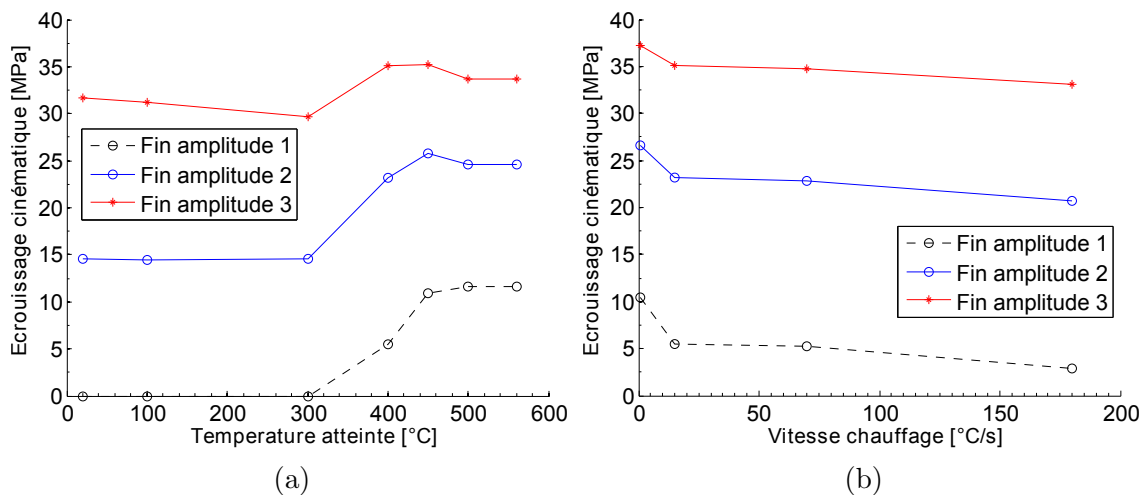


FIGURE D.11 – Représentation de l'écroissage cinématique (a) en fonction de la température atteinte (VC=15) (b) et de la vitesse de chauffage (TA=400). La limite d'élasticité initiale étant moins importante pour les états les plus dégradés la part d'écroissage cinématique due aux grains (X_{ppt} est négligeable avec le modèle) évolue plus fortement (car ϵ_p plus important).

Bibliographie

- [ACE 12] ACEVEDO C., EVANS A., NUSSBAUMER A.
Neutron diffraction investigations on residual stresses contributing to the fatigue crack growth in ferritic steel tubular bridges. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 95, 2012, p. 31–38.
- [AFN 90] AFNOR
Pratique des essais de fatigue oligocyclique. *A 03-403*, 1990.
- [AHM 10] AHMED W. F.
Modélisation du comportement du rechargement Stellite-6 déposé par PTA dans les outillages de forge. Thèse de doctorat, Université de Reims, 2010.
- [ALC 02] ALCOA
Alloy 6061-Understanding extruded aluminium alloys. *Cressona*, 2002.
- [AMA 07] AMALRIC A. H.
Etude par mesure du bruit Barkhausen de la microstructure et de l'état de contrainte d'aciers biphasés : application aux aciers pour tôle automobile. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2007.
- [AMI 13a] AMINE-EL-SAYED H., JACOT A., FEULVARCH E., BOITOUT F., BERGHEAU J., LEBLOND J.
Application d'une approche CA-FE pour la simulation du procédé de soudage par point. *CSMA*, 2013.
- [AMI 13b] AMINE-EL-SAYED H., SOULOUMIAC B., FEULVARCH E., BOITOUT F., LEBLOND J., BERGHEAU J.
Développement d'une loi de comportement pour la zone pâteuse dans les procédés de soudage. *CSMA*, 2013.
- [AMM 09] AMMAR K., APPOLAIRE B., CAILLETAUD G., FEYEL F., FOREST S.
Finite element formulation of a phase field model based on the concept of generalised stresses. *Computational Materials Science*, vol. 45, 2009, p. 800–805.
- [AMM 11] AMMAR K., APPOLAIRE B., CAILLETAUD G., FOREST S.
Phase field modeling of elasto-plastic deformation induced by diffusion controlled growth of a misfitting spherical precipitate. *Philosophical Magazine letters*, vol. 91, 2011, p. 164–172.
- [AND 98] ANDERSEN J., ZANDBERGEN H. W., JANCEN J., TRAEHOLT C., TUNDAL U., REISO O.

- The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 46, 1998, p. 3283–3298.
- [AND 07] ANDERSEN S., MARIOARA C., VISSERS R., SETH A. F., ZANDBERGEN H.
The structural relation between precipitates in Al-Mg-Si alloys, the Al-matrix and diamond silicon, with emphasis on the trigonal phase U1-MgAl₂Si₂. *Materials Science and Engineering A*, vol. 444, 2007, p. 157–169.
- [ARD 85] ARDELL A.
Precipitation hardening. *Metallurgical Transactions A*, vol. 16A, 1985, p. 2131–2165.
- [ARG 08] ARGON A.
Strengthening mechanisms in crystal plasticity. Oxford university press, 2008.
- [ASH 66] ASHBY M.
Work hardening of dispersion-hardened crystals. *Philosophical Magazine*, vol. 14, 1966, p. 1157–1178.
- [ASS 04] ASSERIN O.
Détermination par simulation numérique du coefficient de joint d'une soudure en alliage d'aluminium 6061-T6. *Rapport technique DTEN/DR/2004/091*, 2004.
- [AUB 06] AUBIN V.
Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austeno-ferritique sous chargement biaxial non-proportionnel. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2006.
- [AUG 10] AUGER S., BUISSON R.
Détermination des contraintes résiduelles par les méthodes de relaxation. *Colloque Astelab*, 2010.
- [BAH 12] BAHRAMI A., MIROUX A., SIETSMA J.
An Age-Hardening Model for Al-Mg-Si Alloys Considering Needle-Shaped Precipitates. *Met. Mat. Trans A*, vol. 43, 2012, p. 4445–4453.
- [BAR] BARDEL D., ET AL.
en préparation. 2014.
- [BAR 14] BARDEL D., PEREZ M., NELIAS D., DESCHAMPS A., HUTCHINSON C., MAISONNETTE D., CHAISE T., GARNIER J., BOURLIER F.
Coupled precipitation and yield strength modelling for non-isothermal treatments of a 6061 aluminium alloy. *Acta Materialia*, vol. 62, 2014, p. 129–140.
- [BAS 06] BASTIER A.
Modélisation du soudage d'alliages d'aluminium par friction et malaxage. Thèse de doctorat, Ecole polytechnique, 2006.
- [BEC 35] BECKER R., DORING W.
Kinetische behandlung der keimbildung in übersättigen dampfen. *Annalen der physik*, vol. 416, 1935, p. 719–731.

-
- [BEL 8] BELAHCENE F.
Détermination des contraintes résiduelles par méthode ultrasonore. *Les techniques de l'ingénieur*, 2002 IN-8.
- [BOU 08] BOUAZIZ O., ALLAIN S., SCOTT C.
Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Materialia*, vol. 58, 2008, p. 484-487.
- [BOU 11] BOUAZIZ O., ALLAIN S., SCOTT C., CUGY P., BARBIER D.
High manganese austenitic twinning induced plasticity steels : A review of the microstructure properties relationships. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 15, 2011, p. 141-168.
- [BOU 12] BOURLIER F.
(confidentiel AREVA). 2012.
- [BOU 13] BOULNAT X., FABREGUE D., PEREZ M., MATHON M., DECARLAN Y.
High-temperature tensile properties of nano-oxide dispersion strengthened ferritic steels produced by Mechanical Alloying and spark plasma sintering. *Metallurgical Transactions A*, vol. 44A, 2013, p. 2461-2465.
- [BRE 73] BRENT R.
Algorithms for minimization without derivatives. Prentice-Hall, 1973.
- [BRO 71] BROWN L., STOBBS W.
Work-hardening of copper-silica. 1. model based on internal stresses, with no plastic relaxation. *Philosophical Magazine*, vol. 23, 1971, p. 1185-1199.
- [BRO 09] BROCHARD M.
Modèle couplé cathode-plasma-pièce en vue de la simulation du procédé de soudage à l'arc TIG. Thèse de doctorat, Université de Provence, 2009.
- [CAI 12] CAILLETAUD G.
Mécanique des matériaux solides. *Notes de cours ENSMP*, , 2012, p. 1-333.
- [CAL 97] CALLOCH S.
Essais triaxiaux non-proportionnels et ingénierie des modèles de plasticité cyclique. Thèse de doctorat, ENS Cachan, 1997.
- [CHA 01] CHANDA T., ZHOU J., DUSZCZYK J.
A comparative study on iso-speed extrusion and isothermal extrusion of 6061 Al alloy using 3D FEM simulation. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 114, 2001, p. 145-153.
- [CHA 08] CHABOCHE J.
A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *International Journal of Plasticity*, vol. 24, 2008, p. 1642-1693.
- [CHO 12] CHOBOUT N., REPPER J., PIRLING T., CARRON D., DREZET J.-M.
Residual stress analysis in AA7449 as-quenched thick plates using neutrons and FE modelling. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2012.
-

- [CLO 04] CLOUET E., NASTAR M., SIGLI C.
Nucleation of Al₃Zr and Al₃Sc in aluminium alloys : from kinetic Monte Carlo simulations to classical theory. *Physical review B*, vol. 69, 2004, p. 1–14.
- [CLO 05] CLOUET E., BARBU A., LAÉ L., MARTIN G.
Precipitation kinetics of Al₃Zr and Al₃Sc in aluminium alloys modeled with cluster dynamics. *Acta Materialia*, vol. 53, 2005, p. 2313–2325.
- [COR 01] CORET M.
Etude expérimentale et simulation de la plasticité de transformation et du comportement multiphasé de l'acier de cuve 16MND5 sous chargement multiaxial anisotherme. Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2001.
- [COS 08] DA COSTA TEIXEIRA J., CRAM D. G., BOURGEOIS L., BASTOW T. J., HILL A. J., HUTCHINSON C. R.
On the strengthening response of aluminum alloys containing shear-resistant plate-shaped precipitates. *Acta Mater.*, vol. 56, 2008, p. 6109–6122.
- [COS 09] DA COSTA TEIXEIRA J., BOURGEOIS L., SINCLAIR C., HUTCHINSON C.
The effect of shear-resistant, plate-shaped precipitates on the work hardening of Al alloys : towards a prediction of the strength-elongation correlation. *Acta Materialia*, vol. 57, 2009, p. 6075–6089.
- [COS 10] COSTA J., PIRES J., ANTUNES F., NOBRE J., BORREGO L.
Residual stresses analysis of ND-YAG laser welded joints. *Engineering failure analysis*, vol. 17, 2010, p. 28–37.
- [COU 11] COURBON C.
Vers une modélisation physique de la coupe des aciers spéciaux : intégration du comportement métallurgique et des phénomènes tribologiques et thermiques aux interfaces. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2011.
- [D22] < <http://www.ill.eu/de/instruments-support/instruments-groups/instruments/d22/description/instrument-layout/> >.
- [DAK 06] DAKHLAOUI R.
Analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique. Thèse de doctorat, ENSAM, 2006.
- [DAR 12] DARMADI D., TIEU A., NORRISH J.
A validated thermal model of bead-on-plate welding. *Heat and Mass transfer*, vol. 7, 2012, p. 1219–1230.
- [DEB 95] DEBROY T., DAVID S.
Physical processes in fusion welding. *Reviews of modern physics*, vol. 67, 1995, p. 85–112.
- [DEP 04] DEPRADEUX L.
Simulation numérique du soudage-Acier 316L, validation sur cas tests de complexité croissante. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2004.

-
- [DEP 11] DEPLUS K., SIMAR A., VAN HAVER W., DE MEESTER B.
Residual stresses in aluminium alloy friction stir welds. *International Journal of advanced manufacturing technology*, vol. 56, 2011, p. 493–504.
- [DES 99a] DESCHAMPS A., BRÉCHET Y.
Influence of predeformation and ageing of Al-Zn-Mg alloy-II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress. *Acta Materialia*, vol. 47, 1999, p. 293–305.
- [DES 99b] DESCHAMPS A., NIEWCZAS M., BLEY F., BRÉCHET Y., EMBURY J., LE SINQ L., LIVET F., SIMON J.
Low-temperature dynamic precipitation in a supersaturated Al-Zn-Mg alloy and related strain hardening. *Philosophical Magazine A*, vol. 79, 1999, p. 2485–2504.
- [DES 03a] DESCHAMPS A.
Précipitation durcissante dans les matériaux de structure. Habilitation à diriger des recherches INPG, 2003.
- [DES 03b] DESCHAMPS A., BLEY F., LIVET F., FABREGUE D., DAVID L.
In-situ small-angle X-ray scattering study of dynamic precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Philosophical Magazine*, vol. 83, 2003, p. 677–692.
- [DES 04] DESCHAMPS A., NICOLAS M., PERRARD F., PEREZ M.
Caractérisation quantitative et modélisation des cinétiques de précipitation : vers la précipitation anisotherme et les phénomènes couplés. *La revue de métallurgie*, vol. Science et génie des matériaux, 2004, p. 361–379.
- [DES 10] DESCHAMPS A., PEREZ M.
Mesoscopic modelling of precipitation : A tool for extracting physical parameters of phase transformation in metallic alloys. *Comptes Rendus Physique*, vol. 11, 2010, p. 236–244.
- [DES 11a] DESCHAMPS A., DANOIX F., DE GEUSER F., EPICIER T., LEITNER H., PEREZ M.
Low temperature precipitation kinetics of niobium nitride platelets in Fe. *Material letters*, vol. 65, 2011, p. 2265–2268.
- [DES 11b] DESCHAMPS A., DE GEUSER F.
On the validity of simple precipitate size measurement by small-angle scattering in metallic system. *Journal of applied crystallography*, vol. 44, 2011, p. 343–352.
- [DES 12] DESCHAMPS A., FRIBOURG G., BRÉCHET Y., CHEMIN J., HUTCHINSON C.
In situ evaluation of dynamic precipitation during plastic straining of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Acta Materialia*, vol. 60, 2012, p. 1905–1916.
- [DEV 2a] DEVELAY R.
Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. *Les techniques de l'ingénieur*, M 440–2.
- [DEV 2b] DEVELAY R.
Traitements thermiques des alliages d'aluminium. *Les techniques de l'ingénieur*, M1290–2.
-

- [DEV 93] DEVINCRE B.
Simulations de la dynamiques des dislocations à une échelle mésoscopique. Thèse de doctorat, Université d'Orsay, 1993.
- [DEV 10] DEVINCRE B.
Dislocations et Dynamique des Dislocations, Simulation de la plasticité des micro et nano-objets. *Ecole thématique "Mécanique des Nano-Objets" (Autrans)*, 2010.
- [DEV 2] DEVELAY R.
Aluminium et alliages d'aluminium corroyés : propriétés métalliques. *Les techniques de l'ingénieur*, M 438-2.
- [DON 99] DONNADIEU P., ROUX-MICHOLLET M., CHASTAGNIER V.
A quantitative study by transmission electron microscopy of nanoscale precipitates in Al-Mg-Si alloys. *Philosophical Magazine A*, vol. 79, 1999, p. 1347-1366.
- [DRE 94] DREZET J., EGGELER G.
High apparent creep activation energies in mushy zone microstructures. *Scripta metallurgica et Materialia*, vol. 6, 1994, p. 757-762.
- [DRE 99] DREZET J.
Validation of hot tearing criterion using the ring mould test. *Journal de Physique IV*, vol. Mecamat 98, 1999, p. 53-62.
- [DRE 12] DREZET J., PIRLING T., JAQUEROD C.
Residual stresses in as-cast billets : neutron diffraction measurement and thermo-mechanical modeling. *Light Metals 2012 Edited by : Carlos E. Suarez*, 2012.
- [DU 03] DU Y., CHANG Y., HUANG B., GONG W., JIN Z., XU H., YUAN Z., LIU Y., HE Y., XIE F. Y.
Diffusion coefficients of some solutes in fcc and liquid Al : critical evaluation and correlation. *Materials Science and Engineering A*, vol. 363, 2003, p. 140-151.
- [DUB 2] DUBOST B., SAINFORT P.
Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Les techniques de l'ingénieur*, M240-2.
- [E.P 13] E.POVODEN-KARADENIZ, LANG P., WARCZOK P., FALAHATI A., JUN W., KOZESCHNIK E.
CALPHAD modeling of metastable phases in the Al-Mg-Si system. *Calphad*, vol. 43, 2013, p. 94-104.
- [EPI 93] EPICIER T., GUICHON G., DAFIR D., MERLE P.
About the structure, morphology and orientation relationships of β'' -Mg₂Si precipitates in Al. *Materials Science Forum*, vol. 126, 1993, p. 121-124.
- [ESH 57] ESHELBY J.
The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society*, vol. 241, 1957, p. 376-396.
- [ESH 59] ESHELBY J.
The elastic field outside an ellipsoidal inclusion. *Proceedings of the Royal Society*, vol. 252, 1959, p. 561-569.

-
- [ESM 03a] ESMAEILI S., LLOYD D., POOLE W.
Modeling of precipitation hardening for the naturally aged Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Acta Materialia*, vol. 51, 2003, p. 3467–3481.
- [ESM 03b] ESMAEILI S., LLOYD D., POOLE W.
A yield strength model for the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Acta Materialia*, vol. 51, 2003, p. 2243–2257.
- [EST 96] ESTRIN Y.
Unified Constitutive Laws of Plastic Deformation, Chapitre Dislocation-Density-Related Constitutive Modeling, p. 69–106. Academic Press, 1996.
- [FAB 04] FABREGUE D.
Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d’alliages d’aluminium 6000. Thèse de doctorat, INPG, 2004.
- [FIV 08] FIVEL M.
Simulations de la plasticité cristalline et transitions d’échelles. Habilitation à diriger des recherches, 2008.
- [FRA 1] FRANÇOIS D.
Essais mécaniques des métaux, essais de dureté. *Les techniques de l’ingénieur*, M4 160–1.
- [FRA 91] FRANÇOIS D., PINEAU A., ZAOUI A.
Comportement mécanique des matériaux. Hermès, 1991.
- [FRI 64] FRIEDEL J.
Dislocations. Pergamon Press, 1964.
- [FRI 01] FRIGAARD O., GRONG O., MIDLING O.
A process model for friction stir welding of age hardening aluminium alloys. *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 32, 2001, p. 1189–1200.
- [FRI 09] FRIBOURG G.
Couplages entre précipitation et plasticité dans un alliage d’aluminium 7xxx : application à des traitements thermomécaniques de réduction des distorsions dans des composants aéronautiques. Thèse de doctorat, INPG, 2009.
- [FRI 11] FRIBOURG G., BRÉCHET Y., DESCHAMPS A., SIMAR A.
Microstructure-based modelling of isotropic and kinematic strain hardening in a precipitation-hardened aluminium alloy. *Acta Materialia*, vol. 59, 2011, p. 3621–3635.
- [GAL 08] GALLAIS C., DENQUINA A., BRÉCHET Y., LAPASSET G.
Precipitation microstructures in an AA6056 aluminium alloy after friction stir welding : characterisation and modelling. *Materials Science and Engineering A*, vol. 496, 2008, p. 77–89.
- [GAN 00] GANDIN C.-A.
From constrained to unconstrained growth during directional solidification. *Acta Materialia*, vol. 48, 2000, p. 2483–2501.
-

- [GAR 11a] GARNIER J., ET AL.
note d'essai code SRMA J45. *CEA/DEN/DMN/SRMA/LC2M*, vol. 36, 2011, p. 1–15.
- [GAR 11b] GARNIER J., SHEN Y.
Comportement et endommagement de l'alliage d'aluminium 6061-T6 : approche micromécanique. *Compte rendu de réunion CEA Saclay*, 2011.
- [GER 79] GEROLD V.
Dislocations in solids, vol.4 (Dislocations in metallurgy), Chapitre Precipitation hardening. North-Holland Publishing company, 1979.
- [GIR 10] GIRAUD E.
Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique d'un alliage d'aluminium 6061 à l'état pâteux : application à la fissuration à chaud lors du soudage TIG et FE. Thèse de doctorat, INP Grenoble, 2010.
- [GOL 84] GOLDAK J., CHAKRAVATI A., BIBBY M.
A new finite element model for welding heat sources. *Metallurgical transactions*, vol. 15B, 1984, p. 299–305.
- [GRO 96] GRONG O.
Metallurgical modelling of welding. The University press, 1996.
- [GRO 02] GRONG O., SHERCLIFF H.
Microstructural modelling in metals processing. *Progress in materials science*, vol. 47, 2002, p. 163–282.
- [GUE 05] GUEUSER F. D.
Interprétation et traitement des données de sonde atomique tomographique : application à la précipitation dans les Al-Mg-Si. Thèse de doctorat, Université de Rouen, 2005.
- [GUI Sc] GUINIER A., LAMBOT H.
Mécanisme de la précipitation dans les alliages ternaire Al-Si-Mg et quaternaire Al-Cu-Si-Mg. *Comptes Rendus Académie des Sciences*, vol. 227, *Compt. Rend. Acad. Sc.*, page 74.
- [Hö 10] HÖRNQVIST M., KARLSSON B.
Dynamic strain ageing and dynamic precipitation in AA7030 during cyclic deformation. *Procedia engineering*, vol. 2, 2010, p. 265–273.
- [HAI 93] HAIRER E., NORSETT S., WANNER G.
Solving Ordinary Differential Equations I (non stiff problems). Springer, 1993.
- [HAM 08] HAMIDE M.
Modélisation numérique du soudage à l'arc des aciers. Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2008.
- [HAN 11] HAN W., VINOGRADOV A., HUTCHINSON C.
On the reversibility of dislocation slip during cyclic deformation of Al alloys containing shear-resistant particles. *Acta Materialia*, vol. 59, 2011, p. 3720–3736.

- [HIL 57] HILLERT M.
The role of interfacial energy during solid state phase transformations. *Jernkont. Ann.*, vol. 141, 11, 1957, p. 757–789.
- [HIL 03] HILLERT M., HOGLUND L., AGREN J.
Diffusion-controlled lengthening of Widmanstätten plates. *Acta Mater.*, vol. 51, 2003, p. 2089–2095.
- [HIR 00] HIROSE A., KOBAYASHI K., YAMAOKA H., KUROSAWA N.
Evaluation of properties in laser welds of A6061-T6 aluminium alloy. *Welding International*, vol. 14, n° 6, 2000, p. 431–438, Taylor & Francis.
- [HUI 06] VAN HUIS M., CHEN J., ZANDBERGEN H., SLUITER M.
Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al-Mg-Si alloys in the late stages of evolution. *Acta Materialia*, vol. 54, 2006, p. 2945–2955.
- [HUN 84] HUNT J.
Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic. *Material and science and engineering*, vol. 65, 1984, p. 75–83.
- [HUT 05] HUTCHINSON C., NIE J., GORSSE S.
Modeling the precipitation processes and strengthening mechanisms in a Mg-Al-(Zn) AZ91 alloy. *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 36A, 2005, p. 2005–2093.
- [HUT 10] HUTCHINSON C.
Fundamentals of aluminium metallurgy : production, processing and applications, Chapitre Modeling the kinetics of precipitation in aluminium alloys, p. 422-467. Cambridge : Woodhead publishing, 2010.
- [JI 11] JI Y., ZHONG H., HU P., GUO F.
Use of thermodynamic calculation to predict the effect of Si on the ageing behavior of Al-Mg-Si-Cu alloys. *Materials and Design*, vol. 32, 2011, p. 2974–2977.
- [KAM 84] KAMPMANN R., WAGNER R.
Decomposition of alloys : the early stages, Chapitre Kinetics of precipitation in metastable binary alloys - theory and application to Cu-1.9 at% Ti and Ni-14 at% Al, p. 91-103. Pergamon Press, 1984.
- [KAM 07] KAMP N., SULLIVAN A., ROBSON J.
Modelling of friction stir welding of 7xxx aluminium alloys. *Material and science and engineering A*, vol. 46624, 2007, p. 6–255.
- [KOC 03] KOCKS U., MECKING H.
Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Progress in materials science*, vol. 48, 2003, p. 171–273.
- [KUR 02] KURZ W., MERCIER J., ZAMBELLI G.
Introduction à la science des matériaux. Presses polytechniques et universitaires romandes, 2002.

- [LAI 04] LAIREZ D., PELTA J.
Diffusion de neutrons aux petits angles : application à l'étude des macromolécules biologiques en solution. *Journal de physique IV*, vol. 1, 2004, p. 1–24.
- [LAM] < www.ill.eu/instruments-support/computing-for-science/cs-software/all-software/lamp/ >.
- [LAN 12] LANDEGHEM H. V., GOUNÉ M., REDJAIMIA A.
Nitride precipitation in compositionally heterogeneous alloys : Nucleation, growth and coarsening during nitriding. *Journal of Crystal Growth*, vol. 341, 2012, p. 53–60.
- [LAS 07] LASSANCE D., FABRÈGUE D., DELANNAY F., PARDOEN T.
Micromechanics of room and high temperature fracture in 6xxx Al alloys. *Progress in Materials Science*, vol. 52, 2007, p. 62–129.
- [LEM 09] LEMAITRE J., CHABOCHE J., BENALLAL A., DESMORAT R.
Mécanique des matériaux solides. Dunod, 2009.
- [LUT 61] LUTTS A.
Pre-precipitation in Al-Mg-Ge and Al-Mg-Si. *Acta Metallurgica*, vol. 9, 1961, p. 577–586.
- [MAG 84] MAGNIN T., DRIVER J., LEPINOUX J., KUBIN L.
Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux et alliages C.C. et C.F.C. I. – Consolidation cyclique. *Revue de physique appliquée*, vol. 19, 1984, p. 467–482.
- [MAI 10] MAISONNETTE D.
Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2010.
- [MAI 11] MAISONNETTE D., SUERY M., NELIAS D., CHAUDET P., EPICIER T.
Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, 2011, p. 2718–2724.
- [MAI 14] MAISONNETTE D., NELIAS D., BARDEL D., ROBIN V., SUERY M., PEREZ M.
Mechanical behaviour at high temperature as induced during welding of a 6061 series aluminium alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. submitted, 2014, p. 1–13.
- [MAL 08] MALARD B.
Caractérisation multiéchelle par diffraction de neutrons et rayonnement synchrotron de la transformation martensitique sous contrainte dans un alliage à mémoire de forme CuAlBe. Thèse de doctorat, ENSAM, 2008.
- [MAR 00] MARTIN J.
Dislocations et plasticité des critaux. Presses polytechniques et universitaires romandes, 2000.

- [MAR 01] MARIOARA C., ANDERSEN S., JANSEN J., ZANDBERGEN H.
Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system. *Acta Materialia*, vol. 49, 2001, p. 321–328.
- [MAR 07] MARIOARA C., ANDERSEN S., STENE T., HASTING H., WALMSLEY J., HELVOORT A. V., HOLMESTAD R.
The effect of Cu on precipitation in Al-Mg-Si alloys. *Philosophical Magazine*, vol. 87, 2007, p. 3385–3413.
- [MAR 13] MARCEAU R., DE VAUCORBEIL A., SHA G., RINGER S., POOLE W.
Analysis of strengthening in AA6111 during the early stages of aging : atom probe tomography and yield stress modelling. *Acta Matererialia*, vol. 61, 2013, p. 7285–7303.
- [MAS 00] MASSARDIER V., EPICIER T., MERLE P.
Correlation between the microstructural evolution of a 6061 aluminium alloy and the evolution of its thermoelectric power. *Acta Materialia*, vol. 48, 2000, p. 2911–2924.
- [MAT 99] MATSUDA K., NAOI T., FUJII K., UETANI Y., SATO T., KAMIO A., IKENO S.
Crystal structure of the β'' phase in an Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass%Si alloy. *Material and science and engineering A*, vol. 262, 1999, p. 232–237.
- [MAU 05] MAUGIS P., SOISSON F., LAE. L.
Kinetics of precipitation : comparison between Monte Carlo simulations, cluster dynamics and the classical theories. *Defect and Diffusion Forum*, vol. 237, 2005, p. 671–676.
- [MER 02] MERCIER J., ZAMBELLI G., KURZ W.
Introduction à la science des matériaux. Presses polytechniques et universitaires romandes, 2002.
- [MGU 97a] MGUIL-TOUCHAL S.
Une technique de corrélation d'images numériques : application à la détermination de courbes limites de formages et proposition d'un critère de striction. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1997.
- [MGU 97b] MGUIL-TOUCHAL S., MORESTIN F., BRUNET M.
Various Experimental Applications of Digital Image Correlation Method. *CMEM Rhodes*, vol. 97, 1997, p. 45–58.
- [MIL 12] MILH P.
Prédiction numérique de la texture des grains d'un acier 316L après une opération de soudage. Master's thesis, INSA Lyon, 2012.
- [mms] « <http://mms2.ensmp.fr/> ».
- [MON 12] MONDELIN A.
Modélisation de l'intégrité des surfaces usinées : application au cas du tournage finition de l'acier inoxydable 15-5PH. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2012.

- [MUR 87] MURA T.
Micromechanics of defects in solids. Martinus Nijhoff publishers, 1987.
- [MYH 91a] MYHR O., GRONG O.
Process modelling applied to 6082-T6 aluminium weldments-I. Reaction kinetics. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, 1991, p. 2963–2702.
- [MYH 91b] MYHR O., O.GRONG
Process modelling applied to 6082-T6 aluminium weldments-II. Applications of model. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, 1991, p. 2703–2708.
- [MYH 01] MYHR O., GRONG O., ANDERSEN S.
Modelling of the age hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 49, 2001, p. 65–75.
- [MYH 04] MYHR O., GRONG O., FJAER H., MARIOARA C.
Modelling of the microstructure and strength evolution in Al-Mg-Si alloys during multistage thermal processing. *Acta Materialia*, vol. 52, 2004, p. 4997–5008.
- [MYH 10] MYHR O., GRONG O., PEDERSEN K.
A combined precipitation, yield strength, and work hardening model for Al-Mg-Si alloys. *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 41A, 2010, p. 2210–2289.
- [NIC 03] NICOLAS M., DESCHAMPS A.
Characterisation and modelling of precipitate evolution in an Al-Zn-Mg alloy during non-isothermal heat treatments. *Acta Materialia*, vol. 51, 2003, p. 6077–6094.
- [PER 05] PEREZ M.
Gibbs-Thomson effect in phase transformations. *Scripta Mater.*, vol. 52, 2005, p. 709–712.
- [PER 07] PEREZ M.
Approche multi-échelle de la précipitation. Habilitation à diriger des recherches, 2007.
- [PER 08] PEREZ M., DUMONT M., ACEVEDO-REYES D.
Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Materialia*, vol. 56, 2008, p. 2119–2132.
- [PER 09] PEREZ M., DUMONT M., ACEVEDO-REYES D.
Corrigendum to « Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation ». *Acta Materialia*, vol. 57, 2009, p. 1318–1318.
- [PIL 01] PILIPENKO A.
Computer simulation of residual stress and distortion of thick plates in multi-electrode submerged arc welding. Thèse de doctorat, Norwegian University of Science and Technology, 2001.
- [PIR 06] PIRLING T., BRUNO G., WITHERS P.
SALSA : advances in residual stress measurement at ILL. *Materials Science Forum*, vol. 524–525, 2006, p. 217–222.

- [PIR op] PIRLING T.
Radial focussing collimators for monochromatic neutron strain imaging instrumentation. *Ansto*, workshop.
- [PRO 08] PROUDHON H., POOLE W., WANG X., BRÉCHET Y.
The role of internal stresses on the plastic deformation of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Philosophical Magazine*, vol. 88, 2008, p. 621–640.
- [QIA 09] QIAN C., QUAN X., FENG-JUAN Z., DONG-MENG C., XU-ZHEN L.
First-principles calculation of electronic structure of Mg₂Si with doping. *International Forum on Information Technology and applications*, 2009.
- [QUE 08] QUEYREAU S.
Etude des mécanismes d'écroûissage sous irradiation de la ferrite par simulations de dynamique de dislocations. Thèse de doctorat, UPMC, 2008.
- [QUE 09] QUEYREAU S., DEVINCRE B.
Bauschinger effect in precipitation-strengthened materials : A dislocation dynamics investigation. *Philosophical Magazine Letters*, vol. 89, 2009, p. 419–430.
- [QUE 10] QUEYREAU S., MONNET G., DEVINCRE B.
Orowan strengthening and forest hardening superposition examined by dislocation dynamics simulations. *Acta Materialia*, vol. 58, 2010, p. 5586–5595.
- [RAP 93] RAPPAZ M., GANDIN C.
Probabilistic modelling of microstructure formation in solidification processes. *Acta metallurgica et materialia*, vol. 2, 1993, p. 345–360.
- [RAV 04] RAVI C., WOLVERTON C.
First-principles study of crystal structure and stability of Al-Mg-Si-(Cu) precipitates. *Acta Materialia*, vol. 52, 2004, p. 4213–4227.
- [REI 06] REINHART G.
Dynamique de formation de la microstructure de solidification d'alliages métalliques : caractérisation par imagerie X synchrotron. Thèse de doctorat, Université Paul Cezanne Aix-Marseille III, 2006.
- [ROB 07] ROBERT Y.
Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécanique associées à ce procédé. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2007.
- [ROS 90] ROSSLER J., ARZT E.
A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials. *Acta Metallurgica*, vol. 38, 1990, p. 671–686.
- [ROV 08] ROVEN H., LIU M., WERENSKIOLD J.
Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy. *Material and science and engineering A*, vol. 483–484, 2008, p. 54–58.
- [RUS 80] RUSSELL K.
Nucleation in solids - the induction and steady-state effects. *Advances in colloid and interface science*, vol. 13, 1980, p. 205–318.

- [SHA 00] SHARMA S.
Effect of Albite particles on the coefficient of thermal expansion behavior of the Al6061 alloy composites. *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 31A, 2000, p. 773–780.
- [SHE 90] SHERCLIFF H., ASHBY M.
A process model for age hardening of aluminium alloys – I. The model. *Acta Metallurgica*, vol. 38, 1990, p. 1789–1802.
- [SHE 12] SHEN Y.
Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : approche micromécanique. Thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2012.
- [SHE 13] SHEN Y., MORGENEYER T., GARNIER J., ALLAIS L., HELFEN L., CRÉPIN J.
Three-dimensional quantitative in situ study of crack initiation and propagation in AA6061 aluminum alloy sheets via synchrotron laminography and finite-element simulations. *Acta Materialia*, vol. 61, 2013, p. 2571–2582.
- [SIM 06a] SIMAR A.
A multiscale multiphysics investigation of aluminium friction stir welds, from thermal modelling to mechanical properties through precipitation evolution and hardening. Thèse de doctorat, Université Catholique de Louvain, 2006.
- [SIM 06b] SIMAR A., LECOMTE-BECKERS J., PARDOEN T., DE MEESTER B.
Effect of boundary conditions and heat source distribution on temperature distribution in friction stir welding. *Science and technology of welding and joining*, vol. 11, 2006, p. 170–177.
- [SIM 07] SIMAR A., BRÉCHET Y., DE MEESTER B., DENQUIN A., PARDOEN T.
Sequential modeling of local precipitation, strength and strain hardening in friction stir welds of an aluminum alloy 6005A-T6. *Acta Materialia*, vol. 55, 2007, p. 6133–6143.
- [SIM 12] SIMAR A., BRÉCHET Y., DE MEESTER B., DENQUIN A., GALLAIS C., PARDOEN T.
Integrated modeling of friction stir welding of 6xxx series Al alloys : Process, microstructure and properties. *Progress in materials science*, vol. 57, 2012, p. 95–183.
- [SIN 06] SINCLAIR C., POOLE W., BRÉCHET Y.
A model for the grain size dependant work hardening of copper. *Scripta Materialia*, vol. 55, 2006, p. 739–742.
- [SON 13] SONNE M., TUTUM C., HATTEL J., SIMAR A., DE MEESTER B.
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, 2013, p. 477–486.

- [STA 03] STARINK M., WANG S.
A model for the yield strength of overaged Al-Zn-Mg-Cu alloys. *Acta Materialia*, vol. 51, 2003, p. 5131–5150.
- [STA 08] STARINK M., DESCHAMPS A., WANG S.
The strength of friction stir welded and friction stir processed aluminium alloys. *Scripta Materialia*, vol. 58, 2008, p. 377–382.
- [SUE 82] SUERY M., FLEMINGS M.
Effect of strain rate on deformation behavior of semi-solid dendritic alloys. *Metallurgical transactions A*, vol. 13, 1982, p. 1809–1819.
- [THO 1] THOMAS B., SCHMITT J.
Durcissement des aciers. *Les techniques de l'ingénieur*, M4 340–1.
- [TRA 11] TRAUDIA A.
Multiphysics modelling and numerical simulation of GTA weld pools. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2011.
- [TRI 70] TRIVEDI R.
The role of interfacial free energy and interface kinetics during the growth of precipitate plates and needles. *Metallurgical Transactions*, vol. 1, 1970, p. 921–927.
- [VAR 61] VARGEL C.
Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages. *Les techniques de l'ingénieur*, M4-661.
- [VIN 11] VINCENT S., GARNIER J., TOFFOLON C., ALLAIS L., GUILBERT T., SORNIN D. M. D., WIDENT P., GASQUERES C., BECHADE J.
Evolutions microstructurales de deux alliages d'aluminium 6061 lors des étapes d'élaboration. *20ème Congrès Français de mécanique*, 2011.
- [VIS 07] VISSERS R., VAN HUIS M., JANSEN J., ZANDBERGEN H., MARIOARA C., ANDERSEN S.
The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 55, 2007, p. 3815–3823.
- [VOL 26] VOLMER M., WEBER A.
Keimbildung in übersättig gebilden. *Zeitschro Phys chemie*, vol. 119, 1926, p. 277–301.
- [WAN 03] WANG X., POOLE W., ESMAEILI S., LLOYD D., EMBURY J.
Precipitation strengthening of the aluminium alloy AA6111. *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 34, 2003, p. 2913–2924.
- [WAN 07] WANG Y., LIU Z., CHEN L., WOLVERTON C.
First-principles calculations of β'' -Mg₅Si₆ / α -Al interfaces. *Acta Materialia*, vol. 55, 2007, p. 5934–5947.
- [WIT 07] WITHERS P.
Mapping residual and internal stress in materials by neutron diffraction. *C.R. Physique*, vol. 8, 2007, p. 806–820.

- [WOO 13] WOO W., AN G., KINGSTON E., DEWALD A., SMITH D., HILL M.
Through-thickness distributions of residual stresses in two extreme heat-input thick welds : A neutron diffraction, contour method and deep hole drilling study. *Acta Materialia*, vol. 61, 2013, p. 3564–3574.
- [YU 10] YU R., ZHU J., YE H.
Calculations of single-crystal elastic constants made simple. *Computer physics communications*, vol. 181, 2010, p. 671–675.
- [ZAI 09] ZAIN-UL-ABDEIN M., NELIAS D., JULLIEN J., DELOISON D.
Prediction of laser beam welding-induced distortions and residual stresses by numerical simulation for aeronautic application. *journal of materials processing technology*, vol. 209, 2009, p. 2907–2917.
- [ZAI 10a] ZAIN-UL-ABDEIN M., NELIAS D., JULLIEN J., DELOISON D.
Experimental investigation and finite element simulation of laser beam welding induced residual stresses and distortions in thin sheets of AA 6056-T4. *Material and science and engineering A*, vol. 527, 2010, p. 3025–3039.
- [ZAI 10b] ZAIN-UL-ABDEIN M., NELIAS D., JULLIEN J., WAGAN A.
Thermo-mechanical characterisation of 11 6056-T4 and estimation of its material properties using Genetic Algorithm. *Materials and Design*, vol. 31, 2010, p. 4302–4311.
- [ZAI 11] ZAIN-UL-ABDEIN M., NELIAS D., JULLIEN J., BOITOUT F., DISCHERT L., NOE X.
Finite element analysis of metallurgical phase transformations in AA6056-T4 and their effects upon the residual stress and distortion states of a laser welded T-Joint. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 88, 2011, p. 45–56.
- [ZEL 43] ZELDOVICH Y.
On the theory of new phase formation : cavitation. *Acta Phisicochim USSR*, vol. 18, 1943, p. 1–22.
- [ZHA 10] ZHANG H., WANG Y., SHANG S., RAVI C., WOLVERTON C., CHEN L., LIU Z.
Solvus boundaries of (meta)stable phases in the Al-Mg-Si system : first-principles phonon calculations and thermodynamic modeling. *CALPHAD*, vol. 34, 2010, p. 20–25.

FOLIO ADMINISTRATIF

THÈSE SOUTENUE DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE LYON

NOM : BARDEL

DATE de SOUTENANCE : 28 mai 2014

Prénoms : Didier

TITRE : Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2014-ISAL-0045

École doctorale : MEGA

Spécialité : Mécanique - Génie Mécanique - Génie Civil

RÉSUMÉ :

Pour fabriquer le caisson-coeur du futur réacteur expérimental Jules Horowitz (RJH), un assemblage de viroles est effectué à l'aide d'un procédé haute énergie : le soudage par faisceau d'électrons (FE). L'aluminium 6061-T6 qui a été choisi pour la fabrication de ces viroles est un alliage à durcissement structural, ce qui signifie que ses propriétés mécaniques sont très fortement dépendantes de son état de précipitation. Lors du soudage des viroles, l'état microstructural du matériau est affecté : on assiste notamment à une dégradation de l'état fin de précipitation (T6). Les conséquences de cette dégradation microstructurale sont diverses. Notamment, l'évolution de l'état de précipitation au cours du soudage engendre une variation du comportement mécanique et impactera donc la distribution des contraintes résiduelles. De plus, les propriétés mécaniques en service à proximité du joint soudé seront grandement modifiées, on assiste par exemple à une chute de la limite d'élasticité.

Dans ce travail, des essais cycliques ont été effectués après des chargements thermiques représentatifs d'une opération de soudage mais aussi pendant des essais isothermes. L'analyse de ces résultats et la confrontation à des mesures de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) et de Microscopie Electronique en Transmission (MET) permettent de comprendre les effets de la précipitation sur la loi de comportement de l'alliage.

Afin de prédire les évolutions microstructurales et mécaniques dans l'alliage 6061, un logiciel de précipitation a été implémenté et couplé à un modèle élastoplastique à base physique. Les résultats obtenus permettent de représenter la grande variété de comportement observé lors de la campagne expérimentale. Un couplage entre simulation éléments finis thermique et précipitation a été effectué et permet d'ouvrir des perspectives de simulations plus physiques pour ce type d'alliage.

MOTS-CLÉS : 6061-T6, loi de comportement, simulation multi-physique, essais cycliques, soudage instrumenté, neutronique

Laboratoires de recherche : LaMCoS - UMR CNRS 5259 - INSA de Lyon
20, avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex, FRANCE

—
MATEIS - UMR CNRS 5510 - INSA de Lyon
25, avenue Capelle, 69621 Villeurbanne Cedex, FRANCE

Directeur de thèse : Pr. Daniel Nelias et Pr. Michel Perez

Président du jury : A. Deschamps, Professeur, INP Grenoble/IUF

Composition du jury : J.M. Drezet, Professeur, EPFLausanne, Rapporteur
A. Simar, Chargée de cours HDR, UCLouvain, Rapporteur
P. Pilvin, Professeur, UNIV-UBS, Examineur
J. Garnier, Ingénieur de recherche, CEA Saclay, Examineur
F. Bourlier, Ingénieur, AREVA NP Lyon, Examineur