

THÈSE

Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6

Présentée devant

l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

pour obtenir

le GRADE DE DOCTEUR

École doctorale :

Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique (MEGA)

Spécialité :

MÉCANIQUE - GÉNIE MÉCANIQUE - GÉNIE CIVIL

par

Daniel MAISONNETTE

Thèse soutenue en février 2010 devant la Commission d'examen

Jury

| | | |
|--------------------------|-----------------------------|--------------------|
| Elisabeth GAUTIER | Directeur de Recherche CNRS | Rapporteur |
| Frédéric DESCHAUX-BEAUME | Maître de Conférences HDR | Rapporteur |
| Alexis DESCHAMPS | Professeur | Examineur |
| Philippe GILLES | Expert AREVA | Examineur |
| Marc ALANOU | Ingénieur AREVA | Examineur |
| Daniel NELIAS | Professeur | Directeur de thèse |
| Michel SUERY | Directeur de Recherche CNRS | Directeur de thèse |
| Jérôme GARNIER | Ingénieur CEA | Membre invité |

Résumé

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'inscrit dans le cadre des actions de qualification anticipée du caisson du RJH (Réacteur Jules Horowitz). Le caisson est une enceinte sous pression fabriquée en alliage d'aluminium 6061-T6. Il s'agit d'un alliage à durcissement structural dont les propriétés mécaniques sont étroitement liées à l'état de précipitation dans le matériau. Des essais de traction ont permis de mesurer l'évolution des propriétés mécaniques du matériau ayant subi des chargements thermiques représentatifs d'une opération de soudage par faisceaux d'électrons (soudage FE). Des essais ont été menés à température ambiante et à chaud. Des observations métallurgiques par Diffusion de Neutrons au Petits Angles (DNPA) et par Microscopie Electronique en Transmission (MET) donnent par la suite la taille et la fraction volumique des précipités. Les résultats de ces campagnes d'essais permettent de comprendre l'évolution des propriétés mécaniques.

Ces expérimentations ont ensuite été utilisées pour mettre en place un modèle métallurgique permettant de calculer les caractéristiques de l'état de précipitation. Ce modèle étant couplé à un modèle de durcissement structural, il calcule la limite d'élasticité du matériau pour divers chargements thermiques. Un modèle mécanique phénoménologique a également été développé afin de modéliser le comportement d'une structure soumise à un chargement thermique.

MOTS CLÉS: 6061-T6, durcissement structural, DNPA, MET, modélisation métallurgique, modélisation mécanique

Table des matières

| | |
|---|-------------|
| Table des matières | i |
| Liste des figures | v |
| Liste des tableaux | xi |
| Nomenclature | xiii |
| Introduction générale | 1 |
| 1 Revue bibliographique | 9 |
| 1.1 Les alliages d'aluminium | 10 |
| 1.2 L'alliage d'aluminium 6061 en particulier | 13 |
| 1.2.1 Présentation générale du 6061 | 13 |
| 1.2.2 Les caractéristiques mécaniques du 6061-T6 | 14 |
| 1.2.2.1 Caractéristiques mécaniques à chaud du 6061-T6 | 15 |
| 1.2.2.2 Caractéristiques mécaniques du 6061-T6 à température ambiante | 18 |
| 1.2.3 Limite des données bibliographiques | 18 |
| 1.3 Le principe de la précipitation et du durcissement structural | 21 |
| 1.3.1 Le principe de la précipitation | 21 |
| 1.3.2 Le durcissement structural | 26 |
| 1.3.3 Modélisation des phénomènes métallurgiques | 29 |
| 1.3.3.1 Modélisation de la germination | 29 |
| 1.3.3.2 Modélisation de l'évolution de la précipitation | 38 |
| 1.3.3.3 Modélisation mécanique | 41 |
| 2 Le comportement mécanique du 6061 | 45 |
| 2.1 Introduction | 47 |
| 2.2 Dispositif expérimental de chauffage rapide | 48 |
| 2.2.1 Définition du cahier des charges | 48 |
| 2.2.2 Conception du dispositif expérimental | 49 |
| 2.2.2.1 Le système de chauffage | 49 |
| 2.2.2.2 Conception des éprouvettes | 53 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 2.2.2.3 | La machine d'essais mécaniques | 57 |
| 2.2.3 | Mise au point du dispositif expérimental | 58 |
| 2.2.3.1 | Réglage des PID | 59 |
| 2.2.3.2 | Elimination de l'erreur de mesure des thermo- couples | 61 |
| 2.3 | Les paramètres expérimentaux | 63 |
| 2.3.1 | Soudage par faisceau d'électrons | 63 |
| 2.3.1.1 | Essais instrumentés du soudage FE | 63 |
| 2.3.1.2 | Modélisation du soudage FE | 71 |
| 2.3.2 | Définition des paramètres expérimentaux | 75 |
| 2.3.2.1 | A température ambiante | 75 |
| 2.3.2.2 | A chaud | 76 |
| 2.4 | Essais de traction à température ambiante | 79 |
| 2.4.1 | Etude de la température atteinte | 79 |
| 2.4.2 | Etude de la vitesse de chauffage | 82 |
| 2.4.3 | Etude d'un maintien à 560 °C | 84 |
| 2.4.4 | Résumé | 86 |
| 2.5 | Essais de traction à chaud | 87 |
| 2.5.1 | Exploitation des courbes de traction à chaud | 87 |
| 2.5.2 | Essais lors du chauffage (Caractérisation de l'état T6) | 93 |
| 2.5.3 | Essais lors du refroidissement (Caractérisation de l'état O) | 98 |
| 2.5.4 | Etude de deux cas particuliers | 100 |
| 2.5.4.1 | Caractérisation du matériau à 300 °C | 101 |
| 2.5.4.2 | Caractérisation de l'état O à 200 °C | 102 |
| 2.6 | Bilan des résultats | 104 |
| 3 | Le comportement métallurgique du 6061 | 105 |
| 3.1 | Introduction | 107 |
| 3.2 | Mesures par Diffusion de Neutrons aux Petits Angles | 108 |
| 3.2.1 | Principe de la DNPA | 109 |
| 3.2.2 | Traitements des mesures | 111 |
| 3.2.3 | Exploitation des résultats | 116 |
| 3.2.4 | Influence de la température atteinte | 119 |
| 3.2.5 | Influence de la vitesse de chauffage | 121 |
| 3.3 | Observations par Microscopie Electronique en Transmission (MET) | 125 |
| 3.3.1 | Observations de l'état T6 en HRTEM | 125 |
| 3.3.2 | Observations de l'évolution de la microstructure en MET classique | 128 |
| 3.3.2.1 | Comparaison de trois états de précipitation | 130 |
| 3.3.2.2 | Evaluation de la fraction volumique des précipités | 132 |
| 3.4 | Modélisation métallurgique (PreciSo) | 136 |
| 3.4.1 | Les données d'entrée du modèle | 136 |
| 3.4.2 | Initialisation du modèle | 140 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 3.4.2.1 | Calcul des teneurs initiales | 140 |
| 3.4.2.2 | Calcul de la fraction volumique initiale des précipités | 141 |
| 3.4.2.3 | Calcul des fractions atomiques initiales restant en solution | 141 |
| 3.4.3 | Modélisation des phénomènes métallurgiques | 142 |
| 3.4.3.1 | Calcul de la sursaturation | 143 |
| 3.4.3.2 | Modélisation de la germination | 144 |
| 3.4.3.3 | Modélisation de la croissance des précipités | 148 |
| 3.4.3.4 | Mise à jour des fractions atomiques et du pas de temps | 151 |
| 3.4.4 | Résultats | 152 |
| 3.4.4.1 | Représentation de l'état T6 | 152 |
| 3.4.4.2 | Modélisation de chargements thermiques | 153 |
| 3.4.5 | Améliorations à apporter - Modèle à deux phases | 159 |
| 3.5 | Bilan des résultats | 162 |
| 4 | Modélisation du comportement mécanique | 165 |
| 4.1 | Introduction | 167 |
| 4.2 | Approche phénoménologique : loi des mélanges | 168 |
| 4.2.1 | Simulations thermo-métallurgiques des essais de traction à chaud | 169 |
| 4.2.1.1 | Présentation des calculs électrocinétiques et métallurgiques | 170 |
| 4.2.1.2 | Résultats des calculs métallurgiques | 173 |
| 4.2.2 | Simulation mécanique des essais de traction | 175 |
| 4.2.2.1 | Description du modèle mécanique | 176 |
| 4.2.2.2 | Modélisation mécanique des essais de traction à chaud | 176 |
| 4.2.2.3 | Modélisation mécanique des essais de traction à température ambiante | 179 |
| 4.3 | Approche métallurgique : modèle de durcissement structural | 181 |
| 4.3.1 | Description générale | 181 |
| 4.3.2 | Modélisation de la limite d'élasticité à température ambiante | 182 |
| 4.3.3 | Modélisation d'une opération de soudage FE | 183 |
| 4.4 | Bilan des analyses mécaniques | 186 |
| | Conclusion générale et perspectives | 187 |
| | Bibliographie | 193 |
| | Annexes | |
| A | Conception des résistors en graphite | 205 |

| | | |
|----------|--|------------|
| B | Annulation de l'erreur de mesure des thermocouples | 209 |
| C | Mesure de température lors du soudage FE de la plaque P02 | 215 |
| D | Mode opératoire des essais de traction à température ambiante | 217 |
| E | Macrographies et filiations de dureté de joints soudés par FE | 223 |
| F | Calcul de la fraction volumique des précipités | 235 |
| G | Présentation de la microscopie électronique en transmission | 239 |
| H | Calcul du facteur de Zeldovich | 243 |

Liste des figures

| | | |
|------|---|----|
| 1 | Vue isométrique du caisson | 4 |
| 2 | Enchaînement des modèles prédisant la résistance mécanique d'une pièce à partir de son historique thermique | 8 |
| 1.1 | Courbe contrainte vraie - déformation du 6061-T6 | 15 |
| 1.2 | Limité d'élasticité à chaud du 6061-T6 | 16 |
| 1.3 | Résistance à la rupture à chaud du 6061-T6 | 16 |
| 1.4 | Evolution avec la température du module d'Young | 17 |
| 1.5 | Evolution avec la température du coefficient de Poisson | 17 |
| 1.6 | Limité d'élasticité à température ambiante du 6061-T6 | 19 |
| 1.7 | Résistance à la rupture à température ambiante du 6061-T6 | 20 |
| 1.8 | Lois de comportement à chaud du 6056-T4 | 20 |
| 1.9 | Diagramme de phase du système pseudo-binaire Al-Mg ₂ Si | 22 |
| 1.10 | Représentation d'une solution solide sursaturée | 23 |
| 1.11 | Représentation des zones GP et des phases β'' | 23 |
| 1.12 | Représentation de la phase β' | 24 |
| 1.13 | Représentation de la phase β | 25 |
| 1.14 | Déplacement d'une ligne élastique de dislocation | 27 |
| 1.15 | Cisaillement d'un précipité sphérique dans le plan de glissement d'une dislocation | 28 |
| 1.16 | Représentation schématique du contournement d'Orowan | 29 |
| 1.17 | Schéma de construction du diagramme de phases du système Al-M | 31 |
| 1.18 | Evolution schématique de ΔG induite par la germination en fonction du rayon du germe | 33 |
| 1.19 | Comparaison des barrières de germination homogène et hétérogène | 34 |
| 1.20 | Schémas possibles de germination hétérogène d'un précipité sur une zone GP | 34 |
| 1.21 | Variation avec la température du rayon maximal et du rayon critique | 36 |
| 1.22 | Modèle de germination hétérogène | 38 |
| 1.23 | Profil de concentration | 40 |
| 2.1 | Chauffage par effet Joule - Circuit électrique | 50 |
| 2.2 | Alimentation redressée triphasée CECLA | 51 |
| 2.3 | Schéma électrique du dispositif de chauffage | 52 |

| | | |
|------|--|----|
| 2.4 | Géométrie de l'éprouvette simulée | 55 |
| 2.5 | Température après une seconde de chauffage en fonction du diamètre de l'éprouvette | 56 |
| 2.6 | Simulation du gradient de température dans l'éprouvette | 57 |
| 2.7 | Gradient thermique dans l'éprouvette | 58 |
| 2.8 | Eprouvette de traction utilisée pour le chauffage par effet Joule | 58 |
| 2.9 | Machine de traction / compression - torsion MTS 809 | 59 |
| 2.10 | Eprouvette positionnée sur la machine de traction via des mors en cuivre | 60 |
| 2.11 | Représentation schématique du réglage du PID – Correcteur proportionnel seul | 61 |
| 2.12 | Représentation schématique du réglage du PID – Correcteur P + I | 62 |
| 2.13 | Position des thermocouples sur une plaque instrumentée | 64 |
| 2.14 | Plaque pour essai instrumenté de soudage FE | 65 |
| 2.15 | Dispositif de soudage par faisceau d'électrons | 66 |
| 2.16 | Cordon de soudure FE | 66 |
| 2.17 | Mesures des thermocouples sur la plaque P01 lors du soudage FE | 68 |
| 2.18 | Macrographie de la zone fondue | 69 |
| 2.19 | Mesure des vitesses de chauffage lors de l'essai de soudage par FE | 70 |
| 2.20 | Refroidissement de la plaque P01 | 71 |
| 2.21 | Source de chaleur conique | 72 |
| 2.22 | Simulation du soudage par faisceau d'électrons - Zone fondue | 74 |
| 2.23 | Evolution de la température simulée aux positions des thermocouples | 74 |
| 2.24 | Comparaison simulation / expérience | 75 |
| 2.25 | Type d'essais de traction à chaud | 77 |
| 2.26 | Différentes phases des essais de traction à chaud | 78 |
| 2.27 | Chargements thermiques pour l'étude de la température atteinte | 80 |
| 2.28 | Courbes contrainte vraie - déformation logarithmique pour différentes températures atteintes | 81 |
| 2.29 | Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température atteinte | 81 |
| 2.30 | Evolution du module d'élasticité en fonction de la température atteinte | 82 |
| 2.31 | Chargements thermiques pour l'étude de la vitesse de chauffage | 83 |
| 2.32 | Courbes contrainte vraie - déformation logarithmique pour différentes vitesses de chauffage | 84 |
| 2.33 | Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la vitesse de chauffage | 85 |
| 2.34 | Courbes contrainte vraie - déformation logarithmique pour l'étude d'un maintien en température | 86 |
| 2.35 | Détection des bords de l'éprouvette | 89 |
| 2.36 | Evolution du diamètre d'une éprouvette au cours d'un essai de traction à 300 °C | 90 |

| | | |
|------|---|-----|
| 2.37 | Evolution de la section en fonction de la déformation mesurée avec l'extensomètre | 91 |
| 2.38 | Mesure des rayons nécessaires au calcul du facteur de Bridgman | 91 |
| 2.39 | Evolution du facteur de Bridgman en fonction la déformation mesurée par l'extensomètre | 92 |
| 2.40 | Exploitation des essais de traction à chaud | 93 |
| 2.41 | Caractérisation à chaud de l'état T6 - Courbes de traction | 94 |
| 2.42 | Caractérisation à chaud de l'état T6 - Domaines élastiques | 95 |
| 2.43 | Caractérisation à chaud de l'état T6 - Evolution de σ_y en fonction de la température d'essai | 96 |
| 2.44 | Caractérisation à chaud de l'état T6 - Evolution du module de E en fonction de la température d'essai | 97 |
| 2.45 | Caractérisation à chaud de l'état O - Courbes de traction | 99 |
| 2.46 | Caractérisation à chaud de l'état O-Domaines élastiques | 99 |
| 2.47 | Caractérisation à chaud de l'état O - Evolution de σ_y en fonction de la température d'essai | 100 |
| 2.48 | Caractérisation de l'état T6 à 300 °C - Comparaison de différents types d'essai | 101 |
| 2.49 | Caractérisation du 6061 à 300 °C pour différentes températures atteintes | 103 |
| 2.50 | Caractérisation de l'état O - Comparaison de vitesses de déformation | 103 |
| 3.1 | Classification périodique des éléments | 108 |
| 3.2 | Cheminement du faisceau de neutrons | 110 |
| 3.3 | Exemple de spectre de diffusion | 111 |
| 3.4 | Courbes initiales de diffusion pour deux configurations différentes | 112 |
| 3.5 | Comparaison entre la diffusion du faisceau vide et la diffusion totale | 113 |
| 3.6 | Variation d'angle solide avec la position du détecteur | 115 |
| 3.7 | Courbes de diffusion – Sections efficaces | 115 |
| 3.8 | Exemple de représentation de Guinier | 117 |
| 3.9 | Exemple d'une courbe de diffusion $(I - I_{Laue})q^2 = f(q)$ | 118 |
| 3.10 | Courbes de diffusion pour étude de la température atteinte | 120 |
| 3.11 | Fraction volumique en fonction de la température atteinte | 121 |
| 3.12 | Rayon de Guinier en fonction de la température atteinte | 122 |
| 3.13 | Courbes de diffusion pour étude de la vitesse de chauffage | 123 |
| 3.14 | Rayon de Guinier en fonction de la vitesse de chauffage | 123 |
| 3.15 | Fraction volumique en fonction de la vitesse de chauffage | 124 |
| 3.16 | Observation des intermétalliques de taille grossière | 126 |
| 3.17 | Observation en HRTEM de précipités en aiguilles dans le 6061-T6 | 127 |
| 3.18 | Vue en mode champ sombre puis champ clair d'une colonie de précipités | 128 |
| 3.19 | Vue de précipités dans les 3 directions | 129 |
| 3.20 | Spectre EDX typique pour un précipité contenu dans le 6061-T6 | 129 |

| | | |
|------|--|-----|
| 3.21 | Comparaison de trois états de précipitation à faible grandissement | 130 |
| 3.22 | Comparaison de trois états de précipitation à grandissement intermédiaire | 131 |
| 3.23 | Observation de l'état T6 en champ sombre | 132 |
| 3.24 | Comparaison de trois états de précipitation à fort grandissement | 133 |
| 3.25 | Simulation de la population de précipités pour $T_{atteinte} = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 134 |
| 3.26 | Simulation de la population de précipités pour $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 135 |
| 3.27 | Variation de l'énergie libre de germination | 145 |
| 3.28 | Profil de concentration en soluté autour du précipité | 149 |
| 3.29 | Evolution avec le temps des grandeurs modélisées par PreciSo | 154 |
| 3.30 | Densités de distribution | 155 |
| 3.31 | Evolution du rayon moyen avec la température atteinte | 156 |
| 3.32 | Evolution de la fraction volumique avec la température atteinte | 157 |
| 3.33 | Evolution du rayon moyen avec la vitesse de chauffage | 158 |
| 3.34 | Evolution de la fraction volumique avec la vitesse de chauffage | 158 |
| 3.35 | Analyses par calorimétrie différentielle à balayage | 159 |
| 3.36 | Modèle à deux phases - Evolution de la fraction volumique avec la température atteinte | 161 |
| 3.37 | Modèle à deux phases - Evolution du rayon moyen avec la température atteinte | 162 |
| 4.1 | Maillage utilisé lors de l'approche phénoménologique de la modélisation du comportement mécanique | 169 |
| 4.2 | Illustration des conditions aux limites électrocinétiques et thermiques | 174 |
| 4.3 | Evolution de la température et des proportions de phases au milieu de l'éprouvette à $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 174 |
| 4.4 | Evolution de la température et des proportions de phases au milieu de l'éprouvette à $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 175 |
| 4.5 | Comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie simulée et mesurée dans le cas d'un essai de traction à $T_{essai} = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 177 |
| 4.6 | Comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie simulée et mesurée dans le cas d'un essai de traction à $T_{essai} = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 177 |
| 4.7 | Lois de comportement obtenues pour la phase durcie | 178 |
| 4.8 | Lois de comportement obtenues pour la phase adoucie | 178 |
| 4.9 | Comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie simulée et mesurée dans le cas d'un essai de traction à température ambiante pour une température atteinte $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ | 180 |
| 4.10 | Evolution de la limite d'élasticité avec la température atteinte | 183 |
| 4.11 | Evolution de la limite d'élasticité avec la vitesse de chauffage | 184 |
| 4.12 | Evolution de la limite d'élasticité dans la ZAT du soudage FE | 185 |
| 4.13 | Modélisation de l'état de précipitation autour d'une soudure FE | 185 |
| B.1 | Mesure de température avec un thermocouple | 209 |

| | | |
|------|--|-----|
| B.2 | Schématisation de l'erreur de mesure | 210 |
| B.3 | Evaluation de l'erreur de mesure | 211 |
| B.4 | Erreur de mesure en fonction de l'intensité du courant | 212 |
| B.5 | Erreur de mesure en fonction de l'espacement entre les fils du thermocouple | 212 |
| B.6 | Reconstruction de la courbe de température | 213 |
| B.7 | Reconstruction de la courbe de température | 214 |
| C.1 | Chauffage de la plaque P01 | 216 |
| C.2 | Refroidissement de la plaque P02 | 216 |
| D.1 | Extraction des éprouvettes de traction | 218 |
| D.2 | Position des thermocouples sur une éprouvette de traction | 219 |
| D.3 | Positionnement de l'éprouvette sur la machine de traction | 220 |
| D.4 | Dilatation de l'éprouvette | 221 |
| E.1 | Macrographie du cordon de soudure | 224 |
| E.2 | Empreinte d'un essai de microdureté | 225 |
| E.3 | Position des coupons extraits des plaques | 226 |
| E.4 | Fraction volumique de précipités après soudage | 227 |
| E.5 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1C - Position de la FZ et de la ZAT | 227 |
| E.6 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1C - Position des isothermes | 228 |
| E.7 | Courbes de duretés mesurées sur le coupon 1C - Position des isothermes | 229 |
| E.8 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1A - Position des isothermes | 230 |
| E.9 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1B - Position des isothermes | 230 |
| E.10 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 2A - Position des isothermes | 231 |
| E.11 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 2B - Position des isothermes | 231 |
| E.12 | Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 2C - Position des isothermes | 232 |
| E.13 | Courbes de duretés mesurées sur le coupon 1A - Position des isothermes | 232 |
| E.14 | Courbes de duretés mesurées sur le coupon 1B - Position des isothermes | 233 |
| E.15 | Courbes de duretés mesurées sur le coupon 2A - Position des isothermes | 233 |
| E.16 | Courbes de duretés mesurées sur le coupon 2B - Position des isothermes | 234 |

| | | |
|------|--|-----|
| E.17 | Courbes de duretés mesurées sur le coupon 2C - Position des isothermes | 234 |
| G.1 | Schéma des interactions entre le faisceau électronique incident et l'échantillon | 240 |
| G.2 | Deux schémas de réglages du MET | 241 |
| G.3 | Préparation d'une lame mince | 242 |

Liste des tableaux

| | | |
|-----|--|-----|
| 1.1 | Symboles des différents traitements correspondant à l'état T | 12 |
| 1.2 | Proportion des éléments d'addition du 6061 | 14 |
| 1.3 | Propriétés mécaniques couramment admises du 6061 | 14 |
| 1.4 | Compositions des précipités dans le système Al-Mg-Si | 26 |
| 2.1 | Refroidissement de la plaque P02 après le soudage FE | 70 |
| 3.1 | Mesures de la taille des précipités | 132 |
| 3.2 | Données concernant les solutés | 137 |
| 3.3 | Données concernant la matrice d'aluminium | 137 |
| 3.4 | Données concernant les précipités | 138 |
| 4.1 | Valeurs numériques des paramètres du modèle métallurgique | 172 |
| C.1 | Refroidissement de la plaque P02 après le soudage FE | 215 |

Nomenclature

| | |
|---|--|
| a | Paramètre de maille |
| A | Allongement à la rupture en |
| A^* | Nombre de sites à la surface d'un germe où un atome peut s'incorporer |
| β^* | Taux de condensation |
| c_{bp} | Constante utilisé dans le calcul de $\Delta Y S_{bp}$ |
| c_s | Constante utilisé dans le calcul de $\Delta Y S_s$ |
| C | Chaleur spécifique |
| C^i | Concentration massique d'un élément quelconque à l'interface précipité / matrice |
| C^m | Concentration massique d'un élément quelconque dans la matrice |
| C^p | Concentration massique d'un élément quelconque dans les précipités |
| d | Masse volumique |
| dN/dt | Taux de précipitation à l'instant t |
| dr/dt | Croissance des précipités |
| D | Coefficient de diffusion |
| D_0 | Facteur pré-exponentiel du coefficient de diffusion |
| $\partial \Sigma_{Eau} / \partial \Omega$ | Section efficace de diffusion de l'eau |
| $\partial \Sigma_{Ech} / \partial \Omega$ | Section efficace de diffusion de l'échantillon |
| δg | Force motrice volumique de germination |
| $\Delta G(r)$ | Variation d'énergie libre nécessaire à la formation d'un germe de rayon r |
| ΔG_d | Energie élastique de distorsion |
| ΔG_m | Energie libre de migration : Energie nécessaire au déplacement d'un atome dans la matrice |
| ΔG_s | Energie libre de surface |
| ΔG_V | Energie libre volumique d'un germe |
| ΔG^* | Variation d'énergie libre nécessaire à la formation d'un germe de taille critique : Enthalpie libre d'activation de la germination |
| ΔH | Enthalpie de transformation |
| ΔH_0 | Enthalpie de formation / dissolution des précipités |
| $\Delta \rho$ | Facteur de contraste |

Nomenclature

| | |
|----------------------|---|
| ΔS_0 | Entropie de formation / dissolution des précipités |
| ΔT | Degré de refroidissement |
| ΔYS | Contribution à la limite d'élasticité de différents phénomènes |
| ΔYS_{bp} | Contribution à la limite d'élasticité des précipités contournés |
| ΔYS_{ppt} | Contribution à la limite d'élasticité des précipités |
| ΔYS_{ss} | Contribution à la limite d'élasticité de la solution solide |
| ΔYS_s | Contribution à la limite d'élasticité des précipités cisailés |
| ϵ_{vraie} | Déformation vraie |
| $\dot{\epsilon}$ | Vitesse de déformation |
| E | Module d'élasticité |
| f_v | Fraction volumique des précipités |
| F | Effort mécanique |
| $F_{Bridgman}$ | Facteur de Bridgman |
| $g_\alpha ; g_\beta$ | Enthalpies libres des deux phases quelconques α et β par unité de volume |
| G | Energie libre de formation d'un germe |
| γ | Energie de surface |
| Γ_{ligne} | Tension de ligne d'une dislocation |
| Γ | Probabilité d'incorporation d'un atome dans un précipité |
| θ | Angle de diffusion |
| θ_{echap} | Angle d'échappement |
| θ_m | Angle de mouillage |
| I | Intensité de diffusion |
| I_{Laue} | Diffusion de Laue |
| \vec{J} | Flux de courant électrique |
| $J(r)$ | Flux d'atomes de rayon r |
| J_S | Taux de germination à l'état stationnaire |
| k_B | Constante de Boltzmann |
| K_S | Produit de solubilité |
| L_{moy} | Longueur moyenne des précipités |
| λ | Longueur d'onde |
| λ^t | Conductivité thermique |
| M | Masse molaire |
| M' | Paramètre de mobilité |
| n | Nombre d'atomes d'un élément quelconque |
| n_i | Nombre de précipités dans la classe i |
| n^m | Nombre d'atomes d'un élément quelconque dans la matrice |
| n_m | Nombre total d'atomes dans la matrice |
| n^p | Nombre d'atomes d'un élément quelconque dans les précipités |
| n_p | Nombre total d'atomes dans les précipités |
| n^{tot} | Nombre d'atomes total d'un élément quelconque |
| n_t | Nombre total d'atomes |

| | |
|---------------------|---|
| n_0 | Nombre de sites par unité de volume sur lesquels les précipités peuvent se former : proche du nombre d'atomes par unité de volume |
| n^* | Nombre de précipités de taille critique |
| ν | Coefficient de Poisson |
| $\bar{\nu}$ | Fréquence moyenne de vibration |
| p_i | Proportion de phase i |
| P | Energie produite au sein du matériau |
| q | Vecteur de diffusion |
| q_{Max} | Vecteur de diffusion correspondant à l'intensité de diffusion maximale |
| Q | Source de chaleur volumique |
| Q_D | Energie d'activation de la diffusion |
| Q_0 | Intensité intégrée |
| R | Constante des gaz parfaits |
| r_1 | Vitesse de chauffage |
| r | Rayon du précipité considéré |
| r_0 | Longueur de capillarité |
| r_i | Rayon des précipités de la classe i |
| r_{Max} | Rayon maximal des précipités |
| r_{moy} | Rayon moyen des précipités |
| r^* | Rayon critique des précipités |
| $r_{k_B T}^*$ | Rayon des germes formés |
| R_g | Rayon de Guinier |
| R_m | Limite à la rupture |
| $R_{p0,2}$ | Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation |
| ρ | Résistivité électrique |
| s | Sursaturation |
| σ | Contrainte quelconque |
| $\sigma_{Bridgman}$ | Contrainte de Bridgman |
| σ_{Cauchy} | Contrainte de Cauchy |
| σ_y | Limite d'élasticité |
| $\bar{\sigma}(T)$ | Tenseur des conductivités électriques |
| t | Temps |
| t_0 | Durée du revenu |
| $t_{r_1}^*$ | Temps nécessaire pour une dissolution complète à une température donnée T_{r_1} |
| T | Température considérée |
| $T_{atteinte}$ | Température atteinte lors d'un chargement thermique |
| T_{essai} | Température d'essai |
| T_B | Température quelconque proche des températures de revenu |
| T_e | Température d'équilibre |
| T_H | Température quelconque légèrement inférieure à T_S |

Nomenclature

| | |
|-------------|---|
| T_S | Température du solvus |
| T_{ech} | Transmission de l'échantillon |
| T_{p-ech} | Transmission du porte échantillon |
| τ | Temps d'incubation |
| U | Tension |
| V | Potentiel électrique |
| V_{at}^m | Volume atomique de la matrice |
| V_{at}^p | Volume atomique des précipités |
| V_m | Volume molaire des précipités |
| V_{mol}^p | Volume d'une molécule Mg_2Si |
| V_p | Volume des précipités |
| V_t | Volume total |
| x | Position |
| X^0 | Fraction atomique initiale d'un élément quelconque dans la solution solide |
| X^e | Fraction atomique d'un élément quelconque à l'équilibre |
| X^i | Fraction atomique d'un élément quelconque à l'interface précipité / matrice |
| X^m | Fraction atomique d'un élément quelconque dans la matrice |
| X^p | Fraction atomique d'un élément quelconque dans les précipités |
| X^{total} | Fraction atomique totale ou teneur |
| $Y_0(T)$ | Résistance de la phase douce (état O) |
| $Y_{T6}(T)$ | Résistance de la phase durcie (état T6) |
| YS_0 | Limite d'élasticité de l'aluminium pur |
| YS_i | Limite d'élasticité intrinsèque |
| YS_t | Limite d'élasticité totale calculée par modélisation mécanique |
| Z | Facteur de Zeldovich |

Introduction générale

Principales utilisations de l'aluminium

L'aluminium est un élément chimique d'une très grande importance. Il représente à lui seul 8 % de la masse de la croûte terrestre. A l'état pur, l'aluminium présente une très bonne résistance à la corrosion, une faible densité et des propriétés mécaniques moyennes. Il était initialement utilisé dans l'orfèvrerie mais depuis son industrialisation, il est présent dans de nombreux domaines, notamment grâce à l'utilisation d'alliages qui lui confèrent des propriétés thermiques, électriques et / ou mécaniques intéressantes.

Grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques, l'aluminium et ses alliages sont devenus des composants clés dans la vie de tous les jours. Que ce soit dans le bâtiment, l'automobile, l'aviation ou l'industrie alimentaire, l'aluminium est devenu indispensable. Les principaux domaines sont détaillés ci-dessous [[VOI 92](#), [IAI 08](#)] :

- **Les transports** : le premier domaine d'application de l'aluminium qui vient à l'esprit est incontestablement celui du transport. En effet, l'aluminium est beaucoup utilisé dans les industries automobile, ferroviaire, maritime, aéronautique, spatiale, etc. Il est utilisé pour des éléments de structure ou de carrosserie, pour la fabrication de blocs-moteur, de roues ou d'enjoliveurs. La combinaison de sa légèreté, de sa résistance (grâce aux éléments d'addition) et de son aptitude à être mis en forme en font un produit de choix pour tout type de transport. Il permet un gain considérable en termes de consommation. Il permet l'élaboration de formes complexes qui sont très utilisées dans les automobiles, domaine dans lequel le design est devenu un critère de choix du client. De plus, il est facilement recyclable, ce qui facilite et réduit le coût du recyclage des véhicules usagés. S'ajoute à cela le domaine des transports non motorisés, comme les vélos ou les rollers par exemple dont la fabrication nécessite souvent des alliages d'aluminium.
- **Le bâtiment** : l'aluminium est de plus en plus utilisé dans le domaine du bâtiment. Il est notamment utilisé pour faire des ossatures, des toitures, des menuiseries et même des éléments décoratifs. Son utilisation à la place du bois et de l'acier permet des gains d'entretien (grâce à sa tenue à la corrosion

incomparable), des possibilités de forme complexe et des effets décoratifs très prisés des designers et architectes. De plus, l'aluminium correspond bien aux nouvelles restrictions environnementales imposées lors de la construction des bâtiments. A titre d'exemple, une couche d'aluminium isolée serait quatre fois plus isolante que des bardages en bois non isolés ou que 10 cm de briques.

- **L'emballage** : le secteur de l'emballage est un gros consommateur d'aluminium. En effet, l'aluminium est utilisé pour la fabrication de boîtes de conserve, de cannettes pour boissons, d'aérosols, de capsules de bouchage et il est également produit en feuilles très fines pour la protection alimentaire. Ses bonnes propriétés mécaniques permettent d'obtenir des emballages solides et légers, ce qui réduit les coûts de transport. Ils sont faciles à recycler et de manière peu coûteuse. De plus, l'aluminium est un bon conducteur thermique et est une excellente barrière contre l'air, la lumière, les liquides et les micro-organismes, ce qui lui permet de préserver aussi bien la nourriture que les cosmétiques ou les produits médicaux.
- **La construction électrique** : l'une des premières applications industrielles de l'aluminium, en terme de volume, est la construction électrique. L'aluminium est une matière intéressante pour la construction de câbles électriques. En effet, à condition équivalente, c'est-à-dire même résistance électrique pour une même longueur, 1 kg d'aluminium est équivalent à 2 kg de cuivre. Un gain de masse et une économie de coût en résultent. Grâce à sa haute conductivité électrique, son faible poids et sa bonne tenue à la corrosion, l'aluminium est un matériau idéal pour le transport d'électricité sur des lignes à haute tension.
- **La construction aéronautique** : comme dit précédemment, l'aluminium est beaucoup utilisé dans le domaine des transports et notamment dans la construction aéronautique où il a permis de faire des avancées considérables. Par exemple, le duralumin¹ fut présent dans beaucoup d'avions, principalement militaires, dès la première guerre mondiale. La masse de l'aluminium, sa résistance et sa tenue à la corrosion permettent de faire des avions de plus en plus performants, et, peu à peu, il remplaça le bois et l'acier présents dans les avions. Aujourd'hui, l'aluminium compose environ 80 % de la masse d'un avion, ce chiffre ayant tendance à diminuer avec l'apparition de nouveaux matériaux composites qui commencent à remplacer l'aluminium dans certaines applications aéronautiques.

Dans le cadre de l'étude présentée dans ce mémoire, l'alliage d'aluminium 6061 est utilisé pour la construction du réacteur nucléaire expérimental RJH (Réacteur Jules Horowitz). Ce domaine n'est pas cité dans les applications habituelles car,

¹Le duralumin est l'alliage d'aluminium 2017 dont le principal élément d'addition est le cuivre.

l'aluminium est très peu utilisé dans le monde du nucléaire. En effet, ce matériau est, de manière générale, transparent aux radiations, il est donc exclu de la conception des réacteurs les plus courants. Le RJH étant un réacteur expérimental, sa conception est particulière et implique la présence d'une pièce transparente aux radiations. Ce réacteur sera dédié à l'étude de nouveaux matériaux potentiellement utilisables dans les réacteurs de génération future ainsi qu'à l'irradiation des matériaux utilisés en médecine nucléaire.

Motivations et objectifs de l'étude

Les travaux de cette thèse entrent dans le cadre des actions de qualification anticipée du caisson du RJH. Le caisson est une enceinte sous pression fabriquée en alliage d'aluminium 6061-T6. Il s'agit d'un aluminium à durcissement structural dont les propriétés mécaniques sont contrôlées par les précipités Mg_2Si présents dans le matériau. Le caisson fait partie intégrante du circuit de refroidissement primaire. Il permet la circulation de l'eau de refroidissement sous pression autour du cœur du réacteur. Cette pièce doit être la plus transparente possible aux irradiations car elle est placée entre le combustible - qui émet un flux de neutrons - et les échantillons à irradier qui se trouvent autour du caisson. La figure 1 donne une image en 3D du caisson. La hauteur de la pièce finie est approximativement de 5 m pour un diamètre de 80 cm environ et une épaisseur de l'ordre de 30 mm.

Afin d'atteindre ces dimensions, le caisson est composé de plusieurs viroles soudées entre elles. Au cours de sa fabrication, il subit de nombreuses transformations afin de lui donner les caractéristiques mécaniques et géométriques souhaitées. Les différentes phases de sa fabrication sont :

1. **Ebauche coulée** : la première étape de la fabrication du caisson consiste à couler une ébauche pour chacune des viroles le composant. Le matériau utilisé est un alliage d'aluminium 6061 (alliage Al-Mg-Si). Chaque ébauche coulée se présente soit sous forme de billette de section carrée soit sous forme de plateau.
2. **Traitement d'homogénéisation** : ce traitement, appliqué sur l'ébauche coulée, est effectué à haute température. Il présente trois objectifs :
 - (a) Réduire les gradients de concentration issus de la coulée en éliminant les microségrégations².
 - (b) Dissoudre les eutectiques³ solubles éventuellement présents. Dans le cas du 6061, il s'agit des intermétalliques Mg_2Si . D'autres intermétalliques⁴

²**Microségrégation** : Hétérogénéité chimique à l'échelle du grain dans un alliage solide, résultant du processus de solidification dans les conditions de diffusion imparfaite.

³**Eutectique** : Agrégat de plusieurs phases solides en équilibre formées simultanément.

⁴**Intermétallique** : Composé défini ne comprenant que des atomes métalliques.

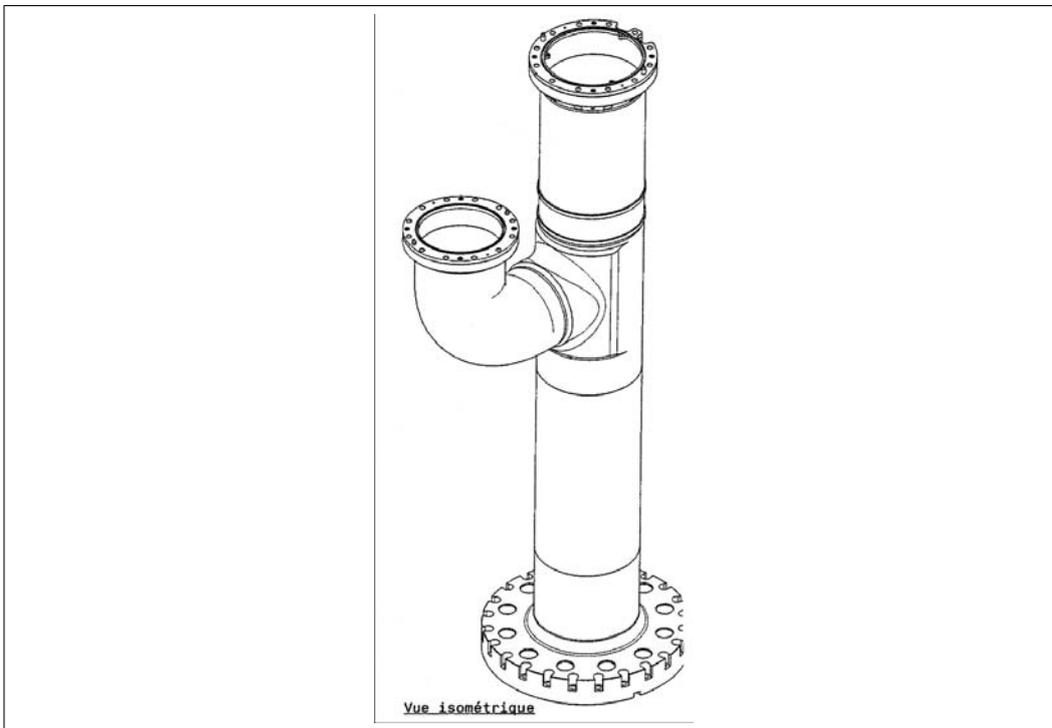


FIGURE 1: *Vue isométrique du caisson*

(par exemple à base de Fe) sont insolubles aux températures pratiquées.

(c) Faire précipiter ou coalescer les dispersoïdes⁵ (Cr et Mn).

3. **Ecroutage et scalpage** : les billettes ou plateaux subissent ensuite un écroutage et un scalpage. Ces deux opérations ont respectivement pour but d'éliminer les extrémités et les surfaces des ébauches pour s'affranchir des « effets de peaux » tels les impuretés, les ségrégations, les défauts de coulée, etc.
4. **Forgeage à chaud** : l'étape de forgeage permet de mettre en forme une virole par déformations successives sur l'ébauche chaude. Le taux de corroyage étant important lors du forgeage, il permet d'obtenir un fibrage dans la pièce, ce qui engendre de meilleures propriétés mécaniques.
5. **Eboutage** : lors de cette phase d'usinage les parties indésirables de la pièce forgée sont enlevées. Les extrémités de la pièce sont retirées car elles n'ont pas subi la même déformation que le reste de la virole, le fibrage et le corroyage peuvent donc différer. De plus, leurs formes ne permettraient pas de souder les viroles entre elles.

⁵**Dispersoïdes** : Particules dispersées dans la matière.

6. **Traitement de mise en solution** : lors de ce traitement, l'alliage est chauffé à température convenable (560 °C dans le cas du 6061) et est maintenu à cette température pendant un temps suffisant pour permettre aux précipités⁶ de se dissoudre. Les atomes de solutés présents dans les précipités entrent en solution solide⁷ où ils seront retenus en état sursaturé après la trempe. La température utilisée doit être supérieure ou proche de la température de solvus et inférieure à la température de solidus. La température de solidus dans le cas de l'alliage 6061 est de 582 °C [ASM 90, ALC 02]. 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 Mg₂Si qui auraient subsisté au traitement d'homogénéisation sont toujours présents après la mise en solution.
7. **Trempe** : la trempe est une opération de refroidissement rapide qui permet de conserver à froid l'état métallurgique obtenu à chaud après le traitement de mise en solution. La vitesse de refroidissement est assez critique car elle doit être assez rapide pour éviter toute précipitation. Elle doit être supérieure à la vitesse critique de trempe de 10 °C/s pour l'alliage 6061 [DEV 86]. Si la vitesse de trempe est inférieure à la vitesse critique, des précipités grossiers ne permettant pas le durcissement structural se forment. De plus, la vitesse de trempe ne doit pas être trop rapide afin de ne pas induire de contrainte de trempe trop importante (contraintes résiduelles néfastes pour la tenue mécanique de la pièce finie).
8. **Revenu** : ce traitement est également appelé maturation artificielle. La solution solide sursaturée obtenue suite à la phase précédente est chauffée afin d'obtenir un durcissement par précipitation de composés Mg₂Si. La température et la durée du revenu ont une grande influence sur les propriétés mécaniques finales de l'alliage. Suite à cette phase de fabrication, la virole est à l'état T6 et possède les propriétés mécaniques désirées.
9. **Usinage** : chaque virole est ensuite usinée afin d'en réduire l'épaisseur. Les traitements thermiques sont effectués sur une épaisseur comprise entre 65 et 80 mm alors que l'opération de soudage suivante est accomplie sur une épaisseur de 30 mm.
10. **Soudage** : lors de cette étape, les viroles sont soudées entre elles afin de former le caisson. L'opération de soudage sera réalisée par faisceau d'électrons (soudage FE). Il s'agit d'un procédé à haute énergie. Lors d'un soudage FE,

⁶**Précipité** : Cristal de composition donnée dispersé dans le matériau constituant une nouvelle phase, il participe au durcissement structural du matériau.

⁷**Solution solide** : Phase homogène constituée des atomes du métal de base et des éléments d'addition répartis de façon aléatoire dans le réseau cristallin.

les pièces sont placées dans une enceinte sous vide. L'apport d'énergie est fait par un faisceau d'électrons venant bombarder les pièces à souder. L'apport de chaleur local influence fortement l'état métallurgique du matériau dans la zone fondue de la soudure mais également dans la zone affectée thermiquement (ZAT).

11. **Usinage final** : l'usinage final est une étape de finition permettant de supprimer les têtes de soudure afin d'obtenir une pièce finie, sans défaut d'aspect.

Toutes ces phases de fabrication font intervenir des hautes températures ayant une influence sur l'état métallurgique et donc sur les propriétés mécaniques de la pièce. Seules les phases 6, 7, 8 et 10 sont étudiées dans ce travail. Elles correspondent aux traitements thermiques nécessaires à l'obtention de l'état T6 (état le plus durcissant) et à la phase de soudage.

L'objectif final du projet est *la prédiction de la résistance mécanique du caisson* en tout point de la structure, afin de valider son utilisation au sein du RJH. Pour atteindre cet objectif, il est proposé d'étudier le matériau sous un aspect mécanique puis métallurgique, de manière expérimentale et numérique. Ainsi, les expérimentations donneront des données utiles au développement de modèles thermo-mécaniques, métallurgiques et métallo-mécaniques. L'utilisation de ces différents modèles permettra de prédire les propriétés mécaniques du matériau à partir de son état de précipitation, lui-même calculé à partir de l'évolution de température dans le matériau.

Afin d'atteindre l'objectif final du projet précédemment décrit, plusieurs objectifs intermédiaires peuvent être tracés :

- **Effectuer une caractérisation mécanique du matériau** : il s'agit ici de mesurer les caractéristiques mécaniques de l'alliage ayant subi différents chargements thermiques. Ces histoires thermiques correspondent à celles observées lors des procédés de fabrication du caisson (notamment le soudage).
Aucun dispositif permettant des vitesses de chauffage représentatives d'une opération de soudage n'était disponible en début de thèse. Un dispositif expérimental de chauffage rapide, couplé à une machine d'essais mécaniques, a spécialement été conçu et fabriqué. Ce dispositif est utilisé pour caractériser le matériau à plusieurs températures, avec différentes vitesses de chauffage. Cette caractérisation permettra la mesure des données nécessaires aux modèles mécaniques (couplés à un modèle thermique et/ou métallurgique).
- **Effectuer des observations métallurgiques du matériau** : il s'agit ici d'étudier l'évolution de l'état de précipitation dans le matériau de manière expérimentale. L'état de précipitation, qui est défini par la taille et le nombre de précipités, sera déterminé pour différentes histoires thermiques. Pour ce faire,

deux techniques de mesures seront utilisées : la diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA) et la microscopie électronique en transmission (MET). Les mesures par DNPA se déroulent à l'ILL à Grenoble. Un MET est disponible à l'INSA de Lyon.

Outre l'observation de la microstructure, le but de cette investigation est l'obtention des données nécessaires au développement et au calage des modèles métallurgiques.

- **Développer les modèles** : en dernière étape, plusieurs modèles sont développés afin de prédire l'état de précipitation dans la matière ainsi que les caractéristiques mécaniques.

Premièrement, un modèle thermomécanique doit être développé. Il calcule la géométrie finale et les contraintes internes induites par le chargement thermique.

Ensuite, deux modèles thermométallurgiques sont mis en place. Le premier modèle est un modèle de germination des précipités. Le deuxième modèle est un modèle de grossissement / dissolution des précipités. Lorsqu'ils sont couplés, ces deux modèles permettent la prédiction de l'évolution de l'état de précipitation.

Puis un modèle métallomécanique déduit les propriétés mécaniques à partir de l'état de précipitation obtenu grâce aux modèles thermométallurgiques. Il s'agit ici de faire la corrélation entre l'état de précipitation et les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium étudié.

Enfin, la résistance de la pièce sera déduite des données de sortie des modèles thermomécanique et métallomécanique.

La figure 2 représente et résume l'enchaînement de l'utilisation des modèles décrits. Les modèles seront validés par comparaison à des expérimentations représentant des cas simples (traitements thermiques et soudages sur des géométries élémentaires).

Présentation du manuscrit

Ce manuscrit de thèse est composé de quatre chapitres décrivant les travaux effectués au cours de la thèse. Le premier chapitre donne un état de l'art à propos de l'aluminium et ses alliages et plus particulièrement l'alliage d'aluminium 6061. Les caractéristiques mécaniques de l'alliage sont décrites dans ce chapitre ainsi que les principes de la précipitation et du durcissement structural.

Le deuxième chapitre explique le déroulement des campagnes expérimentales menées dans le but d'étudier le comportement mécanique du 6061. Il s'agit, plus exactement, du comportement à température ambiante après différents chargements

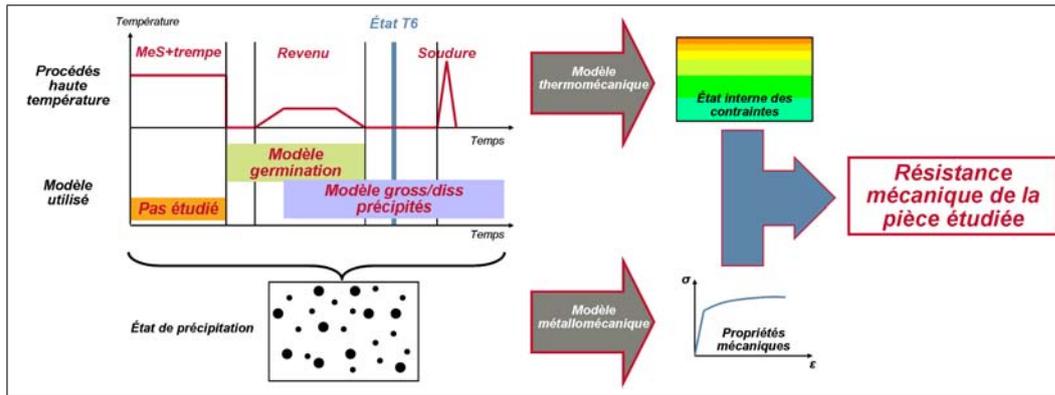


FIGURE 2: Enchaînement des modèles prédisant la résistance mécanique d'une pièce à partir de son historique thermique

thermiques ainsi que du comportement à chaud. Le dispositif expérimental spécialement conçu pour ce travail est également présenté dans ce chapitre.

Le troisième chapitre décrit les évolutions métallurgiques du 6061. Ces évolutions ont été observées expérimentalement par Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) et par Microscopie Electronique en Transmission (MET). Une description des campagnes expérimentales et les résultats obtenus sont donnés dans ce chapitre. Enfin, un aspect théorique du phénomène de précipitation est décrit dans ce chapitre grâce au développement d'un modèle de germination et croissance des précipités durcissants contenus dans le matériau.

Le quatrième et dernier chapitre décrit deux approches de modélisation du comportement mécanique. Ces modélisations sont ensuite appliquées au cas des essais de traction et de l'opération de soudage FE.

Chapitre 1

Revue bibliographique

Ce premier chapitre présente les propriétés générales des alliages d'aluminium, puis donne un descriptif plus détaillé des propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 6061. Ces propriétés mécaniques étant conférées par les précipités durcissants contenus dans la matrice du matériau, les principes de la précipitation et du durcissement structural sont décrits. Enfin, il est expliqué comment ces phénomènes métallurgiques peuvent être modélisés.

Sommaire

| | |
|--|-----------|
| 1.1 Les alliages d'aluminium | 10 |
| 1.2 L'alliage d'aluminium 6061 en particulier | 13 |
| 1.2.1 Présentation générale du 6061 | 13 |
| 1.2.2 Les caractéristiques mécaniques du 6061-T6 | 14 |
| 1.2.2.1 Caractéristiques mécaniques à chaud du 6061-T6 | 15 |
| 1.2.2.2 Caractéristiques mécaniques du 6061-T6 à tempé- rature ambiante | 18 |
| 1.2.3 Limite des données bibliographiques | 18 |
| 1.3 Le principe de la précipitation et du durcissement structural . . | 21 |
| 1.3.1 Le principe de la précipitation | 21 |
| 1.3.2 Le durcissement structural | 26 |
| 1.3.3 Modélisation des phénomènes métallurgiques | 29 |
| 1.3.3.1 Modélisation de la germination | 29 |
| 1.3.3.2 Modélisation de l'évolution de la précipitation . . | 38 |
| 1.3.3.3 Modélisation mécanique | 41 |

1.1 Les alliages d'aluminium

L'aluminium est beaucoup utilisé pour sa légèreté, pour sa bonne résistance à la corrosion conférée par sa couche d'alumine, ainsi que pour sa conductivité électrique élevée. Cependant, les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont médiocres. Pour pallier ce problème, les fabricants lui ajoutent des composés métalliques qui se retrouvent en solution ou sous forme de précipités dans le matériau. Les alliages ainsi obtenus peuvent être très complexes. Le choix des éléments d'addition est déterminant pour l'obtention des propriétés recherchées. Il est couramment considéré que les alliages comportent une addition principale déterminante pour les propriétés de résistance et des additions secondaires, en quantité plus faible, qui ont une action plus spécifique [DOR 00a, EUR 08].

Les alliages d'aluminium peuvent être classés en deux catégories :

1. **Les alliages de fonderie** : ces alliages d'aluminium sont destinés à être mis en forme par moulage. Il existe différents types de moulage : le moulage en sable, le moulage en coquille, la coulée sous pression, etc. Le procédé le plus économique est choisi en fonction de la taille, de la forme des pièces et de l'importance des séries. Le type de moulage choisi influe sur les propriétés du matériau. Par exemple, le refroidissement plus rapide obtenu grâce au moulage en coquille donne aux pièces une structure métallurgique plus fine et améliore ainsi les propriétés mécaniques du matériau, comparativement à l'utilisation du moulage en sable. Concernant le choix de l'alliage, il résulte souvent d'un compromis entre les propriétés de fonderie (coulabilité, absence de crique à chaud, forme et répartition du retrait volumique) et les propriétés d'usage exigées de la pièce (caractéristiques mécaniques, aspect de surface, aptitude au polissage et à l'anodisation, résistance à la corrosion, etc.) [JAC 01]
2. **Les alliages de corroyage** : ces alliages d'aluminium sont destinés à être mis en forme par des techniques telles que le laminage, le filage, le matriçage, le forgeage, etc. La technique est choisie en fonction de la forme finale désirée.

Les alliages d'aluminium corroyés sont classés en grandes séries en fonction de leurs éléments d'addition principaux. Ils sont désignés par un nombre à 4 chiffres dont le premier désigne le numéro de série [DEV 92b] :

- **Série 1XXX** : aluminiums non alliés (teneur supérieure à 99 %)
- **Série 2XXX** : alliages aluminium – cuivre
- **Série 3XXX** : alliages aluminium – manganèse
- **Série 4XXX** : alliages aluminium – silicium
- **Série 5XXX** : alliages aluminium – magnésium
- **Série 6XXX** : alliages aluminium – magnésium – silicium
- **Série 7XXX** : alliages aluminium – zinc
- **Série 8XXX** : autres alliages d'aluminium

En fonction de leur composition et des traitements thermiques qui leur sont appliqués, ces alliages peuvent développer différentes propriétés mécaniques très intéressantes. Certains alliages sont dits à durcissement structural, cela signifie que des traitements thermiques peuvent leur être appliqués afin de modifier leur structure, le but étant d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau. Une description détaillée du durcissement structural est donnée au paragraphe 1.3.2 [DEV 86, DEV 92b, DEV 92a, DOR 00a].

Pour compléter la désignation des alliages d'aluminium, une lettre représentant le traitement thermique subi par l'alliage (ou l'état fondamental de l'alliage) est ajoutée à la suite de sa désignation :

- **F** : état brut de livraison → pas de traitement thermique
- **O** : état recuit → obtenu par le traitement dit de recuit. Il s'agit de l'état le plus ductile.
- **H** : état écroui → obtenu par déformation du matériau avec ou sans maintien ultérieur à température suffisante pour provoquer un durcissement du matériau. Cet état se traduit par un durcissement du matériau.
- **W** : état trempé non stabilisé → obtenu en appliquant au matériau une mise en solution suivi d'une trempe. Le matériau continue d'évoluer à température ambiante. Il s'agit donc d'un état métallurgique instable.
- **T** : état durci par traitement thermique → peut être obtenu par différents traitements thermiques ou combinaison de ceux-ci : mise en solution, trempe, maturation, revenu avec application éventuelle de déformations plastiques.

Ces états fondamentaux peuvent être subdivisés. Pour différencier toutes les subdivisions, un chiffre est ajouté à la désignation de l'alliage, à la suite de la lettre représentant l'état fondamental de l'alliage. Par exemple, le symbole T est toujours suivi de un ou plusieurs chiffres dont la signification est donnée dans le tableau 1.1 [DEV 86].

TABLEAU 1.1: Symboles des différents traitements correspondant à l'état T

| Traitement de base (1) | | | Symbole | |
|--|------------------|------------------|---------|-----|
| Traitement thermique avec mise en solution séparée | Sans écrouissage | Mûri | T4 | |
| | | Revenu | T6 (2) | |
| | | Sur-revenu | T7 | |
| | Avec écrouissage | Ecroui | Mûri | T3 |
| | | | Revenu | T8 |
| | | Revenu et écroui | T9 | |
| Traitement thermique sans mise en solution séparée | Sans écrouissage | Mûri | T1 | |
| | | Revenu | T5 | |
| | Avec écrouissage | Revenu et écroui | | T10 |
| | | Ecroui | Mûri | T11 |
| | | | Revenu | T12 |

(1) Traitements de relaxation : ces traitements sont symbolisés par le chiffre 5 placé en deuxième ou troisième position. À ce chiffre sont associées trois subdivisions (1, 2, 3) correspondant aux définitions ci-après :

- **TX51** : relaxation par traction ;
- **TX52** : relaxation par compression ;
- **TX53** : relaxation par traitement thermique.

(2) Un second chiffre associé correspond à des états déterminés :

- **T61** : revenu peu poussé afin de conserver une ductilité plus grande que celle de l'état revenu normal : *revenu doux* ;
- **T66** : revenu procurant une résistance mécanique plus élevée que celle à l'état revenu normal : *revenu dur*.

1.2 L'alliage d'aluminium 6061 en particulier

1.2.1 Présentation générale du 6061

L'alliage, dont il est question dans ce travail de thèse, est un alliage d'aluminium 6061. Il s'agit d'un alliage très répandu de la série 6XXX. Ses éléments d'addition principaux sont le magnésium et le silicium.

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX sont très nombreux. Ils se différencient par leur teneur en magnésium (qui peut varier de 0,3 à 1,5 %) et leur teneur en silicium (de 0,3 à 1,4 %). Ils comportent également des éléments d'alliage secondaires comme le chrome, le manganèse, le cuivre, le plomb, etc. qui jouent également un rôle dans les propriétés des alliages de cette série. Les propriétés générales des alliages de la série 6XXX sont [DEV 92b] :

- Une très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage,
- Une bonne aptitude à la mise en forme à froid (par cintrage par exemple) 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),
- Une très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation,
- La possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation,
- Une bonne aptitude au soudage,
- Un bon comportement aux basses ou très basses températures mais une résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 °C suivant la durée du maintien à chaud.

Les alliages de la série 6XXX sont des alliages à durcissement structural. Cela signifie que lorsqu'ils sont traités thermiquement, leur résistance mécanique augmente grâce à l'apparition de précipités composés de magnésium et de silicium. La chimie du précipité dépend du type de précipité. Par exemple, il est couramment admis que la composition des précipités stables β est Mg_2Si , et la composition de la phase métastable β'' est Mg_5Si_6 (plus de détails sont donnés en section 1.3.1). Le phénomène de durcissement structural par précipitation est expliqué en détail en section 1.3.2.

L'alliage 6061 contient une relativement grande quantité de magnésium et silicium. Le phénomène de précipitation apparaît donc lorsqu'il est soumis à différents traitements thermiques. Le tableau 1.2 montre tous les éléments d'alliage du 6061 et leur proportion en masse [ALC 02, ASM 90].

Cet alliage est souvent utilisé à l'état T6 grâce aux bonnes propriétés mécaniques procurées par le durcissement structural. Il est principalement utilisé dans la

TABLEAU 1.2: Proportion des éléments d'addition du 6061

| % Masse | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Autres (chacun) | Autres (total) |
|----------------|------|------|------|------|------|------|------|------|-----------------|----------------|
| Minimum | 0,40 | — | 0,15 | — | 0,80 | 0,04 | — | — | — | — |
| Maximum | 0,80 | 0,70 | 0,40 | 0,15 | 1,20 | 0,35 | 0,25 | 0,15 | 0,05 | 0,15 |

construction des structures de véhicules, des structures au sol (charpentes de bâtiment, matériels de manutention, etc.) grâce à ses caractéristiques mécaniques et sa très bonne résistance à la corrosion. De plus, il offre de bonnes aptitudes au soudage (notamment à l'état T6). Les coefficients de joints obtenus sont de l'ordre de 0,65. Malgré la soudure, la résistance à la fatigue reste relativement élevée, ainsi que la résistance à la corrosion. Pour cette raison, le 6061-T6 est depuis longtemps employé dans des constructions soudées de toutes sortes.

1.2.2 Les caractéristiques mécaniques du 6061-T6

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX, et le 6061 en particulier, font l'objet de nombreuses études principalement sous un aspect métallurgique mais également sous un aspect mécanique. Les propriétés mécaniques classiques (la limite d'élasticité à 0,2 % $R_{p0,2}$, la limite à la rupture R_m , l'allongement à rupture A , le module d'élasticité E et le coefficient de poisson ν) couramment admises sont données dans le tableau 1.3 [DEV 92b, GE 09, SHA 00, LED 82, KAU 99].

TABLEAU 1.3: Propriétés mécaniques couramment admises du 6061

| $R_{p0,2}$ (MPa) | R_m (MPa) | A (%) | E (GPa) | ν |
|------------------|-------------|---------|-----------|-------|
| ≈ 280 | ≈ 310,5 | ≈ 15 | ≈ 69,5 | 0,33 |

Schwartzberg [SCH 70] donne la loi de comportement à température ambiante du 6061-T6. Cette loi de comportement a permis de tracer la courbe contrainte vraie - déformation présentée figure 1.1.

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire se concentre sur l'influence de procédés faisant intervenir de hautes températures. Il est donc important d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques avec la température. Plusieurs auteurs ont observé les caractéristiques mécaniques à chaud [AND 59, KAU 99, DEV 92b] ainsi que les caractéristiques à froid après divers chauffages [AND 59]. Dans ces deux cas, les essais de caractérisation mécanique sont généralement menés après des temps de maintien en température assez long.

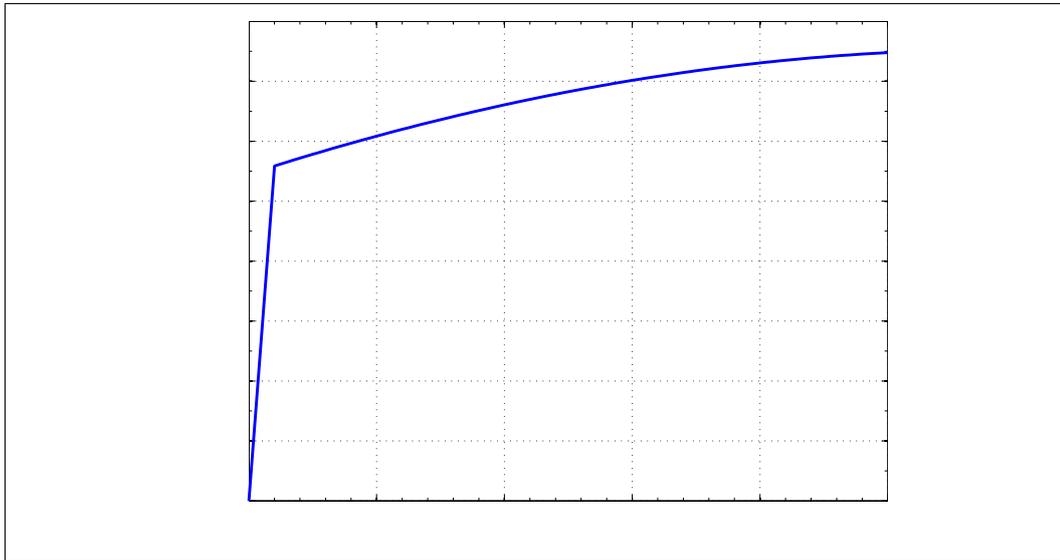


FIGURE 1.1: *Courbe contrainte vraie - déformation vraie du 6061-T6 [SCH 70]*

1.2.2.1 Caractéristiques mécaniques à chaud du 6061-T6

Les caractéristiques mécaniques de l'alliage varient avec la température. A titre d'exemple, la figure 1.2 montre l'évolution avec la température de la limite d'élasticité du 6061-T6. Cette même figure compare les résultats obtenus avec plusieurs temps de maintien différents. Les courbes sont tracées à partir des résultats de plusieurs publications et il existe parfois un léger décalage d'un article à l'autre. C'est pour cette raison que la courbe tracée pour un maintien de 1000h est presque confondue avec la courbe tracée pour un maintien de 10000h.

Une remarque importante doit être écrite à propos de ces résultats issus de la littérature. L'état T6 représente l'état initial du matériau¹. Les temps de maintien utilisés sont très longs et des modifications métallurgiques altèrent les propriétés mécaniques. Ainsi, lors de l'essai de traction, l'état métallurgique du matériau ne correspond plus du tout à l'état T6 mais à un autre état dont les propriétés métallurgiques ne sont pas connues.

De la même manière, la figure 1.3 montre l'évolution de la résistance à la rupture avec la température et la durée du maintien à chaud.

Les figures 1.2 et 1.3 mettent en avant que pour une durée de traitement très longue (de l'ordre de 100 000 h \approx 10 ans) les propriétés du 6061-T6 chutent fortement à partir de 100 °C. En revanche, pour des durées plus courtes (de l'ordre de l'heure), les propriétés chutent à partir de 175 °C environ. Cela traduit le fait que plus le temps de maintien est long, et plus les propriétés à chaud sont mauvaises.

¹L'état initial est l'état du matériau avant d'appliquer le chauffage.

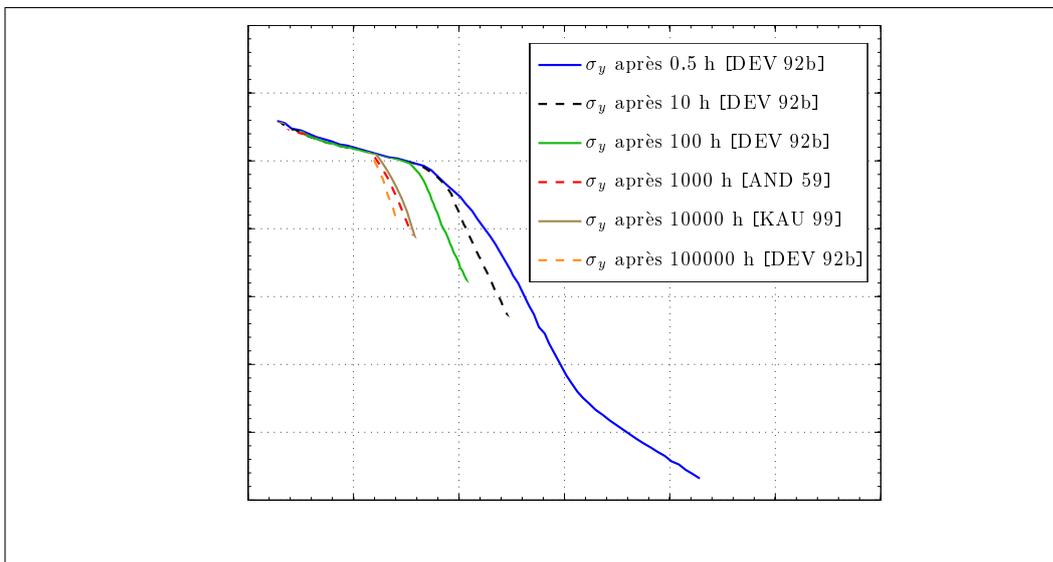


FIGURE 1.2: *Limite d'élasticité à chaud du 6061-T6 avec différentes durées de maintien. La légende du graphique donne la durée du maintien ainsi que le lien bibliographique pour chaque courbe.*

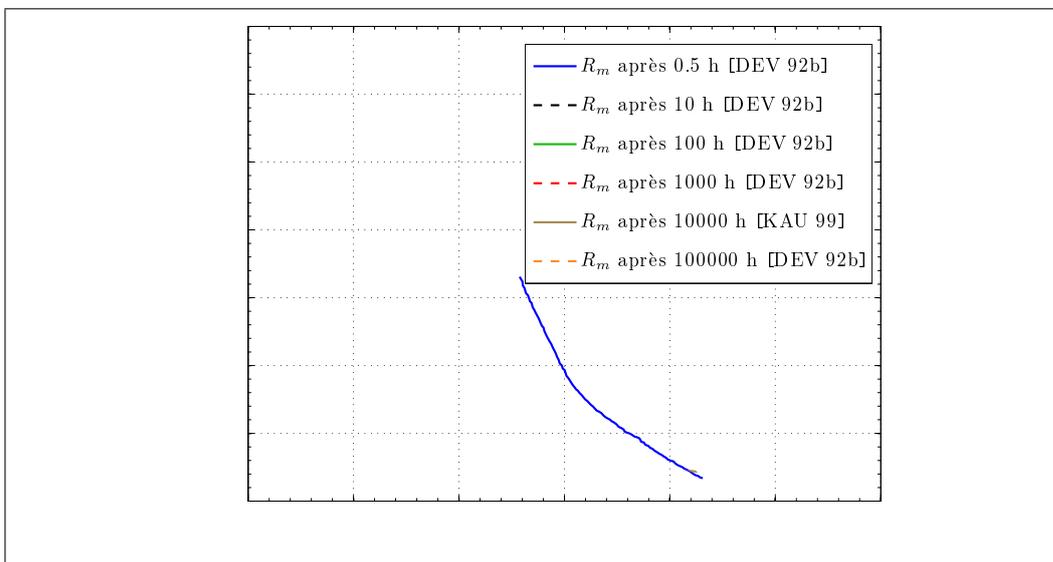


FIGURE 1.3: *Résistance à la rupture à chaud du 6061-T6 avec différentes durées de maintien. La légende du graphique donne la durée du maintien ainsi que le lien bibliographique pour chaque courbe.*

Ledbetter puis Sharma [LED 82, SHA 00] ont effectué le même type d'étude en traçant le module d'Young et le coefficient de Poisson. Ces résultats, exposés dans les figures 1.4 et 1.5, sont confirmés par une étude d'Augerau et al. [AUG 07] qui mesurent E et ν grâce à une technique par ultrasons.

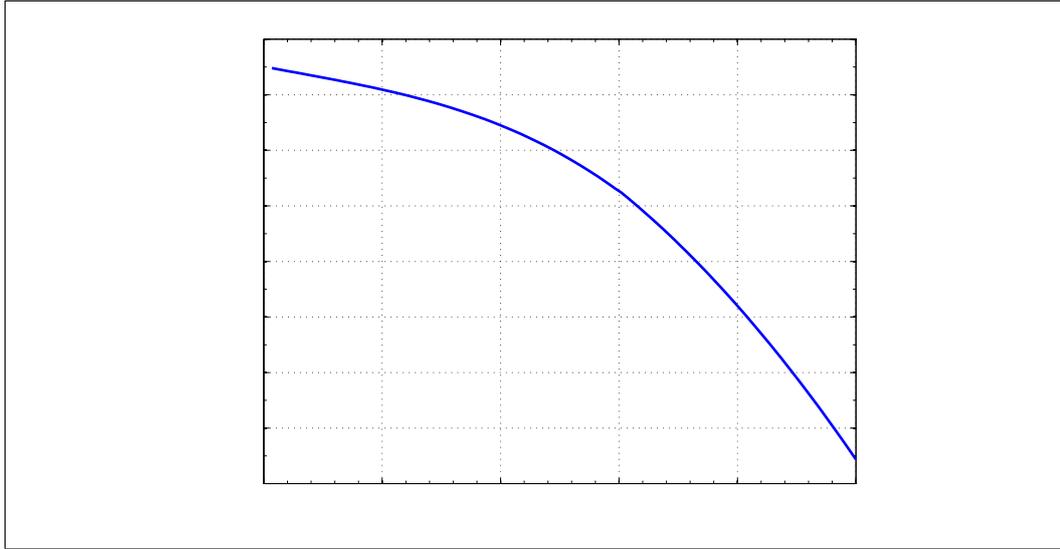


FIGURE 1.4: Evolution avec la température du module d'Young [LED 82, SHA 00]

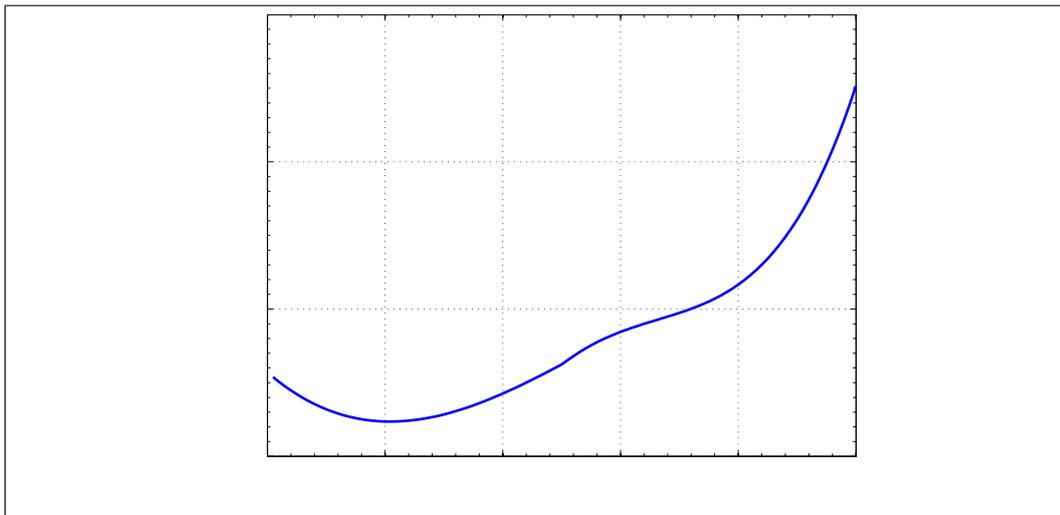


FIGURE 1.5: Evolution avec la température du coefficient de Poisson [SHA 00]

Le graphe présenté figure 1.4 montre que le module d'élasticité varie fortement avec la température. En effet, il est divisé par deux environ lorsque la température passe de 20 à 500 °C. La variation du coefficient de Poisson illustrée figure 1.5 est également significative. Il diminue tout d'abord de 0.3224 à 0.3118 lorsque la température augmente de 0 à 100 °C. Il augmente ensuite jusqu'à 0.4257 pour une température de 500 °C, ce qui correspond à une variation de 36 %.

1.2.2.2 Caractéristiques mécaniques du 6061-T6 à température ambiante après différents chargements thermiques

La section précédente présente les caractéristiques mécaniques élastiques à chaud du 6061-T6. Ces données sont utiles pour les modélisations thermomécaniques qui permettent de prédire les contraintes résiduelles ou les distorsions après une opération de soudage par exemple. Pour la validation de telles simulations et pour l'étude détaillée du matériau, il est également intéressant de mesurer ces mêmes propriétés à température ambiante après que le matériau ait subi un chargement thermique. Il est ainsi possible d'évaluer l'influence des modifications métallurgiques causées par le chargement thermique sur les caractéristiques mécaniques.

Tout d'abord, Develay [DEV 92b] donne l'évolution de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture en fonction de la température et de la durée du chauffage préalable. Les courbes ainsi obtenues sont tracées figures 1.6 et 1.7. Ces courbes montrent qu'un temps de maintien long procure un effet négatif sur les propriétés mécaniques. Lorsque le temps de maintien est court, un chauffage à 200 °C n'a que très peu d'influence sur les caractéristiques mécaniques mesurées à température ambiante, ce qui n'est pas le cas lorsque la durée du maintien en température est plus longue.

Ce type d'essais, appliqué sur le 6061 à l'état O permettrait également de déterminer la température et la durée optimales pour le traitement de revenu aboutissant au durcissement maximal (correspondant à l'état T6). Les résultats de tels essais, menés par Anderson [AND 59], ne sont pas reportés dans ce mémoire.

1.2.3 Limite des données bibliographiques

Les résultats des mesures présentées en section 1.2.2 sont très importants car, ils permettent d'évaluer l'évolution des principales caractéristiques mécaniques du 6061-T6 avec la température. De plus, ces résultats font très souvent office de données d'entrée des modèles thermomécaniques utilisés pour simuler tout type de chargement thermique, avec des cinétiques rapides ou lentes, avec ou sans maintien de la température.

Or, dans toutes les investigations présentées ci-dessus, les chargements thermiques utilisés consistent en un chauffage isotherme d'une durée variant de

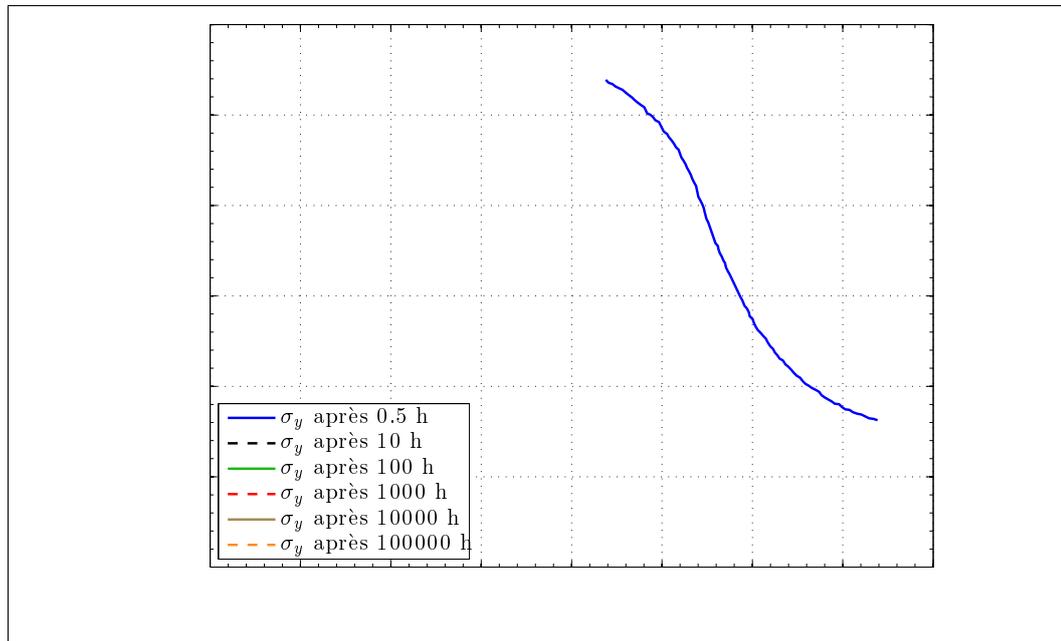


FIGURE 1.6: *Limité d'élasticité à température ambiante en fonction de la température et de la durée d'un chauffage préalable [DEV 92b].*

quelques minutes à plusieurs milliers d'heures. Aussi, les cinétiques (vitesses de chauffage et vitesse de refroidissement) ne sont que très rarement communiquées². La volonté des auteurs est ici de stabiliser le matériau afin qu'il n'y ait pas (ou peu) d'évolution de la microstructure³ au cours de l'essai de traction permettant de caractériser le matériau.

Le travail de thèse présenté dans ce rapport, traite principalement d'une opération de soudage FE⁴. Lors de cette opération, les vitesses de chauffage peuvent atteindre 200 °C/s (voir section 2.3) sans aucun maintien en température. Afin de représenter le plus justement possible les phénomènes mécaniques intervenant lors de cette opération, il paraît sensé d'effectuer des essais de traction à chaud sans maintien en température ou des essais à température ambiante en appliquant au matériau un cycle thermique représentatif du soudage. Aucun article traitant des propriétés mécaniques du 6061 avec cet objectif n'a pu être trouvé. Toutefois, Zain-ul-Abdein [ABD 09] a mis en évidence au cours de ses travaux de thèse l'intérêt de tels essais sur un alliage d'aluminium 6056-T4. Ces essais, dont les résultats sont donnés figure 1.8, montrent notamment que lorsque l'essai de traction est effectué à chaud sans maintien en température préalable, le matériau présente un compor-

²Les cinétiques sont vraisemblablement très lentes.

³Donc des propriétés mécaniques

⁴Soudage par faisceau d'électrons

1. Revue bibliographique

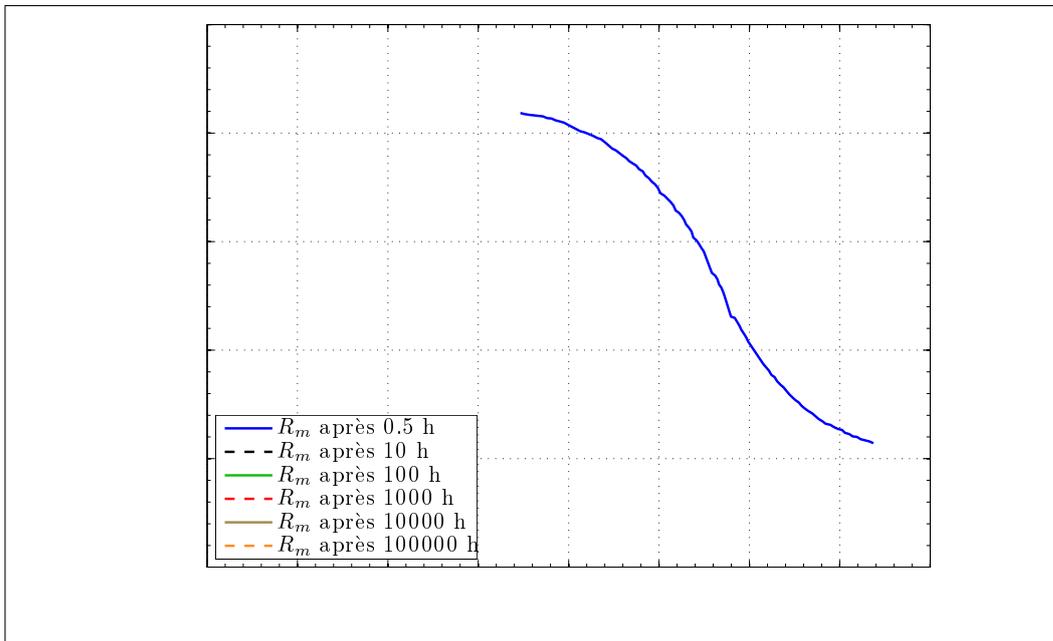


FIGURE 1.7: Résistance à la rupture à température ambiante en fonction de la température et de la durée d'un chauffage préalable [DEV 92b].

tement plastique adoucissant pour une température comprise entre 250 et 400 °C. Une étude similaire, présentée au chapitre 2, a été menée sur le 6061.

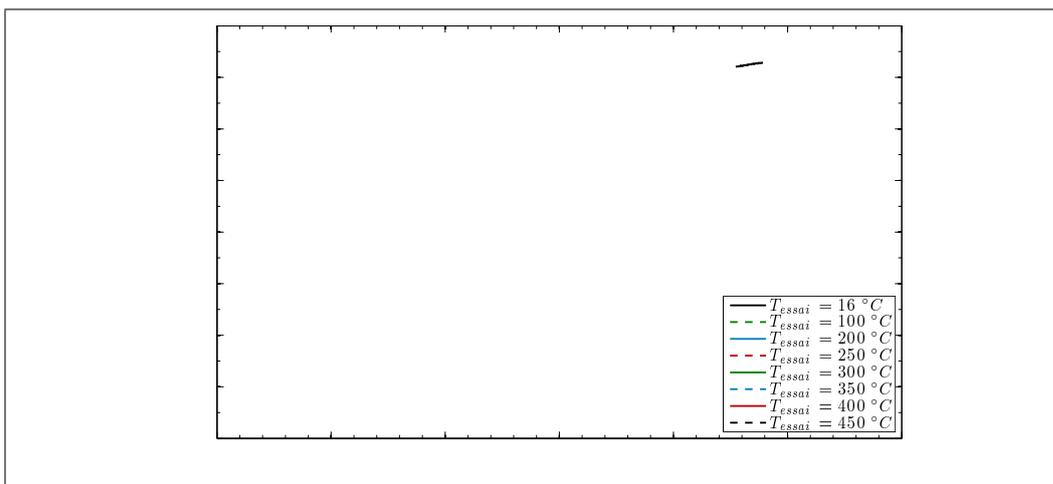


FIGURE 1.8: Lois de comportement à chaud du 6056-T4 [ABD 09].

1.3 Le principe de la précipitation et du durcissement structural

Il a été précédemment mentionné que l'alliage d'aluminium 6061, comme tous les alliages de la série 6XXX, est un alliage à durcissement structural. Cela signifie que ses propriétés mécaniques sont contrôlées par l'état de précipitation dans la matrice. Cet état de précipitation, généralement décrit par la taille moyenne des précipités, la fraction volumique et la distribution de tailles, est lié à l'historique thermique du matériau. Cette section a pour but d'expliquer le phénomène de précipitation ainsi que le durcissement structural qui en résulte. Les théories aboutissant à la modélisation de ces phénomènes sont également présentées.

1.3.1 Le principe de la précipitation

Le principe de la précipitation est expliqué ici en s'appuyant sur l'exemple des alliages de la série 6XXX. Ce principe est évidemment le même pour les autres alliages à durcissement structural, comme par exemple les alliages des séries 2XXX et 7XXX. Les phénomènes métallurgiques rencontrés sont équivalents, seule la nature des phases précipitées change d'un alliage à l'autre. Il s'agit de phases⁵ Mg_2Si , Mg_5Si_6 , Al_3MgSi_6 ou $Al_4Mg_2Si_5$ pour les alliages de la série 6XXX, de phases Al_2Cu , Al_2CuMg ou $Al_5Cu_2Mg_8Si_7$ (suivant la composition) dans les alliages de la série 2XXX et $MgZn_2$ pour les alliages de la série 7XXX.

Dans un alliage de la série 6XXX, la composition de la phase stable, appelée phase β , est Mg_2Si . Le diagramme de phases du système pseudo-binaire Al- Mg_2Si est donné figure 1.9 [POL 95, GAR 01]. Le diagramme présenté sur cette figure donne la position du 6061. Il correspond à un pourcentage en masse de composés Mg_2Si de 1,6 %m.

Une première méthode pour obtenir la précipitation de phases Mg_2Si dans l'alliage considéré est d'effectuer un traitement de mise en solution⁶ puis un refroidissement lent jusqu'à une température inférieure à la température de solvus T_S . Le traitement de mise en solution est un maintien à la température T_1 . A cette température T_1 , seule la phase α ⁷ est présente (voir diagramme de phase figure 1.9) car tous les précipités éventuellement présents avant le traitement sont dissous. En effectuant un refroidissement lent de l'alliage, une précipitation d'équilibre apparaît. La fraction molaire des précipités Mg_2Si respecte la règle habituelle dite des bras de levier. Cette précipitation ne présente que peu d'intérêt car elle se traduit par un faible nombre de précipités de grandes dimensions (proche du micromètre) [DUB 91]. De

⁵Les listes données en exemple ne sont pas exhaustives.

⁶Après ce traitement, les précipités sont dissous et tous les atomes de soluté contenus dans les précipités sont incorporés dans la solution solide.

⁷La phase α correspond à la solution solide.

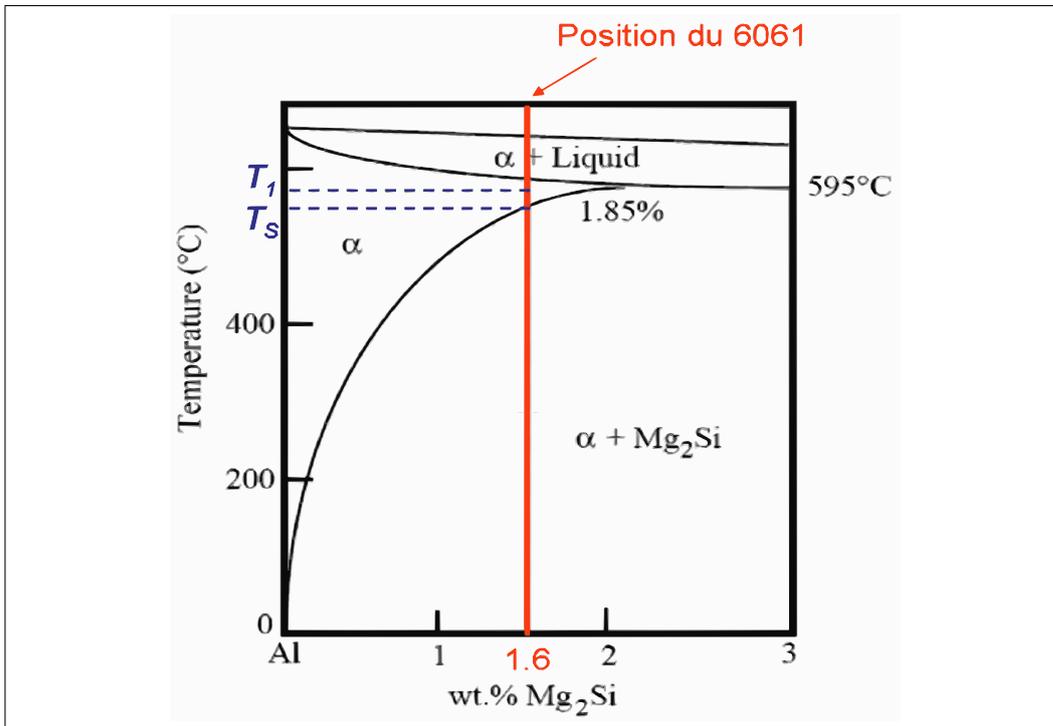


FIGURE 1.9: Diagramme de phase du système pseudo-binaire Al-Mg₂Si

tels précipités ne conduisent pas au durcissement optimal de l'alliage qui est obtenu grâce à la deuxième méthode présentée dans la suite.

Cette deuxième méthode pour obtenir une précipitation dans un alliage d'aluminium à durcissement structural est d'effectuer une mise en solution suivi d'une trempe⁸, puis une maturation⁹ et un revenu [DUB 91, PHI 02]. Lors de la mise en solution, seule la phase α est présente. Le refroidissement rapide obtenu grâce à la trempe permet de conserver à température ambiante la solution solide sursaturée en Mg, Si et en lacunes¹⁰. Cet état, qui est une solution solide de substitution, est représenté figure 1.10. Dans cette solution solide, les atomes de soluté (Mg et Si) ainsi que les lacunes sont placés de manière aléatoire sur des nœuds du réseau cristallin.

Ensuite, lorsque l'alliage est à température ambiante, il est dans sa phase de maturation. La solution solide sursaturée est métastable. Elle se décompose et forme des petits amas de soluté en grande densité (10^{17} à $10^{18}/cm^3$). C'est le début de la

⁸**Trempe** : Opération qui consiste à refroidir un alliage plus rapidement qu'à l'air calme. Pour que la trempe soit efficace, la vitesse de refroidissement doit être supérieure à la vitesse critique de trempe. La vitesse de refroidissement varie en fonction du fluide de trempe utilisé.

⁹**Maturation** : Maintien à température ambiante

¹⁰**Lacune** : atome manquant à un nœud du réseau cristallin de la matrice

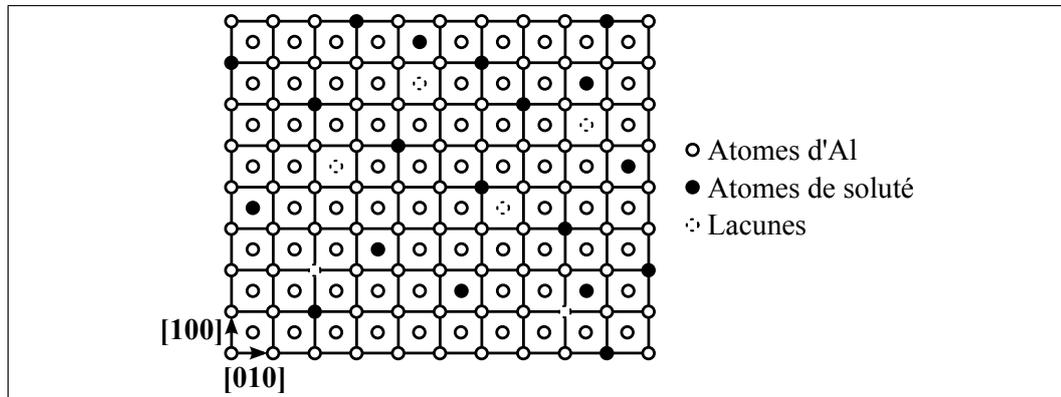


FIGURE 1.10: Représentation d'une solution solide sursaturée (concentration en soluté supérieure à la concentration d'équilibre à la température ambiante)

germination des précipités. Les amas ainsi formés sont appelés zones de Guinier-Preston (souvent notées zones GP). Elles sont placées de telle manière que la continuité du réseau cristallin soit assurée, comme le montre la figure 1.11. Il s'agit donc de précipités cohérents. La présence de ces zones GP induit des distorsions élastiques de la matrice. Suivant l'alliage considéré, ces zones peuvent être de différentes formes. Dans le cas des alliages Al–Mg–Si, elles sont filiformes ou en aiguilles orientées dans les directions $[0\ 0\ 1]$ de la matrice. Elles sont tout d'abord désordonnées puis organisées en alternance de couches d'atomes de silicium entourées de deux couches d'atomes de magnésium [GUI 48]. A ce stade, les zones GP peuvent également correspondre à une phase de transition cohérente appelée β'' [WES 79].

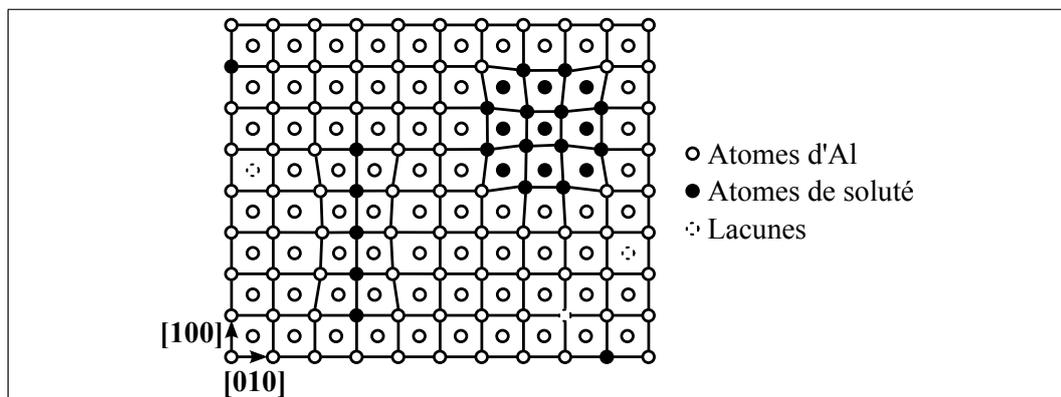


FIGURE 1.11: Représentation des zones de Guinier-Preston et des phases β'' dans la matrice d'aluminium

1. Revue bibliographique

Cette phase β'' précipite également lors d'un traitement de revenu. Ce traitement consiste en un maintien en température à une température modérée (entre 100 et 200 °C). Dans le cas des alliages de la série 6XXX, il est généralement considéré que la phase β'' est la plus durcissante [MAR 01, HUI 06]. La phase β'' représente ainsi un très grand intérêt pour les propriétés mécaniques du matériau. Pour cette raison, elle fait l'objet d'études détaillées. Par exemple, Andersen et al. [AND 98] mesure un diamètre moyen des aiguilles de la phase β'' de 4 nm et une longueur moyenne de 50 nm. Ce même auteur met en évidence la chimie de la phase β'' comme étant Mg_5Si_6 .

Si le revenu est prolongé, la décomposition de la solution solide est accentuée, les zones GP et la phase β'' sont dissoutes (il s'agit de la réversion) et de nombreuses particules fines sont précipitées. Les particules ainsi créées forment la phase β' du composé Mg_2Si . Les précipités créés sont des composés intermétalliques métastables qui possèdent désormais un réseau cristallin et une composition chimique propres. Ce sont donc des précipités semi-cohérents. Comme le montre la figure 1.12, la continuité des réseaux cristallins n'est assurée que le long d'une direction cristallographique (direction [1 0 0] dans le cas de la figure 1.12). Dans le cas du 6061, la phase β' conserve la morphologie des zones GP puis précipite en bâtonnets [SAU 60, JAC 72].

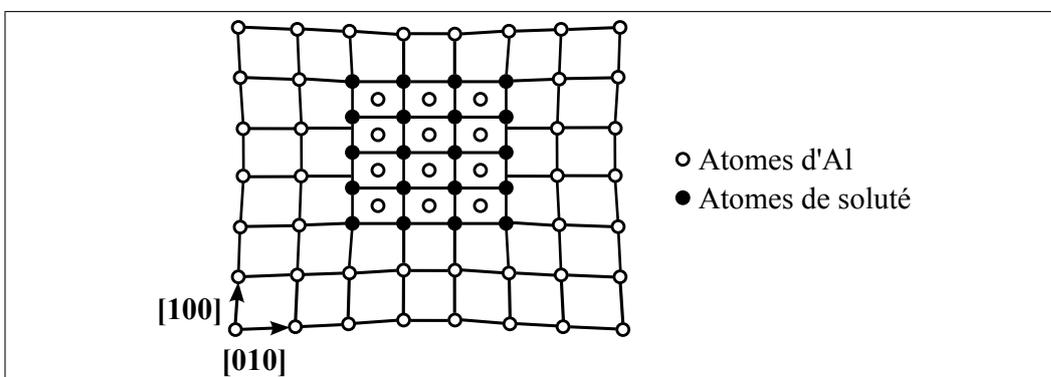


FIGURE 1.12: Représentation de la phase β' dans la matrice d'aluminium

Si un traitement de surrevenu¹¹ est effectué, il y a précipitation du composé intermétallique d'équilibre β de composition Mg_2Si . Ce type de traitement est mené à assez haute température (supérieure à 160 °C) pendant un temps de maintien long. Ce traitement induit la coalescence des précipités et la taille des plus gros précipités devient de l'ordre du micromètre. Ils deviennent incohérents et comme le montre

¹¹**Surrevenu :** Revenu trop long. Le surrevenu conduit à une diminution des propriétés mécaniques (adoucissement).

la figure 1.13, il n'existe plus de relation d'orientation cristallographique avec la matrice. Dans un alliage Al-Mg-Si, la phase β précipite sous forme de plaquettes. La microstructure ainsi obtenue est équivalente à celle observée à l'état recuit ou après la première méthode de précipitation présentée ci-dessus. Ceci se traduit par un adoucissement de l'alliage.

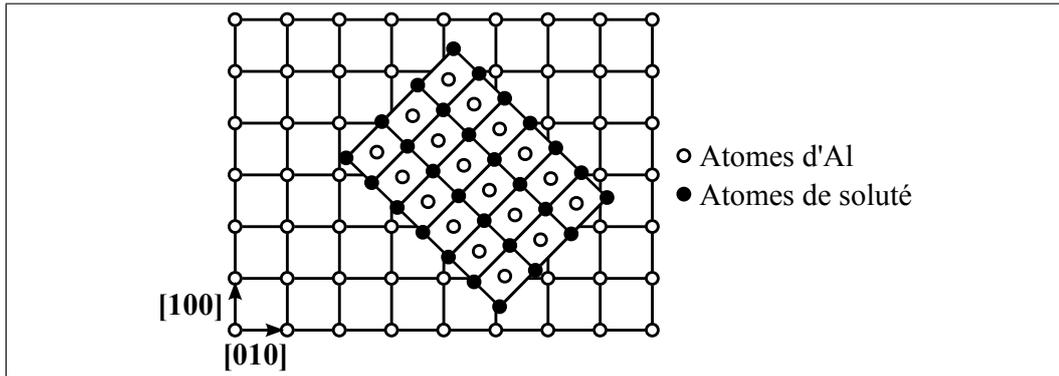
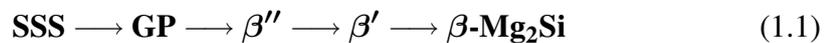


FIGURE 1.13: Représentation de la phase β dans la matrice d'aluminium

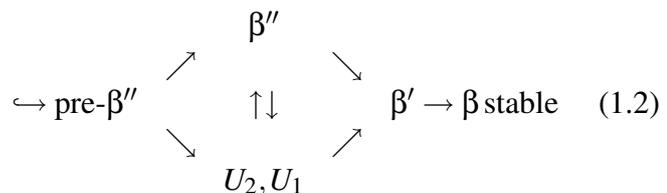
En résumé, la séquence de précipitation communément admise pour les alliages d'aluminium de la série 6XXX est [DUB 91, PHI 02] :



Dans la relation 1.1, SSS signifie solution solide sursaturée et GP signifie zone de Guinier Preston. La séquence de précipitation proposée ici est très simpliste mais elle est toutefois suffisante pour la bonne compréhension de l'étude présentée dans ce mémoire. Aussi, de nombreux auteurs [EDW 98, AND 98, DON 99, MUR 99, MAS 00, MAR 01, MAS 02, RAV 04, AND 05, HUI 06, MAT 06, HUI 07, VIS 07] ont étudié le phénomène de précipitation des alliages d'aluminium de la série 6XXX avec beaucoup plus de précision.

Une séquence de précipitation plus détaillée est donnée par van Huis et al. [HUI 06, HUI 07] :

SSS \rightarrow amas de solutés \rightarrow zones GP



Les alliages de la série 6XXX ayant fait l'objet de nombreuses études, les auteurs ne présentent pas toujours les mêmes résultats vis à vis des compositions des phases observées. Ravi [RAV 04] fait un inventaire détaillé des compositions observées. Toutefois, les compositions couramment admises pour les précipités les plus étudiés sont listées dans le tableau 1.4.

TABLEAU 1.4: Compositions des précipités dans le système Al-Mg-Si

| Phase | Composition |
|----------------|-------------------|
| Zone GP | Mg_1Si_1 |
| Pré- β'' | $(Mg + Al)_5Si_6$ |
| β'' | Mg_5Si_6 |
| U_1 | $Al_2Mg_1Si_2$ |
| U_2 | $Al_4Mg_4Si_4$ |
| β' | Mg_9Si_5 |
| β | Mg_2Si |

1.3.2 Le durcissement structural

La section précédente présente le principe de la précipitation, c'est-à-dire l'apparition des précipités dans la matière à partir d'un état solide sursaturé. L'objectif recherché dans la précipitation est l'augmentation des propriétés mécaniques du matériau. Ainsi, dans cette section, l'intérêt se porte sur le mécanisme physique du durcissement par précipitation.

Il est relativement aisé de montrer que la précipitation a un effet direct sur les propriétés mécaniques du matériau. De simples essais de traction mettent en évidence l'évolution de la limite d'élasticité ou de la résistance à la rupture. Il y a donc bien un durcissement structural qui se produit avec l'apparition de la précipitation. Pour comprendre ce phénomène, il faut observer le comportement de la microstructure soumise à un chargement.

A l'échelle du réseau cristallin, la limite d'élasticité vraie d'un alliage est définie par la contrainte seuil nécessaire au déplacement irréversible des dislocations déjà présentes dans le réseau. Ces dislocations peuvent également être créées par la contrainte appliquée au matériau. Le durcissement structural n'est alors que l'une des composantes susceptibles d'accroître le seuil nécessaire au mouvement des dislocations. En effet, les précipités constituent des obstacles au déplacement des dislocations. Il existe d'autres composantes qui limitent ce mouvement mais le durcissement structural est essentiel. Les autres facteurs responsables de l'augmentation de la contrainte seuil sont par exemple :

- **La nature de la solution solide :** la présence d'atomes de solutés de taille différente des atomes d'aluminium dans la matrice d'aluminium génère des

distorsions élastiques qui rendent plus difficiles le mouvement des dislocations.

- **Les dislocations initialement présentes dans le grain** : elles constituent des obstacles au déplacement des dislocations. Ces dislocations peuvent être générées lors de l'opération de trempe ou par un écrouissage à froid avant le traitement de revenu.
- **Les contraintes internes** : elles peuvent favoriser ou s'opposer au glissement des dislocations (respectivement en s'additionnant ou en se soustrayant à la contrainte appliquée)

Afin de comprendre et de modéliser l'influence des précipités sur le mouvement des dislocations, deux approches peuvent être utilisées.

La première est une approche mécanique [KEL 63, FOR 66, KOC 66, BRO 71]. Le durcissement est modélisé en considérant le déplacement d'une ligne élastique (la dislocation), de tension de ligne Γ_{ligne} , ancrée sur un obstacle (le précipité) et soumise à une contrainte σ (cf. figure 1.14). La contrainte seuil de franchissement de l'obstacle définit la force de l'obstacle. Les points d'ancrage (obstacles) opposent une force F au mouvement de la ligne de dislocation. Sous la contrainte appliquée, celle-ci s'incurve tel un élastique jusqu'à une position critique d'échappement définie par l'angle θ_{echap} tel que : $F = 2\Gamma_{\text{ligne}} \cos \theta_{\text{echap}}$

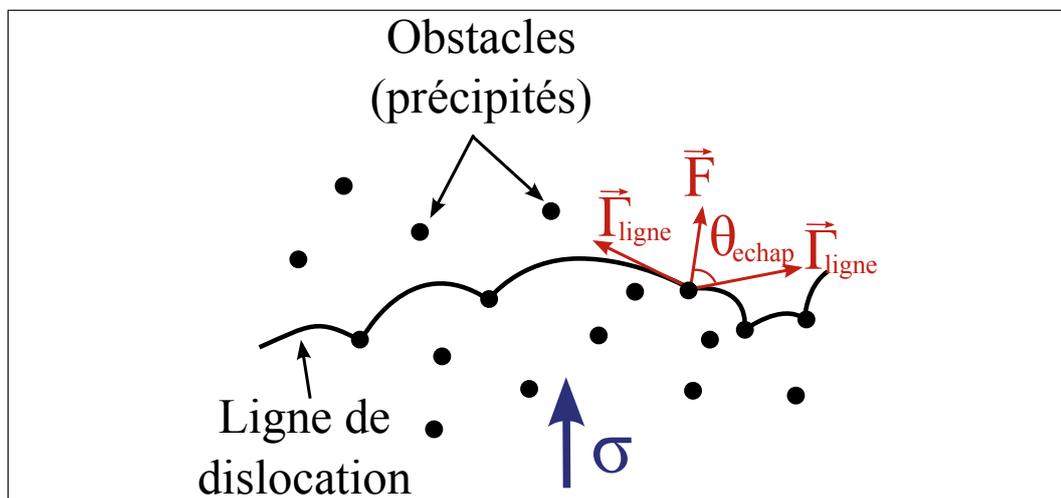


FIGURE 1.14: Déplacement d'une ligne élastique de dislocation ancrée sur des obstacles et soumise à une contrainte σ [DUB 91]

La deuxième approche est une approche physique. Dans cette approche, les mécanismes précis de l'interaction entre une dislocation et un précipité sont modélisés. Ces mécanismes se classent en fonction du mode d'interaction :

- **Les effets à grande distance** : il s'agit de la prise en compte des micro-contraintes internes causées par la présence des précipités. Le durcissement par différence de module de cisaillement et le durcissement par contraintes de cohérence sont à distinguer [KNO 71, RUS 72, NEM 83].
- **Le cisaillement direct** : le cisaillement des précipités par les dislocations fait intervenir des effets à courte distance et par conséquent les caractéristiques chimiques et cristallographiques du précipité et de l'interface précipité/matrice. Lors du cisaillement, plusieurs mécanismes peuvent induire le durcissement :
 - La création de nouvelles interfaces entre les précipités et la matrice (cf. figure 1.15) [KEL 57, FRI 64, BRO 71]
 - La modification de l'énergie des dislocations [HIR 65, GER 68]
 - La création de fautes de structure dans les précipités : [GLE 65, CAS 67, HAM 68]
- **Le contournement des précipités** : ce phénomène a souvent lieu lors d'un survenu de l'alliage qui se traduit par un adoucissement du matériau. Le contournement des précipités peut être fait par glissement primaire (appelé également contournement d'Orowan) [HAN 70, SAI 86]. Ce mode de contournement est illustré par la figure 1.16. Un autre mode de contournement est le contournement par glissement dévié [KEL 72].

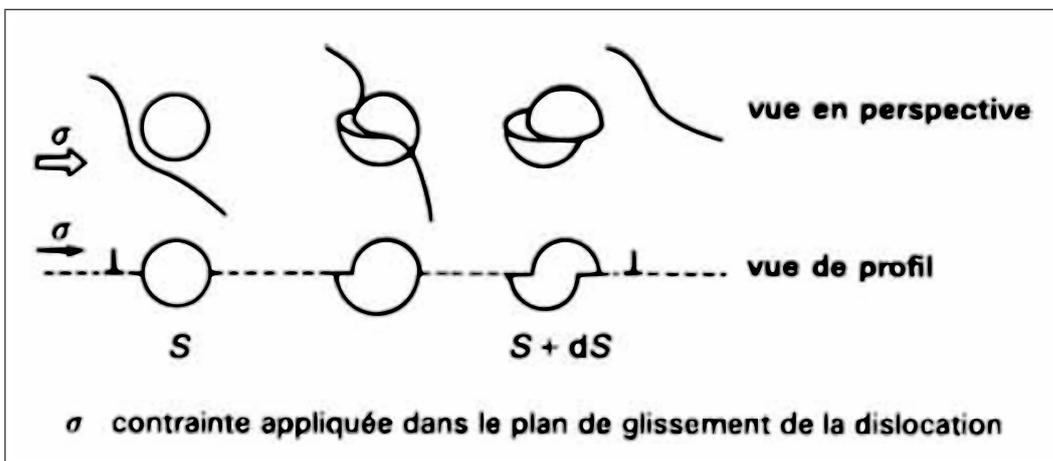


FIGURE 1.15: Cisaillement d'un précipité sphérique dans le plan de glissement d'une dislocation [DUB 91]

Que ce soit en utilisant l'une ou l'autre des approches décrites (l'approche mécanique ou l'approche physique), le mouvement des dislocations à l'échelle d'un grain est bien défini et il peut être modélisé. Il est alors possible de prédire à cette

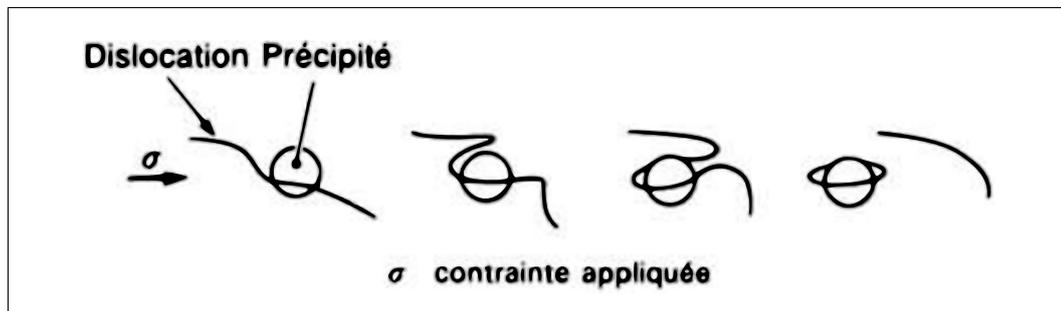


FIGURE 1.16: Représentation schématique du contournement d'Orowan [DUB 91]

échelle quel est le durcissement du matériau. En revanche, le passage de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique est plus difficile car il doit prendre en compte la texture cristallographique, la morphologie et la taille des grains et bien d'autres caractéristiques de l'alliage.

1.3.3 Modélisation des phénomènes métallurgiques intervenant dans le durcissement structural

La section précédente explique que le phénomène de précipitation est responsable du durcissement structural. La précipitation apparaît à partir d'une solution solide sursaturée. C'est lors de cette phase, appelée *la germination*, que se créent des nouveaux précipités. La taille des précipités ainsi créés évolue ensuite dépendamment du chargement thermique appliqué à l'alliage. Cette phase est appelée *la croissance*. Les précipités grossissent ou bien se dissolvent¹².

Le mécanisme de précipitation doit donc être modélisé en deux temps. Tout d'abord, un modèle de germination est utilisé pour simuler l'apparition des précipités à partir de la solution solide. Ensuite, un deuxième modèle prend le relais et simule la croissance des précipités. Ce dernier modèle considère le grossissement, le rétrécissement et la dissolution des précipités. Enfin, à partir de l'état de précipitation calculé, un modèle mécanique prenant en compte le cisaillement et le contournement des précipités permet de prédire le durcissement structural.

1.3.3.1 Modélisation de la germination

L'un des premiers modèles de germination a été créé afin de simuler la formation de gouttelettes d'eau à partir d'une vapeur sursaturée. Ce modèle fut développé par Max Volmer et Alfred Weber en 1925 [PHI 02]. Puis, Turnbull et Fisher [TUR 49] ont appliqué ce modèle aux processus métallurgiques en utilisant la théorie de Gibbs

¹²La dissolution des précipités commence par le rétrécissement des précipités puis finit par leur disparition.

[GIB 48]. La description de la germination exposée dans la suite est largement inspirée des travaux de Bruno Dubost et Pierre Sainfort [DUB 91], de Jean Philibert et al. [PHI 02] et de Michel Perez [PER 03, PER 07, PER 08]. Une description de la thermodynamique de la germination est tout d'abord exposée. La compréhension de cette thermodynamique est cruciale pour le développement du modèle de germination présenté ensuite.

Thermodynamique de la germination

D'un point de vue thermodynamique, la germination est possible seulement si elle induit une diminution de l'énergie globale du système considérée (la solution solide homogène). L'énergie globale est appelée énergie libre de Gibbs ou enthalpie libre. Cette grandeur comprend un terme d'énergie libre molaire de formation d'un germe (notée G), puis de barrières thermodynamiques s'opposant à la formation de ce germe. Ces barrières seront décrites de manière plus précise plus loin dans ce paragraphe.

La figure 1.17 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-M et correspond très bien au système Al-Mg₂Si.

Sur les graphes b et c de la figure 1.17, sont dessinées les courbes $G(\alpha)$, $G(\beta')$ et $G(\beta)$ représentant respectivement les courbes d'énergie libre de Gibbs de la solution solide α , de la phase métastable β' (précipité de transition) et de la phase d'équilibre β (composé intermétallique stable) 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. En effet, les zones GP ayant la même structure cristalline que la matrice, elles sont représentées sur la même courbe. Celle-ci présente donc deux concavités avec un minimum absolu 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 (initialement à l'état de solution solide homogène à une température supérieure à T_S) appartient au domaine de concentration où la courbe d'énergie libre est concave¹³ (voir figure 1.17) c'est-à-dire à gauche des points d'inflexion 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 est

¹³Courbure positive

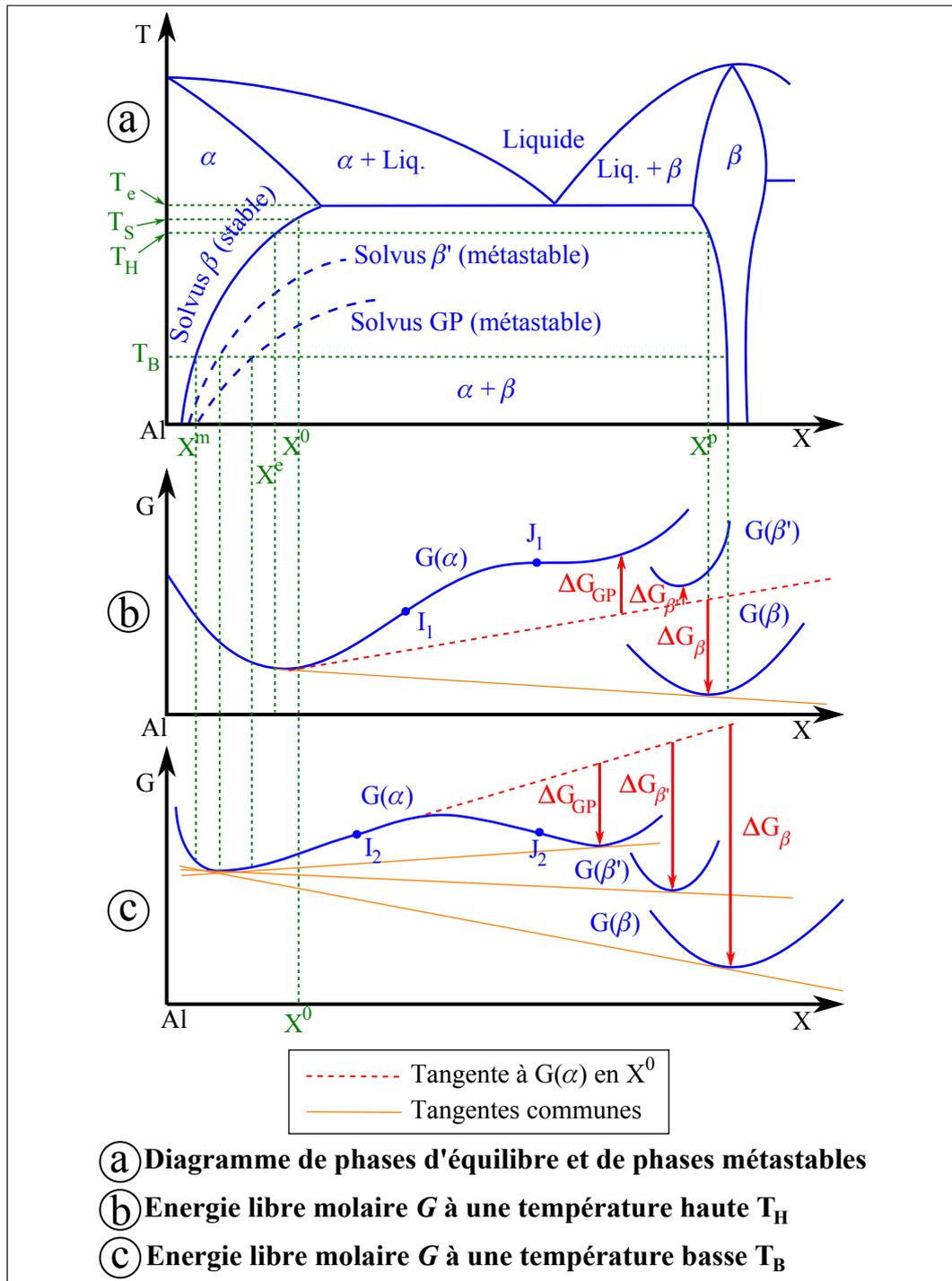


FIGURE 1.17: Schéma de construction du diagramme de phases du système Al-M [DUB 91]

l'obtention d'une solution solide appauvrie (proche de la concentration d'équilibre) et la formation d'amas riches en atomes de solutés. Ces amas peuvent germer sous forme de 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 1.17).

Dans ces conditions, la germination d'un précipité de composition X^p est favorisée à toute température pour laquelle sa courbe d'énergie libre est en dessous de la tangente à la courbe $G(\alpha)$ issue du point d'abscisse X^0 (représentée en traits pointillés rouges sur la figure 1.17). En effet, l'énergie libre molaire de formation du précipité ΔG_i (représentée par des flèches sur la figure 1.17) est alors négative (ce qui entraîne une diminution de l'énergie libre globale). Ceci est toujours le cas du précipité d'équilibre β à une température inférieure à T_S . De plus, lorsque la température est élevée (T_H par exemple) seule l'énergie libre de formation de la phase stable β est négative (cf. figure 1.17 b), ce qui explique la germination de cette phase lors d'un recuit ou d'un refroidissement lent après une mise en solution.

En revanche à basse température, les énergies libres de formation des zones GP et des phases β' et β sont toutes négatives (cf. figure 1.17 c). Et malgré le fait que l'énergie 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 stable β apparaît seulement lors d'un éventuel survenu (cf. section 1.3.1). Ceci montre que l'énergie libre de formation n'est pas la seule composante de la variation d'énergie 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.

Ainsi, la variation d'énergie libre ΔG nécessaire à la formation d'un germe s'écrit :

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S + \Delta G_d \quad (1.3)$$

où ΔG_V représente l'énergie libre volumique d'un germe ou d'un précipité (représentée dans la figure 1.17). Cette énergie doit être négative pour qu'il y ait apparition de la germination. Ensuite, ΔG_S représente l'énergie libre de surface qui est nécessaire pour la création d'une interface entre la matrice et un germe. Elle est positive car elle s'oppose à la germination. Cette énergie est faible pour les phases cohérentes telles les zones GP, mais élevée pour les phases incohérentes telles les phases β . Cela favorise donc la germination des zones GP et des phases β' au détriment des phases β . Enfin ΔG_d représente l'énergie élastique de distorsion des réseaux. Cette énergie est causée par le remplacement d'un volume de matrice par un germe. Pour les précipités cohérents, tels les zones GP, ayant une structure cristallographique très proche de la matrice cette énergie est très faible ce qui favorise encore une fois la germination des zones GP et des phases β' .

Il a été expliqué qu'à basse température, la germination de phases β , β' et de zones GP pourrait être possible car leurs énergies libres de formation sont négatives. Mais l'énergie libre de surface et l'énergie élastique de distorsion étant faibles pour les phases cohérentes, ΔG est plus faible pour les zones GP et les phases β' . Ainsi elles se forment avant la phase β . En revanche, l'énergie libre volumique de formation ΔG_V peut compenser les augmentations de ΔG_S et de ΔG_d pour une taille de germe supérieure à une taille critique définie par un rayon critique r^* pour lequel $\partial(\Delta G)/\partial r = 0$ (cf. figure 1.18).

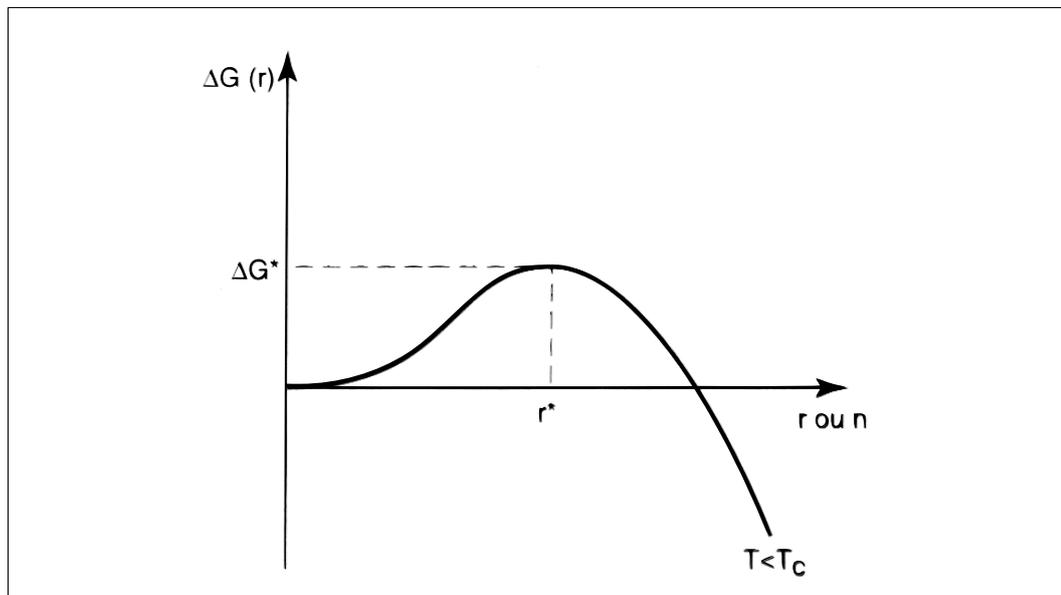


FIGURE 1.18: Evolution schématique de ΔG induite par la germination en fonction du rayon du germe [PHI 02]

Ce qui vient d'être décrit est la germination homogène, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de site préférentiel au sein de la matrice pour la germination de nouveaux précipités. A ceci s'ajoute un phénomène de germination hétérogène. Dans ce cas, des défauts peuvent servir de sites de germination préférentielle. Ces sites sont de différents types et peuvent être une particule étrangère, une zone GP, une inclusion, des joints de grains, etc. Par exemple Marth et al. ont étudié la germination hétérogène des précipités sur les zones GP (cf. figure 1.20) [MAR 76]. La germination hétérogène conduit à une diminution de la barrière d'énergie et la précipitation est ainsi facilitée (cf. figure 1.19).

Modèle de germination

Le modèle de germination proposé ici permet de décrire mathématiquement la

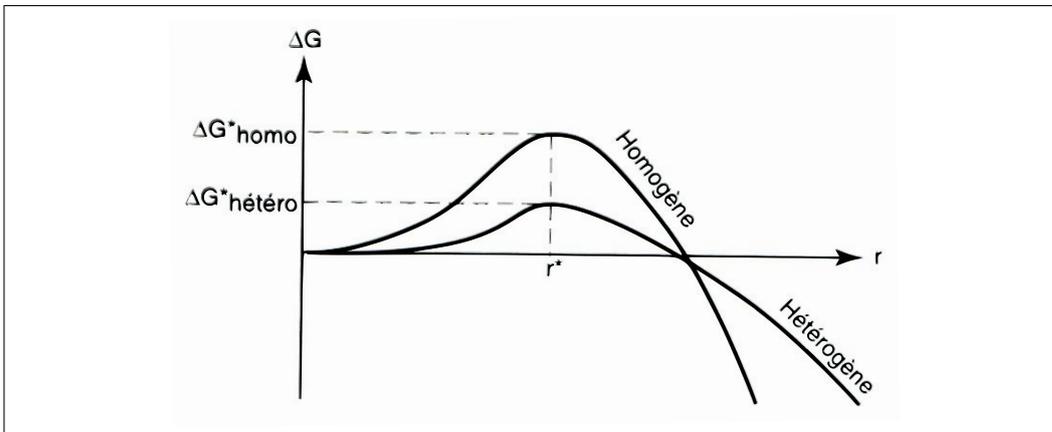


FIGURE 1.19: Comparaison des barrières de germination homogène et hétérogène [PHI 02]

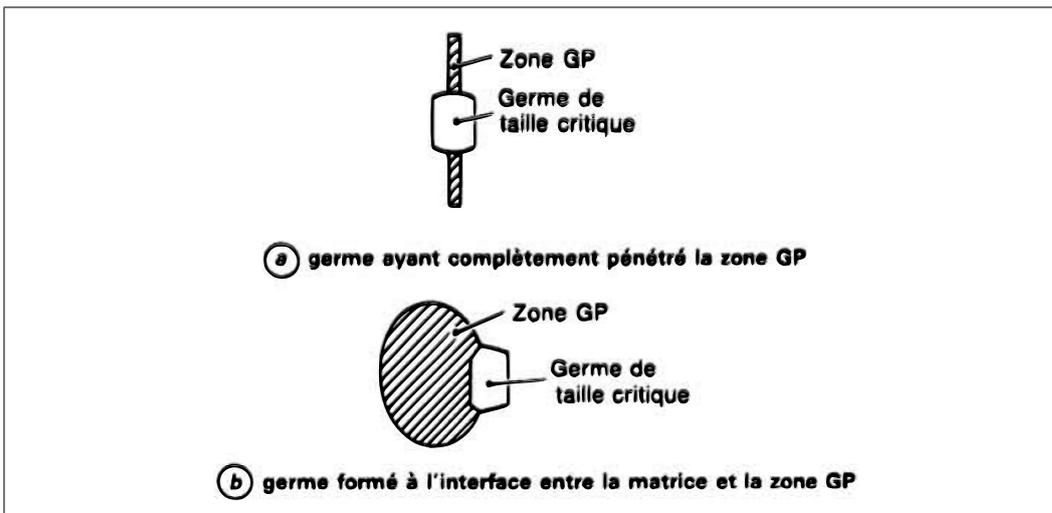


FIGURE 1.20: Schémas possibles de germination hétérogène d'un précipité sur une zone GP [DUB 91]

thermodynamique de germination présentée dans le paragraphe précédent. Afin de décrire au mieux le modèle, il est utile de procéder par étapes. En première approche, le terme ΔG_d représentant l'énergie élastique de distorsion des réseaux est négligé. Le modèle sera ensuite enrichi afin de décrire la germination hétérogène dans une solution solide.

Le modèle imagine que, sous l'action de l'agitation thermique, il se forme des

amas de phase β (Mg_2Si) dans une solution α . La variation d'énergie libre s'écrit :

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S \quad (1.4)$$

ΔG_V et ΔG_S représentent respectivement l'énergie libre volumique de formation d'un précipité et l'énergie libre de surface. Le terme volumique s'écrit pour un précipité de rayon r de la phase β :

$$\Delta G_V = \frac{4}{3}\pi r^3 (g_\beta - g_\alpha) \quad (1.5)$$

où g_α et g_β sont les enthalpies libres des deux phases par unité de volume (et non par mole). D'après ce qui a été expliqué au paragraphe précédent, le terme ΔG_V est négatif.

Le terme de surface ΔG_S représentant une barrière thermodynamique à la formation de précipité se calcule en fonction de γ la valeur de l'énergie interfaciale par unité d'aire :

$$\Delta G_S = 4\pi r^2 \gamma \quad (1.6)$$

D'après ce qui a été expliqué au paragraphe précédent, le terme ΔG_S est positif.

La variation d'énergie libre nécessaire à la formation d'un précipité β de rayon r s'écrit donc :

$$\Delta G(r) = \frac{4}{3}\pi r^3 (g_\beta - g_\alpha) + 4\pi r^2 \gamma \quad (1.7)$$

Dans le paragraphe précédent, l'apparition d'un rayon critique r^* a été mise en évidence (cf. figure 1.18). Ce rayon critique est obtenu en dérivant l'équation 1.7, d'où l'expression :

$$r^* = \frac{2\gamma}{g_\alpha - g_\beta} \quad (1.8)$$

Le rayon critique diminue quand la température est abaissée, par contre il serait infini à la température d'équilibre pour laquelle il n'y a pas de germination. La variation d'énergie libre peut maintenant être calculée pour la formation d'un noyau de taille critique (il s'agit de l'enthalpie libre d'activation de la germination) :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{(g_\alpha - g_\beta)^2} \quad (1.9)$$

Ces quantités peuvent également être exprimées en fonction de l'enthalpie de transformation :

$$r^* = \frac{2\gamma}{\Delta H} \frac{T_e}{\Delta T} \quad (1.10)$$

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{T_e^2}{\Delta T^2} \frac{\gamma^3}{\Delta H^2} \quad (1.11)$$

où ΔH est l'enthalpie de transformation et $\Delta T = T_e - T$ est le degré de refroidissement avec T_e la température d'équilibre et T la température considérée. Plus le degré

1. Revue bibliographique

de refroidissement ΔT est élevé, plus le rayon critique r^* est petit et plus faible est l'enthalpie libre d'activation ΔG^* .

Ensuite la statistique de Boltzmann permet de calculer la taille maximale r_{Max} des précipités en fonction de la température T :

$$n(r_{Max}) = 1 = n_0 \exp\left(-\frac{\Delta G(r_{Max})}{k_B T}\right) \quad (1.12)$$

Dans cette expression, n_0 est le nombre de sites par unité de volume sur lesquels les précipités peuvent se former (il s'agit du nombre d'atomes par unité de volume), $\Delta G(r_{Max})$ est la variation d'énergie libre nécessaire à la formation d'un précipité de rayon r_{Max} et $k_B \approx 1,3806504 \text{ J.K}^{-1}$ est la constante de Boltzmann.

De même, le nombre n^* de précipités de dimension critique est :

$$n^* = n_0 \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \quad (1.13)$$

La germination sera possible dès que $r^* \leq r_{Max}$, c'est-à-dire en dessous de la température d'équilibre : un certain degré de refroidissement est donc nécessaire (cf. figure 1.21).

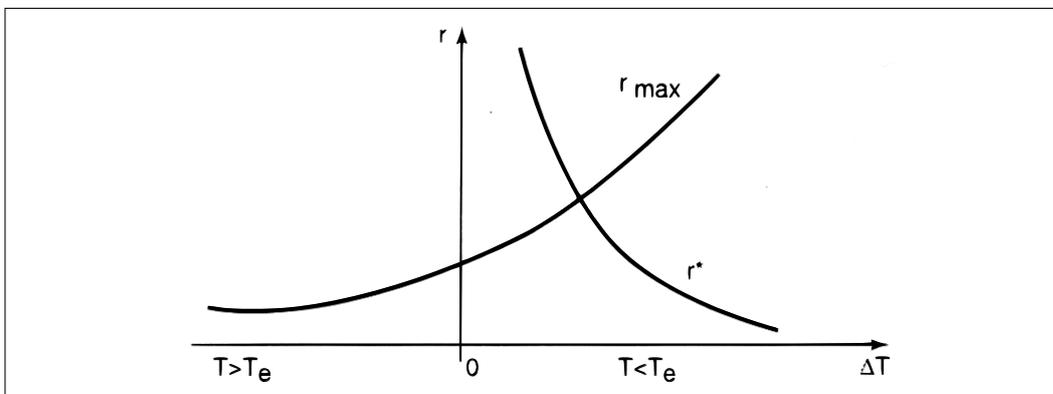


FIGURE 1.21: Variation avec la température du rayon maximal et du rayon critique [PHI 02]

A partir de là il est possible de déterminer le taux de germination J_S dans le cas de la germination homogène. Il est donné par le produit de trois facteurs. Le premier est le nombre de précipités de dimension critique n^* donné par l'équation 1.13.

Le deuxième facteur représente la probabilité de croissance du germe par l'apport d'un atome pour passer le seuil critique. La probabilité de croissance est égale

à $A^*\Gamma$ où A^* représente le nombre de sites à la surface du germe où un atome peut s'incorporer et Γ une probabilité d'incorporation. Dans un milieu condensé tel la solution solide prise en compte, Γ s'exprime comme une fréquence de saut de diffusion qui s'écrit :

$$\Gamma = \bar{v} \exp\left(-\frac{\Delta G_m}{k_B T}\right) \quad (1.14)$$

Dans cette expression, \bar{v} désigne une fréquence moyenne de vibration (de l'ordre de 10^{13} s^{-1} , ΔG_m est l'énergie libre de migration (représente l'énergie nécessaire au déplacement d'un atome dans la matrice), k_B et T sont respectivement la constante de Boltzmann et la température.

Le troisième facteur intervenant dans le calcul du taux de germination tient compte de l'avortement de certains germes. Le nombre effectif de germes est donc réduit d'un facteur Z appelé facteur de Zeldovich. Ce facteur dépend de la forme de $\Delta G(r)$ au voisinage de r^* et est de l'ordre de 0,01 à 0,05.

Finalement, le taux de germination J_S par unité de volume et de temps s'écrit :

$$J_S = n_0 Z A^* \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \bar{v} \exp\left(-\frac{\Delta G_m}{k_B T}\right) \quad (1.15)$$

Ce taux a été calculé pour une distribution stationnaire des germes. Cette distribution ne peut être atteinte qu'après un temps d'incubation τ . Le taux de germination $J(t)$ va alors croître jusqu'à la valeur donnée par l'équation 1.15 en suivant une loi du type :

$$J(t) = J_S \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right) \quad (1.16)$$

La littérature [PER 07, MAU 05] donne également une autre expression donnant des résultats en meilleur accord avec les temps d'incubation prédits par un modèle de Monte-Carlo :

$$J(t) = J_S \left[1 - \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right)\right] \quad (1.17)$$

Ce qui vient d'être présenté dans ce paragraphe prend en compte seulement la germination homogène de précipités dans une solution solide pour laquelle l'énergie de distorsion est négligée. Afin d'obtenir des simulations plus précises de la germination dans l'alliage d'aluminium 6061, il conviendrait de prendre en compte la distorsion de la matrice de la solution solide lors de la formation d'un germe ainsi que la germination hétérogène.

Dans le cas d'une transformation à l'état solide, le modèle présenté est simplement enrichi en intégrant le terme d'énergie libre de distorsion ΔG_d . Ce terme réduit l'énergie motrice $g_\alpha - g_\beta$ et l'enthalpie libre d'activation de la germination devient :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{(g_\alpha - g_\beta + \Delta G_d)^2} \quad (1.18)$$

L'effet de ΔG_d s'exprime par une augmentation du degré de refroidissement ΔT nécessaire pour assurer un taux de germination appréciable.

Enfin, la germination hétérogène est prise en compte en considérant la formation d'un germe P ayant la forme d'une calotte sphérique à la surface plane d'un corps étranger C (une zone GP par exemple). Ce germe forme un angle de « mouillage » θ_m avec le corps C (cf. figure 1.22).

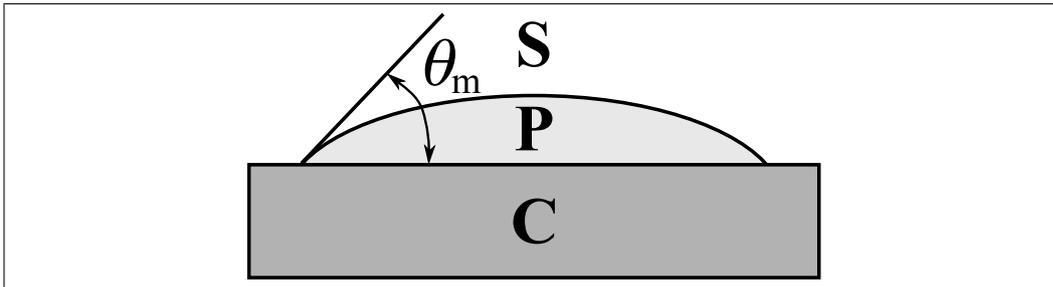


FIGURE 1.22: *Modèle de germination hétérogène*

A l'élément d'aire πr^2 du corps étranger, d'énergie interfaciale avec la solution solide γ_{CS} , sont substituées deux surfaces : πr^2 d'énergie γ_{CP} et $\pi r^2 f(\theta_m)$ (surface de la calotte sphérique) d'énergie γ (il s'agit de la même énergie interfaciale que celle utilisée dans le cas de la germination homogène). Le terme superficiel représentant la germination hétérogène entrant dans l'expression de ΔG est donc :

$$\pi r^2 [\gamma_{CP} - \gamma_{CS} + \gamma f(\theta_m)] \quad (1.19)$$

Or d'après la relation d'Young (équilibre des tensions interfaciales) :

$$\gamma_{CS} = \gamma_{CP} + \gamma \cos \theta_m \quad (1.20)$$

En reprenant le calcul de l'enthalpie libre d'activation de la germination, l'expression de ΔG^* reste identique à un facteur près [PHI 02] :

$$\frac{\Delta G^*(\text{hétérogène})}{\Delta G^*(\text{homogène})} = \frac{1}{4} (2 - 3 \cos \theta_m + \cos^3 \theta_m) \quad (1.21)$$

La valeur du rayon critique n'est donc pas modifiée. Par contre, comme le montre la figure 1.19 la hauteur de la barrière est réduite.

1.3.3.2 Modélisation de l'évolution de la précipitation

Le modèle présenté en section précédente permet de simuler la formation de germes à partir d'une solution solide sursaturée en soluté, les données d'entrée étant

les paramètres thermodynamiques de la solution solide ainsi que le chargement thermique qui lui est appliquée.

Il est également possible de modéliser l'évolution de l'état de précipitation déjà présent dans le matériau [DUB 91, MYH 01, GRO 02, NIC 02, PHI 02, NIC 03, PER 07, ACE 07]. En plus du chargement thermique, les données d'entrée sont alors les paramètres thermodynamiques de la solution solide et des précipités formés ainsi que la description de l'état de précipitation initial. A partir d'un état de précipitation donné, il peut y avoir soit croissance (grossissement ou rétrécissement¹⁴ des précipités), soit coalescence, soit dissolution des précipités. La suite du paragraphe décrit ces trois phénomènes et leur modélisation.

De plus, il existe un autre type d'évolution de microstructure appelé précipitation spinodale. Ce mode de précipitation, dont la théorie a été établie par Cahn [CAH 68], affecte généralement les alliages à forte fraction volumique de précipités (par exemple les alliages de cuivre) et certains alliages d'aluminium des systèmes Al-Zn et Al-Ag [RUN 67, NAU 77, DUB 91]. Ce type de précipitation n'est pas détaillé dans ce rapport car elle n'affecte pas les alliages de la série 6XXX.

Croissance¹⁵ des précipités

Le modèle de croissance des précipités présenté ici, initialement proposé par Wagner et Kampmann [WAG 91] est basé sur les lois classiques. Il permet de représenter le rétrécissement et le grossissement des précipités.

Le modèle prend en compte la discontinuité de la composition à l'interface matrice / précipité. Lors de la mise en température du matériau (traitement de revenu par exemple), il existe deux processus différents de transport des solutés provoquant la croissance initiale des précipités. Le premier est le transfert de soluté à l'interface entre la matrice et le précipité. Le deuxième est la diffusion du soluté dans la matrice. Il peut également se produire un mélange de ces deux processus. Ceci provoque un gradient de concentration en soluté dans la matrice à partir de l'interface matrice / précipité. La concentration initiale dans la matrice est X^m , celle dans le précipité est X^p et la concentration à l'interface est X^i (cf. figure 1.23).

A partir de ce constat, la vitesse de croissance des précipités s'écrit :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D X^m - X^i}{r X^p - X^i} \quad (1.22)$$

Dans l'équation 1.22, r est le rayon du précipité et D le coefficient de diffusion. Il se calcule à partir de la loi classique d'Arrhenius :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_D}{RT}\right) \quad (1.23)$$

¹⁴Le rétrécissement des précipités est généralement appelé dissolution mais ce terme prête à confusion car il ne distingue pas la dissolution (disparition) de la dissolution (rétrécissement)

¹⁵Grossissement et rétrécissement

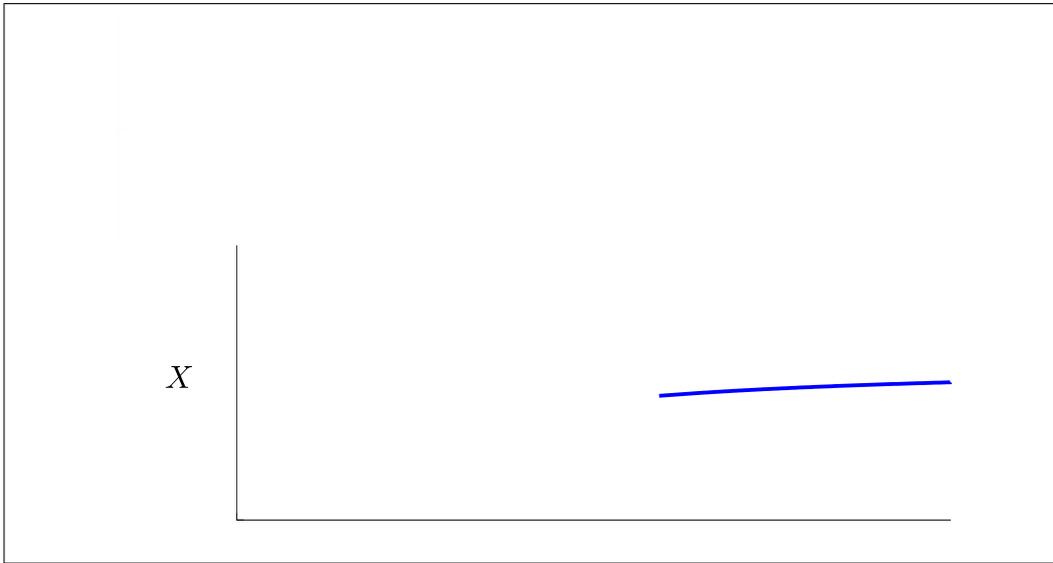


FIGURE 1.23: Profil de concentration dans le cas de la croissance contrôlée par transport de soluté à l'interface précipité / matrice et par diffusion du soluté dans la matrice [DUB 91]

avec D_0 une constante (appelée facteur pré-exponentiel), Q_D l'énergie d'activation de la diffusion, R la constante des gaz parfaits et T la température de la diffusion.

Dans le cas où la croissance est contrôlée par la diffusion du soluté dans la matrice (la réaction d'interface étant très rapide) et en condition isotherme, la concentration à l'interface X^i est égale à la concentration d'équilibre X^e . La loi de croissance s'écrit alors :

$$r = \left[2D \left(\frac{X^m - X^e}{X^p - X^e} \right) t \right]^{1/2} \quad (1.24)$$

Dans le cas d'une croissance régie par le transport de soluté à l'interface entre la matrice et le précipité, toujours en condition isotherme, il n'y a pas de gradient de concentration à l'interface, c'est-à-dire $X^i = X^m$. Dans ce cas, le rayon r du précipité augmente linéairement avec le temps t :

$$r = M' t \frac{X^m - X^e}{X^p - X^m} \quad (1.25)$$

M' est un paramètre dit de mobilité. Il est tel que rM'/d soit adimensionnel. X^e est la concentration de la solution solide à l'équilibre.

Remarque : ce cas s'applique au tout premier stade de la précipitation, avec des germes de taille critique très petite.

En condition non isotherme (traitement thermique ou soudage par exemple), il faudra adapter le modèle présenté en équation 1.22 et le traiter de manière incrémentale. Il devra effectivement prendre en compte l'évolution de la température en considérant l'énergie d'activation variant avec la température et non plus une constante pour une température donnée.

Coalescence des précipités

Le modèle présenté ci-dessus permet de calculer et de prédire la cinétique de croissance des précipités. Mais lorsque la fraction volumique précipitée atteint son maximum (lors d'un revenu prolongé par exemple), il se produit le phénomène de coalescence qui n'est pas toujours pris en compte par ce modèle.

La coalescence des précipités intervient lorsque la matrice est appauvrie de façon à ce qu'il n'y ait plus de gradient de concentration entre les précipités. Ce phénomène consiste alors en un grossissement des précipités de grosse taille au détriment des plus petits précipités qui se dissolvent¹⁶. La fraction volumique totale reste constante. La coalescence conduit également à des changements de forme et les précipités deviennent progressivement incohérents. Dans les deux cas, l'énergie libre globale diminue.

La modélisation de la cinétique de coalescence traduit une augmentation de la dimension moyenne notée d_0 en fonction de la durée t_0 du revenu (ou recuit) à la température T . La dimension d_0 représente le diamètre moyen des sphères ou l'épaisseur moyenne des plaquettes suivant la forme des précipités. La modélisation est décrite par la loi LSW (Lifshitz – Slyozov – Wagner) :

$$d^n - d_0^n = \frac{A}{t - t_0} \left[\frac{D\gamma X^e V_m}{RT} \right] \quad (1.26)$$

Le paramètre A dépend de la structure ou de la géométrie des précipités et aussi de leur fraction volumique. D est le coefficient de diffusion calculé à l'équation 1.23, γ l'énergie superficielle d'interface précipité / matrice, X^e la concentration d'équilibre et V_m le volume molaire des précipités.

Dans le cas de précipités sphériques et d'un champ de diffusion à symétrie sphérique, les paramètres $n = 3$ et $A = 8/9$ sont couramment utilisés. La loi LSW devient donc :

$$d^3 - d_0^3 = \frac{8}{9(t - t_0)} \left[\frac{D\gamma X^e V_m}{RT} \right] \quad (1.27)$$

1.3.3.3 Modélisation mécanique

Les calculs précédemment présentés donnent l'évolution de l'état de précipitation au cours d'un chargement thermique quelconque. Il a été expliqué en section

¹⁶Ce phénomène est aussi appelé mûrissement d'Ostwald.

1.3.2 que les précipités sont responsables du durcissement structural car ils s'opposent au mouvement des dislocations. Si une contrainte est appliquée au matériau, les dislocations avancent soit en cisillant les précipités soit en les contournant. La prise en compte de ces deux seuls phénomènes est suffisante pour représenter l'augmentation des propriétés mécaniques du matériau induit par l'état de précipitation [SHE 90, ROM 02, ESM 03]. Ces auteurs proposent une méthode de modélisation de la limite d'élasticité.

Dans cette méthode, il est considéré que les propriétés mécaniques résultent de plusieurs facteurs. Ainsi, la limite d'élasticité résultante YS_t est la somme de [CAC 97] :

- la limite d'élasticité de l'aluminium pur (YS_0) ;
- la contribution à la limite d'élasticité des particules eutectiques de silicium (ΔYS_{Si}) ;
- la contribution à la limite d'élasticité des phases au fer (ΔYS_{Fe}) ;
- la contribution à la limite d'élasticité du silicium présent dans la solution solide ($\Delta YS_{ss,Si}$) ;
- la contribution à la limite d'élasticité du magnésium présent dans la solution solide ($\Delta YS_{ss,Mg}$) ;
- la contribution à la limite d'élasticité des précipités (ΔYS_{ppt}) ;

Enfin, la limite d'élasticité résultante est :

$$YS_t = YS_0 + \Delta YS_{Si} + \Delta YS_{Fe} + \Delta YS_{ss,Si} + \Delta YS_{ss,Mg} + \Delta YS_{ppt} \quad (1.28)$$

Afin de rendre la modélisation plus aisée, l'équation 1.28 doit être simplifiée. Tout d'abord, ΔYS_{Si} , ΔYS_{Fe} et $\Delta YS_{ss,Si}$ varient très peu au cours d'un chargement thermique [POL 95]. Ces grandeurs peuvent être regroupées avec YS_0 pour former la limite d'élasticité intrinsèque $YS_i = YS_0 + \Delta YS_{Si} + \Delta YS_{Fe} + \Delta YS_{ss,Si}$. En se basant sur les caractérisations expérimentales d'Anderson [AND 59], Shercliff et Ashby [SHE 90] obtiennent $YS_i = 53 \text{ MPa}$.

Ainsi, la limite d'élasticité résultante du matériau est définie par :

$$YS_t = YS_i + \Delta YS_{ss,Mg} + \Delta YS_{ppt} \quad (1.29)$$

Shercliff et Ashby [SHE 90] donnent un calcul possible pour $\Delta YS_{ss,Mg}$ lors d'un traitement de revenu à la température T . Le durcissement causé par la solution solide varie avec la durée de revenu t de la manière suivante :

$$\Delta YS_{ss,Mg} = \left[\Delta YS_{ssf}^{3/2} + \left(\Delta YS_{ssi}^{3/2} - \Delta YS_{ssf}^{3/2} \right) \exp \left(-\frac{t}{\tau_1} \right) \right]^{2/3} \quad (1.30)$$

où $\Delta Y S_{ssi}$ et $\Delta Y S_{ssf}$ représentent respectivement la contribution initiale et finale de la solution solide au durcissement du matériau. La contribution initiale de la solution solide est la différence entre la résistance du matériau brut de trempe¹⁷ notée $Y S_q$ et la résistance intrinsèque $Y S_i$ précédemment déterminée. La contribution finale de la solution solide est la différence entre la résistance survenue¹⁸ $Y S_{oa}$ et $Y S_i$. $Y S_{oa}$ peut être déterminé à partir de $Y S_q$ et $Y S_i$ de la manière suivante :

$$Y S_{oa} = Y S_i + (Y S_q - Y S_i) \exp \frac{-2Q_s}{3R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_s} \right) \quad (1.31)$$

Pour récapituler, $\Delta Y S_{ssi} = Y S_q - Y S_i$ et $\Delta Y S_{ssf} = Y S_{oa} - Y S_i$.

Ensuite, la contribution à la limite d'élasticité des précipités $\Delta Y S_{ppt}$ doit être évaluée. Pour ce faire, le cisaillement et le contournement des précipités décrits en section 1.3.2 sont mis en équations.

Il est généralement admis que la contribution à la limite d'élasticité des précipités cisailés, notée $\Delta Y S_s$, est reliée à la fraction volumique f_v et au rayon du précipité r par une constante c_s [SHE 90, MAR 80, EMB 96] :

$$\Delta Y S_s = c_s \sqrt{f_v r} \quad (1.32)$$

De même, la contribution à la limite d'élasticité des précipités contournés, notée $\Delta Y S_{bp}$, est reliée à la fraction volumique f_v et au rayon du précipité r par une constante c_{bp} [SHE 90, EMB 96] :

$$\Delta Y S_{bp} = c_{bp} \frac{\sqrt{f_v}}{r} \quad (1.33)$$

Les équations 1.32 et 1.33 sont ensuite combinées afin de déterminer la contribution de la population de précipités à la résistance mécanique. Shercliff et Ashby [SHE 90] proposent d'effectuer une moyenne harmonique des deux types de contributions :

$$\Delta Y S_{ppt} = \left[\frac{1}{\Delta Y S_s} + \frac{1}{\Delta Y S_{bp}} \right]^{-1} \quad (1.34)$$

La limite d'élasticité est ainsi obtenue en calculant numériquement l'équation 1.29.

¹⁷Résistance mesurée après un traitement de mise en solution suivi d'une trempe.

¹⁸Résistance mesurée après un traitement de survenu à la température T .

1. Revue bibliographique

Chapitre 2

Le comportement mécanique du 6061

Ce chapitre décrit toutes les actions menées dans le but de caractériser le 6061. Les propriétés mécaniques à température ambiante du matériau ayant subi divers chargements thermiques sont étudiées. De plus, une investigation à chaud mesure l'évolution des propriétés mécaniques au cours du chauffage mais aussi au cours du refroidissement du matériau. Cette méthode inhabituelle permet de caractériser d'une part l'état T6 et d'autre part l'état O. Les chargements thermiques utilisés dans ce chapitre sont représentatifs d'une opération de soudage FE. Une campagne d'essais indiquent les évolutions thermiques observées lors du soudage FE

Sommaire

| | | |
|------------|---|-----------|
| 2.1 | Introduction | 47 |
| 2.2 | Dispositif expérimental de chauffage rapide | 48 |
| 2.2.1 | Définition du cahier des charges | 48 |
| 2.2.2 | Conception du dispositif expérimental | 49 |
| 2.2.2.1 | Le système de chauffage | 49 |
| 2.2.2.2 | Conception des éprouvettes | 53 |
| 2.2.2.3 | La machine d'essais mécaniques | 57 |
| 2.2.3 | Mise au point du dispositif expérimental | 58 |
| 2.2.3.1 | Réglage des PID | 59 |
| 2.2.3.2 | Elimination de l'erreur de mesure des thermocouples | 61 |
| 2.3 | Les paramètres expérimentaux | 63 |
| 2.3.1 | Soudage par faisceau d'électrons | 63 |

| | | |
|------------|--|------------|
| 2.3.1.1 | Essais instrumentés du soudage FE | 63 |
| 2.3.1.2 | Modélisation du soudage FE | 71 |
| 2.3.2 | Définition des paramètres expérimentaux | 75 |
| 2.3.2.1 | A température ambiante | 75 |
| 2.3.2.2 | A chaud | 76 |
| 2.4 | Essais de traction à température ambiante | 79 |
| 2.4.1 | Etude de la température atteinte | 79 |
| 2.4.2 | Etude de la vitesse de chauffage | 82 |
| 2.4.3 | Etude d'un maintien à 560 °C | 84 |
| 2.4.4 | Résumé | 86 |
| 2.5 | Essais de traction à chaud | 87 |
| 2.5.1 | Exploitation des courbes de traction à chaud | 87 |
| 2.5.2 | Essais lors du chauffage (Caractérisation de l'état T6) | 93 |
| 2.5.3 | Essais lors du refroidissement (Caractérisation de l'état O) | 98 |
| 2.5.4 | Etude de deux cas particuliers | 100 |
| 2.5.4.1 | Caractérisation du matériau à 300 °C | 101 |
| 2.5.4.2 | Caractérisation de l'état O à 200 °C | 102 |
| 2.6 | Bilan des résultats | 104 |

2.1 Introduction

Le premier objectif de la thèse est de comprendre le comportement mécanique de l'alliage d'aluminium 6061-T6 dans la zone soudée. Il est ainsi indispensable d'étudier l'influence de divers chargements thermiques sur les propriétés mécaniques du matériau. Pour ce faire, il est tout d'abord primordial de connaître l'influence de l'opération de soudage sur les propriétés mécaniques à température ambiante.

Ces propriétés sont déterminées grâce à des essais de traction effectués sur des éprouvettes préalablement chauffées à diverses températures et vitesses de chauffage. Afin de s'approcher le plus possible du cas industriel, les chargements thermiques utilisés doivent être représentatifs de l'opération de soudage FE. Une telle opération implique des vitesses de chauffage très élevées. Une étude expérimentale et numérique du soudage FE va tout d'abord préciser les évolutions de températures rencontrées autour de la soudure. Cette étude est détaillée dans ce chapitre.

De plus, AREVA souhaite développer un modèle thermomécanique du soudage FE. Il permettra de connaître l'évolution thermique dans les pièces soudées et les propriétés mécaniques qui en résultent. Il permettra également de connaître les contraintes internes induites par la soudure, l'objectif final étant de vérifier la tenue mécanique du caisson. De nombreuses données d'entrée sont nécessaires pour mettre en place un tel modèle. Il s'agit, entre autres, des propriétés mécaniques à chaud du matériau étudié. Il est donc proposé ici de les mesurer pour le 6061 à l'état T6 mais aussi à l'état O. Ceci revient à caractériser le matériau lors du chauffage d'une part, et lors du refroidissement d'autre part. Les résultats présentés dans ce chapitre montrent qu'il existe une très grande variation de ces propriétés. Or dans la littérature, les propriétés sont très souvent mesurées suite à un long maintien ou simplement lors du chauffage de l'éprouvette. La méthode proposée ici est donc plus proche de la réalité.

Les expériences dont il est question dans ce chapitre se sont déroulées sur un dispositif expérimental spécialement conçu pour l'étude car aucun dispositif permettant les performances recherchées n'était disponible en début de thèse. La description des étapes de conception et mise au point du dispositif débute ce chapitre.

2.2 Dispositif expérimental de chauffage rapide

Cette partie de chapitre présente le dispositif expérimental utilisé pour mesurer les caractéristiques mécaniques du 6061-T6 présentées en section 2.4 et 2.5. Elles ont été mesurées à température ambiante et à chaud. Les chargements thermiques souhaités doivent être représentatifs d'une opération de soudage FE qui imposent des vitesses de chauffage et refroidissement très élevées. Le dispositif doit donc être capable de chauffer et refroidir une éprouvette de traction avec des cinétiques très rapides. Aucun dispositif permettant de telles performances n'étant disponible en début de thèse, il a fallu en concevoir et en fabriquer un. Les différentes étapes de sa conception et de sa mise en place sont détaillées dans la suite de cette partie.

2.2.1 Définition du cahier des charges

Toute bonne conception commençant par la définition du cahier des charges, cette section décrit les spécifications souhaitées pour le dispositif expérimental d'essais mécaniques à chaud. Il doit permettre l'étude du comportement mécanique du 6061-T6 à chaud, mais aussi à température ambiante, et également l'étude de l'influence d'un chargement thermique appliqué au matériau. Les fonctions principales du dispositif expérimental sont donc :

- l'application de chargements thermiques non isothermes représentatifs d'un soudage FE sur une éprouvette de traction ;
- la conduite d'essais de traction à température ambiante comme à hautes températures.

Les chargements thermiques à utiliser sont décrits de manière détaillée en section 2.3. Il est expliqué que le soudage FE induit dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) des températures allant jusqu'à 560 °C pour une vitesse de chauffage maximale de 200 °C/s¹. Il est, de manière générale, assez aisé d'atteindre la température souhaitée, en revanche la vitesse de chauffage souhaitée est très grande. Pour s'assurer d'atteindre cette vitesse et pour plus de sécurité, il a été décidé de dimensionner le dispositif de chauffage en considérant une vitesse à atteindre de 500 °C/s.

En ce qui concerne le refroidissement, il a été décidé de ne pas étudier ce phénomène en priorité. Mais le dispositif pourrait être utilisé pour des études ultérieures et la vitesse de refroidissement doit donc être la plus grande possible afin de représenter les phénomènes observés lors d'une opération de trempe par exemple. Pour l'aluminium 6061, la vitesse critique de trempe est de 10 °C/s [DEV 86]. Le dispositif est donc conçu pour atteindre des vitesses de refroidissement supérieures à cette vitesse critique de trempe.

¹La température et la vitesse de chauffage dans la zone fondue sont en fait beaucoup plus élevées, mais seules les phases solides sont étudiées dans ce travail de thèse. Les performances souhaitées sont donc limitées à ce qui est observé en ZAT.

De plus, toutes les éprouvettes utilisées doivent être de mêmes dimensions² afin de faciliter l'étude des propriétés mécaniques. Aussi, leur volume doit être suffisant pour reproduire le comportement de la microstructure observé sur une pièce réelle massive. Enfin, le dispositif de chauffage doit pouvoir s'adapter à d'autres matériaux susceptibles d'être étudiés dans le laboratoire (différents alliages d'aluminium, aciers inoxydables, cuivres, supraconducteurs, etc.).

A propos du dispositif d'application des efforts, il doit permettre la caractérisation mécanique du matériau de manière précise. Cela signifie que les capteurs doivent être correctement dimensionnés par rapport aux efforts mis en jeu. De plus, pour caractériser totalement le matériau, la vitesse d'application de l'effort doit être réglable et être suffisamment grande.

2.2.2 Conception du dispositif expérimental

Plusieurs possibilités existent pour répondre au cahier des charges. Les solutions retenues sont présentées dans cette section.

Il existe plusieurs principes pour chauffer des éprouvettes de traction. Les plus utilisés sont les fours et le chauffage par induction. Les fours sont généralement utilisés pour de longs maintiens en température. Dans ce cas, la vitesse de montée en température n'est pas un facteur important. Le chauffage par induction est, quant à lui, souvent utilisé lorsqu'il est nécessaire de faire des caractérisations à chaud. En effet, ce type de chauffage s'adapte assez aisément sur une machine de traction. De plus, il permet d'obtenir des vitesses de montée en température assez grandes (de 50 à 100 °C/s) pour certain matériau. En revanche, il est très difficile d'atteindre de telles vitesses de chauffage pour les matériaux faiblement magnétiques (l'aluminium par exemple).

Les solutions des fours et du chauffage par induction ne sont donc pas adaptées à cette étude, car elles ne permettent pas d'atteindre les vitesses de chauffage souhaitées. Une troisième solution a alors été identifiée et retenue. Il s'agit du chauffage par effet Joule appelé également chauffage ohmique ou chauffage par résistance. Ce système a été mis en place sur une machine de traction / compression – torsion utilisée pour les essais mécaniques. Ce montage oblige à concevoir des mors adaptés afin de lier la partie chauffage à la partie mécanique.

2.2.2.1 Le système de chauffage

L'effet Joule est un phénomène connu et maîtrisé depuis longtemps (étudié par James Prescott Joule vers 1860). Il est la manifestation thermique de la résistance électrique et se produit lors du passage d'un courant électrique dans tout matériau

²La section des éprouvettes utilisées pour un chauffage rapide ne doit pas être plus faible que les sections des éprouvettes utilisées pour un chauffage lent.

2. Le comportement mécanique du 6061

conducteur. L'effet consiste en une dissipation d'énergie électrique sous forme thermique (augmentation de température du matériau). Il est par exemple, utilisé dans le chauffage électrique (radiateur, four, plaque de cuisson, sèche-cheveux, grille-pain, etc.), l'éclairage (filament d'une ampoule) ou la protection des circuits électriques (fusibles). L'effet Joule est la solution retenue pour le dispositif expérimental de chauffage rapide.

Dans la présente étude, le but de l'effet Joule est de chauffer de manière très rapide des éprouvettes. Le système dans le principe est très simple : l'éprouvette est traversée par un courant d'intensité suffisante pour atteindre la température souhaitée à la vitesse de chauffage souhaitée. L'éprouvette se comporte ainsi comme une résistance. Il suffit de la connecter aux bornes d'un générateur, comme l'illustre le schéma de la figure 2.1.

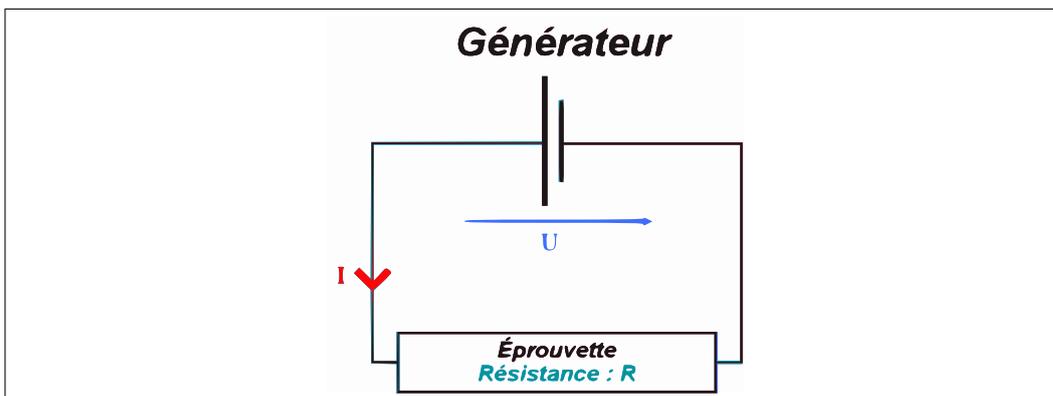


FIGURE 2.1: Chauffage par effet Joule - Circuit électrique

La première étape de la conception est le choix du générateur. Il s'agit d'une alimentation redressée triphasée conçue, fabriquée par Cecla Industrie et faite sur mesure. La figure 2.2 montre l'intérieur de l'armoire électrique ainsi réalisée.

La puissance maximale de cette alimentation est de 50 kW . Elle est connectée au réseau triphasé 400 V alternatif. Un transformateur abaisse la tension et un pont de diodes redresse le courant. Ainsi, le courant de sortie obtenu est un courant continu, d'intensité maximale 5000 A sous une tension maximale de 10 V .

Ce dispositif est contrôlé grâce à un régulateur Eurotherm 2704, le signal de régulation étant une tension $0 - 10\text{ V}$. Un thermocouple soudé sur l'éprouvette et relié au régulateur permet de faire la mesure de température en temps réel. La comparaison de cette mesure à la température de commande permet la régulation.

Le capteur de courant installé sur l'une des barres de sortie (illustré en figure 2.2) permet de mesurer l'intensité du courant traversant l'éprouvette. Cette intensité peut être lue directement sur la machine via un afficheur digital ou bien sur un ordinateur

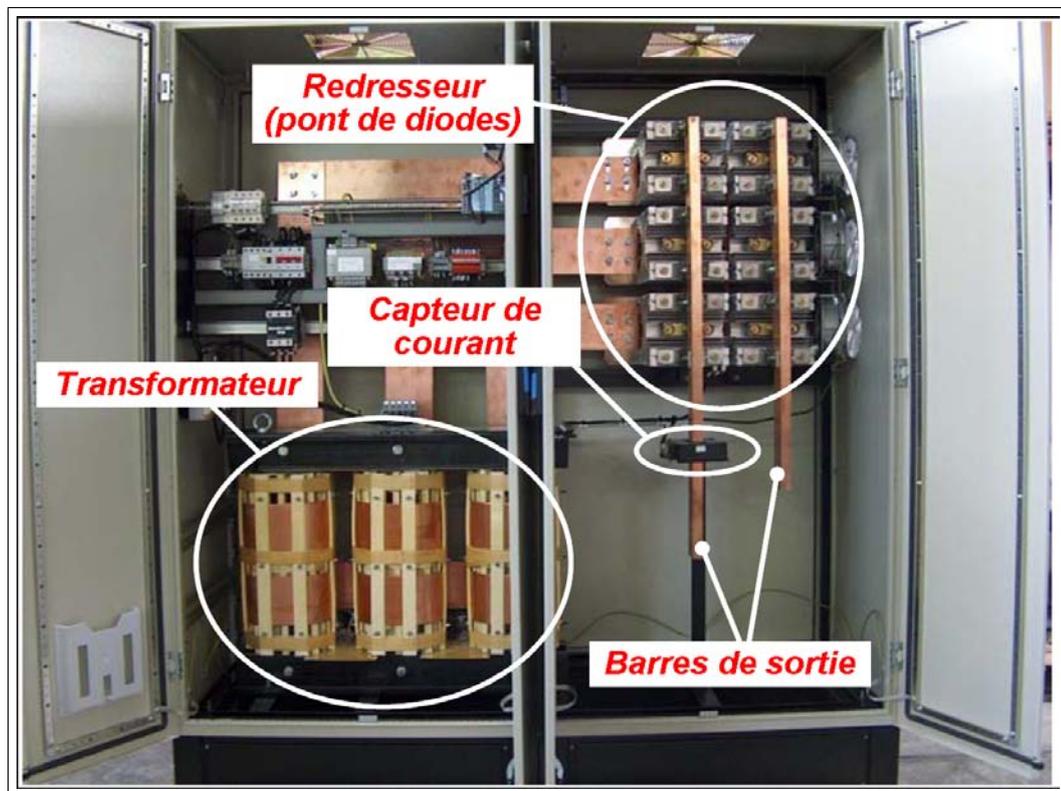


FIGURE 2.2: Alimentation redressée triphasée CECLA

via une carte d'acquisition. Cette dernière méthode permet d'enregistrer l'évolution du courant au cours d'un essai.

La tension de sortie maximale de l'alimentation Cecla est de 10 V. Le dispositif n'est donc pas dangereux pour l'homme d'un point de vue électrique. En revanche, les courants pouvant être très élevés, ils entraînent un risque de brûlure, en raison d'un arc électrique par exemple. De ce fait, les sécurités adéquates sont obligatoirement installées. Il s'agit plus exactement de la coupure instantanée de l'alimentation lors de l'ouverture des portes de l'armoire, lors d'une surchauffe du pont de diode, lors du dépassement de l'intensité maximale admissible (5100 A) et lors de l'appui sur l'arrêt d'urgence.

L'alimentation électrique décrite ci-dessus fournit un courant électrique continu de 0 à 5000 A sous une tension comprise entre 2 et 10 V. Cela signifie que si la tension de sorties est inférieure à 2 V, la température sera mal régulée car l'alimentation ne sera pas capable de fournir de manière précise le courant demandé.

Dans le cas de l'étude présentée dans ce mémoire, les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes cylindriques en alliage d'aluminium 6061-T6. La conception de ces

épreuves est détaillée en section 2.2.2.2. L'aluminium et ses alliages sont de très bons conducteurs électriques. L'éprouvette présente donc une résistance électrique R faible égale à $0,13\text{ m}\Omega$. Une étude détaillée, présentée au paragraphe 2.2.2.2, détermine les dimensions de l'éprouvette (cylindre de 100 mm de hauteur pour un diamètre de 6 mm). En négligeant les résistances des câbles et les résistances de contact, la tension de sortie³ est de $0,65\text{ V}$ pour un courant de 5000 A et de $0,13\text{ V}$ pour un courant de 1000 A . Dans tous les cas, la tension obtenue en sortie de l'alimentation est inférieure à 2 V et est bien trop faible pour permettre une régulation précise.

Un moyen très simple d'augmenter cette tension est l'ajout d'un résistor dans le circuit électrique existant. En le plaçant en série avec l'éprouvette, il permet d'augmenter la résistance globale du système, ce qui entraîne une augmentation de la tension de sortie du générateur. Le schéma électrique ainsi obtenu est celui donné en figure 2.3.

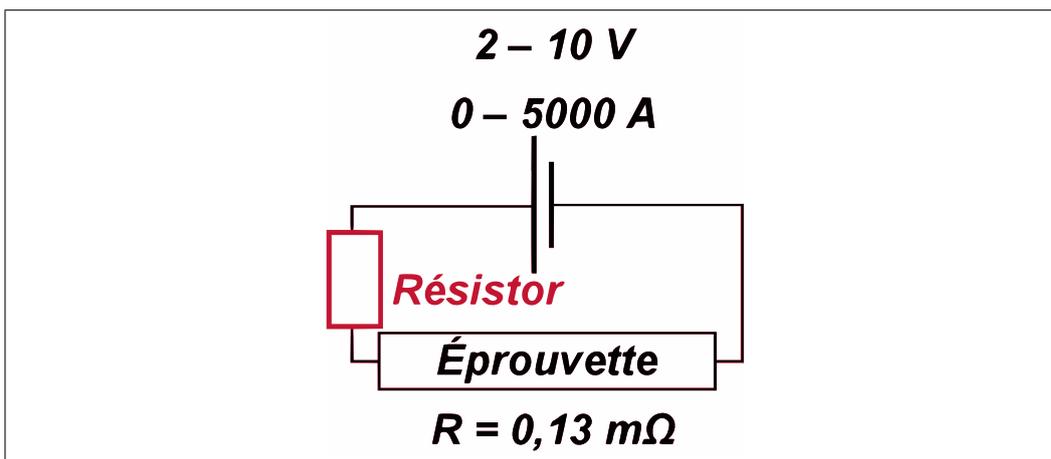


FIGURE 2.3: Schéma électrique du dispositif de chauffage par effet Joule

Le résistor doit être tel que la tension de sortie de l'alimentation soit comprise entre 2 et 10 V pour tout matériau et pour toute intensité. Un calcul rapide montre que pour une intensité de courant de 5000 A , la résistance à utiliser à 2 V est de $0,4\text{ m}\Omega$ et de $2\text{ m}\Omega$ à 10 V . De même, pour un courant de 1000 A , la résistance doit être de $2\text{ m}\Omega$ à 2 V et $10\text{ m}\Omega$ à 10 V . Ce calcul montre qu'il faut utiliser une résistance variable.

Pour des raisons de mise en œuvre, il a été décidé d'utiliser trois résistors de résistances différentes pour trois plages de courant définies :

- $R_1 = 1\text{ m}\Omega$ pour une utilisation de 2000 A à 5000 A (de 2 V à 5 V) ;

³Calculée par la loi d'ohm.

- $R_2 = 2,6 \text{ m}\Omega$ pour une utilisation de 770 A à 2000 A (de 2 V à 5,2 V) ;
- $R_3 = 10 \text{ m}\Omega$ pour une utilisation de 200 A à 770 A (de 2 V à 7,7 V).

De par ses propriétés électriques, thermiques et mécaniques, le matériau choisi pour la fabrication des trois résistors est le graphite⁴. Le choix s'est porté sur ce matériau car il permet d'obtenir les valeurs de résistance souhaitée tout en limitant l'échauffement⁵ et l'encombrement⁶.

Dans le but de faciliter leur fabrication, les résistors ont été conçus sous forme de barreaux cylindriques. L'usinage de ces barreaux de graphite a été accompli par la société UCAR. La nuance utilisée est la nuance ATJ grâce à sa résistivité de $11,7 \mu\Omega\text{m}$. L'encombrement étant restreint, la longueur des résistors est limitée à 680 mm. Afin d'obtenir les valeurs de résistance souhaitées, les diamètres suivants ont été utilisés (le diamètre D est calculé à partir de l'équation $R = \rho L/S$ où ρ est la résistivité, L la longueur et $S = \pi D^2/4$ la section du résistor) :

- $D_1 = 100 \text{ mm}$ pour $R_1 = 1 \text{ m}\Omega$
- $D_2 = 62 \text{ mm}$ pour $R_2 = 2,6 \text{ m}\Omega$
- $D_3 = 31,8 \text{ mm}$ pour $R_3 = 10 \text{ m}\Omega$

Une simulation par éléments finis a ensuite été réalisée afin de vérifier que l'échauffement du résistor n'est pas trop rapide. Les résultats en température ainsi obtenus sont donnés dans le tableau de l'annexe A. Ce tableau donne une idée des précautions à prendre (notamment en ce qui concerne la durée de l'essai) lors de l'utilisation des hautes intensités. Dans la même annexe sont également présentées les images issues de la conception des résistors.

2.2.2.2 Conception des éprouvettes

Une éprouvette chauffée par effet Joule se comporte comme un résistor électrique. La résistance électrique de l'éprouvette étant dépendante de la résistivité du matériau et de sa géométrie, sa forme optimale doit être découverte afin d'obtenir les performances désirées (vitesse de montée en température de l'ordre de $500 \text{ }^\circ\text{C/s}$). De plus, la température doit être homogène sur la zone de mesure et le volume de l'éprouvette doit être suffisant afin de reproduire le comportement de la microstructure dans le cas réel.

Un calcul analytique simple permet d'estimer la taille globale de l'éprouvette. En effet, dans le cas du chauffage par effet Joule, si le courant I traversant l'éprou-

⁴Le graphite est souvent utilisé dans les fours d'électrolyse (de recyclage d'aluminium par exemple) pour faire les électrodes qui subissent de très hautes températures et des intensités de courant très élevées.

⁵L'échauffement doit être faible pour des raisons évidentes de sécurité.

⁶L'encombrement doit être faible car les résistors sont placés à l'intérieur de l'armoire de l'alimentation Cecla, en dessous des barres de sortie. Le volume disponible pour placer les résistors est de $800 \times 300 \times 400 \text{ mm}^3$.

vette de résistance R est constant pendant un temps de maintien t , l'énergie électrique E dissipée dans l'éprouvette s'écrit :

$$E = RI^2t \quad (2.1)$$

En supposant qu'il n'y a aucune perte, cette énergie peut également se calculer en énergie thermique :

$$E = CMT \quad (2.2)$$

avec C la capacité thermique du corps considéré, M sa masse et T sa température. En utilisant la résistivité ρ du matériau, la longueur L de l'éprouvette, sa section S , sa masse volumique d et son volume V , la résistance R de l'éprouvette se réécrit :

$$R = \frac{\rho L}{S} \quad (2.3)$$

et la masse :

$$M = dV = dSL \quad (2.4)$$

En combinant les équations 2.1 à 2.4, il est possible d'écrire :

$$S = \sqrt{\frac{\rho I^2 t}{CdT}} \quad (2.5)$$

La longueur de l'éprouvette n'intervient pas dans ce calcul, elle ne fait donc pas varier la vitesse de chauffage. Il faut ainsi optimiser la section de l'éprouvette afin d'atteindre la vitesse de chauffage souhaitée. L'application numérique se fait en prenant $\rho = 3,7 \times 10^{-8} \Omega m$; $C = 896 J/(kgK)$; $d = 2700 kg/m^3$; $I = 5000 A$; $t = 1 s$ et $T = 500^\circ C$. Les paramètres matériau sont issus de la littérature [ASM 90]. La valeur du courant utilisé correspond au courant maximum que peut délivrer l'alimentation électrique CECLA présentée en section 2.2.2. Enfin, le temps et la température ont été choisis grâce à la vitesse de montée en température imposée ($500^\circ C/s$).

Remarque : Ce calcul simple considère que tous les paramètres sont indépendants de la température. De plus la température est considérée constante alors qu'elle varie de 0 à $500^\circ C$. Ainsi, ce calcul a tendance à sous évaluer la section nécessaire.

L'application numérique donne finalement $S = 27,6 mm^2$. Cette section correspond à un diamètre de $5.9 mm$ dans le cas d'une éprouvette cylindrique.

Une simulation par éléments finis a ensuite été menée afin de vérifier et améliorer ce résultat. Le code utilisé est Sysweld[®] (développé par la société ESI Group).

Dans ce calcul, la résistivité électrique ρ et la capacité thermique massique C du matériau ont été considérées indépendantes de la température. En revanche, la masse volumique d et la conductivité thermique K sont dépendantes de la température. A $0^\circ C$, $d = 2700 kg/m^3$ et $d = 2617 kg/m^3$ à $400^\circ C$ puis $K = 150 W/(mK)$

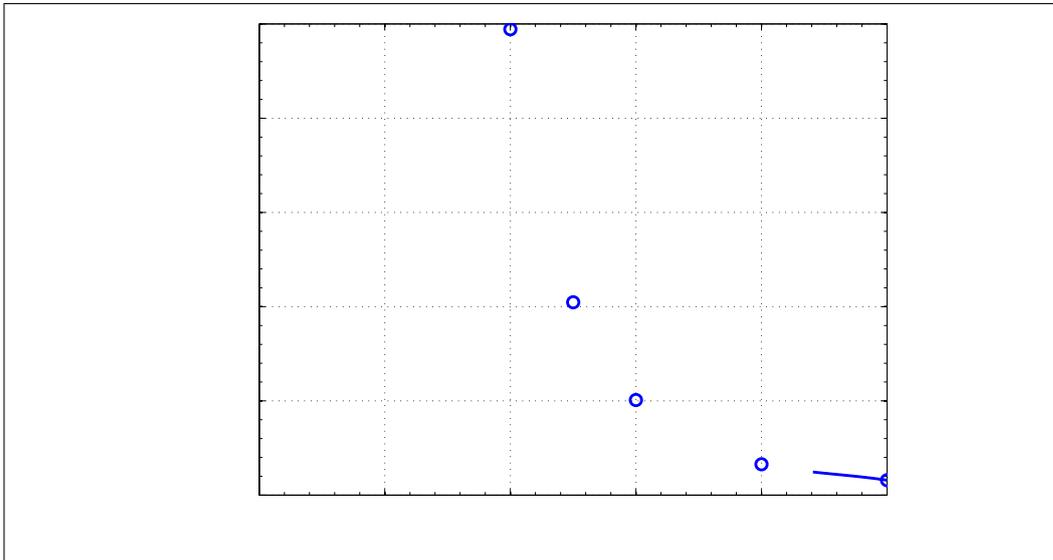


FIGURE 2.5: *Simulation de l'évolution de la température atteinte après une seconde de chauffage en fonction du diamètre de l'éprouvette*

cer l'extensomètre et les thermocouples nécessaires au bon déroulement des essais de traction.

Des mesures par thermocouples menées ultérieurement sur une éprouvette d'essai montrent que le gradient de température réel est plus prononcé que le gradient simulé. Ces mesures sont représentées dans la figure 2.7. Sur cette figure, les lignes vertes désignent la position des branches de l'extensomètre. La différence de température mesurée entre les deux branches de l'extensomètre⁷ est de 7 °C pour une température maximale de 350 °C, sans maintien. Cette valeur a tendance à diminuer si le chauffage est maintenu. La différence mesurée est plus grande que celle simulée mais reste raisonnable et les essais sont donc pleinement exploitables.

Enfin, d'autres calculs montrent que le volume des têtes influe fortement sur la vitesse de refroidissement : plus les têtes de l'éprouvette sont massives, plus le refroidissement est rapide. En revanche, le fait de les refroidir (application d'un échange de chaleur sur les têtes de l'éprouvette) n'a qu'une faible influence sur le refroidissement. Les simulations ont permis de calculer leur volume optimal. L'éprouvette finalement obtenue à partir des simulations a été usinée par la société Microrectif. Une photo est présentée figure 2.8.

⁷Les deux branches de l'extensomètre sont espacées de 15 mm.

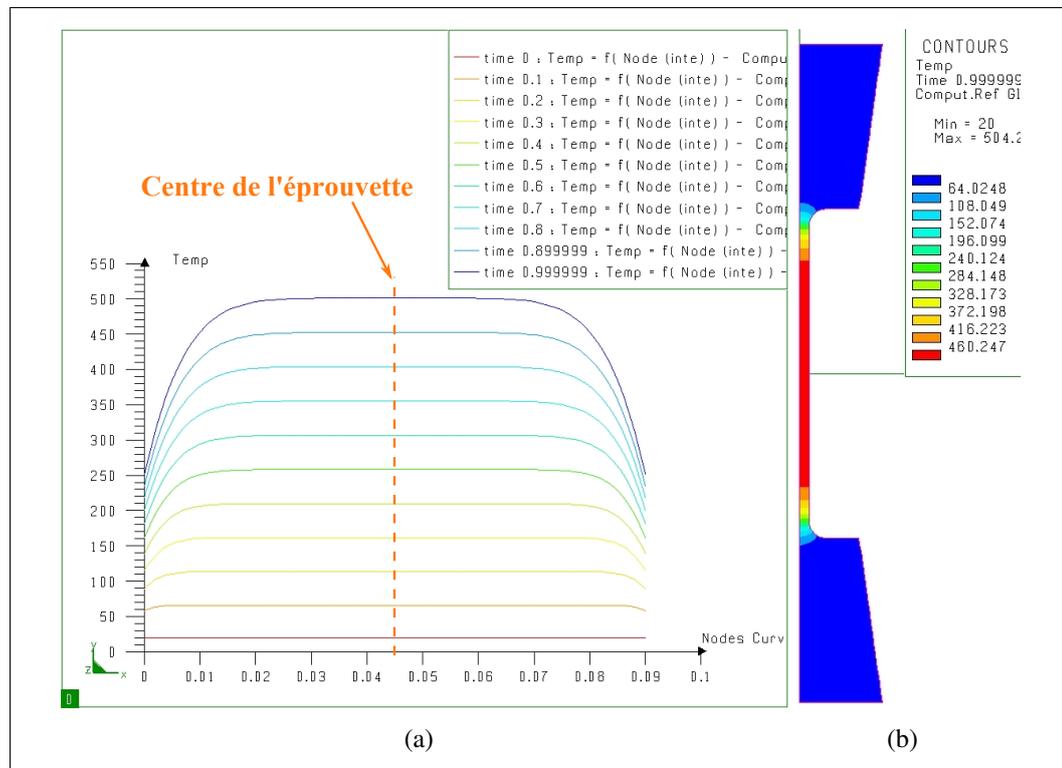


FIGURE 2.6: Simulation du gradient de température dans l'éprouvette

2.2.2.3 La machine d'essais mécaniques

Le dispositif de chauffage par effet Joule présenté précédemment est couplé à une machine de traction / compression – torsion. L'intérêt d'intégrer cette machine au dispositif est double :

- la machine de traction - torsion permet de conserver un effort nul au cours du chauffage de l'éprouvette ;
- la machine de traction - torsion permet de caractériser le matériau à température ambiante et à chaud.

La machine d'essais mécaniques utilisée est déjà présente au laboratoire. Il s'agit de la machine MTS 809 visible en figure 2.9. Elle permet de procéder à des essais statiques, dynamiques ou des essais cycliques (essais de fatigue par exemple). Ses capacités sont de 250 kN en traction / compression et 2500 Nm en torsion.

L'éprouvette est placée sur la machine via des mors spécialement conçus en cuivre. Ces mors, utilisés avec des tresses électriques gainées et des câbles électriques connectés aux barres de sortie du générateur, permettent d'effectuer un lien électrique entre l'éprouvette et le générateur de courant. Les mors et les câbles permettant le transport du courant sont refroidis grâce à une circulation d'eau. De plus

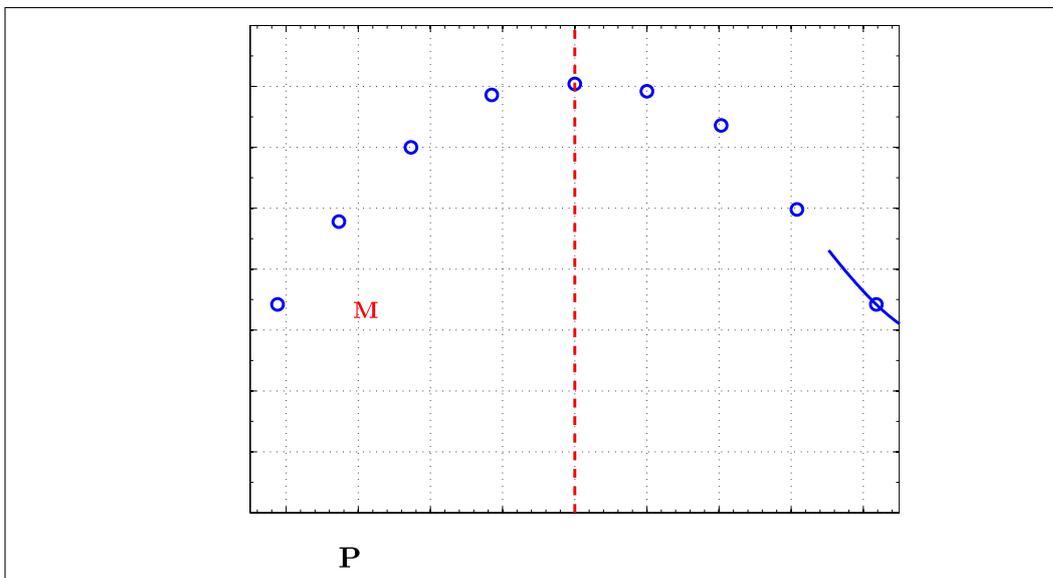


FIGURE 2.7: Gradient thermique dans l'éprouvette mesuré par des thermocouples

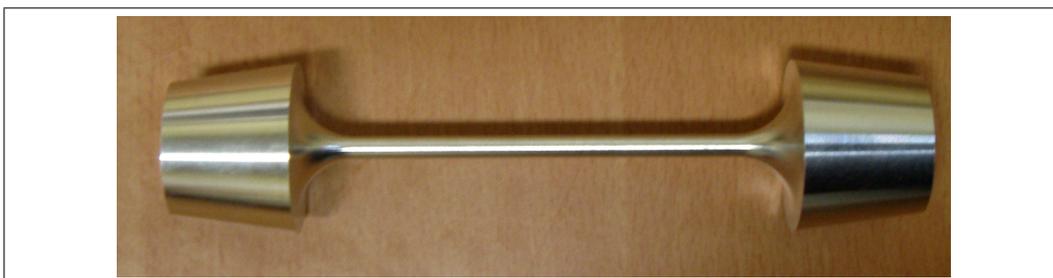


FIGURE 2.8: Eprouvette de traction utilisée pour le dispositif de chauffage par effet Joule

comme le montre la photo en figure 2.10, une entretoise isolante faite en vertronite (matériau composite) est placée entre chaque mors et la machine afin d'éviter toute fuite de courant. Ceci entraînerait une détérioration de la machine d'essai (notamment au niveau des capteurs de force) et un mauvais chargement thermique.

2.2.3 Mise au point du dispositif expérimental pour une utilisation sur l'aluminium

Le dispositif expérimental présenté dans les pages précédentes nécessite une phase de réglages et de mise au point afin de mener des mesures les plus précises



FIGURE 2.9: Machine de traction / compression - torsion MTS 809

possibles. Tout d'abord, les correcteurs PID du dispositif de chauffage et de la machine de traction doivent être définis. Ensuite, il a été relevé que les mesures effectuées par les thermocouples soudés à la surface de l'éprouvette sont faussées par le courant la traversant. Le régulateur Eurotherm ne « lit » pas cette erreur. Il n'y a donc aucun problème de régulation. Toutefois, l'erreur de mesure obtenue avec les autres thermocouples⁸ peut être éliminée en faisant un traitement des données brutes issues des expérimentations. La suite de la section est dédiée à la description de ces deux points de réglage.

2.2.3.1 Réglage des PID

Le régulateur le plus utilisé dans les mondes industriel et académique est incontestablement le régulateur PID (Proportionnel Intégrale Dérivée). Ce type de régulation est utilisé aussi bien pour le contrôle de la température, de la vitesse, de la force, etc.

De manière générale, le terme *proportionnel P* assure une régulation linéaire stable avec un décalage (appelé erreur de statisme). Le terme *intégral I* supprime

⁸Les mesures de températures sur les thermocouples qui ne sont pas reliés à l'Eurotherm sont effectuées grâce à une centrale d'acquisition externe.

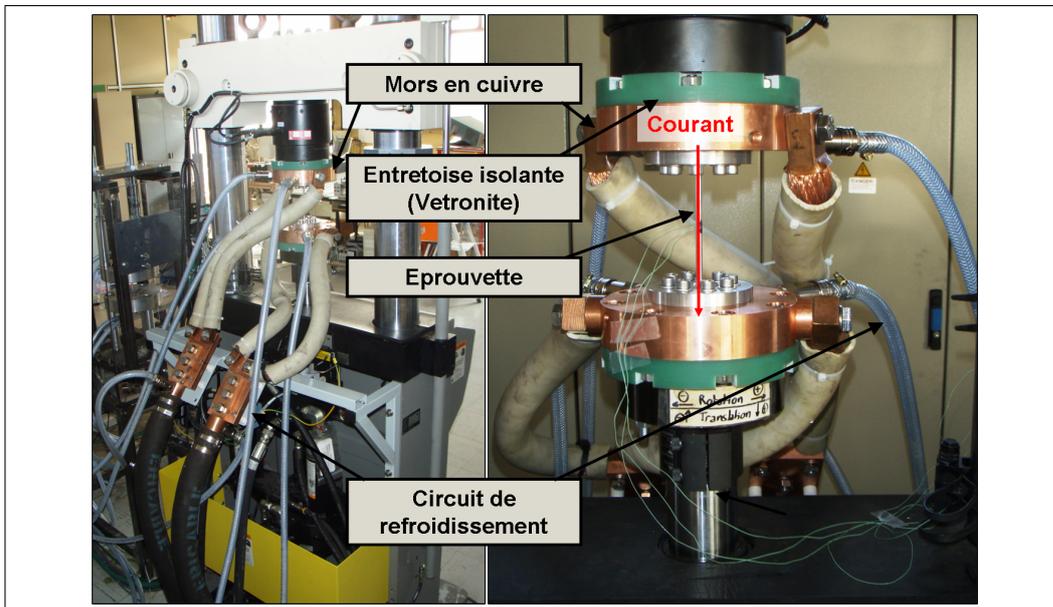


FIGURE 2.10: *Eprouvette positionnée sur la machine de traction via des mors en cuivre*

cette erreur de statisme en régime permanent en « accélérant » la vitesse d'évolution du signal. Ceci peut créer des oscillations. Enfin, le terme *dérivé D* permet d'anticiper la vitesse de régulation à l'approche de la valeur visée. Il permet ainsi d'empêcher un sur-dépassement ou un sous-dépassement [EUR , BES 99, JAC 04].

Le dispositif expérimental applique à une éprouvette de traction des chargements thermiques représentatifs d'une opération de soudage. Il s'agit plus exactement d'un chauffage à vitesse constante r_1 jusqu'à la température souhaitée T_{Max} puis d'un refroidissement naturel jusqu'à température ambiante. Aucune régulation n'est effectuée au cours du refroidissement. Le PID doit donc être optimisé afin d'obtenir r_1 et T_{Max} le plus précisément possible. La courbe bleue de la figure 2.11 donne une représentation schématique de l'évolution souhaitée de la température dans une éprouvette.

Il a été dit précédemment que le correcteur proportionnel utilisé seul permet une régulation linéaire du signal. Pour cette raison, aucun autre régulateur ne sera utilisé. Toutefois, à cause de l'erreur de statisme, la valeur réelle de la température est en retard par rapport à la consigne. Pour remédier à ce problème, la température de commande $T_{Max_commande}$ est plus élevée que la température maximale souhaitée T_{Max} (cf. courbe rouge de la figure 2.11). L'évolution de la température obtenue (courbe verte de la figure 2.11) correspond ainsi à l'histoire thermique souhaitée.

Afin d'utiliser une température de commande $T_{Max_commande}$ égale à la tempéra-

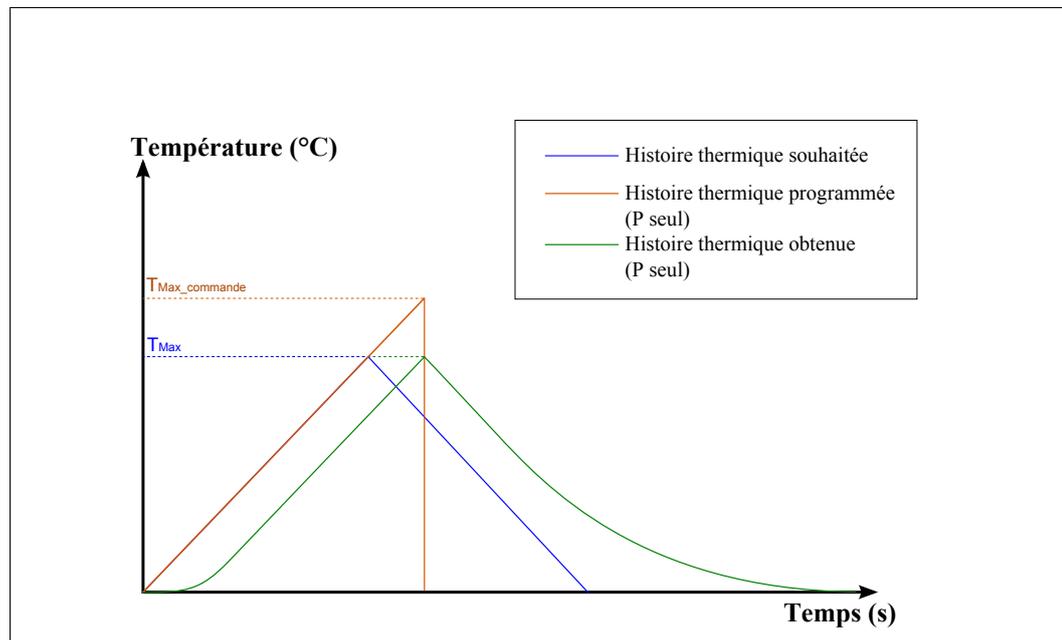


FIGURE 2.11: Représentation schématique du réglage du PID
Correcteur proportionnel seul

ture souhaitée T_{Max} , il aurait fallu utiliser un correcteur intégral en plus du correcteur proportionnel qui aurait permis de « rattraper » le retard. En contrepartie, comme le montre la figure 2.12 le correcteur intégral augmente la vitesse de chauffage. Or celle-ci doit être régulée de manière précise car elle est cruciale pour l'étude, le correcteur intégral n'est donc pas utilisé.

La méthode ainsi mise en place permet d'atteindre la température souhaitée avec une assez grande précision (à ± 2 °C). De plus la reproductibilité des essais est très bonne.

Concernant le réglage de la machine d'essais mécaniques, deux sets de PID ont été déterminés de manière expérimentale [BES 99, JAC 04]. Le premier set est utilisé pour le pilotage en effort nul accompli lors de l'application de l'histoire thermique (afin de ne pas empêcher la dilatation de l'éprouvette). Le deuxième set est utilisé pour le pilotage du déplacement lors des essais de traction.

2.2.3.2 Elimination de l'erreur de mesure des thermocouples

Suite au réglage de la régulation du dispositif expérimental, une deuxième phase de mise au point est nécessaire afin d'obtenir des mesures de température précises. Il s'agit de l'élimination de l'erreur de mesure causée par le passage du courant dans l'éprouvette. En effet, l'évolution de la température est mesurée au moyen de

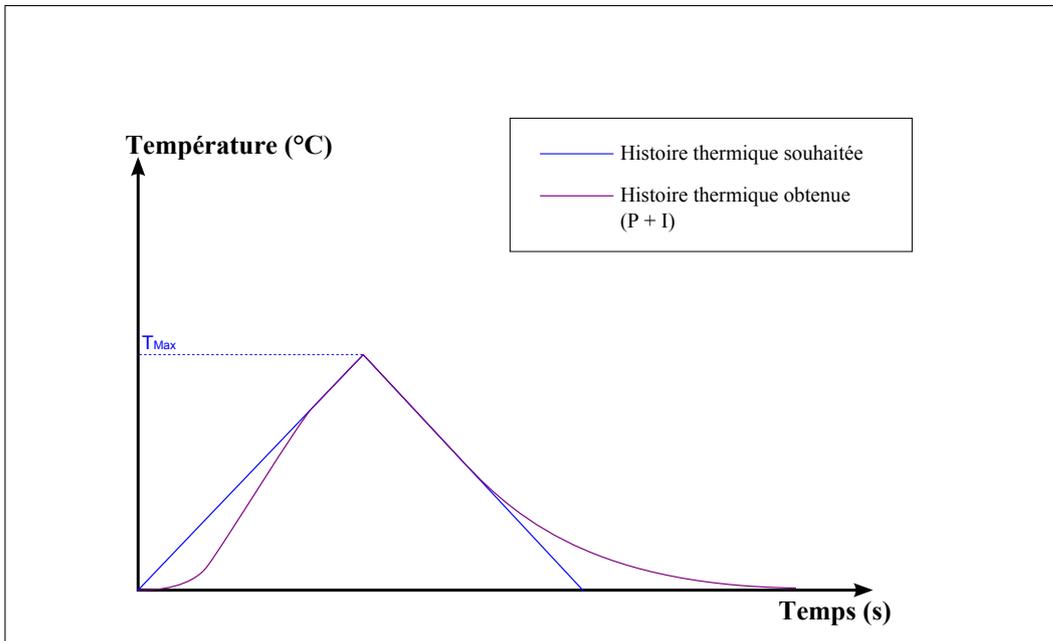


FIGURE 2.12: Représentation schématique du réglage du PID
Correcteur proportionnel + intégral

thermocouples soudés à la surface de l'éprouvette.

Une mesure par thermocouple est une mesure de différence de potentiel entre deux fils supposés soudés sur le même point de l'éprouvette. Dans la pratique, il est très difficile de souder ces deux fils exactement sur le même point. Il existe donc un léger décalage qui induit une différence de potentiel entre les deux fils provoquée par le courant traversant l'éprouvette. Cette différence de potentiel produit une erreur de mesure de la température. Elle est proportionnelle à l'espacement et à l'intensité du courant.

Toutefois, une méthode a été développée afin d'annuler cette erreur et de reconstruire les courbes a posteriori. De plus, cette erreur existe uniquement sur les thermocouples connectés à la centrale d'acquisition externe. L'annexe B décrit dans le détail la méthode d'élimination de cette erreur

Enfin, pour une raison non expliquée, les mesures de température de l'Eurotherm ne présentent aucune erreur. En conséquence, seules les mesures du thermocouple connecté à l'Eurotherm sont, dans la plupart des cas, exploitées.

2.3 Les paramètres expérimentaux

Les objectifs des essais de traction présentés dans la suite de ce chapitre sont tout d'abord la caractérisation à température ambiante du matériau ayant subi différents chargements thermiques représentatifs du soudage, puis la caractérisation du matériau à chaud. Les résultats permettront d'une part de comprendre le comportement mécanique du 6061 en différents points de la ZAT d'une soudure FE et d'autre part, ils seront utilisés par AREVA dans un modèle thermomécanique du soudage FE.

Ainsi, les différents chargements thermiques appliqués sur les éprouvettes doivent être très proches de l'évolution de température mesurée en différents points d'une ZAT. Pour ce faire, des essais instrumentés du soudage FE ont été menés au Pôle Laser à l'IUT du Creusot. Puis, un modèle thermique a été développé afin de connaître l'évolution de la température en tout point de la ZAT. Les paramètres expérimentaux définissant les chargements thermiques seront déduits de ces investigations.

2.3.1 Soudage par faisceau d'électrons

L'étude du soudage par faisceau d'électrons présentée ici est une phase préliminaire aux essais de traction. Elle permettra de déterminer les paramètres expérimentaux à utiliser pour les chargements thermiques via une modélisation d'un essai de soudage instrumenté. Cet essai doit être proche du cas réel (c'est à dire de l'opération de soudage FE utilisé dans le cas du caisson du RJH).

L'essai de soudage étudié expérimentalement et numériquement se veut assez simpliste car seule une étude thermique est accomplie. Aussi, il a été décidé de faire une simple ligne de fusion dans une plaque en 6061-T6 représentant le caisson, en faisant l'hypothèse que l'évolution de température sera la même que dans le cas d'un assemblage de deux viroles.

2.3.1.1 Essais instrumentés du soudage FE

L'objectif des essais instrumentés de soudage FE est d'obtenir les données nécessaires au calage du modèle thermique présenté en section 2.3.1.2. Il s'agit plus exactement de caler les paramètres de la source de chaleur utilisée dans le modèle. Une étude précédente [ABD 09] montre qu'il suffit de connaître l'évolution de la température en quelques points pour la modéliser correctement. Ainsi, des 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. Enfin, toutes les mesures de température sont présentées dans cette section.

Préparation des plaques

Deux plaques de dimensions $190\text{ mm} \times 170\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ ont été extraites par usinage d'une plaque d'aluminium 6061-T6 laminée. Ce matériau a été fourni par la société Almet (il s'agit du même matériau que celui utilisé pour les études mécaniques et métallurgiques présentées dans la suite de ce mémoire). Cette plaque épaisse est représentative de la structure du caisson du RJH. La ligne de fusion sera placée au milieu de la plaque comme le montre la figure 2.13. Cette même figure montre également la position des 8 thermocouples qui sont utilisés pour l'acquisition de température.

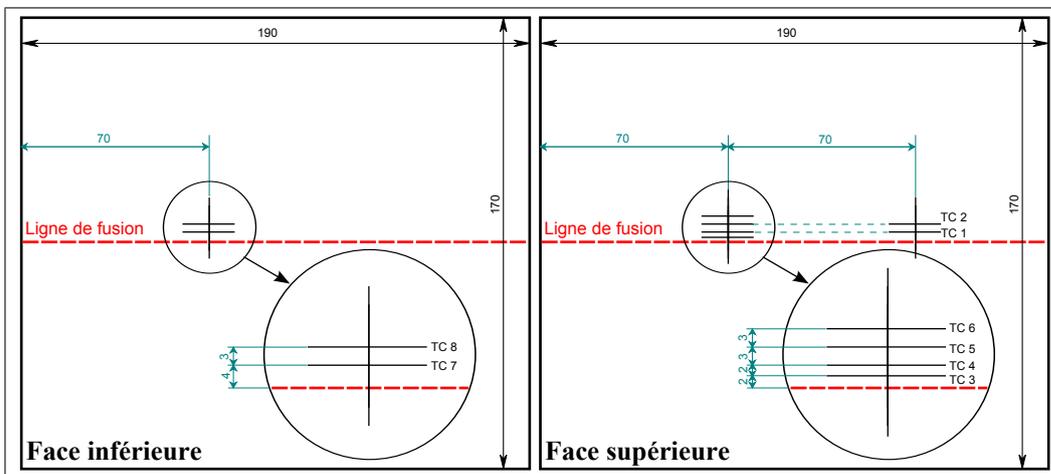


FIGURE 2.13: Position des thermocouples sur une plaque instrumentée

Les thermocouples utilisés sont de type K et mesurent $80\ \mu\text{m}$ de diamètre. Ils sont fixés sur les faces supérieure et inférieure des plaques par micro-soudage⁹. Les thermocouples sont ensuite protégés à l'aide d'une goutte de vernis. Dès qu'il est sec, le vernis rigidifie la fixation du thermocouple, ce qui évite leur arrachement lorsque la pièce est déplacée. De plus, le vernis crée une barrière contre le rayonnement du faisceau. Les mesures sont ainsi plus précises. La figure 2.14 montre une photo de la plaque avant soudure.

Remarque : il n'est pas possible d'utiliser plus de huit thermocouples car le soudage par faisceau d'électrons se déroule dans une chambre à vide. Des connecteurs étanches sont alors indispensables pour pouvoir sortir des fils de l'enceinte à vide. Seulement seize connecteurs sont disponibles sur le dispositif utilisé (deux connecteurs par thermocouple).

⁹Le micro-soudage en question est un soudage par décharge capacitive.

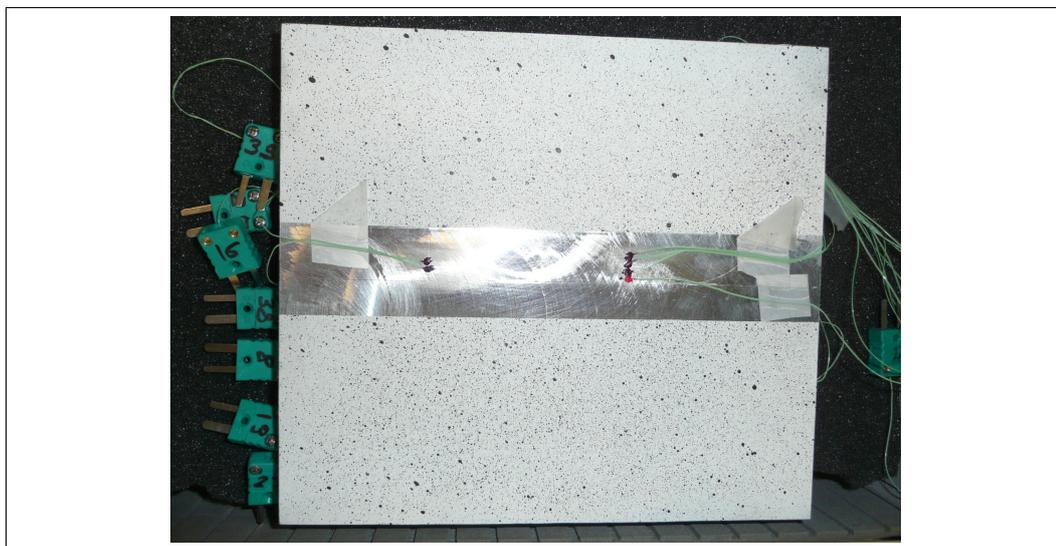


FIGURE 2.14: *Plaque pour essai instrumenté de soudage FE*

Déroulement des essais

Les essais se sont déroulés au Pôle Laser. Le dispositif utilisé est un faisceau d'électrons de 6 kW . Cette puissance est suffisante pour obtenir des soudures traversantes sur une plaque de 30 mm d'épaisseur. Toutefois, le dispositif est utilisé à sa puissance maximale. Dans le cas industriel, le dispositif utilisé est beaucoup plus puissant, mais des modélisations éléments finis préliminaires ont montré que l'évolution de température dans la ZAT est équivalente quelle que soit la puissance du faisceau d'électrons utilisé.

Le dispositif de soudage utilisé comporte un faisceau vertical et fixe¹⁰. La pièce se déplace en deux dimensions dans la chambre à vide. La figure 2.15 est une photo du dispositif utilisé. La plaque à souder est placée dans la chambre à vide, sur le plateau mobile. Les thermocouples sont reliés à une centrale d'acquisition Nimtech via des connecteurs étanches. Lorsque le matériel nécessaire aux mesures de température est mis en place, la pompe à vide est mise en route. Puis, dès que le vide dans l'enceinte est satisfaisant, la ligne de fusion est réalisée en entrant tous les paramètres de réglage dans l'ordinateur de contrôle du dispositif.

Pour des questions de déplacements maximaux et d'encombrement du mécanisme de serrage, le point de départ de la ligne de fusion est à 25 mm du bord droit de la plaque et le point d'arrivée à 25 mm du bord gauche. La longueur de la ligne de fusion est donc de 140 mm . Une photo du cordon de soudure ainsi effectué est donnée figure 2.16.

¹⁰Aucun mouvement ne peut être appliqué au canon d'électrons.



FIGURE 2.15: *Dispositif de soudage par faisceau d'électrons*



FIGURE 2.16: *Cordon de soudure FE*

Afin d'obtenir une pénétration de 30 mm (ligne de fusion traversante) la puissance du faisceau a été réglée à son maximum, soit $P = 6 \text{ kW}$ ($U = 60 \text{ kV}$ et $I = 100 \text{ mA}$). La focalisation a été réglée à 1220¹¹ et la face supérieure de la plaque est placée à 40 mm du socle. Aussi, une vitesse $v = 240 \text{ mm/min}$ a été choisie¹², elle est très faible pour le procédé. En général, la vitesse utilisée est de l'ordre de 1000 mm/min. Malgré cette vitesse réduite il fut très difficile d'avoir une pénétration totale. Pour améliorer encore la pénétration, un temps de pause de 4 secondes est effectué sur le point de départ du cordon de soudure. Le cordon obtenu est ainsi débouchant en certains points.

Concernant le refroidissement de la plaque, il a tout d'abord été fait en conservant le vide dans l'enceinte pendant 10 min puis le vide est coupé et le refroidissement se fait à l'air libre jusqu'à température ambiante.

Remarque : lorsque le vide est coupé, la température de la plaque augmente de 10 °C environ.

En résumé, l'essai se fait en quatre phases :

1. Chauffage pendant 4 s au point de départ afin de chauffer localement la plaque dans le but « d'amorcer » une pleine pénétration.
2. Avance de la plaque à la vitesse de 240 mm/min afin de faire une ligne de fusion débouchante.
3. Refroidissement dans le vide pendant 10 min.
4. Refroidissement à l'air libre jusqu'à la température ambiante.

Mesures de température

Les mesures de température sont effectuées par les huit thermocouples soudés sur les plaques via la centrale d'acquisition Nimtech reliée à un ordinateur. Pendant les deux phases de chauffage et la première phase de refroidissement, la fréquence des enregistrements est de 200 par seconde. Le but d'une telle fréquence est d'obtenir des mesures précises de l'évolution de la température, notamment lors des cinétiques très rapides.

Les enregistrements de température provoquant des fichiers très volumineux, ils sont stoppés lorsque le vide est coupé (après 10 min). La température est ensuite relevée manuellement à différents intervalles de temps afin d'avoir des informations à propos du refroidissement pour des temps longs.

Les mesures présentées dans la suite ont été menées sur la plaque P01. L'essai sur la plaque P02 donne des résultats similaires. Ils sont donnés en annexe C.

¹¹Il s'agit d'un paramètre intrinsèque à la machine.

¹²Cette vitesse a été choisie après une série d'essais permettant d'optimiser la vitesse d'avance de la plaque.

2. Le comportement mécanique du 6061

Lors de l'essai de soudage, le thermocouple TC3 (voir figure 2.13) s'est décollé car il était trop près de la ligne de fusion (à 2 mm). Il n'a alors pas été possible d'obtenir des mesures pertinentes avec ce thermocouple. De même, pour une raison indéterminée, le thermocouple TC6 n'a pas fonctionné jusqu'à la fin de la manipulation. La figure 2.17 montre l'évolution de la température mesurée par les différents thermocouples utilisés.

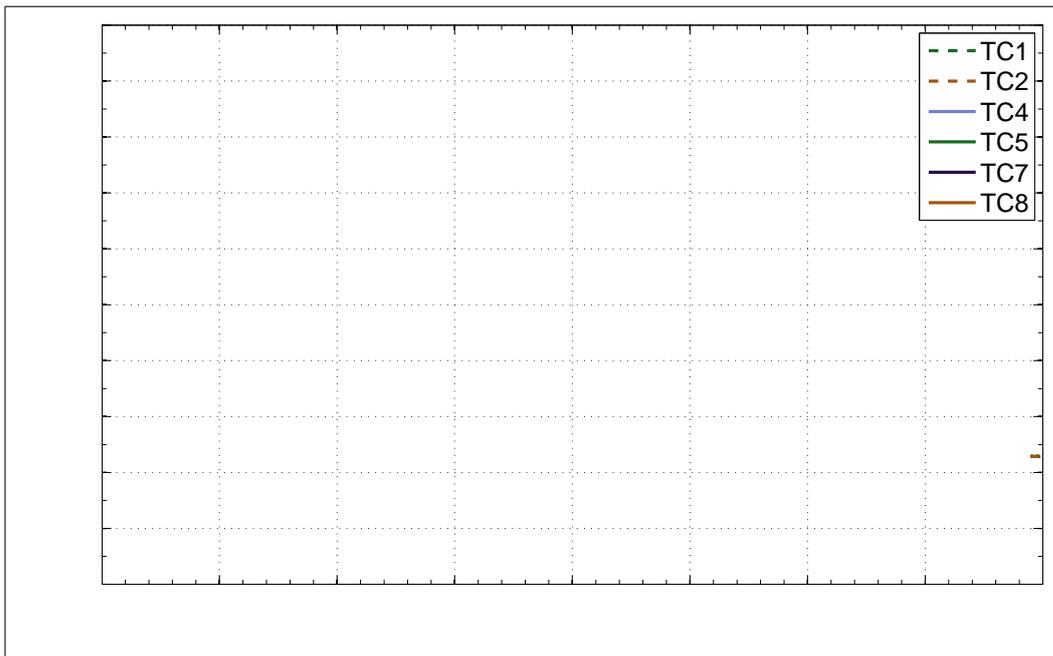


FIGURE 2.17: Mesures des thermocouples sur la plaque P01 lors du soudage FE

Les thermocouples TC1 et TC2 sont les plus proches du point de départ de la ligne de fusion, les pics de température mesurés par ces deux thermocouples apparaissent donc avant les pics de température mesurés par les autres thermocouples (cf. courbes en pointillés sur la figure 2.17). De plus, un changement de vitesse de chauffage est observé lors de la montée en température mesurée par TC1 et TC2. En effet, ces thermocouples sont proches du point de départ et leur température est affectée par le temps d'attente de 4 s.

Les évolutions de température mesurées par chacun des thermocouples TC4, TC5, TC7 et TC8 sont en phase car leurs positions longitudinales sont identiques (cf. figure 2.13). TC4 est à la même position transversale que TC7 (à 4 mm de la ligne de fusion, l'un sur la face supérieure et l'autre sur la face inférieure) pourtant ils mesurent des températures différentes. Ceci est dû au fait que la source de chaleur n'est pas cylindrique mais conique. Cette hypothèse est confirmée par la forme de la zone fondue qui est également conique. La macrographie de la figure 2.18 montre

les dimensions de la zone fondue. L'annexe E décrit une étude plus détaillée de cette micrographie et montre des mesures de microdureté effectuées sur des coupons de la zone soudée.



FIGURE 2.18: Macrographie de la zone fondue

Les températures maximales sont mesurées sur la face supérieure par les thermocouples TC1 et TC4 placés à 4 mm de la ligne de fusion. Ces thermocouples présentent une température maximale de 485 °C. Les deux autres thermocouples de la face supérieure TC2 et TC5 placés à 7 mm donnent respectivement une température maximale de 340 °C et 360 °C. Ces deux valeurs sont un peu différentes car les thermocouples n'étaient très certainement pas placés exactement à la même distance de la ligne de fusion. Les deux thermocouples placés sur la face inférieure TC7 et TC8, placés respectivement à 4 mm et 7 mm de la ligne de fusion donnent une température maximale de 303 °C et 265 °C.

Concernant les vitesses de chauffage, la cinétique la plus rapide est mesurée par

2. Le comportement mécanique du 6061

le thermocouple TC4 placé sur la face supérieure à 4 mm de la ligne de fusion. La vitesse de chauffage ainsi mesurée est maximale entre 300 et 485 °C et vaut 160 °C/s. La vitesse la plus faible est mesurée sur la face inférieure par le thermocouple TC8 placé à 7 mm. La vitesse de chauffage mesurée est de 40 °C/s entre 150 et 265 °C. La figure 2.19 montre les mesures de ces cinétiques pour les thermocouples TC4 et TC8.

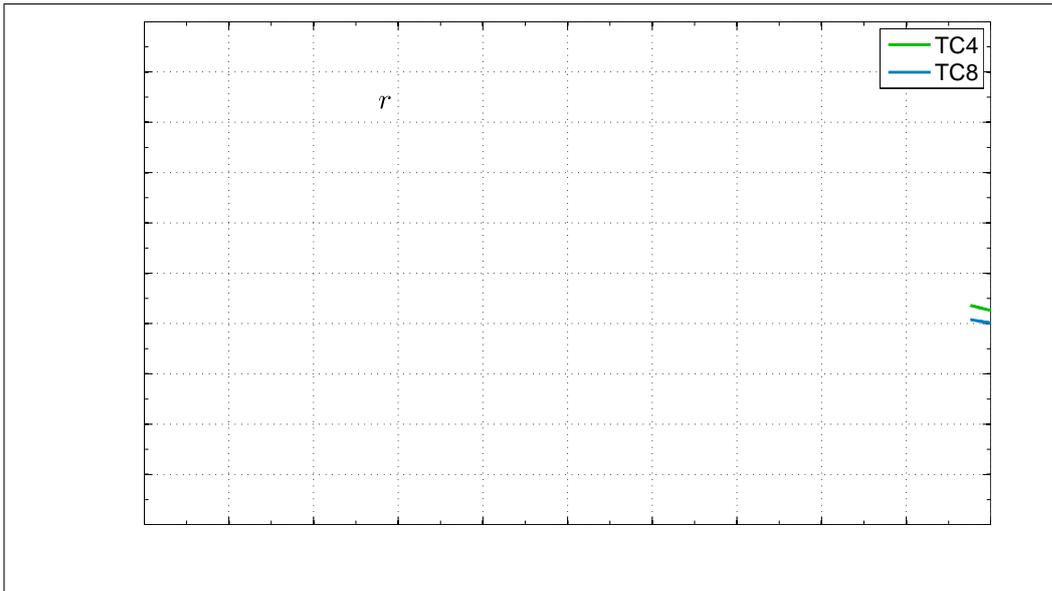


FIGURE 2.19: *Mesure des vitesses de chauffage lors de l'essai de soudage par FE*

Après environ 40 secondes de refroidissement, il n'y a plus de gradient de température dans la plaque, les mesures de chaque thermocouple sont identiques. La vitesse de refroidissement est alors très faible (de l'ordre de 3 °C/min). Les températures relevées ensuite sont données dans le tableau 2.1.

TABLEAU 2.1: *Refroidissement de la plaque P02 après le soudage FE*

| Temps de refroidissement (s) | Température (°C) |
|------------------------------|------------------|
| 567 | 105 |
| 577 | 115 |
| 1467 | 80 |
| 2067 | 70 |

En traçant ces valeurs sur un graphique (voir figure 2.20), une variation de la vitesse de refroidissement est discernable lorsque le vide est coupé. Elle est plus rapide à l'air libre. Au même instant, la température augmente de 10 °C. Aucune explication plausible de ce phénomène n'a pu être avancée.

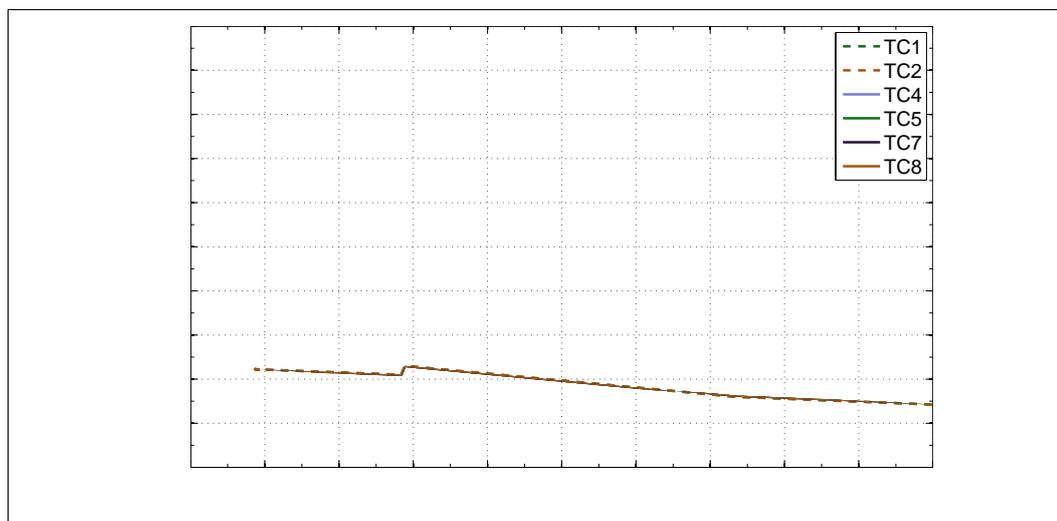


FIGURE 2.20: *Mesures des thermocouples sur la plaque P01 lors du refroidissement*

2.3.1.2 Modélisation du soudage FE

Les données collectées lors des essais de soudage FE ont permis de développer un modèle éléments finis qui détermine l'évolution du champ de température dans toute la plaque. Ceci permettra de déterminer les chargements thermiques à utiliser lors des essais mécaniques de caractérisation du 6061. Le modèle présenté ici s'inspire largement de travaux de Zain Ul-Abdein[[ABD 09](#)].

Le maillage utilisé pour ce modèle a été réalisé avec le mailleur du logiciel Sysweld[®] puis les calculs ont été faits en utilisant le code Abaqus. Il s'agit simplement de modélisation thermique et le programme résout à chaque pas de temps l'équation de la chaleur, déterminée par le premier principe de la thermodynamique et par la loi de Fourier :

$$\operatorname{div} \left(\lambda(T) \overrightarrow{\operatorname{grad} T} \right) + Q = \rho(T) C(T) \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.6)$$

Dans cette équation, $\lambda'(T)$ en $W.m^{-1}.K^{-1}$ est la conductivité thermique en fonction de la température T , $\rho(T)$ en $kg.m^{-3}$ est la masse volumique en fonction de la température, $C(T)$ en $J.kg^{-1}.K^{-1}$ est la chaleur spécifique et finalement Q en $W.m^{-3}$ est la source de chaleur volumique représentant l'apport de chaleur du faisceau d'électron. Elle est considérée conique avec une distribution Gaussienne. Cette source est volumique et sa hauteur correspond à l'épaisseur de la pièce soudée. Comme le montre la figure 2.21, l'intensité de chaleur est maximale sur la surface supérieure de la plaque. Le diamètre de la source diminue linéairement dans l'épaisseur de la

plaque. La densité de chaleur est la même au centre de la source quelque soit la hauteur.

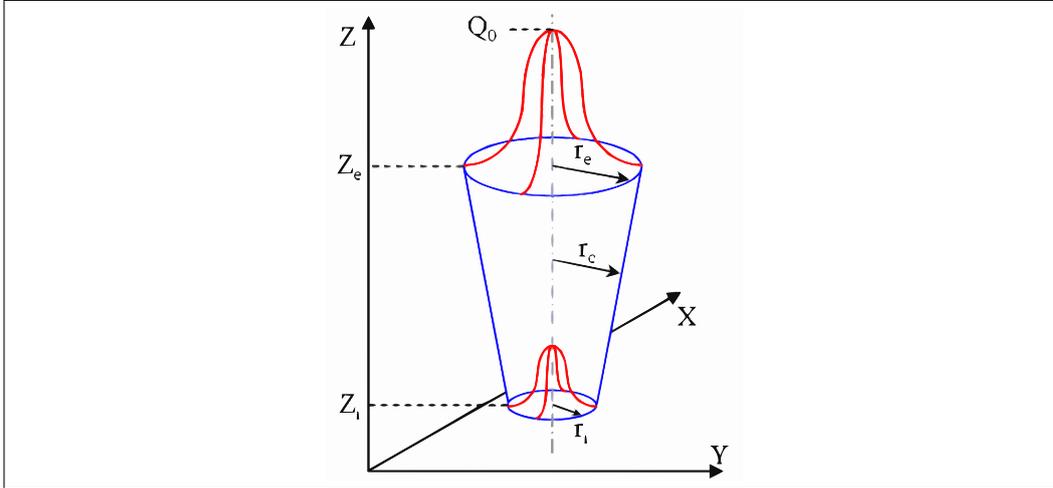


FIGURE 2.21: Source de chaleur conique utilisée pour la modélisation du soudage FE

Pour tout plan de hauteur z , la distribution d'intensité de chaleur s'écrit [ABD 09, DEP 04] :

$$Q_v(r, z) = Q_0 \exp\left(-\frac{3r^2}{r_c^2}\right) \quad (2.7)$$

où Q_v est la source volumique en $W.m^{-3}$, Q_0 la valeur maximale de l'intensité de chaleur en $W.m^{-3}$, r_c est le paramètre de distribution en m et r est la coordonnée radiale en m . Le problème clé de cette étude est de déterminer le paramètre Q_0 lorsque r_c est connu. La conservation d'énergie implique [ABD 09] :

$$\eta P = \int_0^H \int_0^{2\pi} \int_0^{r_c} Q_0 \exp\left(-\frac{3r^2}{r_c^2}\right) r dr d\theta dh \quad (2.8)$$

avec $H = Z_e - Z_i$ correspondant à la hauteur de la plaque et $h = z - Z_i$. η est le rendement du procédé et P la puissance du faisceau. r_c diminue linéairement de r_e pour l'altitude Z_e (surface supérieure) jusqu'à r_i pour l'altitude Z_i , ce qui mène après calculs à [ABD 09] :

$$Q_v = \frac{9\eta P \exp(3)}{\pi (\exp(3) - 1) (Z_e - Z_i) (r_e^2 + r_e r_i + r_i^2)} \exp\left(-\frac{3r^2}{r_c^2}\right) \quad (2.9)$$

Les paramètres de la source Q_v ainsi définie sont recalés grâce à la taille de la zone fondue montrée figure 2.18. Les paramètres d'entrée du modèle sont donc réglés de façon à ce que la zone fondue modélisée ait la même taille que celle

observée lors des essais. Les évolutions de température modélisées aux positions des thermocouples sont ensuite comparées aux mesures expérimentales.

Les paramètres de la source de chaleur précédemment mentionnée sont :

- **La puissance P** : il s'agit de la puissance délivrée par le faisceau d'électrons (6 kW)
- **Le rendement η** : il est très proche de 1 car la soudure est tout juste débouchante. Toute la puissance est ainsi transmise à la pièce.
- **Les dimensions du « cône » de chaleur r_e et r_i** : ces dimensions sont recalées afin d'obtenir la même taille de zone fondue que dans le cas réel.

Des conditions aux limites et des conditions initiales doivent également être définies afin de mener à bien le calcul thermique. La température initiale de la plaque doit être renseignée. Il s'agit de la température ambiante. Ensuite, un coefficient d'échange thermique entre les surface et l'air ambiant est défini à partir de données de la littérature. Il peut également être recalé grâce à la température de la plaque après une durée de refroidissement donnée.

Puis, grâce à la symétrie de l'essai, seule la moitié de la plaque est modélisée. Aussi, les éléments placés proches de la source de chaleur doivent être très petits à cause des forts gradients thermiques. Il n'est pas possible de mailler toute la plaque avec de très petits éléments car les temps de calcul deviendraient beaucoup trop longs. Le maillage effectué est donc très grossier pour les mailles éloignées de la source de chaleur et très fin pour les mailles situées dans la ZAT. Les éléments placés sous la source de chaleur mesurent $0,5 \times 0,5 \times 0,25 \text{ mm}^3$. Il s'agit d'éléments linéaires. A titre d'indication, le nombre de nœuds utilisés dans ce maillage est proche de 440000, avec un degré de liberté par nœud (la température). A cause du grand nombre de nœuds et de pas de temps, les calculs sont assez longs (quelques heures).

La simulation réalisée permet de reproduire la zone fondue obtenue lors de l'essai instrumenté de soudage FE. La figure 2.22 montre une image de la zone fondue reproduite grâce à la simulation. A partir de là, il est possible de simuler l'évolution de la température au cours du soudage. Les courbes de la figure 2.23 tracent les évolutions de température aux points correspondant à la position des thermocouples. La figure 2.24 compare les résultats de simulation et le cas réel. Ce dernier graphique montre que les simulations représentent bien l'évolution réelle de la température. Il subsiste tout de même quelques différences entre simulation et expérience, par exemple la température en TC1 est légèrement inférieure à celle mesurée. Ces différences sont certainement causées par une mauvaise position du thermocouple par rapport au cordon de soudure. Un faible écart et un fort gradient thermique produisent une erreur non négligeable. De plus, les mesures expérimentales donnent une moyenne de la température à la surface des thermocouples alors que la simulation donne la température en un point précis.

2. Le comportement mécanique du 6061

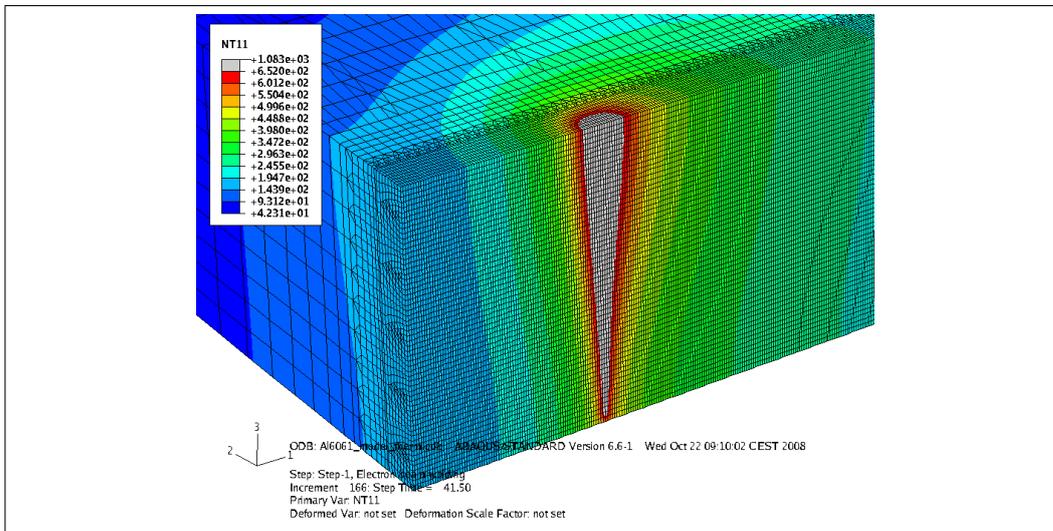


FIGURE 2.22: Simulation du soudage par faisceau d'électrons
La couleur grise montre la zone fondue, l'échelle des températures des autres couleurs est donnée dans le cadre en haut à gauche de l'image.

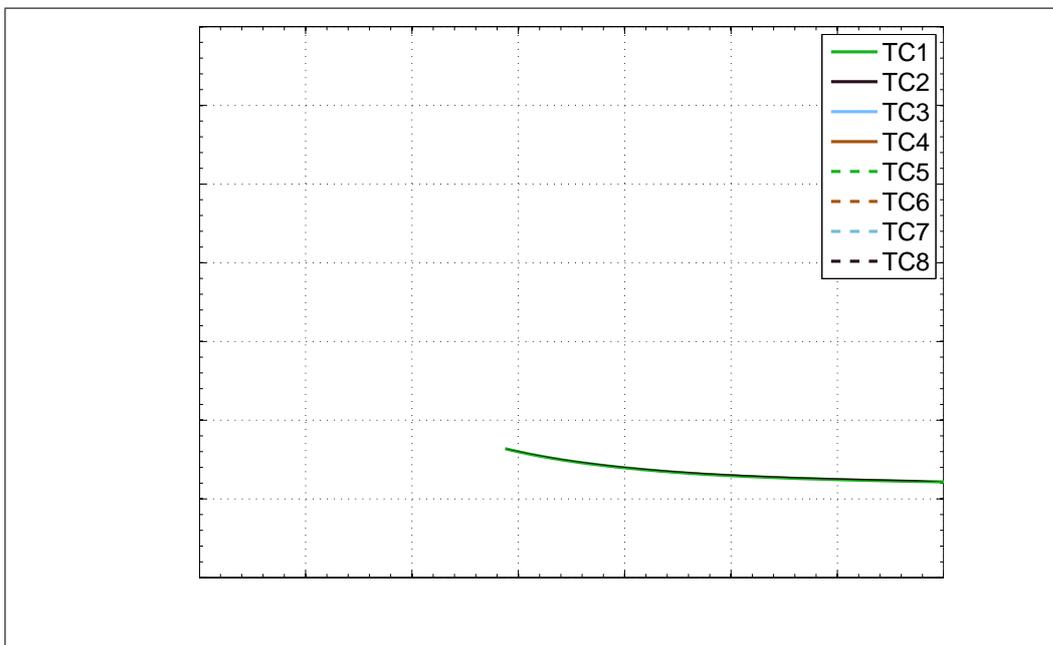


FIGURE 2.23: Evolution de la température simulée aux positions des thermocouples

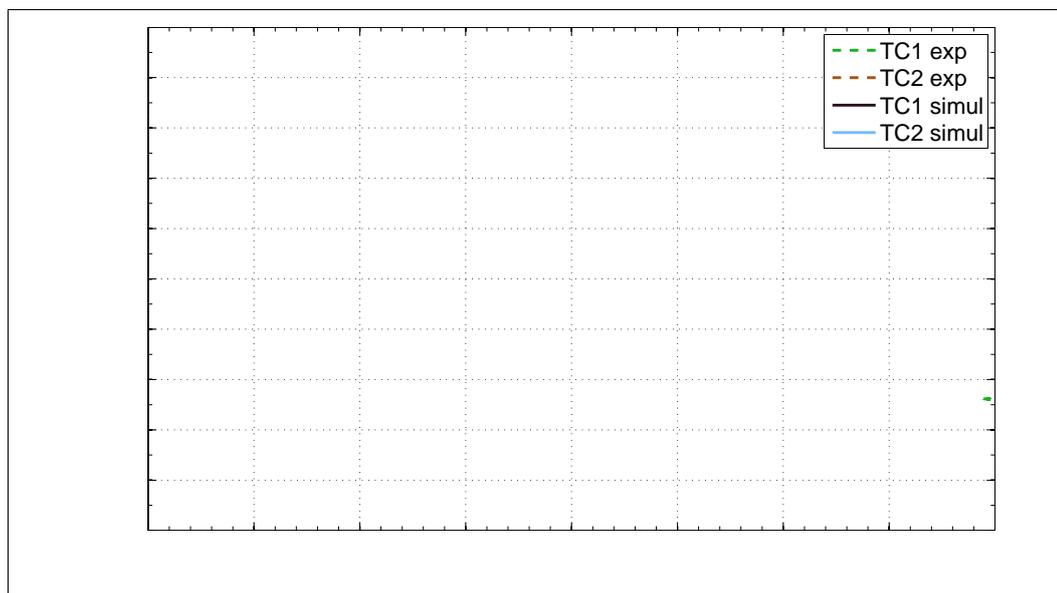


FIGURE 2.24: *Comparaison simulation / expérience de l'évolution de température pour TC1 et TC2*

2.3.2 Définition des paramètres expérimentaux

Grâce à l'étude expérimentale et numérique du soudage FE, l'évolution de température est maintenant connue en tout point de la ZAT. Il est ainsi possible de définir les paramètres expérimentaux à utiliser lors des essais de caractérisation mécanique du matériau.

2.3.2.1 A température ambiante

La première étape est une caractérisation à température ambiante. Le but ici est de caractériser le matériau ayant subi différents chargements thermiques représentatifs du soudage FE. Cette investigation permet d'estimer la tenue mécanique du 6061-T6 après une opération de soudage correspondant au soudage des viroles du caisson du RJH.

Les courbes des figures 2.17 et 2.23 montrent que les histoires thermiques rencontrées dans une ZAT peuvent être approchées par une forme triangulaire. Elles sont définies par la vitesse de chauffage et la température atteinte. La vitesse de refroidissement n'est pas un paramètre pertinent car le refroidissement est similaire en tout point, il s'agit d'un refroidissement naturel, sans intervention extérieure. Aussi, pour les essais de traction, un refroidissement naturel des éprouvettes sera utilisé, la vitesse de refroidissement obtenue étant supérieure à la vitesse critique de trempe de $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$.

Dans le but de comprendre l'influence de chaque paramètre mais également de couvrir une large gamme de chargements thermiques, il a été décidé d'étudier indépendamment l'influence de la température atteinte et l'influence de la vitesse de chauffage. Pour la première, la vitesse de chauffage choisie est de $15\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ et pour la deuxième la température atteinte est de $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ces valeurs représentent des valeurs intermédiaires. De plus, lors d'une opération de soudage, la température de certains points de la ZAT peut atteindre la température de mise en solution. D'après un calcul Prophase, la température du solvus de la phase α est de $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour le matériau utilisé. Des temps de maintien à cette température sont effectués afin d'évaluer l'influence sur les propriétés mécaniques à température ambiante. Le but de cette dernière étude est de vérifier si tous les précipités ont été dissous lors d'une opération de soudage malgré le fait qu'il n'y ait pas de palier de température.

En résumé, trois études indépendantes ont été conduites :

1. L'étude de l'influence de la température atteinte (pour une vitesse de chauffage de $15\text{ }^{\circ}\text{C/s}$)
 - Les températures étudiées sont : $T = 300 ; 400 ; 450 ; 500$ et $560\text{ }^{\circ}\text{C}$
2. L'étude de l'influence de la vitesse de chauffage (pour une température atteinte de $400\text{ }^{\circ}\text{C}$)
 - Les vitesses de chauffage utilisées sont : $r_1 = 0,5 ; 5 ; 15 ; 50 ; 200\text{ }^{\circ}\text{C/s}$
3. L'étude de l'influence d'un maintien en température à $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ (correspondant à un traitement de mise en solution)

Les résultats des ces trois études sont présentés au paragraphe 2.4.

2.3.2.2 A chaud

Afin de modéliser le procédé de soudage, il est impératif de connaître les propriétés mécaniques du matériau à différentes températures. Elles rendront possible le calcul des contraintes résiduelles et autres phénomènes mécaniques du soudage FE. Le modèle mécanique actuel du soudage FE, utilisé par AREVA, prend en compte les propriétés mécaniques à chaud de deux phases :

- une phase à durcissement maximal (correspond à l'état T6) ;
- une phase à durcissement minimal (correspond à l'état O).

Une loi des mélanges est ensuite utilisée afin de déterminer les propriétés mécaniques de tout état intermédiaire entre l'état O et l'état T6 [ASS 07]. Le même type de modèle a été adapté à la modélisation des essais de traction (voir section 4.2).

Ainsi, l'objectif des essais à chaud est de caractériser l'état T6 et l'état O. Initialement, le matériau utilisé pour toutes les éprouvettes est à l'état T6. Deux types d'essais sont donc prévus :

- **Caractérisation de l'état T6** : il s'agit ici de chauffer l'éprouvette jusqu'à la température d'essai désirée, puis, comme le montre la figure 2.25(a), la température est maintenue pendant toute la durée de l'essai. L'essai mécanique est lancé dès que la température atteint $T_{essai} = T_{Max}$.

- **Caractérisation de l'état O** : il s'agit ici de chauffer l'éprouvette jusqu'à une température de mise en solution (560 °C), puis la refroidir jusqu'à la température d'essai. Comme le montre la figure 2.25(b), cette dernière température est maintenue durant tout l'essai de traction. L'étude présentée au paragraphe 2.4.3 montre qu'un maintien en température n'est pas nécessaire pour remettre en solution les précipités. Le chargement thermique ainsi utilisé est similaire à l'évolution de température dans une ZAT de soudure.

Les caractéristiques ainsi obtenues correspondent aux caractéristiques du matériau lors du chauffage et lors du refroidissement¹³. Aucun article traitant des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium de la manière proposée dans cette thèse n'a été trouvé dans la littérature. Généralement, les essais de traction à chaud sont accomplis après un temps de maintien à la température d'essai. Ceci modifie le matériau et donc les propriétés mesurées ne correspondent plus vraiment à un état T6 (ou O).

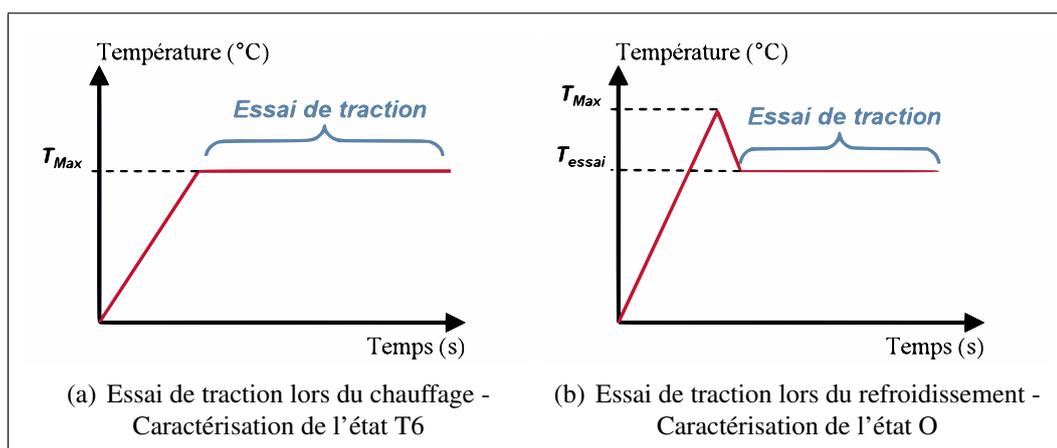


FIGURE 2.25: Type d'essais de traction à chaud

Dans les deux études, les températures d'essais exploitées sont $T_{essai} = 200$; 250 ; 300 ; 350 ; 400 ; 500 et 560 °C . Certains essais avec des paramètres différents de ceux expliqués précédemment ont été menés afin de faciliter la compréhension du comportement du matériau. Ces paramètres seront présentés au cas par cas lors de l'exposition des résultats en section 2.5.

Puis, après avoir fixé les paramètres thermiques, des paramètres mécaniques sont à déterminer.

¹³A une température donnée, les caractéristiques du matériau ne sont pas forcément les mêmes lors du chauffage que lors du refroidissement car l'état métallurgique est différent.

2. Le comportement mécanique du 6061

L'essai de traction se déroule en plusieurs phases (illustrées figure 2.26). Plusieurs vitesses de déformation sont testées afin d'en évaluer l'influence sur les propriétés mécaniques :

- **1^{re} phase** : vitesse de déformation lente ($\dot{\epsilon} = 8.10^{-5} s^{-1}$) jusqu'à une déformation relative $\epsilon = 4 \%$. Une vitesse lente est choisie initialement afin de mesurer précisément les propriétés élastiques du matériau.
- **2^e phase** : temps de relaxation de 20 s (déformation constante).
- **3^e phase** : Vitesse de déformation moyenne ($\dot{\epsilon} = 4.10^{-4} s^{-1}$) jusqu'à $\epsilon = 8 \%$.
- **4^e phase** : Temps de relaxation de 20 s.
- **5^e phase** : Vitesse de déformation élevée ($\dot{\epsilon} = 2.10^{-3} s^{-1}$) jusqu'à $\epsilon = 12 \%$.
- **6^e phase** : Temps de relaxation de 20 s.
- **7^e phase** : Vitesse de déformation lente ($\dot{\epsilon} = 8.10^{-5} s^{-1}$) jusqu'à $\epsilon = 16 \%$. Cette vitesse est la même que lors de la première phase. Elle permet ainsi de vérifier que la courbe d'écrouissage est bien la même après une grande déformation que lorsque la déformation est faible. Si les paramètres d'écrouissage sont différents, cela signifie que le matériau a évolué au cours de l'essai à cause d'un long maintien en température qui modifie la microstructure du matériau.
- **8^e phase** : Vitesse de déplacement imposée ($\dot{u} = 10 mm.s^{-1}$) jusqu'à la rupture de l'éprouvette. En effet, l'extensomètre ayant une limite de mesure, il n'est pas possible de contrôler la vitesse de déformation au-delà de 21 %.

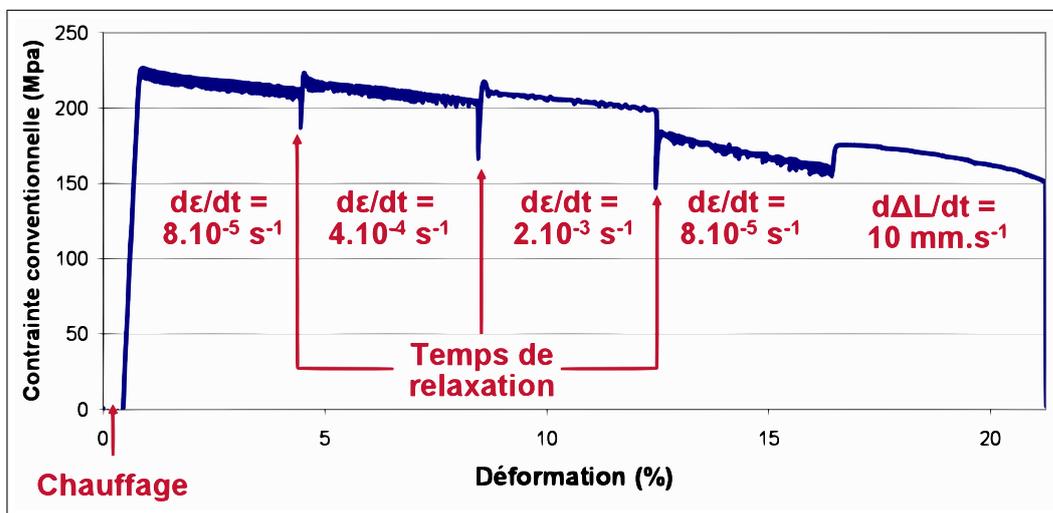


FIGURE 2.26: Différentes phases des essais de traction à chaud - Exemple d'un essai de traction à 200 °C¹⁴

¹⁴La courbe présentée ici présente un adoucissement dans le domaine plastique. Les raisons de ce phénomène seront expliquées en détail en section 2.5.

2.4 Essais de traction à température ambiante

Afin de mener tous les essais de manière identique, un mode opératoire bien défini est suivi pour chacune des expérimentations. Celui-ci est présenté en annexe D. Pour résumer, les étapes à suivre sont :

1. Préparation de l'éprouvette
2. Chauffage de l'éprouvette avec pilotage en effort afin de laisser libre la dilatation de l'éprouvette
3. Essai de traction à température ambiante jusqu'à rupture à la vitesse de déformation de $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$
4. Dépouillement et exploitation des mesures

Suite au dépouillement, les résultats sont tracés sous forme de courbes contrainte vraie de Cauchy - déformation logarithmique de Henky jusqu'à la striction. Plus de détails à ce propos sont donnés en annexe D.

2.4.1 Etude de la température atteinte

La première étude réalisée à température ambiante est l'étude de l'influence de la température atteinte sur les propriétés mécaniques du 6061-T6. Comme expliqué au paragraphe 2.3.2, les chargements thermiques appliqués aux éprouvettes sont représentatifs d'une opération de soudage. Les températures retenues sont $T = 300$; 400 ; 450 ; 500 et $560 \text{ }^\circ\text{C}$ avec une vitesse de chauffage de $r_1 = 15 \text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$. Toutes ces histoires thermiques sont reproduites figure 2.27¹⁵.

Les essais de traction donnent ensuite les courbes contrainte vraie - déformation logarithmique tracées figure 2.28. Les courbes obtenues pour les éprouvettes ayant subi un chargement thermique sont comparées à la courbe de traction obtenue pour l'état T6 (courbe bleue). Ces courbes sont ici tracées jusqu'à la striction.

L'essai à $400 \text{ }^\circ\text{C}$ a été doublé afin de vérifier la répétabilité du procédé. Aussi, lors d'une étude préliminaire, un essai de traction effectué sur une éprouvette ayant subi une température maximale de $200 \text{ }^\circ\text{C}$ a montré qu'il n'y avait pas de variation des propriétés mécaniques par rapport à l'état T6. Un tel essai n'a pas été reproduit ici.

Remarque : les éprouvettes chauffées à une température de 500 et $560 \text{ }^\circ\text{C}$ n'ont pas rompu dans la zone d'étude (zone centrale de l'éprouvette pour laquelle la température est maîtrisée). Cela signifie qu'un chauffage à une telle température implique une ductilité plus grande qu'après un chauffage à température inférieure.

Les courbes, tracées dans la figure 2.28, montrent que toutes les éprouvettes ayant subi une température d'au moins $300 \text{ }^\circ\text{C}$ présentent des propriétés mécaniques

¹⁵Cette figure montre les mesures de température obtenues lors des essais. Elle montre aussi que la régulation du dispositif expérimental est efficace car la vitesse de chauffage et la température atteinte sont très proches des valeurs souhaitées.

2. Le comportement mécanique du 6061

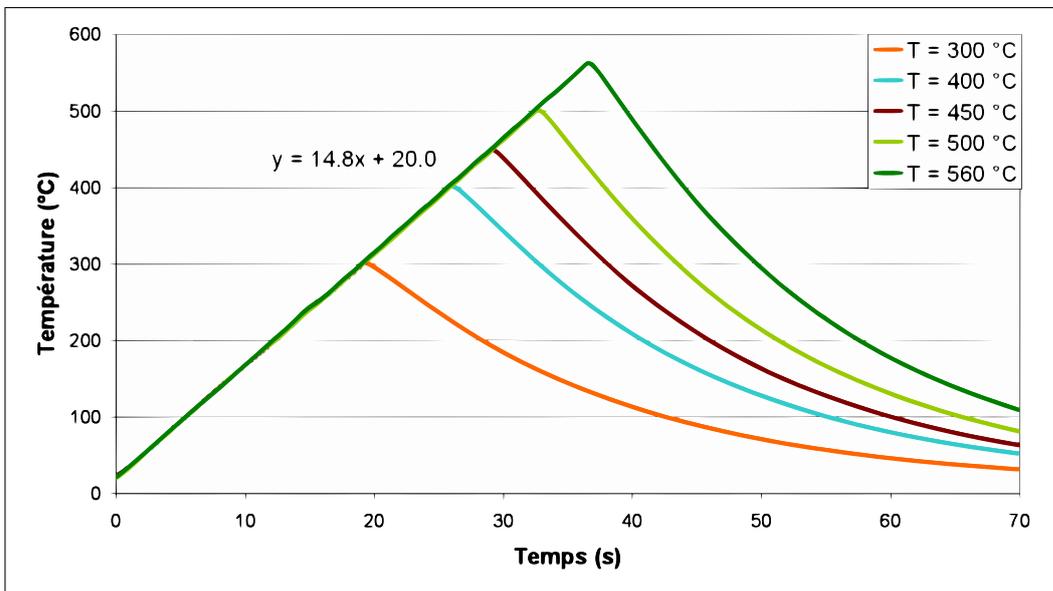


FIGURE 2.27: *Chargements thermiques investigués pour l'étude de la température atteinte*

différentes de celles de l'état T6. En effet, la limite d'élasticité diminue à partir d'une température atteinte de 300 °C, puis elle se stabilise aux alentours de 500 °C. La limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %, notée $R_{p0,2}$ passe de 278 MPa pour l'état T6 à 70 MPa pour l'éprouvette chauffée à 560 °C. Ceci représente une diminution de 75 %. Il est montré au paragraphe 2.4.3 que la valeur obtenue à 560 °C correspond à la limite d'élasticité de l'état O. La figure 2.29 illustre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température atteinte. Les valeurs mesurées sont comparées aux valeurs issues de la littérature [DEV 92b] pour lesquelles la température a été maintenue pendant 30 min, ce qui explique le décalage entre ces deux courbes. En effet, lorsqu'il y a un temps de maintien, la microstructure a plus de temps pour évoluer et les propriétés mécaniques s'en trouvent davantage dégradées.

Le fait que la limite d'élasticité diminue avec la température peut être causé, d'une part par la dissolution des précipités présents dans le matériau, d'autre part, par la coalescence des précipités aux alentours de 400 °C. Une autre hypothèse pourrait être le fait que les précipités β'' initialement présents dans le matériau deviennent moins cohérents et évoluent vers une phase β' . Plus de détails à ce propos sont donnés au chapitre 3.

Le module de Young est ensuite mesuré pour chaque éprouvette. Il est tout d'abord mesuré à l'origine puis, lors de la décharge élastique. Une moyenne des deux valeurs obtenues est ensuite calculée. La figure 2.30 montre l'évolution de ces trois valeurs. Ces courbes montrent que le module d'élasticité diminue légèrement

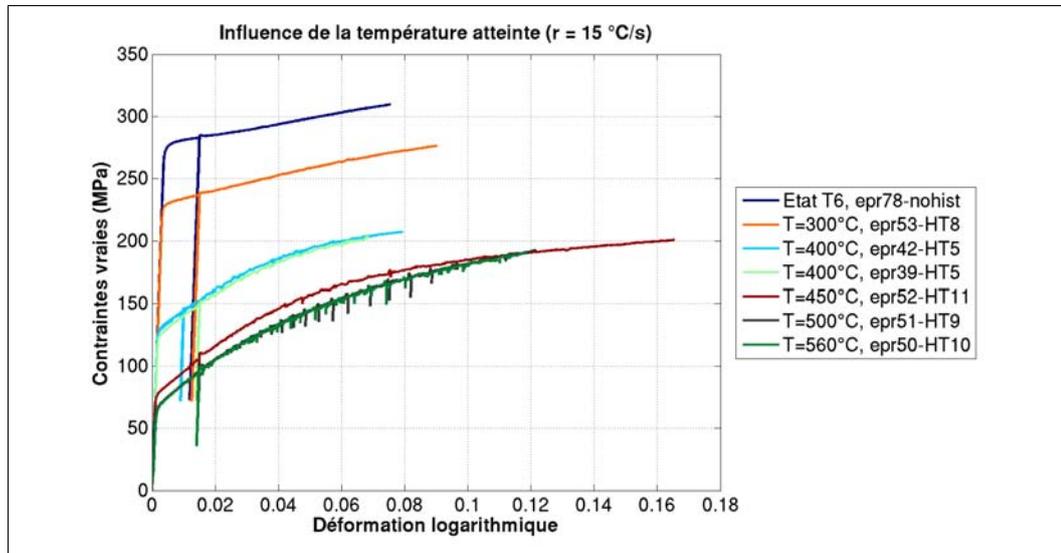


FIGURE 2.28: *Courbes contrainte vraie de Cauchy - déformation logarithmique de Henky pour différentes températures atteintes*

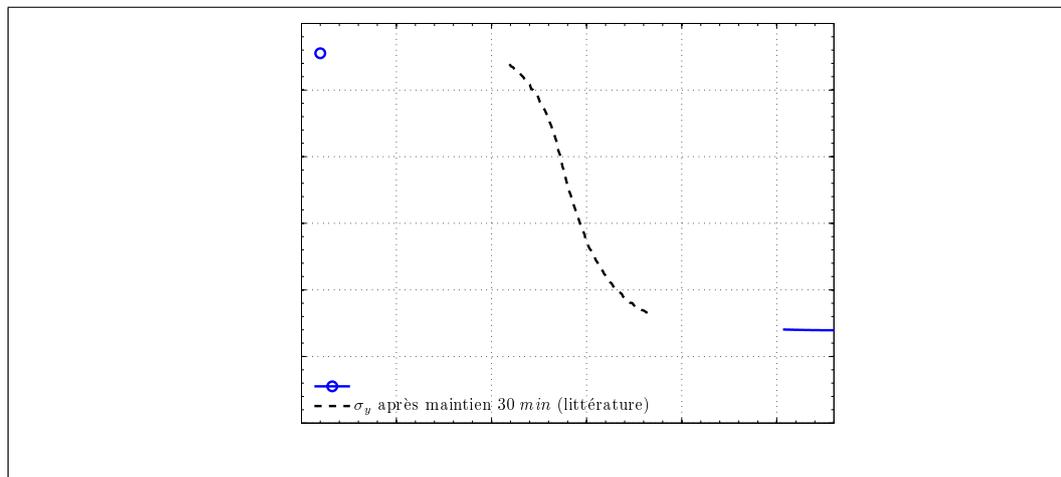


FIGURE 2.29: *Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température atteinte issue des mesures (courbe bleue) et de la littérature (courbe noire pointillée) pour un temps de maintien de 30 min.*

avec la température atteinte. Il passe de 68,7 GPa pour l'état T6 à 65,0 GPa pour l'éprouvette chauffée à 560 °C. Ceci représente une diminution de 5,4 %. Aucune donnée similaire n'a été trouvée dans la littérature pour effectuer une comparaison.

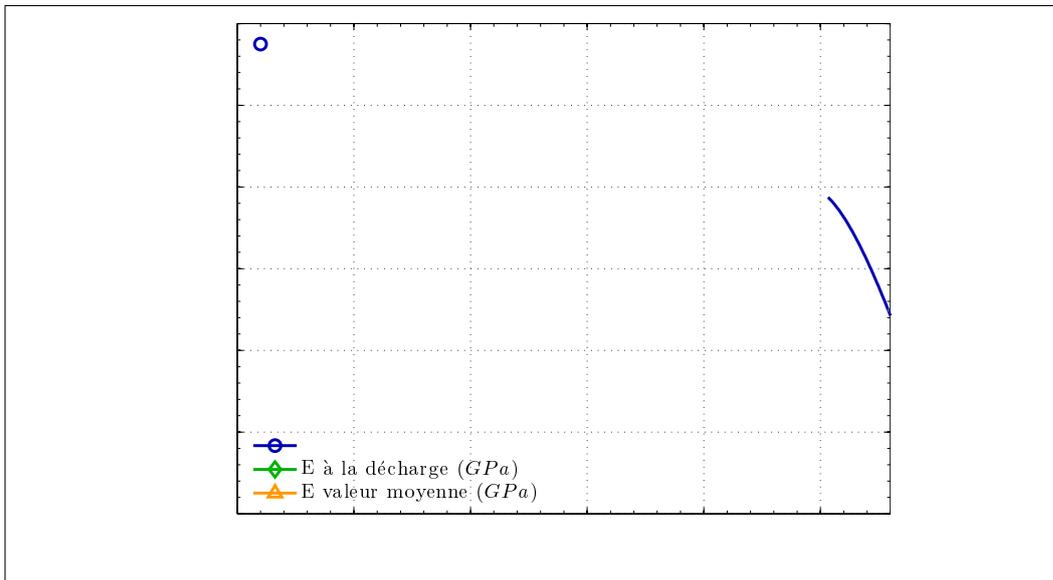


FIGURE 2.30: Evolution du module d'élasticité en fonction de la température atteinte

Enfin, un dernier commentaire peut être fait dans cette étude. La figure 2.28 montre que les paramètres d'écrouissage varient avec la température. L'identification exacte de ces paramètres n'a pas été accomplie.

2.4.2 Etude de la vitesse de chauffage

Suite à l'étude de l'influence de la température atteinte, une étude similaire à propos de la vitesse de chauffage a été menée. Lors de cette nouvelle étude, la température atteinte est fixée à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cinq vitesses de chauffage différentes ont été prises en compte afin d'en évaluer leur influence sur les caractéristiques mécaniques du matériau. La figure 2.31 présente ces différentes histoires thermiques.

Les courbes de cette figure montrent que pour l'essai effectué à $50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ (courbe grise), un dépassement de $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ est apparu. Les contraintes admissibles du matériau devraient ainsi être légèrement diminuées en raison d'une plus grande évolution de la microstructure¹⁶. De même, les deux éprouvettes chauffées à la vitesse de $200\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ont atteint une température inférieure à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($T_{\text{atteinte}} = 373$ et $362\text{ }^{\circ}\text{C}$)¹⁷. Les contraintes mesurées sur ces deux éprouvettes seront donc plus élevées que si la température atteinte était de $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ comme initialement prévu.

¹⁶Dissolution ou coalescence des précipités.

¹⁷Il est très difficile d'obtenir une meilleure précision lorsque la vitesse de chauffage est de $200\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ car le régulateur n'est pas suffisamment rapide.

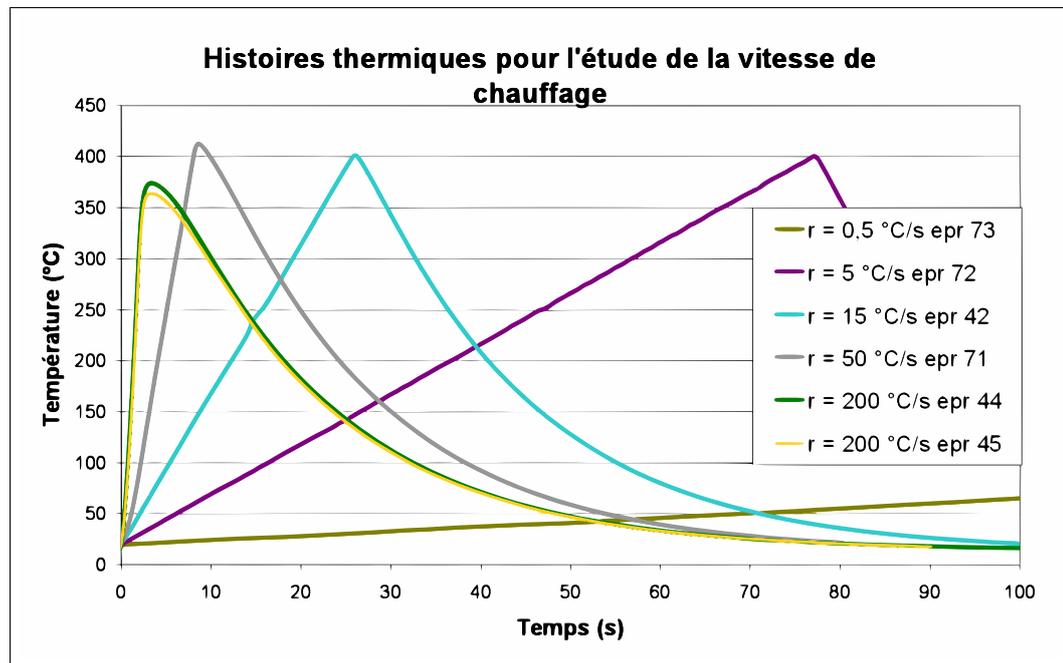


FIGURE 2.31: *Chargements thermiques réalisés pour l'étude de la vitesse de chauffage*

Comme pour l'étude précédente il est possible de calculer les contraintes vraies de Cauchy et les déformations vraies de Henky. La figure 2.32 montre les courbes de traction ainsi obtenues. Le calcul effectué est le même que celui utilisé lors de la précédente étude. Il est présenté en annexe D.

Les courbes de traction montrent que la limite élastique diminue pour tous les essais. Ceci s'explique par le fait que la température atteinte est de 400 °C et qu'il y eu une évolution métallurgique à cœur du matériau pour chacun des essais. Les courbes montrent également que plus la vitesse de chauffage est lente, plus la limite d'élasticité est basse. L'évolution de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 % est tracée en figure 2.33. Elle passe de 170 MPa pour une vitesse de 200 °C/s¹⁸ à 96 MPa pour une vitesse de 0,5 °C/s. Lorsque la vitesse de chauffage est faible, la durée de l'essai est plus longue. Les phénomènes métallurgiques ont alors plus de temps pour se produire, ce qui explique les faibles propriétés mécaniques. Ce même phénomène est également observé lorsque la température atteinte est plus élevée. Par ailleurs, la valeur de 96 MPa correspond à une vitesse de chauffage de 0,5 °C/s pour une température atteinte de 400 °C mais aussi à une température atteinte de 431 °C pour une vitesse de chauffage de 15 °C/s.

Ces valeurs ainsi mesurées ne sont pas comparées à des valeurs usuelles de la

¹⁸Cette valeur est surévaluée car la température atteinte pour les essais à 200 °C/s est légèrement inférieure à 400 °C.

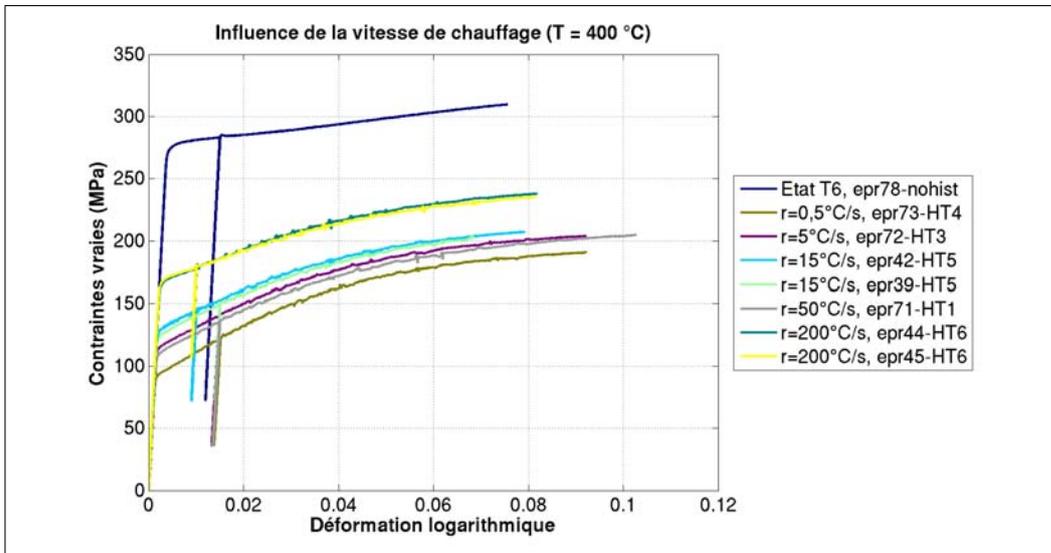


FIGURE 2.32: *Courbes contrainte vraie de Cauchy - déformation logarithmique de Henky pour différentes vitesses de chauffage*

littérature car aucun article mesurant l'influence de la vitesse de chauffage n'a pu être trouvé.

Enfin, la figure 2.32 montre que les courbes d'écrouissage sont très proches pour toutes les vitesses testées. Elles n'ont de ce fait que très peu d'influence sur la plasticité du matériau. Une étude plus précise et l'identification des paramètres d'écrouissage permettraient de vérifier cette hypothèse.

2.4.3 Etude d'un maintien à 560 °C

La dernière étude accomplie à température ambiante est l'étude de l'influence d'un maintien en température sur les propriétés mécaniques du matériau. La température choisie ici est 560 °C. L'objectif de cette étude est de comparer les propriétés mécaniques du matériau préalablement chauffé à 560 °C avec ou sans temps de maintien. 560 °C est la température du solvus de la phase α . A cette température, il est couramment admis que pour mettre en solution tous les précipités un temps de maintien relativement long doit être appliqué. Cette étude permet de voir s'il existe une réelle utilité, en termes de propriétés mécaniques, à ce temps de maintien. Le temps de maintien choisi est de 30 min et la vitesse de chauffage est de 15 °C/s.

La figure 2.34, présentant les courbes de comportement obtenues pour le cas avec (courbe rose) et sans palier (courbe verte), montre que dans les deux cas les propriétés mécaniques sont strictement identiques. Cela signifie que le temps de

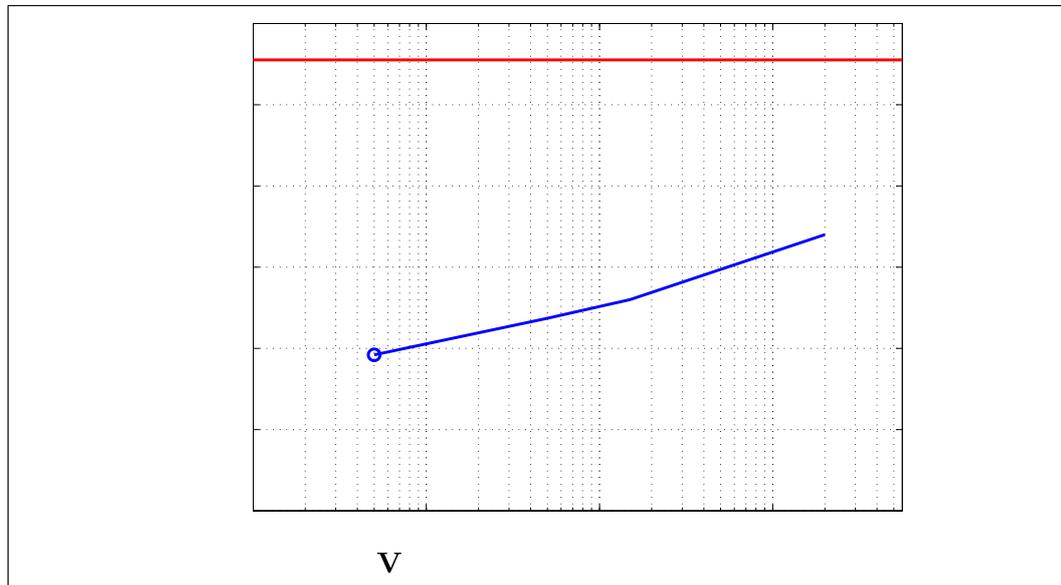


FIGURE 2.33: Evolution de la limite d'élasticité à 0,2 % ($R_{p0,2}$) en fonction de la vitesse de chauffage

maintien en température n'a aucun effet sur les caractéristiques mécaniques. L'état métallurgique est très certainement le même : l'état O, pour lequel il n'y a plus de précipité.

Ce résultat montre que, pour la vitesse de chauffage utilisée et pour les éprouvettes utilisées, il n'est pas nécessaire de maintenir la température pour atteindre l'état O, seule une impulsion en température est suffisante. Ce résultat est important car il ne sera pas nécessaire de faire des paliers de température pour caractériser l'état O à chaud. En effet, le dispositif de chauffage n'est pas prévu pour faire des temps de maintien très longs (45 *min* maximum) et il n'aurait vraisemblablement pas été possible de faire un long chauffage à 560 °C pour la mise en solution et l'essai de traction à chaud¹⁹.

Remarque 1 : dans le cas industriel, il est impossible d'obtenir des mises en solution totale avec une seule impulsion en température. En effet, les volumes traités sont beaucoup plus grands et les cinétiques thermiques peuvent être différentes en tout point de la pièce.

Remarque 2 : la vitesse de chauffage ayant une influence sur les propriétés mécaniques (et donc sur l'état de précipitation), il est fort probable qu'à vitesse de chauffage plus élevée l'état O ne soit pas atteint sans maintien en température.

¹⁹Par exemple deux heures pour la mise en solution et 20 *min* pour l'essai de traction.

2. Le comportement mécanique du 6061

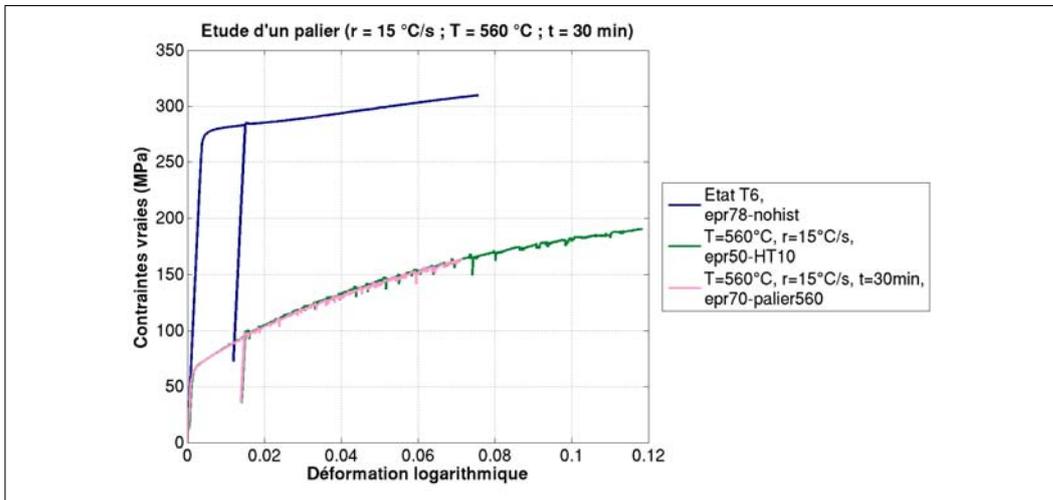


FIGURE 2.34: Courbes contrainte vraie de Cauchy - déformation logarithmique de Henky pour l'étude d'un maintien en température

2.4.4 Résumé

En résumé, les propriétés mécaniques à température ambiante du 6061-T6 changent si le matériau est préalablement chauffé. La limite élastique diminue à partir d'une température atteinte de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Elle se stabilise ensuite à partir d'une température de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le module de Young diminue à partir de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à $560\text{ }^{\circ}\text{C}$.

De plus, pour une température atteinte donnée la limite d'élasticité est d'autant plus faible que la vitesse de chauffage est lente (car l'évolution métallurgique a plus de temps pour se produire).

Enfin, une éprouvette ayant subi un maintien à $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 30 min présente les mêmes propriétés mécaniques que lorsqu'il n'y a aucun maintien. Cela signifie que l'état métallurgique du matériau est le même avec ou sans maintien. Il n'est donc pas nécessaire de maintenir la température pour mettre en solution les précipités présents dans la matrice du matériau.

2.5 Essais de traction à chaud

Le paragraphe 2.4 présente les essais de traction du 6061-T6 ayant subi des chauffages à différentes températures et vitesses de chauffe. Les résultats ainsi obtenus permettent de connaître les propriétés mécaniques à température ambiante du matériau dans la ZAT d'une soudure. Seuls ces résultats ne suffisent pas pour modéliser de manière précise le procédé de soudage. En effet, afin de prédire le plus justement possible les propriétés mécaniques et les contraintes internes causées par la soudure, les caractéristiques mécaniques du matériau doivent être connues pour différentes températures.

Les essais de traction à chaud ont été accomplis en utilisant le même dispositif expérimental que celui utilisé lors de l'étude à température ambiante. Les éprouvettes sont identiques à celles utilisées précédemment. Le dispositif de chauffage par effet Joule permet de chauffer les éprouvettes et de les maintenir en température tout au long de l'essai de traction et la machine de traction MTS a été configurée pour les essais à chaud. Une difficulté est apparue lors de ces nouveaux essais : le dispositif de chauffage, qui contient un transformateur électrique de forte puissance, crée un champ magnétique autour de la machine de traction lors de l'essai. Ce champ magnétique perturbe, de manière cyclique, les capteurs de mesure. Une solution pour diminuer les perturbations est d'alimenter les capteurs de forces et de déplacement de la machine de traction en courant alternatif. Ceci permet d'atténuer les effets du champ magnétique et d'avoir des mesures exploitables.

Le déroulement des essais est identique pour toutes les éprouvettes. Elles sont tout d'abord chauffées jusqu'à la température d'essai. Puis l'essai de traction est déclenché manuellement. Seulement quelques secondes s'écoulent entre le moment où la température d'essai est atteinte et le début de l'essai de traction. Une caméra vidéo a été installée afin d'observer l'évolution de la section de l'éprouvette au cours de l'essai, le but étant d'évaluer de manière précise l'évolution des contraintes vraies même lorsque la striction est apparue. Sans cela, les mesures seraient exploitables seulement pour une déformation très faible car la striction apparaît très tôt. La caméra permet donc d'avoir des mesures pleinement exploitables. La suite de cette partie décrit l'exploitation des essais de traction à chaud puis donne les résultats des essais effectués lors du chauffage et lors du refroidissement. Des cas particuliers sont finalement présentés pour affiner la compréhension du comportement mécanique.

2.5.1 Exploitation des courbes de traction à chaud

La courbe contrainte conventionnelle - déformation montrée en exemple en figure 2.26, à la page 78, présente un adoucissement²⁰ dans son domaine plastique.

²⁰Identifié par la pente négative dans le domaine plastique.

Cet adoucissement est la conséquence de deux effets :

- un effet métallurgique (intrinsèque au matériau) ;
- un effet mécanique : l'effort mesuré (i. e. la contrainte conventionnelle) diminue avec l'évolution de la section au cours de l'essai.

Il est très difficile de déterminer la part de chacun de ces effets en utilisant la contrainte conventionnelle. Pour s'affranchir de ce problème, il faut calculer la contrainte vraie et la déformation vraie le plus précisément possible, même lorsque la striction est apparue. Ces grandeurs ainsi calculées seront les plus proches de la réalité et si une pente négative persiste sur les courbes, cela signifie qu'elle sera uniquement causée par les effets métallurgiques. Ces effets peuvent être une dissolution ou une coalescence des précipités pendant l'essai de traction.

La contrainte vraie est calculée à partir de la section instantanée qui, en conséquence, doit donc être connue pour tout point de la courbe. Plusieurs méthodes ont été identifiées pour déterminer la section instantanée :

1. La première méthode présentée est aussi la plus simple. La section instantanée est estimée par calcul en considérant le matériau incompressible dans le domaine plastique. Cela revient à ne considérer aucune variation de volume. Il s'agit de la méthode utilisée pour l'exploitation des essais de traction à température ambiante décrits au paragraphe 2.4 et en annexe D. Cette méthode donne de très bons résultats tant que la striction n'est pas apparue. En revanche, lorsqu'il y a striction, les déformations sont trop localisées et le diamètre de l'éprouvette diminue rapidement. L'hypothèse d'incompressibilité ne peut plus être utilisée pour calculer la déformation. Cette méthode ne sera alors pas utilisée.
2. La deuxième méthode est la mesure du diamètre de l'éprouvette de manière *automatique* en utilisant les photos prises au cours de l'essai grâce à la caméra vidéo. Cette solution nécessite un lourd traitement des images. En effet, afin de mesurer le diamètre automatiquement, il faut que le programme de mesure détecte les bords de l'éprouvette. Il existe des filtres automatiques pour effectuer cette opération. Or ces filtres nécessitent un bon contraste entre l'éprouvette et le fond de l'image, mais surtout une couleur homogène sur toute l'éprouvette. Mais, comme le montre la figure 2.35(a), ceci est très difficile à obtenir sur une éprouvette cylindrique et brillante dans un environnement lumineux. Il faut donc faire un prétraitement de l'image afin de lui donner une couleur homogène comme sur la figure 2.35(b). En appliquant un filtre spécialisé, les bords sont ensuite facilement détectés (cf. figure 2.35(c)). L'opération de retouche d'image étant très longue et fastidieuse, cette méthode s'est avérée inefficace pour l'exploitation de plusieurs essais. Elle a donc été abandonnée.
3. La troisième méthode est la mesure *manuelle* du diamètre de l'éprouvette sur quelques images clés de l'essai. A titre d'exemple, la figure 2.36 montre

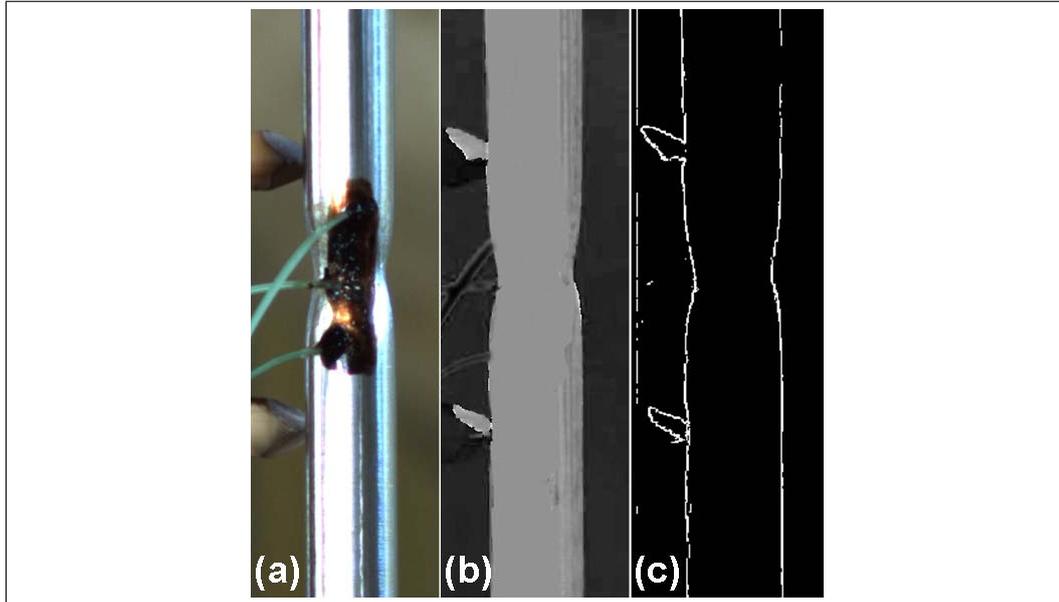


FIGURE 2.35: *Détection des bords de l'éprouvette*

l'évolution du diamètre d'une éprouvette au cours d'un essai à 300 °C. A partir de cette mesure de diamètre, l'évolution de la section est évaluée en fonction de la déformation mesurée par l'extensomètre. La figure 2.37 en est un exemple. Cette courbe montre que la section de l'éprouvette diminue fortement dès le début de l'essai de traction.

Cette dernière méthode a été choisie pour évaluer l'évolution de la section de l'éprouvette au cours de l'essai. La contrainte vraie de Cauchy peut être calculée en divisant l'effort par la section instantanée. Le calcul des contraintes ainsi réalisé est précis mais la triaxialité des contraintes lors de la striction a été négligée. En effet, en raison de la localisation des déformations, les contraintes ne sont plus uniaxiales lors de la striction. Le simple calcul des contraintes vraies qui divise l'effort par la section n'est donc plus valable. La distribution des contraintes lors de la striction peut être prise en compte en multipliant la contrainte vraie précédemment calculée par le facteur de Bridgman [DIE 61, BRI 44].

Bridgman a mené une analyse mathématique qui permet de corriger les contraintes vraies en utilisant le rayon de l'éprouvette a dans la zone de striction et le rayon R du contour de la striction. Les deux rayons a et R sont représentés sur le schéma de la figure 2.38(a). La figure 2.38(b) donne un exemple de la mesure du rayon du contour de la zone de striction. La mesure des rayons a et R a été réalisée à l'aide du logiciel ImageJ.

Le facteur de Bridgman est donné par la relation suivante :

$$F_{Bridgman} = \frac{1}{(1 + 2R/a) \ln(1 + a/(2R))} \quad (2.10)$$

2. Le comportement mécanique du 6061

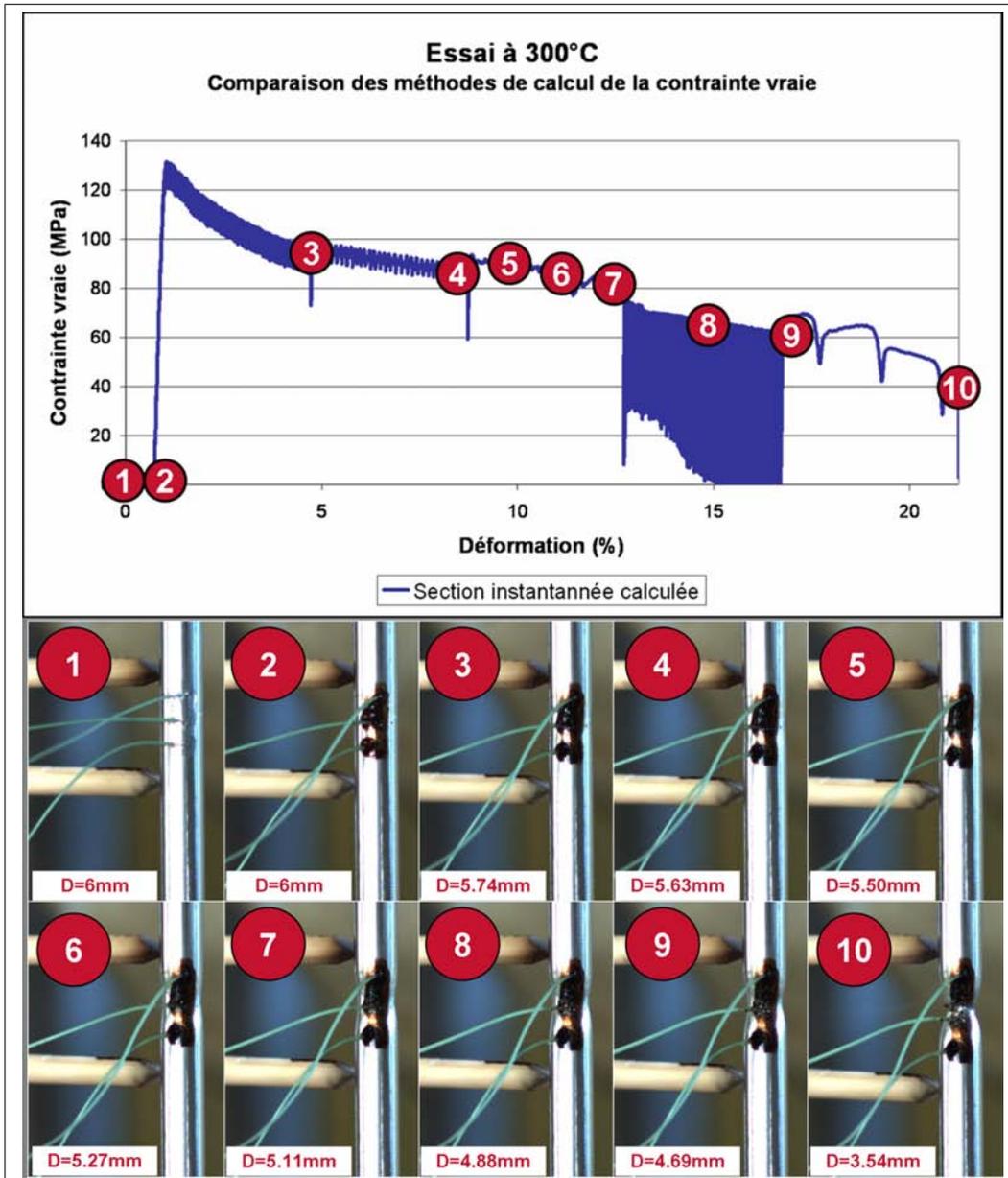


FIGURE 2.36: Evolution du diamètre d'une éprouvette au cours d'un essai de traction à 300 °C

La contrainte de Bridgman est ensuite calculée en multipliant la contrainte vraie de Cauchy par le facteur de Bridgman, soit :

$$\sigma_{Bridgman} = F_{Bridgman} \times \sigma_{Cauchy} \quad (2.11)$$

Le rayon R évolue au cours de l'essai ; lorsqu'il n'y a pas de striction il est infini et le facteur de Bridgman $F_{Bridgman}$ vaut 1. Cela signifie que la contrainte de

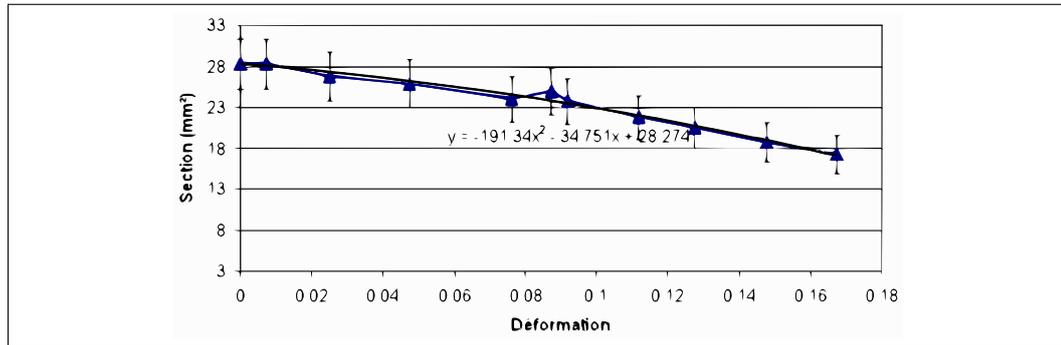


FIGURE 2.37: Evolution de la section en fonction de la déformation mesurée avec l'extensomètre

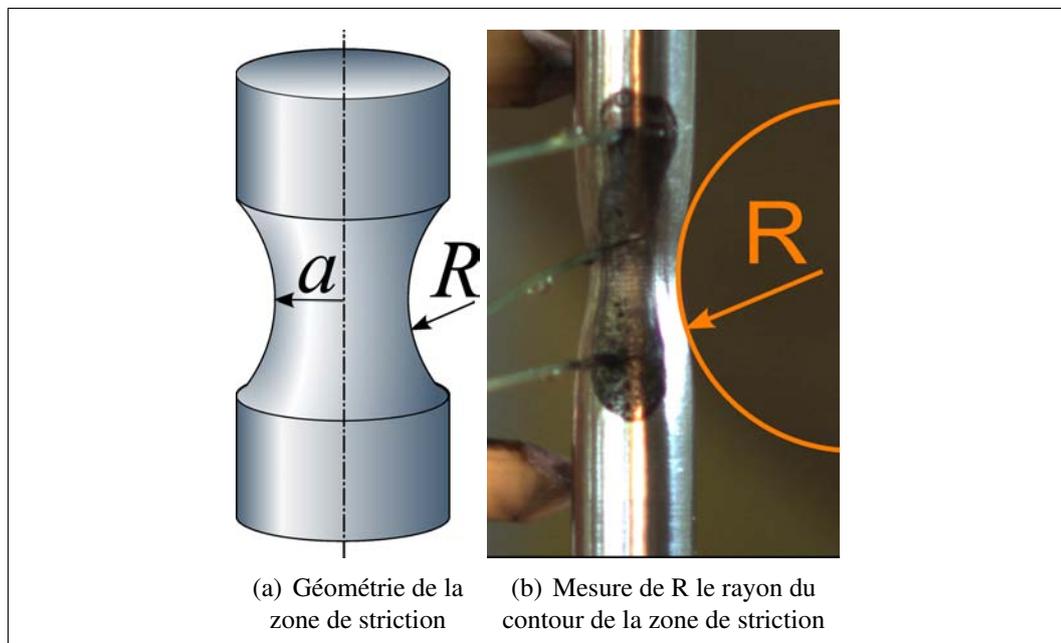


FIGURE 2.38: Mesure des rayons nécessaires au calcul du facteur de Bridgman

Bridgman $\sigma_{Bridgman}$ est égale à la contrainte vraie de Cauchy σ_{Cauchy} précédemment calculée. En revanche, lorsqu'il y a apparition de la striction, R devient mesurable et le facteur de Bridgman est inférieur à 1 ($F_{Bridgman} < 1$). La contrainte de Bridgman est donc plus faible que la contrainte de Cauchy dans la zone de striction ($\sigma_{Bridgman} < \sigma_{Cauchy}$). La figure 2.39 représente l'évolution du facteur de Bridgman en fonction de la déformation mesurée grâce à l'extensomètre.

La contrainte de Bridgman ainsi calculée est habituellement considérée comme étant la contrainte le plus proche de la réalité. Elle est donc utilisée lors de l'explo-

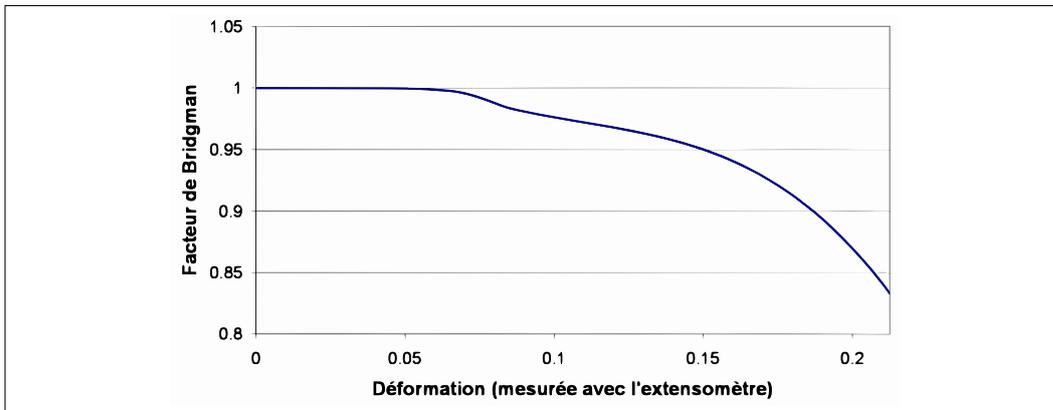


FIGURE 2.39: Evolution du facteur de Bridgman en fonction la déformation mesurée par l'extensomètre

tation des essais de traction et permet ainsi de commenter les résultats.

Il a été montré que la striction avait un effet important sur les contraintes et sur l'exploitation des résultats. La striction a également un effet non négligeable sur les mesures de déformation. En effet, les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre à pointes en céramique. Lorsque la striction n'est pas encore apparue les mesures de l'extensomètre sont très précises car la déformation est homogène entre les deux branches de l'extensomètre. En revanche, lorsque la striction apparaît, les déformations se localisent et la zone entre les deux branches ne s'allonge pas de manière homogène. Les mesures sont donc erronées. Pour éviter ce problème, les déformations vraies ont été réévaluées dès que le début de la striction est détecté. De manière générale elles sont définies par :

$$\epsilon_{vraie} = \ln \left(\frac{L}{L_0} \right) \quad (2.12)$$

En considérant le volume constant l'équation 2.12 devient :

$$\epsilon_{vraie} = \ln \left(\frac{A_0}{A_i} \right) = \ln \left(\frac{D_0^2}{D_i^2} \right) = 2 \ln \left(\frac{D_0}{D_i} \right) \quad (2.13)$$

A_0 étant la section initiale, A_i la section instantanée, D_0 et D_i sont respectivement le diamètre initial et le diamètre instantané.

Pour plusieurs essais de traction à chaud, l'effort mesuré diminue dès le début du domaine plastique à cause d'un adoucissement du matériau. Il n'est donc pas possible de détecter la striction avec les mesures d'effort contrairement à l'étude effectuée à température ambiante. Il a été expliqué précédemment que le rayon R utilisé pour le calcul du facteur de Bridgman est infini s'il n'y a pas de striction. Il

n'est, dans ce cas, pas possible de le mesurer. L'apparition de la striction peut alors être définie comme étant le moment pour lequel il est possible de mesurer le rayon R du contour de la zone de striction, c'est-à-dire dès que $F_{Bridgman} < 1$.

La figure 2.40 présente les courbes de traction tracées avec les différentes contraintes et déformations calculées pour une éprouvette chauffée à 200 °C.

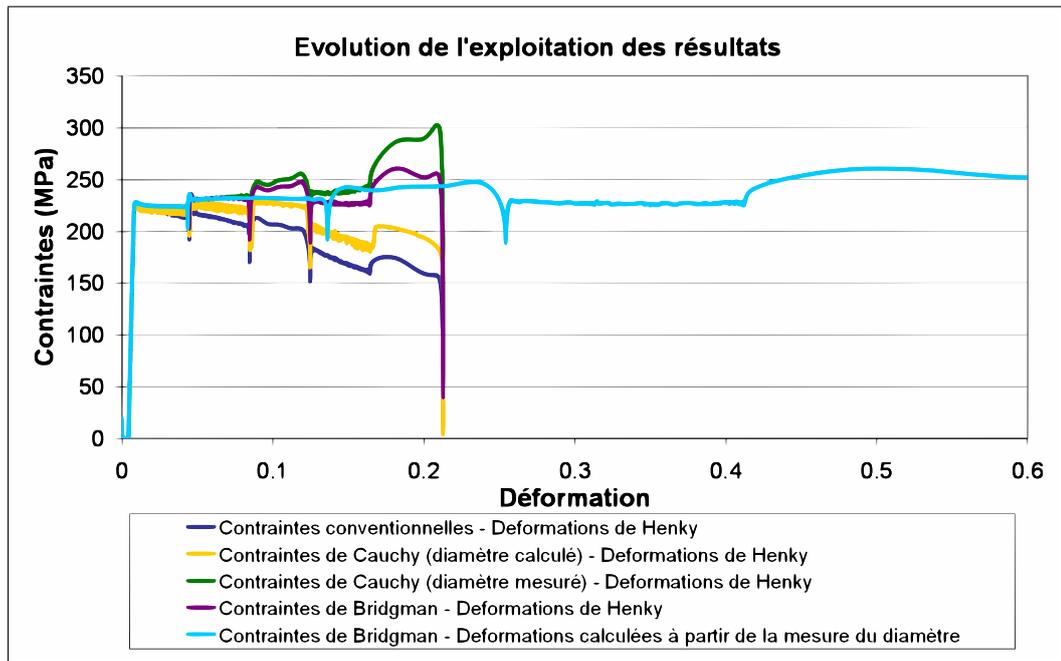


FIGURE 2.40: Exploitation des essais de traction à chaud, de la contrainte conventionnelle à la contrainte de Bridgman et de la déformation mesurée par l'extensomètre à la déformation vraie.

Remarque : malgré la configuration des capteurs de la machine de traction, les mesures sont bruitées par les perturbations causées par le champ magnétique. Ces perturbations provoquent des « pics » réguliers (comme ceux visibles sur la courbe en figure 2.36). Il est possible de les filtrer en post-traitement. Toutes les courbes présentées dans la suite de ce mémoire ont été filtrées.

2.5.2 Essais lors du chauffage (Caractérisation de l'état T6)

Les premiers essais effectués à chaud sont la caractérisation de l'état T6 à différentes températures. Il s'agit de chauffer les éprouvettes jusqu'à la température d'essai puis de maintenir cette température pendant toute la durée de l'essai de traction. La figure 2.25(a), en page 77, schématise le déroulement de l'essai. Pour les

2. Le comportement mécanique du 6061

raisons expliquées en 2.5.1, les résultats sont donnés sous forme de courbes de traction traçant la contrainte de Bridgman en fonction de la déformation vraie évaluée grâce aux mesures de l'évolution du diamètre.

Les courbes tracées figure 2.41 montrent les courbes de traction obtenues lors de différents essais à chaud. La figure 2.42 est un zoom sur le début des courbes afin d'observer plus facilement le domaine élastique. La déformation thermique n'a pas été soustraite des résultats, ce qui explique le décalage initial des courbes²¹.

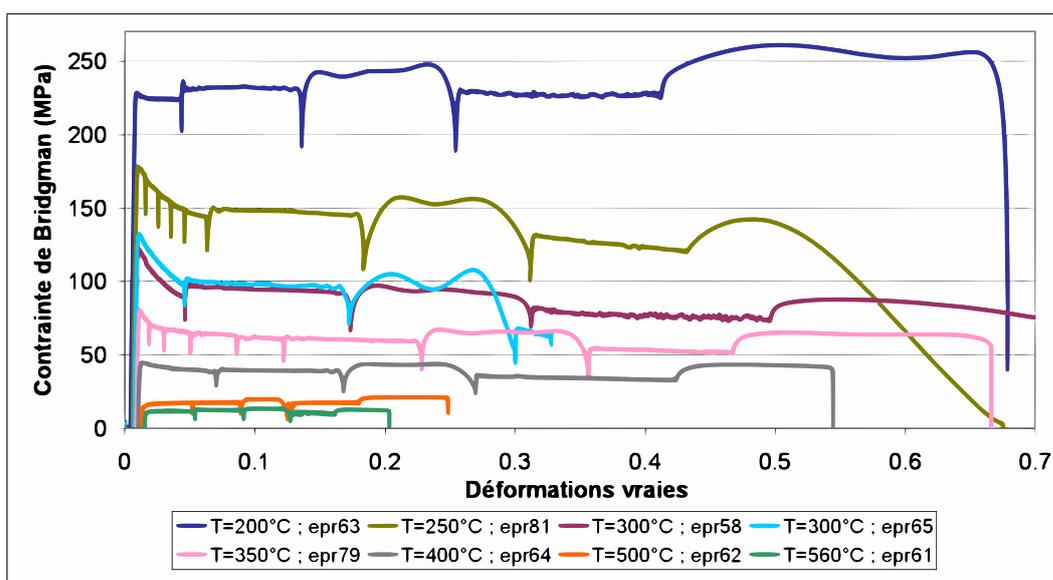


FIGURE 2.41: Caractérisation à chaud de l'état T6 - Courbes de traction (Déformation thermique non soustraite)

Pour les températures d'essai allant de 250 °C à 400 °C, les courbes présentent un fort adoucissement au début du domaine plastique. L'exploitation des résultats précédemment présentée élimine l'effet de la réduction de section sur l'adoucissement. Ainsi, l'adoucissement observé est uniquement causé par des effets métallurgiques se produisant pendant l'essai. Cette hypothèse est validée par les essais présentés en section 2.5.4. Cet adoucissement est très certainement provoqué soit par une mise en solution des précipités au cours de l'essai soit par une coalescence des précipités. Dans tous les cas, ces deux phénomènes conduisent à une population de précipités moins durcissants, l'état T6 se dégrade pendant l'essai.

Pour les essais effectués à 500 et 560 °C, aucun adoucissement n'est observé. Ceci est lié au fait que la cinétique de dissolution des précipités est très rapide à ces températures et l'état métallurgique est déjà stable avant de commencer l'essai de traction.

²¹ Plus la température d'essai est élevée et plus la déformation thermique est grande donc plus le décalage est important.

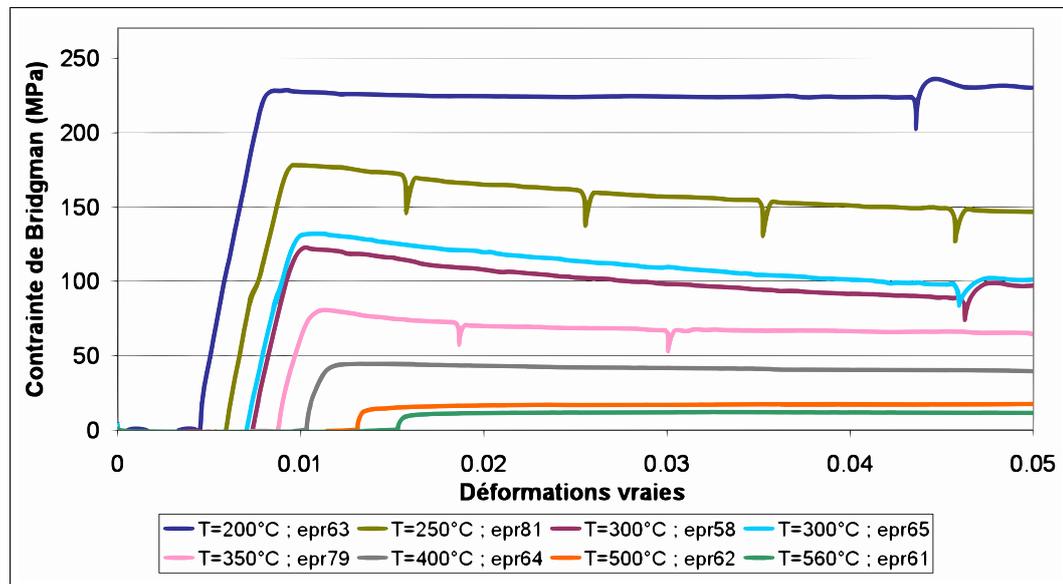


FIGURE 2.42: *Caractérisation à chaud de l'état T6 - Domaines élastiques (Déformation thermique non soustraite)*

Les résultats ainsi présentés sont assez surprenants et ne sont pas courants dans la littérature. En effet, tous les essais de traction à chaud issus de la littérature sont menés après un temps de maintien relativement long avant l'essai. Ceci permet de stabiliser l'état métallurgique et de ne pas avoir d'évolution au cours de l'essai de traction. Dans ce cas là, le matériau testé n'est plus du tout à l'état T6 et son état de précipitation (et donc ses propriétés mécaniques) n'est plus celui du matériau initial. Dans le cas des actions de qualification anticipée du caisson, les caractéristiques mécaniques du matériau seront utilisées pour la simulation numérique du soudage. Lors d'une opération de soudage il n'y a aucun maintien en température. Ainsi, les essais proposés sont plus proches de la problématique du soudage et les propriétés mécaniques mesurées sont ainsi plus justes et plus facilement utilisables que celles trouvées dans la littérature.

Les courbes globales de la figure 2.41 permettent également de déterminer les paramètres d'érouissage et de viscosité grâce aux trois vitesses de déformation utilisées. L'identification de ces paramètres n'a finalement pas été accomplie.

Remarque : les éprouvettes chauffées à 500 et 560 °C ne se sont pas rompues au centre de l'éprouvette (entre les branches de l'extensomètre) mais sur le bord de l'éprouvette. Cela signifie qu'il n'y pas eu de striction dans la zone de mesure, ce qui explique le faible allongement mesuré, mais en aucun cas il ne correspond à l'allongement à la rupture pour les températures considérées. Le modèle thermique, simulant l'évolution de température dans l'éprouvette, présenté au chapitre 4 per-

mettra de définir la température exacte du point de rupture de l'éprouvette.

La figure 2.42 montre le domaine élastique de chaque essai. Cette figure met en évidence que la limite d'élasticité diminue fortement avec la température. Elle passe de 228 MPa à 200 °C à 9,7 MPa à 560 °C. La figure 2.43 trace l'évolution de la limite d'élasticité σ_y en fonction de la température d'essai. Cette courbe montre que σ_y diminue avec la température jusqu'à atteindre sa valeur asymptotique à 560 °C.

De plus, les valeurs mesurées sont très proches des valeurs issues de la littérature [DEV 92b] malgré le maintien de 30 min en température. Pour une température inférieure à 250 °C les valeurs sont identiques, certainement parce que le temps de maintien est trop court et la température trop faible pour avoir une influence. En revanche, si elle est plus élevée, une différence apparaît : les valeurs de la littérature sont plus faibles car la microstructure a évolué pendant le temps de maintien.

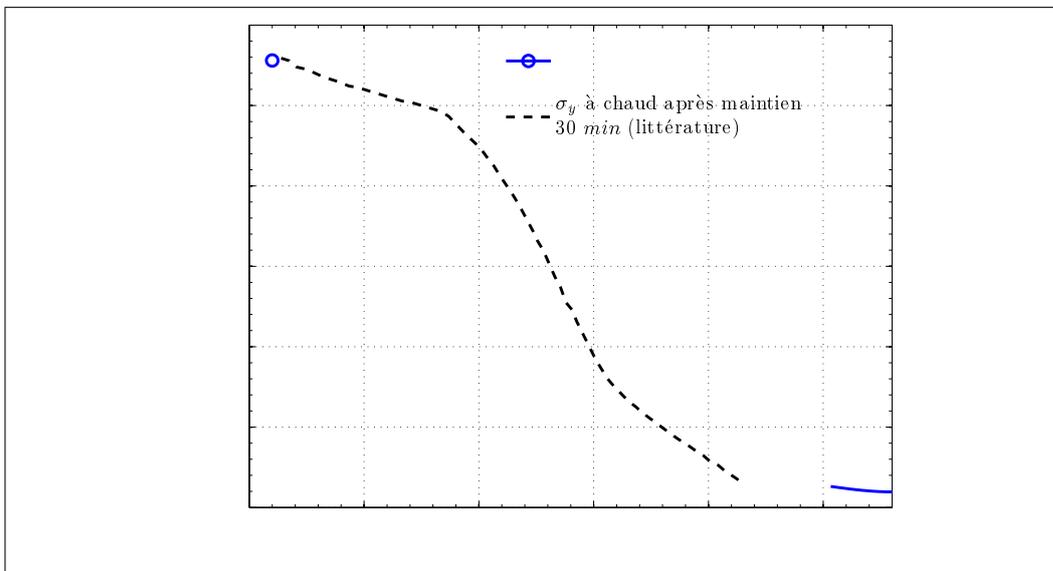


FIGURE 2.43: Caractérisation à chaud de l'état T6 - Evolution de la limite d'élasticité σ_y en fonction de la température d'essai

La limite d'élasticité est facilement mesurable car le domaine plastique est bien distinct du domaine élastique. En revanche, il est difficile de mesurer précisément le module de Young sur les essais à chaud ; d'une part à cause des efforts mis en jeu qui sont trop faibles²² ; et d'autre part à cause de la pente à l'origine qui n'est pas toujours de très bonne qualité en raison des perturbations provoquées par le champ magnétique. Il faudrait beaucoup d'essais identiques à chaque température pour faire une moyenne et obtenir des résultats plus précis. Toutefois, les mesures de module d'élasticité ont été accomplies avec les résultats disponibles et la figure 2.44

²²Notamment lorsque la température est élevée.

en présente l'évolution en fonction de la température d'essai. Cette courbe montre que le module de Young à 200 °C est très proche de celui mesuré à température ambiante. Ensuite, le module d'élasticité chute rapidement, il passe de 68 GPa à 200 °C à 26,7 GPa à 560 °C. Ceci représente une diminution de 60,7 %.

L'évolution ainsi observée est proche de ce qui peut être trouvé dans la littérature [SHA 00]. Il existe toutefois des différences auxquelles il est difficile d'associer une explication car les conditions des essais ne sont pas données dans l'article en question.

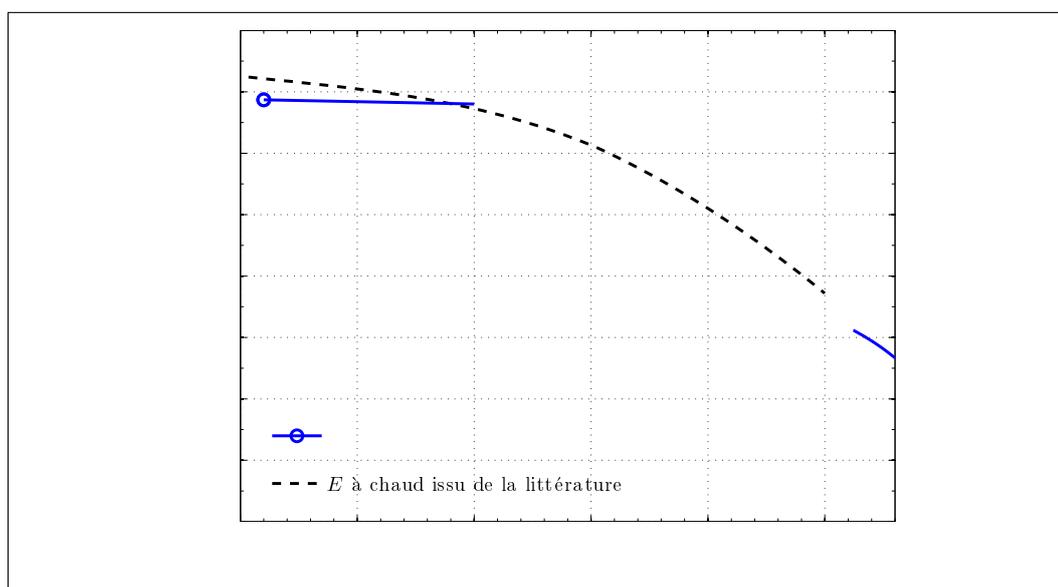


FIGURE 2.44: Caractérisation à chaud de l'état T6 - Evolution du module de Young E en fonction de la température d'essai

2.5.3 Essais lors du refroidissement (Caractérisation de l'état O)

Les essais dont les résultats sont présentés dans ce paragraphe, ont été menés dans les mêmes conditions que les essais précédents. Seules les histoires thermiques utilisées diffèrent. En effet, les éprouvettes disponibles sont en alliage 6061-T6. Elles ont donc été chauffées à 560 °C, à la vitesse de 15 °C/s, afin de mettre en solution tous les précipités présents dans la matrice du matériau²³, elles sont tout de suite refroidies jusqu'à la température d'essai T_{essai} . Cette température est ensuite maintenue pendant tout l'essai. Ces essais reviennent à mesurer les propriétés mécaniques du matériau lors du refroidissement après un chauffage préalable. Des essais de ce type n'existent pas dans la littérature. Pourtant les propriétés du matériau sont très différentes lors du refroidissement et celui-ci joue un rôle déterminant dans la création de contraintes internes dans une opération de soudage. Ces résultats pourront ainsi être utilisés lors de la simulation numérique du soudage car ils sont beaucoup plus proches de l'opération de soudage que tous les résultats donnés par la littérature.

Comme pour l'étude précédente, les courbes de traction tracées représentent la contrainte de Bridgman en fonction de la déformation vraie estimées à partir de l'évolution du diamètre de l'éprouvette au cours de l'essai. La figure 2.45 montre les courbes dans leur globalité et la figure 2.46 montre le début des courbes afin d'observer plus facilement les domaines élastiques.

La première remarque qui peut être faite est que le comportement des éprouvettes testées à 300 ; 400 ; 500 et 560 °C est similaire à celui observé sur les éprouvettes de l'étude précédente. Toutefois les courbes ne présentent pas d'adoucissement dans le domaine plastique. En effet, ces éprouvettes ayant été préalablement chauffées à 560 °C, tous les précipités sont en solution au début de l'essai. Il ne peut donc pas avoir de dissolution ou coalescence des précipités pendant l'essai, ce qui était une cause de la diminution de la contrainte admissible par le matériau dans le cas précédent.

En revanche, les deux éprouvettes testées à 200 °C présentent un comportement complètement différent. Un fort écrouissage est observé et la rupture est très vite atteinte en dehors de la zone de mesure. La température de 200 °C est proche de la température de revenu habituellement utilisée. A cette température beaucoup de précipités durcissants se forment pendant l'essai. Ces précipités augmentent la tenue mécanique du matériau et ainsi la contrainte admissible mesurée augmente fortement pendant l'essai. Ce phénomène est rarement pris en compte lors de la simulation du soudage qui utilise des résultats, issus de la littérature, effectués avec un temps de maintien en température avant l'essai de traction. Les chargements thermiques utilisés ici sont très proches du soudage, ce qui signifie que ce phénomène de précipitation a également lieu lors de l'opération de soudage. Il doit alors être

²³Il a été expliqué au paragraphe 2.4.3 en page 84 qu'il n'est pas nécessaire de faire un maintien en température pour aboutir à l'état O.

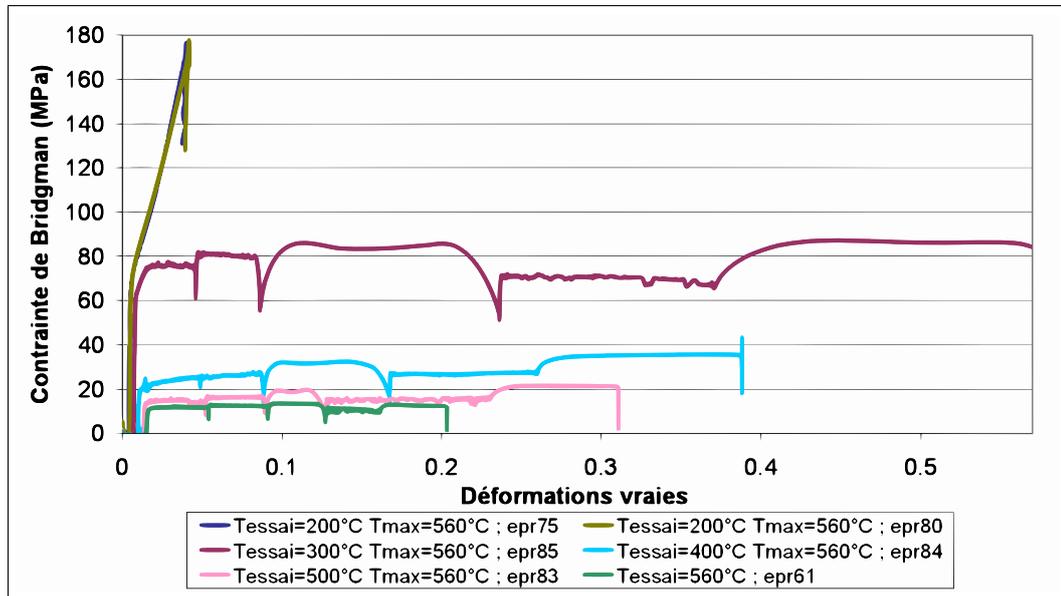


FIGURE 2.45: Caractérisation à chaud de l'état O - Courbes de traction (Déformation thermique non soustraite)

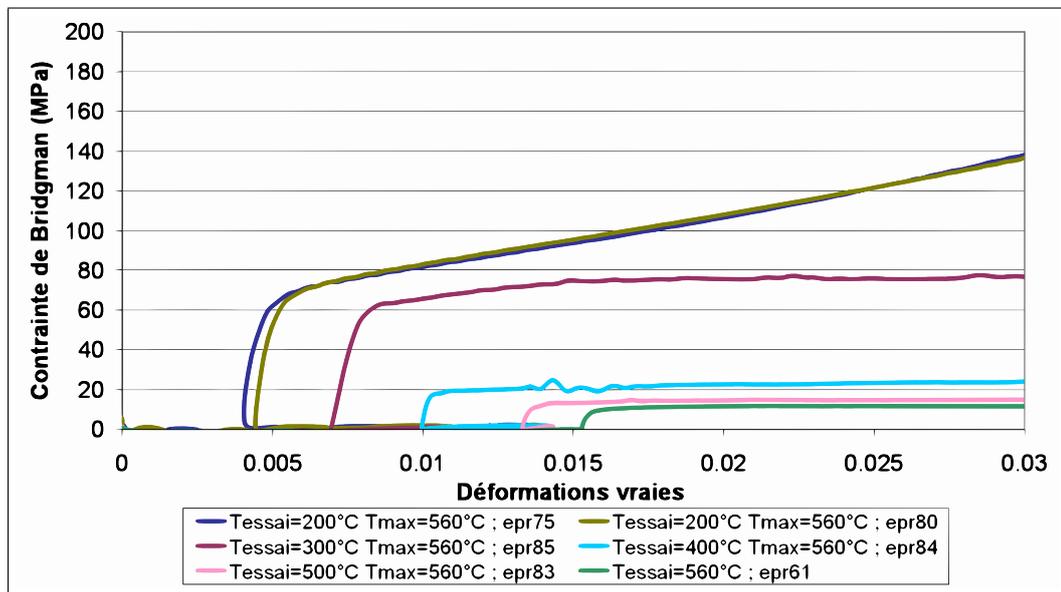


FIGURE 2.46: Caractérisation à chaud de l'état O - Domaines élastiques (Déformation thermique non soustraite)

pris en compte lors de l'utilisation de loi de comportement à chaud permettant la simulation numérique du soudage.

Les limites d'élasticité sont ensuite mesurées pour chaque essai. La figure 2.47 en montre l'évolution en fonction de la température d'essai²⁴. Tout d'abord, l'essai effectué à 560 °C est le même que celui mené dans le cas de l'investigation de l'état T6. La limite d'élasticité augmente légèrement lorsque la température d'essai diminue jusqu'à 400 °C. Cette augmentation s'accroît entre 400 et 300 °C et enfin ralentit jusqu'à température ambiante. La limite d'élasticité passe de 9,7 MPa à 560 °C à 62 MPa à 200 °C.

Les limites d'élasticité étant faibles pour chacun des essais, il est impossible de mesurer précisément le module de Young. L'évolution de ce module avec la température d'essai n'est donc pas présentée.

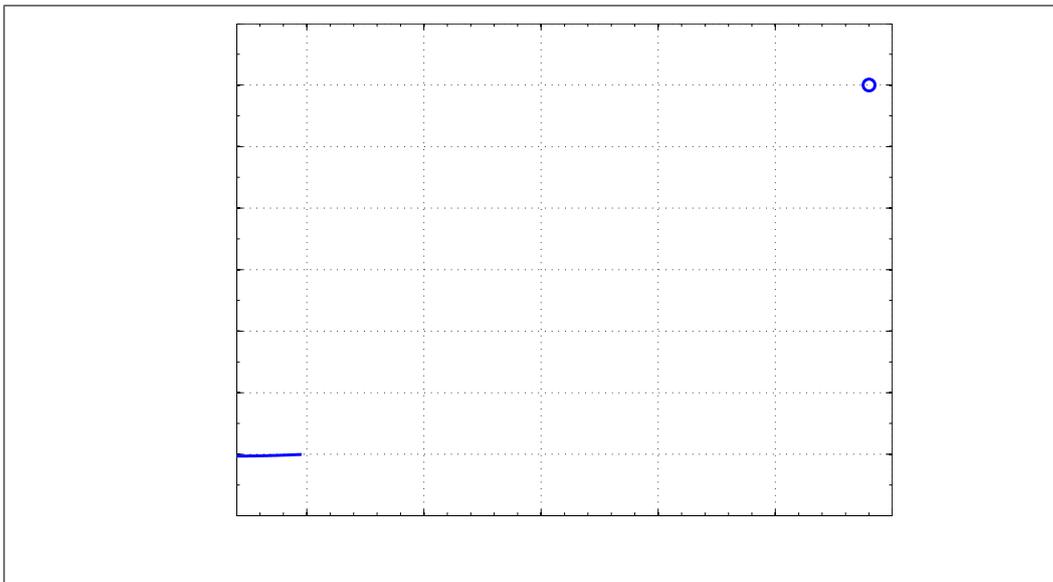


FIGURE 2.47: *Caractérisation à chaud de l'état O - Evolution de la limite d'élasticité σ_y en fonction de la température d'essai*

2.5.4 Etude de deux cas particuliers

L'intérêt d'étudier plus précisément des cas particuliers est de mieux comprendre les phénomènes qui influent sur les résultats des essais de traction. Pour cela les deux cas suivants sont détaillés :

²⁴Les essais étant effectués lors du refroidissement, l'axe des abscisse de la courbe, représentant la température d'essai, est décroissant.

- la caractérisation du 6061-T6 sous différents états à 300 °C, lors du chauffage ou lors du refroidissement ;
- la caractérisation de l'état O à 200 °C.

2.5.4.1 Caractérisation du matériau à 300 °C

Le but des premiers essais présentés dans ce paragraphe est de comprendre et valider l'explication donnée précédemment justifiant l'adoucissement dans le domaine plastique.

La figure 2.48 montre les courbes de traction obtenues pour trois configurations d'essai. La première courbe (éprouvette 58) est la courbe déjà présentée sur la figure 2.41 en page 94. La courbe orange (éprouvette 74) a été réalisée en conservant la vitesse de déformation lente jusqu'à la fin de l'essai puis, l'essai représenté par la courbe verte (éprouvette 86) a été fait après un temps de maintien de 20 min²⁵ à 300 °C avant de faire l'essai de traction.

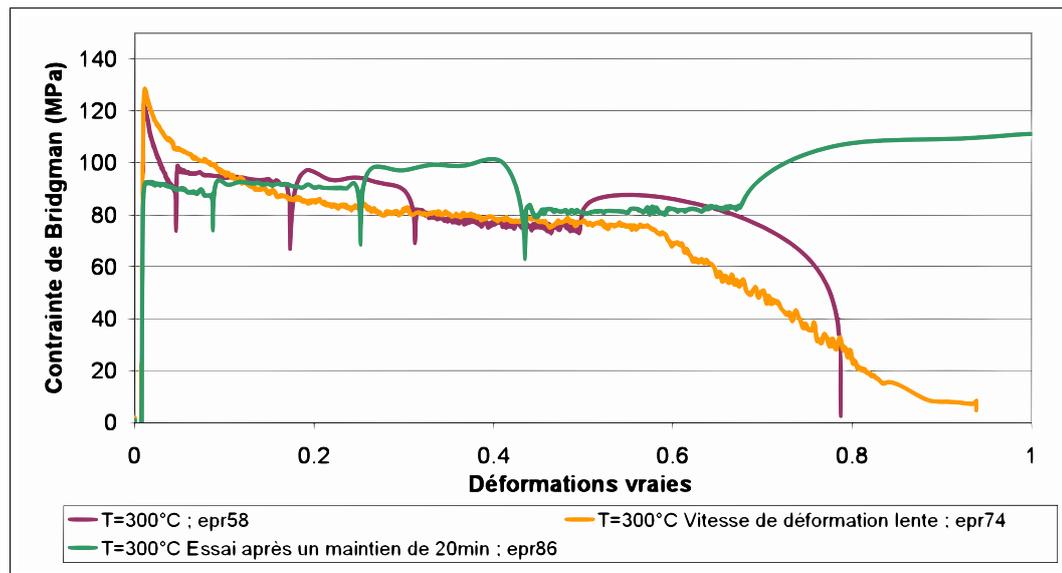


FIGURE 2.48: Caractérisation de l'état T6 à 300 °C - Comparaison de différents types d'essai

Pour tous les essais à chaud présentés dans ce rapport, la striction apparaît tôt. Elle apparaît pour une déformation mesurée de l'ordre de 5 %. Ceci correspond au moment de changement de vitesse de déformation. Il a d'abord été pensé que le changement de vitesse amorçait et accentuait l'effet de la striction. L'essai effectué à vitesse constante montre que, même sans changer la vitesse de déformation,

²⁵Cette durée correspond à la durée d'un essai de traction jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

la striction apparaît de la même manière et le comportement de l'éprouvette est similaire.

Il a été dit plus haut que l'adoucissement est certainement causé par une modification de la microstructure pendant l'essai de traction (dissolution ou coalescence des précipités). Cette hypothèse est validée grâce à un essai avec un temps d'attente de 20 min qui est représentatif de la durée d'un essai de traction. Or l'éprouvette maintenue en température avant essai (éprouvette 86) présente des caractéristiques différentes. En effet, la limite élastique a diminué et l'adoucissement est beaucoup plus faible. Ceci valide l'hypothèse d'une évolution métallurgique au cours de l'essai. L'éprouvette 86 est plus proche de son état métallurgique d'équilibre que l'éprouvette 58, l'évolution métallurgique au cours de l'essai est dans ce cas moins intense, ce qui se traduit par un adoucissement plus faible.

Ensuite, des essais effectués à 300 °C pour différentes températures atteintes permettent également de valider l'hypothèse. La figure 2.49 montre les courbes de traction pour un essai à 300 °C (éprouvette 58, courbe violette) puis pour un essai à 300 °C après un chauffage (sans maintien) à 560 °C (éprouvette 85, courbe orange) et enfin un essai à 300 °C après un chauffage à 400 °C (éprouvette 77, courbe verte). Seule l'éprouvette 85, qui correspond à l'état O, ne présente pas d'adoucissement. En effet, elle ne contient aucun précipité au début de l'essai de traction, il y a sans doute une évolution métallurgique au cours de l'essai mais celle-ci n'entraîne pas de variation de la résistance du matériau. Enfin, l'essai avec un chauffage préalable à 400 °C présente un adoucissement moins important que dans le cas où il n'y a pas de chauffage à température plus élevée car, il y a moins de précipités au début de l'essai (certains précipités se sont déjà dissous ou ont déjà coalescé lors du chauffage à 400 °C).

2.5.4.2 Caractérisation de l'état O à 200 °C

La dernière étude menée est l'étude de l'état O²⁶ à 200 °C. Le paragraphe 2.5.3 montre que les éprouvettes à l'état O testées à 200 °C présentent un fort écrouissage causé par la précipitation de phases durcissantes pendant l'essai de traction. Afin de valider cette hypothèse, un essai à plus haute vitesse de déformation a été réalisé. La vitesse de déformation utilisée pour le domaine élastique est la même que précédemment ($\dot{\epsilon} = 8.10^{-5} s^{-1}$) puis elle est augmentée à $\dot{\epsilon} = 4.10^{-4} s^{-1}$ dans le domaine plastique. La courbe de traction ainsi obtenue présentée en figure 2.50 montre que la pente d'écrouissage mesurée pour cet essai est plus faible que dans les cas précédents. Cela signifie que pour une déformation donnée la contrainte mesurée est plus faible. En effet, l'essai étant plus rapide, pour une déformation donnée, moins de précipités se sont formés. Ceci valide le fait que la forte pente d'écrouissage observée pour la caractérisation de l'état O à 200 °C est causée par la formation de précipités au cours de l'essai.

²⁶Eprouvettes chauffées à 560 °C puis refroidies jusqu'à la température d'essai.

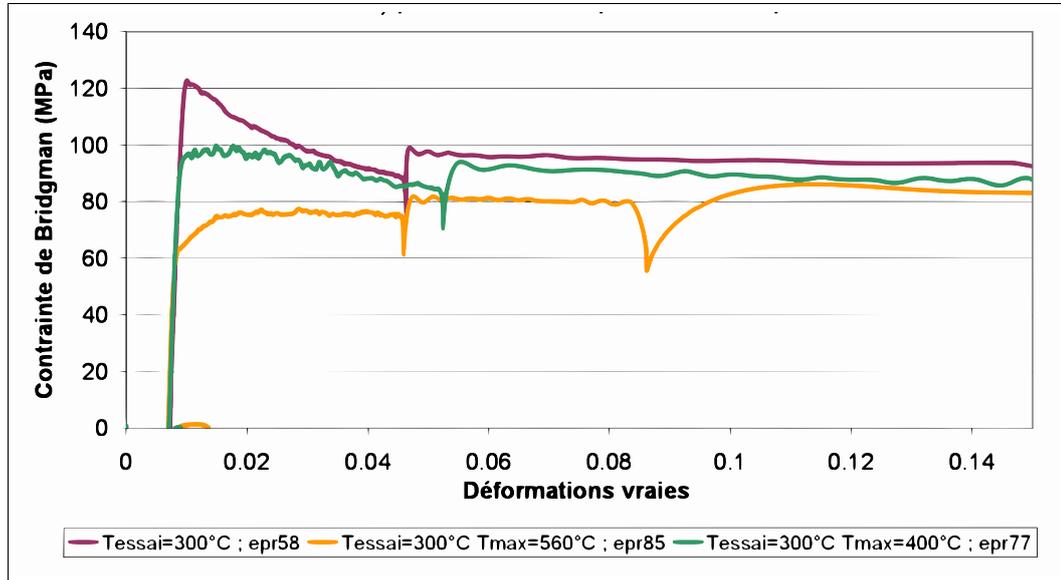


FIGURE 2.49: Caractérisation du 6061 à 300 °C pour différentes températures atteintes

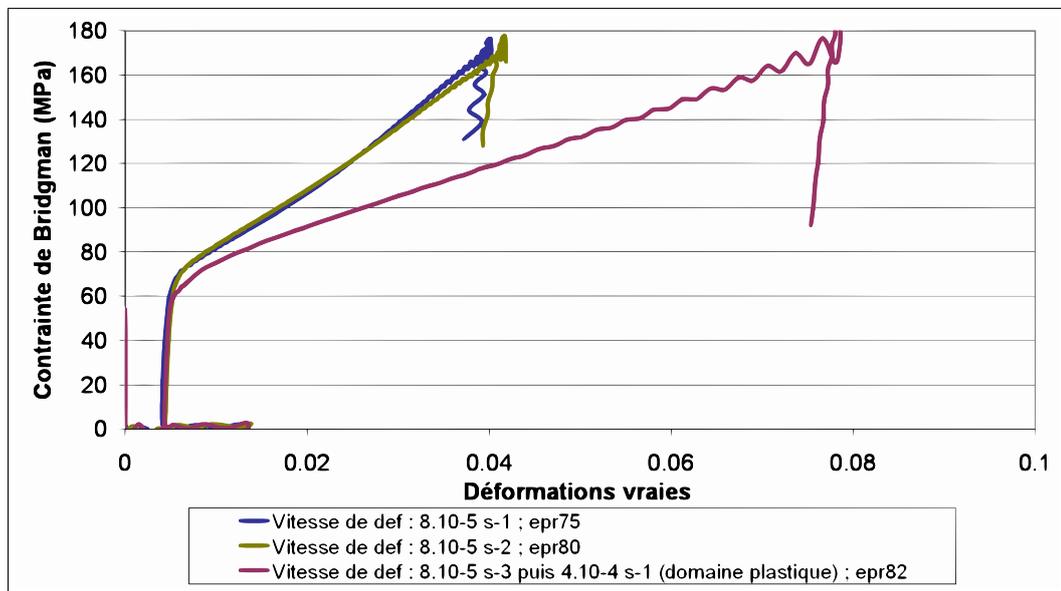


FIGURE 2.50: Caractérisation de l'état O à 200 °C - Comparaison de vitesses de déformation

2.6 Bilan des résultats

Ce chapitre décrit les campagnes expérimentales de caractérisation mécanique du 6061. L'étude préliminaire du soudage FE a permis de définir les chargements thermiques utilisés lors des essais de traction. Ils sont représentatifs de l'évolution de température observée dans la ZAT de la soudure et peuvent être schématisés par une historique thermique en triangle (chauffage à vitesse constante jusqu'à une température définie puis refroidissement naturel sans aucun maintien en température).

Lors de l'étude des caractéristiques à température ambiante, les influences de la température atteinte et de la vitesse de chauffage ont été abordées séparément. Il en ressort que le chauffage de l'éprouvette implique une diminution des propriétés mécaniques du matériau à température ambiante. En résumé, la limite d'élasticité diminue si la température atteinte augmente. $Rp_{0,2}$ passe de 278 MPa pour l'état T6 sans chargement thermique à 70 MPa pour une température atteinte de 560 °C. Une investigation à 560 °C montre que cette dernière valeur correspond à la limite d'élasticité à 0,2 % de l'état O. De plus, pour une température atteinte donnée, la vitesse de chauffage présente une influence non négligeable sur les propriétés mécaniques du matériau. Par exemple, pour une température atteinte de 400 °C, la limite d'élasticité augmente de 96 MPa pour une vitesse de chauffage de 0,5 °C/s à 170 MPa pour une vitesse de chauffage de 200 °C/s. Par ailleurs, les essais de traction à température ambiante montrent que le module de Young diminue si la température atteinte augmente.

Les propriétés mécaniques du matériau ont été mesurées à chaud pour deux états métallurgiques initiaux, l'un étant l'état T6 et l'autre l'état O. Cela revient à caractériser le matériau lors du chauffage puis lors du refroidissement après un chauffage à 560 °C. De tels essais montrent que, lors du chauffage, la limite d'élasticité diminue avec la température d'essai. Elle passe de 228 MPa à 200 °C à 9,7 MPa à 560 °C. Elle ré-augmente ensuite lors du refroidissement pour atteindre 70 MPa à température ambiante.

Une observation importante a été effectuée lors des essais à chaud qui n'est pas habituelle dans la littérature. Un adoucissement dans la partie plastique du matériau a été observé lors des caractérisations de l'état T6. Cet adoucissement est causé par une évolution de microstructure pendant l'essai de traction. La population de précipités durcissants évolue au cours de l'essai ; ce qui a pour effet de faire diminuer la contrainte admissible du matériau. De plus, pour les essais à 200 °C de l'état O, le matériau présente une forte pente d'écrouissage provoquée par la germination de précipités durcissants pendant l'essai. L'étude métallurgique du matériau présentée au chapitre suivant permet de mieux comprendre ces phénomènes.

Chapitre 3

Le comportement métallurgique du 6061

L'état métallurgique du 6061 est étudié expérimentalement et numériquement. Ce chapitre décrit tout d'abord les campagnes expérimentales en DNPA et MET. Les observations et mesures montrent que la population de précipités évolue avec le chargement thermique subi par le matériau. Un modèle thermodynamique permet ensuite de reproduire numériquement l'évolution de la taille et de la fraction volumique des précipités.

Sommaire

| | | |
|------------|--|------------|
| 3.1 | Introduction | 107 |
| 3.2 | Mesures par Diffusion de Neutrons aux Petits Angles | 108 |
| 3.2.1 | Principe de la DNPA | 109 |
| 3.2.2 | Traitements des mesures | 111 |
| 3.2.3 | Exploitation des résultats | 116 |
| 3.2.4 | Influence de la température atteinte | 119 |
| 3.2.5 | Influence de la vitesse de chauffage | 121 |
| 3.3 | Observations par Microscopie Electronique en Transmission (MET) | 125 |
| 3.3.1 | Observations de l'état T6 en HRTEM | 125 |
| 3.3.2 | Observations de l'évolution de la microstructure en MET classique | 128 |
| 3.3.2.1 | Comparaison de trois états de précipitation | 130 |
| 3.3.2.2 | Evaluation de la fraction volumique des précipités | 132 |

| | | |
|------------|--|------------|
| 3.4 | Modélisation métallurgique (PreciSo) | 136 |
| 3.4.1 | Les données d'entrée du modèle | 136 |
| 3.4.2 | Initialisation du modèle | 140 |
| 3.4.2.1 | Calcul des teneurs initiales | 140 |
| 3.4.2.2 | Calcul de la fraction volumique initiale des précipités | 141 |
| 3.4.2.3 | Calcul des fractions atomiques initiales restant en solution | 141 |
| 3.4.3 | Modélisation des phénomènes métallurgiques | 142 |
| 3.4.3.1 | Calcul de la sursaturation | 143 |
| 3.4.3.2 | Modélisation de la germination | 144 |
| 3.4.3.3 | Modélisation de la croissance des précipités | 148 |
| 3.4.3.4 | Mise à jour des fractions atomiques et du pas de temps | 151 |
| 3.4.4 | Résultats | 152 |
| 3.4.4.1 | Représentation de l'état T6 | 152 |
| 3.4.4.2 | Modélisation de chargements thermiques | 153 |
| 3.4.5 | Améliorations à apporter - Modèle à deux phases | 159 |
| 3.5 | Bilan des résultats | 162 |

3.1 Introduction

Ce chapitre décrit les actions menées dans le but de comprendre le comportement métallurgique du 6061, des observations expérimentales à la modélisation.

Le comportement mécanique du 6061-T6 étudié au chapitre 2 met clairement en évidence que le chauffage du matériau influe très fortement sur ses propriétés mécaniques du fait de l'évolution de la microstructure. Or l'alliage d'aluminium 6061 est un alliage à durcissement structural dont les propriétés mécaniques sont directement liées aux précipités présents dans le matériau. Ces précipités constituent des obstacles au mouvement des dislocations ce qui provoque le durcissement structural.

Afin de mieux comprendre l'évolution des propriétés mécaniques du matériau, il est important de comprendre l'évolution métallurgique. Pour ce faire, des observations expérimentales et une étude numérique de l'état de précipitation sont mises en place. A partir de là, il est possible de modéliser l'évolution des précipités pour tout chargement thermique. Le comportement métallurgique est étudié à température ambiante. La raison principale est le fait qu'il est très difficile d'effectuer des observations de microstructure à haute température. Il est ainsi possible de faire une analogie avec l'étude des propriétés mécaniques à température ambiante présentée en section 2.4. Les chargements thermiques appliqués aux éprouvettes d'observation métallurgique sont analogues à ceux utilisés lors de l'étude mécanique. Ainsi, l'influence sur la population de précipités de la température atteinte et de la vitesse de chauffage est évaluée expérimentalement et numériquement.

La première étape de l'étude du comportement métallurgique du matériau est une investigation expérimentale. Elle est divisée en deux parties :

1. des mesures globales de l'état de précipitation par Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) ;
2. des observations locales de précipités par Microscopie Electronique en Transmission (MET).

L'objectif de l'étude expérimentale est d'évaluer et de comprendre l'effet des hautes températures sur la population de précipités de façon à permettre une meilleure compréhension du comportement mécanique.

3.2 Mesures par Diffusion de Neutrons aux Petits Angles

La première technique identifiée pour mesurer des précipités dans un alliage à durcissement structural est la Diffusion de Rayons X aux Petits Angles (DXPA). Le principe de cette méthode est de soumettre un échantillon à un faisceau de rayons X qui est diffusé par le matériau. La mesure de l'intensité de diffusion en fonction de l'angle de diffusion donne des informations à propos de la taille et du nombre de précipités présents dans la matrice. Cette méthode permet, en général, des mesures très rapides (quelques secondes) et il est ainsi possible de suivre en temps réel l'état de précipitation d'un alliage.

Les rayons X interagissent avec les électrons gravitant autour du noyau de chaque atome. Ainsi, il est important que les numéros atomiques des éléments considérés soient très différents afin d'avoir un bon contraste entre les précipités et la matrice¹. Or, dans le cas du 6061, le contraste est très mauvais car les précipités durcissants à observer sont composés d'aluminium, de silicium et de magnésium et, comme le montre le tableau de Mendeleïev figure 3.1, ces trois éléments ont des numéros atomiques très proches. Il n'est donc pas possible d'exploiter les mesures. Une autre technique doit être utilisée.

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----|----|-----|----|-------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| IA | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | VIII | | | | | | | | | | | | | | | |
| H | 1 | IIA | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | He | 2 | | | | | | | | | | | | |
| Li | 3 | Be | 4 | | | | | | | | | | | B | 5 | C | 6 | N | 7 | O | 8 | F | 9 | Ne | 10 | | | | | | | | | | |
| Na | 11 | Mg | 12 | III A | IVA | VA | VIA | VIIA | | | | IB | Al | 13 | Si | 14 | P | 15 | S | 16 | Cl | 17 | Ar | 18 | | | | | | | | | | | |
| K | 19 | Ca | 20 | Sc | 21 | Ti | 22 | V | 23 | Cr | 24 | Mn | 25 | Fe | 26 | Co | 27 | Ni | 28 | Cu | 29 | Zn | 30 | Ga | 31 | Ge | 32 | As | 33 | Se | 34 | Br | 35 | Kr | 36 |
| Rb | 37 | Sr | 38 | Y | 39 | Zr | 40 | Nb | 41 | Mo | 42 | Tc | 43 | Ru | 44 | Rh | 45 | Pd | 46 | Ag | 47 | Cd | 48 | In | 49 | Sn | 50 | Sb | 51 | Te | 52 | I | 53 | Xe | 54 |
| Cs | 55 | Ba | 56 | La | 57 | Hf | 72 | Ta | 73 | W | 74 | Re | 75 | Os | 76 | Ir | 77 | Pt | 78 | Au | 79 | Hg | 80 | Tl | 81 | Pb | 82 | Bi | 83 | Po | 84 | At | 85 | Rn | 86 |
| Fr | 87 | Ra | 88 | Ac | 89 | Unq | 104 | Unp | 105 | Unh | 106 | Uns | 107 | Uno | 108 | Uue | 109 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

FIGURE 3.1: Classification périodique des éléments

Une technique proche de la DXPA donne le même type de résultats mais présente un facteur de contraste ne dépendant pas de la différence de numéro atomique. Il s'agit de la Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (appelée dans la suite DNPA). Contrairement aux rayons X, les neutrons interagissent avec le noyau de l'atome. Le

¹Un bon contraste est nécessaire pour que les précipités soient « visibles ».

contraste entre deux espèces de numéros atomiques proches peut ainsi être suffisant à l'obtention de résultats corrects [MAR 98, LIF 99, LAI 03, GHO 06].

Les détails du principe de la DNPA sont exposés dans la suite de cette section ainsi que les résultats d'une campagne effectuée à l'ILL².

Remarque : une campagne d'essais a été faite au LLB³ du CEA à Saclay. Elle n'est pas exposée ici car elle ne présente que peu d'intérêt. En effet, le flux de neutrons étant très faible au LLB pour les angles de diffusion souhaités, les mesures sont moins précises. De plus, beaucoup moins de mesures ont été faites au LLB car les temps d'acquisition étaient très longs (5 h au LLB contre 15 min à l'ILL pour la même précision). C'est pourquoi, seuls les résultats obtenus à l'ILL sont présentés dans ce mémoire.

3.2.1 Principe de la DNPA

La DNPA est souvent utilisée lorsque la diffusion de rayons X est mal adaptée, par exemple pour l'étude d'échantillons massifs, pour différencier des éléments dont les numéros atomiques sont voisins ou pour la mesure d'effets inélastiques (mesure de contraintes internes). Les neutrons permettent également d'étudier le magnétisme des matériaux.

L'échelle d'observation en DNPA va de 0,5 nm (taille de petites molécules) à quelques dizaines de nanomètres (taille de macromolécules). Suivant l'histoire thermique qu'a subi le 6061, la taille des précipités qu'il contient peut varier de quelques dixièmes à quelques dizaines de nanomètres [DON 99]. La technique de diffusion de neutrons aux petits angles est donc bien adaptée à l'étude.

Lors de la DNPA, l'échantillon à caractériser est placé dans le flux de neutrons⁴. Le flux de neutrons incident passe au travers d'un sélecteur de vitesse, qui confère à tous les neutrons la longueur d'onde λ désirée, puis il traverse le collimateur qui permet de concentrer les neutrons en un faisceau fin. Ce faisceau traverse ensuite l'échantillon et les neutrons interagissent avec les précipités qui provoquent leur diffusion. Le faisceau diffusé est ensuite observé grâce à un détecteur de neutrons placé dans un tube d'évacuation. Le cheminement des neutrons est schématisé dans la figure 3.2.

Le détecteur est composé de plusieurs cellules qui comptent le nombre de neutrons qui les ont heurtées. Ces cellules, placées en quadrillage, permettent de mesurer l'intensité de diffusion (qui correspond au nombre de neutrons qui ont touché la cellule) en fonction de l'angle de diffusion. Ceci donne, après traitements, des informations à propos du nombre et de la taille des précipités présents dans le matériau.

²Institut Laue-Langevin

³Laboratoire Léon Brillouin

⁴Ce flux de neutrons est généré par un réacteur nucléaire.

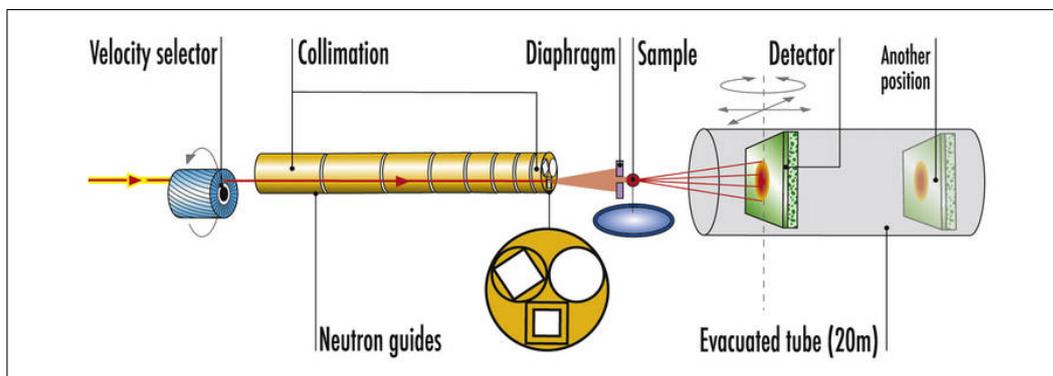


FIGURE 3.2: *Cheminement du faisceau de neutrons (instrument D22 à l'ILL)*

Afin de faire des mesures pour diverses valeurs d'angles, le détecteur peut se déplacer dans le tube d'évacuation. Dans le cas de l'instrument D22 à l'ILL (celui utilisé lors de la campagne d'essais), ce tube mesure 20 m, ce qui permet de faire des mesures à des angles très petits.

La figure 3.3 est une image de l'intensité recueillie par le détecteur pour un échantillon d'alliage d'aluminium 6061-T6. Ceci s'appelle un spectre de diffusion et représente le nombre de neutrons ayant touché le détecteur sur chacune de ces cellules. Le centre du spectre correspond à un angle nul. Un beam-stop⁵ est placé devant le détecteur, en son centre. Il sert à bloquer le faisceau incident (faisceau non diffusé) qui, en raison d'un trop grand flux, détériorait le détecteur. Ceci explique le carré bleu au centre du spectre.

Les informations recherchées à propos de la population de précipités s'obtiennent à partir d'une moyenne radiale du spectre dont l'exploitation est détaillée dans la suite de la section.

Dans certaines études, un seul spectre ne suffit pas à couvrir tous les angles nécessaires à la mesure de tous les précipités. C'est pourquoi le détecteur peut se déplacer. Il est ainsi possible d'avoir d'autres configurations de manipulation qui couvrent un large domaine de variation d'angles.

En dernière remarque, il est important de souligner que l'environnement de la manipulation (porte échantillon, neutrons ambiants, etc.) a des influences sur la mesure. Il existe des techniques qui permettent d'éliminer toutes ces influences néfastes et il est ainsi possible de prendre seulement en compte l'échantillon lui-même. Toutes ces techniques sont présentées en section 3.2.2.

⁵Fabriqué en cadmium qui est un matériau bloquant les neutrons.

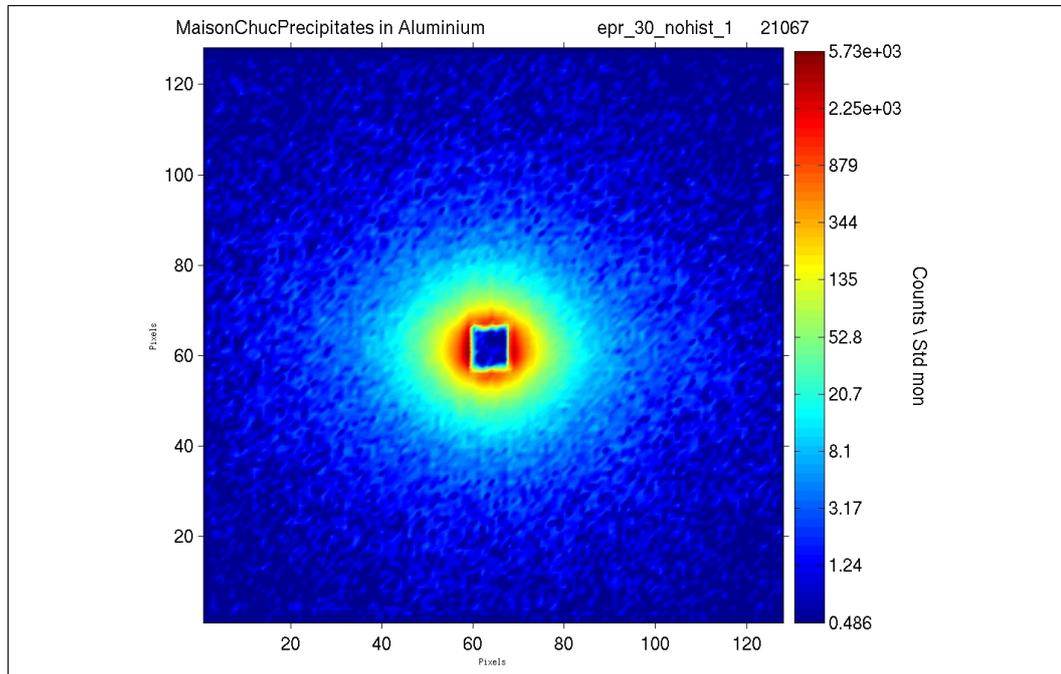


FIGURE 3.3: Spectre de diffusion dans le cas du 6061-T6. La couleur rouge signifie que beaucoup de neutrons ont touché la zone considérée, l'inverse pour le bleu.

3.2.2 Traitements des mesures

Les mesures de DNPA données par le spectre de diffusion nécessitent un grand nombre de traitements avant d'être exploitables. Cette section décrit les étapes effectuées pour obtenir les courbes de diffusion qui donnent des informations sur la microstructure du matériau.

La majorité de ces étapes est effectuée grâce au programme GRASP, développé sous Matlab, à l'ILL pour l'instrument D22. Les courbes présentées dans la suite sont issues de ce programme et correspondent au 6061-T6 initial (celui fourni par Almet).

Tout commence avec un spectre de diffusion comme celui exposé figure 3.3. Il représente l'intensité de diffusion qui est dépendante de l'angle de diffusion θ et de la longueur d'onde λ . Ces deux grandeurs sont regroupées dans une variable appelée vecteur de diffusion, notée q , dont le calcul est défini par [LAI 03, KOR 79, DES 03] :

$$q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \frac{\theta}{2} \quad (3.1)$$

De manière générale il est admis que le rayon des précipités mesurés est de l'ordre de $1/q$, c'est-à-dire que les gros précipités sont visibles pour des faibles

valeurs de q et inversement. A partir du calcul du vecteur de diffusion et en faisant une moyenne radiale du spectre, il est possible de tracer la courbe de diffusion $I = f(q)$ (intensité en fonction du vecteur de diffusion). Cette courbe, obtenue pour une configuration d'essai⁶ (c'est-à-dire une position du détecteur donnée), inclut la diffusion de l'échantillon et la diffusion de l'environnement de mesure. Cette dernière doit être éliminée pour ne pas fausser la mesure.

Lors de la campagne d'essais à l'ILL deux configurations ont été utilisées afin de couvrir la gamme de rayon souhaitée : la première, avec une distance du détecteur de 4 m et la seconde, avec une distance de 17.6 m. Les deux courbes $I = f(q)$ ainsi obtenues sont tracées figure 3.4(a). Elles sont souvent tracées sous forme logarithmique $\ln I = f(q)$, voir figure 3.4(b).

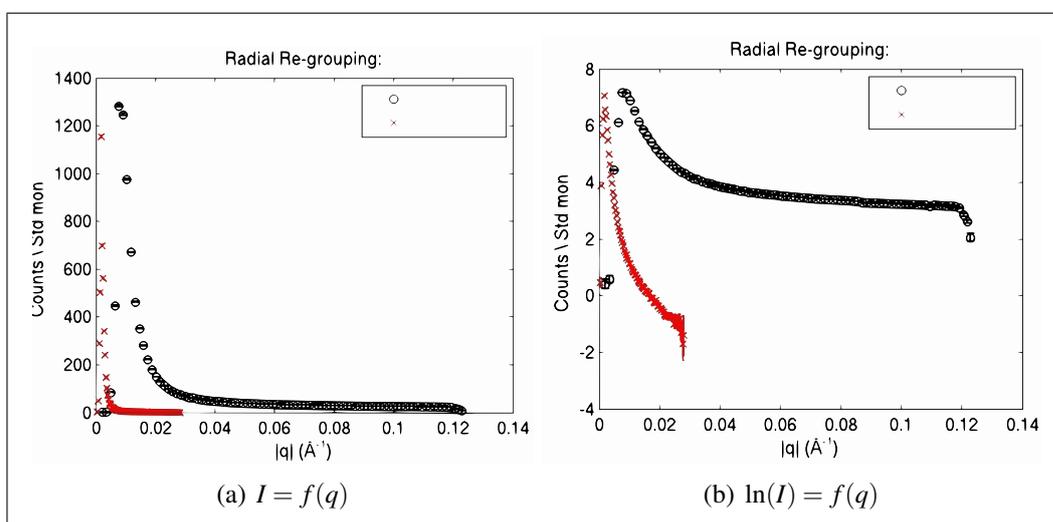


FIGURE 3.4: *Courbes initiales de diffusion pour deux configurations différentes obtenues sans traitement des mesures*

Le premier traitement de données à effectuer est l'élimination des points indésirables de la courbe. Il s'agit tout d'abord des points correspondant aux bords du détecteur (pour q grand), puis des points correspondant au centre du détecteur (proche de $q = 0$). Sur le détecteur, des effets de bords peuvent exister. Pour cette raison les points correspondant à un q élevé sont éliminés. De plus, les neutrons touchant le centre du détecteur ne font pas partie du flux diffusé mais du faisceau incident traversant l'échantillon⁷. C'est pour cette raison que les points de la courbe correspondant au centre du détecteur (q proche de 0) sont éliminés.

⁶Une telle courbe est tracée pour toutes les configurations utilisées qui sont par la suite regroupées.

⁷Le beam stop ne bloque pas 100 % des neutrons du faisceau incident.

Tous ces points indésirables, sont éliminés dans Grasp grâce à un système de masque appliqué sur le spectre, ce qui permet d'intégrer aux courbes seulement les données provenant des cellules souhaitées.

Le deuxième traitement des courbes consiste à éliminer l'influence de l'environnement de mesure qui provoque aussi une diffusion mesurée par le détecteur. Par exemple, le porte échantillon est susceptible de diffuser un grand nombre de neutrons. Une mesure de diffusion du porte-échantillon vide (sans échantillon) permet de voir l'intensité diffusée par l'environnement de la manipulation. Ceci est appelé la diffusion du faisceau vide. Les courbes de la figure 3.5 comparent la diffusion du faisceau vide à celle de l'échantillon sur le porte-échantillon pour les deux configurations utilisées. Elles montrent ainsi que la diffusion de l'environnement de mesure est loin d'être négligeable par rapport à la diffusion de l'échantillon ⁸.

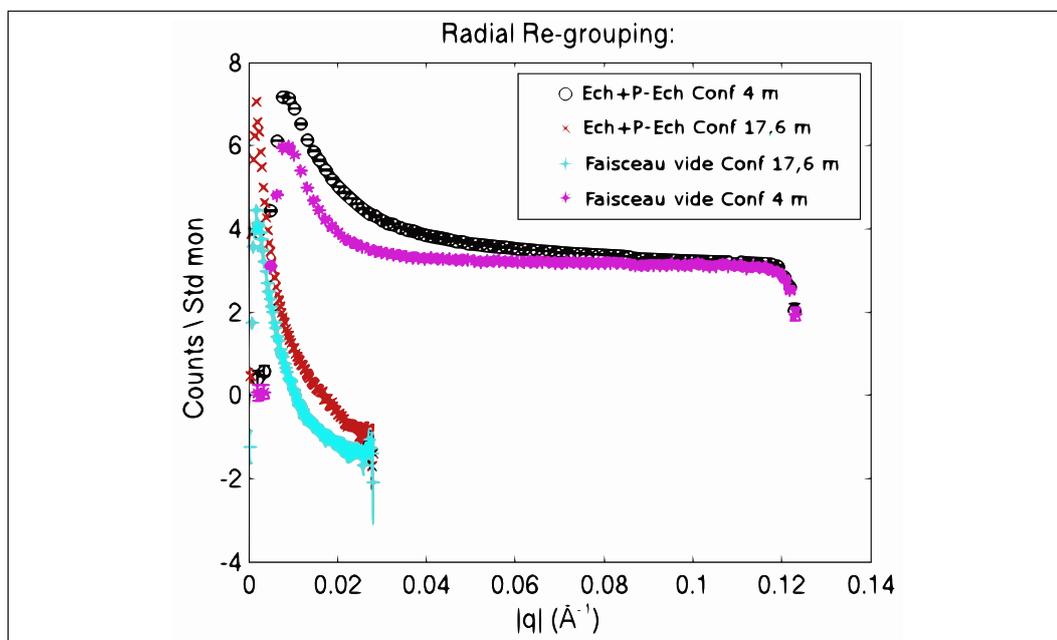


FIGURE 3.5: Comparaison entre la diffusion du faisceau vide et la diffusion totale

La courbe doit donc être modifiée afin d'éliminer l'effet du faisceau vide pour obtenir l'intensité corrigée de diffusion de l'échantillon seul, notée $I_{Ech}(q)$. Elle est donnée par :

$$I_{Ech}(q) = \frac{1}{T_{ech}T_{p-ech}} (I_M - I_{Cd}) - \frac{1}{T_{p-ech}} (I_{Vide} - I_{Cd}) \quad (3.2)$$

⁸Cela signifie également que le matériau étudié diffuse peu, des temps relativement longs sont donc nécessaires pour obtenir des mesures précises.

Dans l'équation 3.2, I_M est l'intensité mesurée (intégrant la diffusion de l'échantillon et du porte-échantillon), I_{Vide} est l'intensité du faisceau vide et I_{Cd} représente la mesure de la diffusion du cadmium. Elle est très proche de zéro et permet d'éliminer l'effet du bruit de la mesure. T_{ech} et T_{p-ech} sont respectivement la transmission de l'échantillon et la transmission du porte-échantillon. Ces grandeurs représentent la transparence aux neutrons, c'est-à-dire la fraction de neutrons que laisse passer l'entité considérée. Elles se calculent de la manière suivante :

$$T_{ech} = \frac{\text{Neutrons transmis à travers l'échantillon et le porte échantillon}}{\text{Neutrons transmis à travers le porte échantillon}} \quad (3.3)$$

$$T_{p-ech} = \frac{\text{Neutrons transmis à travers le porte échantillon}}{\text{Neutrons transmis par le faisceau vide}} \quad (3.4)$$

Toutes les grandeurs utilisées dans l'équation 3.2 sont déterminées grâce à des mesures de diffusion ou de transmission. Les grandeurs relatives à l'échantillon sont mesurées pour chacun et les autres sont mesurées une fois pour chaque série de mesure.

L'intensité diffusée par l'échantillon $I_{Ech}(q)$ ainsi calculée représente le nombre de neutrons diffusés par l'échantillon. Or, pour toutes exploitations des résultats de DNPA, une autre grandeur est utilisée. Il s'agit de la section efficace de diffusion par unité de volume et par unité d'angle solide [DES 03, LAI 03]. Elle est notée $\partial\Sigma_{Ech}/\partial\Omega$ et est exprimée en cm^{-1} . Elle est calculée en comparant $I_{Ech}(q)$ à l'intensité de diffusion d'un matériau dont la section efficace est connue, par exemple l'eau. L'intensité diffusée par l'eau, notée $I_{eau}(q)$ est obtenue dans les mêmes conditions que $I_{Ech}(q)$. La section efficace de l'eau est notée $\partial\Sigma_{eau}/\partial\Omega$. La section efficace de diffusion de l'échantillon $\partial\Sigma_{Ech}/\partial\Omega$ est calculée de la manière suivante :

$$\frac{\partial\Sigma_{Ech}}{\partial\Omega} = \frac{I_{Ech}(q)}{I_{eau}(q)} \times \frac{\partial\Sigma_{eau}}{\partial\Omega} \quad (3.5)$$

Enfin, le dernier traitement à effectuer sur les courbes de diffusion permet de regrouper les mesures obtenues avec les deux configurations. En effet, pour un q donné, les courbes ne se superposent pas à cause des durées de mesure, des différences de la distance échantillon – détecteur et des distances de collimation. Le flux de neutrons n'est alors pas le même pour les deux configurations. Tout d'abord, la durée de la mesure est prise en compte grâce à un facteur de normalisation. Puis, une correction d'angle solide et une correction de flux incident sont nécessaires. Ces corrections sont de nouveau des calculs de normalisation des résultats. A titre d'exemple, la figure 3.6 montre la différence d'angle solide pour deux positions différentes du détecteur.

A toutes ces corrections, s'ajoute également la prise en compte d'un facteur de calibration intrinsèque à l'instrument utilisé, de l'épaisseur de l'échantillon et de

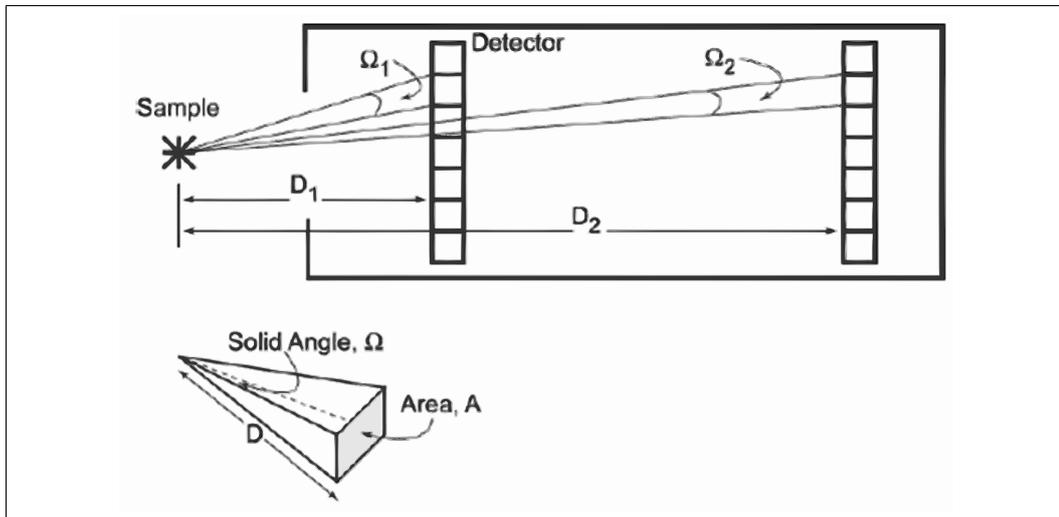


FIGURE 3.6: Variation d'angle solide avec la position du détecteur

la carte d'efficacité du détecteur⁹. Ces corrections ne sont pas expliquées dans ce mémoire car elles sont calculées de manière automatique dans le programme Grasp. Les courbes de section efficace finalement obtenues sont données figure 3.7.

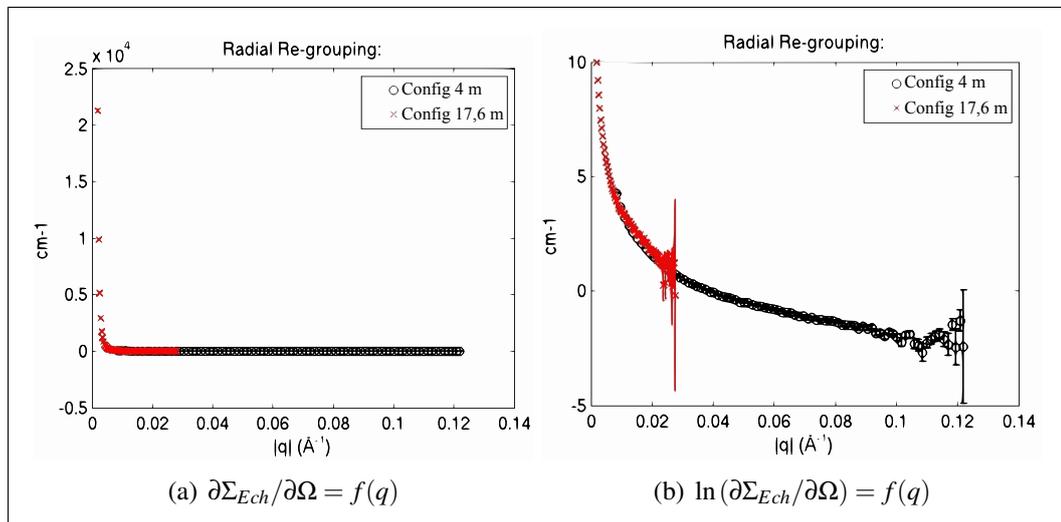


FIGURE 3.7: Courbes de diffusion – Regroupement des courbes de sections efficaces

⁹Certaines cellules de mesure sont plus efficaces que d'autres, la carte d'efficacité permet de prendre en compte cette variation.

C'est à partir des courbes $\partial\Sigma_{Ech}/\partial\Omega = f(q)$ ainsi tracées que sont exploitées les résultats en termes de tailles et fraction volumique des précipités.

3.2.3 Exploitation des résultats

Maintenant que les courbes de sections efficaces de diffusion sont disponibles pour tous les échantillons, il est possible de les exploiter afin d'effectuer les mesures de microstructure désirées. Lors de cette étape, il a été remarqué que la matrice du matériau provoque une très grande diffusion et empêche d'observer la diffusion des précipités. Aucune mesure n'est donc possible en l'état. Pour pallier ce problème, la solution est de retrancher la courbe de diffusion correspondant à la matrice seule aux courbes de diffusion de tous les échantillons. Cette diffusion est obtenue grâce à l'échantillon préalablement chauffé à 560 °C. En effet, l'étude mécanique décrite section 2.4.3 montre qu'un tel échantillon correspond à l'état O, c'est-à-dire sans précipité.

Les données ainsi créées sont ensuite insérées dans un programme développé en Visual Basic, sous Excel, par Alexis Deschamps du laboratoire SIMaP à Grenoble-INP. C'est à partir de ce programme que sont calculés tous les résultats présentés dans la suite.

Tout d'abord, le programme trace la courbe de diffusion dans le plan de Guinier (cette courbe est appelée représentation de Guinier). Ceci revient à tracer $\ln I = f(q^2)$ où I représente l'intensité diffusée par la population de précipités. Cette représentation, dont un exemple est donné figure 3.8, donne une évaluation assez précise de la taille moyenne des précipités. En effet, le rayon de Guinier¹⁰ R_g correspond à un développement limité de l'intensité diffusée et est tel que [GUI 55, LIF 99, NIC 03, DES 04, GHO 06] :

$$I \propto \exp\left(-\frac{q^2 R_g^2}{3}\right) \quad (3.6)$$

Ainsi, la pente de la partie linéaire de la représentation de Guinier est égale à $-R_g^2/3$. En théorie, cette approximation est valable pour $qR_g \ll 1$ mais en pratique, elle est utilisable pour $0,8 < qR_g < 2$ [DES 03].

Remarque : Des observations MET présentées au paragraphe 3.3 montrent que les précipités sont en forme d'aiguille. Les rayons des aiguilles sont très proches des rayons de Guinier déterminés ici.

Le programme trace ensuite une courbe donnant des informations à propos de la fraction volumique des précipités et de la distribution de taille. Il s'agit de la courbe $(I - I_{Laue})q^2 = f(q)$ (appelée graphe de Kratky) dont un exemple est donné figure 3.9. La diffusion de Laue, notée I_{Laue} est ici enlevée de la diffusion I des précipités, car elle ne donne aucune information à propos de la précipitation [CZE 00, DES 01,

¹⁰Le rayon de guinier correspond au rayon de giration des précipités.

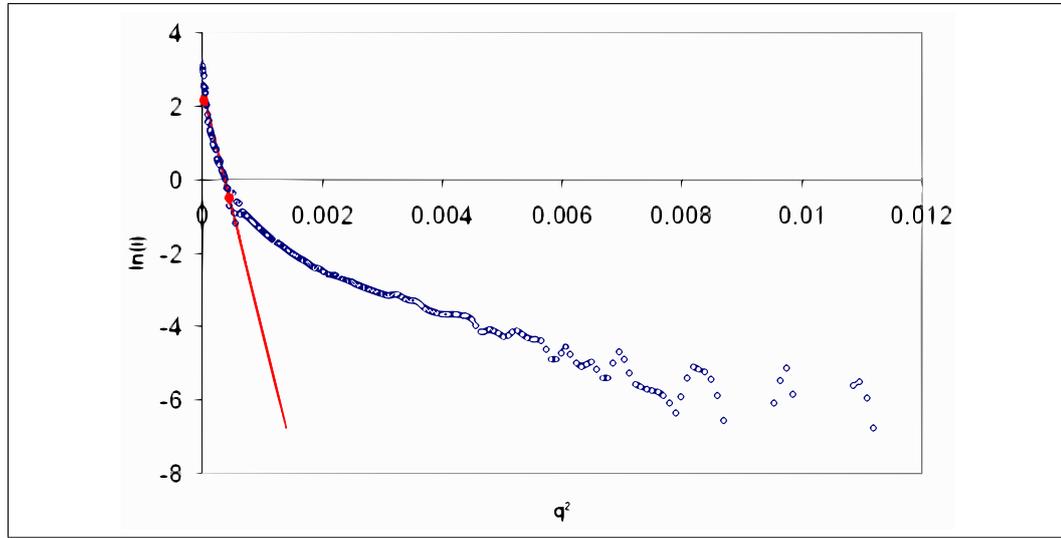


FIGURE 3.8: Exemple de représentation de Guinier pour un échantillon, initialement T6, ayant subi un chauffage à $T = 400\text{ °C}$ à une vitesse de chauffage $r_1 = 15\text{ °C/s}$. La droite rouge représente la pente utilisée pour le calcul de R_g .

ANT 03]. I_{Laue} représente la diffusion à grand angle et est déterminée grâce à la pente de la courbe $Iq^4 = f(q^4)$.

L'aire sous la courbe $Iq^2 = f(q)$, appelée intensité intégrée et notée Q_0 , est représentative de la fraction volumique f_v des précipités (plus Q_0 est grande, plus f_v est élevée). De plus la position de la bosse correspond à la taille moyenne des précipités, plus la bosse est sur la gauche (proche des q petits) plus les précipités sont gros. En notant la position de l'intensité maximale q_{Max} , le rayon moyen r_{moy} des précipités peut être évalué par :

$$r_{moy} = \frac{\sqrt{3}}{q_{Max}} \quad (3.7)$$

Afin de déterminer Q_0 et q_{Max} de manière précise, le programme développé par Alexis Deschamps effectue un ajustement analytique (« fitting ») des données expérimentales (courbe rouge de la figure 3.9). Cet ajustement est effectué entre Q^{0min} et Q^{0max} . Il s'agit plus exactement d'une simulation du spectre de diffusion qui, pour approcher au mieux les mesures, prend en compte un facteur de forme des précipités. Dans cette étude, il est considéré que les précipités sont de forme elliptique. Le facteur d'élançement de l'ellipse est calculé de manière automatique afin de se rapprocher le plus possible des mesures.

Le facteur de forme n'ayant fait l'objet d'aucune étude détaillée lors de ce travail de thèse, aucune autre information à son propos ne sera donnée dans ce mémoire.

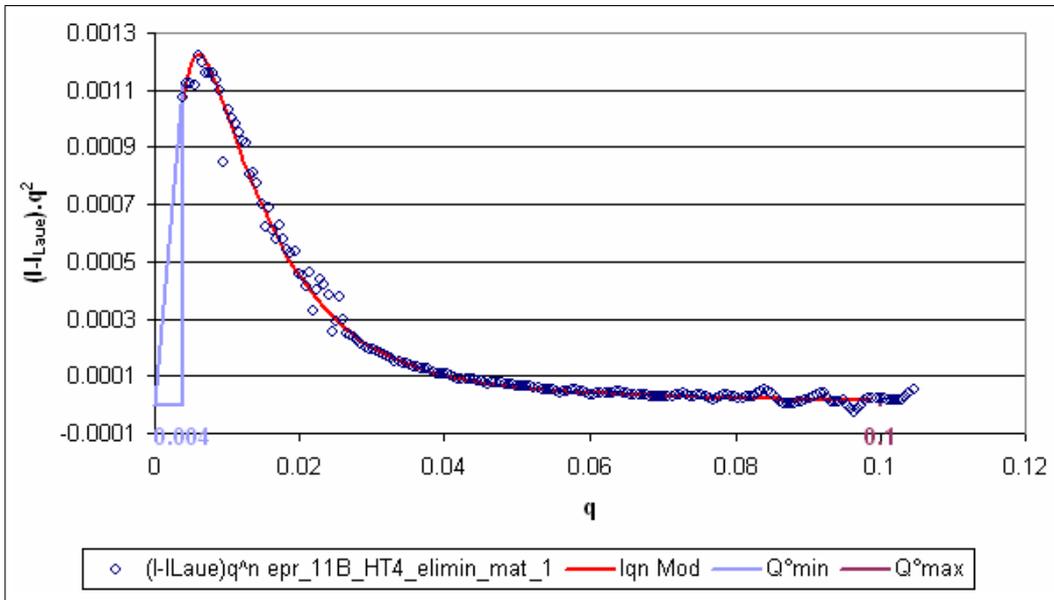


FIGURE 3.9: Exemple d'une courbe de diffusion $(I - I_{Laue})q^2 = f(q)$ pour une température atteinte de $T = 400\text{ °C}$ et une vitesse de chauffage de $r_1 = 0,5\text{ °C/s}$. Les points correspondent aux mesures expérimentales, la courbe rouge à la courbe ajustée et Q^0_{min} et Q^0_{max} sont les limites utilisées pour effectuer l'ajustement.

Concernant la fraction volumique f_v , elle se calcule à partir de Q_0 donnée par :

$$Q_0 = \int_0^{\infty} I(q)q^2 dq = 2\pi^2(\Delta\rho)^2 f_v(1 - f_v) \quad (3.8)$$

Q_0 est mesurée sur les courbes de diffusion¹¹ et $(\Delta\rho)^2$ est le facteur de contraste décrivant la différence de diffusion des précipités par rapport à la matrice. Le facteur de contraste se calcule en faisant une hypothèse à propos de la chimie et de la cristallographie des précipités. Or, il est difficile de connaître très précisément ces données. Ceci rend le calcul de la fraction volumique un peu hasardeux et il nécessite, dans la plupart des cas, un recalage avec d'autres mesures ou avec un calcul thermodynamique.

La deuxième solution a été choisie. Le calcul thermodynamique effectué dans PreciSo, présenté au paragraphe 3.4, permet de calculer la valeur théorique de f_v pour l'état initial T6. Q_0 étant connu pour le même état, il est possible de déterminer le facteur de contraste $(\Delta\rho)^2 = 1,164 \times 10^{-12}\text{ Å}^{-4}$. Ce facteur ainsi obtenu est utilisé lors du calcul de la fraction volumique pour chaque échantillon.

Cette méthode donne des résultats précis et présente l'avantage de nécessiter moins d'informations. Toutefois, des calculs de contraste ont été menés pour les

¹¹En théorie, Q_0 est l'aire sous la courbe de 0 à $+\infty$, en pratique Q_0 est l'aire de 0 à Q^0_{max} .

compositions des précipités les plus fréquemment rencontrées. Cette étude fait l'objet de l'annexe **F**.

3.2.4 Influence de la température atteinte

Les mesures par DNPA sont uniquement menées à température ambiante pour les raisons précédemment évoquées. Les mêmes chargements thermiques que ceux déjà utilisés lors de l'étude mécanique ont été étudiés en séparant de nouveau l'influence de la température atteinte et l'influence de la vitesse de chauffage.

La procédure de traitement de données et d'exploitation des mesures décrite dans les sections précédentes a été mise en place afin de tracer les courbes de diffusion $(I - I_{Lave})q^2 = f(q)$ pour les éprouvettes chauffées à la vitesse $r_1 = 15 \text{ }^\circ\text{C/s}$ jusqu'à différentes températures maximales. Ces courbes sont tracées figure **3.10(a)**. Pour plus de lisibilité, la figure **3.10(b)** montre sur un même graphique les courbes ajustées obtenues grâce au programme développé par Alexis Deschamps.

Les graphes de Kratky ainsi tracés illustrent le fait que la population de précipités évolue assez peu jusqu'à une température atteinte de $300 \text{ }^\circ\text{C}$. En effet, les courbes sont très proches de celles tracées pour l'état T6. En revanche, les courbes pour $T_{atteinte} = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ sont très différentes des autres. Pour les températures plus faibles, les bosses sont moins discernables et la plage de q utilisée n'est apparemment pas suffisante pour les observer entièrement. Ceci peut avoir une incidence sur la mesure de l'intensité intégrée Q_0 ¹² qui est la mesure de l'aire sous la courbe et est proportionnelle à la fraction volumique f_v .

Aussi, les courbes des figures **3.10(a)** et **3.10(b)** montrent clairement qu'il y a très peu de précipités dans les échantillons préalablement chauffés à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ (courbes marron). Concernant les autres courbes, il est difficile d'appréhender la variation de Q_0 sans faire de mesure précise. Par conséquent, Q_0 a été évaluée pour chaque courbe et la fraction volumique f_v a été calculée en utilisant un facteur de contraste $(\Delta\rho)^2 = 1,164 \times 10^{-12} \text{ } \text{\AA}^{-4}$ pour les raisons évoquées section **3.2.3**. Son évolution avec la température atteinte est tracée figure **3.11**.

Cette courbe montre que f_v diminue légèrement jusqu'à $T_{atteinte} = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ puis se rapproche de 0 à partir de $500 \text{ }^\circ\text{C}$. Cela signifie qu'il n'y a presque plus de précipités dans la matrice à partir de $T_{atteinte} = 500 \text{ }^\circ\text{C}$. Ceci est en parfait accord avec les mesures des caractéristiques mécaniques qui présentent des courbes de traction identiques pour une température atteinte de 500 ou $560 \text{ }^\circ\text{C}$ (voir figure **2.28** page **81**).

Il a été expliqué que la position de la bosse du graphe de Kratky permet d'évaluer le rayon moyen des précipités via l'équation **3.7**. Ainsi, l'observation des courbes montre qu'à l'état T6, le rayon moyen est de l'ordre de $2,5 \text{ nm}$ (courbes

¹²D'autres campagnes expérimentales avaient été prévues mais aucun temps faisceau supplémentaire n'a été accordé par l'ILL.

3. Le comportement métallurgique du 6061

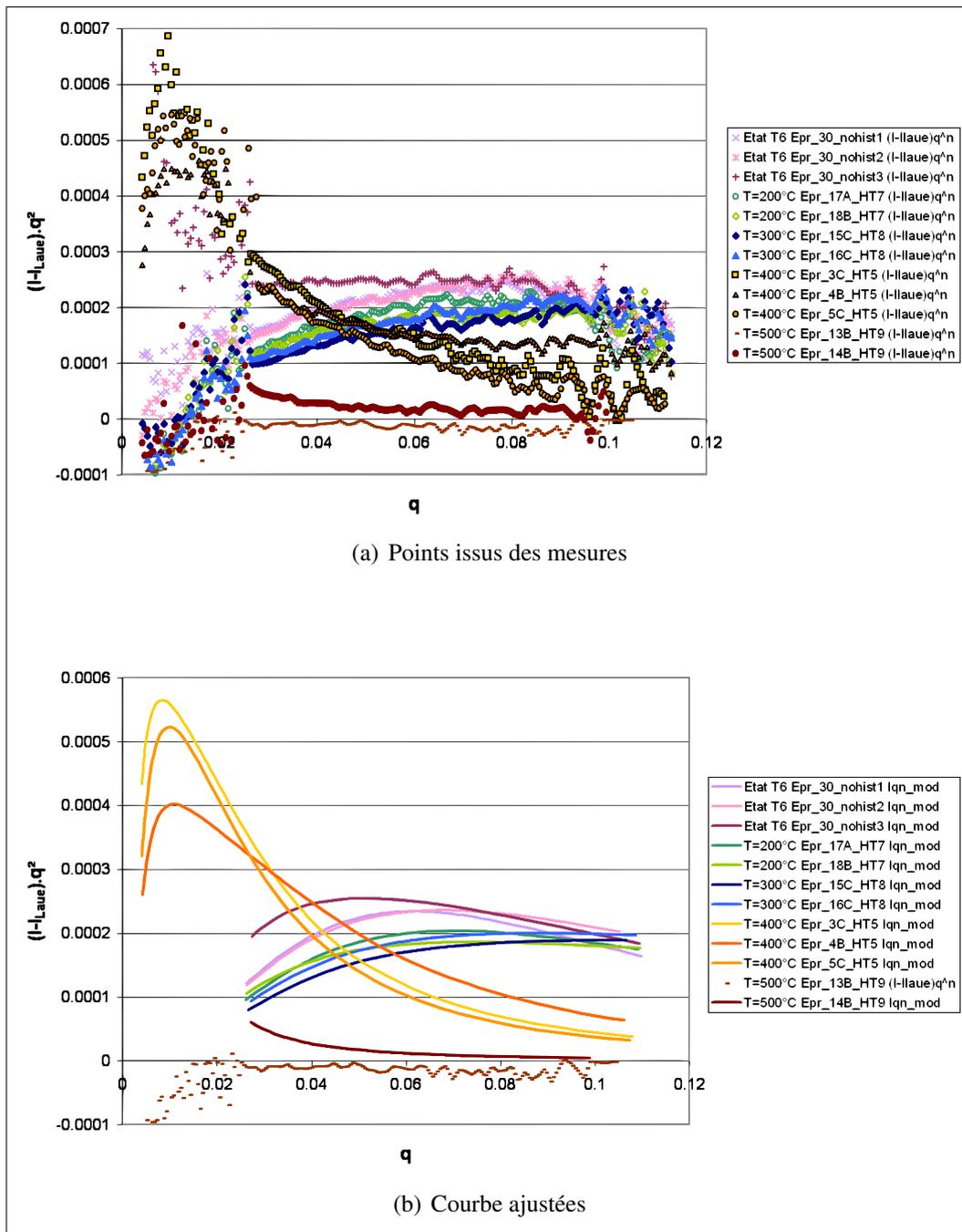


FIGURE 3.10: Courbes de diffusion pour étude de la température atteinte

en rose et violet). Puis, si l'échantillon a préalablement été chauffé à une température n'excédant pas 300 °C, le rayon moyen des précipités a tendance à diminuer (déplacement de la bosse sur la droite). Pour $T_{atteinte} = 400$ °C (courbes en jaune),

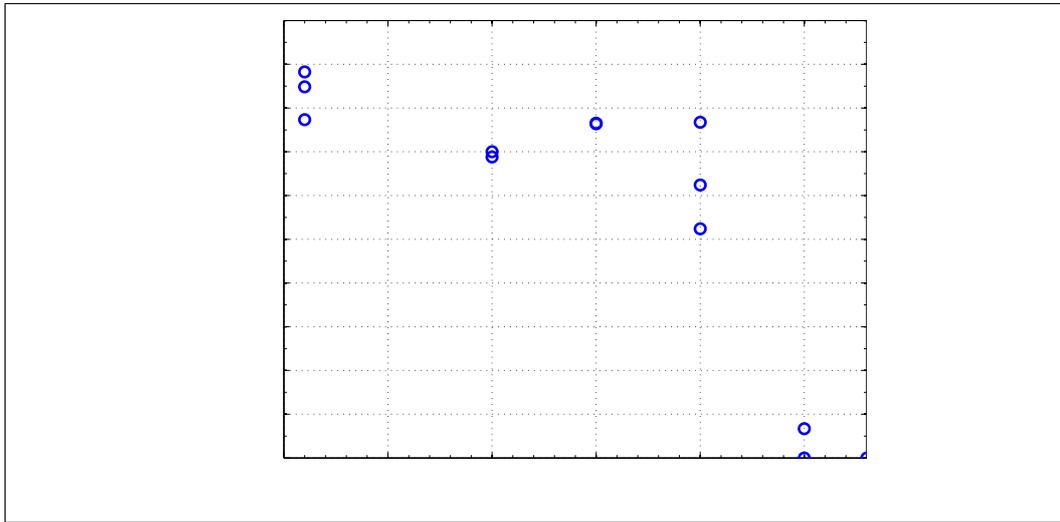


FIGURE 3.11: Fraction volumique en fonction de la température atteinte (les points à $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ correspondent à l'état T6)

la bosse s'est déplacée sur la gauche, ce qui traduit une forte augmentation du rayon moyen. Cette étude qualitative est utile en première approche mais le rayon de Guinier, noté R_g est généralement utilisé pour avoir des informations précises à propos du rayon moyen des précipités.

La figure 3.12 présente l'évolution de R_g en fonction de la température atteinte. La courbe montre que R_g diminue un peu jusqu'à $T_{atteinte} = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pour $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, le rayon augmente fortement. Cette observation et la faible variation de fraction volumique sont souvent la conséquence d'une coalescence. Enfin, la très faible fraction volumique mesurée à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ne permet pas d'avoir des mesures du rayon de Guinier. L'incertitude sur les mesures est donc assez grande. Toutefois, le rayon moyen est vraisemblablement très proche de zéro.

La coalescence des précipités se traduit souvent par une chute des propriétés mécaniques du matériau. Or la courbe de la figure 2.29 page 81 montre que la limite d'élasticité du matériau diminue très fortement lorsque la température maximale atteinte passe de 300 à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ainsi, la coalescence des précipités a accéléré la chute des propriétés mécaniques.

3.2.5 Influence de la vitesse de chauffage

Une étude similaire est menée afin d'évaluer l'influence de la vitesse de chauffage sur la microstructure. Comme pour l'étude des propriétés mécaniques, exposée dans la section 2.4.2 page 82, les éprouvettes sont chauffées à différentes vitesses r_1 jusqu'à $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$.

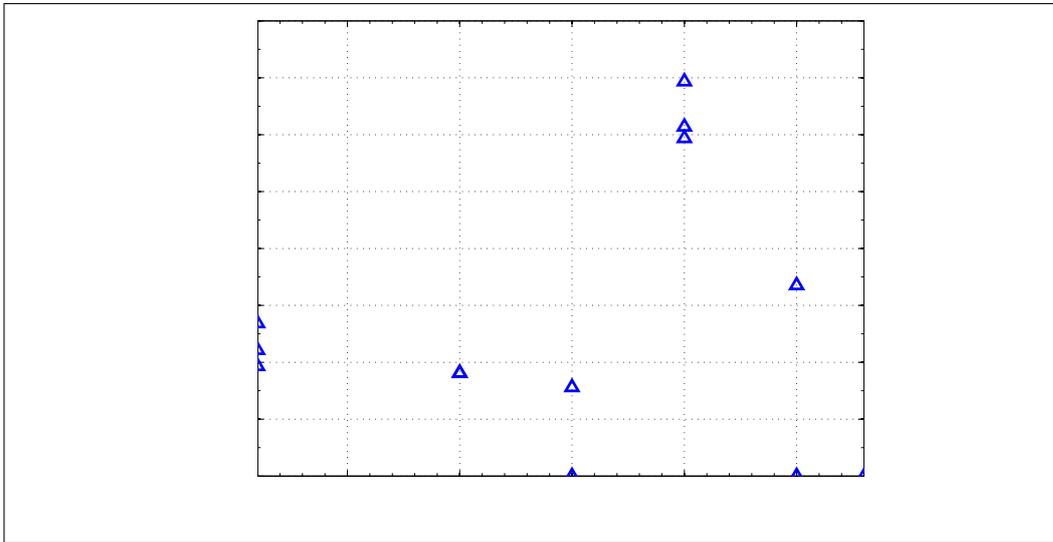


FIGURE 3.12: Rayon de Guinier en fonction de la température atteinte (les points à $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ correspondent à l'état T6)

La figure 3.13 montre toutes les courbes de diffusion $((I - I_{Laue})q^2 = f(q))$ obtenues pour ces éprouvettes.

Ces courbes montrent dans un premier temps, que pour toutes les éprouvettes chauffées à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, quelle que soit la vitesse de chauffage, le rayon moyen des précipités a augmenté par rapport à l'état T6¹³. Ceci est confirmé par l'identification des rayons de Guinier dont les résultats sont présentés figure 3.14. De plus, en observant les graphes de Kratky, les rayons moyens obtenus paraissent identiques pour toutes les éprouvettes. En revanche, la mesure des rayons de Guinier montre que plus la vitesse de chauffage est faible plus le rayon moyen est grand. Ceci peut s'expliquer par le fait que le phénomène de coalescence a plus de temps pour se produire aux faibles vitesses de chauffage, ce qui se traduit par une diminution de la limite d'élasticité pour les faibles vitesses de chauffage (voir figure 2.33 page 85).

Aussi, les courbes de diffusion de la figure 3.13 montrent que les maxima des bosses ont tendance à être plus faibles lorsque la vitesse de chauffage est élevée. Cela signifie qu'il y a moins de gros précipités formés pour les grandes vitesses (moins de coalescence). De plus, le calcul de l'évolution de la fraction volumique, tracée dans la figure 3.15, montre que f_v est plus grande pour l'état T6 et est constante pour toutes les éprouvettes chauffées. Cela signifie que la vitesse de chauffage influe très peu sur la proportion volumique des précipités, seule la température atteinte a une influence notable.

¹³La bosse de la courbe s'est déplacée sur la gauche.

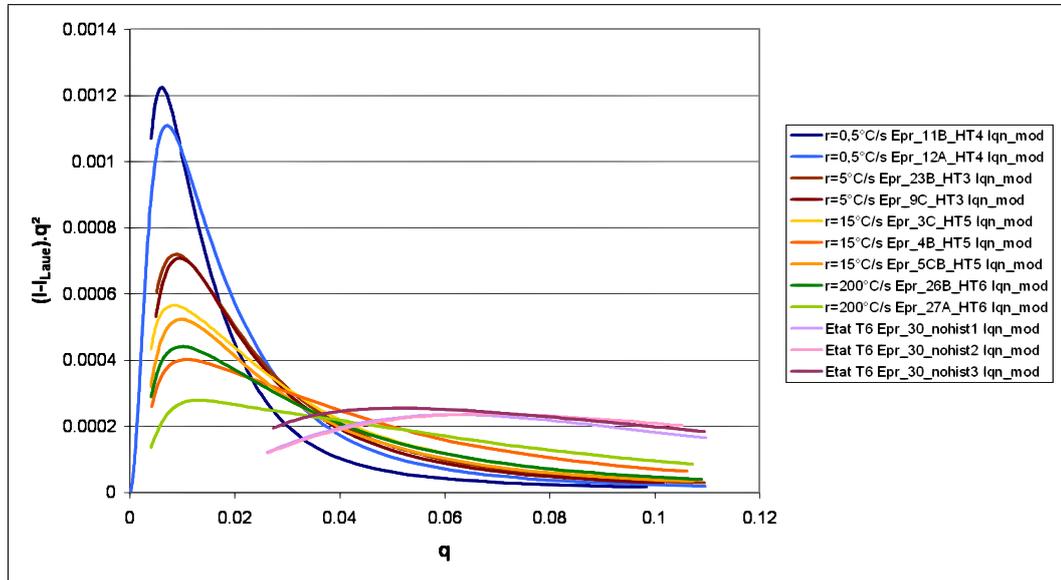


FIGURE 3.13: Courbes de diffusion pour étude de la vitesse de chauffage - Courbes ajustées

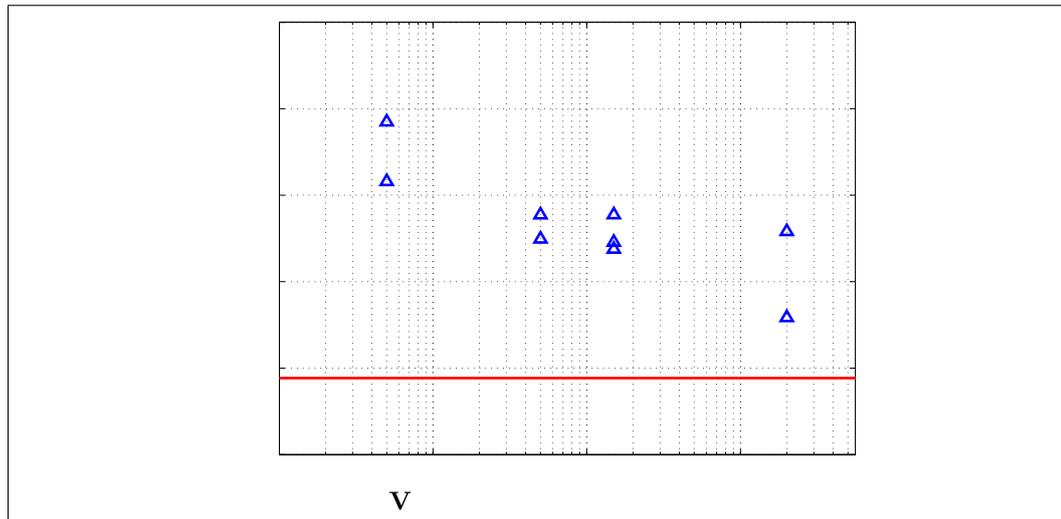


FIGURE 3.14: Rayon de Guinier en fonction de la vitesse de chauffage, les droites en rouge représentent les rayons de Guinier pour les 3 échantillons à l'état T6

3. Le comportement métallurgique du 6061

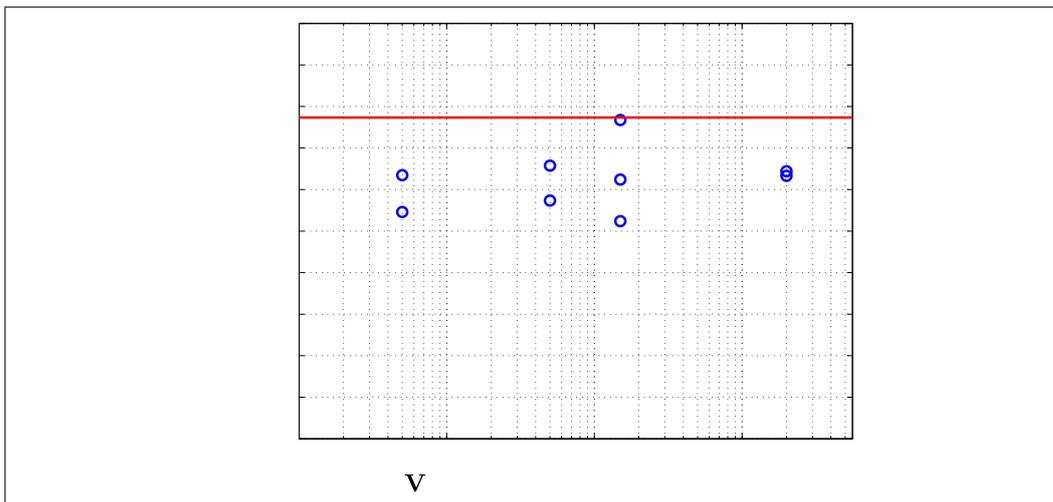


FIGURE 3.15: Fraction volumique en fonction de la vitesse de chauffage, les droites en rouge représentent les fractions volumiques pour les 3 échantillons à l'état T6

3.3 Observations par Microscopie Electronique en Transmission (MET)

La campagne expérimentale en DNPA donne des informations globales à propos de la population de précipités. Cette technique étant complexe à mettre en place et les résultats étant délicats à exploiter, il a été décidé d'observer les précipités de manière plus locale afin de valider les résultats. Pour ce faire, la Microscopie Electronique en Transmission (MET) est parfaitement adaptée. En effet, elle se distingue de la microscopie optique ou de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) par un grandissement très élevé et un excellent pouvoir séparateur¹⁴. Elle rend ainsi possible l'observation de la microstructure avec une résolution de l'ordre de l'Angström.

L'annexe G présente le MET, en expliquant son fonctionnement et en indiquant la marche à suivre pour préparer les échantillons, appelés lames minces. Deux types d'observations (effectuées sur les MET du CLYM à l'INSA de Lyon) sont commentés dans la suite de la section :

- **Observations de la microstructure pour l'état T6 en HRTEM** (High Resolution Transmission Electron Microscopy) : l'objectif est d'observer la forme des précipités durcissants et d'évaluer leur composition. De plus, les images hautes résolutions permettent de mesurer leur taille.
- **Observations et comparaison de la microstructure pour trois états différents en MET classique** : l'objectif est ici de comparer la population de précipités contenus dans l'état T6 de référence à celle contenue dans des éprouvettes préalablement chauffées à 300 et 400 °C.

Enfin, une étude d'évaluation de la fraction volumique est menée. Il est, de manière générale, très difficile de déterminer des fractions volumiques grâce à des observations MET car celles-ci sont très locales. De plus, il s'agit d'observations volumiques et il est presque impossible de mesurer l'épaisseur des échantillons.

3.3.1 Observations de l'état T6 en HRTEM

La première investigation effectuée est l'observation du 6061-T6 en HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscopy). Le but de cette étude est l'observation de la microstructure de l'état T6 de référence. Il s'agit plus exactement de mesurer la taille des précipités durcissants et d'évaluer leur composition.

D'après les mesures effectuées en DNPA présentées en 3.2.4 et d'après la littérature [DON 99, MUR 99, AND 98, MAT 06, EDW 98], l'état T6 devrait présenter une microstructure de précipités très fins. Or, de prime abord, des intermétalliques de taille grossière, typiquement de 50 à 300 nm sont visibles sur les clichés à faible

¹⁴A titre d'exemple, en microscopie optique, il est possible de discerner deux points distants de l'ordre de 10^{-6} à 10^{-7} m alors qu'en MET, le pouvoir séparateur est de l'ordre de 10^{-10} m [BOU 06].

3. Le comportement métallurgique du 6061

grandissement (voir figure 3.16). Ces intermétalliques formés lors de l'élaboration du matériau, ne participent en aucun cas au durcissement structural. En effet, une analyse EDX prouve que leur composition est de type (Fe-Cr-Mn-Si) mais pas (Al-Mg-Si). L'étude de ces composés n'a pas été poussée plus avant. Toutefois il est important de noter que cette phase primaire contient du silicium qui, de ce fait, ne sera pas disponible pour les précipités durcissants.

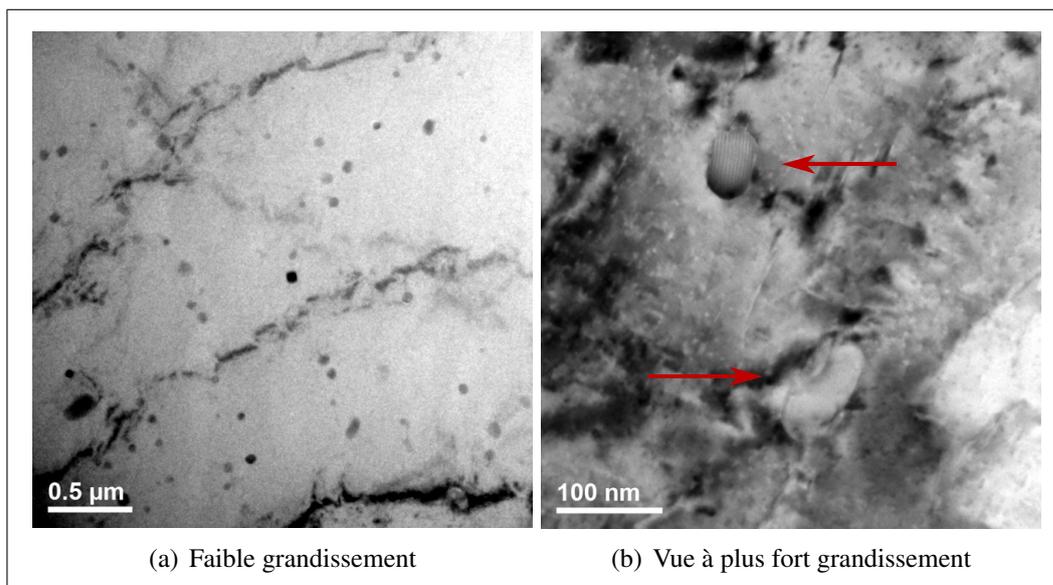


FIGURE 3.16: Observation des intermétalliques riches en Si de taille grossière à faible grandissement. Les flèches montrent les précipités. Les lignes sombres visibles sur la figure de gauche sont dues à la transmission électronique et ne correspondent à rien de physique dans le matériau.

D'après la littérature [EDW 98, MUR 99, MAS 02], les précipités présents dans le matériau à l'état T6 sont des petits précipités de type β'' (ou pre- β'') sous forme d'aiguille suivant les trois directions de la matrice. Leur taille est nanométrique et leur état de cohérence partielle les rendent difficilement observables¹⁵. Ainsi, l'imagerie haute résolution est recommandée, qui plus est dans une direction $\langle 001 \rangle$ ¹⁶ de la matrice cfc, car il est connu que la projection des précipités orientés suivant ces directions, se différencie bien de la projection du réseau atomique de l'aluminium. De telles observations sont présentées dans les figures 3.17 à 3.20.

¹⁵L'état de cohérence partielle induit peu de contraste de diffraction classique.

¹⁶La notation $\langle uvw \rangle$ est utilisée pour des familles de rangées, $[uvw]$ pour une rangée précise, $\{hkl\}$ pour une famille de plans et (hkl) pour un plan précis.

La figure 3.17(a) montre une image avec un grandissement de $500 k^{17}$. Deux précipités en aiguille sont visibles sur cette image :

- l'un est observé en coupe, son grand axe est parallèle à la direction $[001]_{Al}$ correspondant à la direction de vue ; sa section étant clairement visible il est possible de mesurer son diamètre, il est de l'ordre de 4 nm (un peu plus petit que le rayon de Guinier mesuré en DNPA) ;
- l'autre est observé à plat, son grand axe est parallèle à une direction $[100]_{Al}$, il apparaît donc allongé.

Le diffractogramme, obtenu par transformation de Fourier, associé au premier précipité est représenté figure 3.17(b). Outre les taches de diffraction $\{200\}$ associées à la matrice d'aluminium, de faibles tâches de diffraction présentant une tendance à l'alignement mais ne dessinant pas un motif régulier sont visibles. Ceci « signe » un état atomique partiellement désordonné comme il est souvent le cas pour les phases pré- β'' .

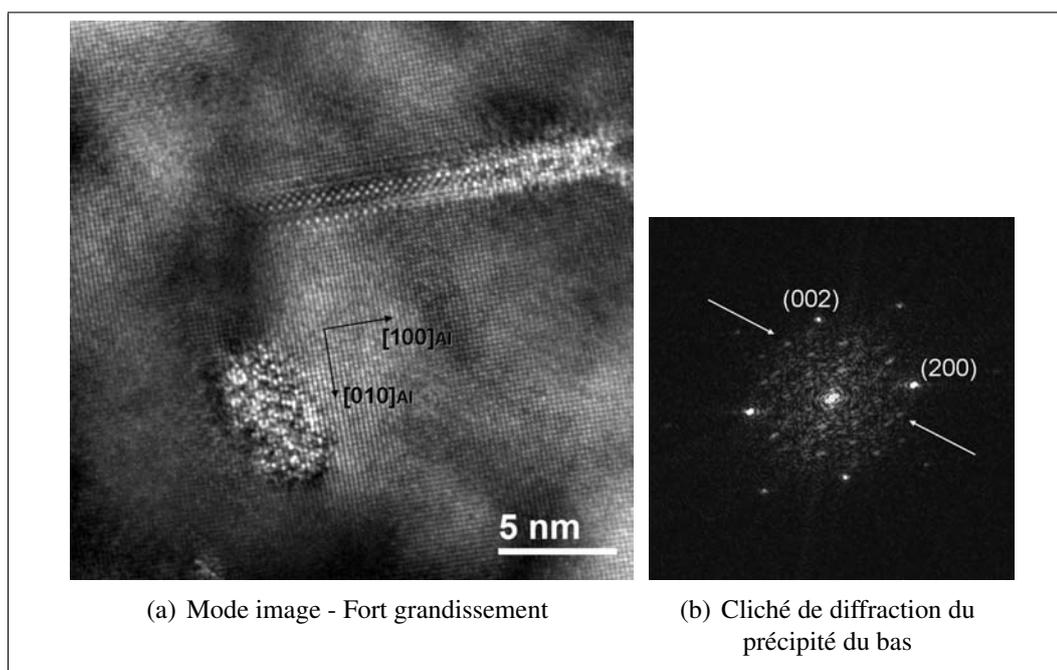


FIGURE 3.17: Observation en HRTEM de précipités en aiguilles dans le 6061-T6

En positionnant un diaphragme de contraste entre les taches $\{200\}_{Al}$ et en excluant le faisceau transmis, il est possible d'imager les précipités en mode champ sombre (voir figure 3.18(a)) à comparer au champ clair figure 3.18(b). Ceci permet parfois de mieux visualiser les entités observées. La figure 3.18 met aussi en évidence que les précipités s'organisent fréquemment en colonies.

¹⁷Cette notation signifie un grandissement de 500000 fois.

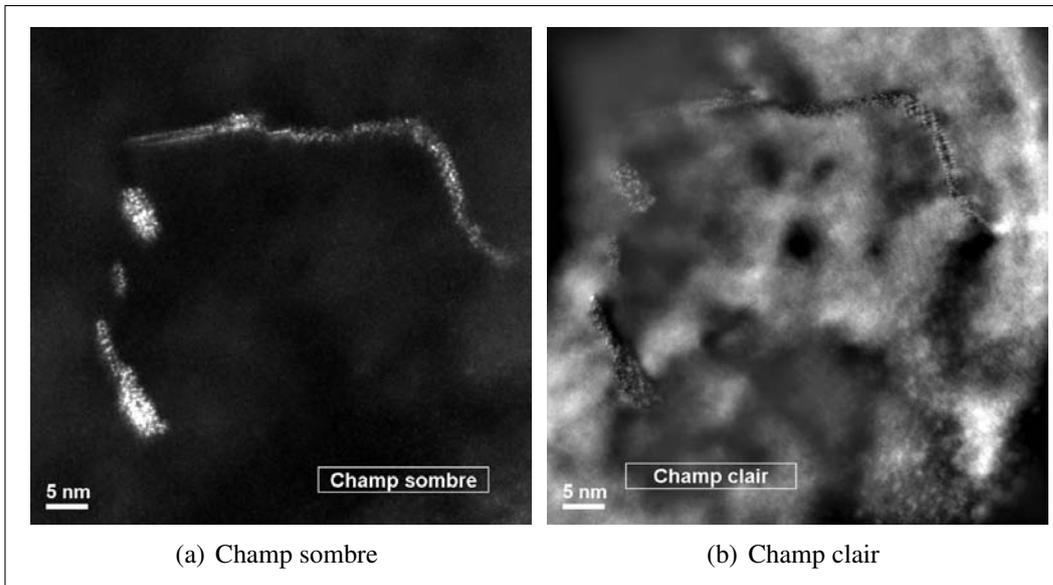


FIGURE 3.18: *Vue en mode champ sombre puis champ clair d'une colonie de précipités*

D'autres exemples de précipités sont présentés figure 3.19. Cette vue est intéressante car les trois variantes de précipités sont visibles. Il s'agit d'aiguilles allongées le long des trois directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Des observations d'autres précipités aboutissent aux mêmes remarques à propos de la forme, de la taille et de la tendance à l'ordre imparfait des tâches de diffraction.

Enfin, la figure 3.20 montre un spectre EDX typique obtenu sur une aiguille à l'aide d'une sonde de 3 nm. Le résultat donne un rapport atomique $X_{\text{Mg}}^p / X_{\text{Si}}^p = 1,68$. Une mini statistique sur quelques précipités donne un rapport moyen assez homogène de $1,6 \pm 0,3$. Ce rapport est habituellement plus faible (autour de 1) pour les phases β'' [ZAN 97, AND 98, HUI 06]. Lors de ces analyses EDX, la quantité d'aluminium présent dans les précipités ne peut évidemment pas être estimée du fait de la matrice.

3.3.2 Observations de l'évolution de la microstructure en MET classique

Suite à l'étude détaillée du 6061 à l'état T6, la population de précipités de plusieurs états sont observés en MET classique, l'objectif étant d'évaluer l'évolution de la microstructure en fonction du chargement thermique préalablement subi par le matériau. Il s'agit plus exactement d'estimer l'influence d'un chauffage sur la taille et la fraction volumique des précipités. En effet, en utilisant un MET classique, il

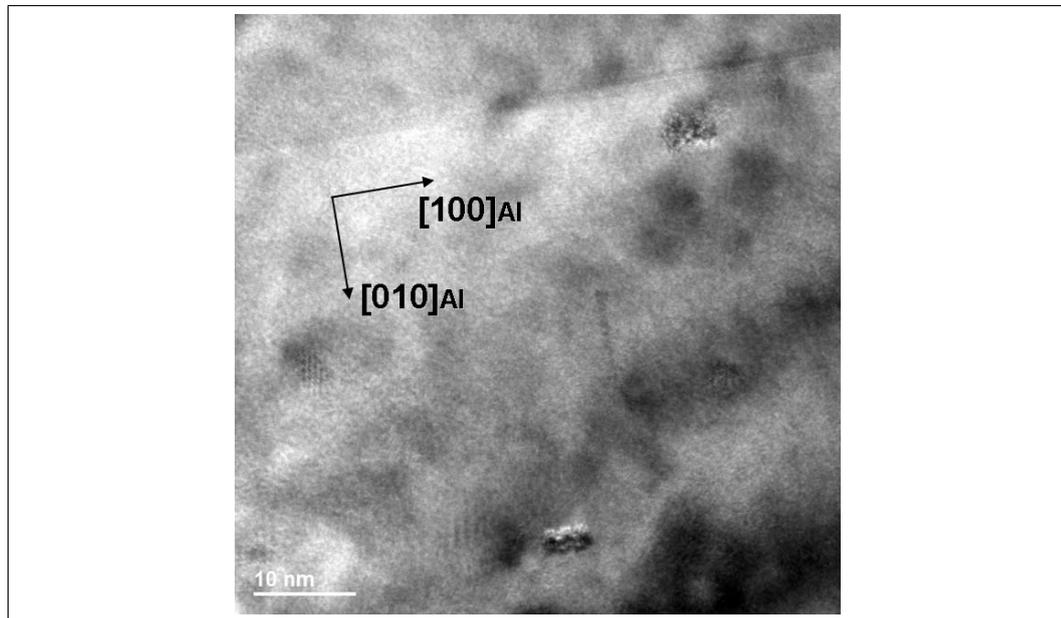


FIGURE 3.19: *Vue de précipités dans les 3 directions*

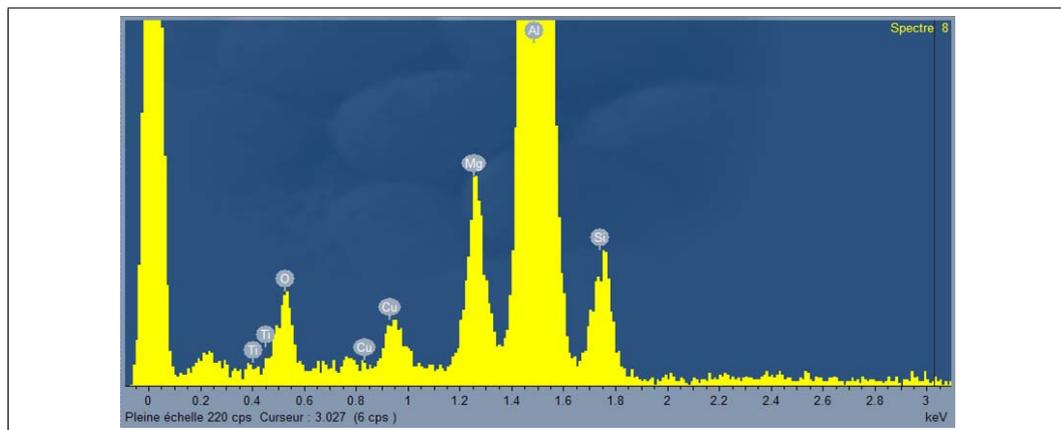


FIGURE 3.20: *Spectre EDX typique pour un précipité contenu dans le 6061-T6 - Les pics représentent la fraction atomique des éléments présents dans le matériau*

est, a priori, plus aisé d'évaluer la fraction volumique car il est possible de faire des grandissements plus faibles. En revanche, les petits précipités ne sont pas toujours visibles en raison d'un faible contraste. Enfin, avec un MET classique, il est plus difficile de mesurer précisément le diamètre des précipités car les images à fort grandissement sont très rarement nettes.

3.3.2.1 Comparaison de trois états de précipitation

Trois états de précipitation sont comparés afin d'observer l'évolution de la microstructure, le but étant de vérifier en quelques points clés, l'évolution mise en évidence en DNPA. Le premier état observé en MET classique est l'état T6 de référence, puis deux états préalablement chauffés respectivement à 300 °C et 400 °C, à une vitesse de 15 °C/s.

Tout d'abord, la figure 3.21 montre trois images obtenues à faible grossissement pour les trois états observés. Les précipités durcissants (en forme d'aiguille) sont trop petits pour être visibles à l'état T6 et après chauffage à 300 °C. Pour ces deux états seule la précipitation primaire en Fe-Si est visible (celle déjà observée sur l'état T6 en HRTEM, voir figure 3.16). En revanche, les précipités durcissants sont parfaitement visibles pour l'échantillon préalablement chauffé à 400 °C, car ils sont beaucoup plus gros. Ceci confirme l'observation en DNPA : il y a coalescence des précipités pour $T_{atteinte} = 400$ °C. Ce cliché à faible grossissement permet même de mesurer la longueur des aiguilles. Sur l'image de la figure 3.21(c), cette longueur est comprise entre 50 et 180 nm et sa valeur moyenne sur 10 aiguilles est 103 nm.

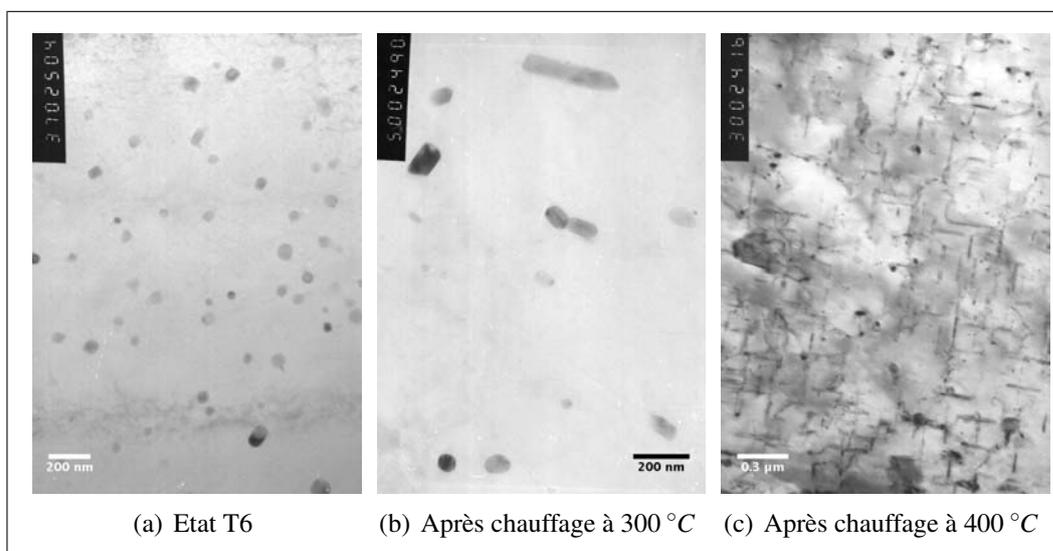


FIGURE 3.21: Comparaison de trois états de précipitation à faible grossissement

Ensuite, en augmentant le grossissement, les précipités commencent à être visibles pour l'état T6 et après chauffage à 300 °C pour un grossissement compris en 70 et 100 k (voir figure 3.22). Toutefois, ils restent trop petits pour être mesurés. Les figures 3.22(a) et 3.22(b) montrent que l'état de précipitation est très proche à l'état T6 et après chauffage à 300 °C. Cette observation a déjà été faite en DNPA.

De plus, dans les trois cas la fraction volumique semble identique. Il y a moins de précipités après chauffage à 400 °C mais ils sont plus gros. L'étude présentée dans le paragraphe 3.3.2.2 donne plus d'informations à ce propos. Aussi, pour plus de visibilité, la figure 3.23 donne une vue en champ sombre de l'état T6.

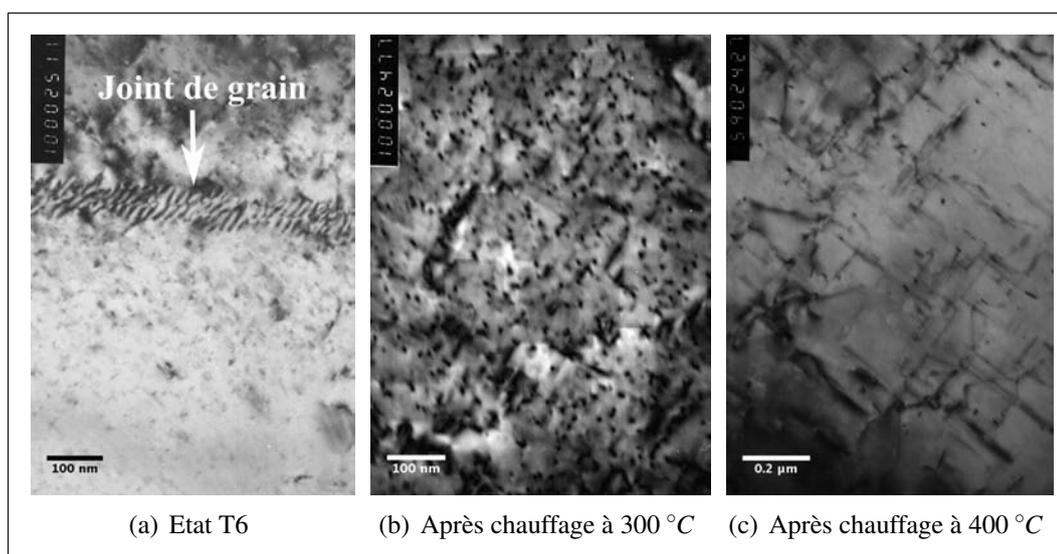


FIGURE 3.22: *Comparaison de trois états de précipitation à grandissement intermédiaire*

Enfin, il faut aller jusqu'à un fort grandissement pour pouvoir mesurer les précipités. Le grandissement ainsi utilisé est de 150 *k*. La figure 3.24 montre les images obtenues avec les trois états étudiés. Il est très difficile d'obtenir des images exploitables à fort grandissement sans haute résolution, les mesures de rayons et de longueurs peuvent donc être imprécises. Elles permettent toutefois d'observer l'évolution de la précipitation. Le tableau 3.1 synthétise les longueurs et les rayons mesurés. Ces derniers sont comparés à ceux obtenus par DNPA. Il en ressort que la concordance des deux techniques est assez bonne sauf pour l'éprouvette chauffée à 400 °C.

A titre indicatif, Andersen et al. [AND 98] mesurent, pour la phase β'' , des aiguilles dont la taille est environ $4 \times 4 \times 50 \text{ nm}$ et environ $20 \times 20 \times 500 \text{ nm}$ pour la phase β' . De plus, Donnadiou et al. [DON 99] mesurent la taille des précipités présents dans un alliage 6056-T6 et obtiennent un diamètre moyen de 2,86 nm.

Enfin, en dernière remarque, il n'est pas possible de faire d'analyse EDX en MET classique car les précipités sont trop petits par rapport à la sonde. Il n'est donc

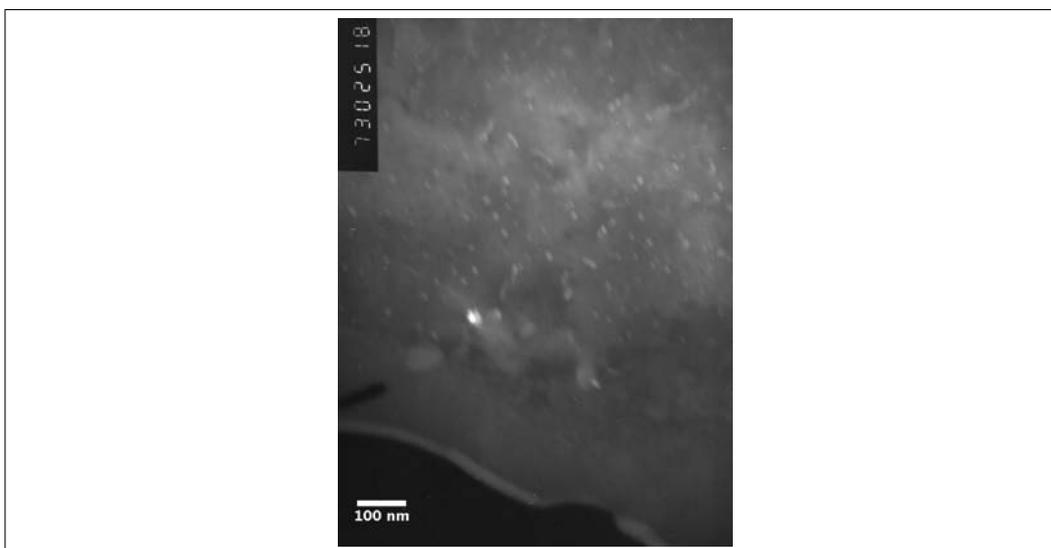


FIGURE 3.23: Observation de l'état T6 en champ sombre

TABLEAU 3.1: Mesures de la taille des précipités - Cellule verte pour une bonne concordance avec la DNPA, cellule orange pour une moins bonne concordance

| | Longueur comprise entre : | | Longueur moyenne | Rayon compris entre : | | Rayon moyen | R_g en DNPA |
|---------------|---------------------------|--------|------------------|-----------------------|-------|-------------|---------------|
| T6 | 20 nm | 40 nm | 29 nm | 3,75 nm | 6 nm | 4,45 nm | 4,55 nm |
| 300 °C | 15 nm | 40 nm | 25 nm | 2 nm | 4 nm | 2,6 nm | 3,1 nm |
| 400 °C | 65 nm | 170 nm | 112 nm | 5 nm | 11 nm | 7,35 nm | 12,7 nm |

pas possible de vérifier que la composition des précipités présents dans l'échantillon préalablement chauffé à 400 °C est la même que pour les autres.

3.3.2.2 Evaluation de la fraction volumique des précipités

Les images MET permettent assez aisément de mesurer la taille de certains précipités, en revanche il est beaucoup plus difficile de mesurer une fraction volumique. Même si les clichés permettent d'évaluer la fraction volumique, il n'est pas possible de la mesurer avec précision. La raison principale est que les images MET aboutissent à des observations volumiques et que l'épaisseur de la lame mince est très difficilement mesurable. Le volume de l'échantillon observé n'est alors pas connu. De ce fait, il est important d'insister sur le fait que les fractions volumiques déterminées dans la suite ne sont que des *estimations* et non pas des mesures précises. Ainsi, l'objectif de cette étude est de vérifier que la fraction volumique de 1,6 % calculée avec PreciSo (étude présentée plus tard dans la section 3.4) est réaliste.

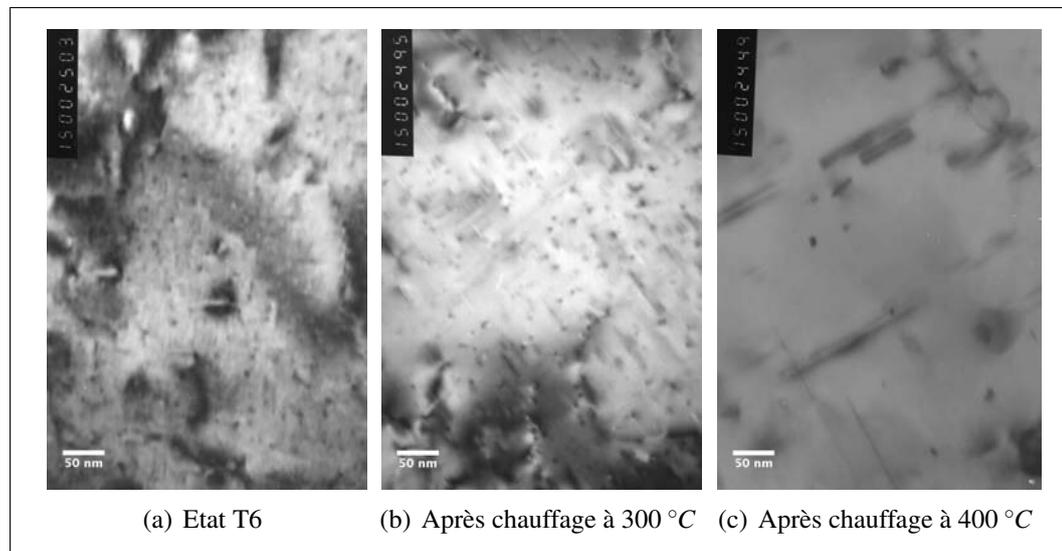


FIGURE 3.24: *Comparaison de trois états de précipitation à fort grandissement*

Pour déterminer l'ordre de grandeur de la fraction volumique, les clichés MET sont comparés à des images de précipitation « modèle ». Un programme sous Matlab a été spécialement développé. Il permet, à partir de trois paramètres simples décrivant la précipitation, de reproduire une population de précipités en forme d'aiguilles dans une lame mince de 100 nm d'épaisseur. Les trois paramètres en question sont :

- la fraction volumique f_v ;
- le rayon moyen des aiguilles r_{moy} ;
- la longueur moyenne des aiguilles L_{moy} .

Une distribution de taille gaussienne est ensuite déterminée pour r_{moy} et L_{moy} . Les distributions de taille sont discrétisées en une centaine de classes de taille. Le volume total des précipités est calculé, puis un algorithme itératif permet d'augmenter pas à pas le nombre de précipités jusqu'à obtenir le volume des précipités correspondant à la fraction volumique souhaitée. Les aiguilles sont ensuite tracées sur un graphique en les répartissant uniformément suivant les trois directions $\langle 001 \rangle$. Leur position est déterminée de manière aléatoire.

La figure 3.25 compare l'état de précipitation observé sur l'échantillon préalablement chauffée à 300 °C à deux états de précipitation obtenus par simulation, le premier avec une fraction volumique de 3 % (figure 3.25(a)) et le deuxième avec une fraction volumique de 1,6 % (figure 3.25(c)) (même valeur que celle calculée grâce à un calcul thermodynamique). Il apparaît clairement qu'une fraction volumique de 3 % n'est pas du tout représentative de l'état réel de précipitation et que la fraction volumique de 1,6 % est visuellement plus proche de celle observée en MET. En conclusion, l'ordre de grandeur de la valeur calculée est bon, ce qui conforte ce

calcul.

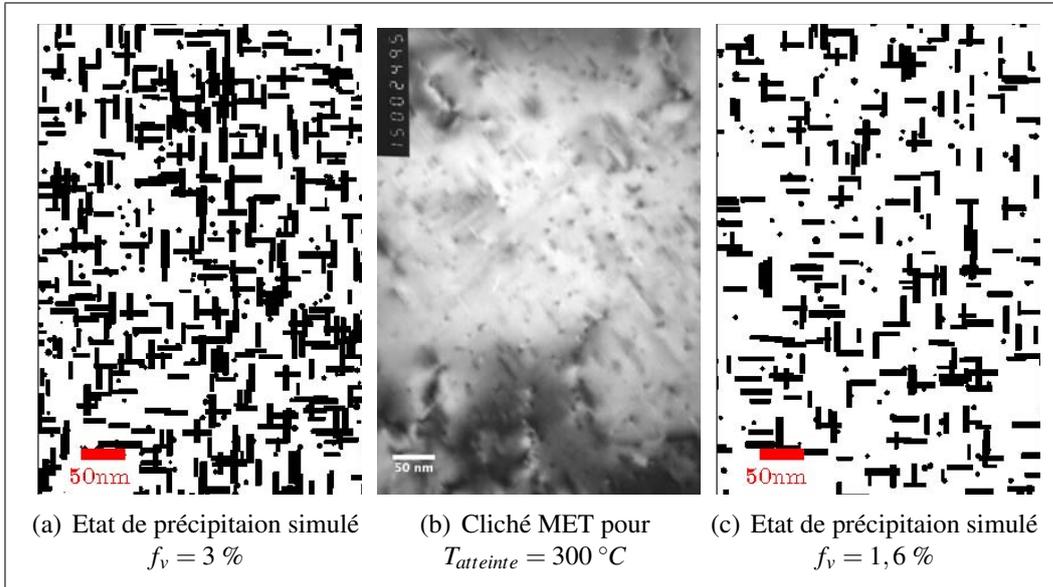


FIGURE 3.25: Simulation de la population de précipités pour $T_{atteinte} = 300 \text{ } ^\circ\text{C}$ avec $r_{moy} = 2,6 \text{ nm}$ et $L_{moy} = 25 \text{ nm}$ - La fraction volumique de 1,6 % est visiblement plus proche de la réalité

Il en est de même pour la population de précipités observée dans un échantillon préalablement chauffé à $400 \text{ } ^\circ\text{C}$. La figure 3.26 montre que la précipitation simulée avec $f_v = 1,6 \%$, $r_{moy} = 7,35 \text{ nm}$ et $L_{moy} = 112 \text{ nm}$ est très proche de celle observée par MET.

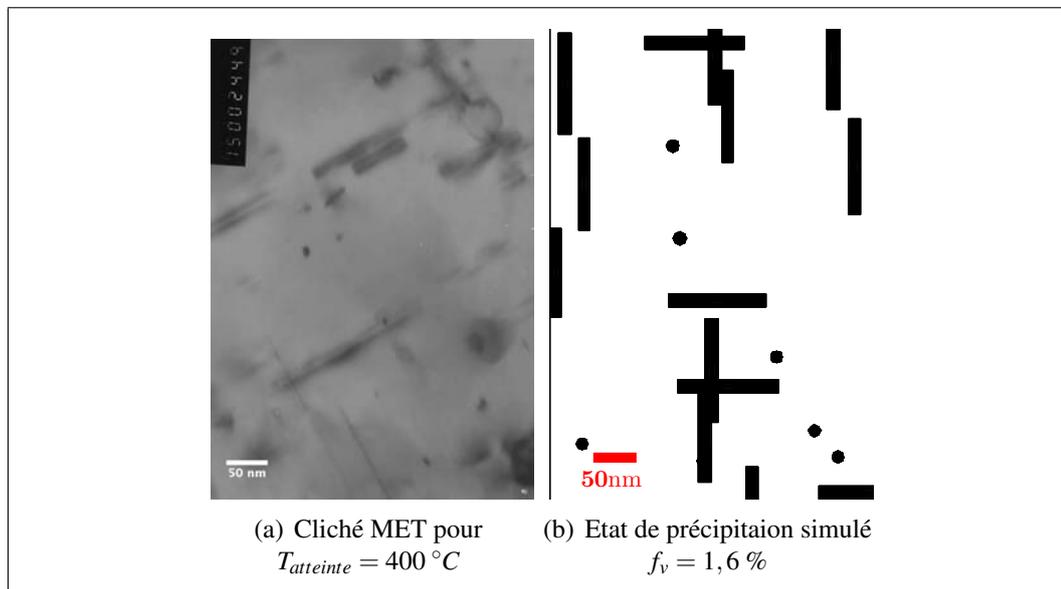


FIGURE 3.26: Simulation de la population de précipités pour $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec $r_{moy} = 7,35\text{ nm}$ et $L_{moy} = 112\text{ nm}$

3.4 Modélisation métallurgique (PreciSo)

Les observations expérimentales en DNPA et MET présentées dans ce chapitre permettent tout d'abord de connaître l'état de précipitation dans le 6061-T6. Elles expliquent ensuite l'évolution de la population des précipités pendant un transitoire thermique. Ainsi, la taille moyenne et la fraction volumique sont connues pour des chargements thermiques bien définis. Le modèle métallurgique présenté dans cette section détermine les évolutions métallurgiques pour tout chargement thermique anisotherme. Il s'agit plus exactement de modèles de germination et croissance¹⁸ de précipités tels ceux exposés au chapitre 1. Les modèles sont recalés grâce aux données expérimentales.

Le modèle, appelé PreciSo¹⁹ a initialement été développé par Michel Perez du laboratoire Mateis à l'INSA de Lyon, pour divers matériaux à durcissement structural et notamment pour des aciers microalliés au vanadium et au niobium [ACE 07]. Au cours du travail de thèse présenté dans ce mémoire, PreciSo a été adapté au cas de l'alliage d'aluminium 6061. Pour ce faire, et dans l'objectif de simplifier la modélisation, il a été considéré que seule la phase β' de composition Mg_2Si est précipitée dans le matériau. En effet, toutes les données thermodynamiques ne sont pas disponibles pour modéliser une phase β'' de composition Mg_5Si_6 . Un modèle à deux phases à toutefois été mis en place afin d'en montrer l'intérêt. Les deux phases considérées sont de composition Mg_2Si mais leurs propriétés thermodynamiques sont différentes. Elles ont été adaptées pour que la simulation corresponde le mieux possible aux expérimentations. Les résultats et les perspectives offertes par ce modèle sont décrits en fin de section.

Les données d'entrée nécessaires au modèle à une phase sont exposées. Les équations nécessaires aux calculs de germination et croissance sont ensuite présentées en les appliquant au cas de précipités Mg_2Si dans une matrice d'aluminium. Enfin, les résultats de la modélisation sont comparés aux expérimentations.

3.4.1 Les données d'entrée du modèle

Peu de données sont nécessaires pour mener à bien la modélisation métallurgique. Les données les plus importantes et les plus difficiles à obtenir sont les données thermodynamiques propres au matériau et aux composés du matériau.

Les autres données d'entrée nécessaires aux modèles sont les conditions initiales et les chargements thermiques correspondant aux procédés étudiés. Seules deux conditions initiales sont utilisées :

- la température initiale,

¹⁸La croissance inclut le grossissement et la dissolution (rétrécissement et disparition) des précipités.

¹⁹PreciSo pour « Precipitation Software ».

- la distribution de taille initiale des précipités (donne la densité de chaque classe de taille de précipités à l'état initial²⁰).

Une description plus détaillée de ces données est exposée dans la suite de la section.

Tout d'abord des données propres aux composants du matériau sont nécessaires pour les modèles thermodynamiques. Dans ces modèles, seuls les éléments d'addition permettant la précipitation sont pris en compte en plus de la matrice en aluminium pur²¹ et des phases précipitées Mg₂Si sont utilisées pour modéliser l'évolution métallurgique. Les données concernant les solutés magnésium et silicium sont présentées dans le tableau 3.2, celles concernant la matrice d'aluminium dans le tableau 3.3 et enfin celles concernant les précipités Mg₂Si dans le tableau 3.4.

TABLEAU 3.2: *Données concernant les solutés*

| | Mg | Si | Source |
|---|--|--|--|
| Teneur massique initiale | 0,93 % <i>m</i> | 0,61 % <i>m</i> | Certificat de conformité du matériau (ALMET) |
| Masse molaire | 24,305 g/mol | 28,0855 g/mol | Tableau périodique des éléments [GEN 08] |
| Terme pré-exponentiel (utilisé dans le calcul du coeff. de diff. (cf. eq. 3.9)) | $1,24 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ | $2,02 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ | [DOR 00b, ESM 03, PAR 01, HAT 84, ASS 07] |
| Energie d'activation de la diffusion | 130 kJ/mol | 136 kJ/mol | Doré et al. [DOR 00b] |

TABLEAU 3.3: *Données concernant la matrice d'aluminium*

| | Aluminium | Source |
|----------------------------|------------------------------------|--|
| Paramètre de maille | 4,05 Å | Ravi et Wolverton [RAV 04] |
| Masse molaire | 26,981 g/mol | Tableau périodique des éléments [GEN 08] |
| Volume atomique | $1,66 \times 10^{-29} \text{ m}^3$ | [GEN 08] |

²⁰La distribution initiale peut être vide.

²¹Il existe en réalité d'autres composants tels le cuivre, le fer, le manganèse, le chrome, etc. qui ont une influence relativement faible sur la cinétique de précipitation, ils ne sont donc pas pris en compte.

TABLEAU 3.4: Données concernant les précipités Mg_2Si

| | Précipité Mg_2Si | Source |
|--|---|--|
| Volume atomique | $19,645 \times 10^{-30} m^3$ | Calculés à partir de la maille cristallographique du précipité |
| Masse volumique | $2160 kg/m^3$ | |
| Energie d'interface précipité/matrice | $0,215 J/m^2$ | Paramètre de « recalage » |
| Produit de solubilité A | 5009,15 | Calculés à partir de $[C_{Mg}^i]^2 [C_{Si}^i]$ donné par Myhr et al. [MYH 01] |
| Produit de solubilité B | -0,0765355 | |
| Coeff. descriptif de la stœchiométrie : Np | 0.5 | $Stoechiom.Mg = \frac{1}{1+Np} \approx 0.66$ et $Stoechiom.Si = \frac{Np}{1+Np} \approx 0.33$ |
| Distribution initiale | Quelconque : Définie grâce à un fichier texte décrivant la distribution de taille (nombre de précipités pour chaque classe de taille) | |

Dans le tableau 3.2, deux données thermodynamiques concernant la diffusion des éléments d'alliage dans l'aluminium sont considérées. Il s'agit des paramètres D_0 (appelé *terme pré-exponentiel* dans le tableau 3.2) et Q_D (appelé *énergie d'activation de la diffusion* dans le tableau 3.2). D_0 est le terme pré-exponentiel (également exprimé en m^2s^{-1}) de l'expression du coefficient de diffusion D (exprimé en m^2s^{-1}). Le coefficient de diffusion D est déterminé pour le magnésium et le silicium grâce à la loi classique d'Arrhenius décrit par l'équation 3.9. Q_D est l'énergie d'activation de la diffusion de l'élément considéré, elle est exprimée en J/mol . Dans cette équation, R désigne la constante universelle des gaz parfaits et T la température en K .

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_D}{RT}\right) \quad (3.9)$$

Ensuite, concernant la phase Mg_2Si , des produits de solubilité A et B sont donnés dans le tableau 3.4. Il s'agit en réalité des coefficients A et B dans l'expression du produit de solubilité des précipités, noté K_S et déterminé par l'équation 3.10.

$$\log K_S = -\frac{A}{T} + B \quad (3.10)$$

Dans cette équation, T représente la température et le produit de solubilité K_S est défini par :

$$K_S = X_{Mg}^i{}^2 \cdot X_{Si}^i \quad (3.11)$$

Dans cette expression, X_{Mg}^i représente la fraction **atomique** de magnésium d'équilibre à l'interface précipité / matrice et X_{Si}^i la fraction **atomique** de silicium. Un

article écrit par Myhr et Grong donne [MYH 01] :

$$[C_{Mg}^i]^2 [C_{Si}^i] = \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{RT}\right) \exp\left(\frac{\Delta S_0}{R}\right) \quad (3.12)$$

avec $[C_{Mg}^i]$ et $[C_{Si}^i]$ respectivement les concentrations d'équilibre de magnésium et silicium à l'interface précipité / matrice en % massique, ΔH_0 est l'enthalpie de la formation / dissolution de précipités et ΔS_0 est l'entropie. Les fractions massiques doivent être transformées en fractions atomiques. La fraction atomique X d'un composé quelconque dans une matrice d'aluminium s'écrit :

$$X = \frac{n}{n_{Al}} = \frac{m}{M} \frac{M_{Al}}{m_{Al}} = [C] \left(\frac{M_{Al}}{M} \frac{1}{100}\right) \quad (3.13)$$

Avec n le nombre d'atomes du soluté considéré, n_{Al} le nombre d'atomes d'aluminium²², m et m_{Al} sont respectivement la masse du composé et la masse d'aluminium, $[C] = \frac{m}{m_{Al}}$ est la fraction massique du soluté, enfin, M et M_{Al} sont les masses atomiques du composé et de l'aluminium. En combinant les trois équations 3.10, 3.11 et 3.13, il vient :

$$\log K_S = \log\left(X_{Mg}^i \cdot X_{Si}^i\right) = \log\left([C_{Mg}^i]^2 [C_{Si}^i]\right) + \log\left(\frac{M_{Al}^3}{M_{Mg}^2 M_{Si} 100^3}\right) \quad (3.14)$$

Puis, d'après l'équation 3.12 :

$$\begin{aligned} \log K_S &= \log\left[\exp\left(-\frac{\Delta H_0}{RT} + \frac{\Delta S_0}{R}\right)\right] + \log\left(\frac{M_{Al}^3}{M_{Mg}^2 M_{Si} 100^3}\right) \\ &= \left(-\frac{\Delta H_0}{RT} + \frac{\Delta S_0}{R}\right) \log(e) + \log\left(\frac{M_{Al}^3}{M_{Mg}^2 M_{Si} 100^3}\right) = -\frac{A}{T} + B \end{aligned} \quad (3.15)$$

Les produits de solubilité A et B de l'équation 3.10 sont finalement obtenus par identification (leurs valeurs numériques sont données dans le tableau 3.4) :

$$\begin{aligned} A &= \frac{\Delta H_0}{R} \log(e) \\ B &= \frac{\Delta S_0}{R} \log(e) + \log\left(\frac{M_{Al}^3}{M_{Mg}^2 M_{Si} 100^3}\right) \end{aligned} \quad (3.16)$$

Enfin, l'énergie d'interface, correspondant à l'énergie nécessaire pour créer l'interface entre le précipité et la matrice exprimée en J/m^2 , est le seul paramètre ajustable du modèle afin qu'il soit recalé avec les mesures expérimentales. Ainsi, les données expérimentales pour un seul état (par exemple l'état T6) sont nécessaires pour recalé le modèle.

²²Il faudrait en toute rigueur utiliser le nombre total d'atomes ($n_{Al} + n$) mais le nombre d'atomes d'aluminium étant très grand par rapport aux autres composants, l'hypothèse que le nombre total d'atomes est égal au nombre d'atomes d'aluminium est faite.

3.4.2 Initialisation du modèle

La première étape avant tout calcul métallurgique est l'initialisation du modèle. Cette étape consiste à initialiser tous les paramètres utilisés lors des calculs de germination et croissance des précipités. Ces paramètres sont déduits des données d'entrée précédemment décrites. Tout d'abord, les teneurs initiales sont calculées pour chaque élément d'addition considéré. Ensuite la fraction volumique initiale des précipités est calculée et enfin les fractions atomiques restant en solution. Ces trois calculs sont détaillés dans la suite de cette section.

3.4.2.1 Calcul des teneurs initiales

Les premiers calculs effectués lors de l'étape d'initialisation du programme sont les calculs des fractions atomiques totales de chaque soluté à partir des fractions massiques données dans le tableau 3.2. Les fractions totales sont également appelées *teneurs*.

Le but est de calculer les teneurs en fraction atomique de magnésium X_{Mg}^{total} et de silicium X_{Si}^{total} contenus dans le 6061 étudié. Elles prennent évidemment en compte les atomes de solutés contenus dans la solution solide et ceux contenus dans les précipités. La teneur de magnésium est définie par :

$$X_{Mg}^{total} = \frac{n_{Mg}}{n_{Al} + n_{Mg} + n_{Si}} \quad (3.17)$$

n_{Mg} , n_{Si} et n_{Al} sont les nombres d'atomes de magnésium, silicium et aluminium par unité de volume. Ils sont calculés à partir des fractions massiques totales $[C]$ données par le fabricant du matériau et de la masse molaire M . Par exemple, pour le magnésium, n_{Mg} se calcule de la manière suivante :

$$n_{Mg} = \frac{C_{Mg}}{M_{Mg}/N_A} \quad (3.18)$$

où N_A est le nombre d'Avogadro.

Après simplification, la teneur en magnésium devient :

$$X_{Mg}^{total} = \frac{C_{Mg}}{M_{Mg}} \frac{1}{\frac{C_{Mg}}{M_{Mg}} + \frac{C_{Si}}{M_{Si}} + \frac{(1 - C_{Mg} - C_{Si})}{M_{Al}}} \quad (3.19)$$

De la même manière, la teneur en silicium est :

$$X_{Si}^{total} = \frac{C_{Si}}{M_{Si}} \frac{1}{\frac{C_{Mg}}{M_{Mg}} + \frac{C_{Si}}{M_{Si}} + \frac{(1 - C_{Mg} - C_{Si})}{M_{Al}}} \quad (3.20)$$

L'application numérique est ensuite exécutée grâce aux valeurs données dans le tableau 3.2. Elles sont rappelées ici :

$$\begin{aligned}C_{\text{Mg}} &= 0,93 \% \\C_{\text{Si}} &= 0,61 \% \\M_{\text{Mg}} &= 24,305 \text{ g/mol} \\M_{\text{Si}} &= 28,0855 \text{ g/mol} \\M_{\text{Al}} &= 26,981 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Le calcul donne pour l'alliage 6061 étudié :

$$\begin{aligned}X_{\text{Mg}}^{\text{total}} &= 1,032 \% \\X_{\text{Si}}^{\text{total}} &= 0,585 \%\end{aligned}$$

Ce calcul montre que la fraction atomique du magnésium est environ le double de la fraction atomique du silicium avec un léger excès de silicium si il est considéré que tous les précipités sont de composition Mg_2Si ($X_{\text{Mg}}^{\text{total}} \lesssim 2X_{\text{Si}}^{\text{total}}$).

3.4.2.2 Calcul de la fraction volumique initiale des précipités

Le calcul de la fraction volumique des précipités f_v est effectué lors de l'étape d'initialisation si une distribution initiale a été définie. Les distributions sont discrétisées en plusieurs classes de taille. Pour chacune d'elle, le nombre n_i ²³ de précipités de la classe i considérée et le rayon r_i sont connus.

Afin de calculer la fraction volumique, une hypothèse sur la forme des précipités doit être émise. Il sera dans la suite considéré que les précipités sont sphériques²⁴ afin de simplifier les calculs. Dans la réalité, ils ont une forme d'aiguille. Le calcul de la fraction volumique s'écrit simplement :

$$f_v = \frac{4}{3}\pi \sum_i n_i r_i^3 \quad (3.21)$$

3.4.2.3 Calcul des fractions atomiques initiales restant en solution

La détermination des fractions atomiques restant en solution (notées X_{Mg}^m pour le magnésium et X_{Si}^m pour le silicium) utilise la teneur en fraction atomique et la fraction volumique précédemment calculées. Dans la suite, les détails des calculs sont indiqués en utilisant le magnésium, X_{Si}^m est ensuite obtenue de la même manière.

Les atomes de magnésium sont répartis dans la matrice et dans les précipités. Le nombre total d'atomes de magnésium $n_{\text{Mg}}^{\text{tot}}$ s'écrit alors :

$$n_{\text{Mg}}^{\text{tot}} = n_{\text{Mg}}^m + n_{\text{Mg}}^p \quad (3.22)$$

²³Il s'agit en réalité d'une densité car N_i correspond au nombre de précipités par unité de volume.

²⁴Cette hypothèse est déjà utilisée lors de la définition de distribution initiale car le rayon renseigné pour chaque classe correspond à un rayon de précipité sphérique.

avec n_{Mg}^m et n_{Mg}^p respectivement le nombre d'atomes de magnésium dans la matrice et dans les précipités. En divisant par le nombre total d'atomes n_t (aluminium, magnésium et silicium) et en effectuant quelques arrangements, l'équation 3.22 devient :

$$\frac{n_{\text{Mg}}^{\text{tot}}}{n_t} = \frac{n_{\text{Mg}}^m}{n_m} \frac{n_m}{n_t} + \frac{n_{\text{Mg}}^p}{n_p} \frac{n_p}{n_t} \quad (3.23)$$

Dans l'équation 3.23 n_m représente le nombre total d'atomes dans la matrice et n_p le nombre total d'atomes dans les précipités. De plus, la fraction volumique peut s'exprimer :

$$f_v = \frac{V_p}{V_t} = \frac{n_p \cdot V_{\text{at}}^p}{n_t \cdot V_{\text{at}}^m} \quad (3.24)$$

où V_p et V_t sont respectivement le volume des précipités et le volume total, V_{at}^p et V_{at}^m respectivement le volume atomique des précipités et de la matrice. En posant $\alpha = \frac{V_{\text{at}}^m}{V_{\text{at}}^p}$, il vient :

$$\frac{n_p}{n_t} = \alpha f_v \quad (3.25)$$

Finalement, l'équation 3.23 devient ²⁵ :

$$X_{\text{Mg}}^{\text{tot}} = X_{\text{Mg}}^m (1 - \alpha f_v) + X_{\text{Mg}}^p \alpha f_v \quad (3.26)$$

car $n_m = n_t - n_p$, puis vient l'expression de la fraction atomique de magnésium restant dans la solution solide :

$$X_{\text{Mg}}^m = \frac{X_{\text{Mg}}^{\text{tot}} - X_{\text{Mg}}^p \alpha f_v}{1 - \alpha f_v} \quad (3.27)$$

Des calculs analogues conduisent à l'expression de la fraction atomique de silicium restant dans la solution solide :

$$X_{\text{Si}}^m = \frac{X_{\text{Si}}^{\text{tot}} - X_{\text{Si}}^p \alpha f_v}{1 - \alpha f_v} \quad (3.28)$$

3.4.3 Modélisation des phénomènes métallurgiques

Une fois l'étape d'initialisation terminée, les calculs métallurgiques peuvent commencer. Les calculs décrits dans cette section sont tous effectués à chaque pas de temps. Ils reprennent en partie ce qui a été expliqué dans l'étude bibliographique au chapitre 1 en appliquant chaque équation au cas de phases Mg_2Si dans l'aluminium.

²⁵Pour rappel, $X_{\text{Mg}}^m = n_{\text{Mg}}^m/n_m$ est la fraction atomique en magnésium dans la matrice, $X_{\text{Mg}}^p = n_{\text{Mg}}^p/n_p$ est la fraction atomique en magnésium dans le précipité et X_{Mg}^i la fraction atomique en magnésium à l'interface précipité / matrice.

Un calcul de la sursaturation est effectué en priorité afin de savoir s'il est encore possible qu'il y ait germination avec la quantité de solutés présents dans la solution solide. Puis, un calcul de germination est mené. Ce calcul détermine le nombre et la taille des précipités formés à l'instant t considéré. Vient ensuite le calcul de la croissance des précipités qui décrit, soit un grossissement des précipités, soit un rétrécissement. Il donne, pour chaque classe de taille, la variation de son rayon. Si les précipités sont très petits, ils se dissolvent. Un calcul est effectué à ce niveau là afin de remettre en solution les composés des précipités dissous. Enfin, les fractions atomiques et volumiques initialement calculées sont mises à jour pour le pas de temps suivant. Ce dernier est également mis à jour grâce à un algorithme de pas de temps adaptatif.

3.4.3.1 Calcul de la sursaturation

La sursaturation, notée s , représente l'aptitude de la solution solide à former des germes Mg_2Si . Elle est utile lors du calcul de la force motrice volumique de germination δg [ACE 07, PER 07] qui peut s'exprimer comme la quantité d'enthalpie libre que gagne le système en transférant dn molécules Mg_2Si de la solution solide sursaturée (de composition $X = (X_{\text{Mg}}^m, X_{\text{Si}}^m)$) vers le précipité en équilibre thermodynamique (de composition $X^e = (X_{\text{Mg}}^e, X_{\text{Si}}^e)$). La force motrice volumique de germination s'exprime :

$$\delta g V_{mol}^p dn = x dn \left[\frac{\partial G^m}{\partial n_{\text{Mg}}} \Big|_{X^e} - \frac{\partial G^m}{\partial n_{\text{Mg}}} \Big|_X \right] + y dn \left[\frac{\partial G^m}{\partial n_{\text{Si}}} \Big|_{X^e} - \frac{\partial G^m}{\partial n_{\text{Si}}} \Big|_X \right] \quad (3.29)$$

où V_{mol}^p est le volume d'une molécule Mg_2Si , $\frac{\partial G^m}{\partial n_{\text{Mg}}}$ et $\frac{\partial G^m}{\partial n_{\text{Si}}}$ définissent respectivement le potentiel chimique des éléments Mg et Si dans la matrice, $x = 2$ et $y = 1$ sont respectivement les coefficients stœchiométriques du magnésium et du silicium dans le précipité. Après développement, l'expression de la force motrice volumique de précipitation s'écrit :

$$\delta g = -\frac{k_B T}{V_{mol}^p} \cdot \ln \left[\frac{(X_{\text{Mg}}^m)^2 X_{\text{Si}}^m}{K_S} \right] = -\frac{k_B T}{V_{mol}^p} s \quad (3.30)$$

avec k_B la constante de Boltzmann, K_S tel qu'il a été défini à l'équation 3.15 et s la sursaturation de la solution solide vis-à-vis de la précipitation de Mg_2Si . Elle s'écrit :

$$s = \ln \left[\frac{(X_{\text{Mg}}^m)^2 X_{\text{Si}}^m}{K_S} \right] \quad (3.31)$$

La sursaturation s est recalculée à chaque pas de temps. Elle est ensuite utilisée lors du calcul de germination puis de croissance des précipités.

3.4.3.2 Modélisation de la germination

Le but de la modélisation de la germination est de déterminer le taux de germination et la taille des précipités qui vont se former à chaque pas de temps en fonction de la température et de la sursaturation s . Le calcul est effectué seulement si la sursaturation de la solution solide est effective, c'est-à-dire si $s > 0$. La germination se produit notamment lors du traitement de revenu qui permet la création de précipités durcissants. Les deux grandeurs à calculer sont :

- $r_{k_B T}^*$ représentant le rayon des germes formés ²⁶ ; il doit être supérieur à r^* (rayon critique) pour assurer la stabilité des précipités formés ;
- dN/dt représentant le taux de précipitation à l'instant t .

Le modèle présenté ici imagine que, sous l'action de l'agitation thermique, il se forme des amas de Mg_2Si . La variation d'énergie libre $\Delta G(R)$ causée par la formation d'un précipité de rayon r est décrite par :

$$\Delta G(r) = \frac{4}{3}\pi r^3 \delta g + 4\pi r^2 \gamma \quad (3.32)$$

où δg est l'énergie libre volumique de précipitation dont l'expression est donnée par l'équation 3.30 et γ est l'énergie d'interface précipité/matrice donnée dans le tableau 3.4 page 138. Le premier terme de l'équation 3.32 est un terme volumique et représente le gain d'énergie par la formation d'une phase plus stable. Le deuxième terme est un terme surfacique et représente la perte d'énergie causée par la formation d'une nouvelle interface précipité/matrice.

La variation d'énergie de formation ΔG en fonction du rayon r est tracée dans la figure 3.27. Ce schéma montre que les effets de surface et de volume sont antagonistes, car δg est négatif. 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 .

La figure 3.27 met en évidence l'apparition du rayon critique r^* . Il s'agit du rayon qui maximise la fonction ΔG . Les précipités ayant un rayon inférieur à r^* sont instables et ont tendance à diminuer de taille pour se dissoudre. Ce sont des précipités sous-critiques. En revanche, les précipités ayant un rayon supérieur à r^* sont stables. Ils ont tendance à croître afin de minimiser leur surface par rapport à leur volume (ce qui permet de diminuer l'énergie libre associée). Ce sont des précipités sur-critiques. La valeur du rayon critique est simplement obtenue en annulant la dérivée de l'expression 3.32. Il s'écrit donc :

$$r^* = \frac{-2\gamma}{\delta g} = \frac{r_0}{s} \quad (3.33)$$

²⁶Une seule taille de précipités se forme à chaque pas de temps, la taille des germes ainsi formés variera grâce au calcul de croissance.

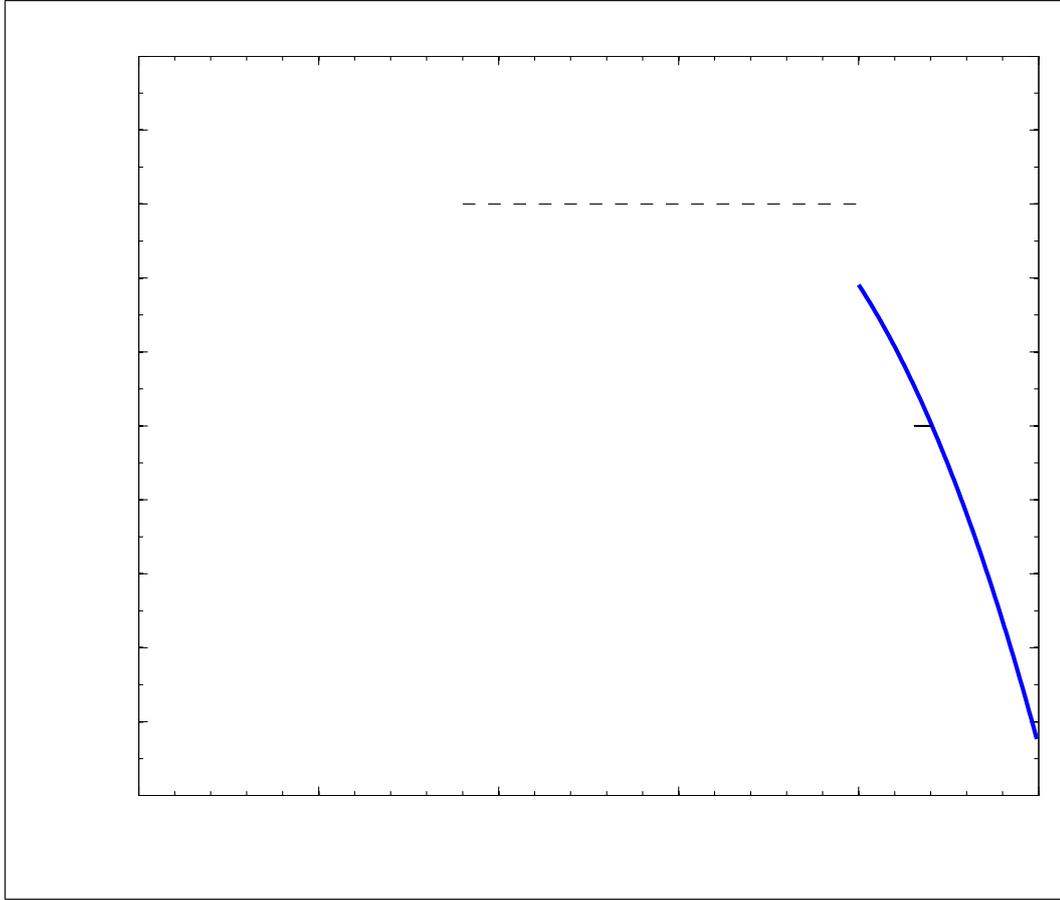


FIGURE 3.27: Représentation schématique de la variation de l'énergie libre de germination en fonction du rayon du précipité. Les valeurs sont données pour $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\gamma = 0,205\text{ J/m}^2$, $s = 1,5$. Seul $r_{k_B T}^*$ n'est pas représenté à l'échelle.

où la valeur de la sursaturation s est donnée par l'équation 3.31 et celle de la longueur de capillarité r_0 par :

$$r_0 = 2 \frac{\gamma V_{mol}^P}{k_B T} = 6 \frac{\gamma V_{at}^P}{k_B T} \quad (3.34)$$

où V_{mol}^P et V_{at}^P sont respectivement les volumes moléculaire et atomique du précipité. La composition du précipité étudié étant Mg_2Si (il y a trois atomes dans une molécule), la relation entre les volumes moléculaire et atomique est : $V_{mol}^P = 3 \times V_{at}^P$.

Il est ensuite possible de définir ΔG^* la barrière énergétique de la germination d'un précipité de taille critique r^* par :

$$\Delta G^* = \frac{16}{3} \pi \frac{\gamma^3}{\delta g^2} = \frac{\Delta G_0}{s} \quad (3.35)$$

avec

$$\Delta G_0 = \frac{4}{3}\pi r_0^2 \gamma \quad (3.36)$$

où ΔG^* est la barrière énergétique que les germes sous-critiques doivent franchir pour que leur rayon dépasse r^* et deviennent ainsi sur-critiques. S'ils ne parviennent pas à une telle énergie, ils seront dissous.

Le taux de germination peut ensuite être défini. Son calcul consiste à déterminer la probabilité pour qu'un précipité devienne sur-critique et donc qu'il continue à croître. L'expression du taux de germination utilisé ici est basée sur les travaux de Wagner et Kampmann [WAG 91, ACE 07]. A l'état stationnaire (qui n'est pas l'équilibre), le taux de germination s'écrit :

$$J_S = Z\beta^* n_0 \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \quad (3.37)$$

Il y a dans l'expression de J_S trois facteurs. Le premier est le nombre n^* de précipités de dimension critique r^* donné par la statistique de Boltzmann [PHI 02] :

$$n^* = n_0 \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \quad (3.38)$$

où n_0 est le nombre de sites par unité de volume sur lesquels les précipités peuvent se former (très proche du nombre d'atomes par unité de volume).

Le deuxième facteur est le taux de condensation β^* . Il représente la fréquence à laquelle une molécule se condense sur un précipité²⁷. Cette fréquence dépend du coefficient de diffusion D_i , de la concentration dans la matrice X_i^m des éléments d'addition et de leur concentration X_i^p dans les précipités. Son expression dans le cas général de précipités composés de plusieurs éléments i est [PER 08, RUS 69] :

$$\beta^* = \frac{4\pi r^{*2}}{a^4} \left(\sum_i \frac{X_i^p}{D_i X_i^m} \right)^{-1} \quad (3.39)$$

où a est le paramètre de maille de la matrice d'aluminium. Il correspond à la distance entre le précipité et la molécule qui vient faire croître le précipité. Dans le cas de la germination de précipités Mg_2Si le taux de condensation devient :

$$\beta^* = \frac{4\pi r^{*2}}{a^4} \left(\frac{X_{Mg}^p}{D_{Mg} X_{Mg}^m} + \frac{X_{Si}^p}{D_{Si} X_{Si}^m} \right)^{-1} \quad (3.40)$$

Le dernier facteur utilisé dans l'expression du taux de germination est le facteur de Zeldovich Z . Il est issu de la statistique de Boltzmann et décrit la cinétique

²⁷Le taux de condensation peut également être défini comme étant la probabilité de croissance du germe par l'apport d'une molécule.

de formation d'un germe critique. Le calcul du facteur de Zeldovich est donné en annexe H à la page 243. Son expression est :

$$Z = \frac{V_{mol}^p}{2\pi r^{*2}} \sqrt{\frac{\gamma}{k_B T}} \quad (3.41)$$

Le taux de germination a ainsi été calculé pour une distribution stationnaire des germes qui ne peut être atteinte qu'après un temps d'incubation τ . Il va alors croître jusqu'à la valeur stationnaire J_S donnée par l'équation 3.37. Le taux de germination instantané est défini pour tout t par :

$$\frac{dN}{dt}(t) = J_S \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right] \quad (3.42)$$

Cette relation est en bon accord avec les temps d'incubation prédits par un modèle Monte-Carlo [PER 07, MAU 05]. Toutefois, dans la littérature, la relation suivante remplace souvent l'expression 3.42 [DES 98, PER 03, ROB 04] :

$$\frac{dN}{dt}(t) = J_S \left[\exp\left(-\frac{\tau}{t}\right) \right] \quad (3.43)$$

Cette relation conduit également à un vrai temps d'incubation mais elle est plus éloignée de la réalité. Elle ne sera donc pas utilisée.

Le temps d'incubation τ est calculé en considérant le temps moyen que met un atome qui effectue un trajet au hasard avant de franchir la barrière d'énergie d'activation pour faire partie d'un germe de taille critique. L'expression obtenue est la suivante [ACE 07, PER 07] :

$$\tau = \frac{4}{\pi} \frac{1}{2\beta^* Z^2} \quad (3.44)$$

Finalement, le taux de nucléation calculé à chaque pas de temps dans *PreciSo* est donné par²⁸ :

$$\frac{dN}{dt}(t) = n_0 \beta^* Z \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right] \quad (3.45)$$

Les précipités nouvellement formés ont un rayon $r_{k_B T}^*$ légèrement supérieur à r^* pour assurer leur stabilité comme le montre la figure 3.27. Le rayon de germination est donné par [PER 07] :

$$r_{k_B T}^* = r^* + \frac{1}{2} \sqrt{\frac{k_B T}{\pi \gamma}} \quad (3.46)$$

²⁸Le nombre de site de nucléation n_0 pour une unité de volume peut être calculé en calculant l'inverse du volume atomique de la matrice : $n_0 = 1/V_{at}^m$.

Le taux de germination et le rayon des précipités formés définis dans cette section sont calculés à chaque pas de temps, à condition que la sursaturation de la solution solide soit effective. Ceci permet à chaque pas de temps de créer (ou d'enrichir) une classe de taille. Le nombre de précipités formés est $\Delta t \times dN/dt$. Ceux-ci peuvent ensuite croître (ou se rétrécir). Le calcul présenté dans la section suivante permet de modéliser l'évolution de la taille des précipités présents dans le matériau.

3.4.3.3 Modélisation de la croissance des précipités

Le calcul de la croissance des précipités dr/dT est effectué à chaque pas de temps pour chaque classe de taille. C'est-à-dire que tous les précipités de même taille (même classe de taille) évoluent de la même manière à chaque pas de temps²⁹.

Pour le calcul de la croissance des précipités, certaines grandeurs déjà présentées dans les sections précédentes sont réutilisées. Il s'agit du coefficient de diffusion D (cf. équation 3.9), du coefficient de solubilité K_S (cf. équation 3.15), de la longueur de capillarité r_0 (cf. équation 3.34) et du coefficient $\alpha = V_{at}^m/V_{at}^p$.

Pour le calcul de la croissance des précipités, deux hypothèses sont effectuées :

- la croissance est gouvernée par la diffusion des atomes ;
- il n'existe pas de réaction limitante à l'interface précipité / matrice.

Un bilan de matière³⁰ permet de calculer l'évolution dr du rayon des précipités correspondant à un flux d'atomes $J(r)$ sur la surface d'un précipité de taille r pendant l'intervalle de temps dt :

$$4\pi r^2 dr C^i + 4\pi r^2 |J(r)| dt = 4\pi r^2 dr C^p \quad (3.47)$$

où C^p est la concentration volumique du soluté considéré dans le précipité et C^i est la concentration volumique à l'interface précipité/matrice. Ce bilan de matière peut être effectué pour le magnésium et le silicium.

Afin de déterminer le flux d'atomes J , il faut partir de la seconde loi de Fick en coordonnées polaires [PER 07] (qui donne la variation de concentration en fonction de la position x , $x = 0$ étant le centre du précipité) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{D}{x^2} \frac{\partial}{\partial x} \left(x^2 \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (3.48)$$

L'hypothèse d'un profil de concentration stationnaire autour des précipités (c'est-à-dire $\frac{\partial C}{\partial t} = 0$) est couramment utilisée. Elle implique que l'expression du profil de concentration est de la forme $C(x) = -A/x + B$. Les constantes A et B sont

²⁹Ceci n'est pas vrai dans tous les cas. Il existe un algorithme dans PreciSo qui permet de scinder chaque classe de taille dans le cas où il y aurait trop peu de classes, ce qui provoquerait une mauvaise définition de la distribution de taille.

³⁰Dans une coquille d'épaisseur dr à la surface du précipité, il y a $4\pi r^2 dr C^i$ atomes de soluté. Le flux J amène $4\pi r^2 |J(r)| dt$ atomes pour donner une coquille de précipité d'épaisseur dr contenant $4\pi r^2 dr C^p$ atomes de soluté.

déterminées grâce aux conditions aux limites : $C(r) = C^i$ et $C(\infty) = C^m$. Le profil de concentration obtenu, illustré à la figure 3.28, s'écrit donc :

$$C(x) = C^m - \frac{r}{x} (C^m - C^i) \quad (3.49)$$

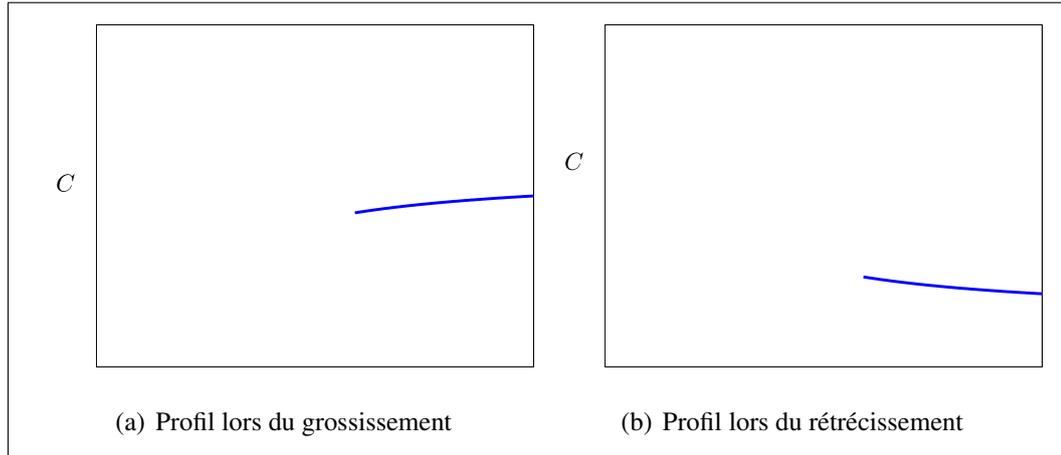


FIGURE 3.28: Profil de concentration en soluté autour du précipité

Le flux d'atomes de soluté qui arrivent sur le précipité vaut donc :

$$J(r) = -D \left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=r} = -\frac{D}{r} (C^m - C^i) \quad (3.50)$$

La variation dr du rayon du précipité pendant l'intervalle dt se déduit en combinant les équations 3.47 et 3.50 :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D}{r} \frac{C^m - C^i}{C^p - C^i} \quad (3.51)$$

Dans les équations précédentes, des concentrations volumiques ont été utilisées. Il convient d'utiliser dans *PreciSo* des concentrations atomiques. L'expression 3.51 devient donc :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D}{r} \frac{X^m - X^i}{\alpha X^p - X^i} \quad (3.52)$$

où X^m , X^i et X^p sont respectivement les fractions atomiques du soluté considéré dans la solution solide, à l'interface précipité/matrice et dans le précipité.

Cette dernière équation est valable pour le magnésium et le silicium. A ce stade, il n'est toujours pas possible de calculer dr/dt car il y a trois inconnues : dr/dt ,

3. Le comportement métallurgique du 6061

X_{Mg}^i et X_{Si}^i (X_{Mg}^p , X_{Mg}^m , X_{Si}^p et X_{Si}^m étant connus), mais seulement deux équations :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D_{Mg}}{r} \frac{X_{Mg}^m - X_{Mg}^i}{\alpha X_{Mg}^p - X_{Mg}^i} \quad (3.53)$$

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D_{Si}}{r} \frac{X_{Si}^m - X_{Si}^i}{\alpha X_{Si}^p - X_{Si}^i} \quad (3.54)$$

Une troisième équation doit être obtenue afin de résoudre le système. Elle est définie grâce au produit de solubilité $K_S(r)$ pour le rayon r considéré. Ce produit de solubilité n'est pas exactement celui présenté à l'équation 3.11 à cause de l'effet Gibbs Thomson. L'équation 3.11 décrit le produit de solubilité pour un rayon infini. Dans le cas de rayons finis, il faut prendre en compte l'influence de la taille des particules sur l'équilibre thermodynamique. Cette influence est appelée effet Gibbs Thomson. Il conduit à la relation suivante [PER 07, ACE 07] :

$$K_S(r) = X_{Mg}^i(r)^2 X_{Si}^i(r) = K_S \exp\left(\frac{r_0}{r}\right) \quad (3.55)$$

dr/dt peut maintenant être déterminé en résolvant le système d'équations à trois inconnues suivant :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D_{Mg}}{r} \frac{X_{Mg}^m - X_{Mg}^i(r)}{\alpha X_{Mg}^p - X_{Mg}^i(r)} \quad (3.56a)$$

$$\frac{dr}{dt} = \frac{D_{Si}}{r} \frac{X_{Si}^m - X_{Si}^i(r)}{\alpha X_{Si}^p - X_{Si}^i(r)} \quad (3.56b)$$

$$X_{Mg}^i(r)^2 X_{Si}^i(r) = K_S \exp\left(\frac{r_0}{r}\right) \quad (3.56c)$$

Le système 3.56 peut maintenant être résolu analytiquement. En divisant l'équation 3.56b par l'équation 3.56a, il vient :

$$\frac{D_{Mg}}{D_{Si}} \frac{X_{Mg}^m - X_{Mg}^i(r)}{X_{Si}^m - X_{Si}^i(r)} \frac{\alpha X_{Si}^p - X_{Si}^i(r)}{\alpha X_{Mg}^p - X_{Mg}^i(r)} = 1 \quad (3.57)$$

L'équation 3.56c se réécrit :

$$X_{Si}^i(r) = \frac{K_S \exp\left(\frac{r_0}{r}\right)}{X_{Mg}^i(r)^2} = \frac{K_S(r)}{X_{Mg}^i(r)^2} \quad (3.58)$$

En prenant en compte l'équation 3.58, l'équation 3.57 devient :

$$\frac{D_{Mg}}{D_{Si}} \frac{X_{Mg}^m - X_{Mg}^i(r)}{X_{Si}^m - \frac{K_S(r)}{X_{Mg}^i(r)^2}} \frac{\alpha X_{Si}^p - \frac{K_S(r)}{X_{Mg}^i(r)^2}}{\alpha X_{Mg}^p - X_{Mg}^i(r)} = 1 \quad (3.59)$$

Cette dernière équation peut se réécrire encore :

$$A.X_{Mg}^i(r)^3 + B.X_{Mg}^i(r)^2 + C.X_{Mg}^i(r) + D = 0 \quad (3.60)$$

avec :

$$\begin{aligned} A &= -D_{Mg}\alpha X_{Si}^p + D_{Si}X_{Si}^m \\ B &= D_{Mg}X_{Mg}^m\alpha X_{Si}^p - D_{Si}X_{Si}^m\alpha X_{Mg}^p \\ C &= K_S(r)(D_{Mg} - D_{Si}) \\ D &= K_S(r)\left(-D_{Mg}X_{Mg}^m + D_{Si}\alpha X_{Mg}^p\right) \end{aligned}$$

La résolution de l'équation 3.60 donne trois solutions distinctes³¹. Le programme *PreciSo* choisit ensuite la solution X_{Mg}^i correspondant au problème. Cette solution est un réel, elle est positive (une concentration ne peut pas être négative) et elle doit être inférieure à αX_{Mg}^p (la concentration à l'interface ne peut pas être supérieure à la concentration dans le précipité). Le taux de croissance dr/dt peut ainsi être calculé grâce à l'équation 3.56a.

Les calculs de croissance exposés ci-dessus, modélisent pour chaque classe de taille et chaque pas de temps l'évolution de la taille des précipités. Cette évolution conduit aussi bien à un grossissement ou à un rétrécissement des précipités. En revanche, les calculs de croissance ne permettent pas de *dissolution* des précipités.

Il existe une certaine taille à partir de laquelle les précipités ne peuvent plus être considérés comme tels. En effet, lorsque les précipités sont très petits (par exemple taille d'une molécule) ils ne constituent plus des précipités mais des molécules Mg_2Si dans la solution solide. Un algorithme est donc implémenté dans *PreciSo* afin de supprimer, à chaque pas de temps, les classes de taille trop petites (inférieures ou égales à 1 Å). Les fractions volumiques de solutés contenues dans ces classes de taille sont réinjectées dans la teneur en soluté de la solution solide. Elles pourront ainsi être utilisées pour le calcul de germination du pas suivant.

3.4.3.4 Mise à jour des fractions atomiques et du pas de temps

Suite aux calculs de germination et de croissance des précipités, les concentrations en soluté dans la solution solide ont varié (à cause de la migration d'atomes de la solution solide vers les précipités ou des précipités vers la solution solide). Un bilan de matière permet à la fin de chaque pas de temps de calculer la fraction atomique restant en solution pour chaque soluté. Un calcul similaire à celui présenté à la section 3.4.2.3 donne :

$$X_{Mg}^m = \frac{X_{Mg}^0 - \alpha f_v X_{Mg}^p}{1 - \alpha f_v} \quad (3.61)$$

³¹Un algorithme de résolution d'équations polynomiales est implémenté dans *PreciSo*.

et

$$X_{Si}^m = \frac{X_{Si}^0 - \alpha f_v X_{Si}^p}{1 - \alpha f_v} \quad (3.62)$$

où X_{Mg}^0 et X_{Si}^0 représentent les fractions atomiques initiales dans la solution solide.

Enfin, un algorithme de pas de temps adaptatif est inclus dans *PreciSo*. Si les durées des traitements considérés sont courtes (inférieures à deux heures), le pas de temps est fixe et égal à la valeur souhaitée par l'utilisateur. En revanche, si la durée du traitement étudié est longue (plus de deux heures), l'algorithme de pas de temps adaptatif est utilisé. Il permet à chaque pas de temps d'augmenter de 1,5 % sa valeur, ce qui se traduit par une augmentation exponentielle. Il peut ainsi devenir très grand et il existe alors un risque de voir la population de précipités évoluer trop vite d'un pas de temps à un autre. C'est pour cela que, à chaque pas de temps, il est vérifié que la variation du rayon critique n'est pas supérieure à 1 %. Si cette condition est vérifiée, les calculs de germination et taux de croissance sont validés et le programme passe au pas de temps suivant. En revanche, si la variation du rayon critique est supérieure à 1 %, le pas de temps est jugé trop grand. Tous les calculs sont ensuite refaits avec un pas de temps plus petit (divisé par deux) jusqu'à la validation de la condition énoncée ci-dessus.

3.4.4 Résultats

Les modèles métallurgiques présentés dans la section 3.4.3 ont d'abord été utilisés pour représenter la population de précipités contenus dans le 6061 à l'état T6. Le calage des modèles (via l'énergie d'interface γ) est effectué lors de cette étape afin de faire correspondre les simulations aux mesures expérimentales obtenues par DNPA.

L'évolution de l'état de précipitation est ensuite modélisée, à partir de l'état T6 ainsi reproduit, en utilisant les mêmes chargements thermiques que ceux utilisés lors des études expérimentales.

3.4.4.1 Représentation de l'état T6

L'objectif de cette première modélisation est de reproduire l'état de précipitation du 6061-T6 à partir d'une solution solide sursaturée en magnésium et silicium. La température et la durée du traitement de revenu utilisé pour atteindre l'état T6 n'étant pas connues pour le matériau étudié, il a été décidé arbitrairement de considérer une température de 185 °C³². Un traitement anisotherme a été modélisé pour un temps très long. La figure 3.29(a) donne l'évolution du rayon moyen, du rayon

³²Cette valeur n'a que très peu d'influence sur les résultats, une température moins élevée aboutirait à un temps plus long pour atteindre un état métallurgique donné.

critique et de la densité de précipités ainsi obtenus en fonction de la durée du revenu. La figure 3.29(b) montre l'évolution de la fraction volumique modélisée et des concentrations en magnésium et silicium contenus dans la matrice.

Tout d'abord, au début du traitement, la solution solide étant fortement sursaturée, il y a germination de précipités. Dès lors, les précipités formés croissent. Le rayon moyen et le nombre³³ des précipités augmentent tant qu'il reste l'un des éléments d'addition dans la matrice. La fraction volumique se stabilise alors à sa valeur maximale. A ce moment précis, le nombre de précipités est également à son maximum. Il s'agit de l'état T6 qui est atteint après une durée de traitement de 10^4 s dans le cas d'une température de revenu de 185 °C.

Si la température est maintenue (sur-revenu), le nombre de précipités diminue mais la fraction volumique reste constante. Ceci se traduit par une augmentation du rayon moyen et du rayon critique (qui restent égaux). Ce stade correspond à la coalescence des précipités : les petits précipités se regroupent pour former des plus gros, le volume des précipités reste donc constant mais leur nombre diminue et leur taille augmente. A titre d'exemple, la figure 3.30 expose les densités³⁴ de distribution de taille obtenues après un temps de 10^4 s (état T6) et après un temps de 10^7 s (état coalescé). De plus, les courbes d'évolution de concentration en soluté montrent qu'il y a un excès de silicium.

Les courbes d'évolution des grandeurs modélisées présentées figure 3.29 sont similaires quel que soit le matériau étudié. Le pic de durcissement, correspondant à l'état T6, apparaît à la fin de la phase de croissance et avant la coalescence des précipités, c'est-à-dire au moment où le rayon moyen n'évolue plus (plateau sur la courbe). Dans le cas de l'étude présentée dans ce mémoire, la taille moyenne des précipités est connue de manière précise grâce aux mesures par DNPA exposées dans la section 3.2. Ainsi, le modèle a été recalé de façon à ce que le rayon moyen modélisé pour l'état T6 corresponde à celui mesuré. Pour ce faire, plusieurs itérations ont été nécessaires pour finalement aboutir à une énergie d'interface $\gamma = 0,215 \text{ J/m}^2$ ³⁵. Le rayon moyen ainsi modélisé est $r_{moy} = 4,31 \text{ nm}$ alors que la DNPA donne un rayon de Guinier compris entre 3,8 et 5,5 nm. De plus, la fraction volumique calculée pour l'état T6 est $f_v = 1,6 \%$. Il s'agit de la fraction volumique de référence utilisée en DNPA pour tracer les courbes d'évolution.

3.4.4.2 Modélisation de chargements thermiques

A partir de l'état T6 reproduit à la section précédente, il est maintenant possible de modéliser l'évolution de la population de précipités lorsque le matériau est soumis à divers chargements thermiques. La distribution de taille initiale est celle qui a été calculée, dont la densité est tracée figure 3.30³⁶. Les évolutions du rayon moyen

³³Le nombre de précipités est représenté par la densité de précipités.

³⁴Il s'agit de densités au sens statistique du terme.

³⁵Il s'agit du seul paramètre de calage du modèle

³⁶La distribution réelle n'est pas connue.

3. Le comportement métallurgique du 6061

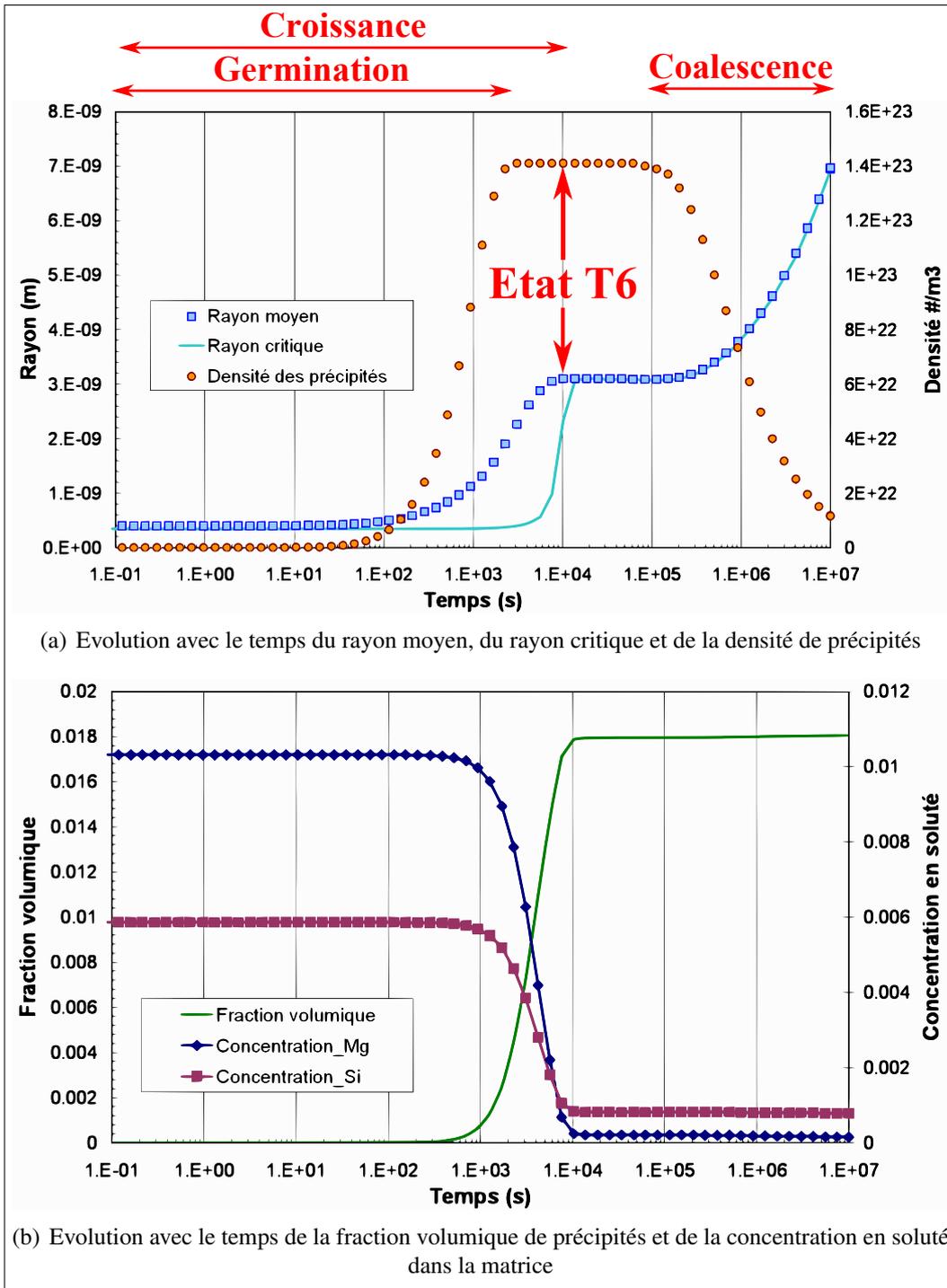


FIGURE 3.29: Evolution avec le temps des grandeurs modélisées par PreciSo

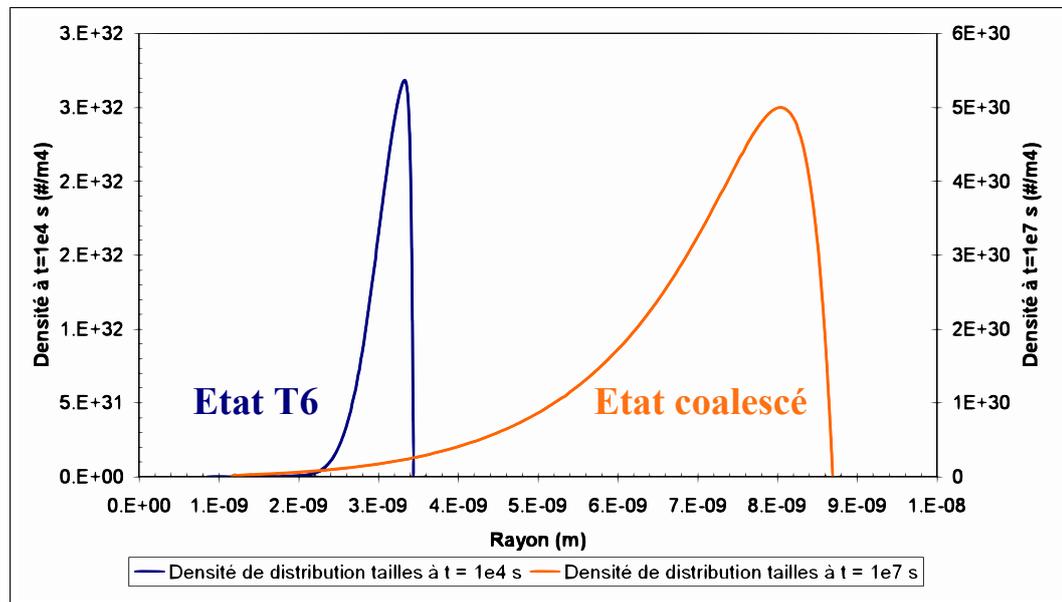


FIGURE 3.30: Densités de distribution pour l'état T6 et pour un état coalescé, les échelles sont respectivement à gauche et à droite du graphique

et de la fraction volumique sont calculées, puis comparées aux mesures obtenues en DNPA. Les chargements thermiques utilisés sont bien évidemment les mêmes que ceux appliqués aux échantillons. Ils sont représentatifs de l'évolution de température lors d'une opération de soudage. La température atteinte et la vitesse de chauffage sont étudiées indépendamment l'une de l'autre.

Etude de la température atteinte

La figure 3.31 montre la comparaison modélisation / expérimentation pour l'évolution du rayon moyen en fonction de la température atteinte, l'état T6 étant représenté à $T_{atteinte} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$. L'évolution modélisée est assez proche de l'évolution mesurée (plateau en début de courbe suivi d'une forte augmentation du rayon pour enfin retomber à 0). Toutefois, il existe un décalage de $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ environ entre les deux courbes, l'augmentation du rayon se produit trop tard lors des simulations. Ce décalage est probablement causé par certaines données d'entrée du modèle qui seraient imprécises. En effet, la plupart des données thermodynamiques sont issues de la littérature pour des alliages dont la composition n'est pas exactement la même que celle de l'alliage étudié. Ceci peut avoir une influence sur les paramètres relatifs à la diffusion des éléments d'alliage et/ou au produit de solubilité des précipités. De plus, la composition de la phase précipitée n'est pas celle observée réellement. Toutefois, les erreurs causées par toutes les hypothèses sont en partie compensées par le paramètre de recalage qu'est l'énergie d'interface γ . Les résultats sont tou-

tefois très prometteurs pour une première approche qui se veut excessivement simpliste. Finalement, il aurait été judicieux d'ajouter des points expérimentaux entre $T_{atteinte} = 400$ et 500 °C afin de vérifier, par des mesures, l'augmentation du rayon moyen jusqu'à 35 nm.

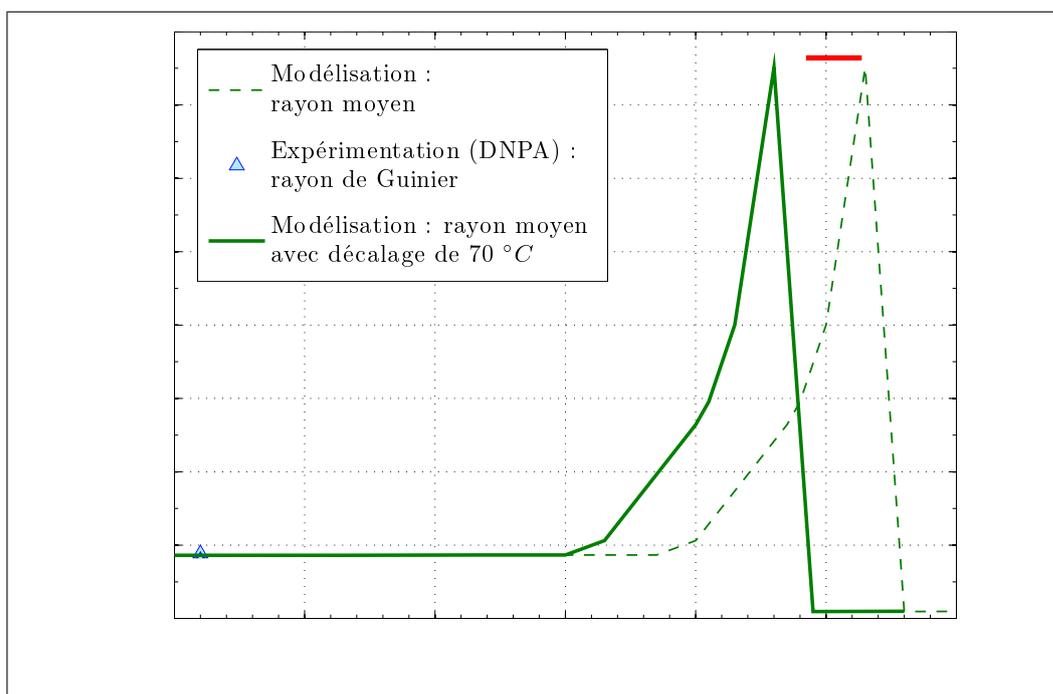


FIGURE 3.31: Evolution du rayon moyen avec la température atteinte - L'état T6 est représenté à $T_{atteinte} = 20$ °C

L'évolution de la fraction volumique avec la température atteinte peut ensuite être tracée (voir figure 3.32). A l'état T6, représenté à $T_{atteinte} = 20$ °C, la concordance simulation / expérimentation est nécessairement bonne car les mesures de fraction volumique en DNPA ont été recalées grâce au calcul effectué dans PreciSo (voir section 3.2.3). Ensuite, l'évolution de f_v est bien représentée avec, à nouveau, un décalage de 70 °C. En tenant compte de ce décalage, la fraction volumique devient nulle peu avant $T_{atteinte} = 500$ °C, ce qui rend les résultats de la modélisation très proches des mesures expérimentales.

Etude de la vitesse de chauffage

L'influence de la vitesse de chauffage pour une température atteinte de 400 °C est évaluée. Il s'agit de la même température que celle déjà utilisée lors de l'étude expérimentale. Du fait du décalage de 70 °C mis en évidence précédemment, les mo-

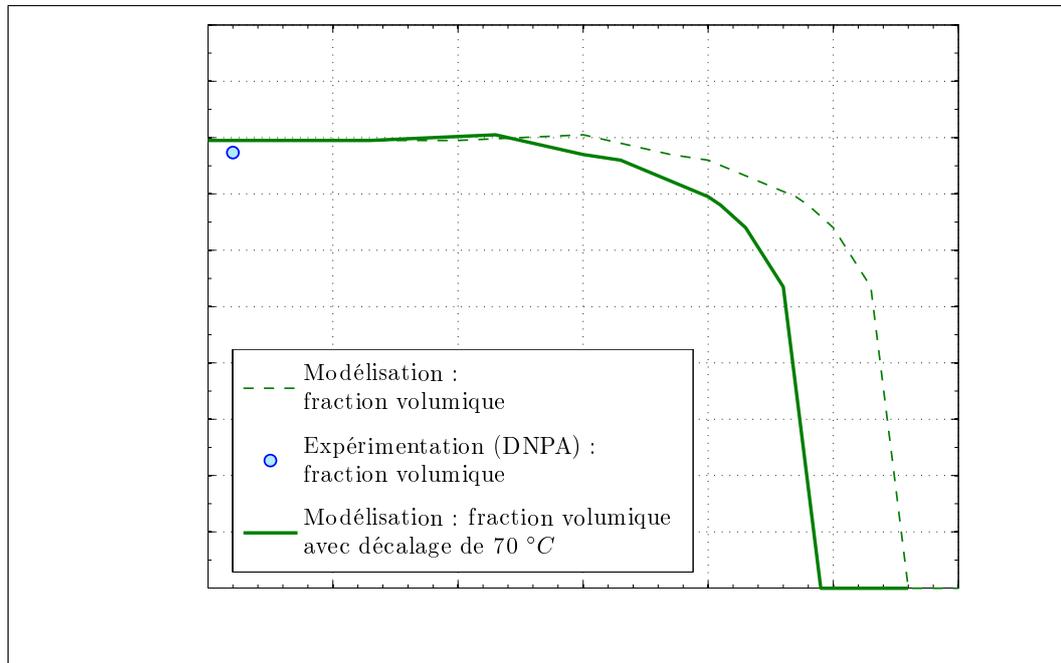


FIGURE 3.32: Evolution de la fraction volumique avec la température atteinte - L'état T6 est représenté à $T_{atteinte} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$

délisations sont ici menées pour une température de $470\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour plusieurs vitesses de chauffage.

La figure 3.33 présente l'évolution du rayon moyen. Elle montre que la concordance est relativement bonne lorsque la vitesse de chauffage est élevée. En revanche, pour les faibles vitesses ($0,5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ par exemple), le rayon modélisé est plus grand que le rayon mesuré.

L'évolution de la fraction volumique avec la vitesse de chauffage est également bien représentée par le modèle métallurgique. La figure 3.34 montre la comparaison modélisation / expérimentation.

3. Le comportement métallurgique du 6061

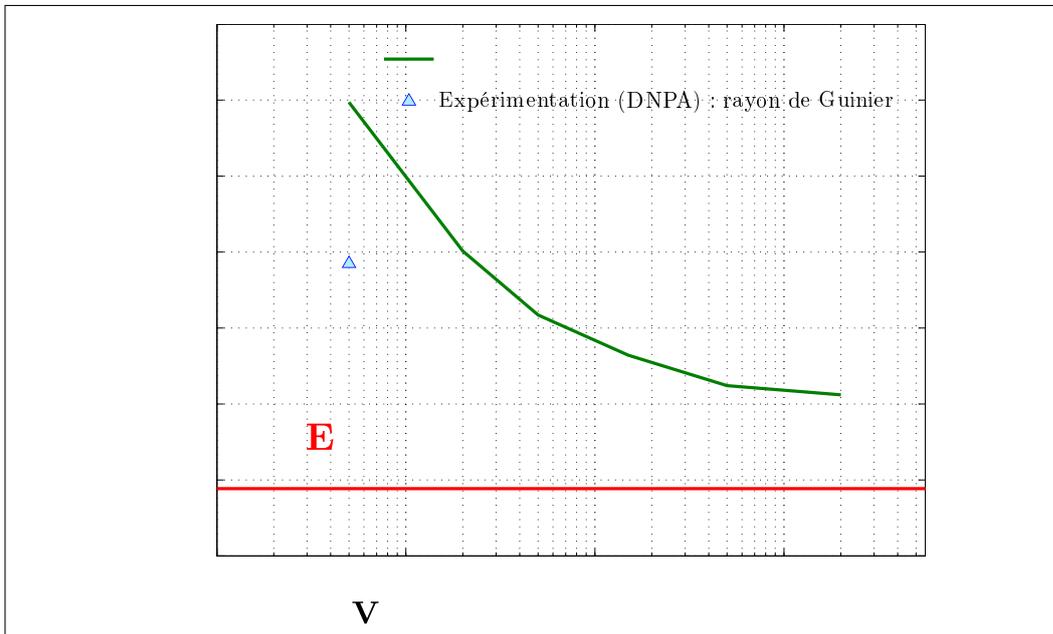


FIGURE 3.33: Evolution du rayon moyen avec la vitesse de chauffage - La température maximale atteinte dans le modèle est 470 °C.

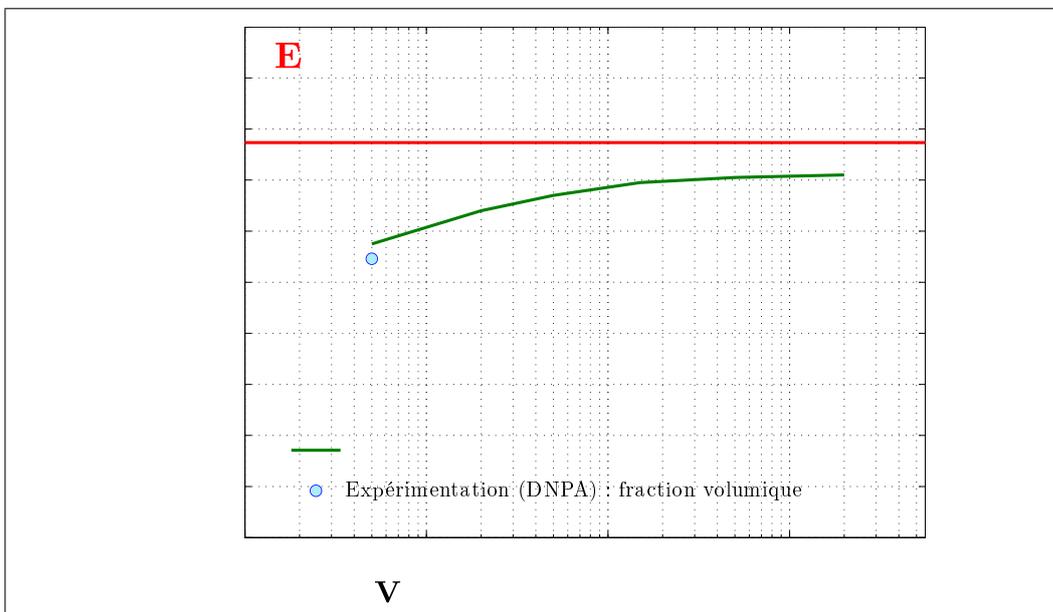


FIGURE 3.34: Evolution de la fraction volumique avec la vitesse de chauffage - La température maximale atteinte dans le modèle est 470 °C.

3.4.5 Améliorations à apporter - Modèle à deux phases

Des analyses par calorimétrie différentielle à balayage ou DSC (Differential Scanning Calorimetry) effectuées par Eliane Giraud du laboratoire SIMaP à Grenoble-INP, montrent clairement que les phases contenues dans le 6061-T6 évoluent lors d'un chauffage. Par exemple, la figure 3.35(a) présente les résultats d'analyses DSC pour une vitesse de chauffage de $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Cette courbe, montre par la présence d'un pic, qu'il y a dissolution de la phase β'' aux alentours de $260\text{ }^{\circ}\text{C}$. Un deuxième pic aux alentours de $470\text{ }^{\circ}\text{C}$ correspond à la dissolution des précipités β' . Plus rien n'est observé au delà de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. La figure 3.35(b) montre le même type d'analyse pour une vitesse de chauffage de $300\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Les deux pics sont présents mais se sont décalés vers les températures plus élevées. La dissolution de la phase β'' se trouve aux alentours de $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ et celle de la phase β' se trouve aux alentours de $490\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dans les deux cas, les pics présents avant $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ne doivent pas être considérés. Ces analyses DSC prouvent qu'il faut considérer deux phases différentes dans le modèle métallurgique et que leurs températures de dissolution sont fortement influencées par la vitesse de chauffage.

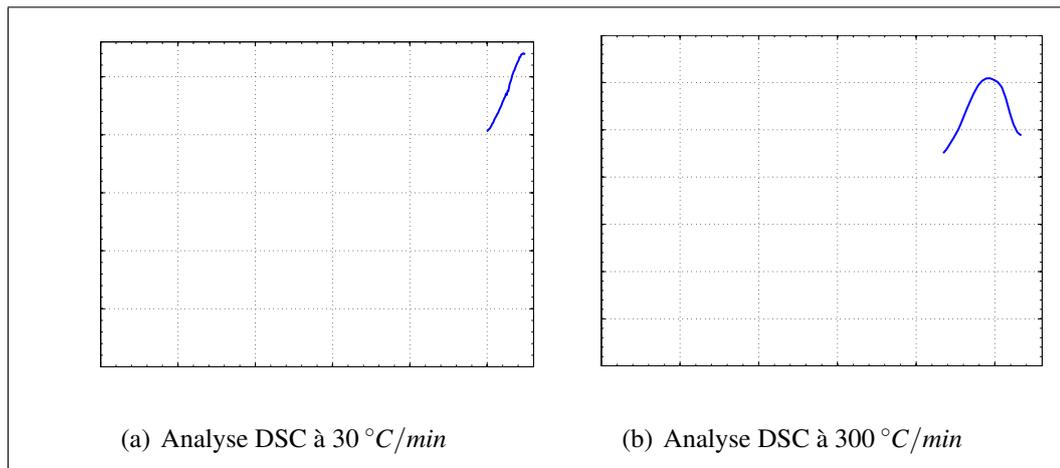


FIGURE 3.35: Analyses par calorimétrie différentielle à balayage - La ligne de base³⁷ a été soustraite au flux de chaleur qui est normalisé

Le modèle métallurgique dont les résultats sont présentés en section précédente considère *une seule* phase β' . Malgré la prise en compte d'une seule phase et grâce au recalage de l'énergie d'interface, le modèle représente assez précisément les grandeurs mesurées en DNPA, à un décalage en température près. Afin qu'il soit

³⁷**Ligne de base :** courbe de référence enregistrée sur la plage de température désirée, exempte de réaction ou de transition. Sur cette courbe, la différence entre les flux thermiques est approximativement constante. Cette courbe est obtenue à vide.

utilisable et justifiable, ce modèle doit être amélioré en intégrant d'autres phases, telles que la phase β'' Mg_5Si_6 . Cette suggestion est une des principales perspectives à ce travail de thèse.

Un tel modèle est assez fastidieux à mettre en place car il faudrait tout d'abord disposer de plus de points expérimentaux pour vérifier de manière précise l'évolution de chaque grandeur modélisée. De plus, il serait bien de connaître avec exactitude la distribution de taille initiale pour chaque phase modélisée. Enfin, il faudrait disposer de données thermodynamiques pour chacune des phases prises en compte, notamment les produits de solubilités. Ces données sont très difficiles à obtenir expérimentalement. Ainsi, les paramètres de recalage du modèle seraient les énergies d'interface pour chaque phase.

Toutefois, pour montrer la faisabilité d'un tel modèle, un modèle à deux phases a été succinctement développé. Dans cette approche, la composition des deux phases considérées est Mg_2Si , ce qui permet d'utiliser les calculs présentés dans le paragraphe 3.4.3 pour les deux phases. L'une des deux représente la phase β'' et l'autre la phase β' . Elles sont différenciées par leurs produits de solubilité et par leur énergie d'interface :

- pour la phase β'' :
 - * produits de solubilité $A = 4703,55$ et $B = 1,5$;
 - * énergie d'interface $\gamma = 0,09 \text{ J/m}^2$.
- pour la phase β' :
 - * produits de solubilité $A = 5009,15$ et $B = 0,28$;
 - * énergie d'interface $\gamma = 0,15 \text{ J/m}^2$.

Ces données sont obtenues à partir du modèle à une seule phase, puis elles sont modifiées afin de faire correspondre les résultats numériques aux mesures. Aucune de ces données n'étant connues, elles sont **toutes** des paramètres de recalage ce qui rend l'étape de recalage très fastidieuse, car ces paramètres ont des influences dépendantes les unes des autres.

L'énergie d'interface étant plus grande pour la phase β' , elle se forme après β'' . De plus, la phase β' serait une évolution de la phase β'' [JAC 72, POL 95], ainsi la précipitation de β' est bloquée numériquement lorsqu'il n'y a pas de β'' .

La figure 3.36 compare l'évolution de la fraction volumique modélisée grâce au modèle à deux phases aux mesures DNPA. Sur ce graphique, la fraction volumique modélisée est la somme des fractions volumiques de chacune des phases prises en compte dans le calcul. En utilisant le modèle à deux phases, la fraction volumique calculée pour l'état T6 n'est pas la même que précédemment et les mesures de f_v en DNPA étant recalées sur ce calcul, elles ont été modifiées dans le but de faire des comparaisons. A l'état T6, la fraction volumique calculée est de 1 % (au lieu de 1,6 % dans le cas du modèle à une phase).

Si la température atteinte est basse, seule la phase β'' est présente alors que pour une température élevée, la phase β'' se dissout pour laisser place à la phase β' . L'évolution de f_v modélisée n'est pas celle attendue, mais il manque des points

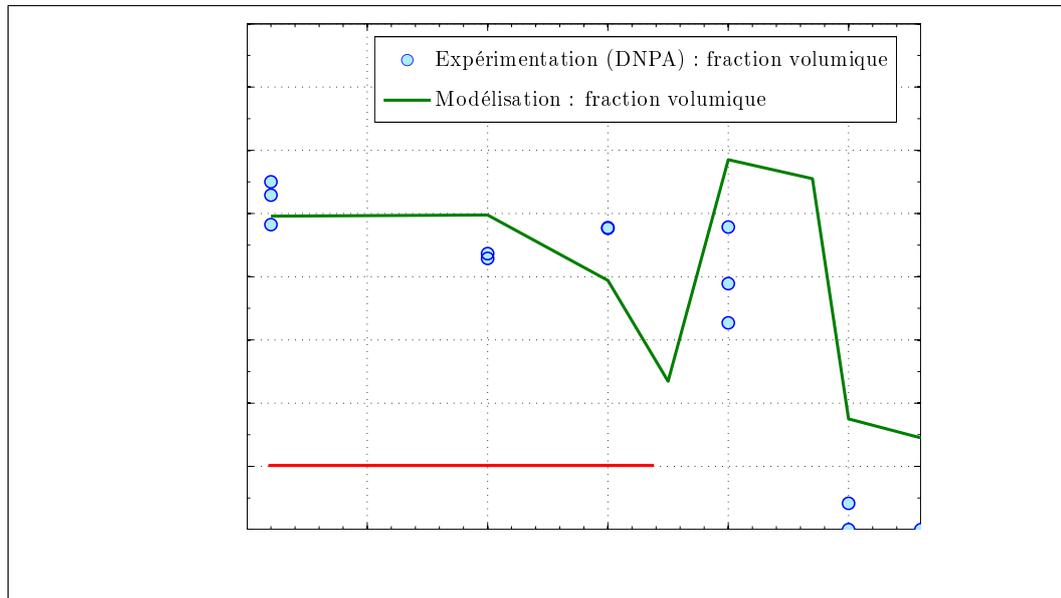


FIGURE 3.36: *Modèle à deux phases - Evolution de la fraction volumique avec la température atteinte - f_v calculée est la somme des fractions volumiques de chaque phase.*

expérimentaux pour s'assurer de sa crédibilité. Pour $T_{atteinte} = 500$ et 560 °C, la fraction volumique modélisée n'est pas nulle ce qui prouve que le modèle nécessite encore des améliorations.

Ensuite, l'évolution du rayon moyen est présentée figure 3.37. Il s'agit d'une moyenne pondérée par f_v des rayons moyens de chaque phase considérée. L'évolution modélisée montre une bonne concordance avec les mesures expérimentales. Il manque toutefois quelques points de mesure pour s'assurer que cette simulation est correcte.

En l'état actuel, le modèle à deux phases permet de reproduire l'évolution du rayon moyen et de la fraction volumique en fonction de la température atteinte. Le recalage effectué n'est pas suffisant et ne permet donc pas d'analyser le rôle de la vitesse de chauffage. Toutefois, ces premiers résultats montrent la faisabilité d'un modèle à plusieurs phases qui serait physiquement beaucoup plus satisfaisant qu'un modèle à une seule phase. Le frein à cette étude est l'obtention des données thermodynamiques relatives aux précipités. En effet, il est crucial d'avoir des données exactes car, si ce n'est pas le cas, le recalage des données est un travail très fastidieux et semble ne pas être possible du fait que les paramètres ont des influences fortement dépendantes les uns des autres.

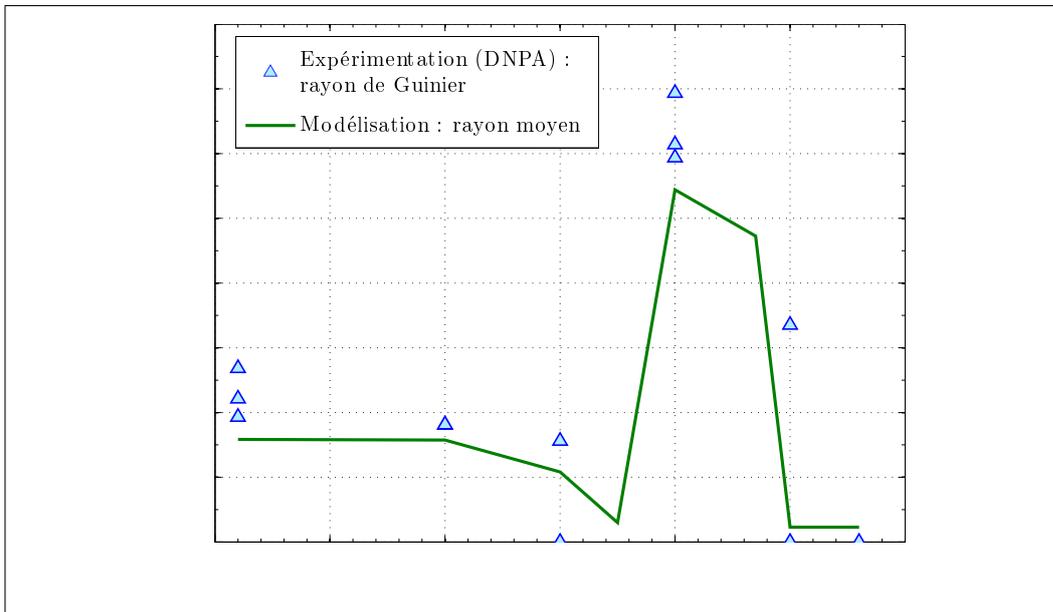


FIGURE 3.37: *Modèle à deux phases - Evolution du rayon moyen avec la température atteinte - r_{moy} calculé est une moyenne pondérée par f_v des rayons moyens de chaque phase.*

3.5 Bilan des résultats

Les campagnes expérimentales de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) et de Microscopie Electronique en Transmission (MET) montrent que les précipités contenus dans le 6061 ont la forme d'aiguilles. Dans le cas de l'état T6, le rayon de Guinier mesuré est de $4,55 \text{ nm}$ en moyenne. Cette valeur est vérifiée par les observations en MET. Ainsi, celles-ci ont montré que la taille mesurée en DNPA correspond au rayon moyen des aiguilles. Leur longueur a été estimée en MET à 29 nm en moyenne pour l'état T6. Le modèle métallurgique à une phase mis en place dans PreciSo permet de retrouver cette taille en partant d'une solution solide sursaturée en magnésium et silicium et vierge de précipité. Pour cela, la fraction volumique $f_v = 1,6 \%$ calculée pour l'état T6, a servi de référence pour retrouver l'évolution observée en DNPA.

Ensuite, lorsque la $T_{atteinte}$ augmente, le rayon moyen et la fraction volumique diminuent légèrement. Ceci est observé aussi bien en MET qu'en DNPA. Puis pour $T_{atteinte} = 400 \text{ °C}$, les observations expérimentales montrent que les précipités grossissent de manière très conséquente. Les tailles mesurées en DNPA ($R_g = 12,7 \text{ nm}$) sont plus élevées que celles mesurées en MET ($r_{moy} = 7,35 \text{ nm}$). De plus, la fraction volumique des précipités reste constante et quasiment égale à celle mesurée à l'état T6. Cette dernière observation a été faite aussi bien en DNPA, qu'en MET. Puis,

si $T_{atteinte}$ continue d'augmenter jusqu'à 500 °C, tous les précipités se dissolvent et la fraction volumique mesurée devient nulle. La modélisation permet de représenter l'évolution de la taille et de la fraction volumique de manière assez précise. Toutefois, les données d'entrée des modèles métallurgiques étant issues de la littérature et ne correspondant pas exactement au matériau d'étude, il y a un décalage en température des valeurs modélisées.

Cette erreur est également due au fait que le modèle à une phase est très simpliste. En effet, il est connu que la phase durcissante présente à l'état T6 est la phase β'' , puis qu'elle évolue vers la phase β' sous l'effet de la température. Un modèle considérant ces deux phases doit être développé afin de représenter le plus justement possible la réalité. Pour ce faire, de nombreuses données thermodynamiques doivent être obtenues. Sans cela tous les paramètres liés au matériau deviennent des paramètres de recalage. Il devient ainsi presque impossible de trouver le bon jeu de paramètres car ils ont des influences qui ne sont pas indépendantes les unes des autres.

3. Le comportement métallurgique du 6061

Chapitre 4

Modélisation du comportement mécanique

Ce dernier chapitre décrit deux approches pour modéliser le comportement mécanique du 6061-T6 soumis à un chargement thermique. Il s'agit plus exactement de modélisations thermo-métallo-mécaniques. La première tient uniquement compte de deux états, l'un représentant l'état T6 pour lequel les propriétés mécaniques sont maximales et l'autre représentant l'état O pour lequel les propriétés mécaniques sont minimales. La proportion de chacun de ces deux états est déterminée par un calcul thermo-métallurgique. Une loi des mélanges permet enfin de définir les propriétés mécaniques résultantes. La deuxième approche est plus physique, il s'agit d'un modèle de durcissement structural fondé sur les calculs métallurgiques présentés dans le chapitre 3. Les propriétés mécaniques sont déterminées à partir de l'état de précipitation modélisé par PreciSo.

Sommaire

| | | |
|------------|--|------------|
| 4.1 | Introduction | 167 |
| 4.2 | Approche phénoménologique : loi des mélanges | 168 |
| 4.2.1 | Simulations thermo-métallurgiques des essais de traction à chaud | 169 |
| 4.2.1.1 | Présentation des calculs électrocinétiques et métallurgiques | 170 |
| 4.2.1.2 | Résultats des calculs métallurgiques | 173 |
| 4.2.2 | Simulation mécanique des essais de traction | 175 |

| | | |
|------------|---|------------|
| 4.2.2.1 | Description du modèle mécanique | 176 |
| 4.2.2.2 | Modélisation mécanique des essais de traction à chaud | 176 |
| 4.2.2.3 | Modélisation mécanique des essais de traction à température ambiante | 179 |
| 4.3 | Approche métallurgique : modèle de durcissement structural . . | 181 |
| 4.3.1 | Description générale | 181 |
| 4.3.2 | Modélisation de la limite d'élasticité à température ambiante | 182 |
| 4.3.3 | Modélisation d'une opération de soudage FE | 183 |
| 4.4 | Bilan des analyses mécaniques | 186 |

4.1 Introduction

Le dernier chapitre de ce mémoire de thèse concerne la modélisation du comportement mécanique du 6061-T6 soumis à différents chargements thermiques. Ces derniers sont les mêmes que ceux utilisés lors des caractérisations expérimentales à température ambiante et à chaud, exposées au chapitre 2. L'objectif global de cette étude est de déterminer par calculs, les propriétés mécaniques du matériau quelle que soit son historique thermique. Pour ce faire, deux approches différentes sont identifiées :

- une approche phénoménologique (loi des mélanges) ;
- une approche métallurgique (modèle de durcissement structural).

La première approche est phénoménologique car elle ne prend pas en compte l'évolution métallurgique observée et modélisée au chapitre 3. Elle ne considère que deux états, l'un représentant un durcissement maximal (correspondant à l'état T6 et appelée **phase durcie**) et l'autre représentant un durcissement minimal (correspondant à l'état O et appelée **phase adoucie**). Des lois de comportement sont définies à différentes températures, pour ces deux états. Un calcul métallurgique, proposé par Myhr et Grong [MYH 91] puis utilisé par Olivier Asserin du CEA, permet de déterminer la proportion de chacune de ces deux phases en fonction du chargement thermique. Enfin, une loi des mélanges prenant en compte les caractéristiques mécaniques et la proportion de chaque phase, permet de déterminer la résistance du matériau d'étude.

La deuxième approche est métallurgique. Elle tient compte de l'état de précipitation dans le matériau afin de représenter la limite d'élasticité du matériau. Pour ce faire, un modèle de durcissement structural est mis en place en utilisant les résultats des modélisations métallurgiques présentés en section 3.4.4.

Les modèles et les calculs sont détaillés dans la suite et appliqués au cas des essais de traction à température ambiante et à chaud, dont le déroulement et les résultats sont présentés au chapitre 2. De plus le modèle de durcissement structural est appliqué au cas du soudage FE. La comparaison numérique/expérimental permettra de vérifier la pertinence des modèles.

4.2 Approche phénoménologique : loi des mélanges

L'objectif de l'approche phénoménologique est de pouvoir représenter le comportement du 6061 à différentes températures. Ceci permettra de montrer que l'adoucissement observé lors des essais de traction à chaud (voir figure 2.41 page 94), est simplement la conséquence des effets métallurgiques au cours de l'essai. Ainsi, le modèle développé dans cette approche doit être capable de simuler les essais de traction à chaud et à température ambiante. Le comportement adoucissant dans le domaine plastique doit être reproduit ainsi que l'évolution de la limite d'élasticité.

Pour ce faire, il est considéré que le matériau est composé de deux phases fictives :

- une **phase durcie** : cette phase correspond à un état pour lequel le matériau est à son durcissement maximal, il s'agit de l'état T6.
- une **phase adoucie** : cette phase correspond à un état pour lequel le matériau est à son durcissement minimal, il s'agit de l'état O.

Une loi des mélanges permet ensuite de calculer la loi de comportement du matériau résultant des comportements mécaniques de la phase durcie et de la phase adoucie.

Les comportements à température ambiante de ces deux phases correspondent aux courbes de traction obtenues pour l'état T6 et pour l'état O (voir figure 2.28 page 81, la courbe pour $T = 560\text{ °C}$ correspond à l'état O). Cependant, il est plus difficile d'obtenir les lois de comportement à haute température des phases durcie et adoucie, car dès que le matériau est chauffé, son état métallurgique évolue au cours de l'essai. Il n'est donc pas possible de caractériser expérimentalement l'état T6 et l'état O à différentes températures. Ainsi, les caractéristiques mécaniques de la phase durcie et de la phase adoucie sont obtenues par méthode inverse. Les essais de traction à chaud sont reproduits grâce à un modèle éléments finis sous Sysweld[®]. Ce modèle permet de simuler numériquement une courbe de traction à partir du chargement thermique et des lois de comportement des phases durcie et adoucie. En comparant les courbes de traction obtenues numériquement à celles obtenues expérimentalement, il est possible de retrouver les lois de comportement des phases durcie et adoucie par itérations successives jusqu'à avoir une bonne concordance.

La suite de la section décrit tout d'abord le modèle thermo-métallurgique aboutissant au calcul des proportions de phase durcie et de phase adoucie à tout instant de l'essai et pour tout point de l'éprouvette de traction. Les évolutions des phases calculées sont également présentées. Puis, le calcul mécanique est détaillé et les comportements mécaniques modélisés sont exposés. Les lois de comportement des deux phases considérées utilisées lors des calculs sont également présentées. Ces lois de comportement sont celles qu'il faut utiliser lors d'une modélisation thermo-mécanique du 6061-T6.

4.2.1 Simulations thermo-métallurgiques des essais de traction à chaud

La première étape lors de la modélisation de l'essai de traction est le calcul thermique. Le but de l'étude est de représenter les essais de traction exposés au chapitre 2. Le modèle doit être le plus proche possible de la réalité. Ainsi, la modélisation thermique est effectuée grâce à un calcul électrocinétique permettant de reproduire l'effet Joule. Ce calcul est couplé à un modèle métallurgique donnant les proportions de phase durcie et de phase adoucie. Le calcul métallurgique est effectué à chaque pas de temps, en même temps que le calcul thermique, le couplage entre les deux calculs est donc un couplage fort. Les détails des calculs sont expliqués dans la suite.

Le maillage utilisé pour les calculs est présenté figure 4.1. Les éprouvettes étant des pièces de révolution, le maillage est bidimensionnel axisymétrique. En revanche il n'y a pas de symétrie verticale en raison de la modélisation électrocinétique. En effet, il n'existe pas de symétrie des potentiels électriques. Aussi, le maillage est très fin au milieu de l'éprouvette car il s'agit de la zone pour laquelle toutes les données sont mesurées. La dimension des éléments au centre de l'éprouvette est $0,16 \times 0,3 \text{ mm}^2$, puis la hauteur des éléments s'agrandit jusqu'aux têtes des éprouvettes. Enfin, les éléments utilisés sont des quadrangles et sont linéaires. La figure 4.1 montre les positions des branches de l'extensomètre utilisé lors des essais de traction. La distance entre les deux branches est de 15 mm .

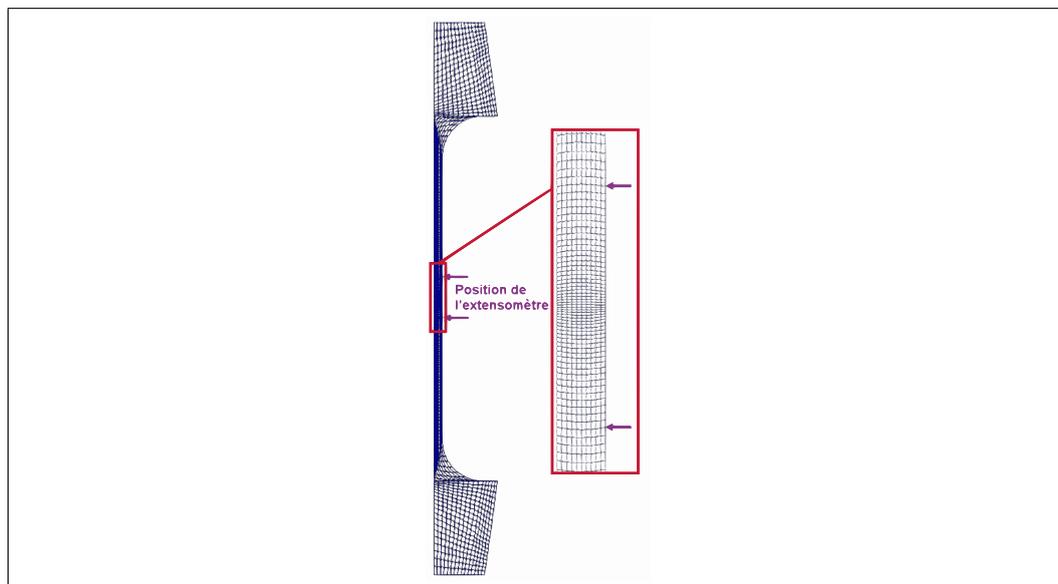


FIGURE 4.1: Maillage utilisé dans Sysweld[®] lors de l'approche phénoménologique de la modélisation du comportement mécanique du 6061

4.2.1.1 Présentation des calculs électrocinétiques et métallurgiques

Calcul électrocinétique - thermique - métallurgique

La première étape du modèle est un calcul électrocinétique - thermique - métallurgique permettant de reproduire l'évolution de température en tout point de la structure étudiée. Ce calcul existe déjà dans Sysweld[®] [ESI 05]. Il commence par déterminer en tout point le flux de courant électrique \vec{J} grâce à l'équation électrocinétique suivante :

$$\text{div}\vec{J} = 0 \quad (4.1)$$

\vec{J} peut s'écrire :

$$\vec{J} = \overline{\sigma}(T) \cdot \overrightarrow{\text{grad}}V \quad (4.2)$$

où $\overline{\sigma}(T)$ représente le tenseur des conductivités électriques en fonction de la température et V le potentiel électrique.

Afin de calculer \vec{J} en tout point, les conditions aux limites définies par les équations suivantes sont nécessaires :

$$\overline{\sigma}(T) \cdot \overrightarrow{\text{grad}}V \cdot \vec{n} = j(V) \quad (4.3)$$

$$V = V_0 \quad (4.4)$$

où $j(V)$ est une densité de courant imposée et V_0 un potentiel électrique imposé.

Le calcul thermique est ensuite réalisé à partir de la proportion des phases (dont le calcul est expliqué dans la suite), de l'électrocinétique et de la conductivité thermique. Pour aboutir à l'équation thermique utilisée par Sysweld[®], il faut tout d'abord considérer l'équation de la chaleur déterminée à partir du premier principe de la thermodynamique et de la loi de Fourier :

$$\text{div} \left(\lambda_t \overrightarrow{\text{grad}}T \right) + P = d c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.5)$$

T représente la température, t le temps, λ^t en $W.m^{-1}.K^{-1}$ représente la conductivité thermique, P en $W.m^{-3}$ est l'énergie produite au sein même du matériau, d en $kg.m^{-3}$ est la masse volumique et c_p en $J.kg^{-1}.K^{-1}$ est la chaleur spécifique.

Dans le cas de cette étude l'énergie P produite au sein du matériau correspond en partie à l'énergie électrique qui est définie par [FEU 04, ESI 05] :

$$P = \overrightarrow{\text{grad}}V \cdot \left(\overline{\sigma}(T) \overrightarrow{\text{grad}}V \right) \quad (4.6)$$

Dans le cas général, il s'ajoute à cela une éventuelle source de chaleur volumique, notée Q . P devient finalement :

$$P = \overrightarrow{\text{grad}}V \cdot \left(\overline{\sigma}(T) \overrightarrow{\text{grad}}V \right) + Q \quad (4.7)$$

Aussi, de manière générale, la chaleur spécifique c_p peut s'écrire [EYG 97] :

$$c_p = \frac{\partial H}{\partial T} \quad (4.8)$$

H représentant l'enthalpie. Ainsi $dc_p \frac{\partial T}{\partial t}$ se réécrit $d\dot{H}$. En intégrant au calcul les considérations métallurgiques, H s'écrit :

$$H = \sum_{phases} p_i H_i \quad (4.9)$$

avec p_i la proportion de la phase i (calculée dans la suite) et H_i son enthalpie. $d\dot{H}$ devient donc :

$$d\dot{H} = \sum_{phases} d_i H_i \frac{\partial p_i}{\partial t} + \sum_{phases} d_i p_i \frac{\partial H_i}{\partial t} \quad (4.10)$$

avec d_i la masse volumique de la phase i . De plus, la conductivité thermique peut être différente d'une phase à l'autre. Elle s'écrit donc, en considérant $\bar{\lambda}_i^t$ le tenseur des conductivités thermiques pour chaque phase i :

$$\lambda^t = \sum_{phases} p_i \bar{\lambda}_i^t \quad (4.11)$$

En injectant les équations 4.7, 4.10 et 4.11 dans l'équation de la chaleur 4.5, cette dernière s'écrit finalement :

$$\begin{aligned} & \sum_{phases} d_i(T) H_i \frac{\partial p_i}{\partial t} + \sum_{phases} d_i(T) p_i \frac{\partial H_i}{\partial t} \dots \\ & - \text{div} \left(\sum_{phases} p_i \bar{\lambda}_i^t(T) \overrightarrow{\text{grad}} T \right) - \overrightarrow{\text{grad}} V \cdot \left(\bar{\sigma}(T) \overrightarrow{\text{grad}} V \right) - Q = 0 \quad (4.12) \end{aligned}$$

Il s'agit du calcul effectué dans Sysweld[®]. Les conditions aux limites thermiques sont données aux nœuds sélectionnés par l'utilisateur, par :

$$\bar{\lambda}_i^t(T) \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T \cdot \vec{n} = q(T) \quad (4.13)$$

$$T = T_0 \quad (4.14)$$

Calcul des proportions de phases

Les calculs thermiques présentés ci-dessus prennent en compte l'évolution métallurgique. Les calculs présentés dans ce paragraphe donnent les proportions p_i des deux phases prises en compte. Ils sont effectués grâce à une routine Fortran implémentée dans Sysweld par Olivier Asserin du CEA.

Il a été mentionné que le modèle considère deux phases, la première dont la proportion est p_1 , est la phase durcie et la deuxième dont la proportion est p_2 , est la phase adoucie ; le matériau étant composé de ces deux seules phases, $p_1 + p_2 = 1$; à

4. Modélisation du comportement mécanique

l'état initial T6, $p_1 = 1$ et $p_2 = 0$. Le modèle proposé par Myhr et Grong [MYH 91] détermine \dot{p}_2 la vitesse de formation de la phase adoucie (ou vitesse de dissolution de la phase durcie). Cette vitesse est donnée par :

$$\dot{p}_2 = \frac{n \times p_2^{(1-\frac{1}{n})}}{t^*} \quad (4.15)$$

Dans cette équation, n et t^* sont décrits par :

$$n = 0,5 - ap_2^b \quad (4.16)$$

$$t^* = t_{r_1}^* \exp \left[\left(\frac{Q_s}{nR} + \frac{Q_d}{R} \right) \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{r_1}} \right) \right] \quad (4.17)$$

a et b sont deux constantes, Q_s est l'enthalpie de dissolution et Q_d l'énergie d'activation de la diffusion du magnésium¹, $t_{r_1}^*$ est le temps nécessaire pour une dissolution complète à une température donnée T_{r_1} . Le tableau 4.1 donne la valeur de tous ces paramètres.

TABLEAU 4.1: Valeurs numériques des paramètres du modèle métallurgique

| Paramètres | Valeurs numériques |
|-------------|--------------------|
| a | 0,394 |
| b | 0,107 |
| Q_s | 30 kJ/mol |
| Q_d | 130 kJ/mol |
| $t_{r_1}^*$ | 600 s |
| T_{r_1} | 375 °C |

Pour déterminer l'équation 4.15, il est considéré que la seule évolution métallurgique possible est la dissolution des précipités, la coalescence ou d'autres phénomènes ne sont pas pris en compte. Ainsi, la phase durcie représenterait un état pour lequel 100 % des précipités sont présents dans le matériau et la phase adoucie un état pour lequel aucun précipité n'est contenu dans la matrice. En raisonnant ainsi, la proportion de phase durcie p_1 peut s'écrire :

$$p_1 = f_v / f_{v_0} \quad (4.18)$$

où f_v représente la fraction volumique des précipités à l'instant t et f_{v_0} la fraction volumique initiale. D'après Myhr et Grong [MYH 91], la réaction est isocinétique

¹La même que celle utilisée dans PreciSo.

et la fraction volumique f_v des précipités restants après dissolution est donnée par l'intégrale $I(t)$ suivante :

$$I(t) = \left[\int_0^t \frac{dt}{t^*} \right] = \left(1 - \frac{f_v}{f_{v0}} \right)^{1/n} \quad (4.19)$$

Cette équation peut se formuler :

$$\frac{t}{t^*} = (1 - p_1)^{1/n} = p_2^{1/n} \quad (4.20)$$

L'équation 4.15 vient de l'équation 4.20 par dérivation par rapport à t , en considérant n constant.

Conditions aux limites

Les calculs nécessitent des conditions aux limites. Celles-ci sont illustrées figure 4.2. Tout d'abord, la température des têtes d'éprouvette est fixée à 12 °C tout au long de la simulation (comme dans le cas réel). Un coefficient d'échange thermique est appliqué sur les faces de l'éprouvette en contact avec l'air ambiant de la pièce. Ce coefficient est de $50 \times 10^{-6} \text{ Wmm}^{-2}\text{K}^{-1}$. Concernant le calcul électrocinétique, un potentiel nul est appliqué en haut de l'éprouvette (à la fin de la zone cylindrique).

Le chargement électrique est imposé par un flux de courant appliqué en début et à la fin de la zone cylindrique de l'éprouvette (voir flèches rouges figure 4.2). L'intensité du courant utilisée est proche de celle mesurée lors du chauffage des éprouvette² pendant les essais de traction. Des ajustements par itérations successives sont nécessaires afin d'obtenir le chargement thermique souhaité. Ces ajustements sont inévitables car les propriétés thermo-électriques sont issues de la littérature et ne correspondent pas exactement au matériau d'étude.

4.2.1.2 Résultats des calculs métallurgiques

Deux exemples de résultats de calculs thermo-métallurgiques sont exposés dans cette section. Il s'agit d'un chauffage à $T = 300 \text{ °C}$ et un autre à $T = 500 \text{ °C}$ avec maintien en température. Ces chauffages correspondent aux chargements thermiques utilisés lors du premier type de caractérisation du matériau à chaud, présenté en section 2.5.2 page 93. La figure 4.3 montre l'évolution de la température lors du chauffage à 300 °C ainsi que l'évolution de la proportion de phase durcie (phase T6) et de phase adoucie (phase O). La figure 4.4 montre le même type de résultats pour le chauffage à 500 °C. Sur ces deux figures, les observations thermiques et métallurgiques sont faites au milieu de l'éprouvette.

²A cause de la régulation, l'intensité de courant fluctue à une fréquence assez élevée lors du chauffage. Les fluctuations ne sont pas reproduites dans Sysweld[®] mais seulement l'évolution globale du courant.

4. Modélisation du comportement mécanique

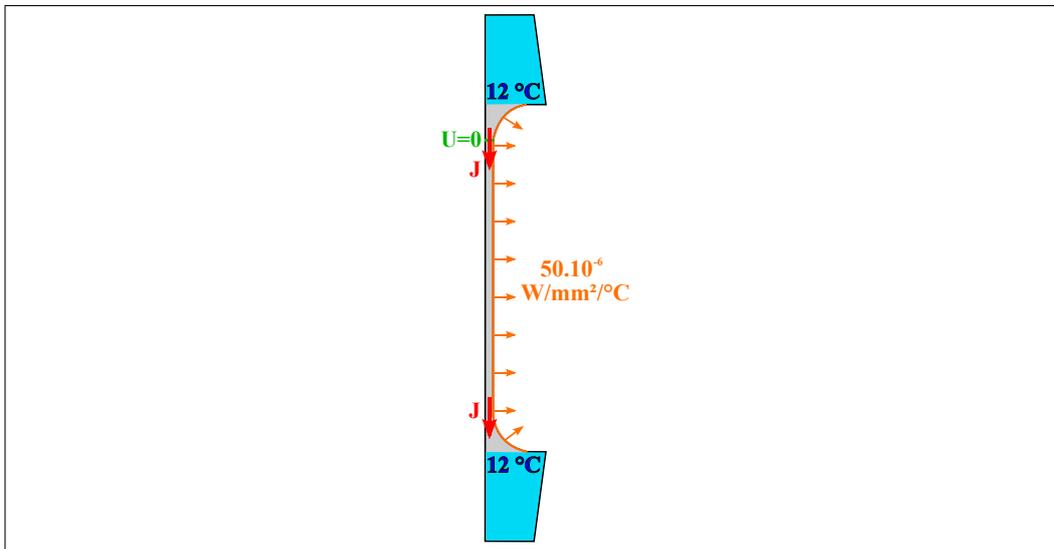


FIGURE 4.2: Illustration des conditions aux limites électrocinétiques et thermiques

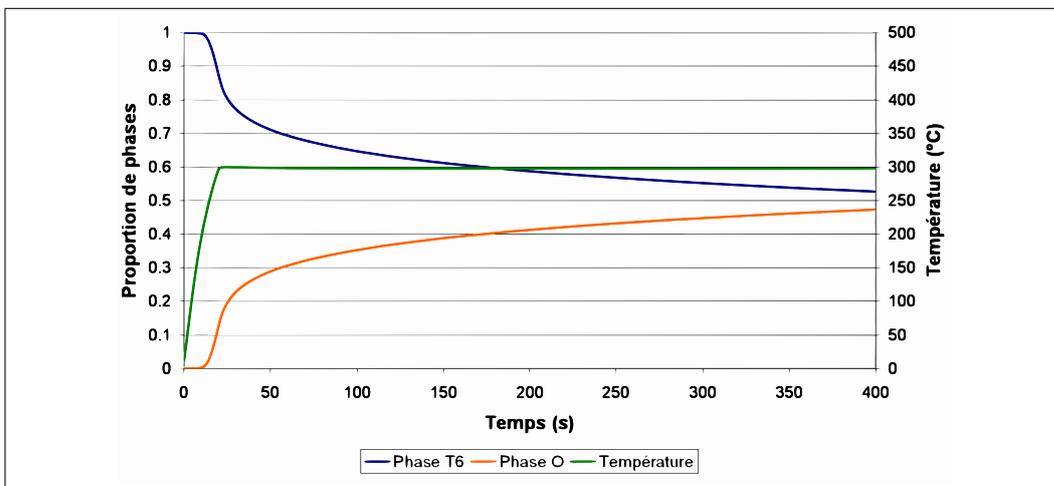


FIGURE 4.3: Evolution de la température et des proportions de phases au milieu de l'éprouvette à $T = 300\text{ °C}$ - Echelle de température à droite et échelle des proportions de phases à gauche

Les courbes tracées figure 4.3 montrent tout d'abord que l'évolution de la température est bien représentée, ce qui prouve que le couplage électrocinétique - thermique fonctionne bien. A titre indicatif, le calcul conduit à une différence de $4,5\text{ °C}$ entre les deux branches de l'extensomètre. Aussi, les proportions de phases évoluent très rapidement lors du chauffage de la température ambiante jusqu'à 300 °C .

L'évolution ralentit ensuite lorsque la température est maintenue mais elle ne cesse jamais. C'est-à-dire que la phase durcie se dissout pendant tout l'essai de traction qui est effectué lors du maintien en température. L'évolution métallurgique pendant l'essai de traction est donc confirmée et reproduite par calculs.

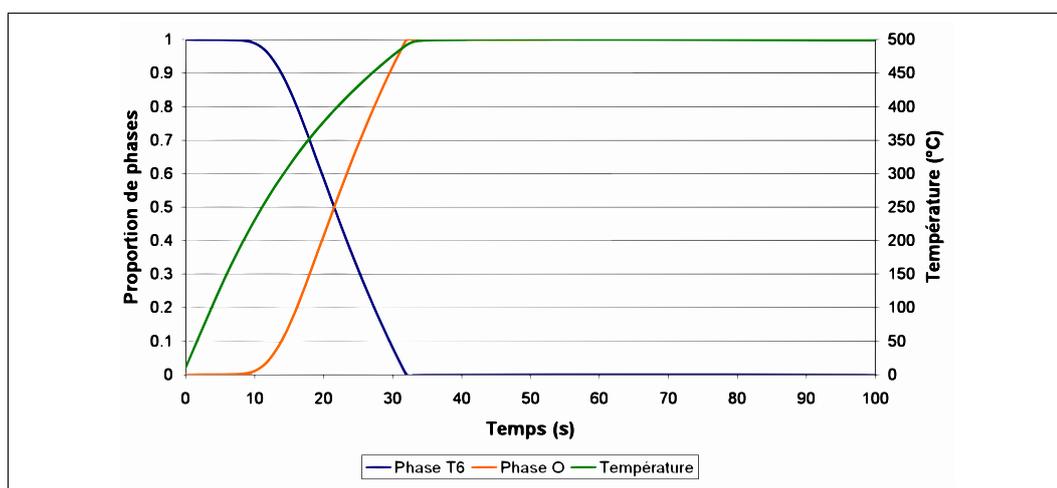


FIGURE 4.4: Evolution de la température et des proportions de phases au milieu de l'éprouvette à $T = 500\text{ °C}$ - Echelle de température à droite et échelle des proportions de phases à gauche

Ensuite, la figure 4.4 montrent les résultats de la simulation pour une température d'essai de 500 °C . L'évolution de la température est assez bien représentée mis à part au début de la courbe où la montée en température n'est pas linéaire contrairement aux essais mécaniques. Ceci est certainement dû au fait que le chargement utilisé est électrique et qu'il n'est pas exactement celui mesuré lors des essais. Aussi, l'évolution des proportions de phases montrent que la phase durcie est totalement dissoute dès que la température atteint 492 °C . Ainsi, la modélisation utilisée reproduit parfaitement ce qui avait été observé expérimentalement : tous les précipités sont dissouts pour une température supérieure à 500 °C .

4.2.2 Simulation mécanique des essais de traction

Le modèle thermo - métallurgique présenté dans la section précédente est ensuite couplé à un modèle mécanique qui permet de représenter les déformations et les contraintes mises en jeu lors des essais de traction. Le couplage dont il est question ici, est un couplage faible car la résolution de l'équation mécanique est effectuée après le calcul thermo-métallurgique³.

³Les résultats des calculs précédents sont utilisés comme des données d'entrée du modèle mécanique.

4.2.2.1 Description du modèle mécanique

Les deux phases dont les proportions sont calculées par le calcul thermo-métallurgique possèdent des propriétés mécaniques différentes. La loi de comportement du matériau résultant est déterminée par une loi des mélanges définie par :

$$Y(T) = p_2 \times Y_O(T) + (1 - p_2) \times Y_{T6}(T) \quad (4.21)$$

avec $Y(T)$ la résistance du matériau résultant, $Y_O(T)$ la résistance de la phase adoucie, $Y_{T6}(T)$ la résistance de la phase durcie et p_2 la proportion de phase adoucie.

Concernant les conditions aux limites pour le calcul mécanique, un nœud au centre du maillage est bloqué lors de la phase de chauffage (avant la traction), afin d'éviter les mouvements de corps rigide. Le fait de ne bloquer qu'un seul nœud permet aussi de garder la déformation thermique libre. Ensuite, pendant l'essai de traction, le chargement mécanique s'effectue en déplaçant les têtes de l'éprouvette. Le déplacement appliqué correspond à celui mesuré lors des essais de traction. Toutefois, un léger recalage est effectué à partir des mesures de l'extensomètre. Le but de cette manœuvre est d'avoir la même évolution temporelle de la déformation.

4.2.2.2 Modélisation mécanique des essais de traction à chaud

Les lois de comportement de la phase durcie et de la phase adoucie sont connues à température ambiante. En revanche il n'est pas possible de les obtenir expérimentalement à chaud. Elles sont donc déterminées par méthode inverse à partir des essais de traction à chaud présentés au chapitre 2. Les propriétés des deux phases modélisées sont modifiées jusqu'à obtenir une bonne concordance entre les courbes contrainte - déformation simulée et expérimentale. Lors de cette étape, le pas de temps de calcul est également optimisé dans le but d'obtenir une bonne représentation de la réalité ainsi qu'une bonne stabilité des résultats. Les figures 4.5 et 4.6 compare ces courbes dans le cas d'essais à $T_{essai} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$ et $500 \text{ }^\circ\text{C}$. Les essais de traction sont représentés par la contrainte de Bridgman en fonction de la déformation vraie calculée à partir de la mesure du diamètre. La contrainte et la déformation utilisées pour la courbe simulée sont déterminées de manière équivalente à l'expérimentation, c'est-à-dire que la contrainte est calculée à partir de l'effort de réaction reproduit sur les têtes de l'éprouvette et la déformation logarithmique est calculée à partir du déplacement des points correspondant aux positions des branches de l'extensomètre.

Les lois de comportement des phases durcie et adoucie sont présentées respectivement figure 4.7 et 4.8. Les courbes présentent un écrouissage faible mais la pente n'est jamais négative. Ceci montre une fois de plus que l'adoucissement observé dans la partie plastique est la conséquence d'une évolution métallurgique pendant l'essai de traction.

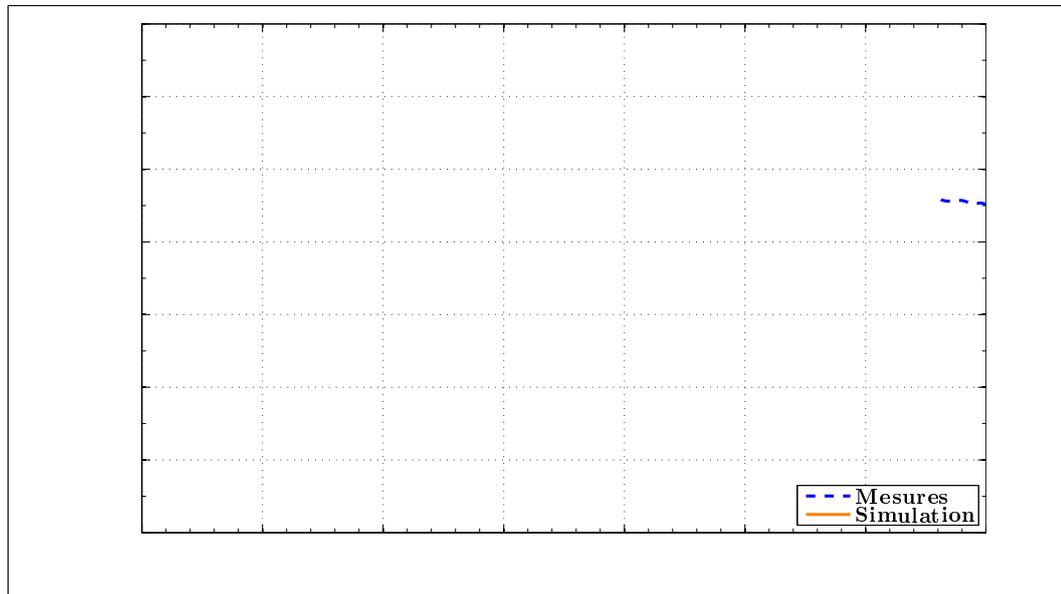


FIGURE 4.5: *Comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie simulée et mesurée dans le cas d'un essai de traction à $T_{essai} = 300\text{ °C}$*

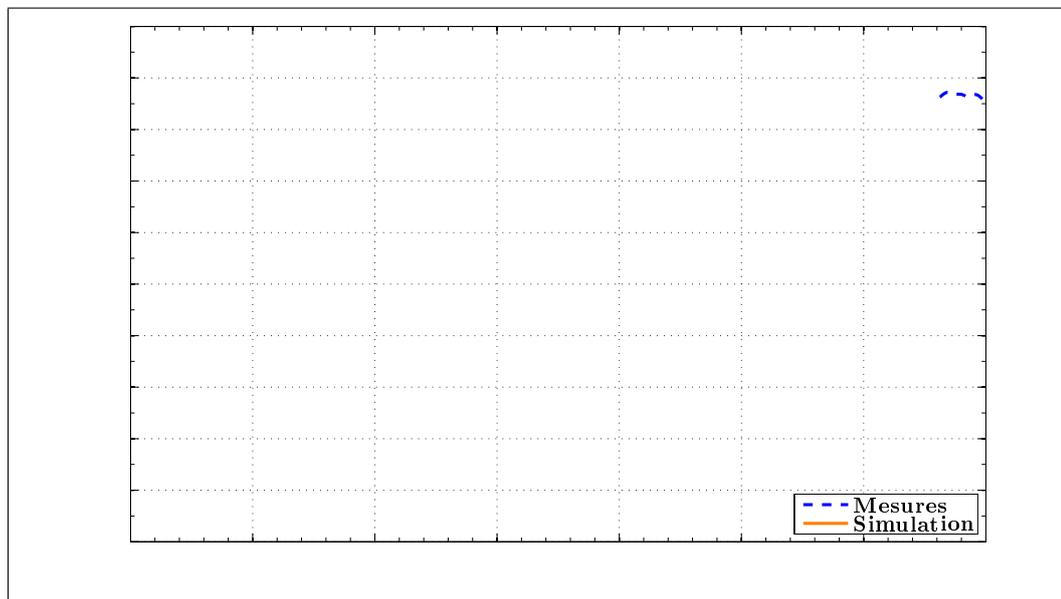


FIGURE 4.6: *Comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie simulée et mesurée dans le cas d'un essai de traction à $T_{essai} = 500\text{ °C}$*

4. Modélisation du comportement mécanique

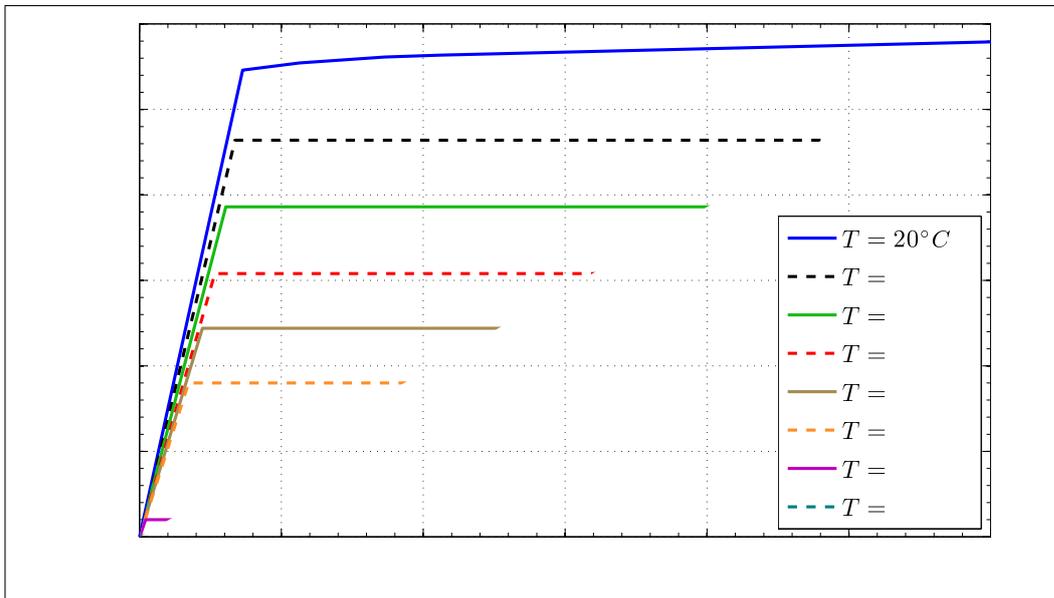


FIGURE 4.7: Lois de comportement obtenues pour la phase durcie (correspondant à l'état T6) à différentes températures

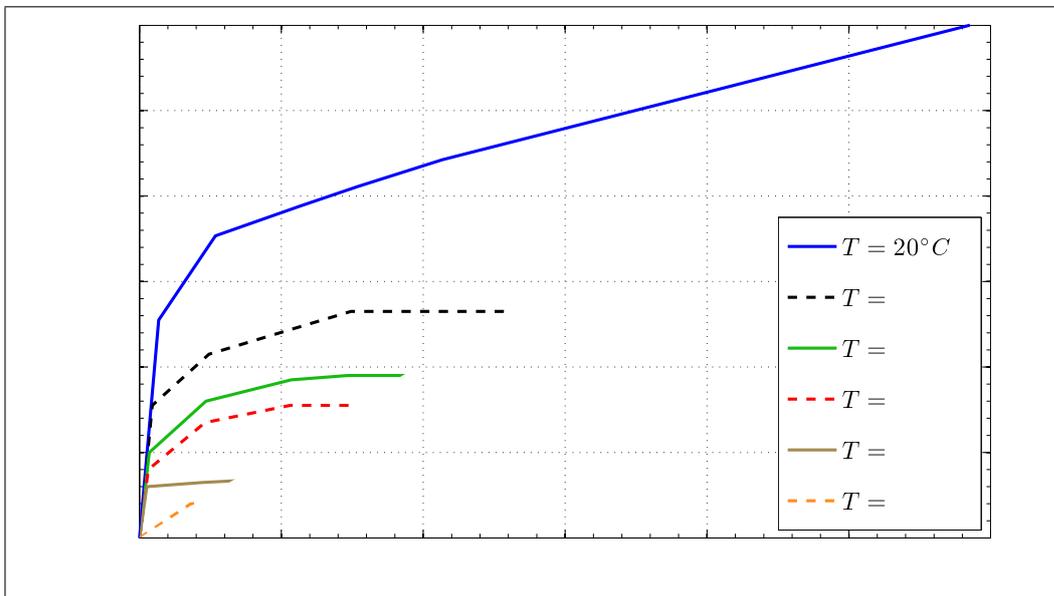


FIGURE 4.8: Lois de comportement obtenues pour la phase adoucie (correspondant à l'état O) à différentes températures

Il est important d'insister sur le fait que les lois d'écrouissage, à température élevées, des deux phases correspondent au comportement qu'aurait les deux phases T6 et O si on pouvait le mesurer. Elles ont été déterminées de telle manière qu'elles permettent de reproduire le comportement mécanique du 6061 assez précisément.

4.2.2.3 Modélisation mécanique des essais de traction à température ambiante

Le modèle mécanique est également utilisable pour représenter les essais de traction à température ambiante. Il suffit simplement de modéliser un chargement thermique différent de ceux précédemment exposés. Par exemple, un chauffage à $T_{atteinte} = 400\text{ °C}$ à la vitesse de chauffage $r_1 = 15\text{ °C/s}$, sans maintien en température, a été simulé. Cette historique thermique est du même type que celles utilisées lors des essais de traction à température ambiante présentés dans la section 2.4 page 79. Le modèle donne la proportion de phase durcie après un tel chauffage : $p_1 = 0.37$.

L'essai de traction à température ambiante est ensuite modélisé. La courbe contrainte vraie - déformation vraie obtenue est tracée figure 4.9 et est comparée à la courbe obtenue expérimentalement. Le comportement est assez bien représenté sauf en début du domaine plastique où la contrainte modélisée est plus grande que la contrainte mesurée. Deux raisons sont identifiées pour justifier cet écart. La première pourrait être le fait qu'il n'est pas possible de renseigner une courbe complète mais seulement quelques points pour les lois de comportement des phases durcie et adoucie. La deuxième raison pourrait être le fait que la modélisation donne des résultats erronés pour $T_{atteinte} = 400\text{ °C}$. En effet, à cette température, les observations métallurgiques montrent qu'il y a coalescence des précipités. Or, ce phénomène n'est pas du tout pris en compte par le modèle de loi des mélanges.

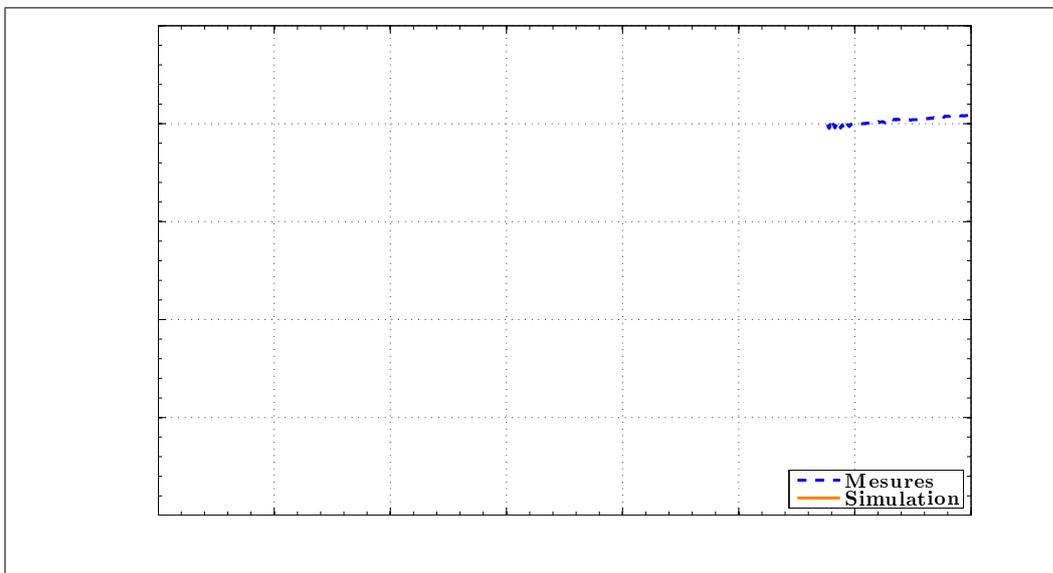


FIGURE 4.9: Comparaison des courbes contrainte vraie - déformation vraie simulée et mesurée dans le cas d'un essai de traction à température ambiante pour une température atteinte $T_{atteinte} = 400\text{ °C}$ à une vitesse de chauffage $r_1 = 15\text{ °C/s}$

4.3 Approche métallurgique : modèle de durcissement structural

L'approche métallurgique est la deuxième solution étudiée pour modéliser le comportement mécanique du 6061-T6. Pour être plus précis, l'objectif de cette approche est de représenter l'évolution de la limite d'élasticité du matériau à partir de considérations métallurgiques. Les paramètres descriptifs de la population de précipités calculés grâce au modèle métallurgique du chapitre 3, sont utilisés comme données d'entrée de ce modèle mécanique. Celui-ci est donc plus physique que le précédent car il s'appuie vraiment sur l'état de précipitation au lieu de considérer deux phases fictives. La suite de la section est consacrée à la description du modèle qui sera appliqué au cas des essais de traction à température ambiante et à l'opération de soudage par faisceau d'électrons.

4.3.1 Description générale

Lors de cette approche, le modèle mis en place est un modèle de durcissement structural tel que celui présenté en section 1.3.3.3 page 41. Il permet le calcul de la limite d'élasticité du matériau grâce à l'équation [SHE 90] :

$$YS_t = YS_i + \Delta YS_{ss} + \Delta YS_{ppt} \quad (4.22)$$

Dans cette équation, YS_t représente la limite d'élasticité totale, YS_i la limite d'élasticité intrinsèque qui intègre la contribution de l'aluminium pur et de diverses particules eutectiques, ΔYS_{ss} est la contribution de la solution solide et ΔYS_{ppt} est la contribution des précipités. Cette dernière contribution constitue le durcissement structural.

Le modèle considère que seuls deux phénomènes participent au durcissement structural :

- le cisaillement des précipités par les dislocations ;
- le contournement des précipités par les dislocations.

Il est généralement admis que la contribution à la limite d'élasticité des précipités cisailés, notée ΔYS_s , est reliée à la fraction volumique f_v et au rayon moyen des précipités r_{moy} par une constante c_s [SHE 90, MAR 80, EMB 96] :

$$\Delta YS_s = c_s \sqrt{f_v r_{moy}} \quad (4.23)$$

De même, la contribution à la limite d'élasticité des précipités contournés, notée ΔYS_{bp} , est reliée à la fraction volumique f_v et au rayon du précipité r_{moy} par une constante c_{bp} [SHE 90, EMB 96] :

$$\Delta YS_{bp} = c_{bp} \frac{\sqrt{f_v}}{r_{moy}} \quad (4.24)$$

4. Modélisation du comportement mécanique

Les constantes c_s et c_{bp} des équations 4.23 et 4.24 sont définies à partir des essais de traction. Ces grandeurs sont les seuls paramètres de recalage du modèle. Deux valeurs expérimentales sont choisies (par exemple les limites d'élasticité de l'état O et de l'état T6) pour calculer ces constantes par simple résolution d'un système de deux équations à deux inconnues. La fraction volumique et le rayon moyen sont déterminés grâce au calcul métallurgique effectué avec PreciSo. Il s'agit plus exactement du modèle à une phase dont les résultats sont présentés en section 3.4.4 page 152.

L'augmentation de la limite d'élasticité causée par les phénomènes de cisaillement et contournement est ensuite déterminée en combinant les équations 4.23 et 4.24. Shercliff et Ashby [SHE 90] proposent d'effectuer une moyenne harmonique des deux types de contributions :

$$\Delta YS_{\text{ppt}} = \left[\frac{1}{\Delta YS_s} + \frac{1}{\Delta YS_{bp}} \right]^{-1} \quad (4.25)$$

S'ajoute à cela la limite d'élasticité intrinsèque YS_i qui est considérée égale à la limite d'élasticité de l'aluminium pur. Elle vaut 20 MPa [JIA 99]. Enfin, la contribution de la solution solide est prise en compte. Il est considéré qu'elle est nulle lorsque la fraction volumique des précipités est maximale, car il ne reste que très peu de soluté dans la solution solide. Elle évolue ensuite linéairement jusqu'à 40 MPa pour une fraction volumique des précipités nulle pour laquelle tous les atomes de solutés sont incorporés dans la solution solide. Cette valeur a été choisie afin de représenter la limite d'élasticité de l'état O.

4.3.2 Modélisation de la limite d'élasticité à température ambiante

Le modèle mécanique s'appuyant sur les résultats des calculs du modèle métallurgique PreciSo a été implémenté dans le même programme. De plus, lors de la modélisation métallurgique, les chargements thermiques utilisés lors des essais de traction à température ambiante ont été étudiés en distinguant l'influence de la température atteinte de l'influence de la vitesse de chauffage. Le modèle mécanique présenté ici représente l'évolution de la limite d'élasticité dans ces deux cas.

Tout d'abord, la figure 4.10 montre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température atteinte pour une vitesse de chauffage $r_1 = 15 \text{ }^\circ\text{C/s}$. La section 3.4.4 explique que le modèle métallurgique présentait un décalage en température de $70 \text{ }^\circ\text{C}$ qui se retrouve évidemment lors de cette étude mécanique. Les courbes présentées dans la suite prennent en compte cette imprécision. La figure

4.11 montre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la vitesse de chauffage. Les courbes présentent une très bonne concordance entre les résultats expérimentaux et numériques, pour les deux types d'études. Ce type de modèle est bien adapté pour une étude mécanique à température ambiante. Il permet ainsi de comprendre comment la population de précipités dicte les propriétés mécaniques du matériau.

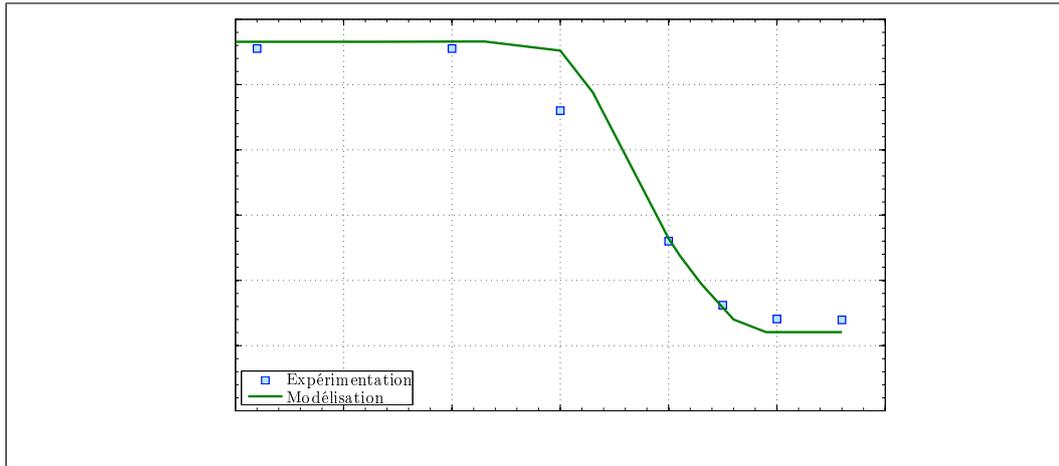


FIGURE 4.10: Evolution de la limite d'élasticité avec la température atteinte

Ce modèle étant couplé au modèle métallurgique à une phase, il ne considère l'évolution que d'une seule phase. Le même type de modèle peut être couplé au modèle métallurgique à deux phases mais il serait plus difficile à mettre en place car les constantes c_s et c_{bp} ne sont pas les mêmes pour les deux phases à cause de leur morphologie différente.

4.3.3 Modélisation d'une opération de soudage FE

Le modèle est assez simplement appliqué au cas du soudage FE. Il suffit de donner les chargements thermiques en différents points de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) par la soudure et le modèle calcule la limite d'élasticité en ces mêmes points. Les chargements thermiques sont définis par la modélisation éléments finis de l'opération de soudage FE présentée dans la section 2.3.1.2 page 71.

La figure 4.12 représente l'évolution de la limite d'élasticité calculée en fonction de la distance à l'axe de la soudure. Elle montre également des mesures de microdureté effectuées à l'issue de la campagne expérimentale au Pôle Laser, le but étant de comparer l'évolution de la limite d'élasticité modélisée à l'évolution de la dureté mesurée. Plus de détails sont donnés à propos des mesures de dureté

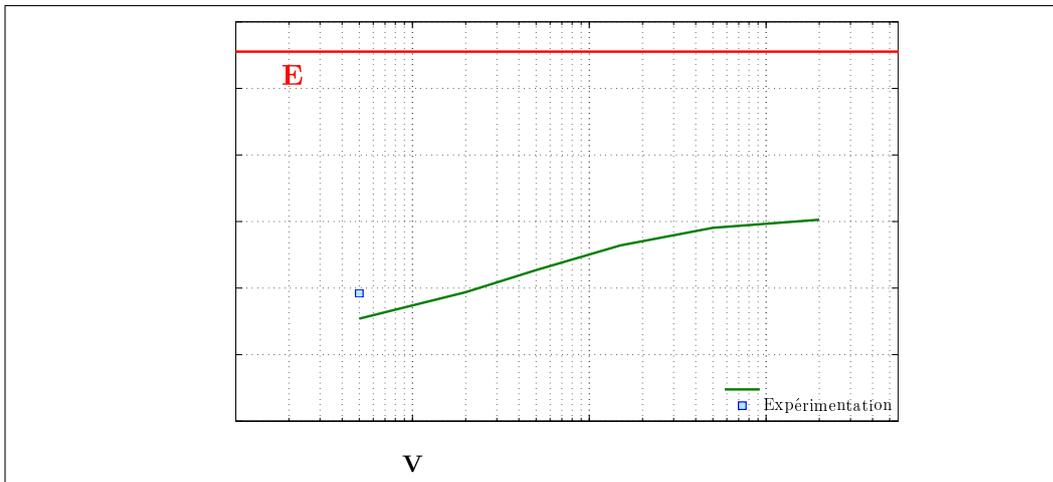


FIGURE 4.11: Evolution de la limite d'élasticité avec la vitesse de chauffage

en annexe E. Une correspondance entre l'échelle de dureté et l'échelle de limite d'élasticité a été déterminée à partir de deux points, l'un correspondant à l'état T6 et l'autre correspondant à l'état O. Ces points ne sont pas représentés sur la figure 4.12. Il est ensuite supposé que la limite d'élasticité évolue linéairement par rapport à la dureté. Cette correspondance a été définie pour les besoins de la comparaison modélisation / mesures. Toutefois, il n'est absolument pas certain que l'hypothèse de linéarité soit juste. En effet, la limite d'élasticité n'est pas le seul paramètre qui influence les mesures de dureté.

Dans la figure 4.12, la courbe traçant l'évolution de la limite d'élasticité calculée en fonction de la distance à l'axe de la soudure montre que la zone de dissolution totale est large de 4,3 mm environ de part et d'autre de la soudure. Cette zone inclut la zone fondue mais aussi la zone restée solide dont la température atteinte est suffisante pour dissoudre tous les précipités. Ensuite la limite d'élasticité augmente en s'éloignant de la soudure jusqu'à atteindre sa valeur pour le métal de base, à l'état T6. Cette évolution est également observée grâce aux essais de dureté. Toutefois, une différence notable de propriétés mécaniques est visible dans la zone de dissolution partielle car les essais de dureté ont été effectués plusieurs semaines après l'opération de soudage. Une maturation du matériau est donc intervenue et augmente ses propriétés mécaniques. Ce phénomène, ainsi que le phénomène de refusion ne sont pas pris en compte par le modèle de durcissement structural, d'où la différence de propriétés mécaniques dans la zone de dissolution totale.

La courbe expérimentale montre dans la zone de dissolution totale deux nuages de points distincts. Le premier pour une distance à l'axe de la soudure inférieure à 2 mm, correspond à la zone fondue. Le deuxième pour une distance à l'axe de la

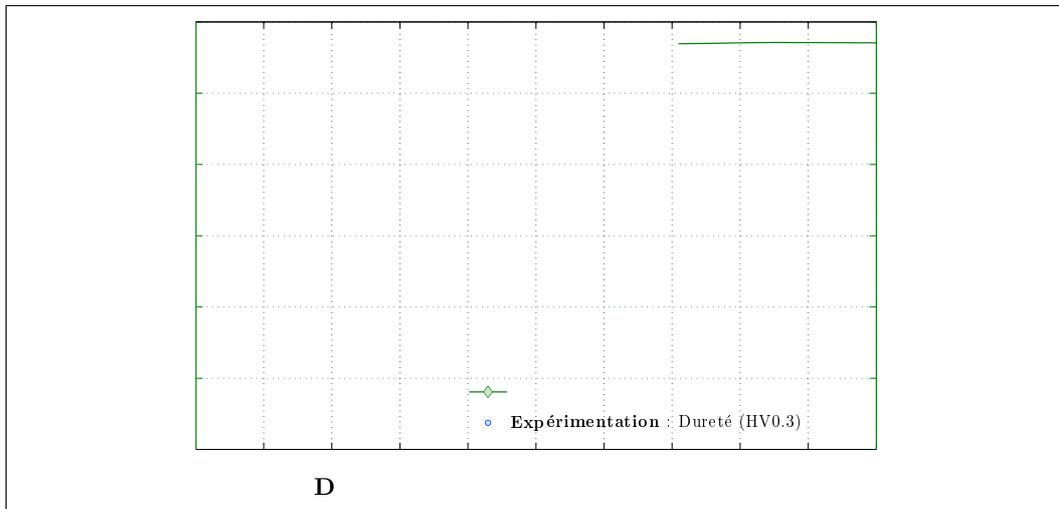


FIGURE 4.12: Evolution de la limite d'élasticité dans la ZAT du soudage FE en fonction de la distance à l'axe de la soudure, l'abscisse $x = 0$ représente la position de la ligne de fusion - Comparaison aux mesures de dureté

soudure comprise entre 2 et 4 mm, correspond à la zone de dissolution totale restée solide. Ces deux zones ont été maturées et leurs propriétés mécaniques sont donc plus élevées que celles modélisées.

A titre indicatif, la figure 4.13(a) montre l'évolution du rayon moyen des précipités obtenus par le calcul métallurgique et la figure 4.13(b) leur fraction volumique. Le rayon moyen des précipités n'est pas nul dans la zone de dissolution totale car une très faible quantité de précipités est formée lors du refroidissement. La fraction volumique est en réalité de l'ordre de 1×10^{-6} .

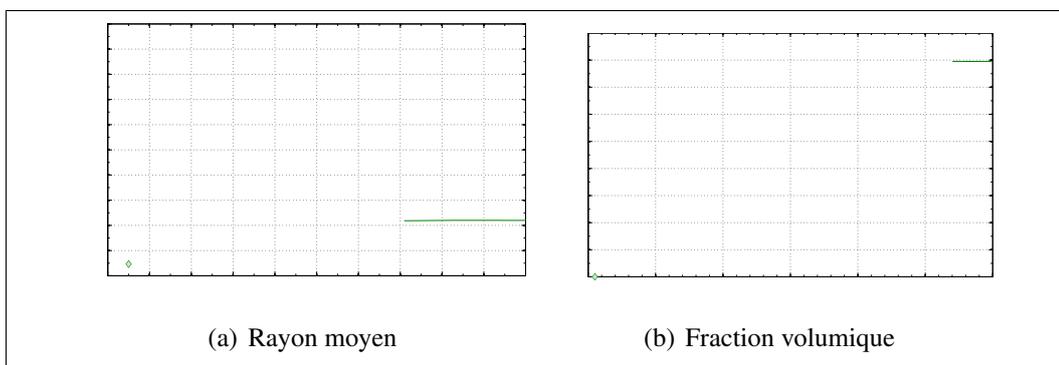


FIGURE 4.13: Modélisation de l'état de précipitation autour d'une soudure FE

4.4 Bilan des analyses mécaniques

Les deux approches étudiées pour modéliser le comportement mécanique du 6061-T6 sont très différentes. La première est fondée sur des observations expérimentales mécaniques sans prendre en compte l'évolution de la microstructure réelle. En effet, elle ne considère que deux phases fictives, l'une représentant l'état T6 et l'autre représentant l'état O. N'importe quel état du matériau est ensuite représenté en mélangeant les deux précédents. Les lois de comportement à différentes températures des deux phases fictives sont déterminées par méthode inverse en utilisant les essais de traction à chaud. Elles permettent ainsi de reproduire les propriétés mécaniques du matériau pour toutes températures ainsi que pour divers chargements thermiques non isothermes. La deuxième approche est fondée sur des observations métallurgiques pour déterminer la limite d'élasticité à température ambiante. Il s'agit d'un modèle de durcissement structural qui prend en compte l'évolution de la population de précipités.

La première méthode présente l'avantage d'être directement implémentée dans le code éléments finis Sysweld[®]. Elle peut donc être utilisée pour n'importe quelle géométrie et quel que soit le chargement thermique. Aussi, contrairement au modèle de durcissement structural, elle permet de modéliser le comportement du matériau à chaud. Cette dernière caractéristique est son principal avantage. En contre-partie, le modèle de loi des mélanges est fastidieux à mettre en place car il nécessite de nombreuses simulations dans le but de retrouver les lois de comportement des deux phases fictives. De plus, il ne représente pas la réalité et ne s'appuie pas sur des considérations physiques pour modéliser l'évolution des propriétés mécaniques.

Le modèle de durcissement structural représente quant à lui, l'évolution mécanique grâce à l'état de précipitation reproduit par le modèle métallurgique PreciSo. Il prend en compte les phénomènes physiques du durcissement structural. Il permet ainsi de mieux comprendre le comportement mécanique. De plus, il est assez facile à mettre en place dès lors qu'un modèle métallurgique est disponible. Un rapide recalage est toutefois nécessaire pour obtenir les constantes utilisées dans les calculs. En revanche, ce modèle se limite simplement au calcul de la limite d'élasticité à température ambiante. En l'état actuel, il ne permet pas de reproduire une loi de comportement complète. Aussi, pour qu'il soit efficace il doit être couplé à un calcul éléments finis du chargement thermique afin de représenter l'évolution de la limite d'élasticité en tout point d'une structure ayant subi une opération de soudage ou tout autre procédé faisant intervenir de hautes températures.

Conclusion générale et perspectives

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire avait un objectif global, l'évaluation des propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 6061-T6 soumis à différents chargements thermiques, ceux-ci étant représentatifs du soudage par faisceau d'électrons (soudage FE).

Pour atteindre cet objectif, le comportement mécanique du matériau a été étudié expérimentalement, tout d'abord à température ambiante pour différentes historiques thermiques, puis à chaud. Le 6061-T6 étant un alliage à durcissement structural, ses propriétés mécaniques sont étroitement liées à son état de précipitation. Ce dernier étant dépendant de l'historique thermique, la microstructure du matériau a été observée dans le but de comprendre les évolutions des propriétés mécaniques. La technique de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) ainsi que la Microscopie Electronique en Transmission (MET) ont été employées.

Les données ainsi obtenues ont également été utilisées pour le recalage d'un modèle métallurgique qui permet de calculer l'évolution de l'état de précipitation à partir d'un chargement thermique et de données thermodynamiques. Ce modèle a finalement été couplé à un modèle de durcissement structural qui rend compte de la limite d'élasticité du matériau. La comparaison des résultats de simulation avec les mesures expérimentales montre que les modèles utilisés sont pertinents et représentatifs de la réalité pour le comportement du matériau à température ambiante. Par ailleurs, ce modèle a permis de modéliser l'évolution de la limite d'élasticité dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) d'une soudure FE.

Aussi, un deuxième modèle mécanique a été mis en place. Il s'agit d'un modèle phénoménologique qui permet de représenter l'évolution de la loi de comportement du matériau à chaud et à température ambiante, pour tout chargement thermique. Le calcul est effectué en considérant le matériau comme étant un mélange de deux phases métallurgiques l'une représentative de l'état T6, l'autre représentative de l'état O. Celles-ci sont fictives et ne représentent en aucun cas la microstructure réelle.

Les paragraphes suivants décrivent les principaux résultats obtenus lors de ces différentes investigations. Quelques perspectives sont par la suite tracées.

Principaux résultats expérimentaux

Deux études expérimentales ont été menées au cours de la thèse, la première est une étude mécanique et la deuxième est métallurgique. Dans ces deux cas, les mêmes chargements thermiques représentatifs du soudage ont été utilisés. Ils ont été déterminés à partir d'essais instrumentés en soudage FE, qui ont permis de mesurer l'évolution de température dans la ZAT d'une soudure. Il en ressort que le matériau subit des pics de température qui sont approximés par des chargements thermiques de forme triangulaire, c'est-à-dire avec un chauffage à vitesse constante r_1 jusqu'à une température maximale atteinte $T_{atteinte}$. Cette dernière n'est pas maintenue et le refroidissement est naturel. Les essais instrumentés montrent que la vitesse de chauffage peut atteindre $r_1 = 160 \text{ }^\circ\text{C/s}$ pour $T_{atteinte} = 485 \text{ }^\circ\text{C}$.

Le même type de chargement est reproduit sur les éprouvettes utilisées pour les campagnes expérimentales mécaniques et métallurgiques. Les influences de la température atteinte et de la vitesse de chauffage ont été évaluées grâce à des essais de traction, mais aussi par des observations métallurgiques par DNPA et par MET. Pour l'étude de l'influence de la température atteinte, la vitesse de chauffage $r_1 = 15 \text{ }^\circ\text{C/s}$ et pour l'étude de l'influence de la vitesse de chauffage, la température intermédiaire $T_{atteinte} = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ ont été choisies.

Mesures mécaniques

Des essais de traction menés à température ambiante sur des éprouvettes initialement à l'état T6, ayant subi divers chargements thermiques, montrent que la température maximale atteinte influe grandement sur les propriétés mécaniques du 6061. Par exemple, la limite élastique diminue lorsque $T_{atteinte}$ augmente, avec une variation très importante entre 300 et 400 $^\circ\text{C}$. Elle passe de 278 MPa pour l'état T6 à 70 MPa pour les éprouvettes chauffées à 500 et 560 $^\circ\text{C}$. Il a été montré que cette dernière correspond à l'état O.

Ensuite, l'étude de l'influence de la vitesse de chauffage montre que le matériau est d'autant plus résistant que la vitesse de chauffage est plus grande. Par exemple, la limite d'élasticité passe de 96 MPa pour $r_1 = 0,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ à 170 MPa pour $r_1 = 200 \text{ }^\circ\text{C/s}$.

Ces expérimentations diffèrent de celles qui sont généralement présentées dans la littérature par le fait qu'il n'y a eu aucun maintien en température lors de l'application du chargement thermique. La volonté était ici de caractériser le matériau après une opération de soudage.

Puis, deux types d'essais de traction à chaud ont été accomplis. Cette fois encore, ces essais diffèrent de ce qui est généralement pratiqué. Pour le premier type, l'essai de traction est démarré dès que la température atteint la valeur d'essai T_{essai} , c'est-à-dire qu'aucun maintien en température n'est effectué avant l'essai de caractérisation. Ceci se traduit par un adoucissement dans le domaine plastique. Il s'agit

plus exactement d'une diminution de la contrainte admissible par le matériau du fait d'une évolution métallurgique (donc de propriétés mécaniques) au cours de l'essai. Il peut être considéré que les courbes de traction tracées à partir de ces essais correspondent aux lois de comportement du 6061-T6 à différentes températures.

Le deuxième type d'essai de traction est encore plus particulier. Il consiste à chauffer le matériau jusqu'à une température maximale atteinte $T_{atteinte}$, puis à le refroidir jusqu'à la température d'essai T_{essai} . Si $T_{atteinte} = 560\text{ }^{\circ}\text{C}$, cet essai revient à déterminer les lois de comportement du 6061 à l'état O. Dans ce cas, aucun adoucissement n'est observé dans le domaine plastique car il n'y a pas de précipités dans le matériau, ils ne peuvent donc pas se dissoudre ou coalescer, les propriétés du matériau n'évoluent donc pas pendant l'essai, sauf pour les faibles températures (proche des températures de revenu), pour lesquelles des précipités sont formés. Cette précipitation provoque une augmentation de la contrainte admissible du matériau au cours de l'essai, ce qui se traduit par une pente d'écrouissage très importante.

Observations métallurgiques

La population de précipités pour différents états a ensuite été observée dans le but de comprendre l'évolution mécanique et la relier ainsi à une évolution métallurgique. Pour ce faire, grâce à des observations globales de microstructure, la DNPA a permis de quantifier l'évolution, pour différents chargements thermiques, du rayon moyen des précipités et de leur fraction volumique. L'exploitation des courbes de diffusion montre que la fraction volumique des précipités à température ambiante n'évolue pas lorsque la température maximale atteinte ne dépasse pas $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$. En revanche, elle est très proche de zéro pour $T_{atteinte} = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $560\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ceci prouve que, pour ces températures, tous les précipités sont dissous, ce qui explique le fait que les lois de comportement soient les mêmes pour ces deux chargements thermiques. Ensuite, le rayon moyen mesuré pour $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ est très élevé. Il est de l'ordre de 13 nm alors que pour les autres états, il est de l'ordre de 4 nm . Ceci est caractéristique d'une coalescence des précipités. Cette forte évolution microstructurale pour $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ explique la forte diminution des propriétés mécaniques pour ce même chargement thermique.

Le même type d'observations montre que, pour $T_{atteinte} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, la vitesse de chauffage ne présente que très peu d'influence sur la fraction volumique des précipités mais elle a une incidence sur leur taille moyenne. Plus la vitesse est élevée, plus le rayon est petit. Cela signifie que le nombre de précipités est plus grand lorsque le chauffage est rapide, ce qui se traduit par une augmentation des propriétés mécaniques.

Les observations par MET montrent quant à elles quelques vues plus locales de la microstructure. Des clichés en haute résolution montrent que les précipités présents à l'état T6 sont des phases β'' (ou pré- β'') en forme d'aiguilles positionnées dans les directions $\langle 001 \rangle$ de la matrice d'aluminium. De plus, des analyses EDX

de ces précipités montrent que le rapport de fraction atomique $X_{\text{Mg}}^p/X_{\text{Si}}^p$ est approximativement 1,6 alors qu'il est habituellement plus proche de 1 pour des phases β'' . De plus, les observations MET ont permis de valider les mesures de rayon effectués en DNPA, notamment la forte augmentation de la taille moyenne des précipités après un chauffage à $T_{\text{atteinte}} = 400^\circ\text{C}$. Elles ont finalement permis de quantifier la fraction volumique des précipités par comparaison à des images de microstructure modélisée.

Principaux résultats numériques

Suite aux études expérimentales, un modèle métallurgique ainsi que deux modèles mécaniques ont été mis en place dans le but de calculer la résistance du matériau ayant subi différents chargements thermiques.

Le modèle métallurgique permet la modélisation de l'évolution de la population de précipités à partir des données thermodynamiques des solutés et des précipités considérés. Un modèle considérant la précipitation d'une seule phase β' de composition Mg_2Si représente précisément l'évolution du rayon moyen et de la fraction volumique des précipités grâce à des calculs de germination, de croissance et dissolution des précipités. Toutefois ce modèle est trop simpliste. Un modèle plus réaliste, considérant deux phases différentes a ensuite été développé. Ce modèle a été très fastidieux à mettre en place à cause du grand nombre de paramètres non connus qui sont ainsi des paramètres de recalage. Le modèle permet tout de même de retrouver une bonne approximation de l'évolution métallurgique.

Un modèle mécanique de durcissement structural a été couplé au modèle métallurgique à une phase. Il permet de calculer la limite d'élasticité du matériau en connaissant les caractéristiques de la population de précipités (fraction volumique et rayon moyen). Le calcul est effectué en utilisant les équations décrivant le contournement et le cisaillement des précipités par les dislocations. Le modèle rend compte précisément de l'évolution de la limite d'élasticité mesurée grâce aux essais de traction.

Un deuxième modèle mécanique permet de simuler l'évolution des propriétés mécaniques du matériau pour tout chargement thermique. Celui-ci est utilisé dans le logiciel d'éléments finis Sysweld[®]. Le matériau est considéré comme étant constitué du mélange de deux phases fictives, l'une représentant l'état T6 et l'autre représentant l'état O. La proportion de ces phases est déterminée à l'aide d'un calcul métallurgique. Les propriétés mécaniques de ces phases sont évaluées par méthode inverse. Elles permettent ainsi d'obtenir la loi de comportement du matériau résultant à partir d'une loi des mélanges. L'intérêt de cette deuxième approche réside dans le fait qu'il est possible de simuler le comportement d'une structure quelconque, à n'importe quelle température et pour n'importe quelle histoire thermique.

Perspectives

Le modèle métallurgique permet de calculer l'évolution de la précipitation à partir d'une distribution de taille initiale des précipités. Ainsi, si cette distribution était connue de manière exacte pour l'état T6, la modélisation donnerait des résultats plus précis. Il est possible d'obtenir des informations à propos de cette distribution de taille à partir des courbes de diffusion obtenues par DNPA. Aussi, d'autres campagnes de DNPA étaient prévues afin d'obtenir des données expérimentales plus complètes notamment à propos du rayon moyen autour de $T_{atteinte} = 400\text{ °C}$. Celles-ci n'ayant pas pu être accomplies, il serait intéressant d'approfondir les études en DNPA.

De plus, un moyen de rendre le modèle métallurgique encore plus précis serait de prendre en compte plusieurs phases évoluant dans le matériau. Par exemple, une première amélioration serait de considérer la précipitation de phase β'' de composition Mg_5Si_6 et la précipitation de phase β' de composition Mg_2Si . La difficulté dans ce type d'étude est l'obtention des données thermodynamiques de chacun des précipités.

Aussi, il serait pertinent de vérifier la composition des phases présentes à l'état T6. En effet, une rapide mesure EDX a montré que la composition des précipités observés dans le matériau étudié ne correspondait pas à ce qui est habituellement rencontré dans le même type de matériau. D'autres observations par HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscopy) permettraient de valider cette composition et également d'identifier les phases présentes après divers chargements thermiques. Il serait notamment intéressant d'observer plus précisément les précipités présents dans le matériau après un chauffage à $T_{atteinte} = 400\text{ °C}$ afin de vérifier si une simple coalescence s'est produite ou si des précipités d'une autre phase ont germés et grossis. D'autant plus que des premières mesures par DSC (Differential Scanning Calorimetry) montre qu'il y a bien une évolution des phases précipités au cours d'un chauffage. Des caractérisations complémentaires lors du chauffage et lors de traitements isothermes par cette même technique permettraient de valider ces résultats.

Aussi, le modèle mécanique couplé au modèle métallurgique présente l'avantage d'être plus physique que le modèle faisant intervenir la loi des mélanges. Toutefois, il permet seulement de calculer la limite d'élasticité à partir de la description mathématique des phénomènes de cisaillement et contournement des précipités par les dislocations. Il serait bien d'étendre ce type de modèle à une loi d'écrouissage complète. Le but serait de déterminer la loi de comportement du matériau à toute température à partir de l'état de précipitation modélisé dans le modèle métallurgique à deux phases précédemment cité.

Enfin, l'investigation des autres procédés de fabrication intervenant dans la réalisation du caisson du réacteur RJH a été abordée lors de ce travail de thèse, mais

n'est pas présentée dans ce mémoire car aucun résultat probant n'a pu être obtenu. Il s'agissait plus exactement d'étudier les traitements de trempe et de revenu utilisés pour aboutir à l'état T6. Les influences de la vitesse de trempe, de la température et de la durée de revenu doivent être étudiées mécaniquement et métallurgiquement, expérimentalement et numériquement. Les outils de modélisation déjà mis en place lors de l'étude de l'opération de soudage pourront être réutilisés assez facilement, à condition de disposer de suffisamment de données expérimentales pour recalibrer et valider les modèles appliqués à ces nouveaux chargements thermo-mécaniques.

Bibliographie

- [ABD 09] ZAIN-UL ABDEIN M.
Experimental investigation and numerical simulation of laser beam welding induced residuals stresses and distortions in AA 6056-T4 sheets for aeronautic application. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2009.
- [ACE 07] ACEVEDO REYES D.
Evolution de l'état de précipitation au cours de l'austénitisation d'aciers microalliés au vanadium et au niobium. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, janvier 2007.
- [AFN 06] AFNOR
. « Norme NF EN ISO 6507-1, Matériaux Métallique, Essai de dureté Vickers - Partie 1 : Méthode d'essai », Mars 2006.
- [ALC 02] ALCOA
Alloy 6061 - Understanding Extruded Aluminium Alloys. Cressona, 2002.
- [AND 59] ANDERSON W.
Precipitation hardening aluminium-base alloys. *Precipitation from Solid Solution*, , 1959, American Society for Metals, Cleveland, Ohio.
- [AND 98] ANDERSEN S., ZANDBERGEN H., JANSEN J., TRAEHOLT C., TUNDAL U., REISO O.
The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 46, n° 9, 1998, p. 3283–3298, Elsevier.
- [AND 05] ANDERSEN S., MARIOARA C., FRØSETH A., VISSERS R., ZANDBERGEN H.
Crystal structure of the orthorhombic $U_2\text{-Al}_4\text{Mg}_4\text{Si}_4$ precipitate in the Al-Mg-Si alloy system and its relation to the β' and β'' phases. *Materials Science & Engineering A*, vol. 390, n° 1-2, 2005, p. 127–138, Elsevier.
- [ANT 03] ANTION C., DONNADIEU P., PERRARD F., DESCHAMPS A., TASSIN C., PISCH A.
Hardening precipitation in a Mg-4Y-3RE alloy. *Acta Materialia*, vol. 51, n° 18, 2003, p. 5335–5348, Elsevier.
- [ASM 90] ASM
Properties of Wrought Aluminium and Aluminium Alloys. Metals Handbook ASM Publication, 1990.

- [ASS 07] ASSERIN O., COLOMBEL A., ZAVALA I.
Influence of the age hardening effect on the distortions in AA6061 welded structure - Application to the assembly of an experimental nuclear reactor. , 2007, p. 627-646.
- [AUG 07] AUGEREAU F., LAUX D., ALLAIS L., MOTTOT M., CAES C.
Ultrasonic measurement of anisotropy and temperature dependence of elastic parameters by a dry coupling method applied to a 6061-T6 alloy. *Ultrasonics*, vol. 46, n° 1, 2007, p. 34–41, Elsevier.
- [BES 99] BESANÇON-VODA ALINA G. S.
Régulateurs PID analogiques et numériques. *Techniques de l'ingénieur. Informatique industrielle*, vol. 3, n° R 7416, 1999, p. 7416–7416, Techniques de l'ingénieur.
- [BOU 06] BOULLAY P.
. « Introduction à la microscopie en transmission », 2006. Consulté le 18/11/2009 sur www-crismat.ensicaen.fr/ecoleneem/Microscopie_electronique.pdf.
- [BRA 88] BRAVMAN J., ANDERSON R., MCDONALD M.
Specimen preparation for transmission electron microscopy of materials. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, vol. 115, 1988.
- [BRI 44] BRIDGMAN P.
Stress distribution at the neck of tension specimen. *Transactions of the American Society for Metals*, vol. 32, 1944, p. 553–572.
- [BRO 71] BROWN L., HAM R.
Dislocation-particle interactions. *Strengthening Methods in Crystals*, , 1971, p. 12–135.
- [CAC 97] CACERES C., DAVIDSON C., GRIFFITHS J., HOGAN L., WANG Q.
Hypoeutectic Al-Si-Mg Foundry Alloys. *Materials Forum*, vol. 21, 1997, p. 27-43.
- [CAH 68] CAHN J.
Spinodal decomposition. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 242, 1968, page 166.
- [CAS 67] CASTAGNE J. L., LECROISEY F., PINEAU A.
The effect of temperature on the elastic limit of alloys hardened by a coherent and ordered phase. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, vol. 265, 1967, p. 1414–1417.
- [CZE 00] CZECZOR S., LÖCHTE L., GOTTSTEIN G., STARON P., KAMPMANN R.
Growth Kinetics of Guinier-Preston-Zones in Al-4 wt% Cu Studied by Small-Angle Neutron Scattering and Transmission Electron Microscopy. *Physica Status Solidi(a)*, vol. 182, n° 2, 2000, p. 631–639.

- [DEP 04] DEPRADEUX L.
Simulation numérique du soudage-acier 316l : validation sur cas tests de complexité croissante. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2004.
- [DES 98] DESCHAMPS A., BRECHET Y.
Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg alloy—II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress. *Acta Materialia*, vol. 47, n° 1, 1998, p. 293 - 305.
- [DES 01] DESCHAMPS A., DAVID L., NICOLAS M., BLEY F., LIVET F., SEGUELA R., SIMON J., VIGIER G., WERENSKIOLD J.
Recent developments in Small-Angle X-ray Scattering for the study of metals and polymers. *Advanced Engineering Materials*, vol. 3, n° 8, 2001, p. 579–586.
- [DES 03] DESCHAMPS A.
Handbook of Aluminum, vol. 2, Chapitre Analytical Techniques for Aluminium Alloys. Marcel Dekker, Inc., New York, USA, 2003.
- [DES 04] DESCHAMPS A., NICOLAS M., PERRARD F., BLEY F., LIVET F., DOISNEAU-COTTIGNIES B., DONNADIEU P.
Caractérisation quantitative de la précipitation durcissante dans les matériaux de structure par la technique de diffusion centrale des rayons x et des neutrons. *Matériaux & Techniques*, vol. 92, n° 5-6, 2004, p. 41–52.
- [DEV 86] DEVELAY R.
Traitements thermiques des alliages d'aluminium. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M1290, 1986, Techniques de l'ingénieur.
- [DEV 92a] DEVELAY R.
Aluminium et alliages d'aluminium corroyés : propriétés métalliques. *Techniques de l'ingénieur*, vol. M438, 1992, page 26.
- [DEV 92b] DEVELAY R.
Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Principaux alliages. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M 440, 1992, Techniques de l'ingénieur.
- [DIE 61] DIETER G.
. « Mechanical Metallurgy, Metallurgy and Metallurgical Engineering Series », 1961.
- [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, n° 6, 1999, p. 1347–1366, Taylor and Francis Ltd.
- [DOR 00a] DORÉ X.
Modélisation de la microségrégation et de l'homogénéisation dans les alliages multicomposés : Application au système Al-Mg-Si. Thèse de doctorat, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 2000.

- [DOR 00b] DORÉ X., COMBEAU H., RAPPAZ M.
Modelling of microsegregation in ternary alloys : Application to the solidification of Al-Mg-Si. *Acta Materialia*, vol. 48, n° 15, 2000, p. 3951 - 3962.
- [DUB 91] DUBOST B., SAINFORT P.
Durcissement par précipitation des alliages d'Aluminium. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M240, 1991, Techniques de l'ingénieur.
- [EDW 98] EDWARDS G., STILLER K., DUNLOP G., COUPER M.
The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 46, n° 11, 1998, p. 3893 – 3904.
- [EMB 96] EMBURY J.
Proceedings of the Fifth International Conference on Aluminium Alloy, Grenoble, France. 1996, page 57.
- [ESI 05] ESI GROUP
Sysweld® 2005 Reference Manual, 2005.
- [ESM 03] ESMAEILI S., LLOYD D., POOLE W.
Modeling of precipitation hardening for the naturally aged Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Acta Materialia*, vol. 51, n° 12, 2003, p. 3467 - 3481.
- [EUR] EUROTHERM
Régulateur 2704 - Manuel de configuration. Invensys.
- [EUR 08] EURALLIAGE
. « Alliages d'aluminium - Influence des éléments d'alliage », 10/2008 2008.
- [EYG 97] EYGLUNENT B.
Manuel de thermique : théorie et pratique, 2 ème édition. 1997.
- [FEU 04] FEULVARCH E., ROBIN V., BERGHEAU J.
Resistance spot welding simulation : a general finite element formulation of electrothermal contact conditions. *Journal of Materials Processing Tech.*, vol. 153, 2004, p. 436–441, Elsevier.
- [FOR 66] FOREMAN A. J. E., MAKIN M. J.
Dislocation movement through random arrays of obstacles. *Philosophical Magazine*, vol. 14, 1966, p. 911 – 924, Taylor & Francis.
- [FRI 64] FRIEDEL J.
Dislocations. Oxford : Pergamon Press, 1964.
- [GAR 01] DE LA GARZA M., ROS-YÁÑEZ T., COLÁS R., HOUBAERT Y.
Study of precipitates formed in a wrought aluminum alloy by means of atomic force microscopy. *Materials Characterization*, vol. 47, n° 5, 2001, p. 397–400, Elsevier.
- [GE 09] GE L., KIM N., BOURNE G., SAWYER W.
Material Property Identification and Sensitivity Analysis Using Micro-Indentation. *Journal of Tribology*, vol. 131, 2009, page 031402.

- [GEN 08] GENERALIC E.
. « EniG. Tableau périodique des éléments », 2008. Consulté le 25/09/2009 sur <http://www.periodni.com/fr/>.
- [GER 68] GEROLD V., HARTMANN K.
Proceedings of the International Conference on the Strength of Metals and Alloys. vol. 9, 1968, page 509, Transactions of the Japanese Institute of Metals.
- [GHO 06] GHOSH R. E., EGELHAAF S. U., RENNIE A. R.
A computing guide for small-angle scattering experiments. Institut Laue Langevin, Grenoble, France, 2006.
- [GIB 48] GIBBS J. W.
The collected works, vol. 1. Yale University Press, 1948.
- [GLE 65] GLEITER H., HORNBOOEN E.
Theorie der Wechselwirkung von Versetzungen mit kohärenten geordneten Zonen (I). *Physica status solidi*, vol. 12, 1965, page 235, Akademie-Verlag.
- [GRO 02] GRONG Ø., SHERCLIFF H.
Microstructural modelling in metals processing. *Progress in Materials Science*, vol. 47, n° 2, 2002, p. 163–282, Elsevier.
- [GUI 48] GUINIER A., LAMBOT H.
. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, vol. 227, 1948.
- [GUI 55] GUINIER A., FOURNET G., WALKER C., YUDOWITCH K.
Small-angle scattering of X-rays. Structure of matter series John Wiley & Sons, New York, 1955.
- [HAM 68] HAM R. K.
. *Transactions of the Japanese Institute of Metals*, vol. 9, 1968.
- [HAN 70] HANSEN N.
Dispersion strengthening of aluminium–aluminium–oxide products (Stress-strain curves of Al-aluminum oxide products determined for dispersion strengthening, discussing particle effects on strain hardening rate). *Acta Metallurgica*, vol. 18, 1970, p. 137–154.
- [HAN 98] HANDBOOK
MIL-HDBK-5H. Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures, US Department of Defence, 1998.
- [HAT 84] HATCH J., Ed. *Aluminium : Properties and Physical Metallurgy*. ASM Publication, 1984.
- [HIR 65] HIRSCH P. B., KELLY A.
Stacking-fault strengthening. *Philosophical Magazine*, vol. 12, n° 119, 1965, p. 881–900, 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, n° 11, 2006, p. 2945–2955, Elsevier.
- [HUI 07] VAN HUIS M., CHEN J., SLUITER M., ZANDBERGEN H.
Phase stability and structural features of matrix-embedded hardening precipitates in Al-Mg-Si alloys in the early stages of evolution. *Acta Materialia*, vol. 55, n° 6, 2007, p. 2183 - 2199.
- [IAI 08] IAI
. « Primary aluminium production », 22/09/08 2008. Disponible sur : <http://www.world-aluminium.org/>.
- [JAC 72] JACOBS M.
The Structure of Metastable Precipitates Formed During Aging of an Al-Mg-Si Alloy. *Phil. Mag.*, vol. 26, n° 1, 1972, p. 1–13.
- [JAC 01] JACOB S.
Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M4 675, 2001, Techniques de l'ingénieur.
- [JAC 04] JACOB D.
Applications de la commande PID – Asservissement température et position. *Techniques de l'ingénieur. Informatique industrielle*, , n° S 7418, 2004.
- [JIA 99] JIANG C., WANG D., YAO C.
The effective stress and yield strength of matrix in SiCw/Al composites under loading stress. *Journal of Materials Science Letters*, vol. 18, n° 11, 1999, p. 901–903, Springer.
- [KAU 99] KAUFMAN J.
Properties of aluminum alloys. ASM International and the Aluminum Association of America, 1999.
- [KEL 57] KELLY A., FINE M.
Strength of alloy containing zones. *Acta Metallurgica*, vol. 5, n° 7, 1957, p. 365–367, Elsevier.
- [KEL 63] KELLY A., NICHOLSON R.
Precipitation hardening. *Progress in materials science*, vol. 10, 1963, p. 151-391, Pergamon Press Oxford.
- [KEL 72] KELLY P. M.
The effect of particule shape on dispersion hardening. *Scripta Metallurgica*, vol. 6, n° 8, 1972, p. 647–656, Elsevier.
- [KNO 71] KNOWLES G., KELLY P.
Elastic modulus hardening. *Effect of second-phase particles on the mechanical properties of steel : proceedings of a conference organised by the Corporate Laboratories of the British Steel Corporation and the Iron and Steel Institute, held at the Royal Hotel, Scarborough, on 24-25 March 1971* Iron and Steel Institute, 1971, page 9.

- [KOC 66] KOCKS U. F.
A statistical theory of flow stress and work-hardening. *Philosophical Magazine*, vol. 13, 1966, p. 541 – 566, Taylor & Francis.
- [KOR 79] KORSTORZ G.
Neutron Scattering. *Treatise on Materials Science and Technology*, vol. 15, 1979, p. 109–132, Academic Press of New York.
- [LAI 03] LAIREZ D.
Introduction à la diffusion de neutrons aux petits angles. *Journal de Physique IV France*, vol. 103, 2003, p. 253–290.
- [LED 82] LEDBETTER H.
Temperature behaviour of Young's moduli of forty engineering alloys(0-590 K). *Cryogenics*, vol. 22, 1982, page 653.
- [LIF 99] LIFSHIN E.
X-ray Characterization of Materials. Wiley-VCH, New York, 1999.
- [MAR 76] MARTH P., AARONSON H., LORIMER G., BARTEL T., RUSSELL K.
Application of heterogeneous nucleation theory to precipitate nucleation at GP zones. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 7, n° 9, 1976, p. 1519–1528, Springer.
- [MAR 80] MARTIN J.
Micromechanisms in particle-hardened alloys. Cambridge University Press, 1980.
- [MAR 98] MARTIN J.-L., GEORGE A.
Caractérisation expérimentale des matériaux II : Analyse par rayons X, électrons et neutrons, vol. 3 de *Traité des matériaux*. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 1998.
- [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, n° 2, 2001, p. 321–328, Elsevier.
- [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, n° 11, 2000, p. 2911–2924, Elsevier.
- [MAS 02] MASSARDIER V., EPICIER T.
Study of the Influence of a Low Copper Addition and of an Excess of Silicon on the Precipitation Kinetics and on the Precipitation Sequence of Al-Mg₂Si Alloys. *Materials Science Forum*, vol. 396 Transtec Publications ; 1999, 2002, p. 851–856.
- [MAT 06] MATSUDA K., IKENO S., SATO T.
HRTEM Study of Nano-Precipitation Phases in 6000 Series Aluminum Alloys. *Science, Technology and Education of Microscopy : an Overview*, vol. 1, 2006, p. 152-162.

- [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. 237-240, 2005, p. 671-676.
- [MUR 99] MURAYAMA M., HONO K.
Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 47, n° 5, 1999, p. 1537–1548, Elsevier.
- [MYH 91] MYHR O., GRONG Ø.
Process modelling applied to 6082-T6 aluminium weldments. I : Reaction kinetics. *Acta metallurgica et materialia*, vol. 39, n° 11, 1991, p. 2693–2702, Pergamon Press.
- [MYH 01] MYHR O. R., GRONG Ø., ANDERSEN S. J.
Modelling of the age hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, vol. 49, n° 1, 2001, p. 65 - 75.
- [NAU 77] NAUDON A., FLANK A.
Spinodal curve and metastable miscibility gap in low-concentration Al-Ag alloys. *Physica Status Solidi (c)*, vol. 41, n° 1, 1977, p. 207–211.
- [NEM 83] NEMBACH E.
Precipitation hardening caused by a difference in shear modulus between particle and matrix. *Physica Status Solidi(a)*, vol. 78, n° 2, 1983, p. 571–581.
- [NIC 02] NICOLAS M.
Precipitation evolution in an Al-Zn-Mg alloy during non-isothermal heat treatments and in the heat-affected zone of welded joints. Thèse de doctorat, INPG, 2002.
- [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, n° 20, 2003, p. 6077–6094, Elsevier.
- [PAR 01] PARK K.-T., KWON H.-J., KIM W.-J., KIM Y.-S.
Microstructural characteristics and thermal stability of ultrafine grained 6061 Al alloy fabricated by accumulative roll bonding process. *Materials Science and Engineering A*, vol. 316, n° 1-2, 2001, p. 145 - 152.
- [PER 03] PEREZ M., DESCHAMPS A.
Microscopic modelling of simultaneous two-phase precipitation : application to carbide precipitation in low-carbon steels. *Materials Science and Engineering A*, vol. 360, n° 1-2, 2003, p. 214 - 219.
- [PER 07] PEREZ M.
Approche multi-échelle de la précipitation. Thèse de doctorat, Octobre 2007. Mémoire HDR.

- [PER 08] PEREZ M., DUMONT M., ACEVEDO-REYES D.
Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Materialia*, vol. 56, n° 9, 2008, p. 2119 - 2132.
- [PHI 02] PHILIBERT J., VIGNES A., BRÉCHET Y., COMBRADE P.
Métallurgie : du minerai au matériau. Dunod Paris, 2nde édition, 2002.
- [POL 95] POLMEAR I.
Light Alloys–Metallurgy of the Light Metals. Arnold, London, 3rd ed. édition, 1995.
- [RAV 04] RAVI C., WOLVERTON C.
First-principles study of crystal structure and stability of Al-Mg-Si-(Cu) precipitates. *Acta Materialia*, vol. 52, n° 14, 2004, p. 4213 - 4227.
- [ROB 04] ROBSON J., STOWELL M.
The maximum precipitate density. *Philosophical Magazine*, vol. 84, n° 29, 2004, p. 3101–3115, Taylor & Francis.
- [ROM 02] ROMETSCH P., SCHAFFER G.
An age hardening model for Al–7Si–Mg casting alloys. *Materials Science & Engineering A*, vol. 325, n° 1-2, 2002, p. 424–434, Elsevier.
- [RUN 67] RUNDMAN K., HILLIARD J.
Early stages of spinoidal decomposition in an aluminium–zinc alloy. *Acta Metallurgica*, vol. 15, n° 6, 1967, p. 1025–1033, Elsevier.
- [RUS 69] RUSSELL K.
Phase transformations. *Ohio : ASM*, , 1969, p. 219–68.
- [RUS 72] RUSSELL K., BROWN L.
Dispersion-Strengthening Model, Based on Differing Elastic-Moduli, Applied to the Fe–Cu System. *Acta Metallurgica*, vol. 20, n° 7, 1972, p. 969–974.
- [SAI 86] SAINFORT P., GUYOT P.
Dislocation-precipitate interactions in Al-Li binary and Al-Li-Cu ternary alloys. *Strength of Metals and Alloy*, , 1986, p. 441–445.
- [SAU 60] SAULNIER A., MIRAND P.
Some recent applications of the direct examination of thin sections of metals by the electron microscope. *Mémoires Scientifique de la Revue de Métallurgie*, vol. 57, 1960.
- [SCH 70] SCHWARTZBERG F., HERZOG R., OSGOOD S., KNIGHT M.
Cryogenic Materials Data Handbook. *Air Force Materials Laboratory Report AFML-TDR-64-280*, vol. 2, 1970.
- [SEA 92] SEARS V.
Neutron scattering lengths and cross sections. *Neutron News*, vol. 3, n° 3, 1992, p. 26–37, Taylor & Francis.
- [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. 31, n° 3, 2000, p. 773–780, Springer.
- [SHE 90] SHERCLIFF H., ASHBY M.
A process model for age hardening of aluminium alloys–I. The model. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 38, n° 10, 1990, p. 1789 – 1802.
- [TUR 49] TURNBULL D., FISHER J.
Rate of nucleation in condensed systems. *The Journal of Chemical Physics*, vol. 17, 1949, page 71.
- [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, n° 11, 2007, p. 3815 - 3823.
- [VOI 92] VOISIN P.
Métallurgie extractive de l'aluminium. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M 2340, 1992, Techniques de l'ingénieur.
- [WAG 91] WAGNER R., KAMPMANN R., VOORHEES P. W.
Homogeneous Second-Phase Precipitation. Wiley-VCH, 1991. Phase Transformations in Materials.
- [WES 79] WESTENGEN H., RYUM N.
Precipitation reactions in an aluminium 1 wt.% Mg₂Si alloy. *Zeitschrift fuer Metallkunde*, vol. 70, 1979, p. 528–535.
- [WIK 09] WIKIPEDIA
. « Microscopie électronique en transmission », 2009. Consulté le 18/11/2009 sur fr.wikipedia.org/wiki/Microscopie_electronique_en_transmission.
- [ZAN 97] ZANDBERGEN H., ANDERSEN S., JANSEN J.
Structure determination of Mg₅Si₆ particles in Al by dynamic electron diffraction studies. *Science*, vol. 277, n° 5330, 1997, page 1221, AAAS.
- [ZEL 43] ZELDOVICH Y.
On the theory of new phase formation; cavitation. *Acta physicochim. URSS*, vol. 18, 1943, p. 1-22.

Annexes

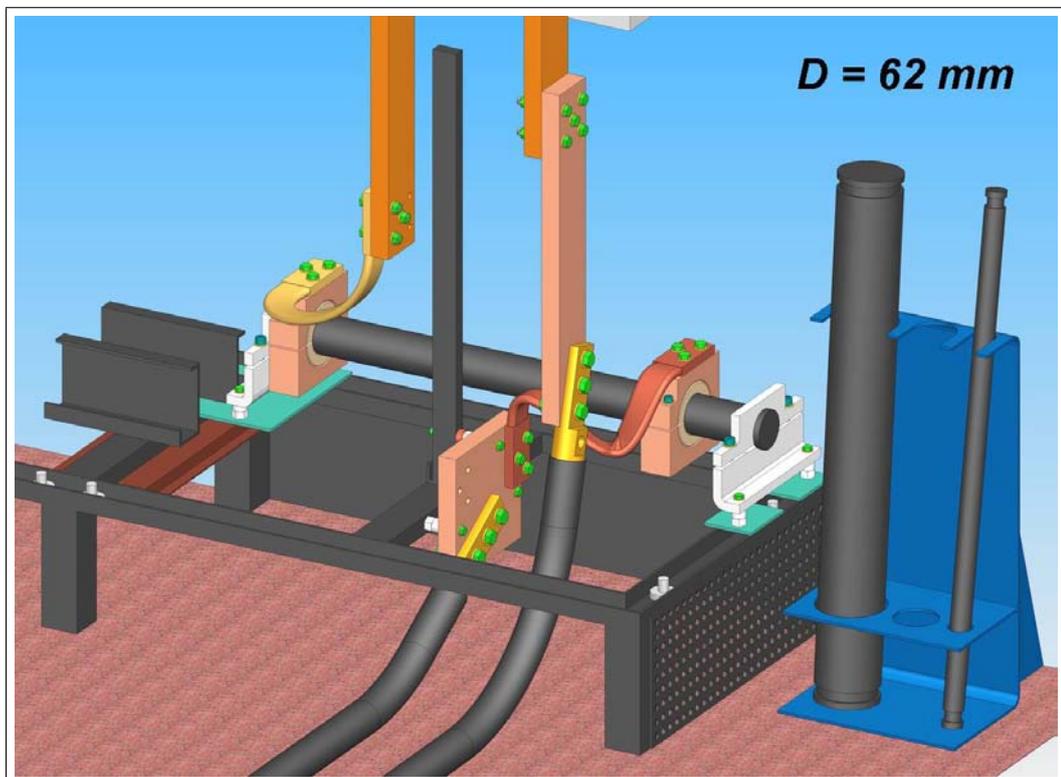
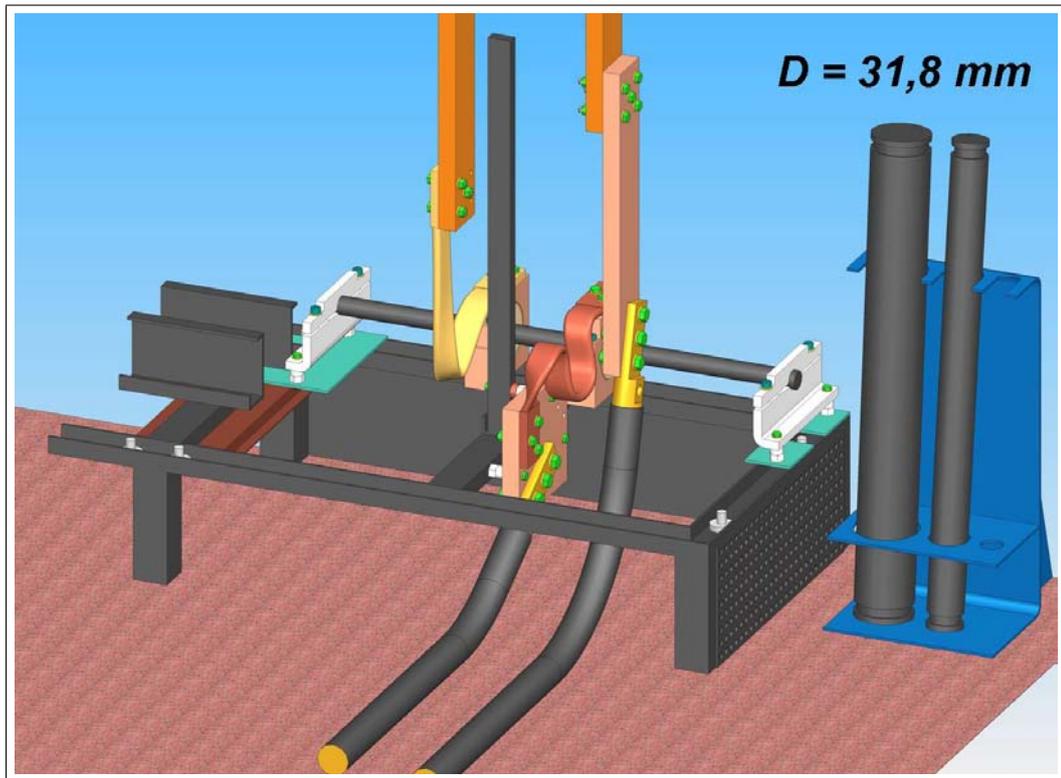
Annexe A

Conception des résistors en graphite

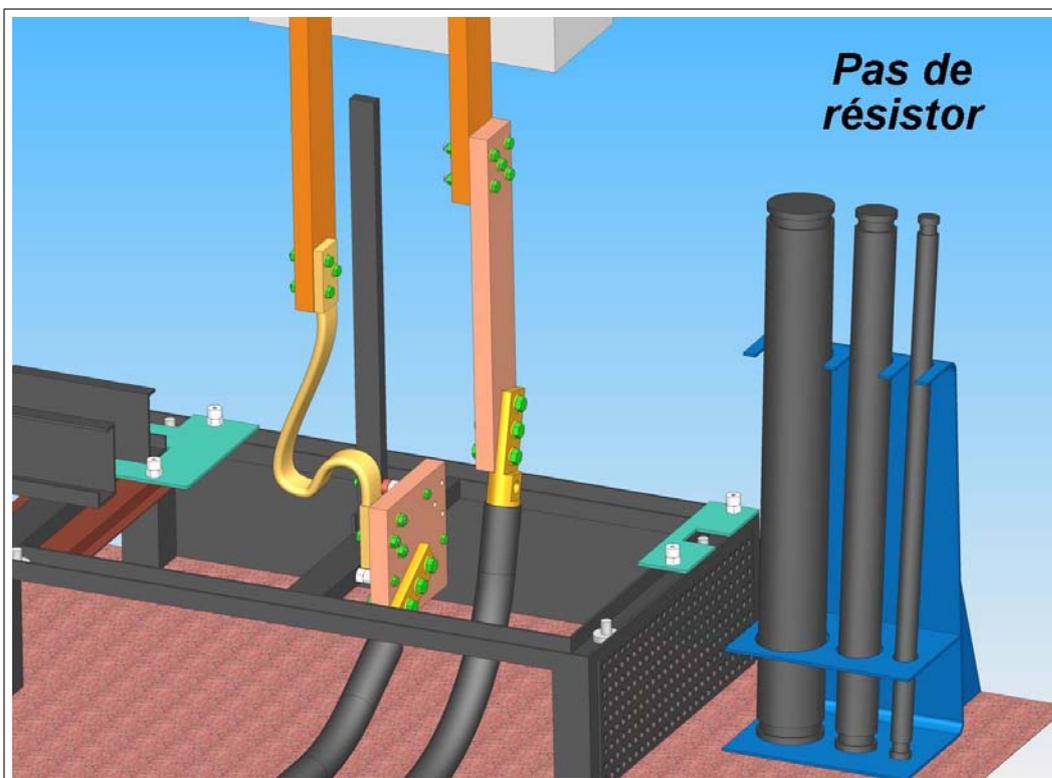
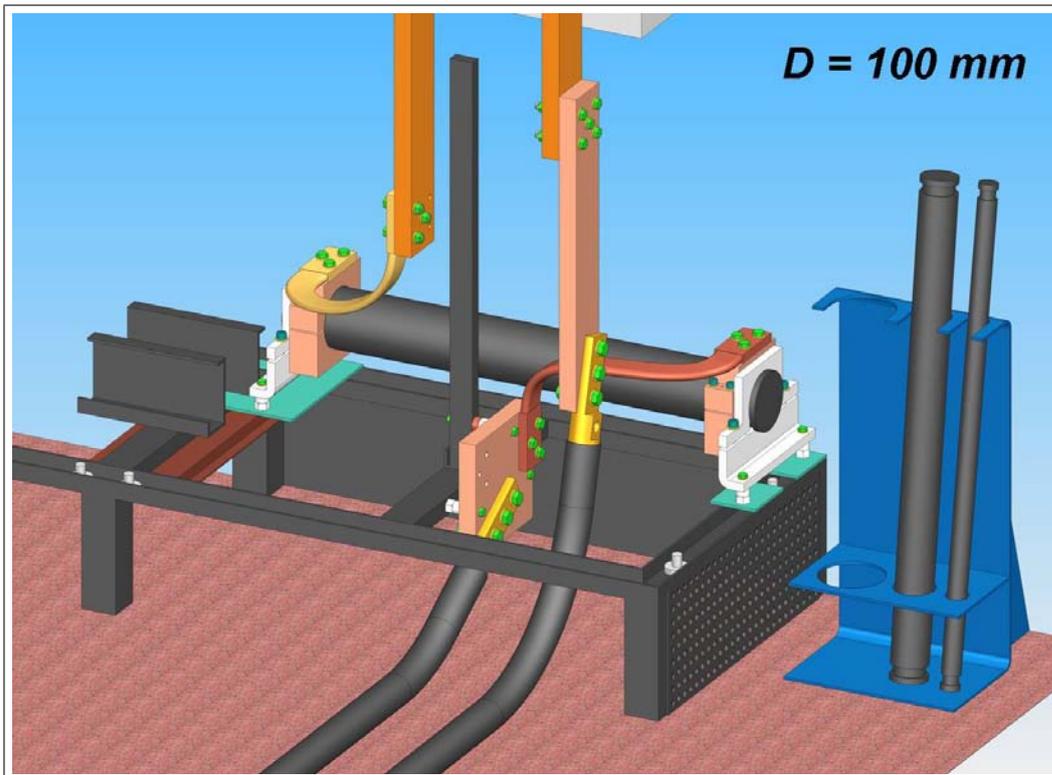
A. Conception des résistors en graphite

| Résistance | Utilisation | Température après 1 s de chauffe (°C) | Température après 10 s de chauffe (°C) | Température après 60 s de chauffe (°C) | Température après 100 s de chauffe (°C) |
|---|-----------------|---------------------------------------|--|--|---|
| $R_1 = 1 \text{ m}\Omega$ $D_1 = 100 \text{ mm}$ | 5000 A 5 V | 22,1 | 41,4 | 99,5 | 104,5 |
| $R_1 = 1 \text{ m}\Omega$ $D_1 = 100 \text{ mm}$ | 2000 A 2 V | 20,3 | 23,4 | 32,7 | 33,5 |
| $R_2 = 2,6 \text{ m}\Omega$ $D_2 = 62 \text{ mm}$ | 2000 A 5,2 V | 22,4 | 43,8 | 108,0 | 113,1 |
| $R_2 = 2,6 \text{ m}\Omega$ $D_2 = 62 \text{ mm}$ | 770 A 2 V | 20,3 | 23,5 | 33,0 | 33,8 |
| $R_2 = 2,6 \text{ m}\Omega$ $D_2 = 62 \text{ mm}$ | 3850 A 10 V | 28,8 | 107,9 | 345,5 | 364,5 |
| $R_3 = 10 \text{ m}\Omega$ $D_3 = 31,8 \text{ mm}$ | 770 A 7,7 V | 25,2 | 72,1 | 211,1 | 220,1 |
| $R_3 = 10 \text{ m}\Omega$ $D_3 = 31,8 \text{ mm}$ | 200 A 2 V | 20,3 | 23,5 | 32,9 | 33,5 |
| $R_3 = 10 \text{ m}\Omega$ $D_3 = 31,8 \text{ mm}$ | 1000 A 10 V | 28,7 | 107,8 | 342,3 | 357,5 |





A. Conception des résistors en graphite



Annexe B

Annulation de l'erreur de mesure des thermocouples

La section 2.2.3 explique que le passage du courant dans une éprouvette de traction, utilisée sur le dispositif de chauffage par effet Joule, cause une erreur de mesure des thermocouples. Cette annexe a vocation à expliquer plus précisément cette erreur et donne une solution pour s'en affranchir.

Apparition d'une erreur de mesure

Un thermocouple est composé de deux fils de matériaux différents. Théoriquement ils sont soudés au même point sur l'éprouvette. La température appliquée au point de soudure du thermocouple provoque une modification du potentiel électrique en ce point. Les deux fils étant fabriqués avec des matériaux différents, les tensions aux bornes des deux fils (notées Δv_1 et Δv_2) sont différentes. Ainsi, comme le montre la figure B.1, il existe une différence de potentiel Δv à l'autre extrémité des fils. Δv est l'image électrique de la température.

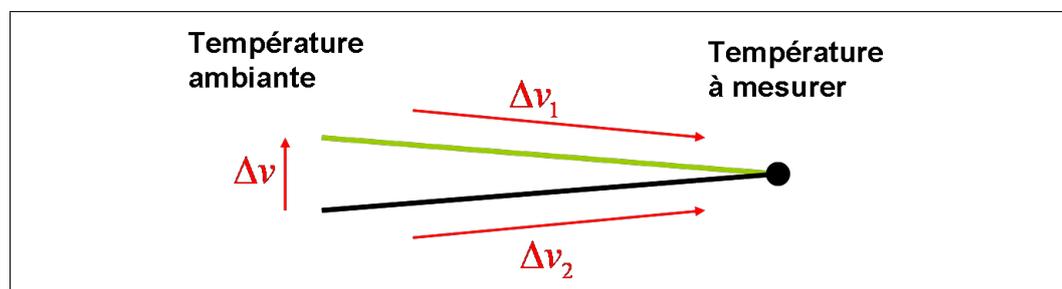


FIGURE B.1: *Mesure de température avec un thermocouple*

En pratique, il est très difficile de souder les deux fils du thermocouple exacte-

B. Annulation de l'erreur de mesure des thermocouples

ment sur le même point. De manière générale, l'écart entre les deux fils (au point de mesure) ne conduit pas forcément à une erreur. En revanche, dans le cas de l'effet Joule, un courant de forte intensité passe dans l'éprouvette et provoque une différence de potentiel, schématisée en figure B.2, entre les deux fils du thermocouple qui conduit à une erreur de mesure.

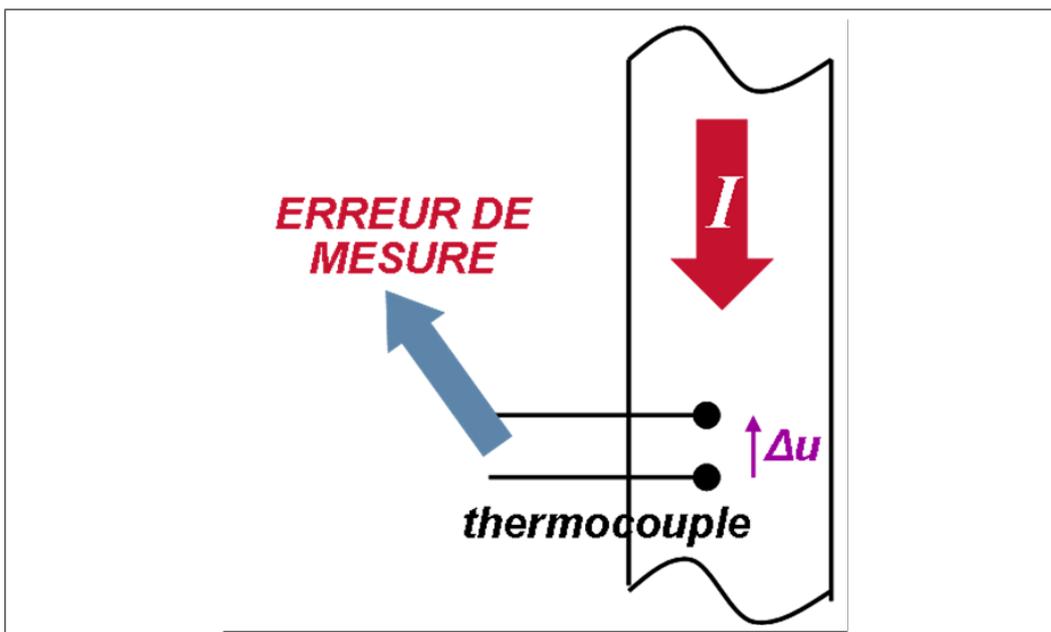


FIGURE B.2: Schématisation de l'erreur de mesure

Les expérimentations montrent que l'erreur de mesure dépend de l'intensité du courant, de l'espacement entre les fils au point de soudure et, dans le cas de l'aluminium, de la température. Pour plus de clarté dans les explications, les mesures présentées ci-dessous ont été faites avec une éprouvette en acier. La résistivité de l'acier varie peu aux températures considérées (de l'ordre de 500 °C), ainsi l'erreur mesurée n'est pas dépendante de la température mais seulement de l'intensité et de l'espacement entre les fils.

Pour évaluer l'erreur de mesure, des essais ont été menés en utilisant différentes intensités et espacements (mesurés au préalable). Tout d'abord, pour une intensité donnée ($I=1200$ A par exemple), les erreurs de mesure obtenues avec des espacements de 0,1 , 0,8 et 1,8 mm sont représentées en figure B.3. Cette figure représente l'évolution de la température mesurée en fonction du temps. L'erreur de mesure se lit directement grâce au saut dans la courbe lors de l'application et de l'extinction du courant électrique. De plus, cette courbe montre que, dans le cas d'éprouvette en acier, l'erreur est constante si le courant est constant.

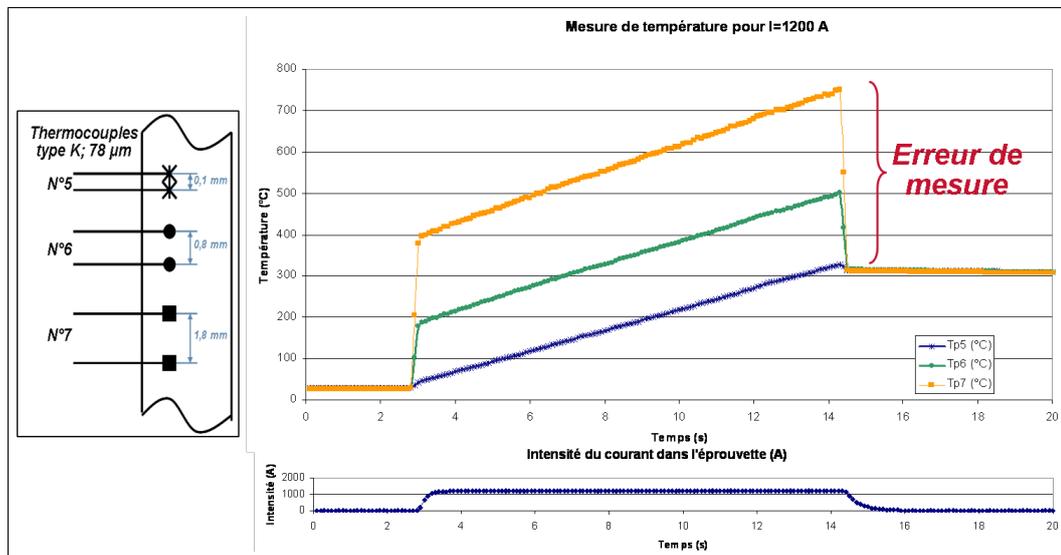


FIGURE B.3: Evaluation de l'erreur de mesure dans le cas de l'acier pour $I = 1200 \text{ A}$

Elimination de l'erreur de mesure

Ce type d'essai a été mené pour plusieurs valeurs de l'intensité du courant, ce qui permet de tracer en figure B.4, pour chaque espacement étudié, la courbe de l'erreur en fonction de l'intensité. Le graphe ainsi obtenu peut être utilisé comme abaque pour déterminer l'erreur de mesure en fonction de l'intensité si l'espacement entre les fils de thermocouple est inconnu. En effet, il suffit de mesurer l'erreur pour une intensité donnée (la croix rouge sur le graphe de la figure B.4 donne un exemple pour $I=1000 \text{ A}$), puis la courbe de l'erreur en fonction de l'intensité est interpolée à partir des autres courbes du graphe.

De la même manière, il est possible de tracer des courbes de l'erreur en fonction de l'espacement pour différentes intensités. Elles servent d'abaque pour déterminer l'erreur lorsque l'espacement entre les fils du thermocouple est connu. Un exemple est donné en figure B.5.

Pour un thermocouple donné, il est maintenant possible de déterminer l'erreur de mesure en fonction de l'intensité. Il est ainsi possible de reconstruire une courbe issue d'un chargement thermique. Par exemple, la courbe du bas de la figure B.6, représentant l'intensité du courant traversant l'éprouvette en fonction du temps, présente des fluctuations causées par la régulation. Ces fluctuations se retrouvent sur la mesure de température (courbe orange sur le graphe du haut). La reconstruction de la courbe qui retranche l'erreur de mesure permet de tracer la courbe réelle de l'évolution de la température dans l'éprouvette. Cette nouvelle courbe ne présente que très peu de fluctuation.

B. Annulation de l'erreur de mesure des thermocouples

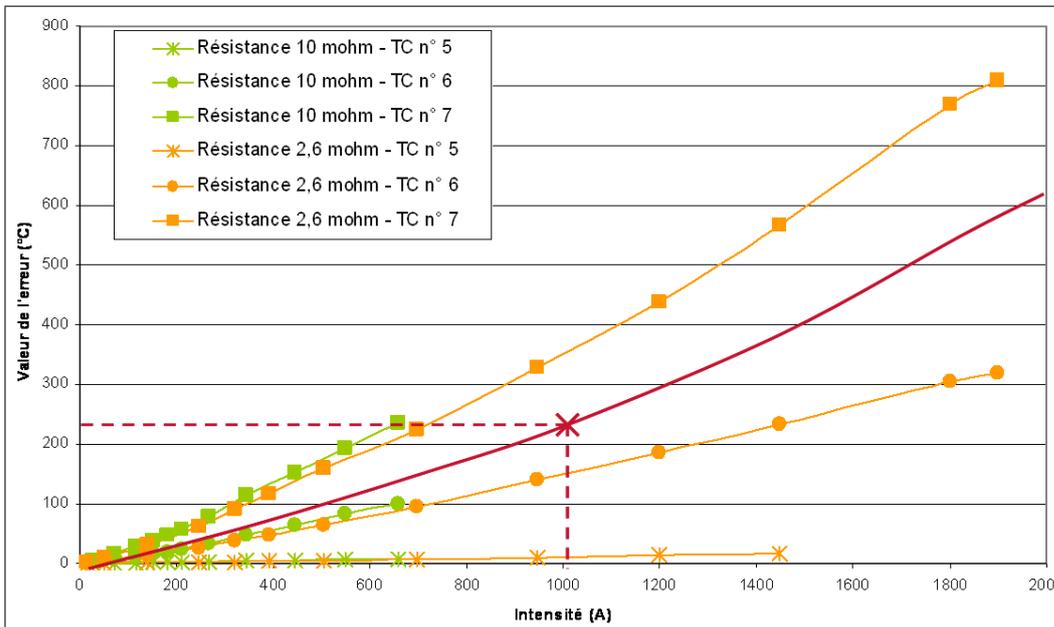


FIGURE B.4: Erreur de mesure en fonction de l'intensité du courant passant dans l'éprouvette dans le cas de l'acier pour deux résistors différents

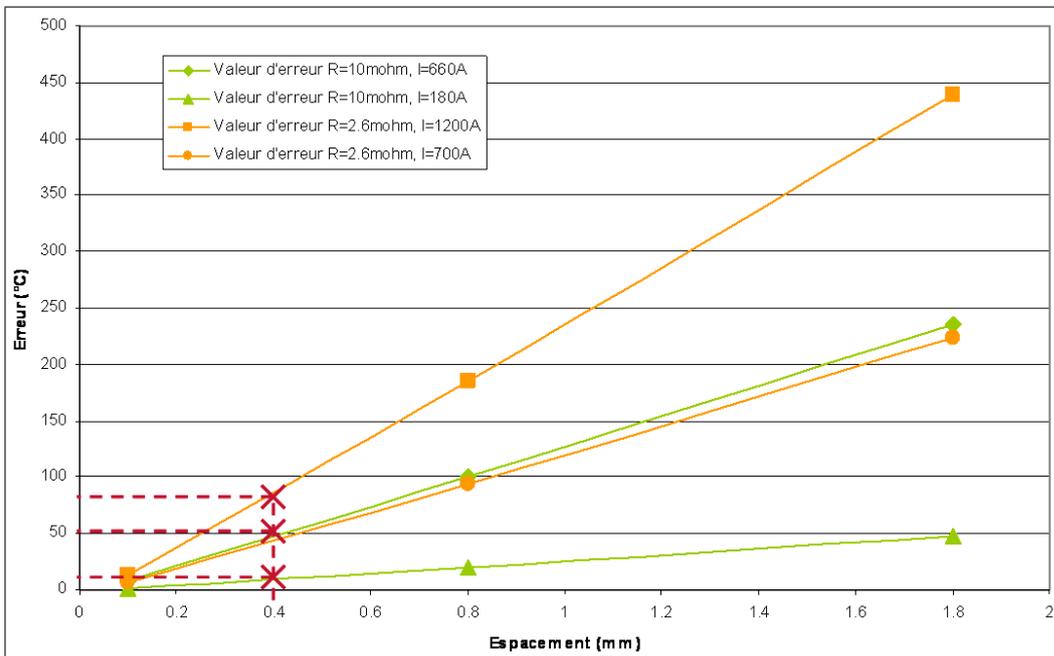


FIGURE B.5: Erreur de mesure en fonction de l'espacement entre les fils du thermocouple courbe dans le cas de l'acier pour deux résistors différents

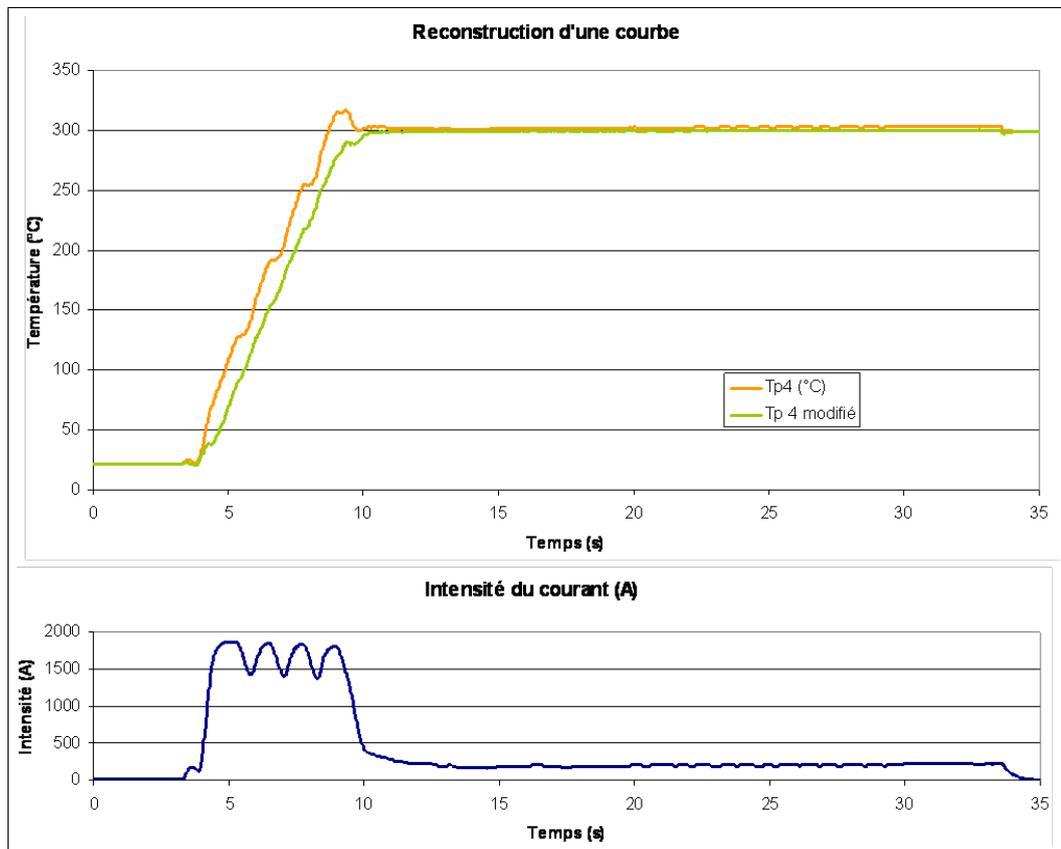


FIGURE B.6: *Reconstruction de la courbe de température – Suppression de l’erreur de mesure dans le cas de l’acier*

La même procédure de reconstruction de courbe peut être menée sur une éprouvette en aluminium. Il faut cette fois prendre en compte la dépendance de l’erreur à la température mesurée. A titre d’exemple, la figure B.7 présente l’évolution de l’erreur de mesure en fonction de la température pour deux valeurs d’intensité.

B. Annulation de l'erreur de mesure des thermocouples

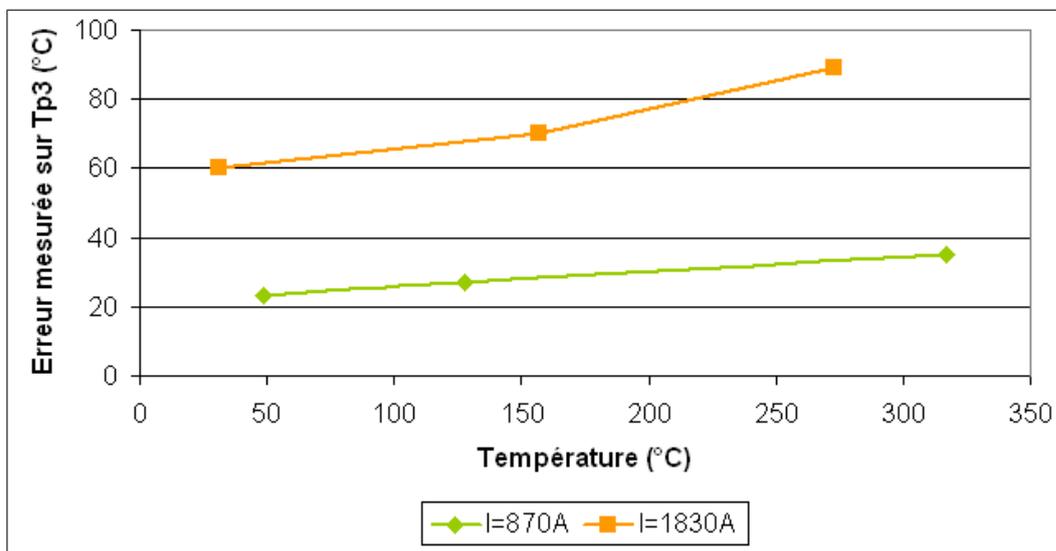


FIGURE B.7: *Dépendance à la température de l'erreur de mesure dans le cas de l'alliage d'aluminium 6061-T6*

Annexe C

Mesure de température lors du soudage FE de la plaque P02

Cette annexe présente les mesures effectuées sur la plaque P02 lors des essais instrumentés de soudage FE.

Ces mesures sont similaires à celles de la plaque P01 dont les résultats sont présentés dans ce mémoire en page 67. Sur cette plaque, les thermocouples sont placés de la même manière que la plaque P01 (cf. figure 2.13 à la page 64). Les thermocouples TC1, TC3 et TC4 n'ont pas fonctionné lors de cet essai. Néanmoins les commentaires sont les mêmes que ceux de l'essai sur la plaque P01 ce qui permet de confirmer les résultats obtenus.

La figure C.1 ci-dessous montre l'évolution de la température sur la plaque P02.

En ce qui concerne le refroidissement, les températures mesurées sont sensiblement les mêmes que lors de l'essai sur la plaque P01. Elles sont données dans le tableau C.1 et tracées figure C.2.

TABLEAU C.1: Refroidissement de la plaque P02 après le soudage FE

| Temps de refroidissement (s) | Température (°C) |
|------------------------------|------------------|
| 569 | 104 |
| 579 | 114 |
| 869 | 95 |
| 1769 | 75 |
| 2369 | 66 |
| 3569 | 53 |

C. Mesure de température lors du soudage FE de la plaque P02

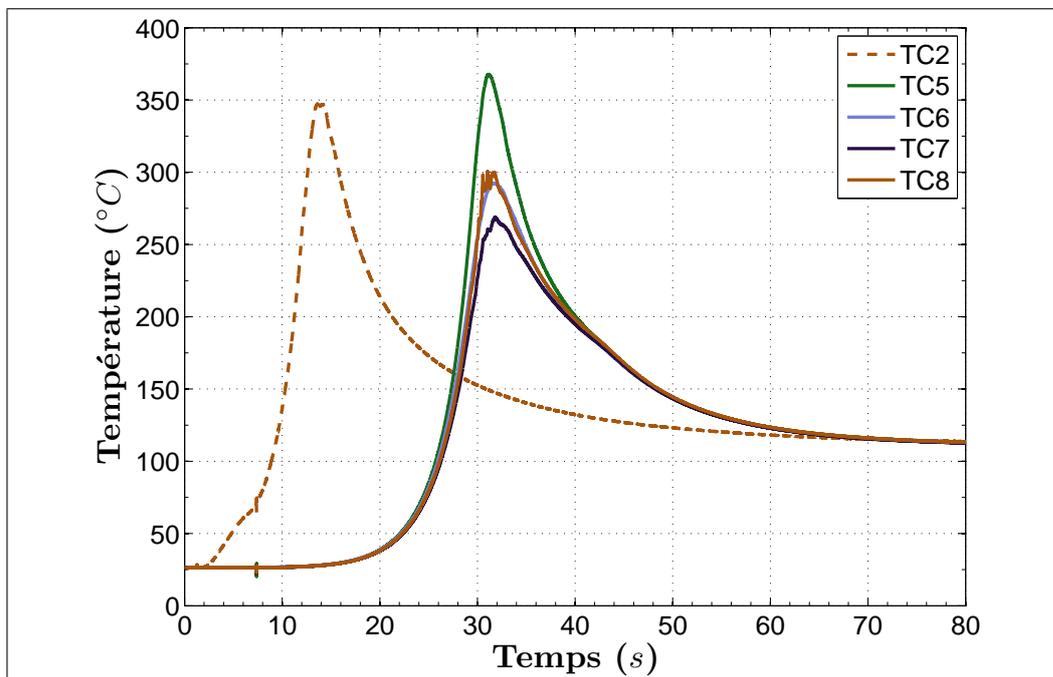


FIGURE C.1: Mesures des thermocouples sur la plaque P01 lors du chauffage

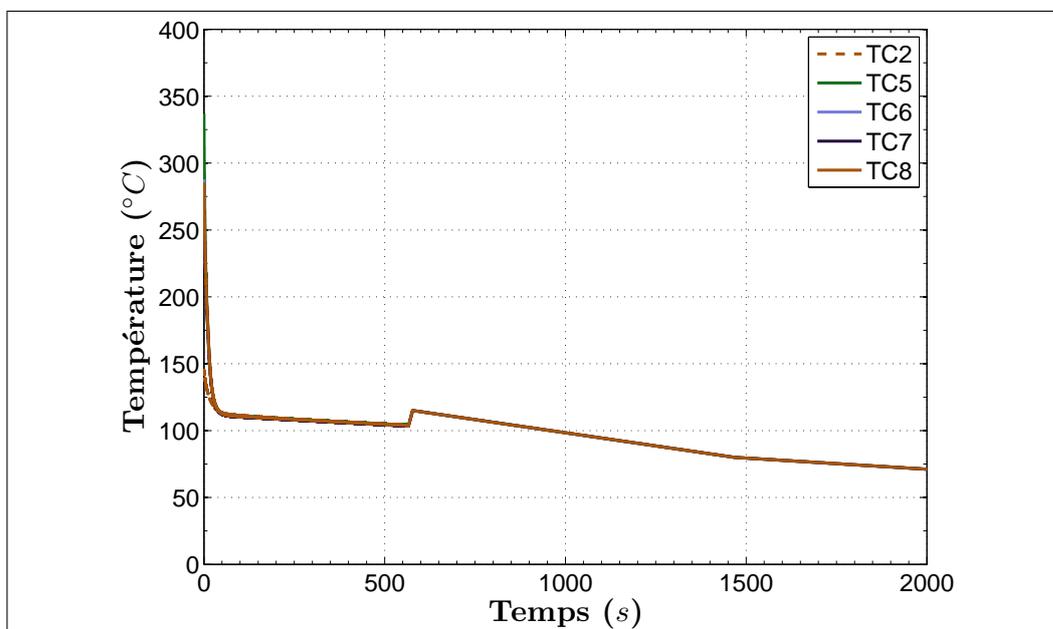


FIGURE C.2: Mesures des thermocouples sur la plaque P02 lors du refroidissement

Annexe D

Mode opératoire des essais de traction à température ambiante

Cette annexe décrit le mode opératoire à suivre lors des essais de traction à température ambiante.

Il est très important de reproduire le même mode opératoire d'un essai à l'autre afin de pouvoir comparer les résultats obtenus pour chacun et ainsi être certain que les différences de mesures ne sont pas induites par des erreurs de manipulation ou tout autre phénomène lié au déroulement des essais.

Chacun des essais se déroule en 4 étapes :

1. Préparation de l'éprouvette
2. Chauffage de l'éprouvette
3. Essai de traction à température ambiante jusqu'à rupture
4. Dépouillement et exploitation des mesures

Préparation de l'éprouvette

L'étape de préparation de l'éprouvette est primordiale car le bon déroulement de l'essai de traction et la précision des mesures dépendent de la qualité de l'éprouvette. Les éprouvettes de traction ont été spécialement conçues pour le dispositif de chauffage par effet Joule. La conception de ce dispositif et des éprouvettes fait l'objet d'une description détaillée en section 2.2.2. La figure 2.8 en page 58 donne une photo d'une éprouvette utilisée sur le dispositif de chauffage par effet Joule.

Tout d'abord, ces éprouvettes sont usinées. Elles sont prélevées d'une plaque d'alliage 6061-T6 laminée d'épaisseur 50 mm fournie par Almet. La figure D.1 décrit le prélèvement des éprouvettes dans la plaque laminée. L'usinage a été effectué par la société Microrectif (à l'Etrat, 42). Cette société est spécialisée dans l'usinage de haute précision.

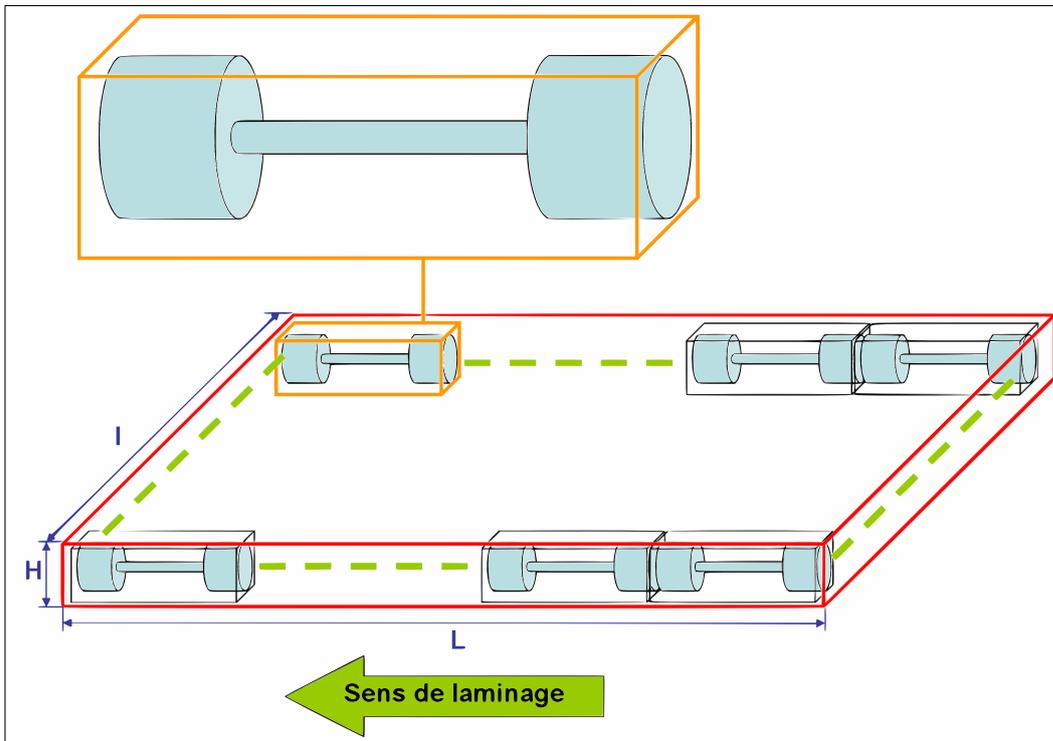


FIGURE D.1: Extraction des éprouvettes de traction

Une fois l'usinage terminé, il faut positionner les thermocouples sur les éprouvettes. Ces thermocouples sont utilisés pour mesurer la température sur les éprouvettes. Un des thermocouples est connecté au régulateur de température (qui contrôle la machine de chauffage). Pour assurer une bonne régulation en température, il doit être parfaitement solidaire de l'éprouvette. Pour ce faire, les thermocouples sont micro-soudés sur la surface de l'éprouvette¹. Les thermocouples utilisés sont très petits (diamètre des fils : $80 \mu\text{m}$), ce qui rend cette étape très fastidieuse. Il existe plusieurs intérêts à utiliser des thermocouples de faibles dimensions. Le premier est qu'ils sont plus facilement soudables sur l'aluminium. Le deuxième est qu'ils sont plus réactifs (les cinétiques rapides sont mesurées plus précisément). Le dernier est que l'erreur de mesure causée par le courant traversant l'éprouvette est plus faible avec des fils de petits diamètres (il est plus facile d'avoir une faible distance entre les deux fils du thermocouple). Trois thermocouples sont soudés sur chacune des éprouvettes, à $3,5 \text{ mm}$ de distance comme le schématise la figure D.2.

La distance entre les deux fils est mesurée au niveau de la soudure pour chaque thermocouple et la qualité de la soudure est évaluée. Le thermocouple le « mieux » soudé sera connecté au régulateur de température de la machine de chauffage. De

¹Une machine de micro-soudage à décharges capacitatives est utilisée.

plus, la mesure de la distance entre les fils de thermocouple peut être utilisée pour le calcul de l'erreur causée par le passage d'un courant dans l'éprouvette (cf. annexe B).

Enfin, une goutte de vernis est déposée sur la soudure du thermocouple et les fils sont scotchés à la tête de l'éprouvette pour éviter tout arrachement lors du déplacement et des manipulations des éprouvettes.

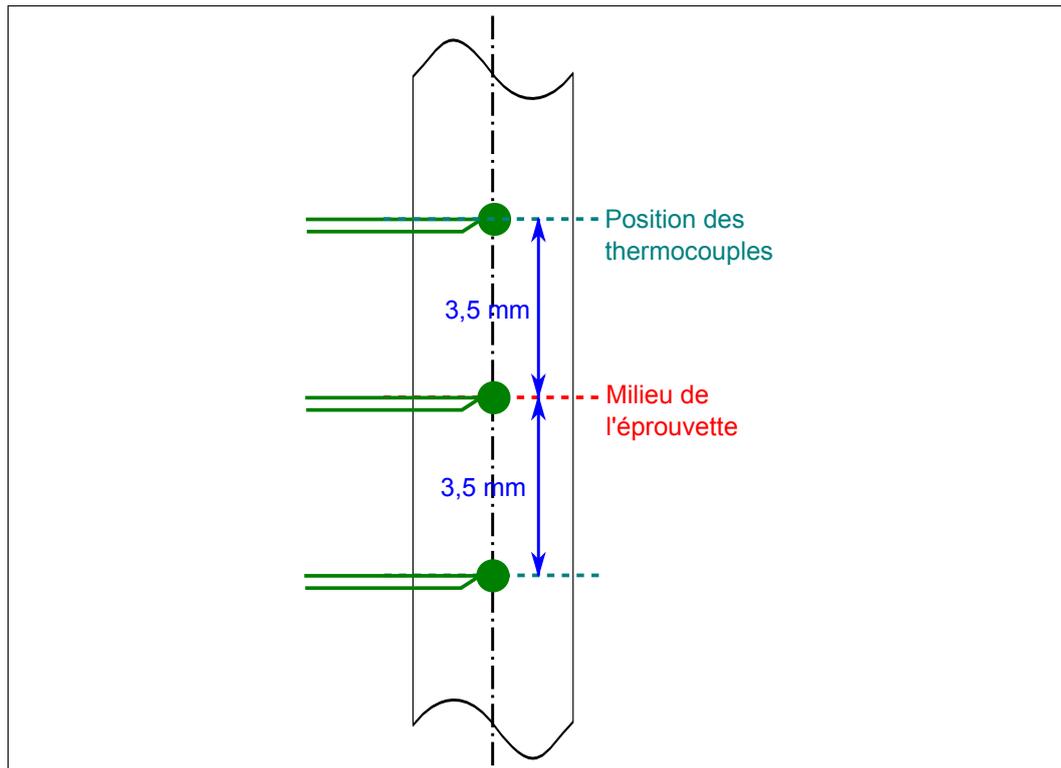


FIGURE D.2: *Position des thermocouples sur une éprouvette de traction*

L'éprouvette ainsi préparée peut ensuite être positionnée sur la machine de traction couplée au dispositif de chauffage. Une procédure a été créée pour ne pas mettre en tension l'éprouvette lors de son montage sur les mors. Tout d'abord, elle est fixée sur le mors du bas (cf. figure D.3(a)). Puis le mors supérieur approche de l'éprouvette jusqu'au contact (cf. figure D.3(b)). Un programme de pilotage en effort nul est utilisé afin de stopper le mouvement du mors dès qu'un effort de compression est détecté. Elle est ensuite fixée sur le second mors. Pour éviter toute mise en tension de l'éprouvette lors de cette étape, un programme qui permet de maintenir un effort nul est utilisé (cf. figure D.3(c)).

Une fois l'éprouvette en place, tous les appareils de mesure et de régulation sont installés :

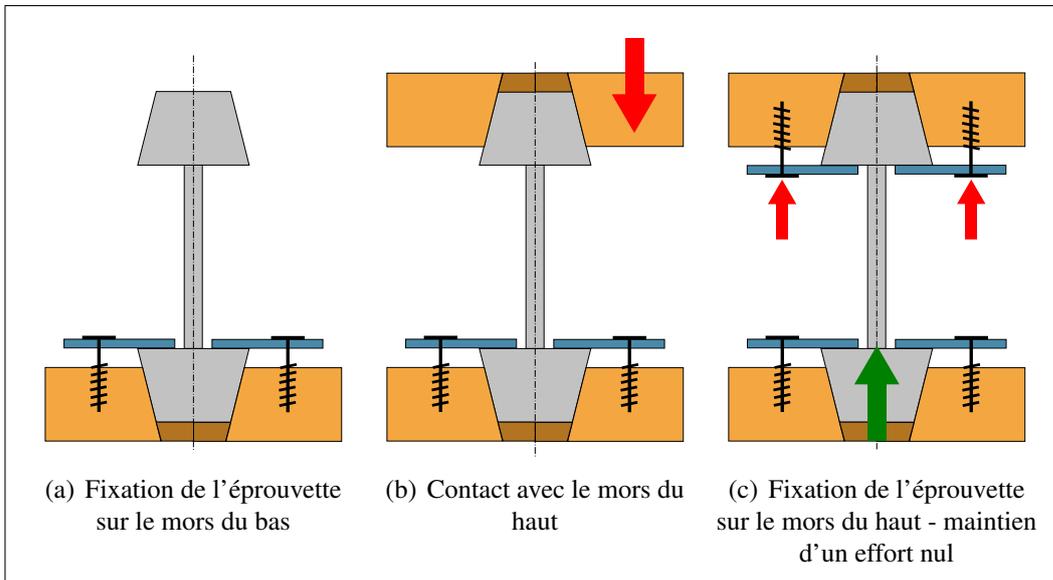


FIGURE D.3: Positionnement de l'éprouvette sur la machine de traction

- un thermocouple est connecté au régulateur ;
- les autres thermocouples sont connectés à la centrale d'acquisition de température ;
- un extensomètre permettant une mesure de déformation à chaud est placé contre l'éprouvette.

Chauffage de l'éprouvette

L'application des chargements thermiques peut maintenant commencer. Lors de cette phase de chauffage, la machine de traction est pilotée en effort nul afin de laisser libre la dilatation de l'éprouvette. Il est ainsi possible de mesurer la déformation thermique de l'éprouvette et de calculer le coefficient de dilatation.

A titre d'exemple, la figure D.4 donne les évolutions mesurées de la température et de la déformation de l'éprouvette lors de l'application d'un chauffage à la vitesse de $r_1 = 200 \text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$. Le coefficient de dilatation ainsi mesuré est $27,1 \text{ } \mu\text{m}/\text{m.K}$ (le coefficient de dilation donné par la littérature est $23,6 \text{ } \mu\text{m}/\text{m.K}$).

Essai de traction

L'essai de traction est ensuite effectué de manière classique dès que la température de l'éprouvette a atteint la température ambiante. Il n'y a pas de temps d'attente

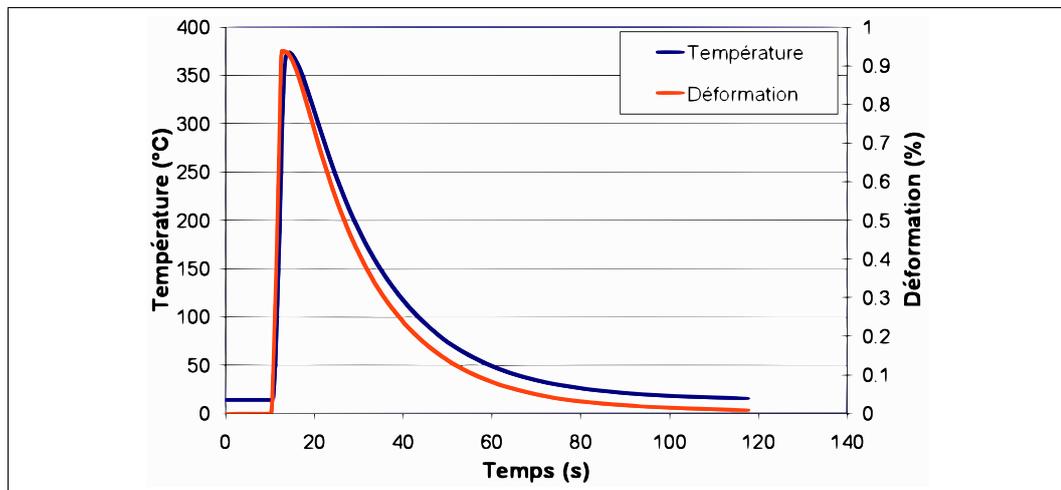


FIGURE D.4: Evolution de la température (en bleu) et de la déformation (en orange) lors d'un chauffage à 400 °C à la vitesse de 200 °C/s

à température ambiante avant l'essai de traction afin d'éviter une éventuelle maturation du matériau. L'essai de traction est piloté en vitesse de déformation constante $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ jusqu'à une déformation $\epsilon = 0,20$ (limite de l'extensomètre). L'essai est ensuite piloté en vitesse de déplacement (1 mm/s) jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Une décharge élastique est effectuée après une déformation de l'ordre de 0,01. Celle-ci permet de mesurer plus précisément le module d'élasticité.

Dépouillement et exploitation des mesures

Plusieurs grandeurs sont mesurées au cours du chauffage et de l'essai de traction. L'effort appliqué à l'éprouvette, la déformation de la partie centrale de l'éprouvette (la zone subissant le chargement thermique souhaitée) et le déplacement du mors de la machine, sont mesurés pendant le chauffage de l'éprouvette et pendant l'essai de traction. Lors du chauffage, deux autres grandeurs sont mesurées : la température (grâce aux trois thermocouples) et l'intensité du courant traversant l'éprouvette.

Toutes ces données sont ensuite dépouillées. Tout d'abord, l'évolution de la température est tracée en fonction du temps afin de vérifier l'histoire thermique appliquée à l'éprouvette. Puis, la contrainte conventionnelle est calculée et tracée jusqu'à la rupture en fonction de la déformation relative mesurée par l'extensomètre. La contrainte vraie de Cauchy σ_{Cauchy} est ensuite calculée en divisant l'effort par la section instantanée de l'éprouvette, notée S_i . Cette section est évaluée en considérant le matériau incompressible dans le domaine plastique (pas de variation de volume). L'équation D.1 montre le calcul de S_i effectué à partir de la section initiale

S_0 et de la déformation mesurée par l'extensomètre $\epsilon_{extenso}$.

$$S_i = \frac{S_0}{1 + \epsilon_{extenso}} \text{ car } \frac{S_i}{L_i} = \frac{S_0}{L_0} \quad (\text{D.1})$$

avec L_i et L_0 respectivement les longueurs instantanée et initiale.

Il n'est pas possible de calculer la contrainte vraie lorsque la striction apparaît. En effet, lors de la striction, il y a localisation de la déformation et le diamètre de l'éprouvette chute très rapidement. Il n'est plus possible de l'estimer grâce à l'hypothèse de matériau incompressible. Il est envisageable d'utiliser des méthodes optiques. Ces méthodes n'ont pas été mises en place pour les essais de traction à température ambiante car les données obtenues suffisent au développement des modèles.

Enfin, la déformation logarithmique de Henky est simplement calculée grâce à l'équation **D.2**.

$$\epsilon_{Henky} = \ln(1 + \epsilon_{extenso}) \quad (\text{D.2})$$

Ainsi, les courbes de traction $\sigma_{Cauchy} = f(\epsilon_{extenso})$ sont tracées jusqu'à l'apparition de la striction. Il est couramment admis que la striction apparaît lorsque l'effort mesuré diminue. Cette hypothèse a été utilisée lors de cette campagne expérimentale.

Annexe E

Macrographies et filiations de dureté de joints soudés par FE

Lors des essais de soudage par faisceau d'électrons, effectués au Pôle Laser à l'IUT du Creusot et dont les résultats sont présentés dans le chapitre 2 de ce mémoire, des coupes des cordons de soudure ont été réalisés. Une macrographie sur ces coupes permet d'observer et de mesurer les dimensions de la zone fondue. Ces données sont très utiles pour le développement de modélisation thermique du procédé. De plus des filiations de dureté ont été menées dans le but d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques de la zone soudée (zone fondue et zone affectée thermiquement). Cette annexe présente ces deux études.

Macrographies

Une coupe du cordon de soudure de la plaque P02 est utilisée pour mesurer les dimensions de la zone fondue. Dans le but de discerner la zone fondue du métal de base, une attaque de 30 s de la surface au réactif de Keller a été utilisée. La macrographie ainsi obtenue est montrée en figure E.1.

La zone fondue (notée ZF) est effectivement très visible, il s'agit de la zone claire au centre de la macrographie. Un « trou » est visible en fond de la zone fondue. Ce « trou » est dû au fait que la soudure est traversante et effectuée à plat, le métal fondu s'est alors écoulé par gravité. Dans le cas industriel, une telle cavité n'est pas probable car la soudure est effectuée en corniche, il n'y a donc aucun risque d'écoulement du métal par gravité.

Une autre zone, plus sombre, est visible de part et d'autre de la ZF. Il s'agit d'une zone qui a rencontrée une très forte évolution de microstructure. Elle est appelée ZAT même si il est évident que la zone affectée thermiquement s'étend plus loin dans le matériau. Ainsi, la ZAT visible correspond très certainement à la zone de dissolution totale des précipités (ZDT) et à une partie de la zone de dissolution

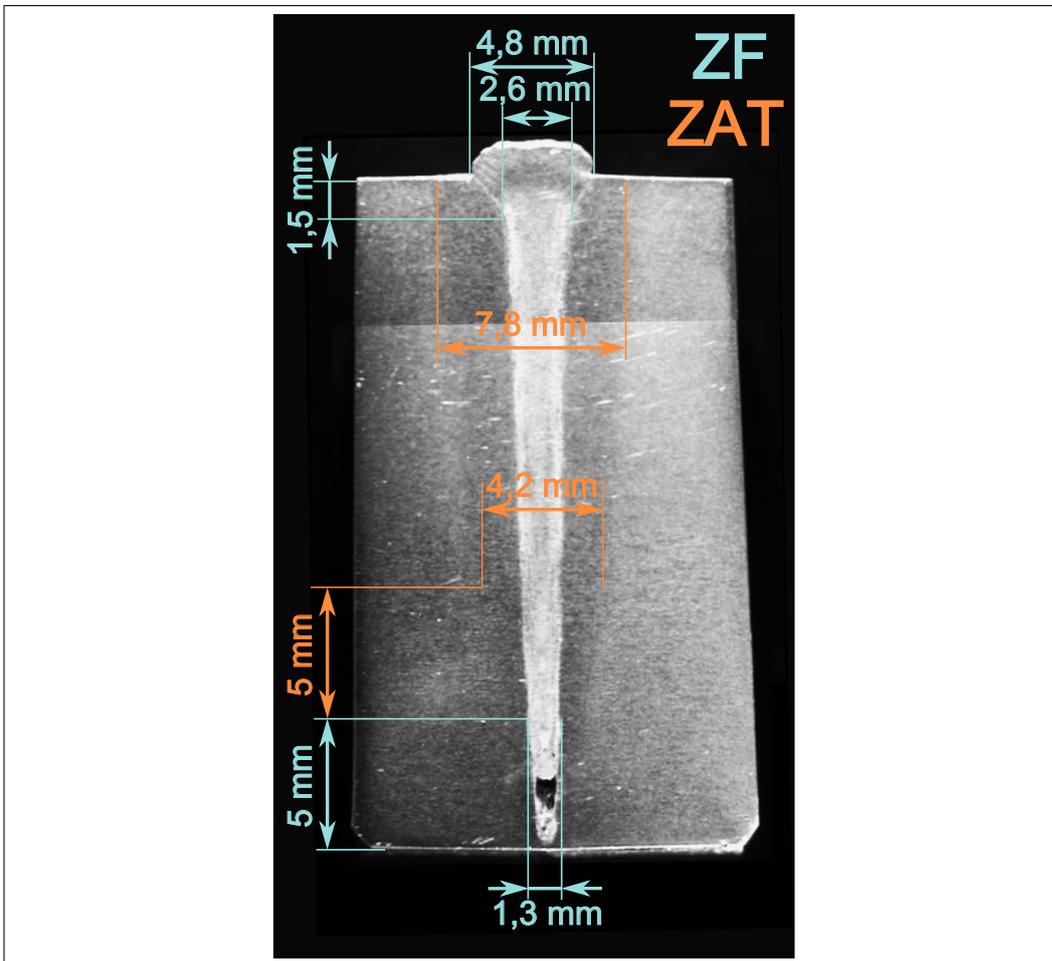


FIGURE E.1: Macrographie du cordon de soudure

partielle (ZDP). Cette zone reste solide tout au long du procédé mais la température est suffisante pour mettre en solution une grande partie des précipités.

Filiations de dureté

A partir des différentes coupes de la ligne de fusion, plusieurs filiations de dureté ont été effectuées dans le but d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques du matériau autour de la soudure.

Il s'agit plus exactement de dureté Vickers effectuées grâce à un microduremètre. La charge F employée est de 300 g pendant un temps d'application de 10 s. La distance entre les points est de 0,5 mm. La figure E.2 montre une photo d'une empreinte laissée par l'indent.

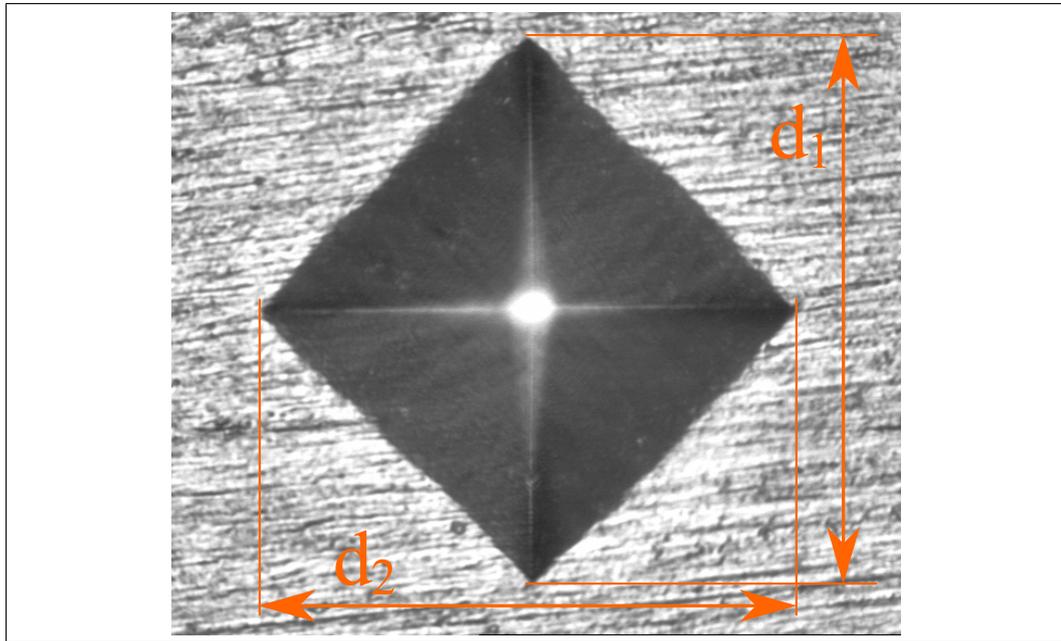


FIGURE E.2: Empreinte d'un essai de microdureté

La dureté est déterminée à partir de d la moyenne arithmétique, en millimètres, des longueurs d_1 et d_2 des diagonales de l'empreinte. Selon la norme [AFN 06], la dureté HV est calculée par :

$$HV = 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (\text{E.1})$$

Trois coupons sont extraits de chacune des plaques, trois filiations sont faites pour chaque coupon (une en haut du coupon, une au milieu et l'autre en bas) et 30 mesures de microdureté sont accomplies pour chaque filiation. La figure E.3 décrit la position des coupons sur les plaques P01 et P02.

D'après Asserin [ASS 07], trois zones distinctes sont présentes autour d'un cordon de soudure :

1. une zone incluant la zone fondue où tous les précipités sont dissous¹ (dissolution totale),
2. une zone contiguë à la première où les précipités sont partiellement dissous (dissolution partielle),
3. une zone où la quantité de précipités est celle de l'état T6 (métal de base).

La figure E.4 montre la fraction volumique de précipités durcissant, d'une part immédiatement après soudage (courbe rouge) et d'autre part après un vieillissement

¹Zone pour laquelle la température a dépassée la température de solvus de la phase α .

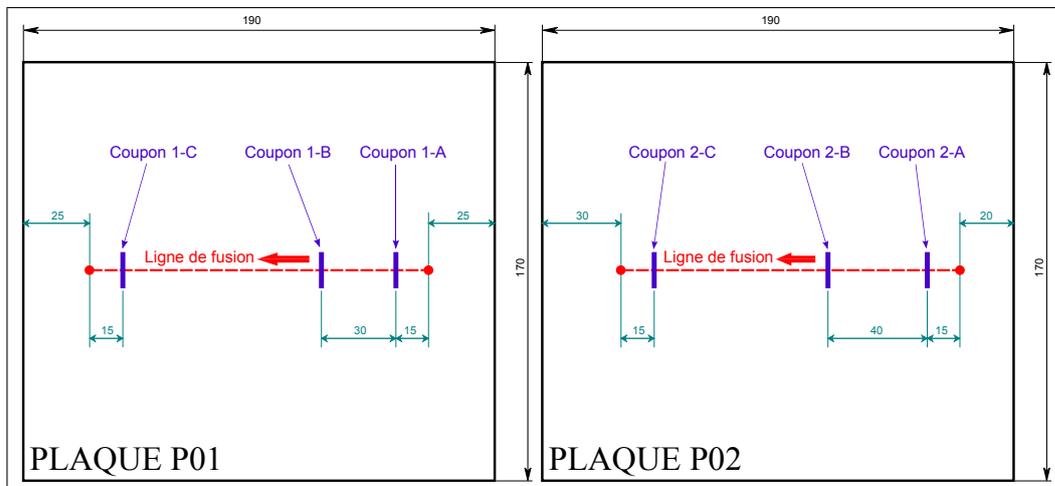


FIGURE E.3: Position des coupons extraits des plaques pour l'étude de dureté du soudage FE

de plusieurs heures à température ambiante (courbe pointillée bleue). Une « reprécipitation » c'est produite par vieillissement. Les propriétés mécaniques étant liées aux précipités durcissants, les courbes de dureté ont la même évolution que les courbes de fraction volumique exposées en figure E.4.

La dureté mesurée dans le métal de base est de 120 HV. Les résultats des filiations de dureté sont donnés pour chaque coupon sous forme de courbes et sous forme de cartographie de dureté obtenue par interpolation linéaire. A titre d'exemple, la figure E.5 montre les résultats pour le coupon 1C. La ligne d'ordonnée $y = 0$ correspond à la face supérieure de la plaque et la ligne d'abscisse $x = 0$ correspond au centre de la ligne de fusion. Sur la cartographie, les lignes noires correspondent aux délimitations de la ZF et de la ZAT mesurées en figure E.1. Les trois droites verte, rose et bleu correspondent à la position des filiations de dureté.

Cette figure montre que la dureté est très faible dans la zone fondue, elle augmente ensuite pour diminuer de nouveau et enfin augmenter jusqu'au métal de base. Les courbes ainsi obtenues montrent une assez bonne concordance avec la littérature (cf. figure E.4), à part dans la zone fondue où la dureté est plus faible que dans la zone de dissolution totale.

Aussi, la cartographie présentée en figure E.5 montre que la ZAT observée sur la macrographie correspond à la zone de dissolution totale montrée en figure E.4. D'après les figures E.6 et E.7, le bord de la ZAT visible sur la macrographie correspond à l'isotherme 500 °C. Or l'étude du comportement mécanique du 6061 montre que les propriétés mécaniques à température ambiante sont les mêmes après un chauffage à 500 ou à 560 °C (cf figure 2.28 en page 81). Il y a donc bien dissolution totale à 500 °C (en effet il est certain qu'il y a dissolution totale à 560 °C (cf. figure

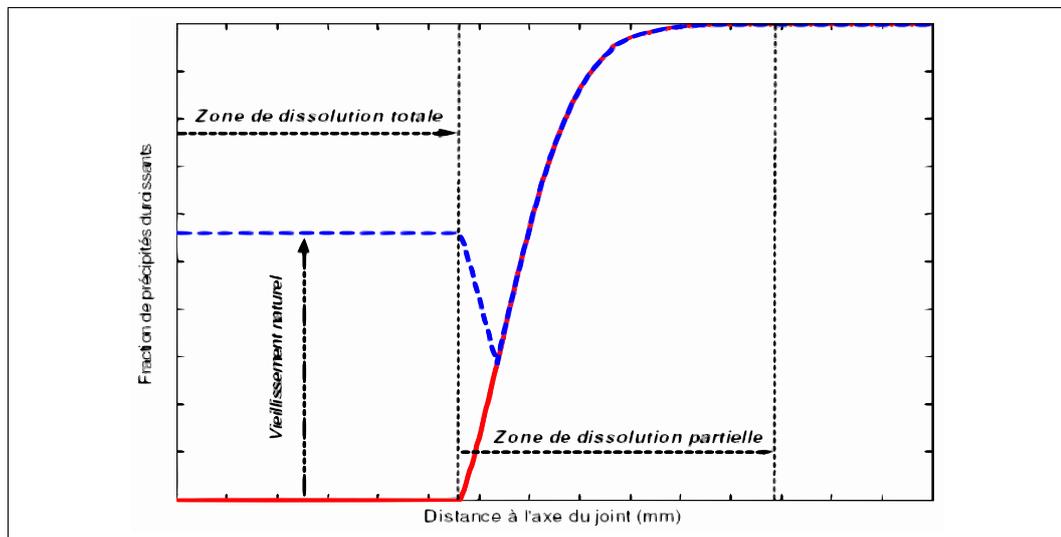


FIGURE E.4: Fraction volumique de précipités après soudage en fonction de la distance à la ligne de fusion

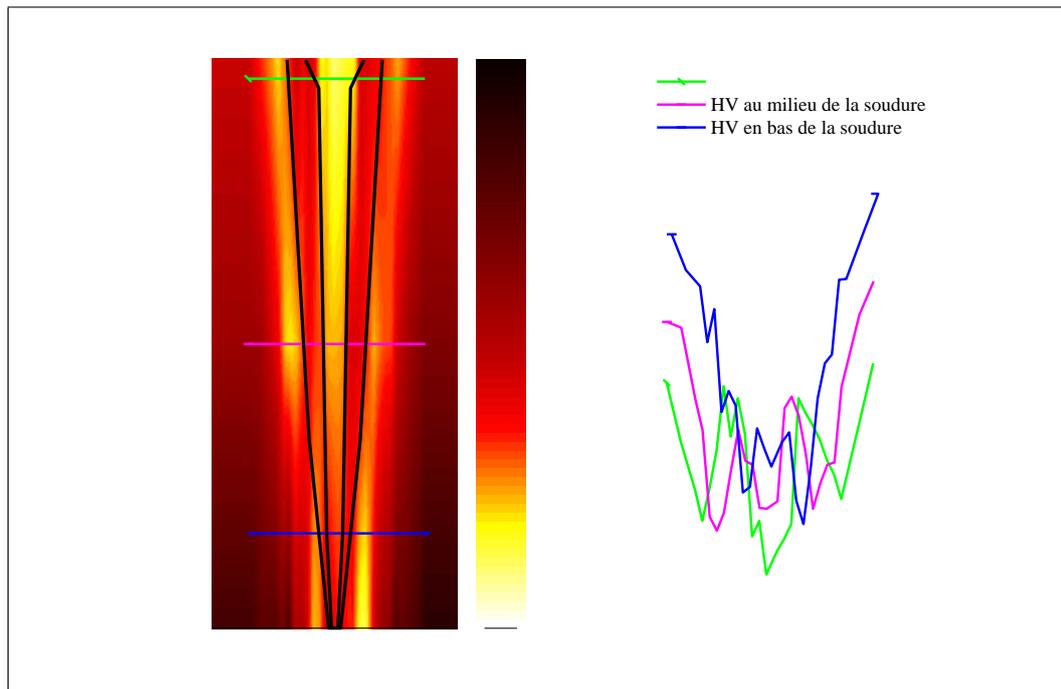


FIGURE E.5: Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1C - Position de la ZF et de la ZAT apparente sur la macrographie

2.34 en page 86).

D'autres remarques peuvent être faites à propos de ces mesures de dureté. Pour tous les coupons, la dureté est toujours plus faible en haut de la soudure qu'en bas. La source conique est la raison de ce phénomène. En effet, la zone fondue est plus large en haut de la soudure, il y a donc plus d'inertie thermique, les propriétés ont ainsi plus de temps pour se dégrader. De plus, la zone de dissolution totale est très petite en bas de la soudure (elle n'est presque pas visible sur la macrographie de la figure E.1). Il y a donc moins d'évolution métallurgique en bas de la soudure, ce qui explique la différence de dureté.

Les cartographies et les courbes obtenues avec les autres coupons sont exposées à la fin de l'annexe.

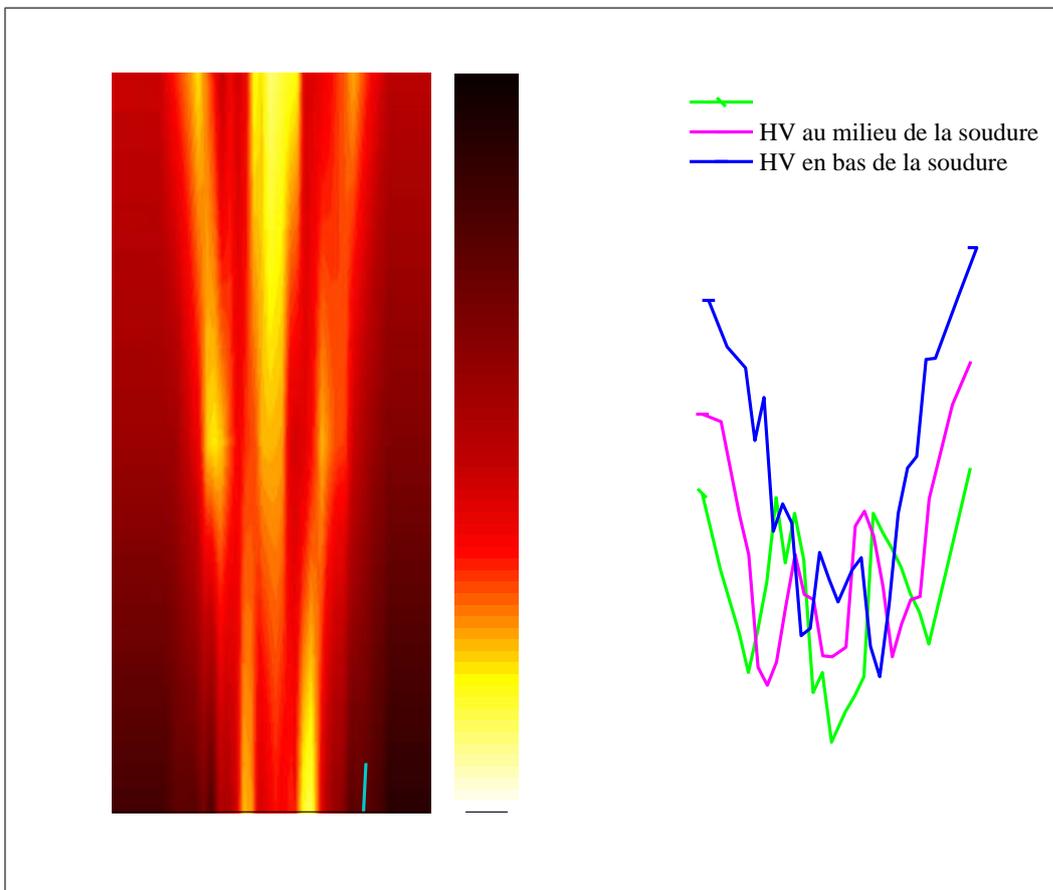


FIGURE E.6: *Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1C - Position des isothermes*

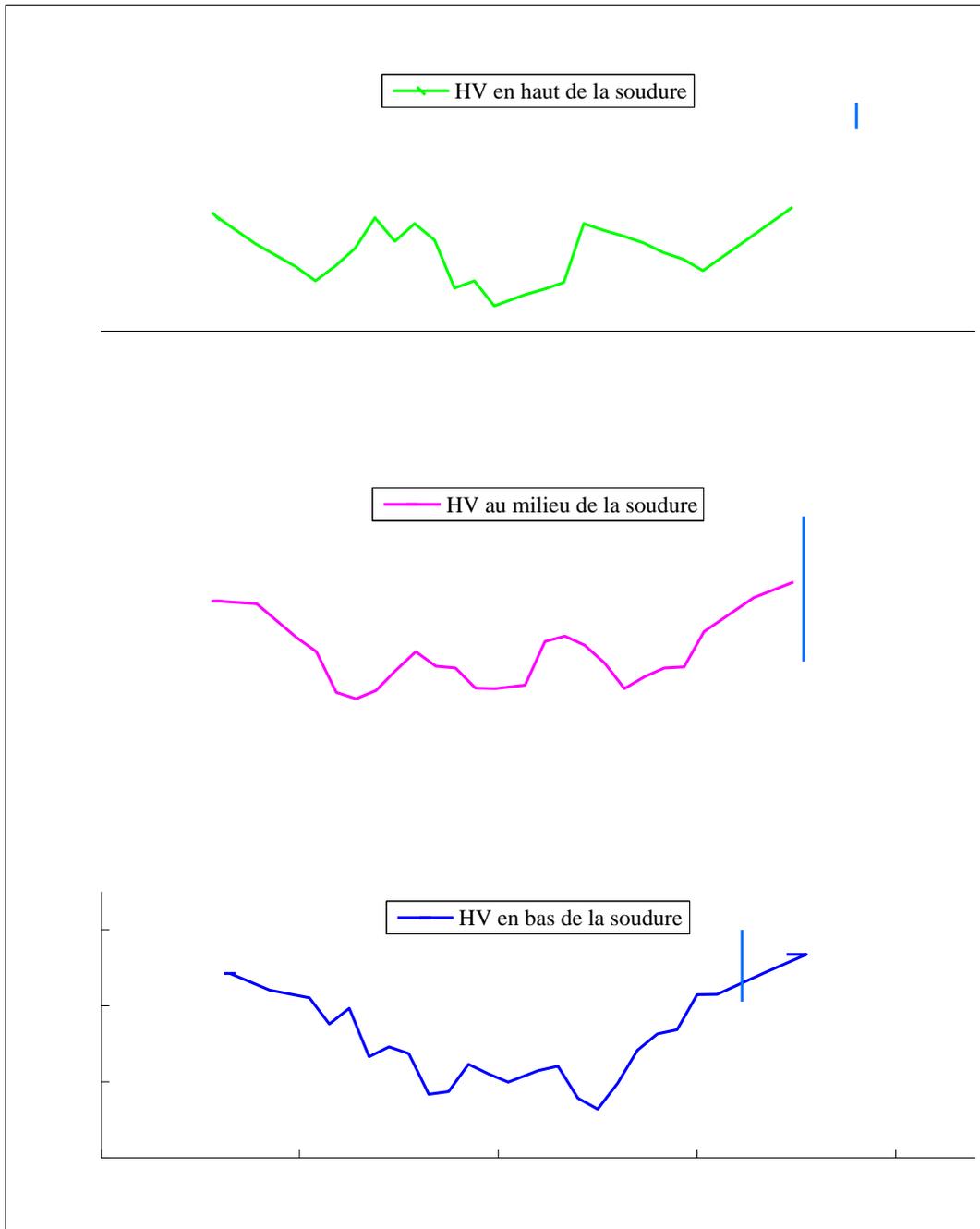


FIGURE E.7: *Courbes de duretés mesurées sur le coupon 1C - Position des isothermes*

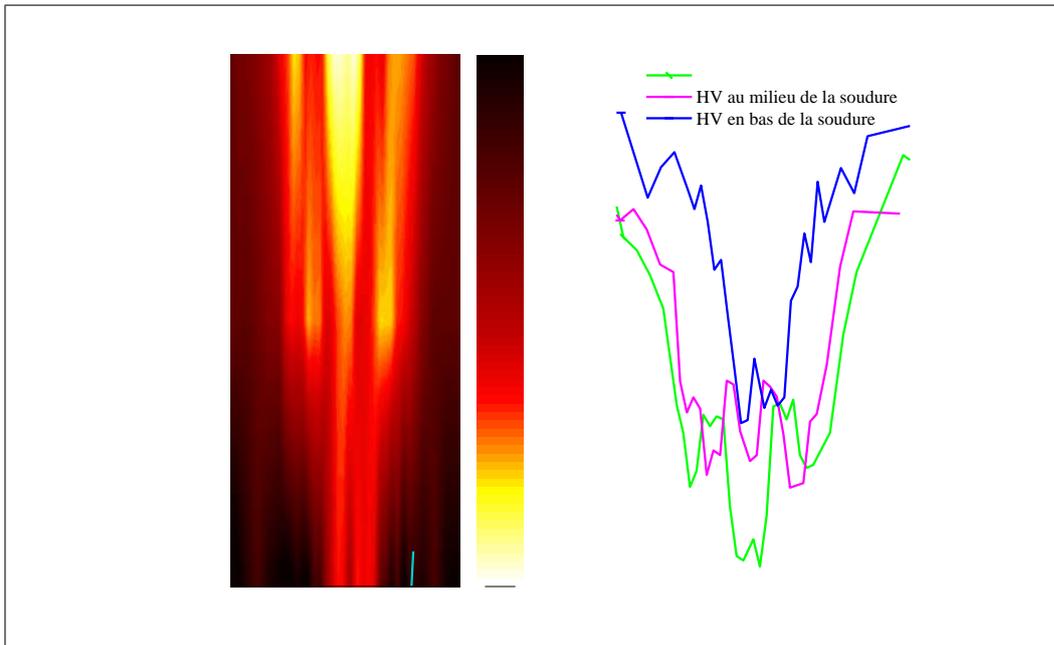


FIGURE E.8: *Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1A - Position des isothermes*

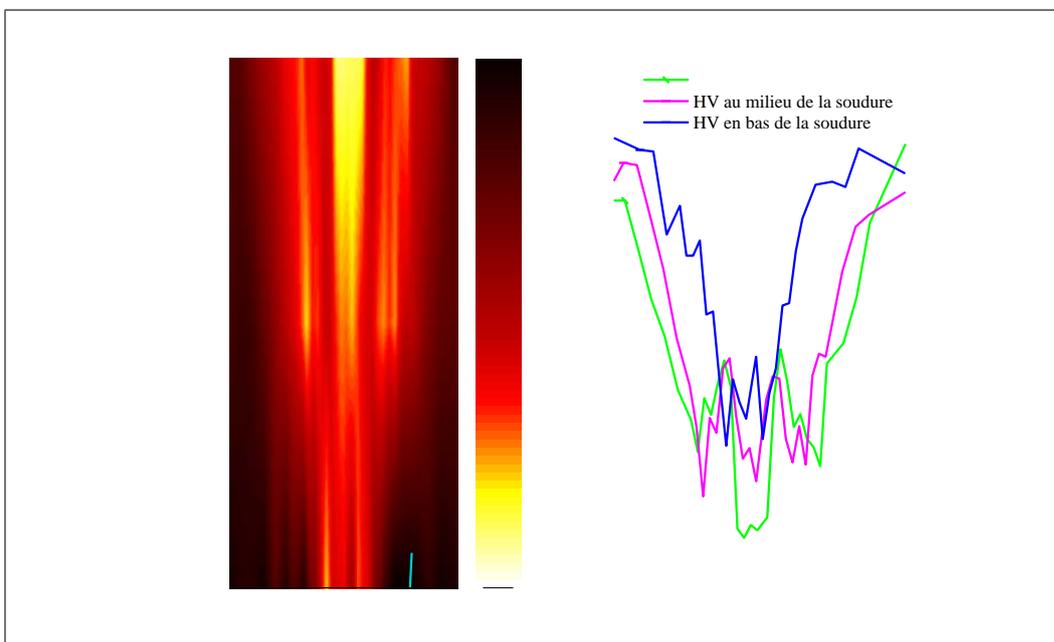


FIGURE E.9: *Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 1B - Position des isothermes*

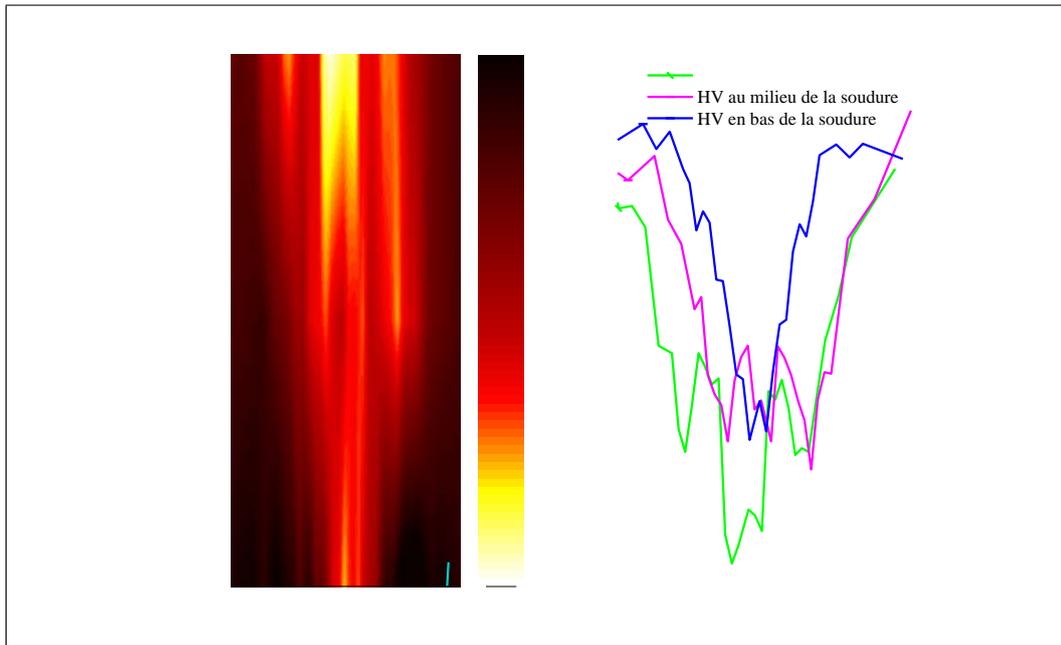


FIGURE E.10: Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 2A - Position des isothermes

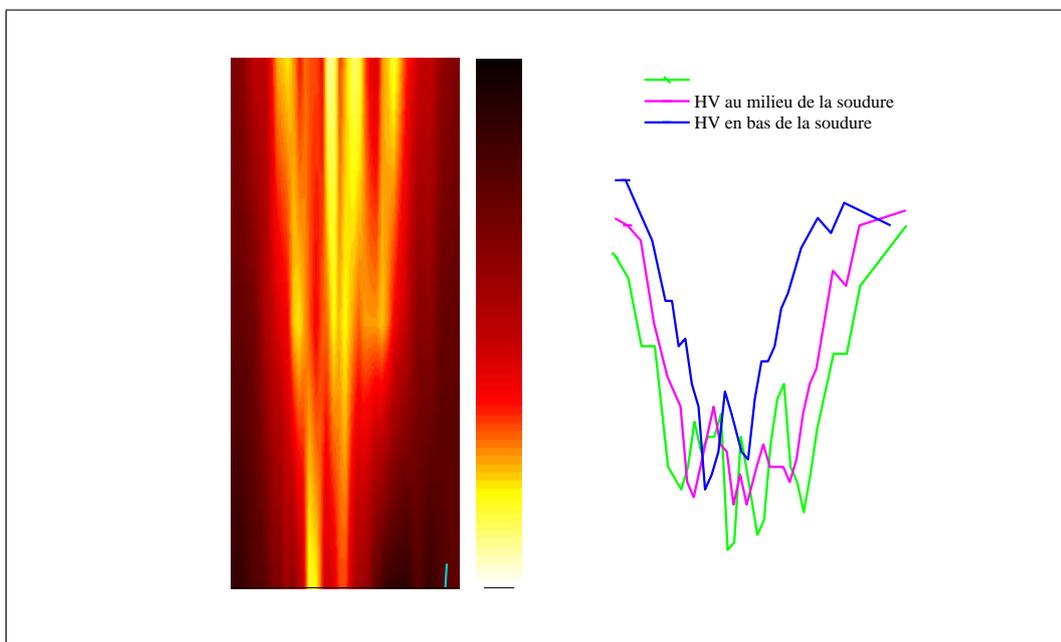


FIGURE E.11: Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 2B - Position des isothermes

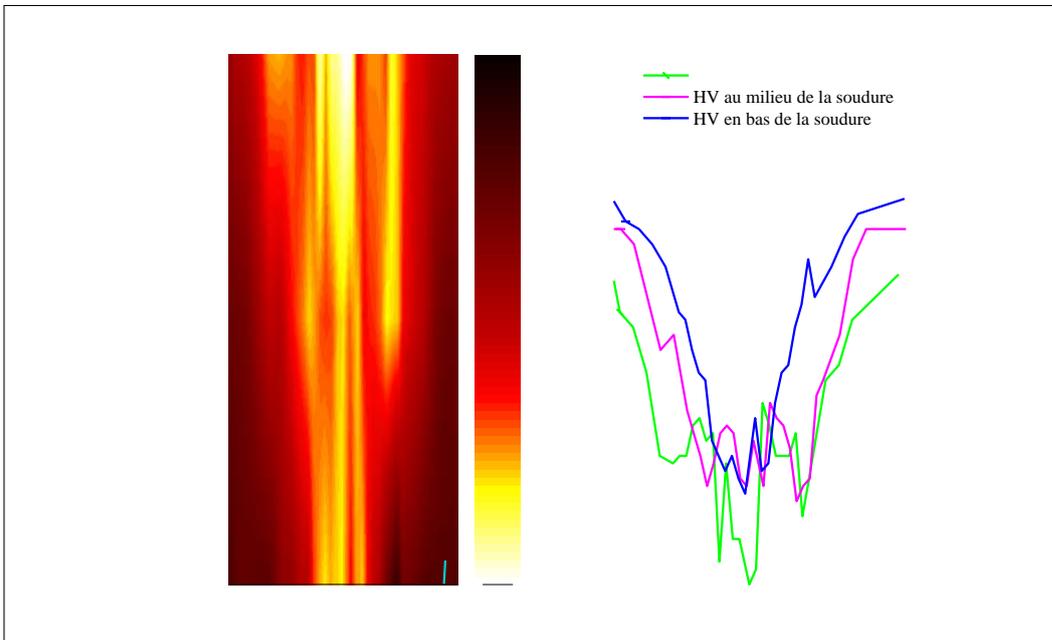


FIGURE E.12: Cartographie de duretés mesurées sur le coupon 2C - Position des isothermes

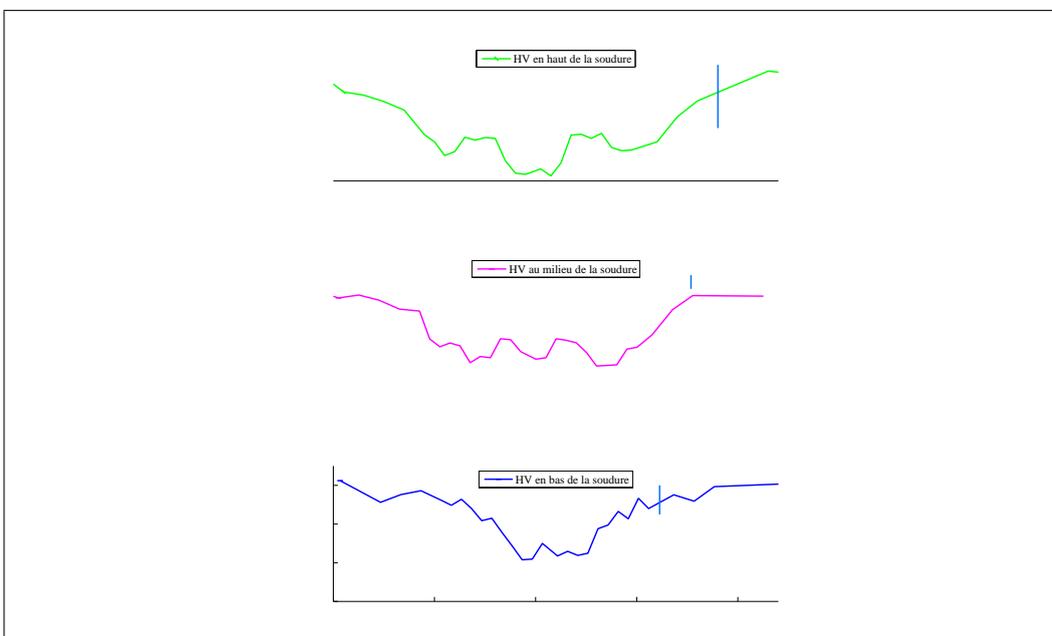


FIGURE E.13: Courbes de duretés mesurées sur le coupon 1A - Position des isothermes

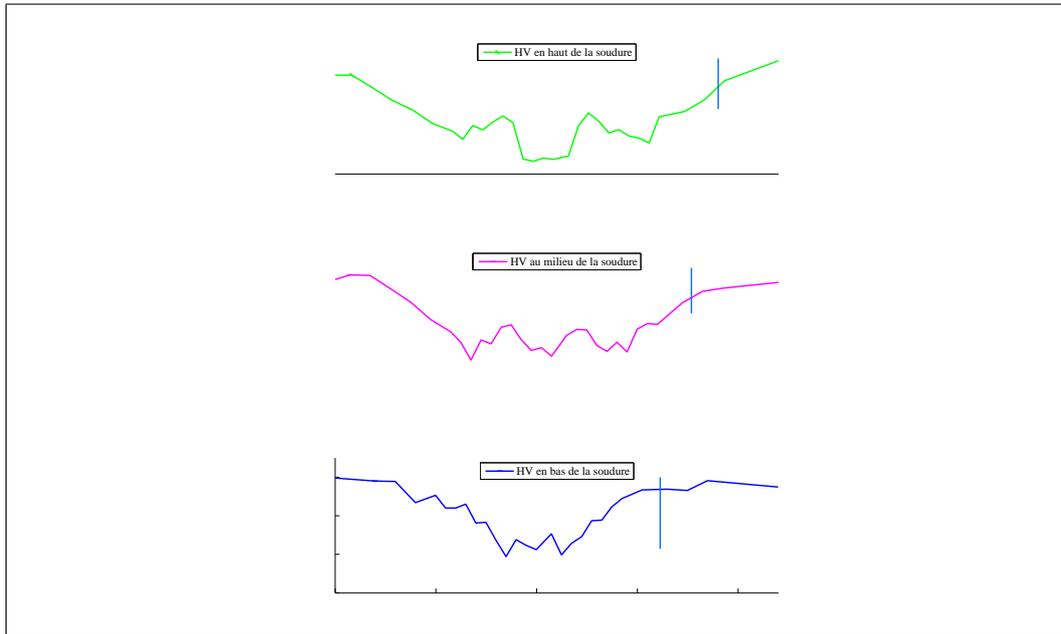


FIGURE E.14: *Courbes de duretés mesurées sur le coupon 1B - Position des isothermes*

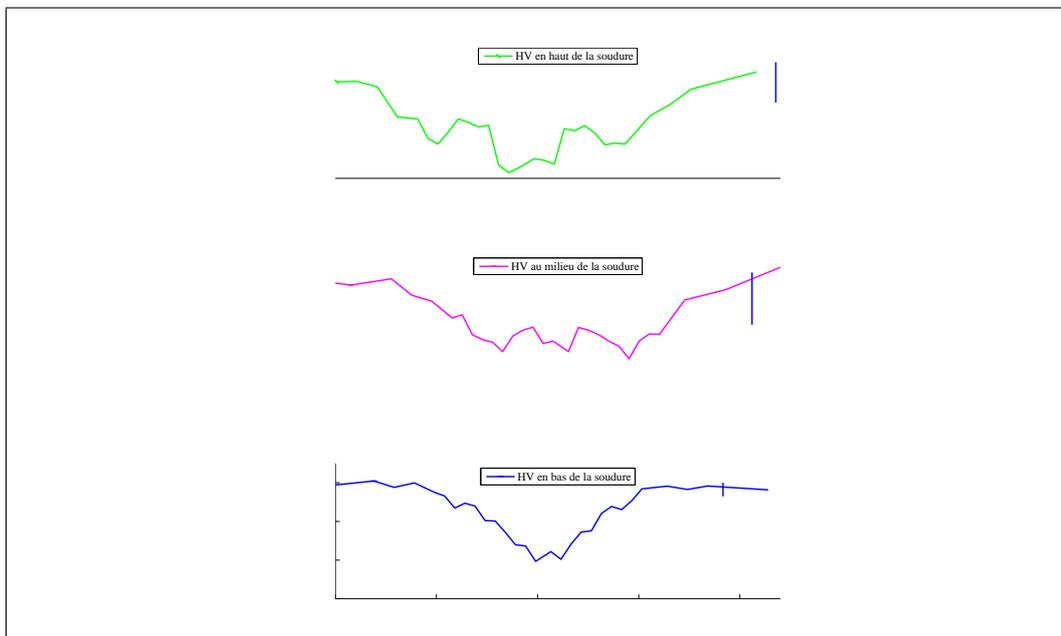


FIGURE E.15: *Courbes de duretés mesurées sur le coupon 2A - Position des isothermes*

E. Macrographies et filiations de dureté de joints soudés par FE

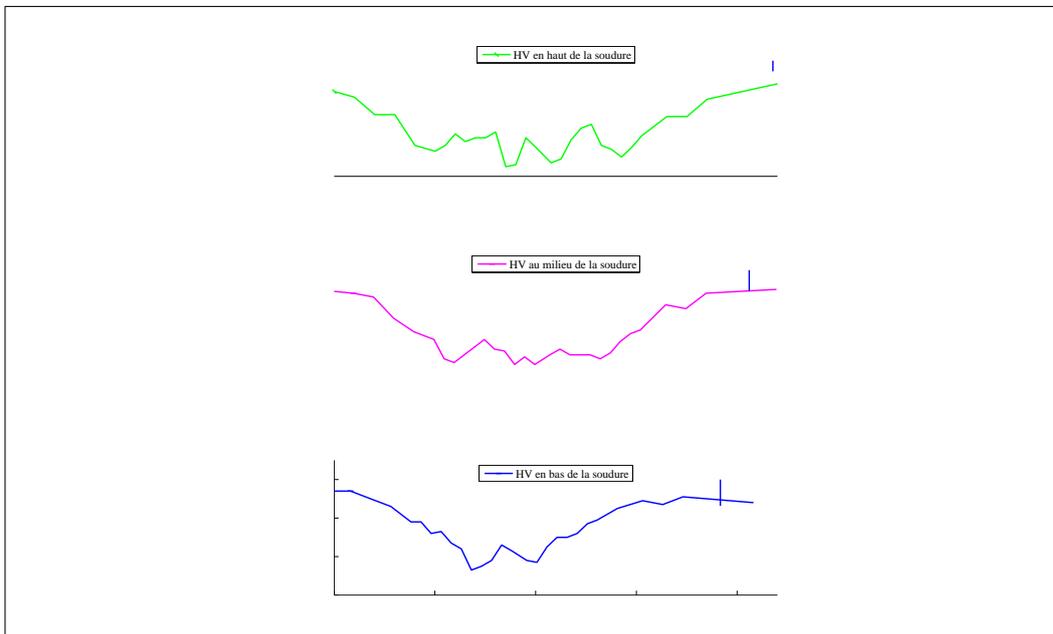


FIGURE E.16: *Courbes de duretés mesurées sur le coupon 2B - Position des isothermes*

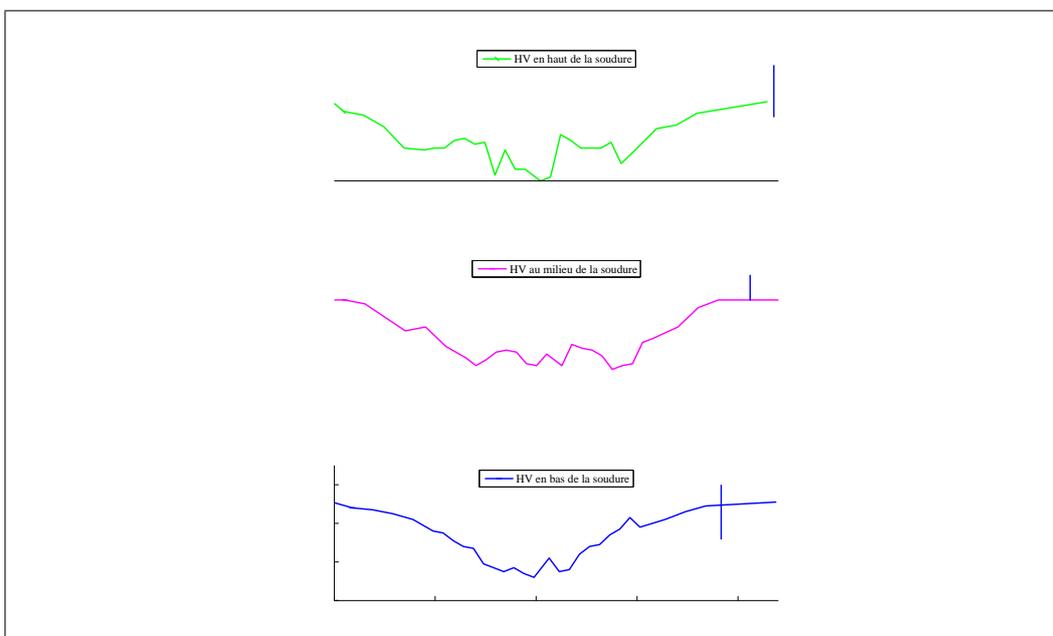


FIGURE E.17: *Courbes de duretés mesurées sur le coupon 2C - Position des isothermes*

Annexe F

Calcul de la fraction volumique des précipités à partir des mesures en DNPA

Cette annexe décrit le calcul de la fraction volumique à partir de l'intensité intégrée mesurée grâce aux essais de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles. Elle présente dans un premier temps les détails du calcul, notamment le calcul du facteur de contraste. Puis dans un deuxième temps, elle compare les résultats obtenus en fonction du type de précipités considéré.

Calcul de la fraction volumique

Une hypothèse importante doit être faite lors du calcul de la fraction volumique des précipités. Il s'agit du type de précipités diffusant les neutrons¹. Dans le cas de cette étude, des mesures MET ainsi que la littérature montrent que les précipités durcissants observés dans le 6061-T6 sont des phases β'' de composition Mg_5Si_6 [ZAN 97, RAV 04]. La deuxième partie de cette annexe compare les résultats obtenus avec différentes compositions.

La fraction volumique est calculée à partir de l'intensité intégrée :

$$Q_0 = \int_0^{\infty} I(q)q^2 dq = 2\pi^2(\Delta\rho)^2 f_v(1 - f_v) \quad (F.1)$$

Q_0 est mesurée sur les courbes de diffusion. L'unité de $I(q)$ est le cm^{-1} et celle de q est \AA^{-1} . L'unité de Q_0 est le $cm^{-1}\text{\AA}^{-3}$. Les mesures de Q_0 sont alors multipliées par 10^{-8} afin de l'exprimer en \AA^{-4} . Dans l'expression F.1, $(\Delta\rho)^2$ est le facteur de contraste décrivant la différence de diffusion des précipités par rapport à la matrice.

¹Il n'est pas possible de considérer deux populations de précipités différentes.

F. Calcul de la fraction volumique des précipités

Dans le cas de cette étude, il s'exprime par :

$$(\Delta\rho)^2 = (\rho_{Mg_5Si_6} - \rho_{Al})^2 \quad (F.2)$$

où $\rho_{Mg_5Si_6}$ est la longueur de diffusion des précipités et ρ_{Al} la longueur de diffusion de la matrice d'aluminium². De manière générale, les longueurs de diffusion s'expriment par :

$$\rho = \frac{DN_A}{M_w} \sum_i b_i \quad (F.3)$$

avec D la masse volumique du corps étudié, $N_A = 6,0221353 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ le nombre d'Avogadro, M_w la masse molaire et b_i la longueur de diffusion de chaque élément. Les longueurs de diffusion de l'aluminium, du magnésium et du silicium sont respectivement $b_{Al} = 3,449 \times 10^{-13} \text{ cm}$, $b_{Mg} = 5,375 \times 10^{-13} \text{ cm}$ et $b_{Si} = 4,1491 \times 10^{-13} \text{ cm}$ [SEA 92].

La masse volumique peut être donnée par :

$$D_{Mg_5Si_6} = \frac{M_w}{V_M} = \frac{M_w}{N_A V_{\text{moléculaire}}} \quad (F.4)$$

avec V_M le volume molaire et $V_{\text{moléculaire}}$ le volume d'une molécule. ρ devient donc :

$$\rho = \frac{1}{V_{\text{moléculaire}}} \sum_i b_i \quad (F.5)$$

$V_{\text{moléculaire}}$ se détermine grâce à la structure cristalline des précipités. La maille cristallographique composant la phase β'' Mg_5Si_6 est monoclinique de groupe d'espace $C2/m$. Les paramètres de maille sont : $a = 15,16 \text{ \AA}$, $b = 4,05 \text{ \AA}$, $c = 6,74 \text{ \AA}$ et $\beta = 105,3^\circ$ [RAV 04, ZAN 97]. Dans une maille, il y a 10 atomes de magnésium et 12 de silicium (2 molécules Mg_5Si_6 dans une maille). Le volume d'une maille est $a.b.c.\cos(\beta - 90) = 399,2 \text{ \AA}^3$ et le volume moléculaire est $V_{\text{moléculaire}} = \frac{399,2}{2} = 199,6 \text{ \AA}^3$.

$\rho_{Mg_5Si_6}$ peut enfin être calculée :

$$\begin{aligned} \rho_{Mg_5Si_6} &= (5b_{Mg} + 6b_{Si}) \frac{1}{V_{\text{moléculaire}}} = 2,594 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2} \\ &= 2,594 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2} \end{aligned} \quad (F.6)$$

La valeur de la longueur de diffusion de la matrice d'aluminium est calculée de la même manière en prenant $D_{Al} = 2,7 \text{ g.cm}^{-3}$, $M_w = 26,982 \text{ g}$. Le calcul donne $\rho_{Al} = 2,078 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2} = 2,078 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$.

²Pour simplifier le calcul, il est considéré que la matrice ne comporte aucun élément d'addition mais seulement de l'aluminium.

Et finalement :

$$(\Delta\rho)^2 = (\rho_{\text{Mg}_5\text{Si}_6} - \rho_{\text{Al}})^2 = 2,6748 \times 10^{-13} \text{ \AA}^{-4} \quad (\text{F.7})$$

Tous les éléments de l'équation F.1 sont maintenant connus et la fraction volumique f_v se calcule par simple résolution de l'équation du second degré. Dans le cas de l'état T6 ($Q_0 = 3,5 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1} \text{ \AA}^{-3}$), ce facteur de contraste conduit à une fraction volumique $f_v = 0,07137$. Cette valeur semble trop élevée. Le même type de calcul est effectué dans la suite pour d'autre type de précipités.

Différents types de précipités

D'autres calculs de contraste (et donc de fraction volumique) sont effectués afin d'analyser leur effet sur la fraction volumique calculée. Deux autres types de précipités sont considérés :

- phase β' de composition Mg_2Si ;
- zone GP de composition MgSi .

Dans le cas de la phase β' , la structure cristalline des précipités est hexagonale, de groupe d'espace $P\bar{6}2m$. Les paramètres de maille sont $a = 7,10 \text{ \AA}$ et $c = 4,05 \text{ \AA}$ [RAV 04]. Dans une maille, il y a 6 atomes de magnésium et 3 de silicium, soit 3 molécules Mg_2Si dans une maille. Le volume d'une maille est $\frac{a^2c\sqrt{3}}{2} = 176,8 \text{ \AA}^3$ et le volume moléculaire $V_{\text{moléculaire}} = \frac{176,8}{3} = 58,9 \text{ \AA}^3$.

La longueur de diffusion des précipités devient :

$$\begin{aligned} \rho_{\text{Mg}_2\text{Si}} &= (2b_{\text{Mg}} + b_{\text{Si}}) \frac{1}{V_{\text{moléculaire}}} = 2,528 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2} \\ &= 2,528 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2} \end{aligned} \quad (\text{F.8})$$

Finalement, le contraste est :

$$(\Delta\rho)^2 = (\rho_{\text{Mg}_2\text{Si}} - \rho_{\text{Al}})^2 = 2,0213 \times 10^{-13} \text{ \AA}^{-4} \quad (\text{F.9})$$

Pour $Q_0 = 3,5 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1} \text{ \AA}^{-3}$, ce facteur de contraste conduit à $f_v = 0.09714$.

Ensuite, le même type de calcul est accompli pour une zone GP de composition MgSi . La structure cristalline considérée est cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a = 4,05 \text{ \AA}$. Le volume moléculaire est $V_{\text{moléculaire}} = 33,2 \text{ \AA}^3$.

La longueur de diffusion des précipités devient :

$$\begin{aligned} \rho_{\text{MgSi}} &= (b_{\text{Mg}} + b_{\text{Si}}) \frac{1}{V_{\text{moléculaire}}} = 2,867 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2} \\ &= 2,867 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2} \end{aligned} \quad (\text{F.10})$$

F. Calcul de la fraction volumique des précipités

Finalement, le contraste est :

$$(\Delta\rho)^2 = (\rho_{\text{Mg}_2\text{Si}} - \rho_{\text{Al}})^2 = 6,2510 \times 10^{-13} \text{ \AA}^{-4} \quad (\text{F.11})$$

Pour $Q_0 = 3,5 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1} \text{ \AA}^{-3}$, ce facteur de contraste conduit à $f_v = 0.02921$.

Les trois calculs de fraction volumique pour une même valeur de Q_0 montrent que l'hypothèse du type de précipités est primordiale car elle a une influence considérable sur les résultats. Ainsi, pour définir précisément la fraction volumique à partir des calculs présentés dans cette annexe, il faut connaître très précisément le type de précipités observés, leurs compositions et leurs structures cristallographiques. Ces données n'étant pas disponibles pour le matériau d'étude, il a été décidé de recalculer les mesures avec un calcul thermodynamique.

Annexe G

Présentation de la microscopie électronique en transmission

Fonctionnement d'un MET

La microscopie électronique en transmission consiste à placer un échantillon suffisamment mince sous un faisceau d'électrons, et d'utiliser un système de lentilles magnétiques pour projeter l'image de l'échantillon sur un écran fluorescent qui transforme l'image électronique en image optique. La résolution de cette image peut atteindre $0,8 \text{ \AA}$ [WIK 09]. Contrairement aux microscopes optiques, cette résolution n'est pas limitée par la longueur d'onde d'illumination, mais par les aberrations dues aux lentilles magnétiques. De plus, un autre mode d'utilisation consiste à visualiser le cliché de diffraction de l'échantillon qui donne accès aux informations de l'espace de Fourier.

Le faisceau électronique traversant l'échantillon interagit avec les atomes constituant ce dernier, et produit différentes sortes de rayonnements représentés dans la figure G.1. Les observations portent essentiellement sur le faisceau transmis, mais l'analyse des rayonnements X émis apportent des mesures complémentaires sur la composition de l'échantillon grâce à des analyses spectrométriques EDX (Energy Dispersive X-ray spectrometry).

Un microscope électronique en transmission est composé de trois parties principales [BOU 06, WIK 09, MAR 98] :

- un canon à électrons qui fournit le faisceau électronique ;
- un système optique à lentilles électromagnétiques ;
- un système de détecteur d'électrons (un écran fluorescent).

Un vide est créé autour de ces éléments. De plus, autour du microscope se situe un réservoir d'azote liquide, qui sert à refroidir une zone près de l'échantillon. De cette manière, les impuretés présentes dans le vide se condensent dans cette zone, et ne contaminent pas l'échantillon.

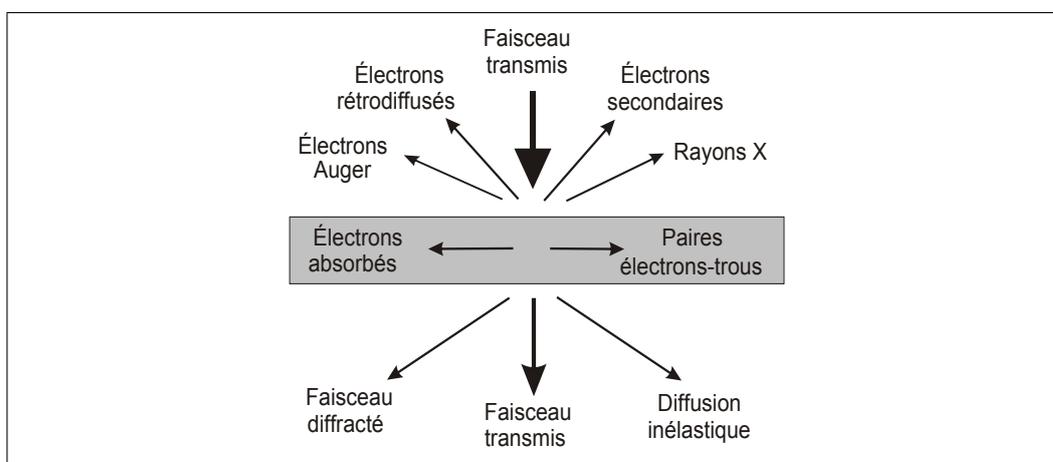


FIGURE G.1: Schéma des interactions entre le faisceau électronique incident et l'échantillon

Le système optique contient plusieurs lentilles électromagnétiques dont la fonctionnalité est expliquée ci-dessous.

- Les **lentilles condenseurs** transmettent le faisceau qui « éclaire » l'échantillon. Elles permettent de changer la taille de la surface éclairée suivant les observations à réaliser : le faisceau est étalé pour des faibles grossissements, il est, au contraire, condensé pour travailler à fort grossissement sur des zones restreintes.
- La **lentille objectif** est la première lentille à recevoir des électrons venant de l'échantillon. Couplée à un diaphragme objectif dit de contraste, elle forme l'image soit en champ sombre soit en champ clair.
- La **lentille intermédiaire** permet de choisir le mode image ou le mode diffraction. Lors du mode diffraction, un diaphragme de sélection d'aire est utilisé afin de sélectionner la zone de l'échantillon pour laquelle un cliché de diffraction doit être observé.
- Les **lentilles projectrices** assurent la projection du faisceau sur l'écran fluorescent.

La figure G.2 montre le chemin des électrons depuis la source jusqu'à l'écran d'observation pour les modes image et diffraction.

L'échantillon¹ à observer est situé sous les condenseurs. Il se présente sous la forme d'un disque de 3 mm de diamètre comportant des zones excessivement minces où auront lieu les observations. La préparation de la lame mince fait l'objet d'une description détaillée en section G. L'échantillon est soutenu dans le faisceau électronique par un porte échantillon qui traverse la paroi du microscope en assurant

¹L'échantillon est aussi appelé lame mince.

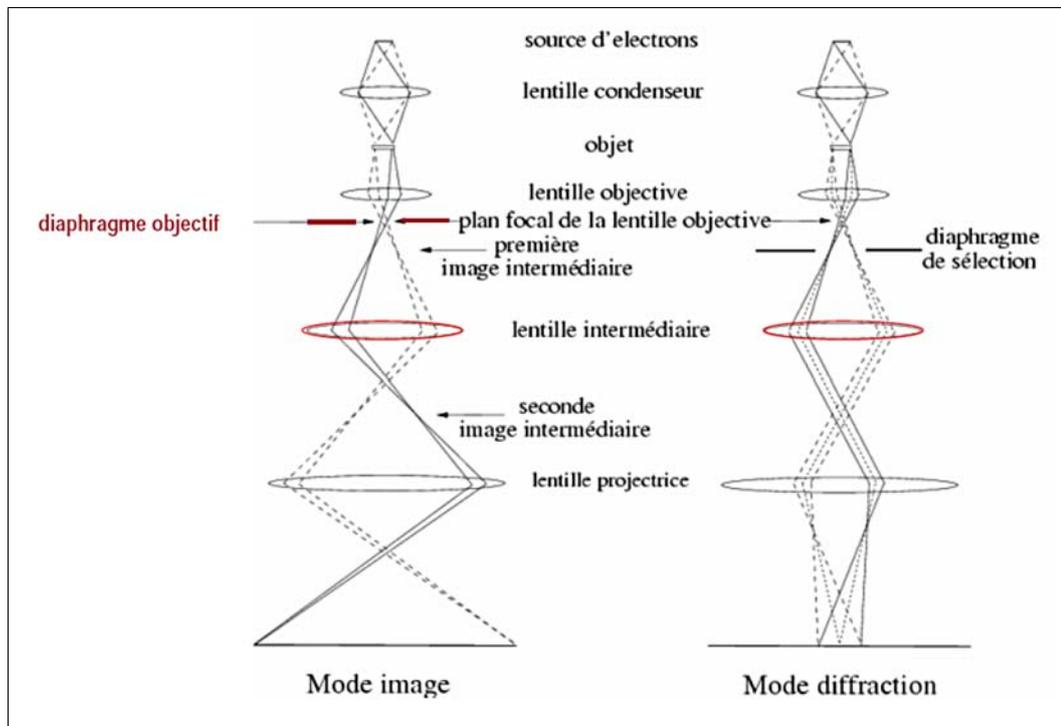


FIGURE G.2: Deux schémas de réglages du MET

l'étanchéité du vide. Ce porte échantillon permet d'appliquer un angle de tilt à l'objet afin de l'observer avec différentes orientations.

Préparation des lames minces

L'échantillon utilisé en MET doit être suffisamment mince pour que le faisceau électronique soit transmis. Une bonne préparation des échantillons est donc absolument nécessaire et une observation de qualité ne peut être faite sans une lame mince bien réalisée. La fabrication de la lame mince est très fastidieuse et nécessite de nombreuses étapes présentées dans la suite de cette section.

Le chargement thermique souhaité est tout d'abord appliqué à une éprouvette à l'aide du dispositif de chauffage par effet Joule présenté au chapitre 2. La zone chauffée de l'éprouvette se présente sous forme cylindrique de diamètre 6 mm. La partie centrale de cette zone, pour laquelle la température est homogène, est prélevée. La hauteur du cylindre ainsi obtenu est de 5 mm environ.

Trois disques, d'épaisseur 100 à 200 μm , sont prélevés de chaque échantillon grâce à une scie à fil diamanté. Ensuite, le diamètre du disque doit être réduit jusqu'à

3 mm afin de le placer sur le porte échantillon du MET. Cette opération est faite par trépanage à l'emporte-pièce.

L'étape suivante est la plus importante car elle permet de passer d'une pastille à une lame mince d'une épaisseur de l'ordre de 100 nm. Pour ce faire, un trou est effectué par polissage électrolytique. Les zones autour du trou sont ainsi très minces et constituent la lame mince. Lors de cette opération, le bain électrolytique utilisé est 23 % HNO_3 dans du méthanol. Pour une efficacité optimale, il est refroidi à -30°C [BRA 88] par l'ajout d'azote liquide. Le procédé de polissage est automatiquement stoppé dès l'apparition d'un trou. Celle-ci est détectée grâce à un détecteur de lumière.

Puis, un polissage de finition est effectué par bombardement d'ions grâce au PIPS (Precision Ion Polishing System). Enfin, un nettoyage plasma permet d'enlever les éventuels résidus à la surface de la lame mince. La figure G.3 schématise et résume ces étapes.

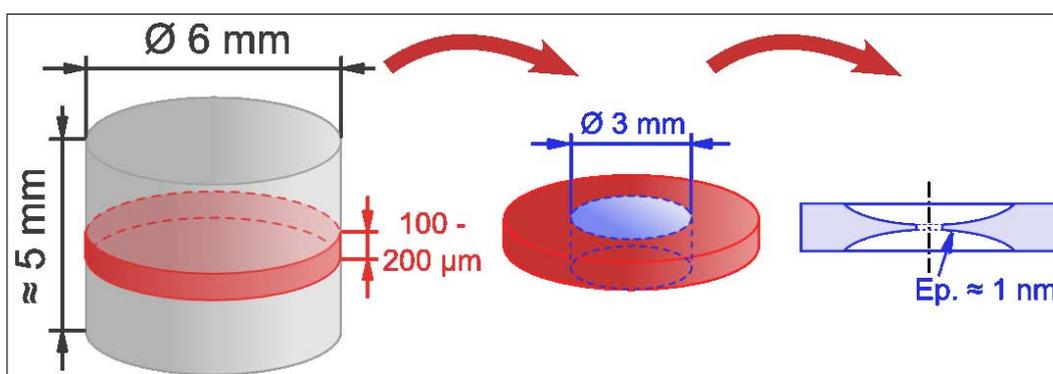


FIGURE G.3: Préparation d'une lame mince - Extraction d'un disque à la scie à fil diamanté, trépanage et polissage électrolytique

Annexe H

Calcul du facteur de Zeldovich

La théorie donne le facteur de Zeldovich Z de la manière suivante[ZEL 43, PER 07] :

$$Z = \sqrt{\frac{-1}{2\pi k_B T} \left. \frac{\partial^2 \Delta G}{\partial n^2} \right|_{n=n^*}} \quad (\text{H.1})$$

où n correspond au nombre de molécules de Mg_2Si dans le précipité considéré.

Le facteur de Zeldovich défini à l'équation H.1 est inutilisable tel quel dans le modèle métallurgique PreciSo. Il faut donc effectuer le calcul de la dérivée partielle afin de simplifier l'expression de Z . L'énergie libre ΔG peut tout d'abord s'écrire :

$$\Delta G(R) = \frac{4}{3}\pi R^3 \delta g + 4\pi R^2 \gamma \quad (\text{H.2})$$

Dans cette expression $4/3\pi R^3$ représente le volume d'un précipité. Il peut être ré-écrit $n.V_{mol}^p$ ¹. L'expression de l'énergie libre devient donc :

$$\Delta G = nV_{mol}^p \delta g + 4\pi \left(\frac{3nV_{mol}^p}{4\pi} \right)^{2/3} \gamma \quad (\text{H.3})$$

Après dérivation :

$$\frac{\partial \Delta G}{\partial n} = V_{mol}^p \delta g + 2\gamma \left(\frac{3nV_{mol}^p}{4\pi} \right)^{-1/3} V_{mol}^p \quad (\text{H.4})$$

Après une seconde dérivation :

$$\frac{\partial^2 \Delta G}{\partial n^2} = -\frac{\gamma V_{mol}^p}{2\pi} \left(\frac{3nV_{mol}^p}{4\pi} \right)^{-4/3} \quad (\text{H.5})$$

¹Nombre de molécules de Mg_2Si dans le précipité multiplié par le volume molaire

H. Calcul du facteur de Zeldovich

n^* (le nombre de précipités de taille critique) se calcule en posant $\frac{\partial \Delta G}{\partial n} = 0$, ce qui donne :

$$n^* = \frac{4}{3} \pi \frac{R^{*3}}{V_{mol}^p} \quad (\text{H.6})$$

Vient alors :

$$\left. \frac{\partial^2 \Delta G}{\partial n^2} \right|_{n=n^*} = -\frac{\gamma V_{mol}^{p-2}}{2\pi} R^{*-4} \quad (\text{H.7})$$

Finalement, le facteur de Zeldovich s'écrit :

$$Z = \frac{V_{mol}^p}{2\pi R^{*2}} \sqrt{\frac{\gamma}{k_B T}} \quad (\text{H.8})$$

FOLIO ADMINISTRATIF

THÈSE SOUTENUE DEVANT L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE LYON

NOM : MAISONNETTE

DATE de SOUTENANCE : 05/02/2010

Prénom : Daniel

TITRE : Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2010-ISAL-0006

École doctorale : Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique (MEGA)

Spécialité : Mécanique - Génie Mécanique - Génie Civil

Cote B.I.U. - Lyon : T 50/210/19 / et bis

CLASSE :

RÉSUMÉ :

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire s'inscrit dans le cadre des actions de qualification anticipée du caisson du RJH (Réacteur Jules Horowitz). Le caisson est une enceinte sous pression fabriquée en alliage d'aluminium 6061-T6. Il s'agit d'un alliage à durcissement structural dont les propriétés mécaniques sont étroitement liées à l'état de précipitation dans le matériau. Des essais de traction ont permis de mesurer l'évolution des propriétés mécaniques du matériau ayant subi des chargements thermiques représentatifs d'une opération de soudage par faisceaux d'électrons (soudage FE). Des essais ont été menés à température ambiante et à chaud. Des observations métallurgiques par Diffusion de Neutrons au Petits Angles (DNPA) et par Microscopie Electronique en Transmission (MET) donnent par la suite la taille et la fraction volumique des précipités. Les résultats de ces campagnes d'essais permettent de comprendre l'évolution des propriétés mécaniques.

Ces expérimentations ont ensuite été utilisées pour mettre en place un modèle métallurgique permettant de calculer les caractéristiques de l'état de précipitation. Ce modèle étant couplé à un modèle de durcissement structural, il calcule la limite d'élasticité du matériau pour divers chargements thermiques. Un modèle mécanique phénoménologique a également été développé afin de modéliser le comportement d'une structure soumise à un chargement thermique.

MOTS-CLÉS : 6061-T6, durcissement structural, DNPA, MET, modélisation métallurgique, modélisation mécanique

Laboratoire(s) de recherche : Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Solides
UMR CNRS 5259 - INSA de Lyon
20, avenue Albert Einstein
69621 Villeurbanne Cedex FRANCE

Directeurs de thèse : Daniel NELIAS & Michel SUERY

Président du jury : Alexis DESCHAMPS

Composition du jury : Alexis DESCHAMPS
Frédéric DESCHAUX-BEAUME
Marc ALANOU
Daniel NELIAS

Elisabeth GAUTIER
Philippe GILLES
Jérôme Garnier (invité)
Michel SUERY