



HAL
open science

Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 & 5000 et comportement mécanique résultant

Cécile Genevois

► **To cite this version:**

Cécile Genevois. Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 & 5000 et comportement mécanique résultant. Matériaux. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2004. Français. NNT: . tel-00008244

HAL Id: tel-00008244

<https://theses.hal.science/tel-00008244>

Submitted on 25 Jan 2005

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Remerciements

Je voudrai remercier de nombreuses personnes sans qui cette thèse n'aurait pas pu aboutir. Leur soutien, quelqu'en soit la nature, m'a beaucoup aidée tout au long de ces trois années.

Je remercie Jean-Marc Chaix, directeur du LTPCM, ainsi que Marc de Boissieu, directeur de l'équipe Physique du Métal, pour m'avoir accueillie.

Mes remerciements s'adressent à la DGA pour m'avoir accordée une bourse ainsi qu'à Mr. Orsini, mon correspondant DGA.

Je tiens à remercier chaleureusement ceux qui ont participé directement à la progression de mes travaux :

- Alexis Deschamps, mon directeur de thèse à l'énergie et aux idées débordantes, même si elles ne sont pas toujours faciles à mettre en œuvre, mais sans lesquelles la science ne pourrait pas avancer.

- Anne Denquin, Gilles Lapasset et Yves Bréchet, qui pour mon plus grand plaisir ont suivi ma thèse avec intérêt et l'ont enrichie d'échanges et de discussions.

J'aimerais remercier Mr. Dalle-Donne du DLR de Cologne (Allemagne) d'avoir accepté de souder nos tôles et de m'avoir permise de suivre certains essais.

Je voudrai remercier vivement l'ensemble du LTPCM et de l'équipe Physique du Métal parmi laquelle ces trois années furent une expérience très enrichissante. Je pense plus particulièrement à :

- Béatrice, pour m'avoir formée à la microscopie en transmission mais surtout pour sa gentillesse, sa patience et sa disponibilité.

- Frédérique, Françoise, Ludo, Myriam, Alexis ainsi que l'équipe de la ligne D2AM pour leur aide lors des expériences de diffusion aux petits angles ainsi qu'à leurs dépouillements.

- Ludo et Damien pour leur aide lors du « scratchage » de mon ordinateur à moins d'un mois avant l'envoi de mon manuscrit.

- Michèle, Hélène, Jean-Louis et Alain Le Moulec pour leur aide administrative et technique.

- Damien et Marie dont j'ai partagé le bureau durant toute ma thèse et dont il était amusant de suivre l'échange de petites piques. Merci de m'avoir remontée le moral alors que je craquais.

- Toute l'équipe des thésards, Damien, Ludo, Myriam, Frédérique, Marc, John ... ainsi que Christophe mon jumeau de thèse.

Je remercie mes proches qui ont répondu présent à ma soutenance. Mes parents pour leur appui psychologique dans les moments de découragement et dans une thèse il y en a quelques-uns. Enfin, merci à ma tendre moitié, Nicolas, dont la présence a souvent été un réconfort. Bien que nos domaines de recherche soient très différents tu as su montrer de l'intérêt pour mes travaux et je t'en remercie.

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES	i
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I. Etude bibliographique	4
A. Procédé de soudage par friction malaxage ou friction stir welding (FSW)	4
A-1 Principe du soudage par friction malaxage (friction stir welding)	4
A-2 Avantages et limites de la technique	5
A-3 Flux complexes de matière et de chaleur	6
A-3-1 Flux de matière	6
A-3-2 Simulation du procédé	8
A-4 Microstructures de la zone soudée	8
A-5 Propriétés des joints	10
A-5-1 Dureté	10
A-5-2 Propriétés mécaniques	11
A-6 Traitements thermiques post soudage	12
B. Précipitation homogène dans l'alliage 2024	14
B-1 Phases d'équilibre	14
B-2 Précipités initialement présents dans l'alliage 2024 T351	14
B-3 Précipités initialement présents dans l'alliage 2024 T6	15
B-3-1 Structures cristallographiques des phases S' et S	16
B-3-2 Relations d'orientations des phases S' et S avec la matrice	17
B-4 Séquence de précipitation	18
C. Restauration et recristallisation	19
C-1 Introduction	19
C-2 Restauration et recristallisation statiques	20
C-2-1 Restauration	20
C-2-2 Recristallisation	20
C-3 Restauration et recristallisation dynamiques	23
C-3-1 Restauration	23
C-3-2 Recristallisation	24
D. Interactions précipitation, déformation, recristallisation	29
D-1 Influence des dislocations sur la cinétique de précipitation	29
D-2 Interaction entre la restauration et la précipitation	30
D-3 Interaction entre la précipitation et la recristallisation	30
D-4 Synthèse	31

E. Mécanismes de durcissement	32
E-1 Durcissement par précipitation	32
E-1-1 Le cisaillement	32
E-1-2 Le contournement	33
E-1-3 La contrainte critique	34
E-2 Autres composantes de durcissement	36
E-3 Lois d'additivité	36
CHAPITRE II. Matériaux et techniques expérimentales	38
A. Matériaux	38
A-1 Compositions	38
A-2 Technique de soudage	38
B. Méthodes expérimentales	40
B-1 Caractérisation de la structure granulaire	40
B-1-1 Microscopie optique	40
B-1-2 EBSD	40
B-2 Caractérisation de la précipitation grossière	40
B-3 Caractérisation de la structure de dislocations et de la précipitation fine	41
B-3-1 Microscopie électronique à transmission	41
B-3-2 Calorimétrie Différentielle à Balayage ou DSC	41
B-3-3 Diffusion centrale des rayons X aux petits angles (SAXS)	45
B-4 Essais mécaniques	54
B-4-1 Micro-dureté	54
B-4-2 Essais de compression	54
B-4-3 Essais de traction	55
B-4-4 Corrélation d'images	56
B-5 Synthèse	58
CHAPITRE III. Caractérisation microstructurale de joints soudés	59
A. Joint soudé 5251 O (recristallisé)	59
A-1 Profil du joint	59
A-2 Caractérisation des microstructures	60
A-2-1 Métal de base	60
A-2-2 Zones de transition	62
A-2-3 Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM)	62
A-2-4 Noyau soudé	64
A-3 Synthèse	66
B. Joint soudé 2024 T351 (maturé)	68
B-1 Profil du joint	68
B-2 Caractérisation qualitative des microstructures	69
B-2-1 Métal de base	69
B-2-2 Zones Affectée Thermiquement (ZAT)	71
B-2-3 Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM)	72
B-2-4 Noyau soudé	76
B-2-5 Synthèse	78
B-3 Caractérisation quantitative des microstructures	79
B-3-1 Fraction volumique	79
B-3-2 Taille des précipités	85
B-3-3 Synthèse de la microstructure quantitative	88

C. Effet de l'état initial du métal de base sur la microstructure du joint soudé	90
C-1 Joint soudé 5251 H14 (écroui)	90
C-1-1 Profil du joint	90
C-1-2 Caractérisation des microstructures	91
C-1-3 Synthèse	95
C-2 Joint soudé 2024 T6 (pic de dureté)	96
C-2-1 Profil du joint	96
C-2-2 Caractérisation qualitative des microstructures	97
C-2-3 Caractérisation quantitative de la précipitation	97
C-2-4 Synthèse	100
D. Effet d'un traitement thermique T6 sur un joint soudé 2024 T351	102
D-1 Profil du joint	102
D-2 Evolution de l'état de précipitation	103
E. Synthèse et conclusion	106
CHAPITRE IV. Détermination des processus et interactions mis en jeu durant le soudage	107
A. Détermination des phénomènes se produisant durant le soudage dans l'alliage 5251 H14	107
A-1 Cinétique de restauration – recristallisation dans l'alliage 5251 H14	107
A-2 Diagramme TTT et cycles thermiques	111
A-3 Synthèse	113
B. Cinétique de précipitation dans l'alliage 2024 : effet de la déformation	115
B-1 Cinétique de précipitation de l'alliage 2024 T351	115
B-1-1 Recuits en bain de sel	115
B-1-2 Application à la ZAT du joint 2024 T351	116
B-2 Essais statiques	118
B-2-1 Diffusion des rayons X (SAXS)	118
B-2-2 DSC	119
B-2-3 Bilan	121
B-3 Essais dynamiques	122
B-3-1 Compression à chaud sur machine Gleeble	122
B-3-2 Compression à froid	126
B-3-3 Bilan	127
C. Cinétique de recristallisation dans les alliages déformés : effet de la précipitation dans l'alliage 2024	128
C-1 Comparaison des cinétiques de recristallisation entre l'alliage 5251 O et l'alliage 2024 T351	128
C-2 Application à la ZATM	131
C-3 Bilan	132
D. Conclusion	133

CHAPITRE V. Propriétés mécaniques des joints soudés et modélisation	135
A. Propriétés locales	135
A-1 Alliage 5251 O	135
A-1-1 Traction mini-éprouvettes	135
A-1-2 Corrélation d'images	136
A-1-3 Comparaison	137
A-2 Alliage 5251 H14	138
A-2-1 Traction micro-éprouvettes	138
A-2-2 Corrélation d'images	139
A-2-3 Comparaison	140
A-3 Alliage 2024 T351	142
A-3-1 Traction micro-éprouvettes	142
A-3-2 Corrélation d'images	143
A-3-3 Comparaison	143
A-4 Alliage 2024 T6	144
A-4-1 Traction micro-éprouvettes	144
A-4-2 Corrélation d'images	145
A-4-3 Comparaison	146
A-5 Bilan	146
B. Modélisation du comportement en traction d'une soudure	148
B-1 Alliage 5251	148
B-1-1 Champ de déformation	148
B-1-2 Courbe de charge	150
B-2 Alliage 2024	150
B-2-1 Champ de déformation	150
B-2-2 Courbe de charge	152
B-3 Bilan	152
C. Durcissement d'érouissage	153
C-1 Alliage 5251 O	153
C-2 Alliage 2024 T351	155
D. Modélisation de la limite d'élasticité dans le joint soudé 2024 T351	156
D-1 Modes de durcissement	156
D-2 Détermination des paramètres	156
D-2-1 Taille de grains	156
D-2-2 Solution solide	156
D-2-3 Zones GPB	157
D-2-4 Précipités S'(S)	158
D-2-5 Dislocations	159
D-3 Application du modèle au joint soudé 2024 T351	159
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	160
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	165
ANNEXES	171

INTRODUCTION

A Intérêt industriel

Les alliages d'aluminium à durcissement structural (série 2000, 6000 et 7000) sont utilisés dans le cadre de l'allègement des structures de transport aérien, naval et terrestre. Cependant, ces alliages sont difficilement soudables par voie classique et le principal moyen d'assemblage reste le rivetage. Ce processus présente de nombreux désavantages comme une jonction hétérogène entre les deux tôles, le surcroît de masse ainsi que la concentration de contraintes au niveau des trous, particulièrement dommageable pour la tenue en fatigue.

Le soudage par friction malaxage (friction stir welding) est un nouveau procédé d'assemblage mis au point par TWI (The Welding Institute) en 1991. L'originalité de ce procédé consiste à souder à l'état solide, ce qui supprime les défauts liés à la solidification et conduit à des contraintes internes faibles par rapport au soudage classique (soudage laser ou à l'arc). Il devient alors possible d'assembler des alliages dits "difficilement soudables" tels que ceux énoncés précédemment. On peut distinguer plusieurs zones au sein de la soudure dans lesquelles l'évolution microstructurale est contrôlée par l'interaction complexe entre la déformation plastique, la restauration, la recristallisation ainsi que de la précipitation homogène et hétérogène.

Bien que les microstructures résultant du soudage par FSW soient maintenant assez bien connues pour de nombreux alliages, le détail des mécanismes aboutissant à ces microstructures, ainsi que la relation entre ces microstructures et les propriétés mécaniques des joints soudés ne sont pas encore maîtrisés. Par conséquent, l'objectif principal de ce travail a été de comprendre la genèse des microstructures caractérisées et le comportement mécanique de différents joints soudés par FSW.

B Méthodologie

Afin de découpler les différents phénomènes, nous nous sommes intéressés parallèlement à deux alliages. Un alliage de la série 5000 (durcissement par écrouissage) a été

étudié afin de mieux cerner le développement des microstructures lié exclusivement à la stabilité des structures de dislocations (écrouissage, recristallisation, restauration). Dans un deuxième temps nous avons étudié un alliage de la série 2000 (durcissement structural) dans lequel l'histoire thermique, la déformation et la précipitation évoluent de façon couplée.

En premier lieu, nous avons caractérisé la microstructure d'un joint 5251 O (recristallisé) et d'un joint 2024 T351 (maturation à l'ambiante). L'analyse de la structure granulaire s'est faite par microscopie optique et EBSD, les intermétalliques ont été caractérisés par MEB et l'ensemble précipitation fine et population de dislocations par MET. Une analyse plus quantitative de la précipitation a été menée en couplant deux études effectuées par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et par diffusion des RX aux petits angles (SAXS).

En parallèle, d'autres états des mêmes alliages ont été caractérisés, 5251 H14 (écroui) et 2024 T6 (pic de dureté), afin de connaître l'effet de la microstructure initiale sur la microstructure après soudage. Une étude sur les effets d'un traitement thermique post soudage de type T6 a été menée sur un joint 2024 T351 dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques du joint.

Le soudage par friction malaxage entraîne d'importantes modifications des microstructures initiales. Le couplage complexe entre la déformation plastique et les conditions thermiques fait intervenir de nombreuses interactions entre la déformation, la restauration, la recristallisation et la précipitation. Pour mettre en relief ces différentes interactions, nous nous sommes appuyés sur des expériences isothermes en bain de sel et en machine Gleeble. Bien que ces traitements ne soient pas exactement équivalents aux cycles thermiques et thermo-mécaniques subis par le matériau lors du soudage, ils ont l'avantage d'être simples et donc mieux maîtrisés. A partir de ces observations, nous avons pu dresser une cartographie des mécanismes mis en jeu durant le soudage dans les différentes zones des joints soudés étudiés.

La microstructure évolue sensiblement à travers le joint soudé et par-là même les propriétés mécaniques. Nous avons caractérisé les propriétés mécaniques locales par des essais de traction sur micro-éprouvettes et par corrélation d'images. Les expériences de corrélation d'images ont été faites durant des essais de traction sur des joints soudés. Elles nous permettent de mesurer un champ de déformation et de voir où se localise la déformation

durant l'essai et donc de mettre en évidence la zone faible du joint. A partir de ces résultats nous avons pu modéliser le comportement en traction des différents joints soudés.

En parallèle, nous avons modélisé l'évolution de la limite élastique à travers le joint soudé 2024 T351 à partir de l'évolution de la microstructure caractérisée.

Le mémoire est organisé comme suit :

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique :

- Le procédé de soudage par friction malaxage
- La précipitation homogène dans l'alliage 2024
- Restauration - recristallisation
- Interactions précipitation, déformation, recristallisation
- Mécanismes de durcissement

Dans le chapitre II sont présentés l'élaboration des joints ainsi que les techniques expérimentales utilisées.

Le chapitre III est dédié à la présentation des résultats de caractérisation qualitative et quantitative des microstructures et de dureté des différents joints soudés.

Afin de mieux comprendre les mécanismes et les interactions se produisant durant le soudage, nous avons traité thermiquement et thermo-mécaniquement des échantillons de métal de base. Le suivi de la dureté et du changement de la microstructure à différentes températures et temps de recuit est détaillé dans le chapitre IV.

Dans le chapitre V est abordée la modélisation du comportement mécanique élastique-plastique en traction d'un joint soudé à partir des propriétés mécaniques locales de chacune des zones de la soudure. Un deuxième modèle a été développé afin de relier l'évolution de la limite élastique et de la microstructure à travers le joint soudé 2024 T351.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans ce chapitre nous présenterons tout d'abord une revue bibliographique sur le soudage par Friction Malaxage (FSW, partie A). Durant le procédé de soudage, un gradient de flux de chaleur et de matière est mis en jeu à travers le joint, conduisant à des microstructures et des propriétés complexes. Pour simplifier la démarche, nous parlerons tout d'abord des différents processus intervenant durant le soudage, précipitation homogène dans l'alliage 2024 (partie B), restauration-recristallisation (partie C), puis des interactions possibles entre ces phénomènes (partie D). La partie E sera consacrée aux différents types de durcissement pouvant participer aux propriétés mécaniques de la soudure.

A Procédé de soudage par friction malaxage ou friction stir welding (FSW)

En 1991 un nouveau procédé de soudage est mis au point par TWI (The Welding Institute). Il permet un assemblage par voie solide, ce qui supprime les défauts liés à la solidification et conduit à des contraintes internes plus faibles que les procédés de soudage classiques [James 1999] [Skrotzki 2001]. Ce procédé est donc bien adapté aux alliages d'aluminium difficilement soudables (série 2000, 6000, 7000), c'est-à-dire des alliages très alliés. Le couple matériau à hautes caractéristiques mécaniques / procédé d'assemblage est particulièrement intéressant dans le cadre de l'allègement des structures pour le transport aérien, naval et terrestre [Midling 1999] [Przydatek 1999] [Pedwell 1999].

A-1 Principe du soudage par friction malaxage (friction stir welding)

Le principe de soudage est simple, les deux tôles à souder sont mises en contact et solidement bridées. L'outil en rotation (400 à 1200 tr/min) pénètre la matière puis se déplace le long du joint à souder (100 à 1000mm/min) [Lapasset 2001] [Frigaard 2001] [TWI] (Fig.I.1).

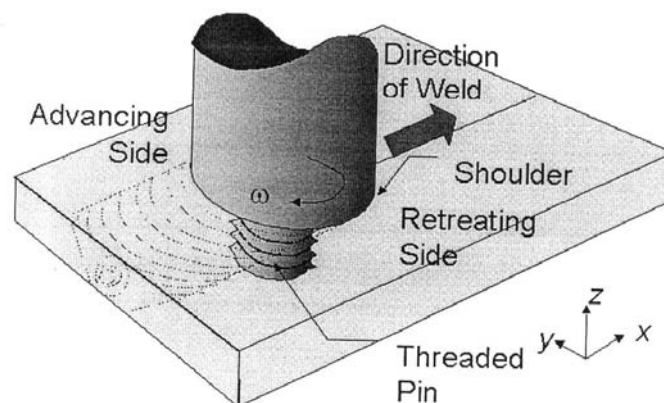


Fig.I.1 Schémas du procédé de soudage par friction malaxage (FSW) [Shercliff 2001]

L'outil est composé d'un épaulement et d'un pion. Le pion peut se présenter sous différentes morphologies et son filetage permet le drainage en profondeur de la matière. Sa longueur est donc déterminante, elle doit mesurer environ 0,5 mm de moins que l'épaisseur de la tôle. Le pion en rotation plonge dans la matière par échauffement jusqu'à ce que l'épaulement vienne au contact des tôles. La pression exercée doit alors être suffisante pour que la chaleur produite par frottement entre l'épaulement et les tôles, puisse ramollir la matière sans atteindre le point de fusion. L'outil est souvent incliné de quelques degrés (1° à 3°) ce qui permet le forgeage de la matière en surface par l'épaulement (Fig.I.2).

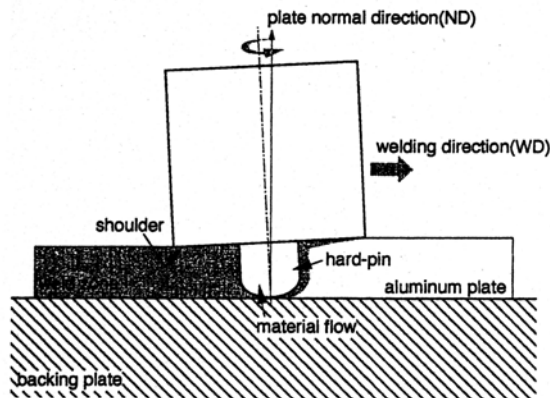


Fig.I.2 Schémas du procédé FSW : coupe parallèle à la direction de soudage [Sato 2001a]

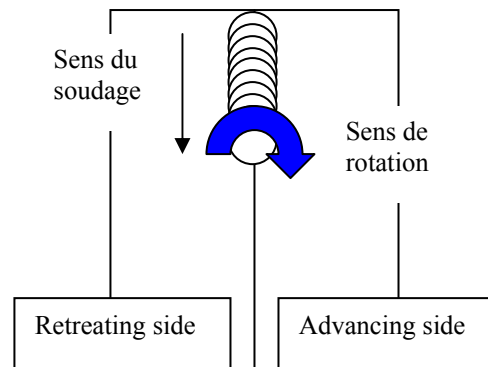


Fig.I.3 Localisation de l'advancing side et de la retreating side

Il faut noter que le procédé n'est pas symétrique de part et d'autre de la ligne de soudage. On nomme l'advancing side le côté où les deux vecteurs vitesses (rotation et translation) ont le même sens. La retreating side est le côté où ces deux vecteurs sont opposés (Fig.I.3).

Trois paramètres importants sont à contrôler, la vitesse de rotation, la vitesse de soudage et la force appliquée selon l'axe z sur l'outil. Leurs valeurs optimales varient selon l'alliage et les capacités de la machine. En contrôlant ces paramètres, on contrôle la microstructure et donc les propriétés mécaniques du joint soudé par le biais du cycle thermomécanique qu'il engendre.

Le soudage par friction malaxage soulève de très intéressantes questions car il combine étroitement les flux de chaleur, la déformation plastique et l'évolution microstructurale.

A-2 Avantages et limites de la technique

L'avantage du soudage par voie solide est l'élimination des problèmes de fissuration à chaud et de criques. Un métal d'apport n'est pas nécessaire, ce qui évite la formation de phases dures et fragilisantes. Le joint reste donc homogène chimiquement, ce qui constitue un avantage du point de vue de la corrosion.

D'autre part, l'équipement utilisé est simple ce qui demande peu de maintenance et peu de qualification pour le fonctionnement. Le procédé est propre, sans fumées, peu dangereux et peut être automatisé. De plus, peu de préparations sont nécessaires avant soudage. S.W.

Kallee et A. Mistry [Kallee 1999] font une très bonne description des domaines d'utilisation du FSW dans l'industrie. Ils proposent une synthèse de tous les bénéfices dus à la simplicité du procédé mais aussi des bons résultats obtenus par cette technique.

Toutefois, au vu des forces appliquées lors du soudage, un bridage rigide ainsi qu'un support envers sont nécessaires. Le régime stationnaire n'est pas atteint immédiatement et en fin de soudage la sortie de l'outil forme un trou. Ces deux conditions font qu'il est nécessaire de découper les extrémités après soudage. Cependant, des outils rétractables se développent en vue de palier cet inconvénient. Néanmoins, les soudures possibles aujourd'hui restent limitées à des géométries simples, bord à bord, une tôle sur une autre ou encore soudure en T. De plus, les vitesses de soudage utilisées par ce procédé sont plus faibles que par soudage laser.

A-3 Flux complexes de matière et de chaleur

Pour comprendre la formation des microstructures il faut connaître le taux de déformation présent dans chaque zone ainsi que l'histoire thermique subie par celle-ci. Beaucoup d'auteurs se sont attelés à la modélisation des flux de chaleur et de matière afin de prévoir l'évolution de la microstructure et des propriétés du joint soudé.

A-3-1 Flux de matière

Les flux de matière sont très complexes et présentent des vortex et des tourbillons. Y. Li et co-auteurs [Li 1999 a et b] ont visualisé les flux qui se développent dans une soudure par FSW entre les alliages d'aluminium 2024 T4 et 6061 T6. Les mouvements de matière changent selon l'inclinaison du pion et la vitesse de rotation. Ils se composent d'une intercalation de différents flux et de vortex parallèlement et perpendiculairement à l'axe de l'outil. En jouant sur les attaques, ils produisent un contraste entre les deux nuances qui permet de bien visualiser les couches d'alliages (Fig.I.4).

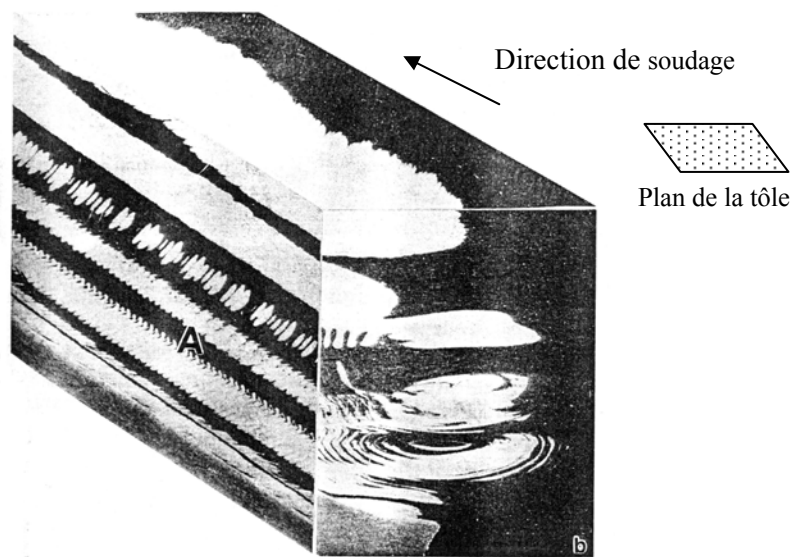


Fig.I.4 Visualisation des flux de matière à travers un joint soudé entre une tôle d'alliage 2024 (blanche) et une tôle d'alliage 6061 (noire) [Li 1999a]

A.P. Reynolds et co-auteurs [Reynolds 1999] suivent le transfert de matière à différentes positions dans l'épaisseur en insérant des marqueurs d'alliage d'aluminium 5454 dans deux tôles d'alliage 2195 T8 à souder. Ils remarquent une différence de flux entre le côté advancing et le côté retreating. K. Colligan [Colligan 1999] utilise de petites billes d'acier, introduites dans les tôles à souder, comme marqueurs. La matière des deux tôles ne se mélange pas mais l'importante déformation plastique crée une bonne liaison métal-métal.

Deux flux principaux ont pu être mis en évidence. Le premier flux, qui transporte la matière autour du pion, est similaire à un flux laminaire de fluide visqueux autour d'un cylindre en rotation. Pour qu'il n'y ait pas de défauts dans la zone soudée, il faut que suffisamment de matière soit transportée de la retreating side à l'avancing side en passant par l'arrière de l'outil. Le second flux est dû au filetage du pion, qui pousse la matière vers le haut dans la retreating side et vers le bas dans l'avancing side [Seidel 2001], auquel il faut ajouter un flux en rotation en dessous de l'épaulement (Fig.I.5a et b).

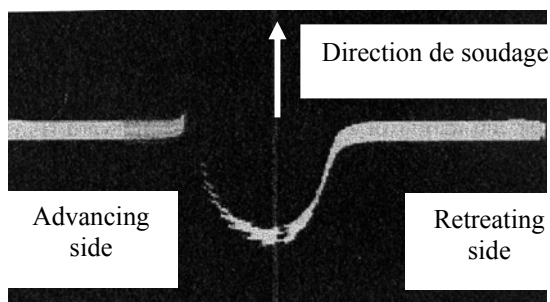


Fig.I.5a Flux de matière drainée autour du pion : Vu de dessus [Seidel 2001]

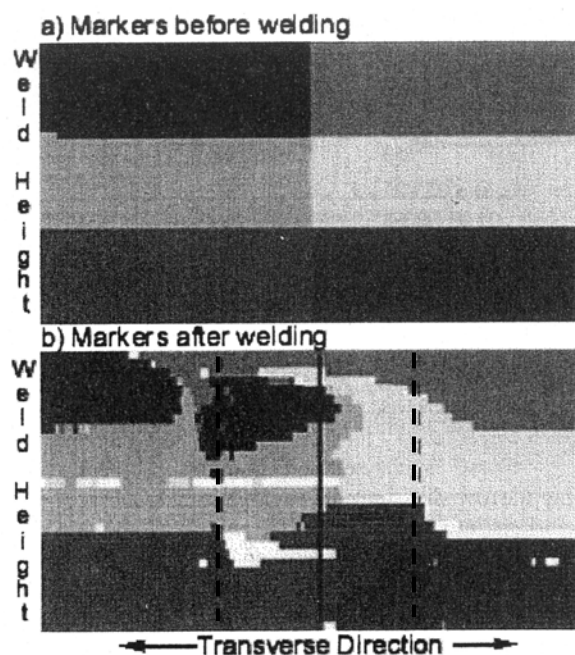


Fig.I.5b Visualisation des flux de matière selon une coupe transverse [Seidel 2001]

- a) marqueurs non déformés
b) mélange vertical des six marqueurs après soudage

La ligne continue positionne le centre du pion et les lignes hachurées le diamètre

G.J Bendzsak et co-auteurs [Bendzsak 2000] modélisent les flux de matière dans une approche issue de la mécanique des fluides. Ils dénotent trois mouvements importants, une rotation juste en dessous de l'épaulement, une zone d'extrusion autour du pion et une troisième zone au comportement chaotique se situant entre les deux autres zones et étant à l'origine des défauts de soudage. H.R. Shercliff et P.A. Colegrove [Shercliff 2001] présentent une très bonne synthèse et bibliographie sur l'observation des flux de matière et des flux thermiques mais aussi des différents modèles développés récemment.

A-3-2 Simulation du procédé

Le procédé de soudage par friction malaxage fait intervenir une composante mécanique mais aussi thermique. La chaleur provient de deux sources, par friction entre l'épaulement et les tôles, et par déformation au niveau du pion.

B. Yuh et co-auteurs [Yuh 1999] ont modélisé le transfert thermique, les contraintes résiduelles et la distorsion par code d'éléments finis en 3D. Ils ont considéré une source de chaleur en mouvement et ajouté une distribution de chaleur simulant la chaleur générée par le frottement entre l'épaulement et la matière. La chaleur provenant de la déformation plastique autour du pion étant négligée.

Les paramètres qui influencent le plus la production de chaleur sont la forme du pion et l'angle d'inclinaison. L'inclinaison de l'outil provoque de plus grandes pressions du côté advancing side de l'épaulement. Beaucoup d'auteurs considèrent comme négligeable la quantité de chaleur créée par le pion, par conséquent la chaleur est considérée comme provenant uniquement de la friction au niveau de l'épaulement. D'autres simplifications ont été faites sur la géométrie de l'outil, notamment en prenant un pion cylindrique et un épaulement plat puis en séparant le phénomène de translation et de rotation de l'outil. P. Colegrove et co-auteurs [Colegrove 2000] ont développé un modèle en éléments finis, validé par des mesures de thermocouples, permettant de modéliser les flux thermiques mais aussi de matière. La modélisation a été faite sur un alliage 5083 O d'épaisseur 12mm en utilisant comme paramètres de soudage 350 tr/min et 1,72mm/s. On peut voir sur la *Figure.I.6* la comparaison entre les cycles thermiques modélisés et ceux mesurés par thermocouples.

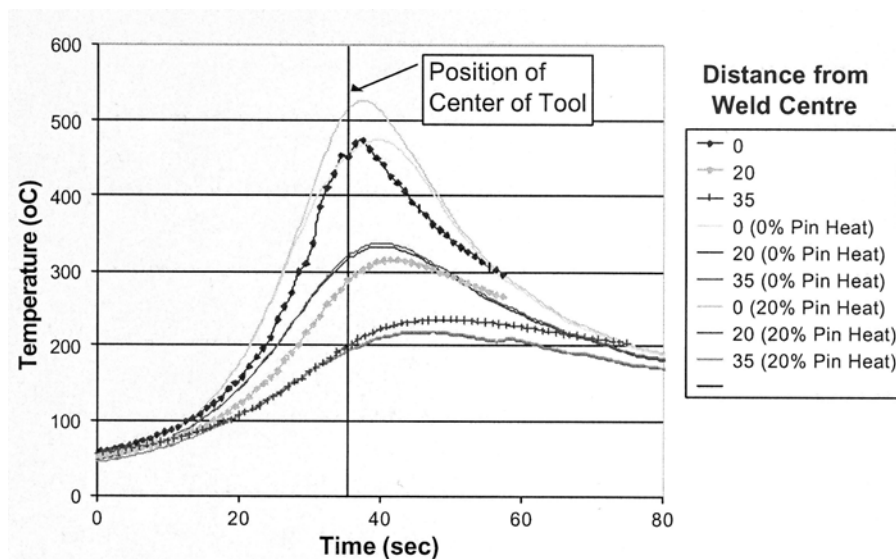


Fig.I.6 Comparaison des données du modèle thermique aux données enregistrées par thermocouples placés à 9mm de la surface et entre 0 et 35mm du centre de la soudure [Colegrove 2000]

A-4 Microstructures de la zone soudée

La soudure se compose de quatre zones principales présentant des microstructures et des propriétés différentes (*Fig.I.7*). En effet, le gradient thermique et le gradient de déformation impliquent un gradient des microstructures à travers la soudure. De nombreuses

études ont été menées sur l'évolution microstructurale, principalement sur les alliages de la série 2000, 6000 et 7000 qui sont les meilleurs candidats à ce type de soudage.

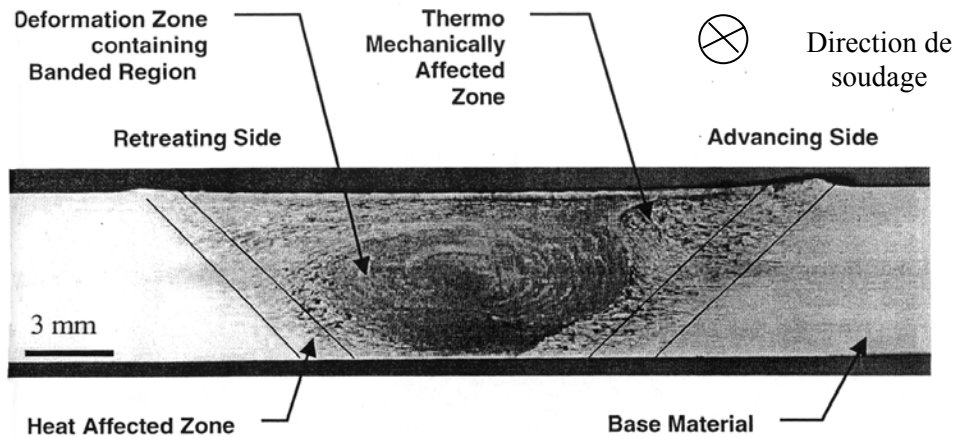


Fig.I.7 Profil d'un joint soudé selon une coupe perpendiculaire à la direction de soudage [TWI]

Le métal de base, qui se trouve loin de la zone soudée, ne subit ni déformation ni échauffement important. Par conséquent il conserve ses propriétés et microstructures d'origine.

Comme son nom l'indique, la zone affectée thermiquement (ZAT ou HAZ) subit un échauffement compris entre 150°C et 350°C sans déformation notable [Frigaard 2001]. La texture granulaire est identique à celle du métal de base, cependant la population de dislocations et l'état de précipitation peuvent changer. Dans les alliages à l'état T6 ou T7, la précipitation durcissante initiale devient plus grossière, entraînant une chute de la dureté. Pour les alliages à l'état T4, il y a d'abord un pic de dureté lié à la précipitation de la phase durcissante, puis en se rapprochant du centre de la soudure la précipitation grossit et la dureté diminue. Cette zone est similaire à la zone affectée thermiquement que l'on observe lors du soudage par fusion. Sa taille dépend du profil temps – température et donc de la vitesse de soudage et de la perte de chaleur à travers les fixations.

La zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM ou TMAZ) se trouve autour du noyau soudé. Elle connaît une histoire thermique et plastique complexe (déformation $\epsilon \approx 5$), ce qui peut induire un début de recristallisation et des phénomènes de précipitation et/ou de réversion des précipités en place dans le métal de base. Les grains initiaux subissent une rotation pouvant atteindre 90°. Les pics de températures dans cette zone sont compris entre 350°C et 450°C [Frigaard 2001].

Le noyau soudé ou "nugget" subit la plus grande déformation plastique et la température peut atteindre les 500°C. A cette température les précipités présents peuvent se dissoudre et les intermétalliques sont broyés et redistribués par la grande déformation plastique ($\epsilon \approx 10-15$). La taille du noyau est un peu plus grande que la taille du pion. Il est entièrement recristallisé de façon dynamique [Murr 1997] [Sato 2001b], les grains sont fins et equiaxes avec un diamètre compris entre 1 et 10µm suivant les cas.

Une autre zone, appelée flow arm, se situe au-dessus du noyau, dans la partie haute du joint. Elle se forme quand l'épaulement vient forger la matière et sa microstructure est entièrement recristallisée.

A-5 Propriétés des joints

A-5-1 Dureté

Le profil de dureté à travers la soudure change de forme selon l'alliage et l'état initial, notamment entre les alliages à durcissement par écrouissage, série 5XXX, et ceux à durcissement structural, séries 2XXX, 6XXX et 7XXX.

Pour les alliages 5XXX à l'état recristallisé (état O), le profil de dureté est plat [Sato 2001b] (Fig.I.8a). Les alliages 5XXX à l'état écroui présentent une importante chute de la dureté suite à une recristallisation de la zone soudée (Fig.I.8b). Normalement, seul le noyau et une petite zone autour présentent une structure recristallisée. Cependant, M. Peel et co-auteurs [Peel 2003] notent qu'avec un épaulement de 9mm de rayon, la zone recristallisée s'étale sur 15mm de part et d'autre de la ligne de soudage. La microstructure est principalement influencée par le flux de chaleur apporté par frottement entre l'épaulement et la tôle, plutôt que par l'ensemble chaleur et déformation fournies par le pion. Les nouveaux grains germent sur les joints de grains initiaux.

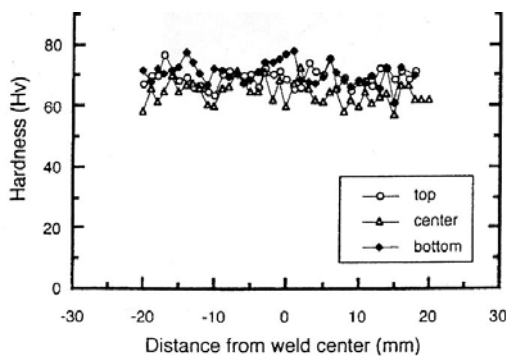


Fig.I.8a Profil de dureté à travers une soudure 5083 O [Sato 2001b]

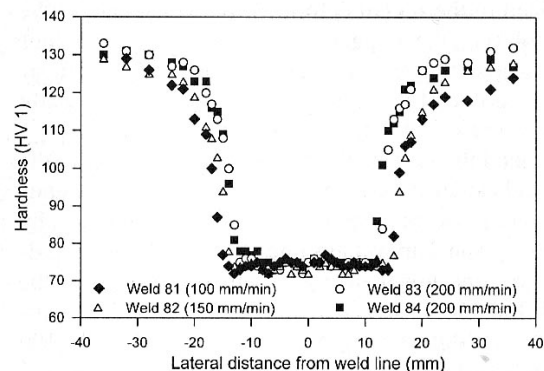


Fig.I.8b Profil de dureté à travers une soudure 5083 H19 [Peel 2003]

Pour les alliages à durcissement structural, série 2XXX, 6XXX et 7XXX, la dureté est minimale dans la zone soudée (Fig.I.9). Elle chute de façon significative dans le noyau et dans la ZATM [Sato 2001c]. Dans le noyau ce phénomène est dû à la structure recristallisée dans laquelle les grains possèdent peu de dislocations, et à la dissolution des précipités durcissants [Svensson 1999].

La ZATM est marquée par la croissance ou la coalescence de la phase durcissante et ce quel que soit l'alliage [Sato 1999] [Murr 1998] [Biallas 1999]. A. von Strombeck et co-auteurs expliquent que c'est la compétition entre les processus de précipitation et de coalescence qui implique un minimum de dureté à la frontière ZATM – ZAT [von Strombeck 1999].

Pour les alliages sur-revenus, la ZAT est composée d'un mélange de précipités coalescés et de précipités durcissant qui se sont formés sur des dispersoïdes [Murr 1998] [Leonard 2000] [Svensson 1999] [Strangwood 1999] [Mahoney 1998]. Le fait que la dureté

soit plus grande dans le noyau comparé à la ZAT peut venir du durcissement par solution solide et de la fine taille des grains [Leonard 2000].

Pour le joint 2024 T3, la dureté chute dans la zone soudée et atteint un minimum à la limite ZAT – ZATM (Fig.I.9). Puis, près du noyau, l'écroutissage induit par le soudage entraîne une remontée de la dureté. Le noyau présente une structure fine recristallisée ainsi qu'une diminution de la densité de dislocations. De plus, les hautes températures atteintes durant le soudage entraînent la dissolution des précipités présents, ce qui permet, de retour à température ambiante, la formation de précipités durcissants. La ZATM présente un minimum de dureté à cause de la coalescence des précipités qui perdent leur cohérence avec la matrice. Dans la ZAT on note un pic de dureté dû à la formation de précipités S' durcissants [von Strombeck 1999] [Biallas 1999].

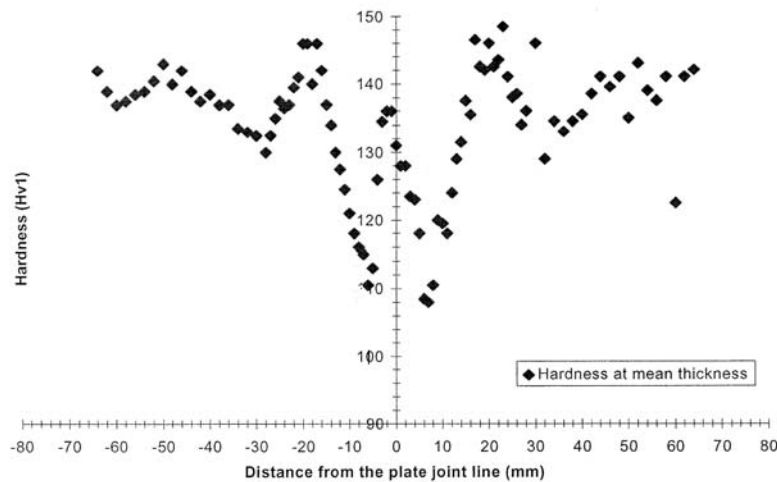


Fig.I.9 Profil de dureté d'un joint 2024 T351 [Bussu 1999]

A-5-2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques de la zone soudée par FSW sont meilleures que celles des soudures avec fusion car elles gardent des propriétés relativement peu diminuées par rapport au métal de base [Djapic-Oosterkamp 2000] [von Strombeck 1999] [Hannour 2000]. L'augmentation des vitesses de soudage permet d'augmenter la dureté du noyau et d'améliorer les propriétés mécaniques [Biallas 1999].

Le rapport contrainte à la rupture FSW / contrainte à la rupture du matériau de base est d'environ 0,8 - 0,9 pour le joint 2024 T3, cependant il dépend fortement de l'épaisseur du joint [von Strombeck 1999] [Biallas 1999]. Un traitement thermique après soudage améliore ce facteur pour l'alliage 7000 mais ne change rien pour l'alliage 2000. D'après l'étude de G. Bussu et P.E. Irving [Bussu 1999] sur un alliage 2024 T351, le soudage dégraderait les propriétés en fatigue dans le sens transversal. Cependant, l'élimination de toutes les irrégularités de surface dues au soudage permet de retrouver des propriétés en fatigue comparables à celle du métal de base. La rupture démarre toujours sur un site possédant une diminution locale de la dureté, notamment dans la ZATM pour le joint 2024 T351. A. von Strombeck et co-auteurs [von Strombeck 1999] ont tracé l'évolution des propriétés mécaniques à travers un joint soudé 2024 T3 (Fig.I.10). Pour cela ils ont effectué des essais de traction sur des micro-éprouvettes prélevées dans les différentes zones.

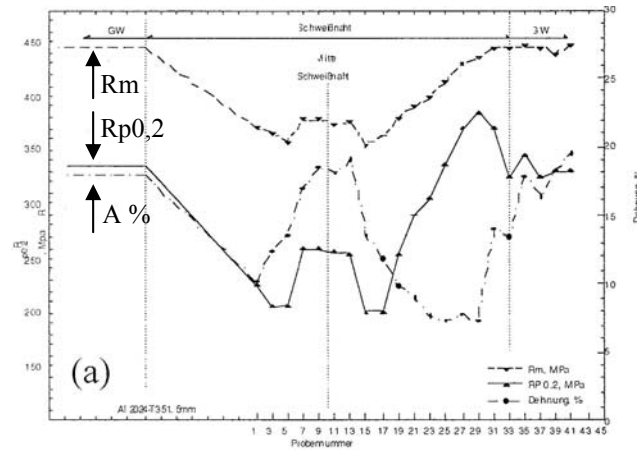


Fig.I.10 Résultats des essais de traction sur micro-échantillons prélevés dans un joint 2024 T351
[von Strombeck 1999]

Les contraintes résiduelles mesurées sont plus faibles que celles observées dans des joints soudés par fusion. M. James et M. Mahoney [James 1999] notent la présence d'une contrainte résiduelle plus importante au niveau de la ZATM. K.V. Jata et co-auteurs [Jata 2000b] ont tracé l'évolution des contraintes résiduelles sur une demi-soudure dans un alliage 7050 T7451 (Fig.I.11). Les contraintes résiduelles longitudinales sont compressives et peuvent influencer la résistance à la fatigue [Dalle Donne 2000].

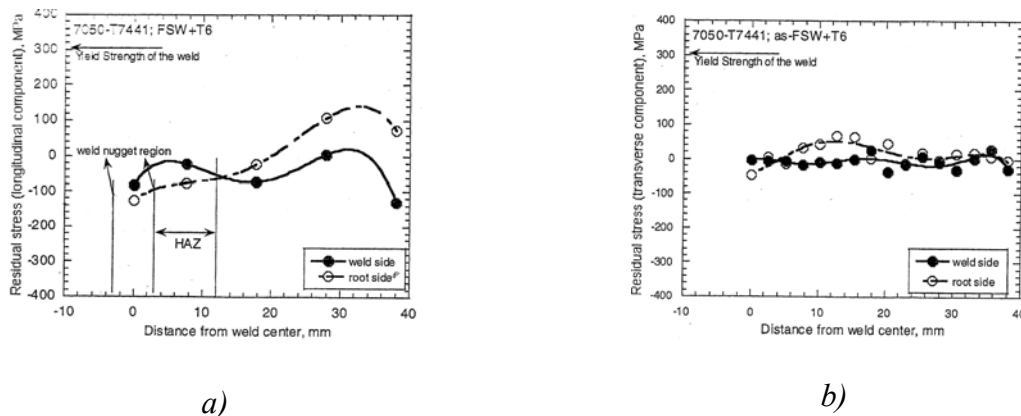


Fig.I.11 Contraintes résiduelles mesurées durant un test de fatigue sur une éprouvette entaillée d'alliage 7050 T7441 soudé puis traité thermiquement T6 [Jata 2000b]
a) contrainte résiduelle longitudinale parallèle à l'entaille
b) contrainte résiduelle transversale, perpendiculaire à l'entaille

A-6 Traitement thermique post-soudage

Dans le but d'améliorer les propriétés des joints, de nombreuses études sur l'effet de traitements post-soudage ont été menées sur les alliages 6000 [Sato 2001c] [Denquin 2002] [Sato 1999]. Y.S. Sato explique l'augmentation du durcissement après traitement thermique par la formation de zones GP qui se transforment ensuite en aiguilles durcissantes, ce qui améliore les propriétés mécaniques de façon importante. La zone possédant le minimum de dureté après soudage, présente de larges précipités β' moins cohérents et donc moins durcissants que les aiguilles. Ces précipités consomment beaucoup de soluté et ne se

dissolvent pas lors du traitement thermique, par conséquent la précipitation durcissante est bloquée et il n'y a aucune amélioration des propriétés. Des phénomènes similaires ont été constatés, pour l'alliage 7050, par K.V. Jata et co-auteurs [*Jata 2000b*], où la ZAT ne connaît pas d'amélioration ni en dureté ni en ductilité avec le développement d'une zone dénudée de précipités au niveau des joints de grain (PFZ) [*Strangwood 1999*] [*Mahoney 1998*].

B Précipitation homogène dans l'alliage 2024

Nous ferons ici une description succincte des différentes phases observées dans nos matériaux d'étude. Une approche plus détaillée de la précipitation dans l'alliage 2024 se trouve en annexe.

B-1 Phases d'équilibre

La phase durcissante qui précipite dans les alliages AlCuMg dépend de la quantité de cuivre et du rapport massique cuivre/magnésium ainsi que des paramètres de vieillissement. Si ce rapport est supérieur à 8, l'agent durcissant est alors Al_2Cu . Dans un alliage avec un rapport compris entre 4 et 8 deux types de précipités sont activés (Al_2Cu et Al_2CuMg). Entre 4 et 1,5 seul Al_2CuMg contrôle les propriétés ; en dessous de cette proportion les propriétés dépendent de Al_6CuMg_4 [Mondolfo 1976]. Pour notre étude nous avons utilisé un Al-3,98Cu-1,48Mg (pds %), par conséquent ce rapport est proche de 2,7 et la phase d'équilibre est la phase S Al_2CuMg qui fut étudiée dès 1943 [Perlitz 1943] (Fig.I.12).

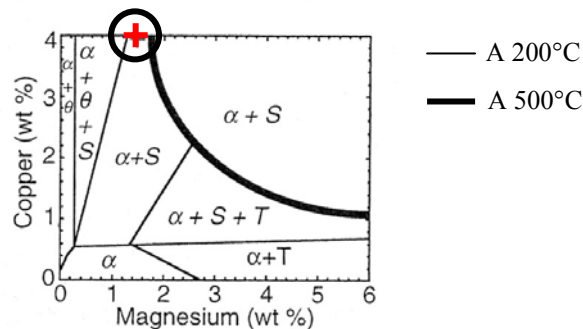


Fig.I.12 Diagramme de phase d'un alliage ternaire AlCuMg.
La croix donne la position de notre alliage

La première séquence de précipitation de la phase S fut établie par Bagaryatskii [Bagaryatskii 1952a et b] :

Solution solide sursaturée $\alpha \rightarrow$ zones GPB \rightarrow Phase S'' \rightarrow Phase S' \rightarrow Phase S

avec zones GPB pour zones de Guinier-Preston-Bagaryatskii. Ce nom fut donné par Bagaryatskii pour différencier les amas d'atomes observés dans les alliages ternaires AlCuMg, des zones Guinier-Preston se formant dans les alliages binaires Al-Cu.

Cette séquence de précipitation est encore très controversée, on se reportera à l'annexe 1 pour le détail des mécanismes proposés.

Au cours de notre étude nous nous sommes intéressés à deux états initiaux de l'alliage 2024, l'état T351 et l'état T6.

B-2 Précipités initialement présents dans l'alliage 2024 T351

L'alliage 2024 T351 a mûri à température ambiante après une trempe, par conséquent il est durci par des zones GPB. Ces zones GPB se forment à une température proche de 80°C et se dissolvent à 200°C. Leur structure n'a pas été définitivement établie mais

il est généralement admis qu'elles se composent d'un arrangement d'atomes de Cu et de Mg (Fig.I.13).

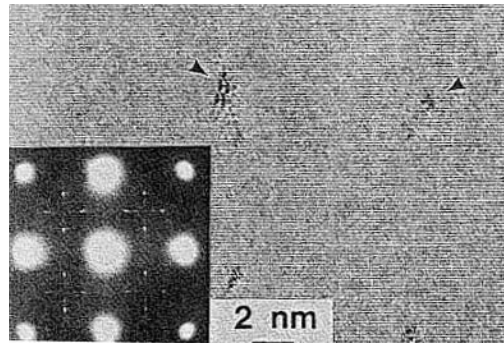


Fig.I.13 Image de zones GPB par HREM et cliché de diffraction associé
Al-1,1Cu-1,7Mg-0,1Ag (at %) [Ringer 1997b]

Les zones GPB ne sont pas observables par MET conventionnelle, c'est pourquoi une étude complémentaire par DSC (Differential Scanning Calorimetry) a été menée. Sur la courbe de DSC d'un alliage Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) trempé après mise en solution, le pic A est apparenté à la formation des zones GPB et le point B a leur dissolution (Fig.I.14). L'origine du point C est encore controversée. Pour certains auteurs [Bagaryatskii 1952 a et b] [Cuisiat 1984] [Ratchev 1998] [Zahra 1998] [Charai 2000] il serait lié à la dissolution d'une phase métastable S". D'autres auteurs [Silcock 1960] [Wilson 1965] [Jena 1989] [Shih 1996] [Ringer 1997a et b et 1998] ne remarquent pas de précipités S" mais une simple mise en ordre des zones GPB que l'on nomme parfois GPB2. Par conséquent, le point C serait lié à la dissolution des zones GPB2.

Dans notre étude, nous appellerons les points B et C à la dissolution d'une seule phase que nous appellerons zones GPB.

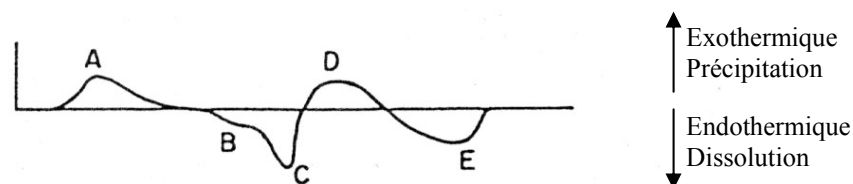


Fig.I.14 Diagramme DSC d'un Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) après mise en solution.
A : Formation des zones GPB, B : Dissolution des zones GPB, C : Dissolution des zones GPB2 ou S'', D : Formation de la phase S'(S) et E : Dissolution de la phase S'(S)
[Jena 1989]

B-3 Précipités initialement présents dans l'alliage 2024 T6

L'alliage 2024 T6 a été traité thermiquement afin d'atteindre le pic de dureté. La phase durcissante de cet état est la phase S' (Fig.I.15 et 16).

Nous voyons sur le diagramme de DSC (Fig.I.14) qu'il n'existe pas deux pics distincts pour la précipitation de la phase S' semi-cohérente et pour la précipitation de la phase S incohérente (pic D). Le pic D en DSC serait lié à la précipitation de la phase S' puis à sa mise en ordre aboutissant à la phase S. Quasiment tous les auteurs considèrent que la phase S' est

une version un peu distordue de la phase S. Gupta [Gupta 1987] montre que les structures cristallographiques des phases S' et S sont les mêmes et que seuls les paramètres de maille sont légèrement différents. Par conséquent, les états S' et S étant de nature très proche ils sont souvent regroupés sous la nomination S'(S). Le pic D est donc associé à la précipitation de la phase S'(S) et le pic E à sa dissolution.

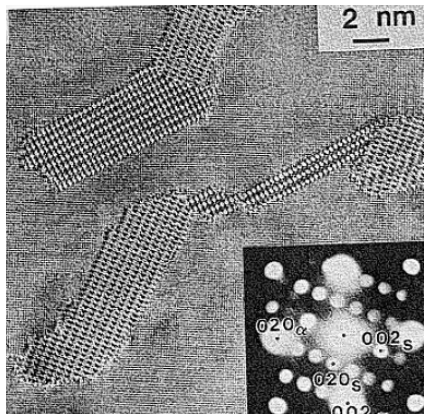


Fig.I.15 Image des précipités S' en HREM et cliché de diffraction associé. Al-1,1Cu-1,7Mg-0,1Ag (at %) vieilli 500h à 150°C (pic de dureté) [Ringer 1997b]

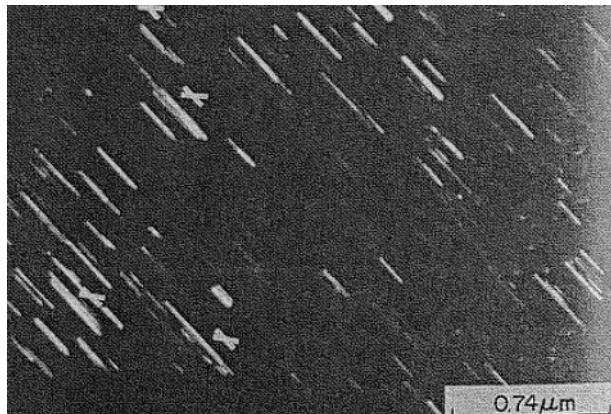


Fig.I.16 Précipités S' d'un alliage Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) vieilli 7 jours à 190°C (champ sombre) [Gupta 1987]

B-3-1 Structures cristallographiques des phases S' et S

Plusieurs modèles ont été proposés pour définir la maille cristallographique de la phase S'(S). Cependant, de nombreux auteurs [Perlitz 1943] [Mondolfo 1976] [Majimel 2002] [Radmilovic 1999] s'accordent à dire que la maille est orthorhombique de groupe d'espace Cmc₂m et de paramètres de maille a=0,4nm b=0,923nm et c=0,714nm avec une variation maximale de 8.10⁻³ nm entre les modèles (Fig.I.17). La maille se composerait de 16 atomes avec la répartition Al:Cu:Mg = 2:1:1. Les principales controverses entre ces auteurs portent sur les positions atomiques du cuivre et du magnésium.

D'autres auteurs [Yan 1990] [Cuisiat 1984] présentent une variation du groupe d'espace et du nombre d'atomes par maille, cependant différentes études comparatives [Pérez 1997] [Wolverton 2001] confortent le premier type de modèle.

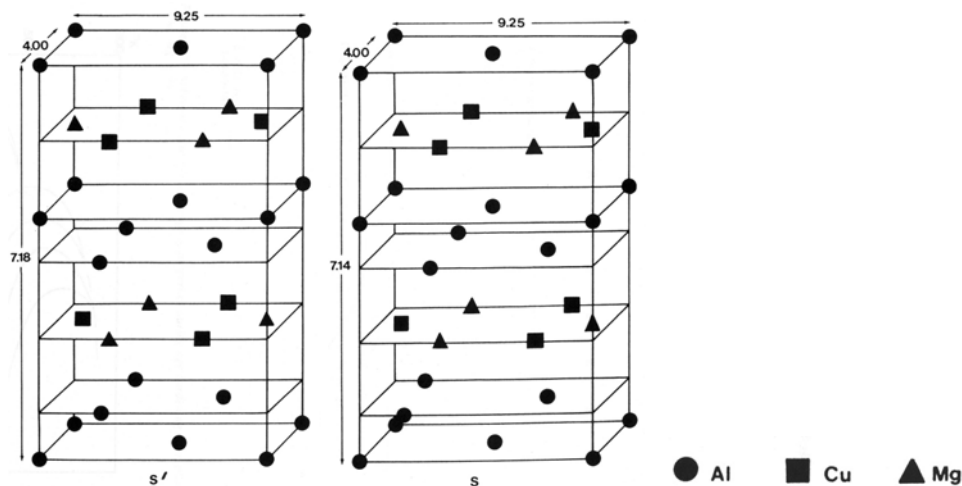


Fig.I.17 Structure cristallographique de la phase S' et S [Mondolfo 1976]

B-3-2 Relations d'orientation des phases S' et S avec la matrice

Les précipités S' et S ayant une structure très proche et peu différentiable, il est de coutume de noter la phase S'(S). Les précipités de phase S'(S) se présentent sous forme de lattes sur les plans $\{012\}_\alpha$ et allongées le long des directions $\langle 001 \rangle_\alpha$ de la matrice. Les relations d'orientations sont [Bagaryatskii 1952] [Silcock 1960] [Wilson 1965]:

$[100]_{S'} // [100]_\alpha$ le long de la latte

$[010]_{S'} // [0-21]_\alpha$ et $[001]_{S'} // [012]_\alpha$ (Fig.I.18)

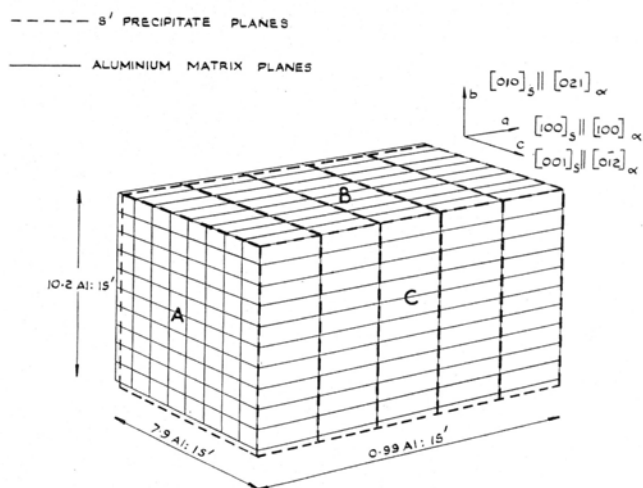


Fig.I.18 Schémas montrant la périodicité des plans d'aluminium et de la phase S' [Wilson 1965]

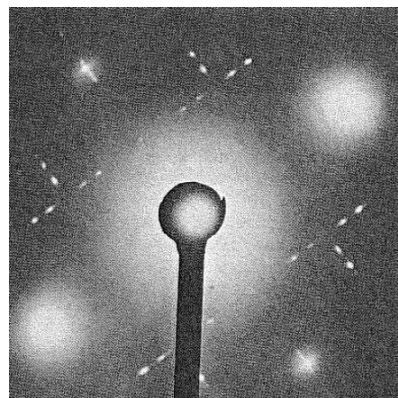


Fig.I.19 Cliché MET de diffraction en axe de zone $[001]_\alpha$ Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) vieilli 7 jours à 190°C [Gupta 1987]

Les relations d'orientation permettent de simuler correctement les clichés de diffraction obtenus expérimentalement [Gupta 1987] (Fig.I.19). Les diagrammes de diffraction se composent de huit points formant une croix centrée sur la position $(011)_\alpha$.

Un second type de précipités S'(S) a été mis en évidence (Fig.I.20), néanmoins, nous utiliserons uniquement les relations cristallographiques du premier type pour mettre en évidence la présence de la phase S'(S).

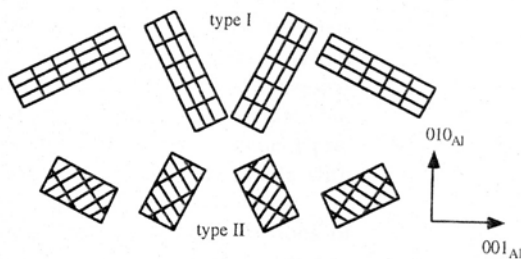


Fig.I.20 Illustration schématique des différents variants des deux types de précipités le long de l'axe de zone $[001]_\alpha$ [Radmilovic 1999]

B-4 Séquence de précipitation

Comme nous l'avons dit, la première séquence de précipitation établie par Bagaryatskii [Bagaryatskii 1952a et b] est encore très controversée.

Solution solide sursaturée α \rightarrow zones GPB \rightarrow Phase S'' \rightarrow Phase S' \rightarrow Phase S

De plus en plus d'auteurs [Shih 1996] [Charaï 2000] [Zahra 2002] s'accordent pour dire que la séquence de précipitation des alliages du type 2024 se divise en deux. D'un côté la précipitation de la phase S'' ou GPB2 découlant des zones GPB et de l'autre la précipitation de la phase S'(S).

Solution solide sur saturée α \rightarrow clusters riches en cuivre? \rightarrow GPB \rightarrow GPB2 ou S''

Solution solide sur saturée α \rightarrow clusters riches en magnésium? \rightarrow S' \rightarrow S

A la vue des méthodes utilisées pour notre étude (DSC et MET conventionnelle) et des nouvelles séquences de précipitation proposées, nous avons fait le choix de ne distinguer que deux états de précipitation. Premièrement les zones GPB qui englobent les zones GPB et GPB2 ou S''. Deuxièmement, les précipités S' et S que nous regrouperons sous le nom S'(S) du fait de leur nature très proche.

C Restauration et recristallisation

La restauration et la recristallisation sont des phénomènes complexes qui ne sont pas aisés à découpler. Durant le soudage FSW c'est la restauration et la recristallisation dynamique qui sont prépondérantes dans la zone très déformée.

C-1 Introduction

L'énergie emmagasinée dans un matériau augmente durant la déformation plastique à cause de l'introduction de dislocations. Le matériau se retrouve dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état plus stable grâce à l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation [Humphreys 1995].

La restauration implique un réarrangement des dislocations en une structure moins énergétique, comme par exemple la formation de sous joints de grains (Fig.I.21b). Cependant, les propriétés du matériau ne sont que partiellement retrouvées car les structures de dislocations ne sont pas entièrement modifiées. En effet, lors de la restauration il n'y a pas migration des joints de grains fortement désorientés ($\theta \geq 10-15^\circ$) [Doherty 1997]. La diminution de dureté est modérée et la cinétique relativement lente.

Durant la recristallisation il y a formation d'une nouvelle structure de grains dépourvue de dislocations (Fig.I.21c). La germination des nouveaux grains a lieu dans les zones très déformées.

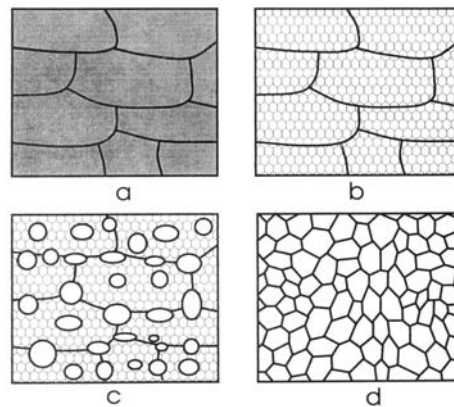


Fig.I.21 Mécanisme de restauration – recristallisation [Humphreys 1995]
a) état déformé, b) restauré, c) partiellement recristallisé, d) totalement recristallisé

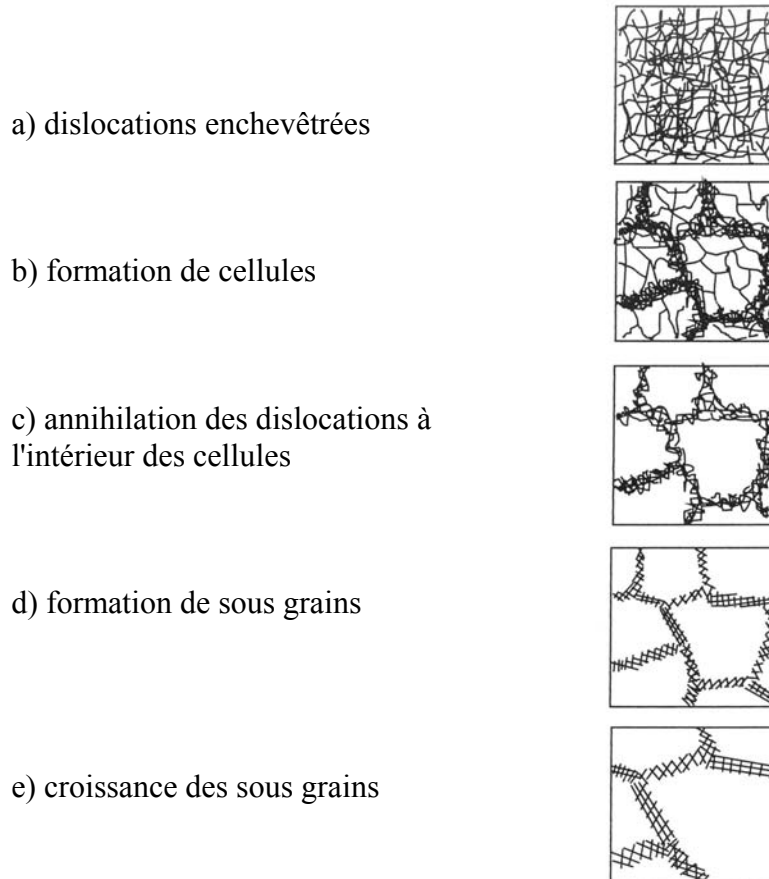
La restauration et la recristallisation sont en compétition durant un recuit. Dans le cas de matériaux à forte énergie de faute d'empilement, comme l'aluminium, les dislocations n'ont pas d'intérêt énergétique à ce dissocier. Elles restent donc parfaites et gardent une grande mobilité, ce qui leur permet de s'annihiler facilement. Ce type de matériaux va donc privilégier la restauration. Néanmoins, la recristallisation est favorisée par l'augmentation de la température et de la vitesse de déformation.

C-2 Restauration et recristallisation statiques

Les phénomènes sont statiques lorsqu'ils se produisent durant le recuit d'un matériau déformé.

C-2-1 Restauration

Le recuit apporte suffisamment d'énergie pour mettre en mouvement les dislocations et leur permettre de s'annihiler soit par glissement soit par montée (*Fig.I.22*).



*Fig.I.22 Récapitulatif des différentes étapes de la restauration
[Humphreys 1995]*

C-2-2 Recristallisation

La restauration est un mécanisme continu tandis que la recristallisation peut être continue ou discontinue. Cependant, une déformation plastique minimale est nécessaire pour activer la recristallisation.

C-2-2-1 Recristallisation continue

Il n'est pas évident de distinguer la recristallisation continue de la restauration. Tandis que la recristallisation continue met en jeu des joints de grains fortement désorientés, sans

germination de nouveaux grains, la restauration est à l'origine de la migration de sous joints de grains [Humphreys 1995] [Doherty 1997].

C-2-2-2 Recristallisation discontinue

A partir d'une certaine déformation, on peut localement atteindre une densité critique de dislocations qui permet la genèse de nouveaux grains dépourvus de dislocations. Ces grains vont ensuite croître en consommant toute l'ancienne structure et la microstructure résultante contiendra très peu de dislocations.

La germination et la croissance de nouveaux grains peuvent être induites par la présence suffisante de particules secondaires dures telles que les intermétalliques (Fig.I.23). Ce phénomène s'appelle la PSN ou Particule stimulated nucleation.

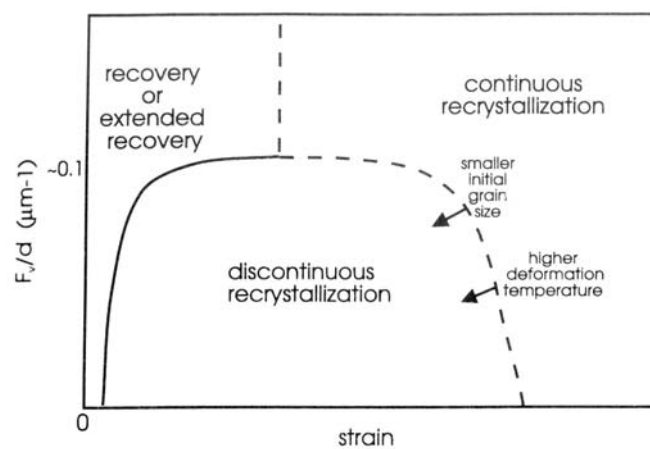


Fig.I.23 Répartition des phénomènes de restauration et recristallisation en fonction de la déformation et de la répartition des particules [Humphreys 1995]

C-2-2-3 Rôle des particules secondaires sur la recristallisation

Au niveau des particules, une forte densité de dislocations et un large gradient d'orientations peuvent exister, ce qui favorise la recristallisation. La germination stimulée par particules est associée à la rotation de la structure granulaire dans le cas de particules mesurant plus de 100nm, ou à des zones déformées autour de petites particules lors de faibles déformations (Fig.I.24). La recristallisation germe au niveau d'un sous grain contenu dans la zone déformée qui va croître jusqu'à complète consommation de cette zone [Humphreys 1990] [Ardakani 1994].

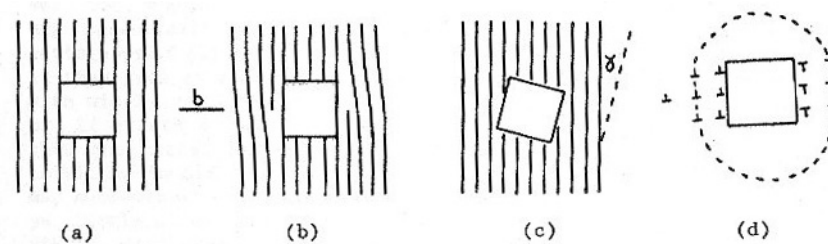


Fig.I.24 Schémas de la relaxation plastique a) non déformé b) non relaxé c) relaxation par rotation d) formation d'une zone déformée [Humphreys 1990]

Si les particules ont une taille inférieure à 100nm, la germination et la croissance de nouveaux grains sont ralenties par la force de Zener. La même remarque est faite pour les alliages à solution solide, où ce sont les atomes de soluté qui ancrent les joints [Mould 1967]. A partir de l'expression de la force de freinage par unité d'aire (équation I.1) et celle de l'énergie motrice de migration des joints (équation I.2), on peut calculer une taille critique correspondant à la taille maximale que peut atteindre le grain (équation I.3). Dans ce cas, la force de Zener est égale à la force motrice.

$$F_{Zener} = \frac{3\gamma f}{2r} \tag{I.1}$$

avec r : le rayon des particules
 f : la fraction volumique des particules
 γ : l'énergie du joint par unité de surface

$$F_m = \frac{2\gamma}{R} \tag{I.2}$$

avec R le rayon de courbure du joint

Si l'on considère que le rayon de courbure du joint est proche du diamètre du grain final, la taille critique d_c est déterminée par l'équation I.3.

$$d_c = \frac{4r}{3f} \tag{I.3}$$

C-2-2-4 Cas des alliages AIMg

Les principaux paramètres jouant sur la cinétique de restauration sont la déformation initiale, la température du recuit et la pureté de l'alliage [Verdier 1996] (Fig.I.25 et 26).

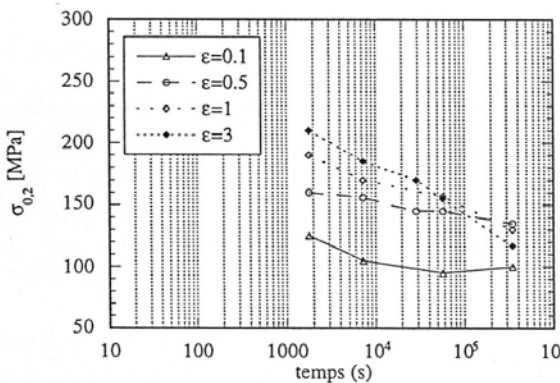


Fig.I.25 Effet de la prédéformation sur la cinétique de restauration à $T=220^{\circ}\text{C}$ d'un alliage $1070+2,5\text{Mg}$ (pds %) [Verdier 1996]

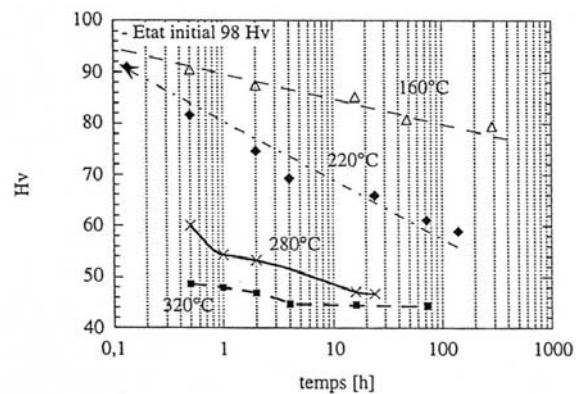


Fig.I.26 Effet de la température de recuit sur la cinétique de restauration d'un alliage $1070+2,5\text{Mg}$ (pds %) $\epsilon=0,5$ [Verdier 1996]

Barioz [Barioz 1992] a montré que la restauration dans les AIMg se divisait en deux stades, un premier rapide à temps court puis un second plus lent. Les atomes de soluté Mg se mettent préférentiellement sur les dislocations afin d'accommoder la distorsion liée à la différence de taille entre les atomes d'aluminium et ceux de magnésium. Par conséquent, ils bloquent le mouvement des dislocations et donc la restauration. Le premier stade d'adoucissement peut être attribué à la dissolution des amas de magnésium ségrégués aux niveaux des sous joints ou des dislocations, ce qui induit une chute rapide de la dureté dès le

début du recuit (Fig.I.27). Le deuxième stade de restauration est lié au glissement dévié des dislocations sous l'effet de la contrainte interne et de l'activation thermique. La dureté chute très lentement.

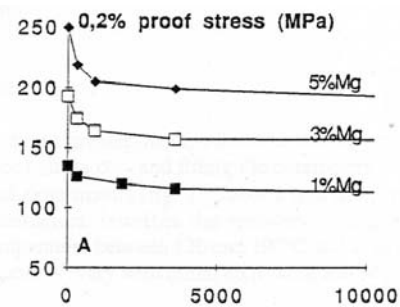


Fig.I.27 Evolution de la limite élastique en fonction du temps de recuit. Effet de la concentration en Mg sur la cinétique de restauration d'alliages déformés à 0,5 et recuits à 160°C [Barioz 1992]

La recristallisation succède à la restauration selon un processus continu de croissance des sous grains et cause une chute rapide de la dureté (Fig.I.28).

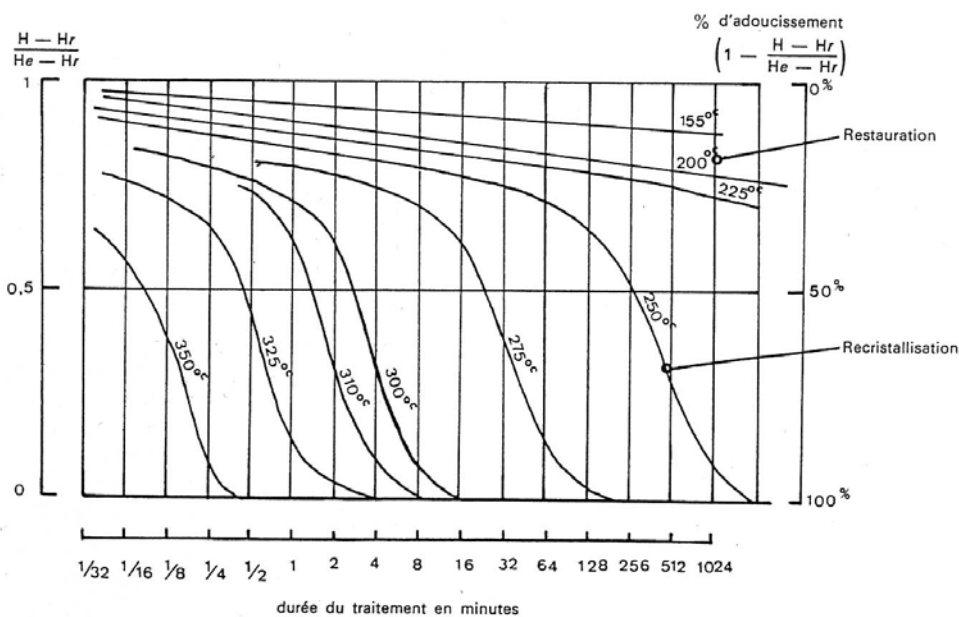


Fig.I.28 Cinétique de restauration-recristallisation d'un Al 3%Mg pour différentes températures de recuit [Boutin 1973]

C-3 Restauration et recristallisation dynamiques

La restauration et la recristallisation dynamiques ont lieu durant une déformation à chaud.

C-3-1 Restauration

Durant les premiers stades de déformation, le nombre de dislocations s'accroît ce qui, d'une part augmente la contrainte et d'autre part entraîne la croissance de la force motrice de

la restauration. Pendant cette période, une structure de sous grains se développe. A partir d'une certaine déformation, la création de dislocations par déformation et l'élimination de ces dernières par restauration s'égalisent, on est en équilibre dynamique (*Fig.I.29*). Des joints faiblement désorientés sont formés comme en restauration statique. Cependant, la contrainte appliquée ajoute une pression qui stimule le mouvement des joints faiblement désorientés et donc deux joints opposés vont essayer de croître dans une direction opposée, ce qui permet de conserver une forme equiaxe durant la déformation.

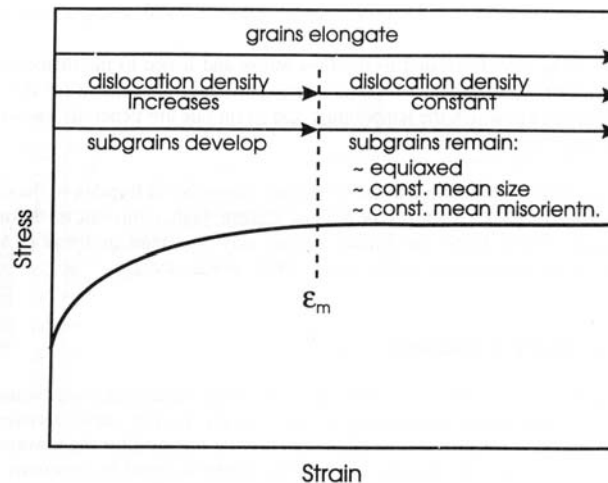


Fig.I.29 Evolution de la microstructure au cours de la restauration dynamique [Humphreys 1995]

Pour les matériaux à forte énergie de faute d'empilement la montée des dislocations et le glissement dévié sont aisés. Par conséquent, la restauration dynamique est rapide à haute température.

C-3-2 Recristallisation

Comme pour la recristallisation statique, la recristallisation dynamique peut être continue ou discontinue.

C-3-2-1 Recristallisation continue

Lors de la recristallisation dynamique continue, la désorientation des sous joints augmente progressivement par l'absorption en continu des dislocations introduites par la déformation plastique [*Tsuzaki 1996*].

C-3-2-2 Recristallisation discontinue

Une déformation critique est nécessaire pour initier la recristallisation dynamique. De nouveaux grains germent au niveau des anciens joints de grains formant un collier. Si la différence de taille entre les grains initiaux et les grains issus de la recristallisation est importante alors plusieurs couches peuvent se développer jusqu'à un complet envahissement de l'ancienne microstructure (*Fig.I.30*). Contrairement à la recristallisation statique, lors de la recristallisation dynamique la densité de dislocations augmente dans les nouveaux grains car le matériau continue à se déformer.

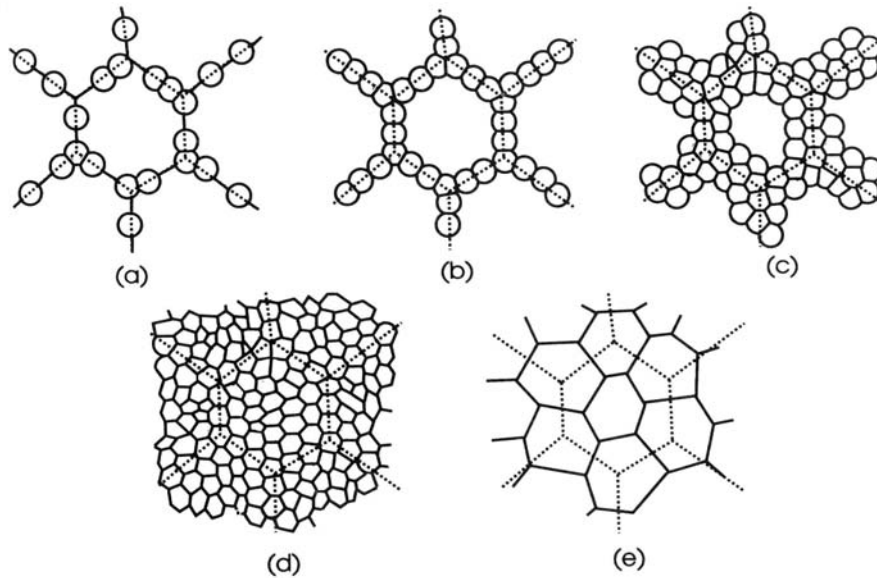


Fig.I.30 Evolution de la microstructure durant une recristallisation dynamique [Humphreys 1995] a et b) formation de germes au niveau des joints de grains c et d) multiplication des couches de sous-grains jusqu'à totale recristallisation e) croissance des sous-grains

La courbe contrainte-déformation durant une recristallisation dynamique peut être caractérisée soit par un seul large pic soit par un ensemble de petits pics (Fig.I.31). Cela dépend de la cinétique de recristallisation [Sakai 1984] (Fig.I.32). Pour de faibles contraintes de Zener, le matériau recristallise complètement avant de subir un nouveau cycle de recristallisation d'où la présence d'oscillations pour chaque cycle. Dans ce cas, on note une croissance des grains. Pour de fortes contraintes, un nouveau cycle de recristallisation commence alors que le premier n'est pas terminé, le matériau est continuellement dans un état de recristallisation partielle après le premier pic d'où la formation d'un plateau.

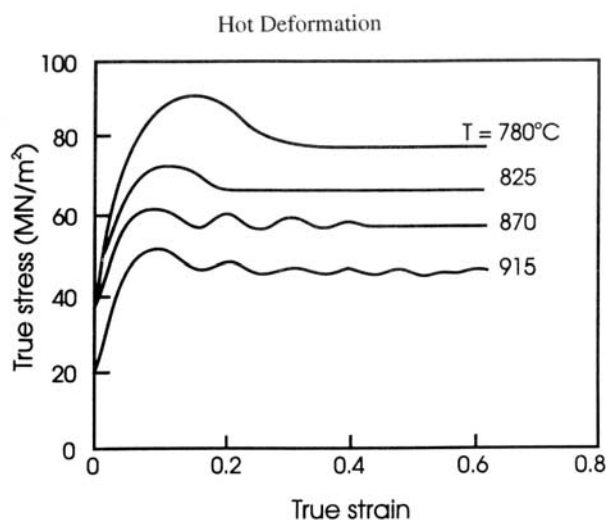


Fig.I.31 Effet de la température sur la courbe contrainte-déformation [Humphreys 1995]

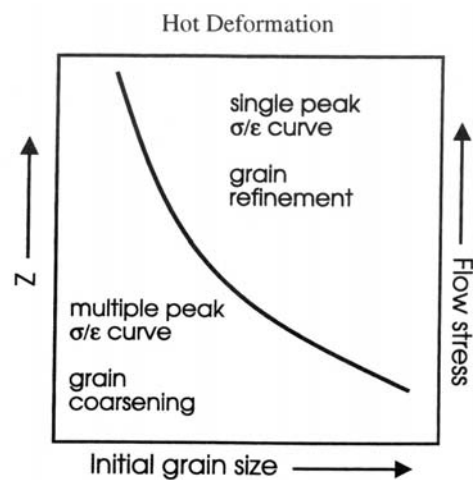


Fig.I.32 Effet de la contrainte et de la taille de grains sur la cinétique de recristallisation [Humphreys 1995]

C-3-2-3 Application au noyau soudé

Les grains recristallisés seraient, d'après K.V. Jata et co-auteurs [Jata 2000a], des sous grains très désorientés issus d'une recristallisation dynamique continue analogue au phénomène ayant lieu durant un laminage à chaud. Le glissement de dislocations entraînerait la rotation graduelle des sous grains ce qui serait à l'origine de l'augmentation de la désorientation des sous joints de grains. Cependant, J.Q. Su et co-auteurs [Su 2003] notent la présence de grains de taille inférieure à celle des sous grains, par conséquent ils considèrent que les grains du noyau ne peuvent pas être issus d'une recristallisation dynamique continue; ces auteurs proposent donc un autre mécanisme. Durant le cycle thermomécanique, il y a introduction de dislocations et croissance des grains. De petits sous grains faiblement désorientés se formeraient par restauration dynamique puis, l'introduction continue de dislocations dans ces sous grains entraînerait une recristallisation dynamique continue. A la fin du cycle thermique, le noyau connaîtrait une restauration comme dans la ZATM. Il y a donc bien recristallisation dynamique continue mais elle est liée à une restauration dynamique qui permet la création de nouveaux sous grains très fins.

C-3-2-4 Recristallisation dynamique géométrique

Ce procédé est utilisé pour expliquer la formation de cristallites fortement désorientées dans l'aluminium pur très déformé à haute température. Mc Queen et co-auteurs [Mc Queen 1985] sont les premiers à avoir introduit la notion de recristallisation dynamique géométrique. Lors d'essais de torsion à chaud, $\epsilon = 40$ et $T = 400^\circ\text{C}$, un adoucissement important apparaît dû à une recristallisation dynamique (Fig.I.33).

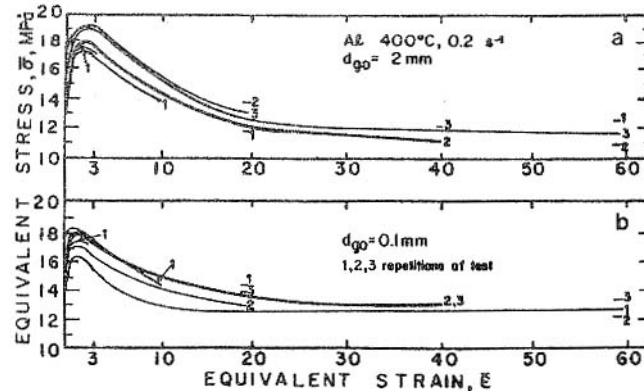


Fig.I.33 Adoucissement lié à la recristallisation dynamique lors d'un essai de torsion à chaud [Mc Queen 1985]

Durant la torsion, les grains s'allongent puis les joints de grains s'ondulent au contact des sous grains (Fig.I.34). La densité de dislocations à l'intérieur des grains reste constante même si la déformation augmente. De plus, durant la déformation l'aire des joints de grains augmente de façon importante sans que le nombre de grain ne change. A partir du moment où l'épaisseur du grain en torsion devient égale à deux fois la taille d'un sous grain, un tiers des sous joints sont déjà fortement désorientés à cause d'une interaction entre les sous joints et les joints de grains (Fig.I.35). Cette fraction ne change pas si l'on augmente la déformation et son apparition est soudaine, preuve que le phénomène en cours n'est pas une recristallisation dynamique continue. La microstructure se compose donc de sous grains séparés par des cristallites très désorientés [Mc Queen 1985] [Kassner 1987 et 1989a et b] [Solberg 1989].

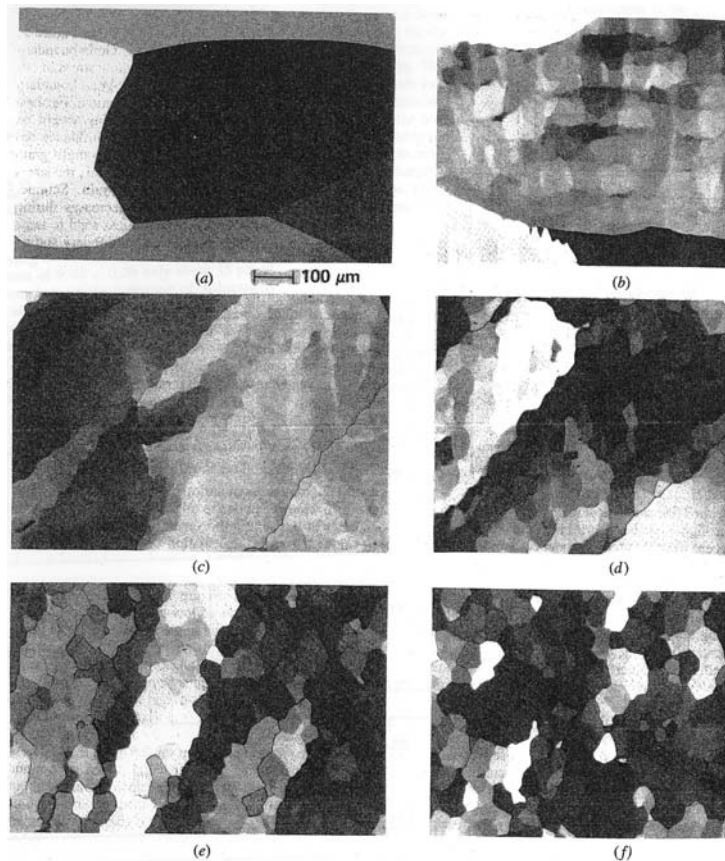


Fig.I.34 Evolution de la microstructure avec le taux de déformation a) non déformé b) $\epsilon=0,2$ c) $\epsilon=0,6$ d) $\epsilon=1,26$ e) $\epsilon=4,05$ f) $\epsilon=16,33$ L'axe de torsion est parallèle à l'axe horizontal des photos [Kassner 1987]

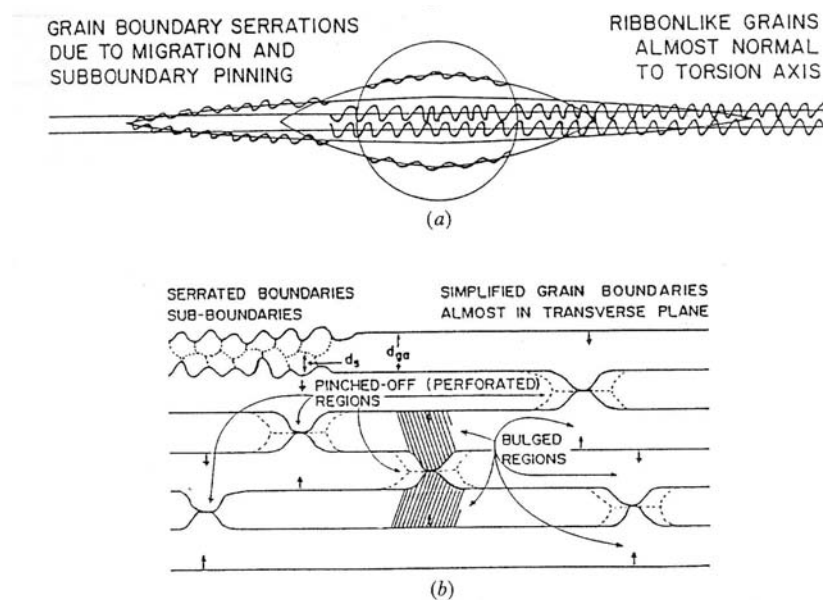


Fig.I.35 Mécanisme de la recristallisation dynamique géométrique. Allongement et ondulation des grains jusqu'à ce que $d_{ga}=2d_s$ puis interaction entre sous joints et joints de grains [Solberg 1989]

C-3-2-5 Cas des alliages AlMg

Plusieurs études ont été menées en torsion à chaud sur des AlMg afin d'éclaircir le mécanisme de recristallisation de ces alliages. En augmentant la concentration en magnésium, l'énergie de faute d'empilement diminue et la recristallisation dynamique discontinue est normalement favorisée par rapport à la restauration dynamique [Gourdet 2000]. Néanmoins, Henshall et co-auteurs [Henshall 1992] ne notent pas la présence de germes de nouveaux grains et donc la présence d'une recristallisation dynamique discontinue. De plus, la microstructure observée ressemble fortement à celle obtenue par essais de torsion à chaud sur de l'aluminium pur (Fig.I.36). Par conséquent, le mécanisme mis en jeu est une recristallisation dynamique géométrique induite par une restauration dynamique. La cinétique est cependant plus lente et les cristallites ont une plus petite taille dans les AlMg que dans l'aluminium pur [Cerri 1997].

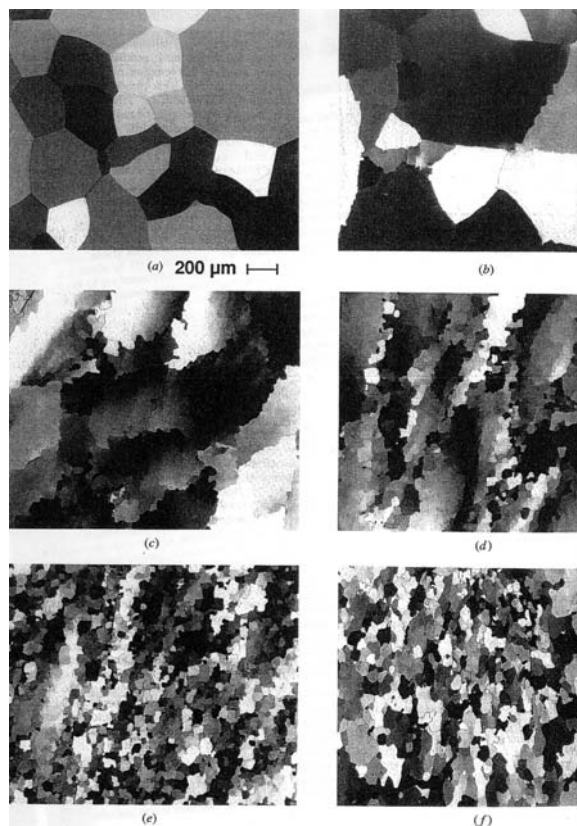


Fig.I.36 Evolution de la microstructure avec le taux de déformation en torsion à chaud (325°C) d'un Al 5,2pds% Mg a) $\epsilon=0$ b) 0,18 c) 1,1 d) 2,1 e) 4,3 f) 9 [Henshall 1992]

D Interactions précipitation, déformation, recristallisation

Durant le soudage les mécanismes de restauration, de recristallisation et de précipitation sont mis en jeu. Ces phénomènes peuvent être dynamiques ou statiques mais aussi interagissent les uns avec les autres. Cette partie développera brièvement les interactions possibles entre ces mécanismes pour des alliages durcis par la phase S.

D-1 Influence des dislocations sur la cinétique de précipitation

Bardi et co-auteurs [Bardi 2002] se sont intéressés à la précipitation dynamique de la phase S, dans un alliage 2618, par des essais de torsion à chaud. Cette étude fait intervenir les interactions entre les dislocations, la restauration et la précipitation. Afin d'accommoder la différence de taille entre les atomes d'aluminium et les atomes de solutés, les éléments d'alliage ségrégent sur les dislocations, ce qui facilite la germination de précipités. Durant le chauffage et la stabilisation en température de l'essai de torsion, il n'y a pas de germination. La précipitation prend place uniquement lors de la déformation à chaud avec une cinétique très rapide à cause de la forte densité de dislocations. A basse température, il se forme des zones GPB et de la précipitation fine et cohérente. A haute température, c'est la forme métastable S' voire la forme stable S qui précipite, ce qui induit une augmentation de la conductivité électrique et une chute de la dureté (Fig.I.37) [Bardi 2002] [Chawla 1991].

Sur la Figure.I.38, nous voyons que le comportement d'un matériau déformé puis recuit et d'un matériau déformé à chaud est différent. Le matériau déformé puis recuit précipite de façon semi-cohérente, voir incohérente, immédiatement en induisant une haute conductivité électrique. Par contre le matériau déformé à chaud, à la même température, ne précipite que des zones GPB. En effet, dans le premier cas, la densité de dislocations est très importante dès le début du recuit ce qui accélère et favorise la précipitation hétérogène. Dans le cas du matériau déformé à chaud, il y a moins de dislocations et la température n'est pas assez haute, ce sont donc les zones GPB qui germent de façon homogène.

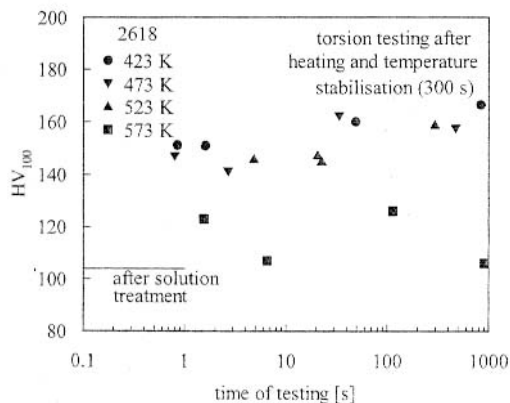


Fig.I.37 Evolution de la dureté en fonction du temps pour différentes températures [Bardi 2002]

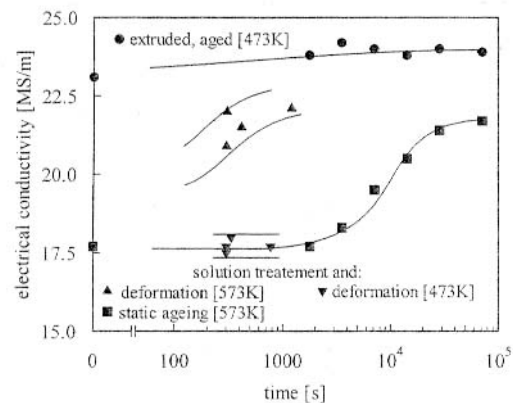


Fig.I.38 Evolution de la conductivité électrique en fonction du temps. Echantillon recuit après remise en solution (carré), essais de torsion à chaud (triangles), échantillon extrudé puis recuit (rond) [Bardi 2002]

Ferragut et Somoza [Ferragut 1999] ont montré, dans un alliage 2024, que plus la déformation est grande avant recuit plus le pic de dureté, induit par la précipitation fine de S'(S), est atteint rapidement.

D-2 Interaction entre la restauration et la précipitation

Les dislocations s'accumulent jusqu'à ce que la force motrice emmagasinée déclenche la restauration. A ce moment là, un équilibre se crée entre la formation et l'annihilation des dislocations. Le mécanisme est plus complexe quand l'alliage présente de la précipitation dynamique. Si ces précipités sont suffisamment fins, ils vont ancrer les dislocations qui deviennent peu mobiles, ce qui freine la restauration. En croissant, ces précipités ont un effet d'ancrage moins efficace et la restauration devient de nouveau possible.

En conclusion, nous avons vu que la déformation avait tendance à accélérer la cinétique de précipitation de la phase S, qui à son tour peut ralentir fortement la restauration. La microstructure dépend donc de la cinétique de création et d'annihilation des dislocations ainsi que de la cinétique de la germination et de la croissance des précipités.

D-3 Interaction entre la précipitation et la recristallisation

La restauration induit la migration de sous joints de grains qui s'enrichissent en dislocations. Ce phénomène induit l'augmentation de l'angle de désorientation des sous joints de grains qui finissent par devenir des joints de grains. Par la suite, la recristallisation remplace la restauration.

Jones et Humphrey [Jones 2003] ont mis en évidence l'effet de la précipitation sur la recristallisation à partir d'un alliage AlSc déformé puis recuit (Fig.I.39). A basse température ($T < B$) la restauration et la précipitation ont lieu avant la recristallisation. La précipitation est suffisamment fine pour bloquer les joints de grains et donc la recristallisation. A haute température ($T > A$) la recristallisation est plus rapide, elle se termine avant le début de la précipitation. Par ailleurs, entre les deux températures A et B, la recristallisation et la précipitation sont en compétition. Les mêmes conclusions ont été tirées par Ryu et Lee [Ryu 2002] sur un alliage 8011.

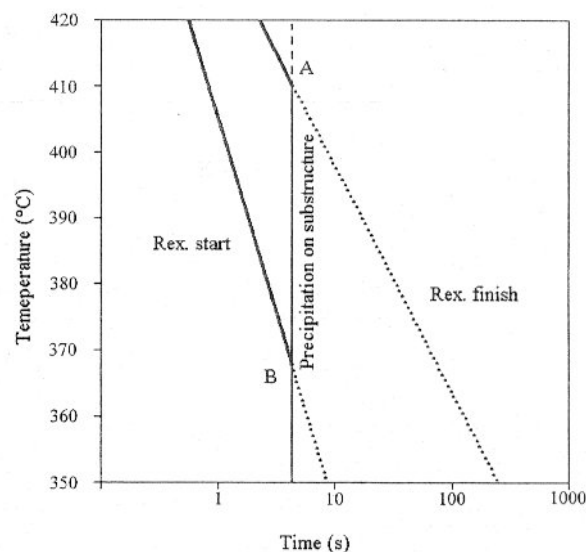


Fig.I.39 Représentation semi-quantitative de l'interaction entre la précipitation et la recristallisation [Jones 2003]

D-4 Synthèse

La déformation à chaud d'alliages à durcissement structural se caractérise par la présence simultanée de la déformation, de la recristallisation et de la précipitation. La microstructure résultante est influencée par ces trois processus et leurs interactions complexes.

Comme nous l'avons vu précédemment, la cinétique de précipitation peut être accélérée par la présence de défauts tels que les dislocations, les joints et sous joints de grains. Par conséquent, la restauration ralentit la précipitation et en contre-partie la précipitation bloque le mouvement des dislocations et donc la restauration.

Une autre compétition similaire se produit entre la précipitation et la recristallisation. Dans ce cas, la précipitation bloque le mouvement des joints de grains et donc la recristallisation. De la même façon, la recristallisation diminue le nombre de dislocations et donc le nombre de sites de précipitation.

De nombreux modèles ont été développés, décrivant les interactions complexes entre ces trois phénomènes, afin de prédire l'évolution de la microstructure après déformation à chaud. Néanmoins, ils ont surtout été appliqués aux aciers micro-alliés [*Dutta 2001*] [*Zurob 2002*] [*Robson 2003*].

E Mécanismes de durcissement

E-1 Durcissement par précipitation

Le durcissement par précipitation est très important dans les alliages d'aluminium. Il est lié à l'interaction précipité - matrice qui dépend de la nature de la particule et de sa relation cristallographique avec la matrice. Les dislocations peuvent soit cisailer la particule soit la contourner (*Fig.I.40*). La limite élastique ou la dureté sont particulièrement sensibles à l'état de précipitation.

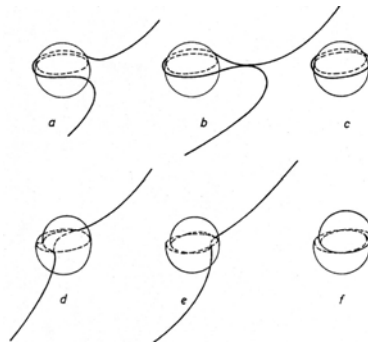


Fig.I.40 Mécanisme de franchissement d'un précipité : a, b, c contournement et d, e, f cisaillement [Gerold 1979]

E-1-1 Le cisaillement

Dans le cas de faibles déformations plastiques, le cisaillement de précipités n'apparaît que lorsque ceux-ci sont cohérents ou semi-cohérents et que la dislocation peut glisser de façon continue entre la matrice et les précipités (*Fig.I.41*).

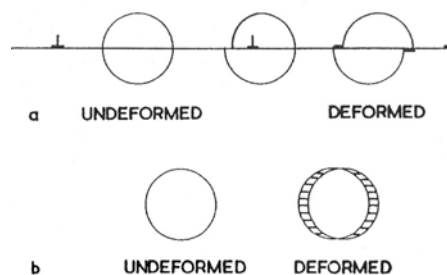


Fig.I.41 Mécanisme de cisaillement se produisant dans un seul plan [Kelly 1963]

Le cisaillement d'un précipité peut conduire à différents types de durcissement. Le durcissement d'origine chimique est lié à la formation de deux nouvelles interfaces précipités-matrice (*Fig.I.42*). Le cisaillement de précipités ayant une structure ordonnée peut conduire à un durcissement par effet d'ordre atomique en formant une paroi d'antiphase (*Fig.I.43*) [Gleiter 1965a et b]. Le durcissement par effet de module est lié à la différence importante qui peut exister entre le module de cisaillement des particules et celui de la matrice [Russell 1972]. On rencontre un durcissement similaire dans le cas de la solution solide.

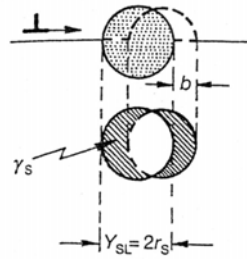


Fig.I.42 Création de deux nouvelles interfaces lors du cisaillement d'un précipité [Reppich]

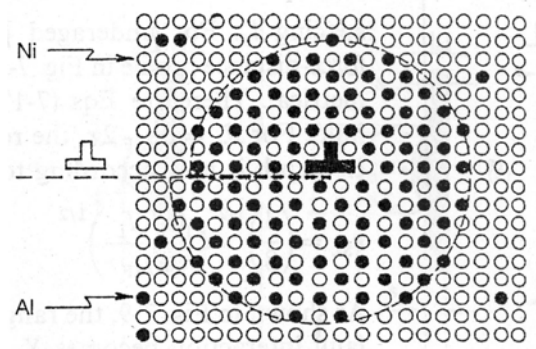


Fig.I.43 Création d'une paroi d'antiphase lors du passage d'une dislocation [Reppich]

E-1-2 Le contournement

Dans les alliages sur-revenus, les dislocations franchissent les précipités par contournement. Le contournement d'Orowan ou le contournement primaire sans déviation est le mécanisme le plus simple, dans ce cas la dislocation reste dans son plan de glissement. Les deux brins de la ligne de dislocation s'incurvent de part et d'autre de l'obstacle, puis se recombinent, permettant l'échappement de la dislocation et laissant une boucle autour du précipité (Fig.I.44). Ce mécanisme concerne les précipités non cohérents avec la matrice, cas des dispersoïdes et des précipités structuraux grossiers. Il se produit aussi quand le champ de distorsion élastique empêche les dislocations d'approcher de la particule [Gleiter 1967a et b, Gerold 1966].

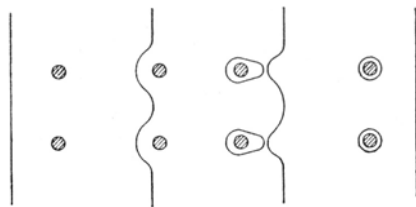


Fig.I.44 Passage d'une dislocation autour de particules selon le mécanisme d'Orowan ou de contournement [Kelly 1963]

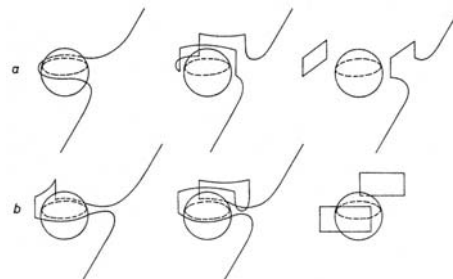


Fig.I.45 Mécanisme de contournement par glissement dévié [Gerold 1979]

- a) dislocation coin
- b) dislocation vis

Dans le cas de l'aluminium le contournement primaire est peu observé à cause de la forte énergie de faute d'empilement qui rend facile le glissement dévié des dislocations par changement de plan de glissement. Le glissement dévié s'accompagne de la formation de boucles prismatiques et de crans sur la ligne de dislocation (Fig.I.45). Ce mécanisme génère de nombreux débris qui jouent le rôle de nouveaux obstacles.

E-1-3 La contrainte critique

Dans le cas où les particules sont disposées régulièrement sur une dislocation et ancrent cette dernière, la force d'interaction s'écrit :

$$F_m = 2T_L \cos\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (I.4)$$

avec T_L la tension de ligne et F_m la force maximale que peut supporter l'obstacle avant d'être cisailé [Gerold 1979] [Embury 1989] [Reppich] (Fig.I.46).

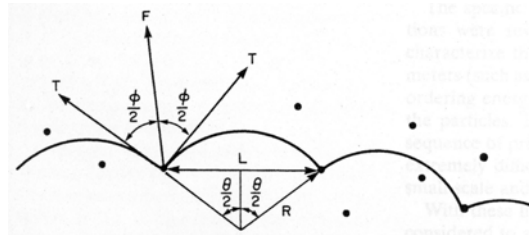


Fig.I.46 Ancrage d'une dislocation par des précipités
Schématisation de la force d'interaction [Embury 1989]

On en déduit que la contrainte nécessaire pour qu'une dislocation cisaille une particule s'écrit :

$$\tau = \frac{F_m}{bL} \quad (I.5)$$

où L est la distance inter-particulaire.

Donc si $\phi > 0$ $F_m < 2T_L$ l'obstacle est dit faible et il est cisailé
si $\phi \cong 0$ $F_m \cong 2T_L$ l'obstacle est dit fort et il est contourné par la dislocation qui laisse une boucle autour de l'obstacle.

Dans le cas où les obstacles sont répartis de façon aléatoire et sont considérés comme des obstacles ponctuels, la contrainte seuil s'écrit :

$$\tau = 0.9 \times \left(\frac{F_m}{2T_L}\right)^{3/2} \left(\frac{2T_L}{bl}\right) \text{ avec } \left(\frac{F_m}{2T_L}\right) = \cos\left(\frac{\phi}{2}\right) \text{ si les précipités sont cisailés (I.6)}$$

$$\tau = 0.8 \times \left(\frac{2T_L}{bl}\right) \text{ si les précipités sont contournés (I.7)}$$

le facteur 0,8 peut tendre vers 1 si les obstacles sont répartis régulièrement.

En faisant l'hypothèse que la force F_m est proportionnelle à la taille des particules, τ est donc fonction du rayon R et de la fraction volumique f_v des particules et le durcissement s'écrit :

$$\sigma_{cis} = 0,7M\alpha^{3/2}\mu\frac{\sqrt{Rf_v}}{\sqrt{b}} \quad \text{dans le cadre du durcissement par cisaillement} \quad (I.8)$$

$$\sigma_{cont} = 0,6M\mu\frac{b}{R}\sqrt{f_v} \quad \text{dans le cadre du durcissement par contournement} \quad (I.9)$$

- Avec M : facteur de Taylor
 α : facteur décrivant la dureté des particules
 μ : module de cisaillement de la matrice
 b : vecteur de Burgers
 R : rayon des précipités
 f_v : fraction volumique des précipités

Lorsque l'on suit le durcissement d'un alliage au cours d'un traitement thermique, une répartition de fines particules conduit à une augmentation parabolique de la contrainte critique de cisaillement jusqu'à une taille critique r_c . Au-delà de cette taille, les dislocations préfèrent le contournement menant à un comportement sur-revenu, car la contrainte nécessaire est moins importante (Fig.I.47).

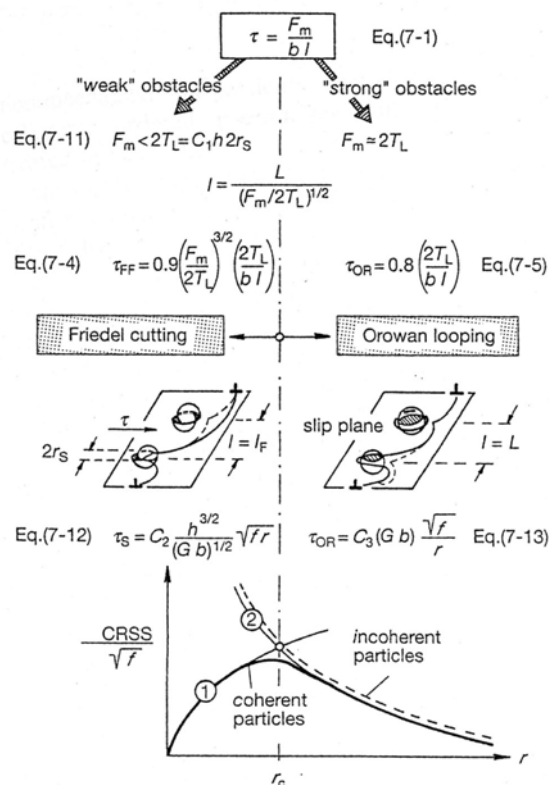


Fig.I.47 Récapitulatif des mécanismes de cisaillement et de contournement à l'échelle d'un grain [Reppich]

E-2 Autres composantes de durcissement

Solution solide

Le durcissement par solution solide vient de la différence de taille atomique entre le soluté et le solvant ainsi que de la différence de leur module élastique. Les atomes de soluté génèrent des distorsions élastiques et des forces de friction de réseau, s'opposant au mouvement des dislocations.

$$\sigma_{ss} = \sum_i k_i C_i^{2/3} \quad (\text{I.10})$$

avec k_i : une constante
 C_i : la concentration atomique en élément i

Écrouissage

Ces dislocations proviennent soit de la trempe soit d'un écrouissage à froid et sont à l'origine d'un durcissement de type forêt.

$$\sigma_{\perp} = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad (\text{I.11})$$

avec ρ la densité de dislocations

Joints de grains

Une petite taille de grain ou de cellules d'écrouissage limite le déplacement des dislocations par effet de contrainte en retour ou d'obstacle (Loi de Hall-Petch).

$$\sigma_{HP} = \sigma_0 + K_{HP}D^{-1/2} \quad (\text{I.12})$$

avec K_{HP} : une constante
 D : le diamètre des grains

Contraintes internes du réseau

Ces contraintes sont générées lors de la trempe ou lors de la déformation avant revenu. Elles peuvent favoriser ou s'opposer au glissement des dislocations.

E-3 Lois d'additivité

Dans un alliage, il est rare que le glissement des dislocations ne soit confronté qu'à un seul type d'obstacle. Par exemple, dans un métal pur déformé, il faut tenir compte de la contrainte interne, des dislocations et des joints de grains. Dans un alliage à durcissement structural, en plus des obstacles cités précédemment il faut ajouter une contribution liée à la solution solide, obstacle pénétrable, et aux précipités pénétrables ou non [Kocks 1975].

Il existe plusieurs lois d'additivité des modes de durcissement dont une loi linéaire (équation I.13). Elle peut être utilisée dans le cas où il y a peu d'obstacles forts parmi beaucoup d'obstacles faibles, dans ce cas τ_1 et τ_2 diffèrent d'un ordre de grandeur [Ardell 1985]. C'est le cas de la solution solide par rapport à la précipitation ou de la précipitation par

rapport aux joints de grains. Elle s'applique aussi dans le cas de deux types de particules cisailables [Nembach].

$$\tau_T = \tau_1 + \tau_2 \quad (\text{I.13})$$

Une seconde loi, loi Pythagoricienne (*équation I.14*), a été proposée par T.J. Koppenaar et co-auteurs [Koppenaar 1964]. Elle décrit bien le cas de deux obstacles de même force mais de densité différente, par exemple des précipités forts et des dislocations. Si les obstacles sont des particules, ils doivent être soit tous les deux cisailables soit tous les deux contournables.

$$\tau_T^2 = \tau_1^2 + \tau_2^2 \quad (\text{I.14})$$

Une autre loi de mélange a été présentée par R. Labusch [Labusch 1970] (*équation I.15*) pour décrire l'ajout de deux types d'obstacles de densité proche et de force identique.

$$\tau_T^{3/2} = \tau_1^{3/2} + \tau_2^{3/2} \quad (\text{I.15})$$

Enfin, une loi plus générale, loi des mélanges (*équation I.16*), permet de prendre en compte des particules très différentes les unes des autres. Cependant l'exposant k dépend de l'alliage, de la nature des précipités et de leur état (maturé, pic de dureté, sur-vieilli).

$$\tau_T^k = \tau_1^k + \tau_2^k \quad (\text{I.16})$$

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Dans une première partie nous présenterons les différents alliages étudiés ainsi que les conditions de soudage. La seconde partie est dédiée aux techniques utilisées dans la caractérisation des microstructures et des propriétés mécaniques des différents joints soudés. En ce qui concerne la microstructure, nous nous sommes intéressés à la structure granulaire, à la structure des dislocations, ainsi qu'à la précipitation fine et grossière.

A Matériaux

A-1 Compositions

Le premier alliage étudié est le 2024A, c'est un Al-Cu-Mg qui présente un durcissement structural (*Tab.II.1*). L'état initial de l'alliage est un T351, c'est-à-dire qu'il a subi un léger détensionnement, déformation plastique de l'ordre de 2%, après mise en solution et trempe. Cet alliage est utilisé dans les structures aéronautiques pour le fuselage et les intrados de voilure notamment grâce à ses propriétés de tolérance au dommage.

En complément nous avons étudié l'alliage 5251 qui est un Al-Mg (*Tab.II.1*), à l'état O (recristallisé) et à l'état H14 (déformé de 25% par laminage). Cet alliage à durcissement par écrouissage nous servira à comprendre les différents phénomènes se produisant durant le soudage sans faire intervenir la précipitation.

L'alliage 5251 a été choisi car il possède des taux de magnésium et de manganèse assez proches de ceux de l'alliage 2024. Par conséquent, les comportements plastiques sont comparables ainsi que le taux de dispersoïdes qui influence le phénomène de recristallisation.

	Cu	Mg	Mn	Fe	Si
2024	3,98%	1,48%	0,37%	<0,1%	<0,005%
5251		2,2%	0,24%	0,22%	0,12%

Tab.II.1 Composition en poids % des alliages 2024 et 5251

A-2 Technique de soudage

Le soudage s'est fait au DLR de Cologne en Allemagne, sous la direction de Mr Dalle-Donne.

Avant de souder, il faut que les tôles soient nettoyées à l'alcool puis polies en surface et sur les bords pour limiter la présence d'oxydes. La première tôle est positionnée de telle façon que le bord à souder soit bien parallèle à l'avancée du pion lors du soudage. Les deux tôles sont ensuite bridées et leur épaisseur est mesurée tout le long du joint à souder afin de vérifier la planéité. Comme on peut le voir sur la *Figure.II.1*, une fine plaque de titane

(Ti6V4A $e=0,5\text{mm}$) est placée en dessous du matériau afin de l'isoler thermiquement du support. Par la suite les paramètres de soudage, vitesse de rotation et vitesse de soudage, sont programmés et l'inclinaison de la tête est réglée.

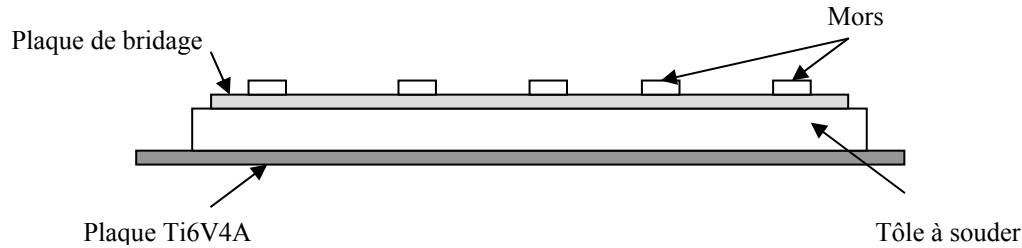


Fig.II.1 Dispositif de soudage vue en coupe longitudinale. La direction de soudage est parallèle à l'horizontale du schéma

Les deux alliages ont été soudés avec des paramètres très proches afin de pouvoir comparer leur histoire thermo-mécanique et leur microstructure (*Tab.II.2*). Cependant, de petites modifications ont du être faites pour conserver une soudure satisfaisante. En effet, afin d'éviter un échauffement trop important lors du soudage d'alliages mous ou de tôles de grandes dimensions, la vitesse de rotation est diminuée et la vitesse d'avance augmentée. Par convention, il existe deux types de soudures ; les soudures froides dont le rapport vitesse de rotation sur vitesse d'avance est inférieur à 1tr/mm et les soudures chaudes pour lesquelles ce rapport est supérieur à 1tr/mm . Dans notre cas, le rapport est compris entre 5 et 7tr/mm , on parle donc de soudure chaude.

Etats	Epaisseur (mm)	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Vitesse de rotation (tr/min)	Vitesse de soudage (mm/min)
2024 T351	6	495	150	850	120
2024 T6	6	495	150	850	120
5251 H14	4	400	150	850	120
	4	400	150	850	120
	4	1000	150	800	150
5251 O	6	400	150	800	150
	6	1000	150	800	150

Tab.II.2 Paramètres de soudage et tailles des plaques soudées

Remarques :

- L'alliage 2024 T6 soudé est en réalité un alliage 2024 T351 que l'on a recuit 10h à 190°C avant soudage. Il se caractérise par une précipitation fine et sa dureté est maximale.

- Entre les deux premiers essais effectués sur l'alliage 5251 H14 l'inclinaison du pion a été augmentée de 1° afin d'améliorer l'aspect de la soudure. Les analyses ont été exclusivement faites sur la seconde configuration. En effet, l'inclinaison est fonction de la nature de l'alliage et les vitesses dépendent de la nature de l'alliage et de l'épaisseur des tôles.

B Méthodes expérimentales

B-1 Caractérisation de la structure granulaire

B-1-1 Microscopie optique

La microscopie optique en lumière polarisée a été utilisée pour caractériser la structure granulaire des joints soudés et des échantillons ayant subi un traitement thermique ou thermo-mécanique.

Après un polissage mécanique jusqu'à un micron, l'échantillon est attaqué anodiquement à température ambiante. La solution utilisée se compose de 10mL d'acide tetrafluoroborique dans 200mL d'eau. La tension de polissage est de 26V pour l'alliage 2024 avec un temps d'attaque de 50 à 120s (cela dépend de l'âge de la solution) et de 30V pour l'alliage 5251 avec un temps d'attaque de 60 à 150s.

B-1-2 EBSD

Des mesures EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) effectuées sur MEB ont été employées en complément de la microscopie optique pour caractériser la morphologie des grains. En effet, cette technique permet de mieux détecter les petits grains (de l'ordre de quelques microns) par rapport à la microscopie optique. Dans notre étude les petits grains se situent dans le noyau soudé et en tant que germes dans les zones affectées thermo-mécaniquement (ZATM). L'étude a été menée sur un MEB JEOL 840A.

La préparation des échantillons se compose d'un polissage mécanique jusqu'à 1 micron puis d'un polissage électrolytique. Dans le cas de l'alliage 2024 on utilise une solution composée d'1/3 acide nitrique dans 2/3 de méthanol et refroidie à -25°C. La tension est de 15V avec un temps de polissage de 10 à 20s. Pour le 5251 la solution se compose de 20% d'acide perchlorique dans du méthanol et elle est refroidie à -27°C. L'intensité est réglée entre 200 et 250mA avec un temps de polissage de 25s.

Remarque :

Les intermétalliques se polissent moins bien que la matrice environnante. Par conséquent, si le temps de polissage est trop long, il se développe une sorte de peau d'orange à la surface ce qui détériore les diagrammes.

B-2 Caractérisation de la précipitation grossière

La caractérisation de la taille et de la composition des intermétalliques s'est faite par microscopie à balayage avec ou sans effet de champ (FEG). La préparation pour le MEB se compose d'un polissage mécanique jusqu'à un micron. Pour le MEB_FEG, microscope DSM 982 Gemini (ONERA Châtillon), le polissage doit être un peu plus soigné, c'est-à-dire jusqu'à ¼ de micron à la pâte diamantée. Le polissage électrolytique n'est pas conseillé pour l'observation des intermétalliques car ils sont attaqués, cependant il a donné de bons résultats dans le cas de gros précipités cohérents ou semi cohérents avec la matrice (ZATM).

B-3 Caractérisation de la structure de dislocations et de la précipitation fine

B-3-1 Microscopie électronique à transmission

La microscopie à transmission a été utilisée, sur un microscope JEOL 3010 fonctionnant à 300kV, pour étudier le changement de structure des dislocations et la précipitation fine qui se forme dans l'alliage 2024.

Les échantillons sont découpés en tranches grâce à une scie diamantée puis ils sont polis jusqu'à une épaisseur moyenne de 100-150 microns. De cette tôle amincie, des pastilles de 3 mm de diamètre sont prélevées par carottage ultrasonore. Ces disques sont ensuite percés par voie électrochimique (amincisseur à double jet Tenupol). Les solutions et les paramètres de polissage sont identiques à ceux utilisés dans la préparation d'échantillons pour l'EBS (paragraphe B-1-2 de ce chapitre).

B-3-2 Calorimétrie Différentielle à Balayage ou DSC

B-3-2-1 Appareillage

La Calorimétrie Différentielle à Balayage permet de mesurer les libérations et les absorptions de flux d'énergie qui ont lieu dans un échantillon durant un cycle thermique. Ces variations de flux sont représentatives des modifications microstructurales qui s'opèrent : transformations de phases, restauration et recristallisation. Dans cette étude nous avons principalement utilisé la DSC afin de connaître l'état de précipitation dans les différentes zones composant les soudures d'alliage 2024 ainsi que dans les échantillons traités thermiquement et thermo-mécaniquement. Les échantillons doivent mesurer 6mm de diamètre et avoir une masse proche de 75mg. Le cycle thermique se compose d'une montée en température jusqu'à 550°C, à une vitesse de 50°C/min, puis d'un refroidissement. L'argon est utilisé comme gaz neutre.

L'appareil employé est une DSC à flux de chaleur dans laquelle l'échantillon et la référence sont placés dans une même enceinte (*Fig.II.2*). Une différence de température est mesurée entre l'échantillon et la référence à l'aide de thermocouples. Elle permet de remonter à une différence de flux de chaleur, ΔQ , par calibration de l'appareil. Tous les essais anisothermes ont été réalisés sur un appareil TA instrument MDSC 2920 (ONERA Châtillon).

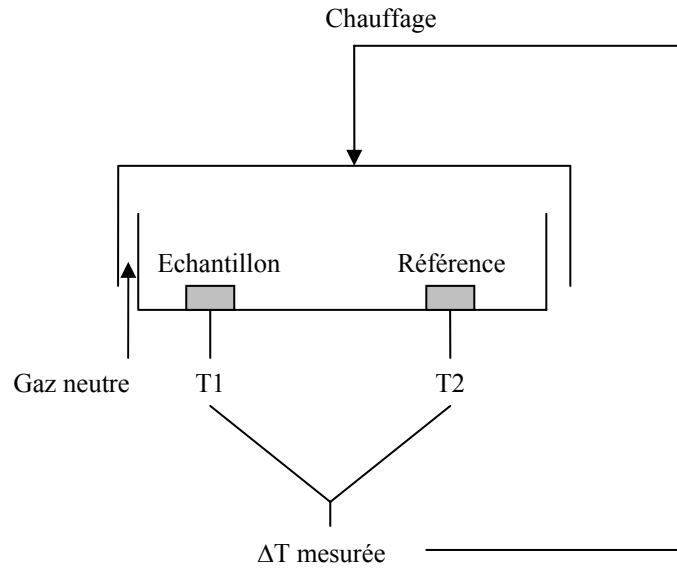


Fig.II.2 Montage de la DSC à flux de chaleur

En parallèle, nous avons fait quelques essais isothermes sur des échantillons d'alliage 2024 T351 préalablement déformés à différents taux (entre 0 et 200%). Les cycles thermiques se composent d'une montée en température à 300°C/min et d'un maintien de 20 minutes à une température comprise entre 200 et 400°C (Fig.II.3). Ces essais ont été effectués sur une Perkin Elmer Diamond DSC (LTPCM Grenoble). Dans cet appareillage, l'échantillon et la référence se trouvent dans deux compartiments séparés.

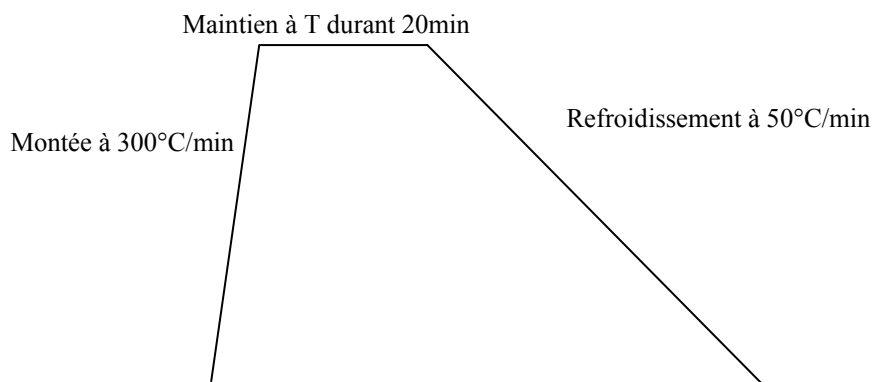
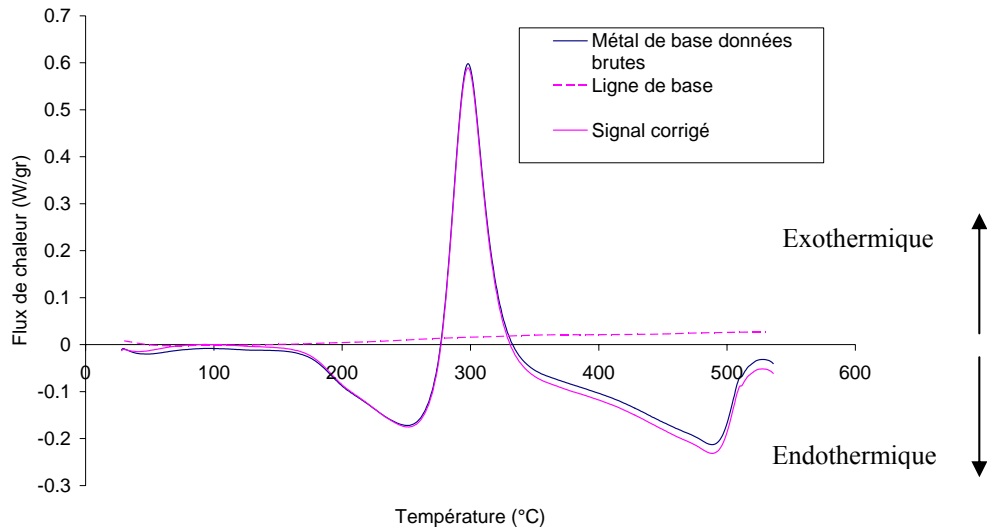


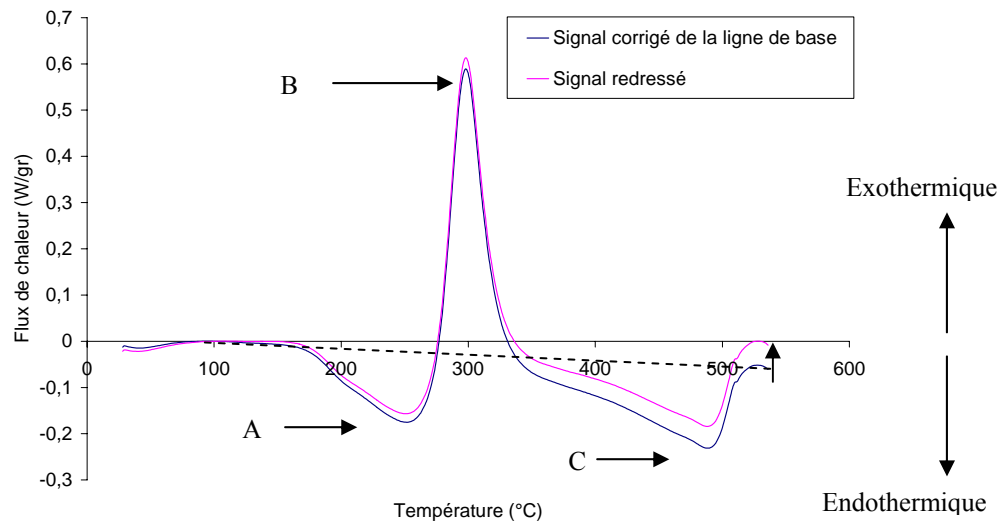
Fig.II.3 Cycle thermique des recuits isothermes effectués sur des échantillons d'alliage 2024 T351 préalablement déformés ou non

B-3-2-2 Exploitation

La calibration de la DSC se fait sur la courbe de l'Indium car la température de fusion et l'énergie correspondante sont bien connues ($T_f = 160,8^\circ\text{C}$ et $E = 28,45\text{J/g}$). Aux données enregistrées durant le cycle thermique il faut ôter une ligne de base qui caractérise la dérive de la cellule (Fig.II.4a). La ligne de base est obtenue en mesurant la différence de flux durant le cycle thermique en plaçant dans la cellule deux échantillons d'aluminium pur de même masse. Le signal ainsi corrigé est ensuite redressé comme le montre la Figure.II.4b.



a)



b)

Fig.II.4 Correction du diagramme de DSC : cas du Métal de base 2024 T351
Vitesse de montée en température 50°C/min

Sur le diagramme DSC de l'alliage 2024 T351, représenté par la *Figure.II.4.b*, le premier pic exothermique produit par la formation des zones GPB, est absent car le matériau est resté à température ambiante suffisamment longtemps pour mûrir. Le pic endothermique A représente la réversion des zones GPB et le pic B exothermique la précipitation de la phase S'(S). Enfin, la dissolution des précipités S'(S) se produit durant le pic endothermique C.

B-3-2-3 Calcul des fractions relatives des différentes phases dans l'alliage 2024

Pour quantifier les zones GPB et la phase S'(S) dans un état métallurgique quelconque, nous avons utilisé l'aire des pics exothermiques et endothermiques associés qui est proportionnelle à la quantité de phase qui précipite ou qui se dissout. Pour cela, nous considérons que la quantité de zones GPB est maximale dans le métal de base 2024 T351, ce qui nous donne une aire de référence A_0 pour le pic A. Par conséquent, la fraction relative de zones GPB contenue dans une autre zone, la ZAT (zone affectée thermiquement) par exemple, est égale au rapport des aires du pic A de la ZAT (A_1) et du Métal de Base (A_0).

$$f_{GPB} = \frac{A_1}{A_0} \quad (\text{II.1})$$

Pour calculer la fraction relative de précipités S'(S), il faut tenir compte de l'aire du pic B qui représente la précipitation de cette phase durant le cycle thermique. Nous considérons qu'il n'y a aucun précipité S'(S) dans le métal de base initialement. D'autre part, nous faisons l'approximation que les pics de dissolution de zones GPB et de précipitation de S'(S) sont bien séparés. Ainsi, l'aire du pic B de l'alliage 2024 T351 (métal de base) représente la précipitation de la phase S'(S), à partir de l'intégralité de la solution solide disponible après dissolution des zones GPB. Par conséquent, la différence entre l'aire du pic B₀ du métal de base et B₁ de la ZAT représente les précipités S'(S) initialement présents dans la microstructure de la ZAT (Fig.II.5).

$$f_{S'(S)} = \frac{B_0 - B_1}{B_0} \quad (\text{II.2})$$

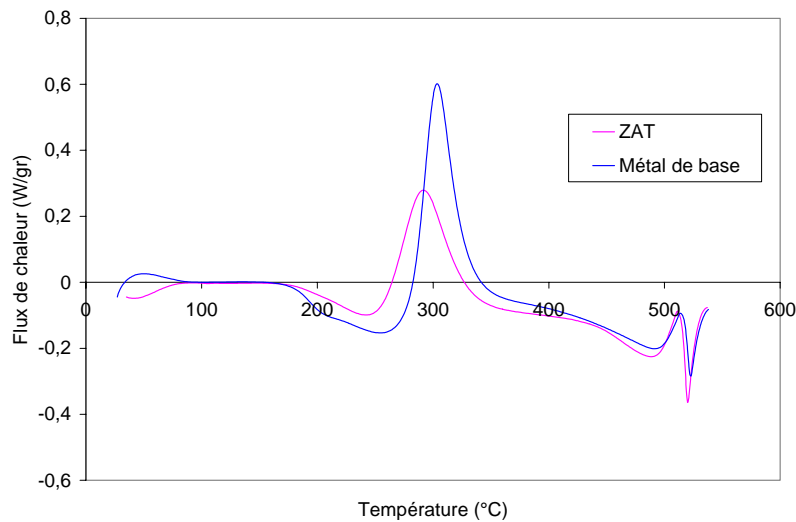


Fig.II.5 Courbes de DSC du métal de base et de la ZAT d'un joint 2024 T351

Remarque :

Les pics de DSC ne se superposent entre la ZAT et le métal de base. Comme nous le verrons dans le chapitre IV, les dislocations favorisent la cinétique de précipitation de la phase S'(S) c'est pourquoi le pic associé est enregistré à plus basse température dans la ZAT par rapport au métal de base qui possède moins de dislocations.

B-3-3 Diffusion Centrale des Rayons X aux Petits Angles (SAXS)

La diffusion centrale des rayons X aux petits angles permet d'obtenir des données sur la fraction volumique de précipités et leur taille. Nous avons utilisé cette technique afin de quantifier l'état de précipitation dans les soudures mais aussi sur des expériences modèles menées en in-situ.

B-3-3-1 Principe

La diffusion centrale des rayons X est une technique permettant l'étude structurale des précipités dans une matrice et reposant sur la différence de densité électronique existant entre une phase et le milieu environnant [Glatter 1982].

Le flux de rayons X interagit avec les petites particules contenues dans la matrice et chaque électron devient la source d'une onde diffusée. Ces ondes sont cohérentes, c'est-à-dire que les amplitudes s'ajoutent et que l'intensité est égale au carré absolu de l'amplitude résultante. Les ondes ne diffèrent que par leur phase φ qui dépend de la position de l'électron dans l'espace.

$$I(\varphi) = e^{i\varphi} \quad (\text{II.3})$$

$$I(q) = e^{-iqr} \quad (\text{II.4})$$

$$\text{avec } q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta \quad (\text{II.5})$$

λ : longueur d'onde

q : vecteur de diffusion

θ : demi angle de diffusion

L'amplitude résultante, dans une direction donnée, est obtenue en sommant la réponse de tous les électrons inclus dans un volume avec $\rho(r)$ la densité électronique :

$$F(q) = \iiint \rho(r) e^{-iqr} dV \quad (\text{II.6})$$

L'intensité diffusée est égale au carré absolu de l'amplitude résultante. Dans le cas de petits angles, le système est statistiquement isotrope.

$$I(q) = \int 4\pi r^2 \cdot \tilde{\rho}^2(r) \frac{\sin(qr)}{qr} dr \quad (\text{II.7})$$

avec $\tilde{\rho}^2(r)$ la fonction d'auto-corrélation du rayon r , caractéristique de la structure de l'objet diffractant.

$$\tilde{\rho}^2(r) = \frac{1}{V} \iiint \rho(R) \rho(R+r) dV \quad (\text{II.8})$$

En général, on introduit une nouvelle fonction d'auto-corrélation qui exprime l'écart à la valeur moyenne de densité électronique.

$$\gamma(r) = \tilde{\rho}^2 - \bar{\rho}^2 \quad (\text{II.9})$$

Dans le cas d'un système isotrope, on peut simplifier les équations précédentes.

$$I(q) = \int_0^{\infty} 4\pi.r^2 \gamma(r) \frac{\sin(qr)}{qr} dr \quad (\text{II.10})$$

et par transformée de Fourier inverse :

$$\gamma(r) = \frac{1}{2\pi^2} \int_0^{\infty} q^2 I(q) \frac{\sin(qr)}{qr} dq \quad (\text{II.11})$$

Intensité intégrée Q_0

Pour $r = 0$, la fonction d'auto-corrélation devient sensible uniquement à la densité électronique et non pas à l'arrangement atomique. On appelle intensité intégrée l'invariant :

$$Q_0 = \int_0^{\infty} q^2 I(q) dq = 2\pi^2 \gamma(0) \quad (\text{II.12})$$

Dans le cas d'un modèle à deux phases (précipités dans une matrice), de densités électroniques respectives ρ_p et ρ_m et de fractions volumiques respectives f_v et $(1-f_v)$

$$\gamma(0) = (\rho_p - \rho_m)^2 f_v (1 - f_v) \quad (\text{II.13})$$

Donc

$$Q_0 = 2\pi^2 (\rho_p - \rho_m)^2 f_v (1 - f_v) \quad (\text{II.14})$$

L'intensité intégrée est fonction de la différence de densité électronique et de la fraction volumique des précipités. Plus la différence de densité électronique sera importante entre les particules et la matrice, plus il sera facile de caractériser ces particules. Dans notre cas, les précipités de type S sont des Al_2CuMg et le contraste provient de la différence de numéro atomique entre le cuivre des précipités et l'aluminium qui est le principal composant de la matrice ($\text{Cu} = 29$, $\text{Al} = 13$). Donc en connaissant la densité électronique des deux phases, on peut en déduire la fraction volumique des précipités.

Approximation de Guinier

Pour de petites valeurs de q , c'est-à-dire pour de petits angles de diffusion, Guinier a montré qu'il existait une approximation valable quelle que soit la morphologie des particules.

$$I(q) = (\rho_p - \rho_m)^2 V^2 \exp\left(\frac{-q^2 R_g^2}{3}\right) \quad (\text{II.15})$$

Avec R_g rayon de Guinier ou rayon de giration.

Dans le cas d'une distribution monodisperse de sphères, le rayon de Guinier peut être directement relié au rayon des particules R_0 .

$$R_0 = \sqrt{\frac{5}{3}} R_g \quad (\text{II.16})$$

B-3-3-2 Préparation des échantillons

L'épaisseur de l'échantillon doit être ajustée afin que le signal ne soit pas trop absorbé et que l'interaction entre les rayons X et les électrons reste suffisamment importante. Pour cela il faut que la transmission de l'échantillon soit égale à e^{-1} . Afin de trouver l'épaisseur idéale on utilise la loi suivante entre la transmission Tr et l'épaisseur e :

$$Tr = \exp\left(-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{alliage} \rho_{alliage} * e\right) \quad (II.17)$$

avec

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{alliage} = \sum_{\text{éléments}} C_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (II.18)$$

Tr : la transmission de l'échantillon

$\rho_{alliage}$: la masse volumique de l'alliage

$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)$: le coefficient d'absorption massique

C_i : la concentration massique en élément i

e : l'épaisseur de l'échantillon

	C_i (%)	μ (cm ⁻¹)	ρ (g/cm ³)
Al	94,086	119,54	2,72
Cu	3,98	407,83	8,94
Mg	1,48	62,4	1,74
Fe	0,084	2095,2	7,86
Mn	0,0037	1798,54	7,42

Tab.II.3 Composition de l'alliage 2024 et paramètres des différents éléments pour $\lambda=1,476 \text{ \AA}$

Dans cette étude nous avons travaillé avec une longueur d'onde de $1,476 \text{ \AA}$, ce qui nous donne un coefficient d'absorption massique de l'alliage proche de $44,82 \text{ cm}^2/\text{g}$. La masse volumique de l'alliage 2024 est de $2,78 \text{ g/cm}^3$, par conséquent l'épaisseur idéale est de $80\text{-}90\mu\text{m}$. Les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'à $100\mu\text{m}$ puis amincis électrochimiquement jusqu'à l'épaisseur voulue. Pour cela, on utilise une solution composée d' $1/3$ d'acide nitrique dans $2/3$ de méthanol. Elle est refroidie à -25°C et la tension de polissage est de 10V .

B-3-3-3 Présentation de la ligne D2AM

La *Figure.II.6* schématise la ligne D2AM utilisée à l'ESRF. Le faisceau incident au niveau de l'échantillon est de $200\mu\text{m}$ de diamètre et les mesures se font sous vide primaire. Les photomultiplicateurs mesurent l'intensité du faisceau incident et l'intensité du faisceau transmis, ces renseignements nous permettrons de calculer la transmission des échantillons et de normaliser le signal dans l'interprétation des données. Un puits est placé devant le détecteur pour stopper le faisceau direct qui est trop intense et qui détériorerait la caméra CCD.

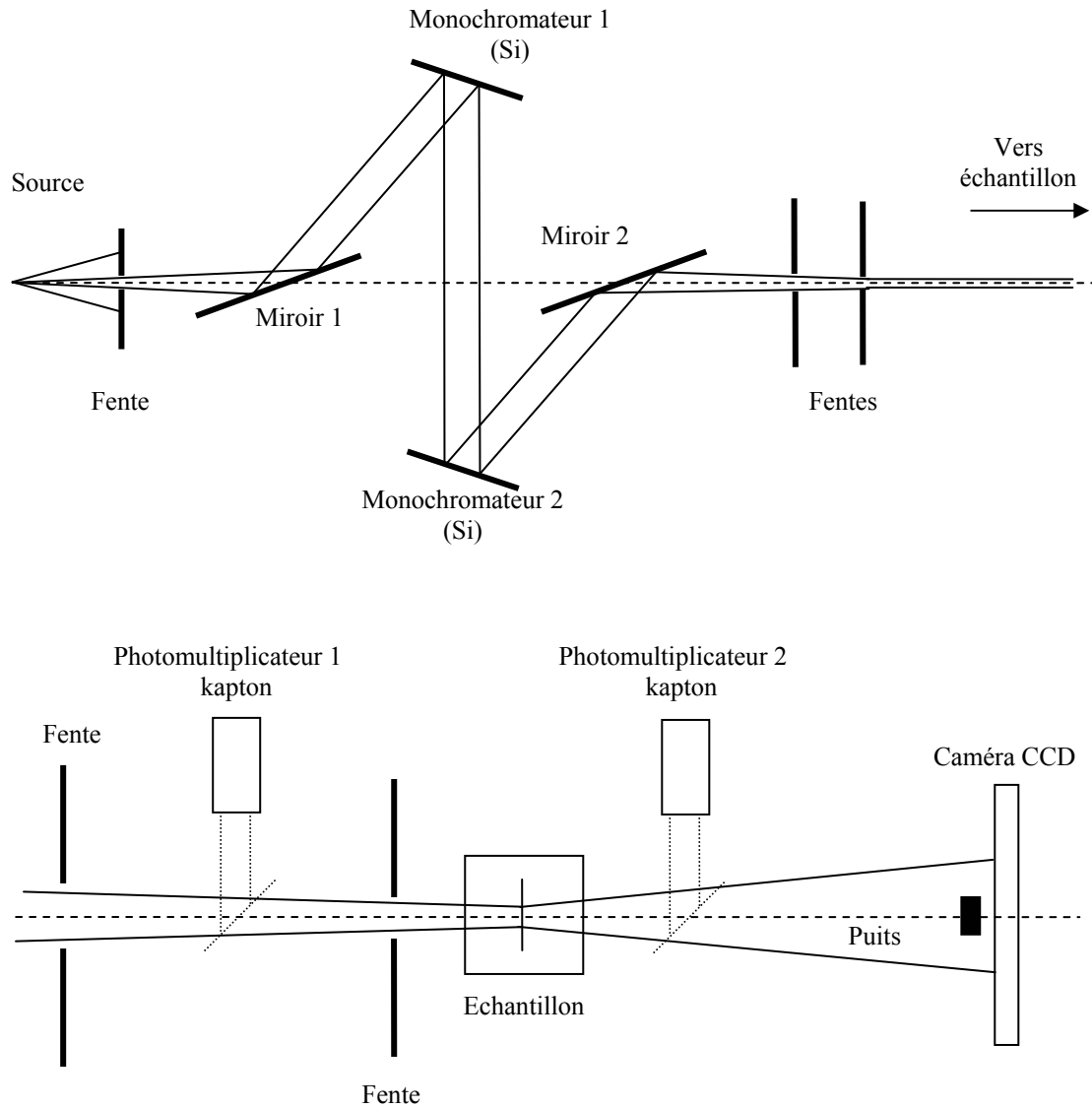


Fig.II.6 Schémas de la ligne D2AM utilisée à l'ESRF Grenoble

B-3-3-4 Traitement des données brutes

Avant de pouvoir interpréter les données, certaines corrections doivent être appliquées aux résultats bruts. La *Figure.II.7* montre un spectre de SAXS typique collecté par caméra CDD.

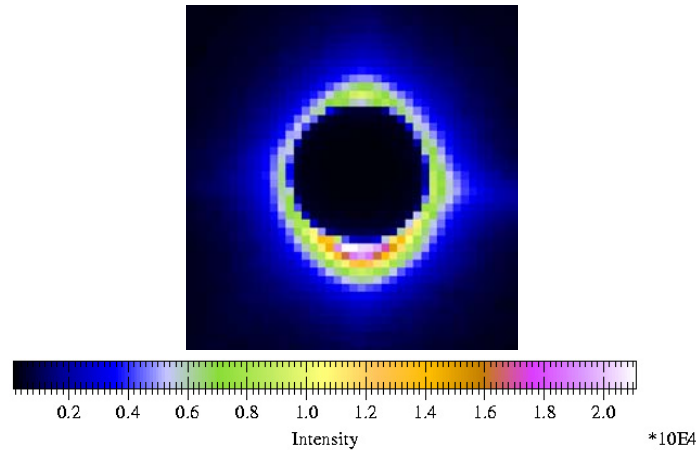


Fig.II.7 Spectre SAXS collecté par caméra CDD. Le trou noir au centre représente le puits

Corrections liées à la caméra

La caméra n'a pas la même efficacité de détection sur tous les pixels en favorisant les pixels centraux. Afin de faire une correction pixel par pixel on utilise la fluorescence du nickel qui est isotrope (flat).

Le bruit électronique, mesuré sans faisceau, est soustrait au signal.

La troisième correction est un redressement de l'image. Pour quantifier la distorsion, on enregistre l'image d'une grille.

Nettoyage

Le signal est parasité par des rayonnements cosmiques et des bruits électroniques que l'on détermine en moyennant plusieurs acquisitions.

Regroupements radiaux

Le signal d'intensité est moyenné pour chaque valeur de q (moyenne radiale à partir du centre du faisceau incident) afin d'obtenir un spectre I en fonction de q .

Bruit de fond

Une mesure de diffusion du faisceau direct sans échantillon est soustraite au signal afin d'éliminer le bruit de fond.

Calcul de la transmission

La mesure des intensités incidentes et transmises du faisceau sans échantillon permet de calculer la transmission d'un échantillon. Cette correction est nécessaire uniquement si les deux photomultiplicateurs n'ont pas la même efficacité.

$$tr = \left(\frac{I_1}{I_0} \right)_{\text{échantillon}} * \left(\frac{I_0}{I_1} \right)_{\text{bdf}} \quad (\text{II.19})$$

tr : transmission

I_1 : intensité transmise

I_0 : intensité incidente

Normalisation

A partir de la transmission on peut trouver l'épaisseur de l'échantillon puis calculer l'intensité normalisée selon la relation :

$$I_{\text{norm}} = \frac{I_{\text{corrigée}}}{f_{\text{corr}} \cdot tr \cdot e \cdot r_e^2 \cdot d\Omega} \quad (\text{II.20})$$

f_{corr} : facteur de correction

tr : transmission

e : épaisseur

r_e : rayon de l'électron ($2,81 \cdot 10^{-13}$ cm)

Correction de Laue

Le terme I_{Laue} est une constante qui correspond à la diffusion de la solution solide désordonnée et à la fluorescence. Cette valeur doit être ôtée à l'intensité mesurée.

$$I(q) = I_{\text{mesurée}}(q) - I_{\text{Laue}} \quad (\text{II.21})$$

Pour de grandes valeurs de q, la relation entre I(q) et I_{Laue} suit une loi en $1/q^4$

$$I(q) * q^4 = I_{\text{Laue}} * q^4 + K \quad (\text{II.22})$$

Par conséquent, I_{Laue} est déterminée en traçant la droite $I(q) * q^4$ en fonction de q^4 .

B-3-3-5 Interprétation des données

Deux séries de mesures ont été menées selon la nature des précipités à caractériser. La première série concerne la quantification des précipités S'(S), pour laquelle les échantillons ont été placés à 1m du détecteur (petits angles). Les différents joints soudés de l'alliage 2024 ont été cartographiés et des pointés ont été effectués en in-situ durant des recuits isothermes. Le cycle thermique des recuits se compose d'une montée en température à $300^\circ\text{C}/\text{min}$ et d'un maintien d'une heure en isotherme à une température comprise entre 200 et 350°C . Ces expériences in-situ ont été faites sur des échantillons d'alliage 2024 T351 fortement laminés à froid (environ 200%) et non déformés.

La seconde série porte sur la quantification des zones GPB. Les zones GPB étant plus petites que les précipités S'(S), nous avons dû nous placer à plus grands angles et donc rapprocher les échantillons à 26,5cm du détecteur. Seule une mesure sur du métal de base 2024 T351 a été faite afin d'évaluer la fraction volumique initiale des zones GPB.

Fraction volumique de précipités

Comme nous l'avons vu précédemment, l'intensité intégrée Q_0 est directement reliée à la fraction volumique selon l'équation :

$$Q_0 = 2\pi^2 (\rho_p - \rho_m)^2 f_v (1 - f_v) \quad (\text{II.23})$$

D'autre part, nous savons que Q_0 est égale à l'aire sous la courbe de $I \cdot q^2$ en fonction de q via l'expression (Fig.II.8) :

$$Q_0 = \int_0^{q_0} I(q) q^2 dq + \int_{q_0}^{q_\infty} I(q) q^2 dq + \int_{q_\infty}^{\infty} I(q) q^2 dq \quad (\text{II.24})$$

En faisant l'hypothèse que le comportement asymptotique suit une loi en $1/q^4$ (interfaces abruptes), et que q_∞ soit suffisamment grand, Q_0 s'écrit :

$$Q_0 = \frac{I(q_0) q_0^3}{2} + Q_{0 \text{ mesurée}} + \frac{K}{q_\infty} \quad (\text{II.25})$$

Avec q_0 : premier point des données
 q_∞ : dernier point des données
 K : constante définie par la loi de Porod
 $Q_{0 \text{ mesurée}}$: aire sous la courbe

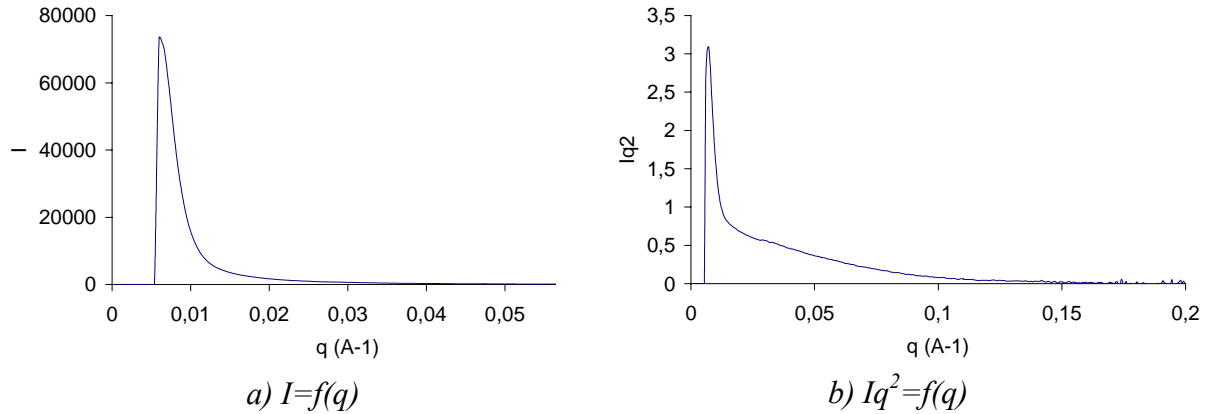


Fig.II.8 Interprétation des données de SAXS en terme d'intensité intégrée

Une fois que l'on connaît Q_0 il faut calculer la densité électronique des précipités, ρ_p , et de la matrice, ρ_m .

$$\rho_m = \frac{f_{Mg} * C_{Mg}^m + f_{Cu} * C_{Cu}^m + f_{Al} * C_{Al}^m}{V_{at}^m} \approx \frac{f_{Al}}{V_{at}^m} \quad (\text{II.26})$$

avec
$$f = Z + f' + i * f'' \quad (\text{II.27})$$

Elément	Numéro atomique Z	Z+f'	f''
Cuivre	29	26,5925	0,5614884
Aluminium	13	13,2	0,2224
Magnésium	12	12,17	0,16653

Tab.II.4 Données obtenues pour une énergie de 8,4keV

Avec un volume atomique de $16,6 \text{ \AA}^3$ la densité électronique de la matrice est égale à $0,7952 + 0,0134 i \text{ \AA}^{-6}$.

En opérant de la même manière pour les précipités, on a :

$$\rho_p = \frac{f_{Mg} * C_{Mg}^p + f_{Cu} * C_{Cu}^p + f_{Al} * C_{Al}^p}{V_{at}^p} \quad (\text{II.28})$$

Avec $C_{Al} = 1/2$, $C_{Mg} = 1/4$ et $C_{Cu} = 1/4$

D'après la littérature, les paramètres de maille de la phase S Al_2CuMg sont $a=0,403\text{nm}$, $b=0,930\text{nm}$ et $c=0,708\text{nm}$. Ceci nous donne un volume atomique égale à $16,58 \text{ \AA}^3$, c'est-à-dire égal à celui de la matrice.

On obtient donc une densité électronique de $0,98266 + 0,0177 i \text{ \AA}^{-6}$.

En reprenant la formule

$$Q_0 = 2\pi^2(\rho_p - \rho_m)^2 f_v(1 - f_v) \quad (\text{II.29})$$

et en négligeant f_v devant 1, on obtient la relation $f_v = \frac{Q_0}{0,691}$

Remarque :

Il est difficile de connaître la composition exacte des zones GPB, par conséquent nous avons fait l'hypothèse que leur composition était également Al_2CuMg avec comme volume atomique celui de l'aluminium ($16,6 \text{ \AA}^3$) [Mondolfo 1976].

$$f_v = \frac{Q_0}{0,684}$$

Taille des précipités

En traçant Iq^2 en fonction de q , on peut généralement déterminer Rg qui est inversement proportionnel à q_{\max} , valeur pour laquelle Iq^2 est maximum. Cependant, dans notre cas une remontée de l'intensité aux faibles valeurs de q parasite la détermination de q_{\max} (Fig.II.9a). Afin de palier à ce problème nous avons tracé $(I-I_{\text{laue}})q^4$ en fonction de q (Fig.II.9b).

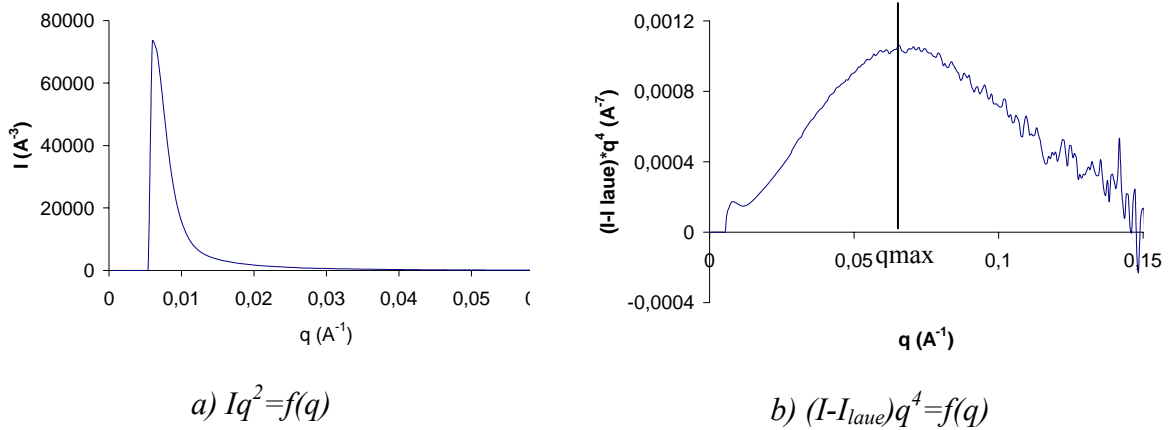


Fig.II.9 Interprétation des données de SAXS afin de déterminer q_{max}

L'équation générale reliant le rayon de Guinier et la valeur q_{max} s'écrit :

$$Rg = \frac{x}{q_{max} (Iq^4)} \quad (II.30)$$

Avec x une constante

Dans notre cas, les précipités de la phase S'(S) se présentent sous forme de bâtonnets. Cependant, nous avons remarqué que l'évolution de $1/q_{max}$ était en accord avec l'évolution de l'épaisseur des précipités, caractérisée par MET, via un coefficient x de 2,5. La taille des zones GPB n'a pas pu être calibrée car ces particules ne sont pas visibles en MET conventionnelle.

B-4 Essais mécaniques

B-4-1 Micro-dureté

La mesure de micro-dureté nous donne une première évaluation des propriétés mécaniques, soit après un traitement thermique, soit après soudage. Par cette technique, nous avons tracé des profils de dureté à mi-épaisseur des joints soudés perpendiculairement à l'axe de soudage comme le montre la *Figure.II.10*.

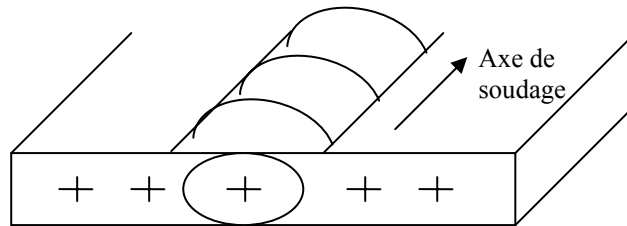


Fig.II.10 Profil de dureté à mi-épaisseur de tôle, perpendiculairement à l'axe de soudage,

Remarque :

Dans certains alliages à durcissement structural on peut rencontrer une baisse de la dureté à mi-épaisseur de tôle due à une précipitation moins importante. Des profils, dans le 2024 T351, à $\frac{1}{4}$ épaisseur, au milieu et à $\frac{3}{4}$ épaisseur de tôle nous ont permis de vérifier que les valeurs de dureté étaient du même ordre le long de l'épaisseur de la tôle.

Les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'à un micron. Les essais sont effectués avec un poids de 200g. Pour les matériaux de base entre 5 et 10 essais sont faits avec une incertitude de mesure d'environ 2 unités.

B-4-2 Essais de compression

B-4-2-1 Compression à chaud

La compréhension du phénomène de précipitation dynamique, qui se produit dans la zone soudée affectée par la déformation, a été appréhendée par des essais de compression à chaud effectués sur une machine d'essais thermo-mécanique Gleeble 3500. Ces essais ont été faits à Vancouver, University of British Columbia, Department of Metals and Materials Engineering.

Le cycle se compose d'une montée rapide en température à 100°C/s, d'un palier de maintien de 10s durant lequel l'échantillon subit une déformation par compression, puis le matériau est refroidi rapidement à 50°C/s (*Fig.II.11*). L'échantillon est déformé durant tout le palier de maintien, par conséquent la vitesse de déformation est adaptée à la déformation totale souhaitée. Les déformations sont comprises entre 0 et 50% et les températures programmées sont 250°C, 300°C et 350°C. Un thermocouple est soudé au milieu de l'échantillon en surface afin d'enregistrer le cycle thermique et le refroidissement se fait par circulation d'eau à travers les mors. Les échantillons sont des cylindres de 5mm de diamètre et de 7mm de hauteur.

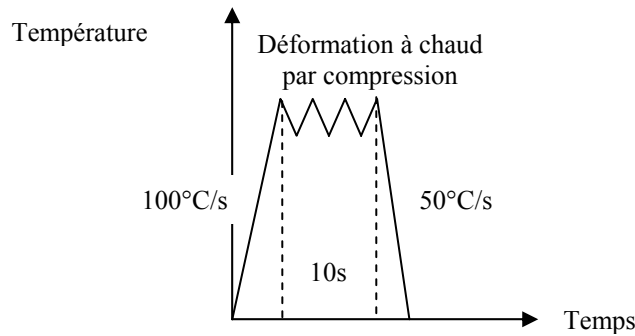


Fig.II.11 Schéma des cycles thermo-mécaniques effectués par compression à chaud

B-4-2-2 Compression à froid

Quelques échantillons de l'alliage 2024 T351 ont été comprimés à froid puis recuits en bain de sel afin de pouvoir comparer les cinétiques de précipitation statique et dynamique (compression à chaud). Les déformations sont de 10% et 36% et les températures de recuit en bain de sel sont de 250°C, 300°C et 350°C.

B-4-3 Essais de traction

Les essais de traction ont été effectués sur deux types d'éprouvettes. Les éprouvettes macroscopiques permettent de mesurer les propriétés mécaniques globales du joint soudé. Afin de suivre la déformation locale nous avons effectué, sur ces éprouvettes, des mesures de corrélation d'images (voir paragraphe B-4-4 de ce chapitre). De plus, des micro-éprouvettes, prélevées parallèlement à la direction de soudage, nous ont permis de déterminer les propriétés mécaniques locales de chaque zone caractéristique.

B-4-3-1 Macro-éprouvettes

Les éprouvettes sont prélevées perpendiculairement à la direction de soudage puis usinées (Fig.II.12). Pour l'alliage 5251 H14 l'épaisseur de l'éprouvette est de 4mm et de 6mm pour les alliages 5251 O, 2024 T351 et T6. La vitesse des essais de traction est de 4mm/min ($1,33 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

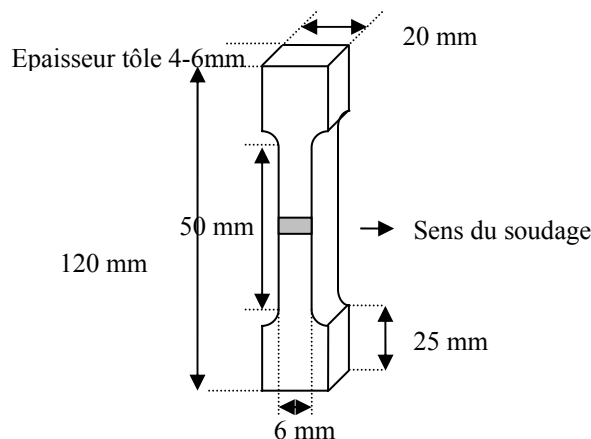


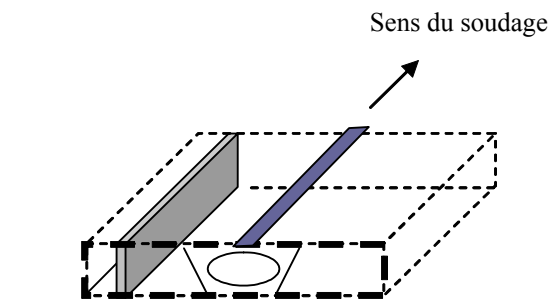
Fig.II.12 Dimensionnement d'une éprouvette macroscopique prélevée perpendiculairement à la direction de soudage. La zone grise représente la soudure

B-4-3-2-Micro-éprouvettes

D'autres essais ont été faits sur des micro-éprouvettes prélevées dans les différentes zones de la soudure afin de caractériser les propriétés mécaniques locales et de modéliser le comportement de l'ensemble de la soudure. Les sections ont été découpées, par électroérosion, parallèlement au sens de soudage puis les fûts ont été usinés (Fig.II.13 et 14). L'épaisseur et la largeur des éprouvettes dépendent de l'épaisseur des joints et de leur nature (Tab.II.5). La vitesse de déformation utilisée est de $1,15.10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

	5251 H14	5251 O	2024 T3	2024 T6
Largeur	2,5mm	4mm	4mm	4mm
Epaisseur	0,8mm	2mm	0,8mm	0,8mm

Tab.II.5 Paramètres des différentes micro-éprouvettes



Epaisseur de la tôle = largeur des têtes de l'éprouvette

Fig.II.13 Découpage des micro-éprouvettes dans les différentes zones de la soudure, parallèlement à la direction de soudage

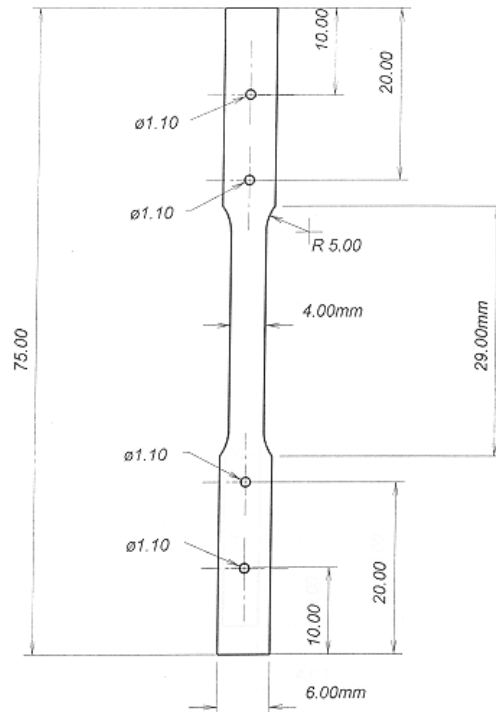


Fig.II.14 Schémas des micro-éprouvettes
5251 O : 2mm d'épaisseur
2024 T351 et T6: 0,8mm d'épaisseur

B-4-4 Corrélation d'images

Lors des essais de traction sur des soudures, la déformation a tendance à se localiser dans les zones molles. Cette localisation est mise en évidence par corrélation d'images prises à deux temps successifs.

Soit deux images numériques à niveaux de gris aléatoires représentant deux états d'un même système. Une grille virtuelle est définie sur l'image initiale. Le champ de déplacement est déterminé pour chaque carré de cette grille par une technique de corrélation d'images, qui

consiste à caractériser la ressemblance entre deux zones. A partir du champ de déplacement, on détermine un tenseur des déformations $\overset{=}{\varepsilon}$ (équation.II.31).

$$\overset{=}{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} \end{bmatrix} = f(x, y) \quad (\text{II.31})$$

En faisant l'hypothèse d'une incompressibilité plastique, on peut aussi remonter à la déformation de l'épaisseur ε_{zz} .

La préparation des éprouvettes consiste à déposer une couche uniforme de peinture blanche afin d'éviter les reflets métalliques. Par la suite, on applique un jet rapide de peinture noire permettant de créer une population aléatoire de taches et donc un niveau de gris aléatoire. Durant l'essai de traction l'éprouvette est prise en photo toutes les secondes par une caméra CCD (*Fig.II.15*). Par la suite, nous avons utilisé le logiciel sept D afin de remonter aux variations de déformation dans l'éprouvette par corrélation d'images successives. Ce logiciel a été réalisé par Pierre Vacher et TERENCE Coudert au Laboratoire de Mécanique Appliqué de l'université d'Annecy.

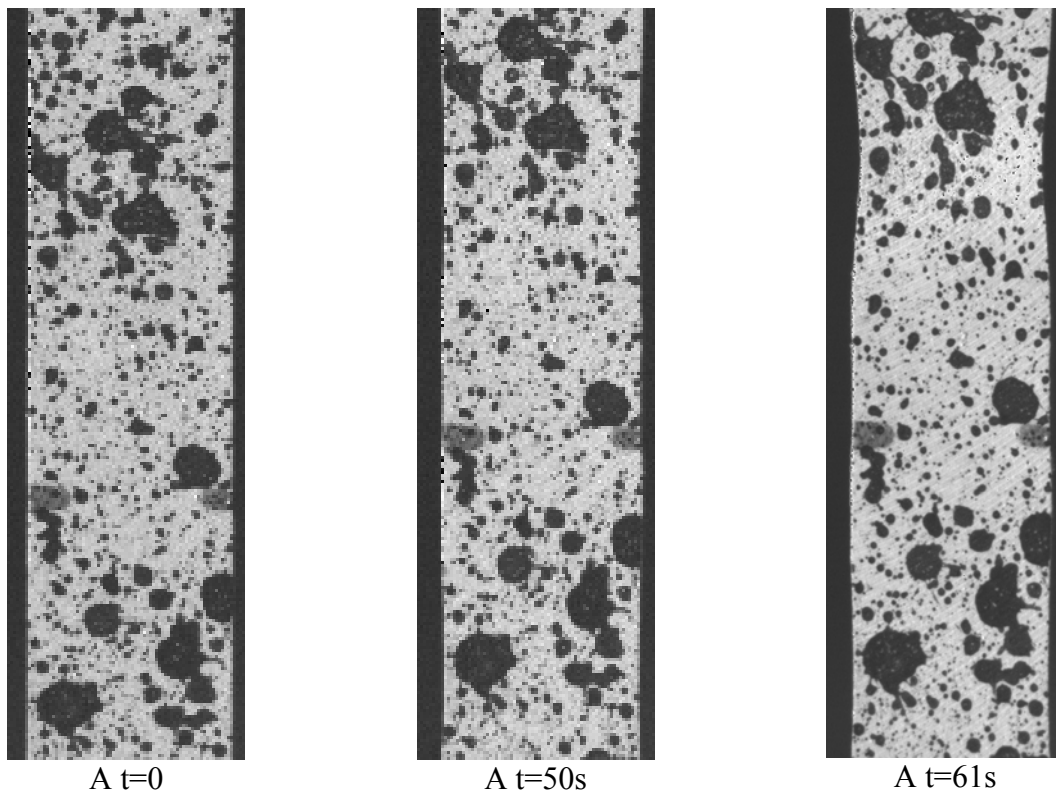


Fig.II.15 Images prises à différents temps durant un essai de traction

B-5 Synthèse

	Information	Techniques
Microstructure	Taille et forme des grains	Microscopie optique après attaque anodique MEB couplé à un EBSD
	Taille et composition des phases grossières	MEB MEB_FEG Analyse EDX
	Taille de la précipitation fine	MET SAXS
	Fraction de précipités fins	DSC SAXS
	Structure de dislocations	MET
Propriétés mécaniques	Mesures de dureté	Micro-dureté Vickers
	Propriétés globales du joint soudé	Essais de traction sur éprouvette macroscopique
	Propriétés locales de chaque zone	Essais de traction sur micro- éprouvette
	Champ de déformation en traction	Corrélation d'images

Tab.II.6 Récapitulatif des techniques utilisées et des informations recueillies

CHAPITRE III

CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DE JOINTS SOUDES

Dans ce chapitre nous présenterons les différents types de microstructures composant plusieurs joints soudés. En effet, en fonction des conditions obtenues durant le soudage, température et taux de déformation, la soudure peut être décomposée en plusieurs zones ayant chacune leurs propres caractéristiques. Ces observations nous permettront d'avoir une idée des mécanismes se produisant durant le soudage et de comparer le comportement d'un alliage à durcissement structural (2024 T351, mûré à température ambiante) à un alliage à durcissement par écrouissage (5251 O, recristallisé). Par la suite, nous nous intéresserons à l'effet de l'état initial du métal de base sur la microstructure et sur la dureté de la soudure. Pour cela, nous avons choisi le 5251 H14 (écroui) et le 2024 T6 (pic de dureté). Enfin, nous observerons l'effet d'un traitement post-soudage sur les propriétés d'une soudure 2024 T351.

A Joint soudé 5251 O (recristallisé)

A-1 Profil du joint

Initialement, le métal de base est entièrement recristallisé avec une dureté proche de 52Hv. La *Figure III.1* est une cartographie du joint soudé après attaque anodique ; au centre se situe le noyau formé d'anneaux concentriques. Cependant, le centre de ces anneaux ne se situe pas à mi-épaisseur mais au niveau de la croix. Il est important de retenir que les vitesses de soudage choisies sont similaires pour les deux alliages, 5251 et 2024, afin de pouvoir comparer leur comportement. Néanmoins, elles sont optimisées pour l'alliage 2024 et non pas pour l'alliage 5251. Dans ces conditions, nous avons dû augmenter l'inclinaison du pion, ce qui a entraîné la remontée du centre des anneaux.

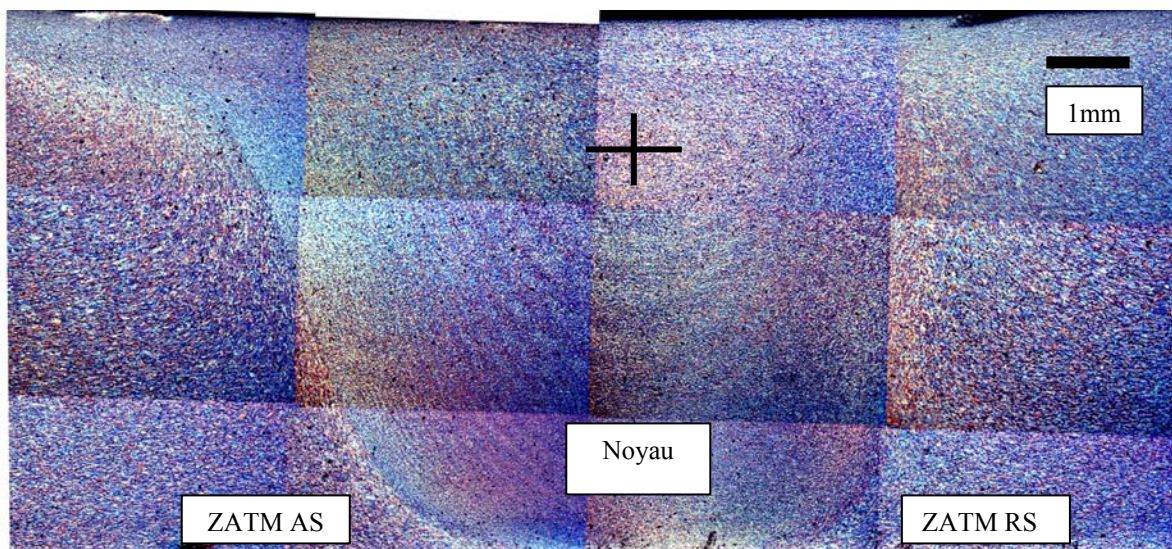


Fig.III.1 Cartographie d'un joint soudé 5251 O après attaque anodique. Microscopie optique

La dureté varie en moyenne de 5-7Hv ($\Delta\sigma_e \approx 15-20$ MPa) à travers la soudure, ce qui est relativement faible. Le métal de base subit un durcissement dans la zone appelée zone déformée (Fig.III.2).

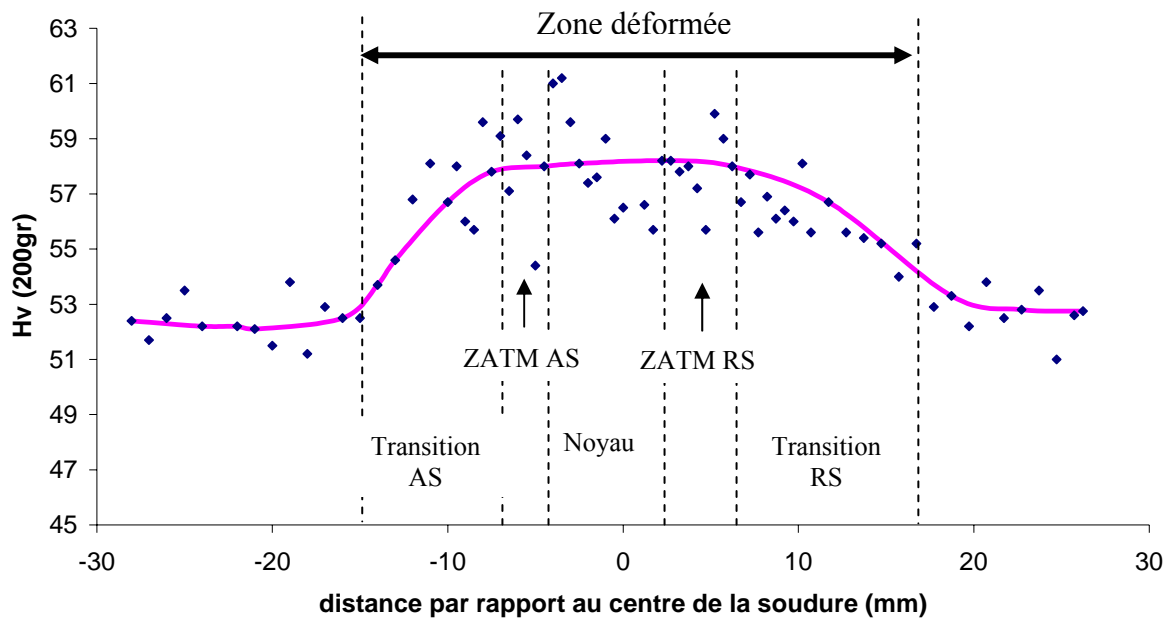


Fig.III.2 Profil de dureté à travers un joint soudé 5251 O

Les dimensions des différentes zones du joint soudé sont récapitulées dans le *Tableau.III.1*.

	Transition AS	ZATM AS	Noyau	ZATM RS	Transition RS
Dimension	8mm	2,15mm	7,4mm	3,7mm	10mm

Tab.III.1 Récapitulatif de la taille approximative des zones dans un joint soudé 5251 O

Remarque:

AS signifie *Advancing Side* et RS *Retreating Side*, quant à la ZATM c'est la *Zone Affectée Thermo-Mécaniquement*.

A-2 Caractérisation des microstructures

A-2-1 Métal de base

Le métal de base est recristallisé et présente une structure granulaire allongée (Fig.III.3). Les grains mesurent en moyenne 100 μ m de long par 35 μ m de large.

Les intermétalliques présents ont un diamètre compris entre 1 et quelques microns (Fig.III.4). Des analyses chimiques faites par diode EDX sous MEB nous indiquent que certains sont riches en magnésium et silicium et d'autres contiennent du fer et du manganèse. Ces intermétalliques sont du type Mg₂Si (1-2 microns) et Al₆(Fe,Mn) (3-4 microns). Ils sont nombreux, alignés et se situent aussi bien dans les grains qu'au niveau des joints de grains.

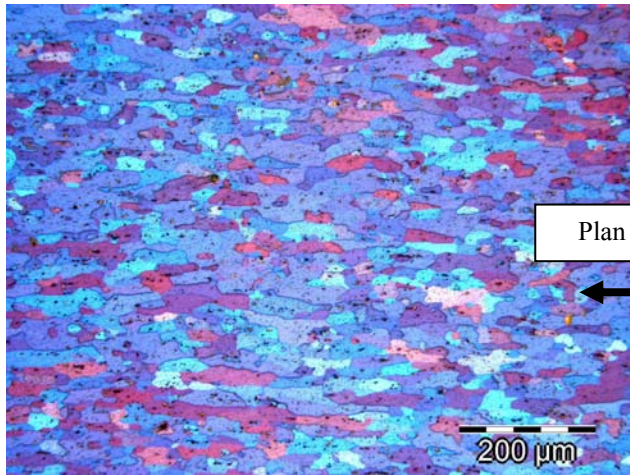


Fig.III.3 Structure granulaire du métal de base après attaque anodique. Observation en microscopie optique

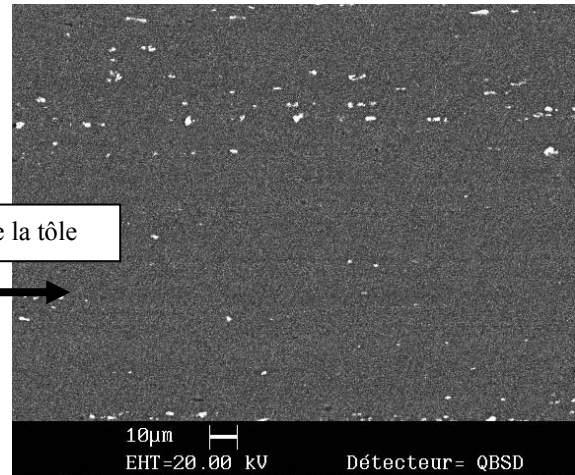


Fig.III.4 Alignement des intermétalliques selon l'axe de laminage dans l'alliage 5251 O. Image MEB en électrons rétrodiffusés

Les dispersoïdes se présentent sous forme de bâtonnets alignés selon l'axe de laminage et se répartissent de façon homogène dans les grains et les joints de grains (Fig.III.6). Leurs dimensions moyennes sont : longueur \approx 200-600nm, largeur \approx 100nm et diamètre \approx 150-300nm. D'après des analyses chimiques effectuées par diode EDX au MET, on note que ces dispersoïdes sont de type $Al_6(Fe,Mn)$.

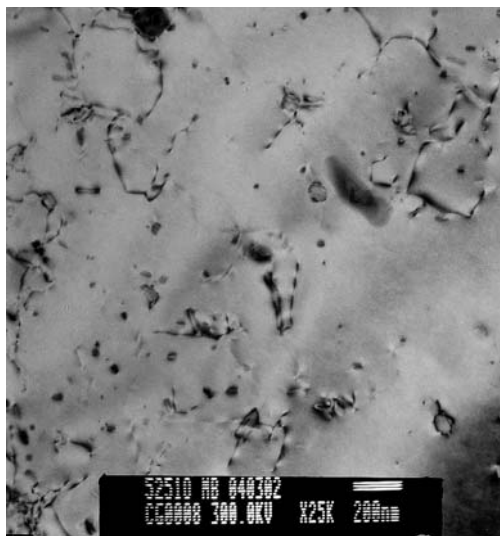


Fig.III.5 Densité faible de dislocations dans l'alliage 5251 O. Image MET en champ clair (2 ondes)

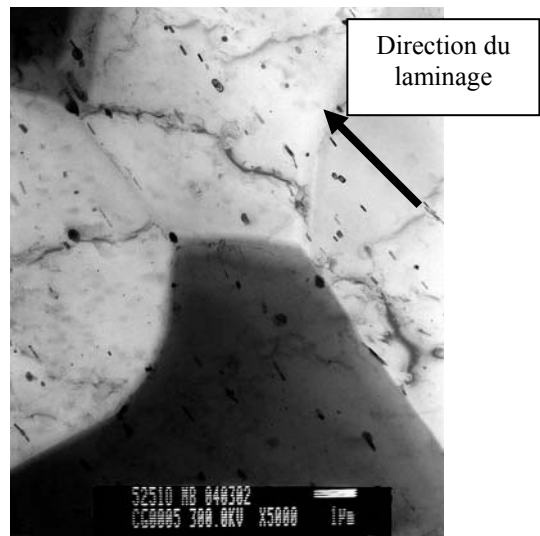


Fig.III.6 Alignement des dispersoïdes parallèlement à la direction de laminage. Image MET en champ clair

Lors de la mise en forme de l'alliage, les tôles sont laminées à chaud puis à froid avant d'être recuites. Le laminage entraîne l'alignement des intermétalliques et des dispersoïdes, ainsi que l'allongement des grains. Après le traitement thermique de recristallisation, les grains conservent une structure allongée et la densité de dislocations diminue fortement (Fig.III.5).

A-2-2 Zones de transition

Les zones de transition se situent aux frontières entre le métal de base et la zone très déformée (ZATM et Noyau) comme le précise la *Figure.III.7*. La structure granulaire et la répartition des précipités (intermétalliques et dispersoïdes) sont comparables à celles observées dans le métal de base. Cependant, ces zones subissent une petite déformation à chaud pendant le soudage ce qui augmente un peu la densité de dislocations (*Fig.III.8*) et donc la dureté.

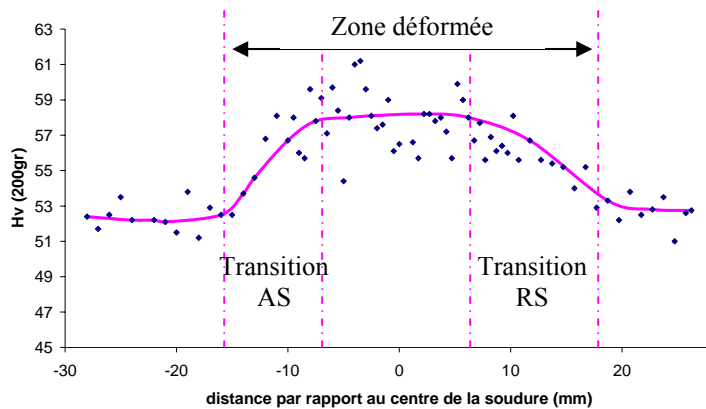


Fig.III.7 Localisation des zones de transition sur le profil de dureté de la soudure 5251 O



Fig.III.8 Population de dislocations dans les zones de transition. Image MET en champ clair (2 ondes)

A-2-3 Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM)

Les ZATM sont proches du noyau comme le montre la *Figure.III.9*. Contrairement aux zones de transition, dans les ZATM les grains subissent une importante rotation et torsion avec une diminution de leur taille et une ondulation des joints (*Fig.III.10*). La perte de la structure granulaire initiale est due à une recristallisation dynamique géométrique issue d'une restauration dynamique [Henshall 1992]. Ce processus s'observe lors d'essais de torsion à chaud sur de l'aluminium pur mais aussi sur les alliages AlMg. Ce phénomène est expliqué plus en détail dans le paragraphe C-3-2-3 du chapitre I. Cette transformation est amplifiée du côté advancing side à cause d'une déformation plus importante près du noyau (*Fig.III.10 et 11*).

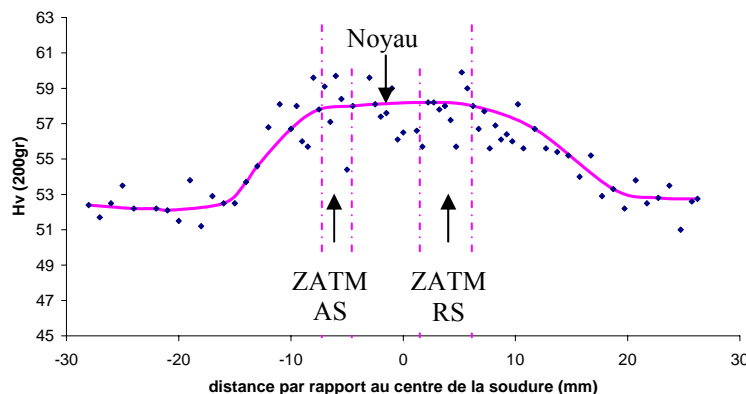


Fig.III.9 Localisation des ZATM et du noyau sur le profil de dureté du joint soudé 5251 O

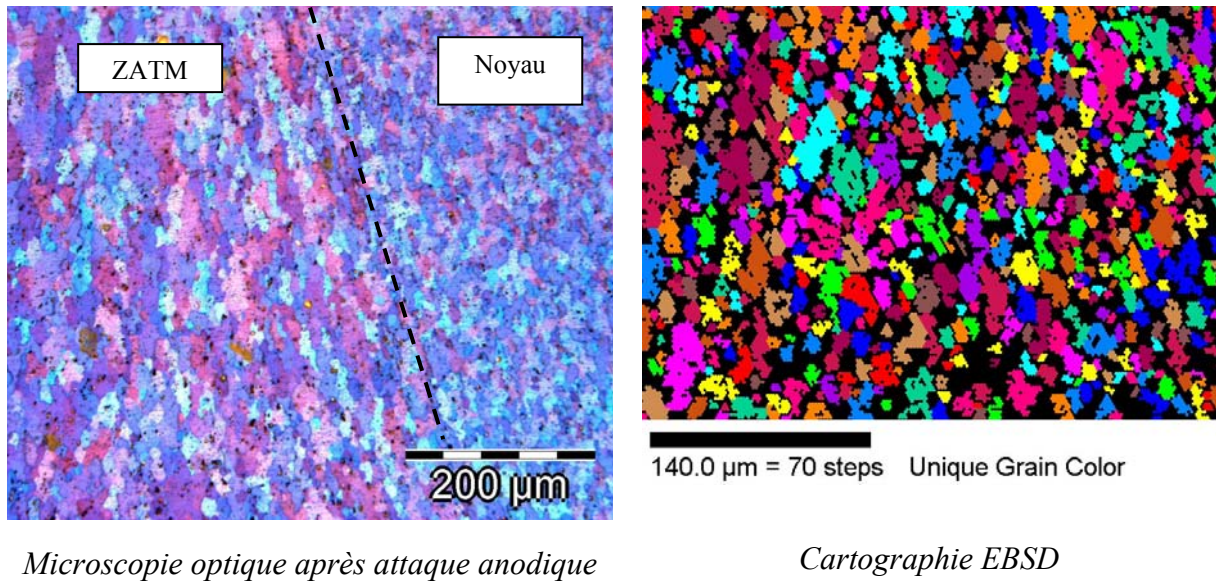


Fig.III.10 Structure granulaire de la ZATM Advancing Side

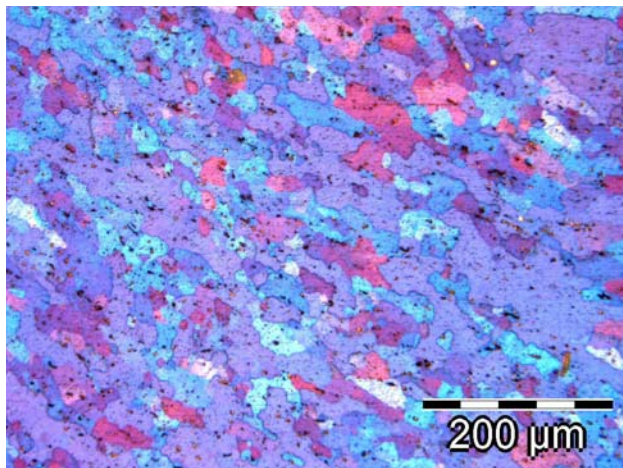


Fig.III.11 Structure granulaire de la ZATM RS après attaque anodique. Microscopie optique

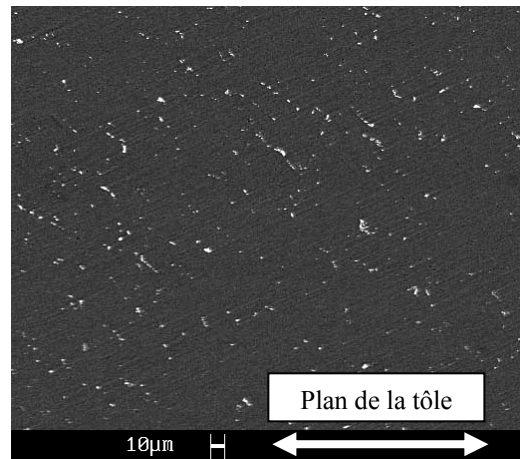


Fig.III.12 Intermétalliques orientés et fracturés par les flux de matière (RS). Image MEB en électrons rétrodiffusés

L'importante déformation à chaud subie dans ces zones entraîne un changement de direction dans l'alignement des intermétalliques qui suivent la même orientation que les grains (Fig.III.12). Leur taille diminue, environ un micron de diamètre, par rapport à ceux présents dans le métal de base. Les intermétalliques sont d'autant plus fracturés, nombreux et ronds que l'on se rapproche du noyau et donc que le taux de déformation augmente.

La déformation à chaud a d'autres conséquences au niveau de la microstructure et plus particulièrement en ce qui concerne la densité de dislocations. En effet, la structure est hétérogène avec des grains contenant de nombreuses dislocations et d'autres très peu (Fig.III.13). Durant la recristallisation dynamique, les phénomènes de déformation, accumulation de dislocations, et de recristallisation, diminution du nombre de dislocations, se produisent simultanément. Par conséquent, il y a coexistence entre des grains recristallisés qui possèdent peu de dislocations et des grains non recristallisés qui contiennent une importante densité de dislocations.

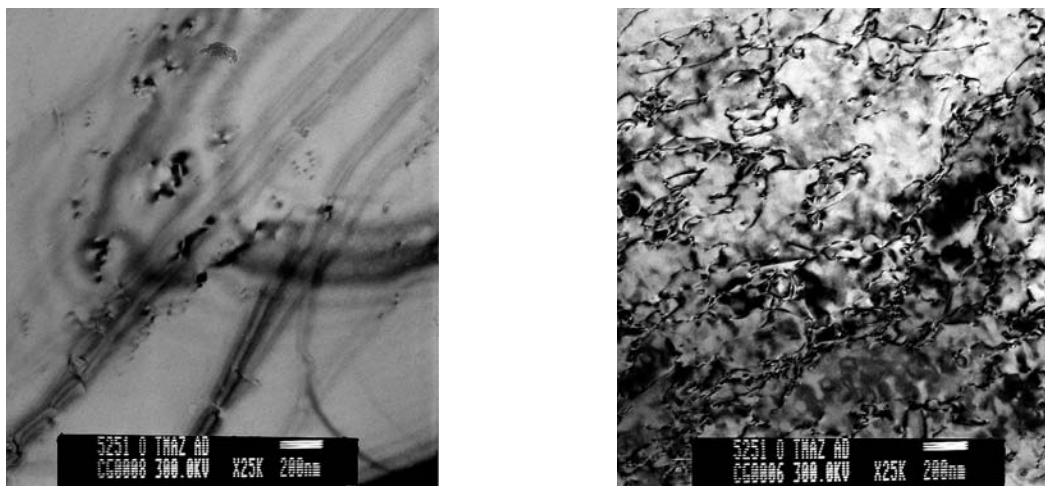


Fig.III.13 Répartition hétérogène de la population de dislocations dans les ZATM. Images MET en champ clair (2 ondes)

A-2-4 Noyau soudé

Le noyau se trouve au centre de la soudure (Fig.III.9). Dans cette zone, la température et la déformation atteintes sont maximales, ce qui entraîne une recristallisation dynamique totale (Fig.III.14). Le diamètre des grains est en moyenne de $10\mu\text{m}$ mais ils sont plus gros au fur et à mesure que l'on se déplace vers le haut de la soudure. En effet, le frottement entre l'épaule et le dessus de la tôle étant la principale source de chaleur, la température est plus élevée vers le haut de la tôle, ce qui favorise la croissance des grains recristallisés.

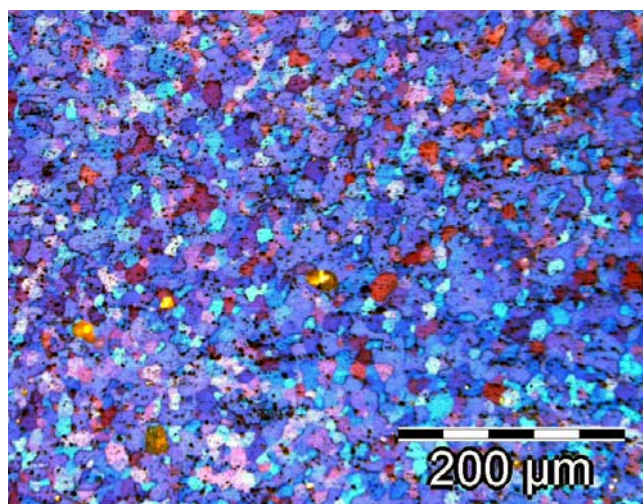


Fig.III.14 Structure granulaire du noyau après attaque anodique. Microscopie optique

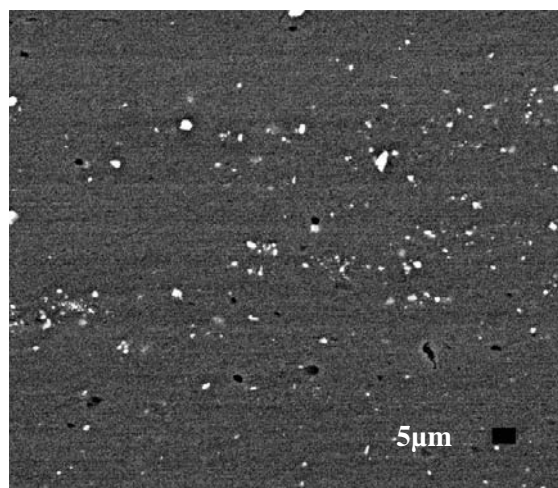


Fig.III.15 Intermétalliques fracturés par la déformation durant le soudage. Image MEB en électrons rétrodiffusés

La déformation à chaud se produisant dans le noyau entraîne, comme dans les ZATM, une fracturation des intermétalliques et une structure hétérogène des dislocations (Fig.III.15-16).

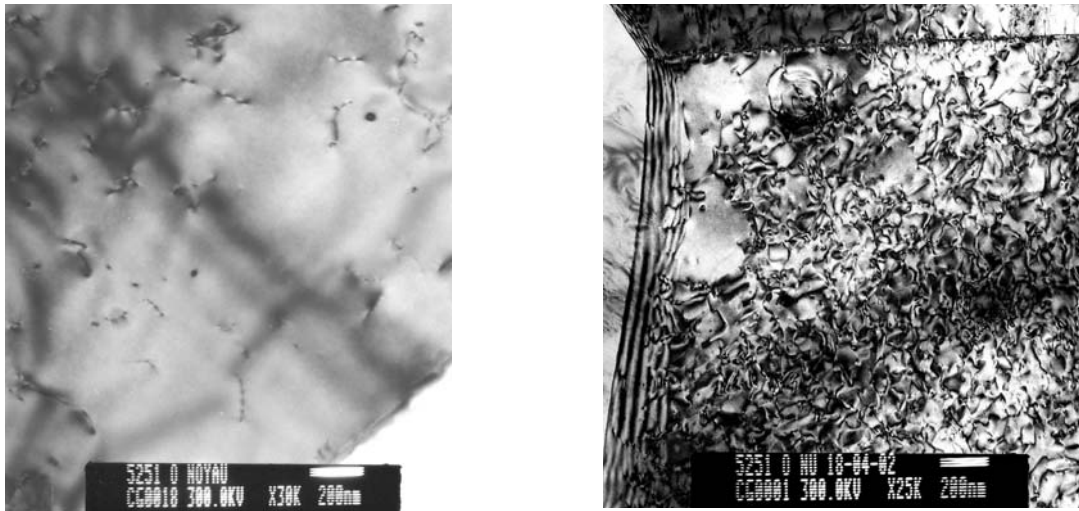


Fig.III.16 Répartition hétérogène des dislocations dans le Noyau. Images MET en champ clair (2 ondes)

Par analyse d'images de photos MEB et à l'aide du logiciel Aphelion, nous avons suivi l'évolution de la taille des intermétalliques entre le métal de base et le noyau soudé (Fig.III.17). Comme les particules ne sont pas forcément sphériques, nous utilisons la notion de diamètre équivalent, c'est-à-dire le diamètre que possède un disque de même aire que la particule.

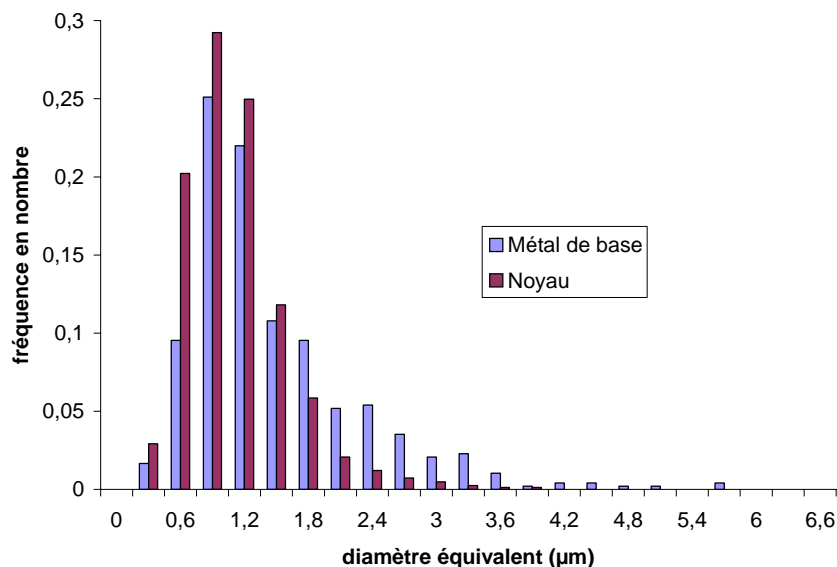


Fig.III.17 Répartition de la taille des intermétalliques dans le métal de base et le noyau

Dans le noyau, les particules de taille supérieure à 3µm ont quasiment disparu tandis que la fraction de particules de taille inférieure à 2µm augmente. Cette variation révèle une fragmentation des intermétalliques et le diamètre équivalent moyen passe de $1,32 \pm 0,1 \mu\text{m}$ dans le métal de base à $0,96 \pm 0,1 \mu\text{m}$ dans le noyau.

Remarques :

- La taille la plus petite mesurée au MEB conventionnel est de 0,2µm de diamètre, par conséquent toutes les petits intermétalliques que peut contenir le noyau ne sont pas

comptabilisées et les résultats s'en retrouvent biaisés. Néanmoins, ils peuvent être observés en MEB_FEG, cependant les dispersoïdes sont eux aussi visibles et il devient donc difficile de tout séparer pour faire un traitement correct.

- Les Mg_2Si présentent peu de contraste avec la matrice en imagerie MEB en électrons rétrodiffusés, par conséquent, l'analyse d'images ne porte que sur les intermétalliques de type $Al_6(Fe,Mn)$.

A-3 Synthèse

La soudure 5251 O ne présente pas à proprement parler de ZAT, Zone Affectée Thermiquement, car la restauration statique est inexistante. En effet, le métal de base possède une faible densité de dislocations. Cependant, une zone de transition est présente à travers laquelle la dureté augmente grâce à l'introduction de dislocations à chaud durant le soudage. Les zones très déformées, ZATM et noyau, possèdent une structure de dislocations hétérogène issue d'une recristallisation dynamique. Dans ces zones, l'introduction de dislocations à chaud et la diminution de la taille de grain liée à la recristallisation, entraînent une petite croissance de la dureté à travers la soudure.

	Structure granulaire	Structure des dislocations	Phénomènes
Métal de Base	Allongée 100 μm par 35 μm	Peu de dislocations	Etat recristallisé
Zone de transition	Structure métal de base	Quelques dislocations	Petite déformation à chaud
ZATM	Grains un peu allongés et ondulés	Structure hétérogène	Recristallisation dynamique géométrique
Noyau	Grains equiaxes (10 μm de diamètre)	Structure hétérogène	Recristallisation dynamique

Tab.III.2 Récapitulatif des microstructures et des phénomènes supposés se produire dans le joint 5251 O

Les dispersoïdes peuvent freiner voir stopper la croissance des grains en exerçant une force d'ancrage, la force de Zener. En fonction de leur taille et de leur répartition, les grains vont pouvoir croître jusqu'à une taille critique d_c :

$$d_c = \frac{4}{3} \frac{r}{f} \quad (III.1)$$

Avec r : le rayon des particules
 f : la fraction volumique des particules

A partir d'images MET nous avons évalué la tailles des dispersoïdes $Al_6(Mn,Fe)$ qui se présentent sous la forme de bâtonnets de 100nm d'épaisseur. Leur fraction volumique a été calculée à partir de la composition de l'alliage (Tab.III.3). Cependant, pour ce calcul il faut tenir compte des intermétalliques de type $Al_6(Mn,Fe)$ qui consomment aussi du manganèse et du fer. Ces intermétalliques ont un diamètre équivalent de 0,96 μm et une fraction volumique de 0,7%. Ces valeurs ont été déterminées à partir de l'étude d'analyse d'images MEB prises dans le noyau.

	Al	Mg	Mn	Fe	Si
Pds %	97,2	2,22	0,24	0,22	0,12
M (gr/mol)	26,98	24,3	54,94	55,85	28,09
At %	97,196	2,465	0,118	0,106	0,115

Tab.III.3 Composition en poids % et atome % de l'alliage 5251

La fraction volumique de particules de types $Al_6(Mn,Fe)$ s'écrit :

$$f_v(\%) = \frac{(Mn + Fe) * 7atomes * V_d}{V_m} \quad (III.2)$$

Avec V_d : le volume atomique des dispersoïdes, $15,37\text{\AA}^3$

V_m : le volume atomique de la matrice prise égale au volume atomique de l'aluminium, $16,6\text{\AA}^3$

Sachant que la fraction volumique des intermétalliques $Al_6(Mn,Fe)$ est de 0,7%, la fraction atomique (Mn+Fe) contenue dans ces particules est donc de 0,108at%. Afin de calculer leur fraction volumique il faut tenir compte de la composition de l'alliage (Tab.III.3) ainsi que du taux de Mn contenu dans les intermétalliques $Al_6(Mn,Fe)$. En faisant l'hypothèse que la fraction atomique restante, c'est-à-dire 0,116at% de (Mn+Fe), se trouve dans les dispersoïdes, nous pouvons en déduire que la fraction volumique des dispersoïdes est de 0,75%.

Nous savons donc que le rayon des dispersoïdes est de 50nm avec une fraction volumique estimée à 0,75% ce qui nous permet de trouver un rayon critique de $9\mu m$. Dans le noyau, la taille moyenne des grains est de $10\mu m$, par conséquent la croissance des grains n'est pas limitée par le temps court passé à haute température durant le soudage mais par la présence de fines particules. Le calcul donne donc un résultat analogue à la structure granulaire observée dans le joint 5251 et confirme le rôle des dispersoïdes dans le phénomène d'ancrage des joints de grains.

B Joint soudé 2024 T351 (maturé à température ambiante)

B-1 Profil du joint

La Figure.III.18 est une cartographie du joint soudé après attaque anodique. Le noyau se compose d'anneaux concentriques dont le centre se situe à peu près à mi-épaisseur de la tôle.

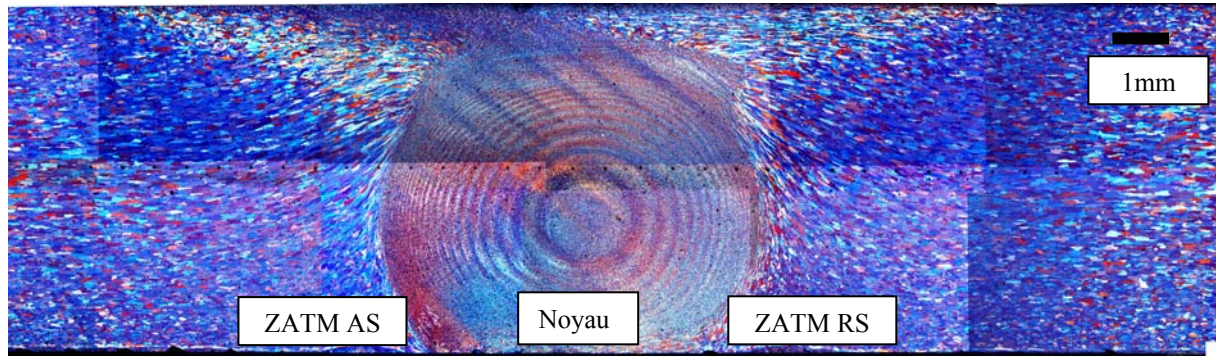


Fig.III.18 Cartographie d'un joint soudé 2024 T351 après attaque anodique. Microscopie optique

Le soudage provoque un adoucissement et donc une diminution moyenne de 40Hv à travers la soudure (Fig.III.19). Cette chute de dureté se situe dans la ZAT, Zone Affectée Thermiquement, où l'on passe d'environ 155 à 120 Hv sur seulement quelques millimètres. La ZATM, Zone Affectée Thermo-Mécaniquement, présente un minimum de dureté alors que dans le noyau celle-ci remonte.

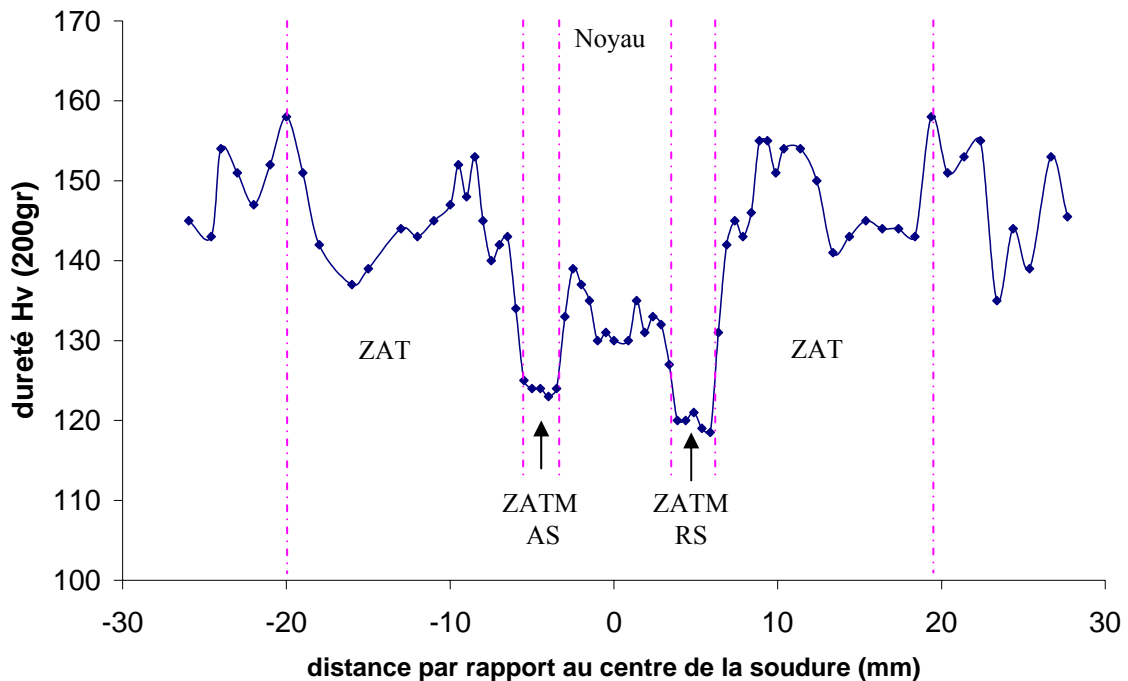


Fig.III.19 Profil de dureté d'un joint soudé 2024 T351 (perpendiculaire au sens de soudage)

Le *Tableau.III.4* récapitule les tailles des différentes zones composant la soudure.

	ZAT	ZATM AS	Noyau	ZATM RS	ZAT
Dimension	14,5mm	2,1mm	6,45mm	3,1mm	13mm

Tab.III.4 Récapitulatif de la taille approximative des zones dans la soudure 2024 T351

Afin de connaître l'évolution de la dureté du joint, à température ambiante, un premier profil a été mesuré quelques mois après le soudage, puis un second profil a été effectué sur le même joint soudé 6 mois plus tard (*Fig.III.20*). La dureté augmente dans les zones fortement déformées durant le soudage (noyau et ZATM) où les températures atteintes sont comprises entre 350 et 550°C [*Frigaard 2001*]. De retour à température ambiante, la solubilité des éléments Cu et Mg est plus faible, ce qui conduit à la formation de zones GPB durcissantes.

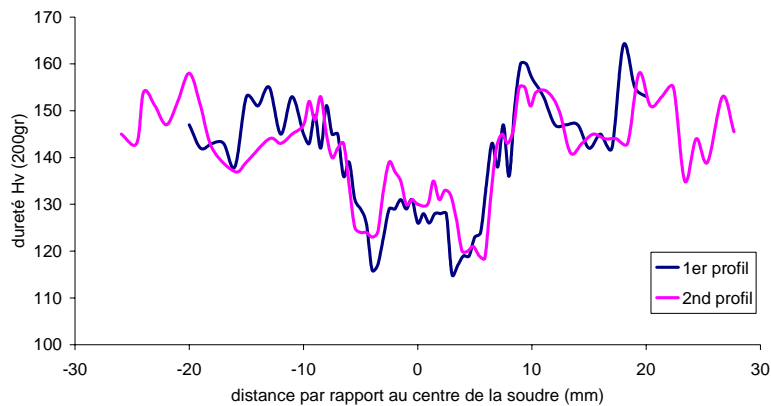


Fig.III.20 Evolution du profil de dureté d'un joint soudé 2024 T351 à température ambiante
 1) quelques mois après soudage
 2) 6 mois après le premier profil

B-2 Caractérisation qualitative des microstructures

B-2-1 Métal de base

Dans le métal de base, les grains sont allongés et mesurent de 100 à 200 microns de long et de 20 à 30 microns de large. Ils sont orientés parallèlement à l'axe de laminage (*Fig.III.21*).

Trois types de précipités sont présents. Les plus grossiers sont des intermétalliques, alignés selon la direction de laminage avec une taille comprise entre 1 et 15 microns (*Fig.III.22*). Les analyses chimiques effectuées au MEB montrent qu'ils appartiennent à la famille des $Al_6(Cu,Mn,Fe)$ et des Al_2CuMg . La seconde espèce, les dispersoïdes, a une taille moyenne de 200nm de long par 50nm de large (*Fig.III.23*). L'analyse EDX sous MET nous indique la présence de cuivre et de manganèse. Enfin, le dernier type de précipité se présente ici sous forme de zones GPB non visibles au MET, cependant, sur un cliché de diffraction en axe de zone $[001]_{\alpha}$ on remarque une ébauche de croix en position $(011)_{\alpha}$ (*Fig.III.24*).

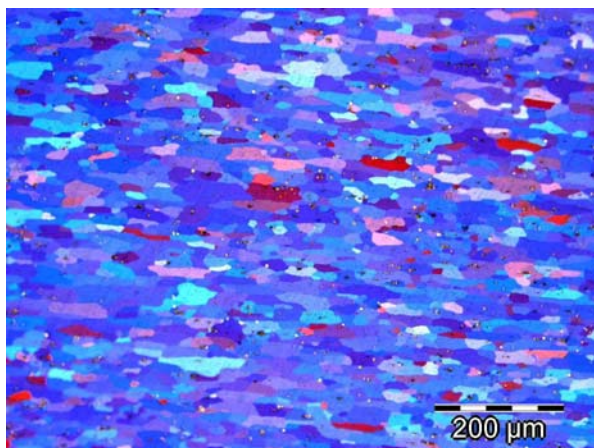


Fig.III.21 Structure granulaire après attaque anodique de l'alliage 2024 T351. Microscopie optique

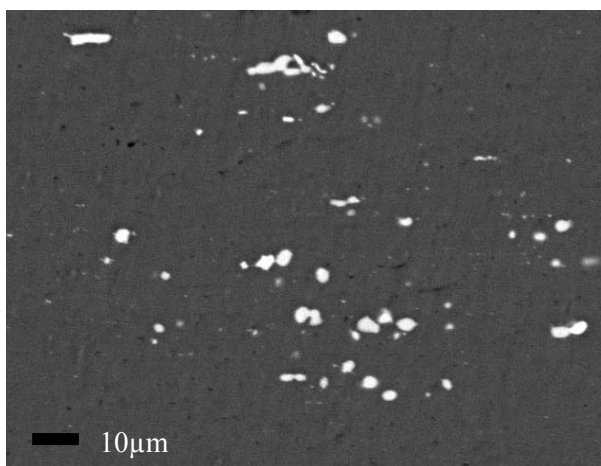


Fig.III.22 Intermétalliques $Al_6(Cu,Mn,Fe)$ et Al_2CuMg contenus dans l'alliage 2024 T351. Image MEB en électrons rétrodiffusés

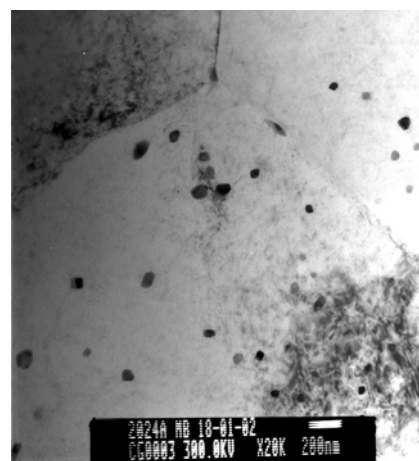


Fig.III.23 Dispersoïdes riches en Cu et Mn. Image MET en champ clair

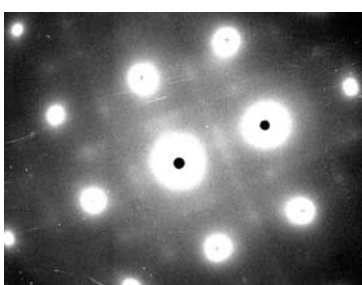


Fig.III.24 Cliché de diffraction en axe de zone $[001]_\alpha$. Quadrillage de traînées diffuses dû à la présence de zones GPB

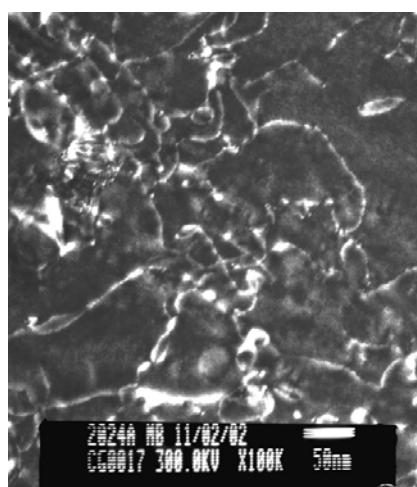


Fig.III.25 Dislocations présentes dans l'alliage 2024 T351. Image MET en faisceau faible (weak beam)

L'alliage 2024 à l'état T351 subit un détensionnement, ce qui introduit des dislocations (*Figure.III.25*). Certains grains peuvent présenter une densité de dislocations assez importante.

B-2-2 Zone Affectée Thermiquement (ZAT)

Les ZAT sont définies comme des zones ayant subi principalement un cycle thermique de recuit. Cependant, une petite déformation peut se produire et introduire des dislocations supplémentaires comme on peut le voir sur la *Figure.III.27*. Néanmoins cette déformation est trop faible pour engendrer un changement de la structure granulaire par rapport à celle du métal de base. La dureté varie beaucoup, comme le montre la *Figure.III.26*, surtout à la frontière ZAT / ZATM où elle chute brutalement. Le phénomène à l'origine de ces fluctuations est la précipitation de la phase S ou Al_2CuMg sous forme de bâtonnets (*Fig.III.28*). Sur le cliché de diffraction en axe de zone $[001]_\alpha$ de la *Figure.III.29*, huit tâches de sous structure forment une croix en position $(011)_\alpha$ selon les directions $\langle 001 \rangle_\alpha$ ainsi que des droites selon les directions $\langle 012 \rangle_\alpha$.

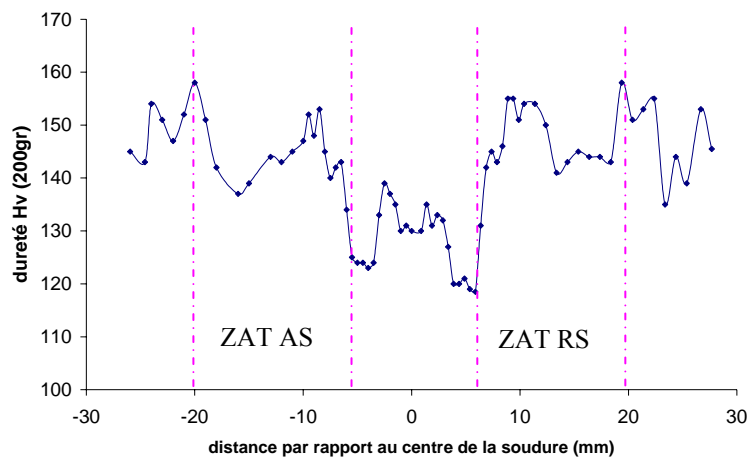


Fig.III.26 Localisation des ZAT dans l'Advancing et dans la Retreating side

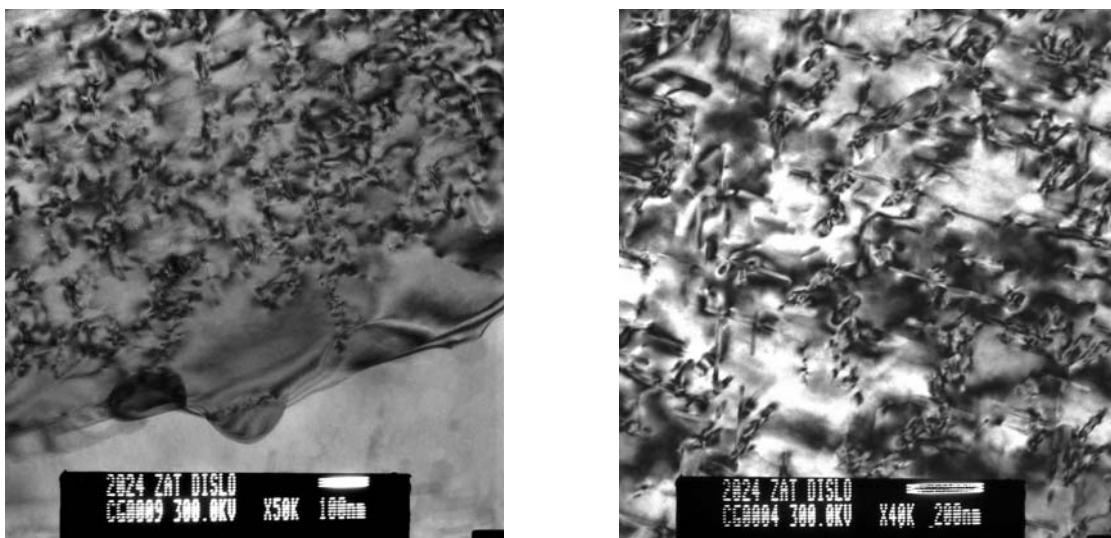


Fig.III.27 Dislocations présentes à la limite ZAT / ZATM dans un joint 2024 T351. Image MET en champ clair

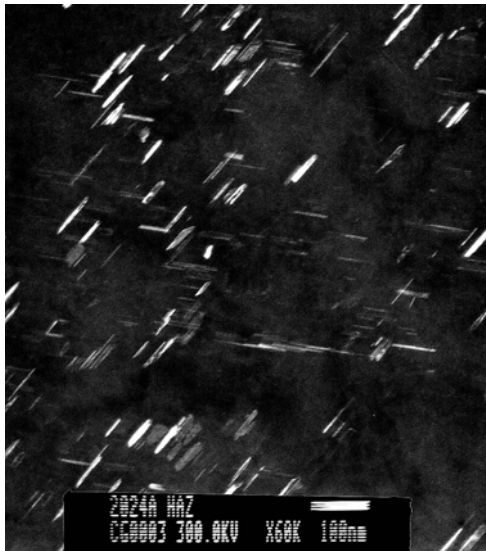


Fig.III.28 Précipitation fine de la phase S'(S) au centre de la ZAT dans un joint 2024 T351. Image MET en champ sombre centré sur la position $(011)_\alpha$

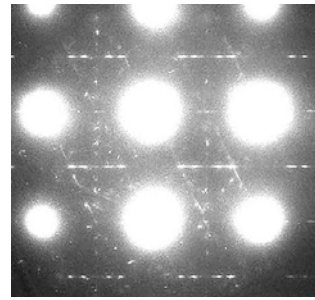
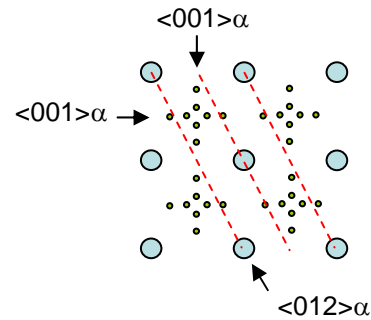


Fig.III.29 Cliché de diffraction en axe de zone $[001]_\alpha$



B-2-3 Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM)

Dans la ZATM la déformation et l'échauffement sont importants. La torsion provoquée par le filetage du pion en mouvement entraîne une rotation des grains, allant jusqu'à 90° près du noyau (Fig.III.31). La frontière noyau/ZATM est marquée de façon franche dans l'advancing side contrairement à la retreating side où l'on voit un mélange de grains initiaux et de nouveaux grains recristallisés (Fig.III.32).

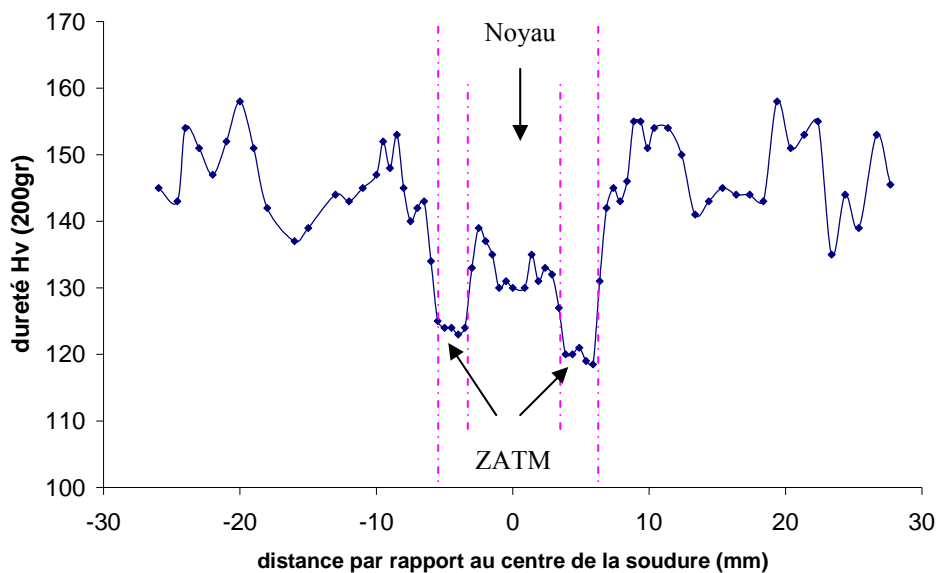


Fig.III.30 Localisation des ZATM et du noyau sur le profil de dureté d'un joint 2024 T351

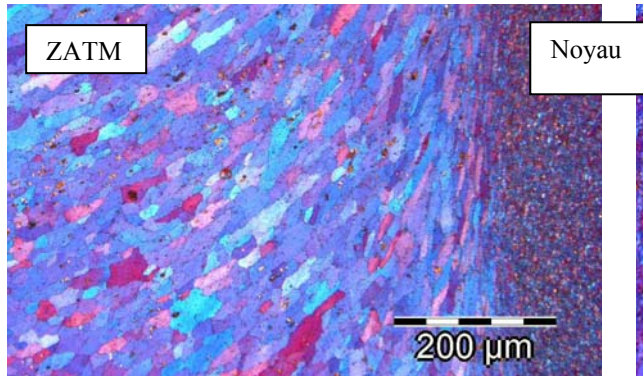


Fig.III.31 Frontière ZATM/Noyau (AS)

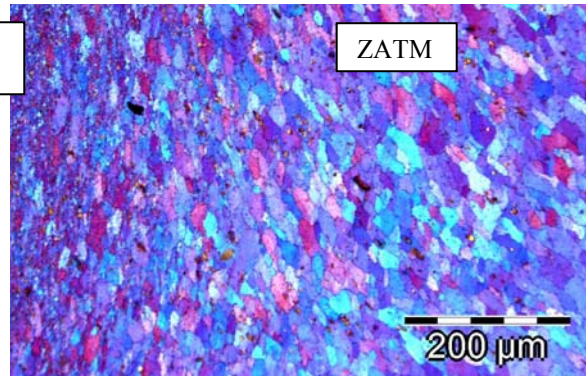
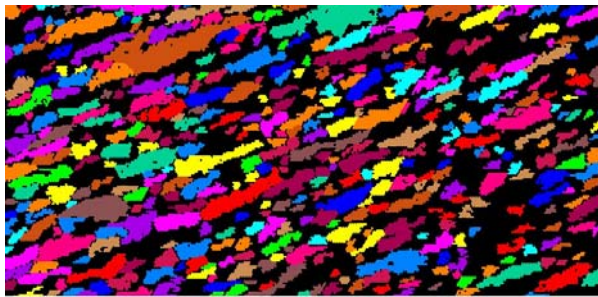


Fig.III.32 Frontière ZATM/Noyau (RS)

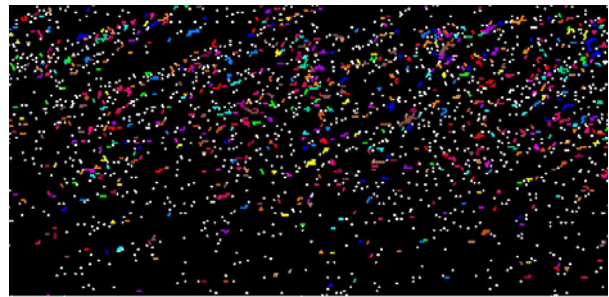
Structure granulaire après attaque anodique. Microscopie optique

La recristallisation est partielle et se développe surtout près de la frontière ZATM/noyau, au niveau des joints de grains initiaux. En décomposant les images EBSD selon un critère de taille, on peut visualiser la répartition des petits grains comme sur la Figure.III.33. Néanmoins, certaines zones sont difficiles à indexer, probablement à cause de grains de taille inférieure à quelques microns ou à la présence d'intermétalliques.



200.0 µm = 100 steps Unique Grain Color

Cartographie des gros grains ($\varnothing > 6\mu\text{m}$)



200.0 µm = 100 steps Unique Grain Color

Cartographie des petits grains ($\varnothing < 6\mu\text{m}$)

Fig.III.33 Cartographie EBSD de la structure granulaire dans la ZATM AS

Comme pour l'alliage 5251 O, la déformation provoque la fracture des intermétalliques qui s'orientent selon les flux de matière engendrés par la rotation du pion (Fig.III.34-35).

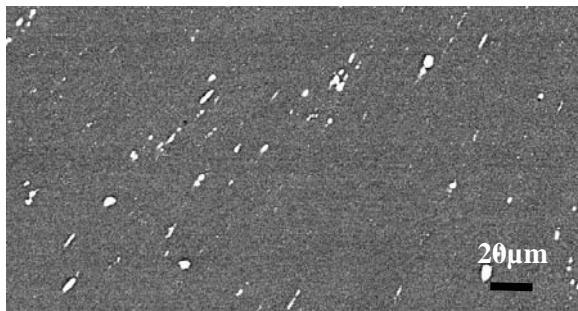


Fig.III.34 Intermétalliques orientés dans la ZATM AS. Image MEB en électrons rétrodiffusés

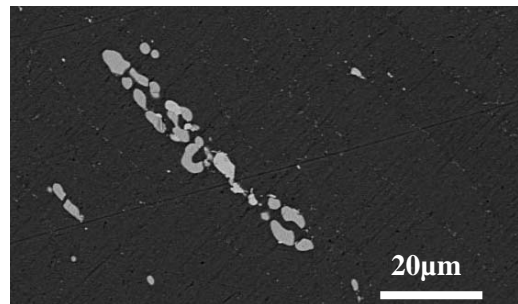


Fig.III.35 Intermétalliques fracturés dans la ZATM RS. Image MEB_FEG en électrons rétrodiffusés

La température et le taux de déformation étant plus grands dans la ZATM que dans la ZAT, la précipitation de la phase S'(S) est plus grossière et hétérogène (*Fig.III.37*). Néanmoins, les clichés de diffraction en axe de zone $[001]_{\alpha}$ restent identiques pour les deux zones (*Fig.III.36*). La précipitation intragranulaire se présente sous forme de bâtonnets ($L \approx 50-170\text{nm}$ et $l \approx 15-25\text{nm}$). Elle germe de préférence sur les dislocations et les dispersoïdes (*Fig.III.37-38*) et crée une distorsion de la matrice qui nous empêche d'imager correctement les dislocations, pourtant très nombreuses à cause de la déformation à chaud. La précipitation intergranulaire est très épaisse, $L \approx 150-200\text{nm}$ $l \approx 60\text{nm}$, et entourée d'une zone appauvrie en soluté (*Fig.III.39*).

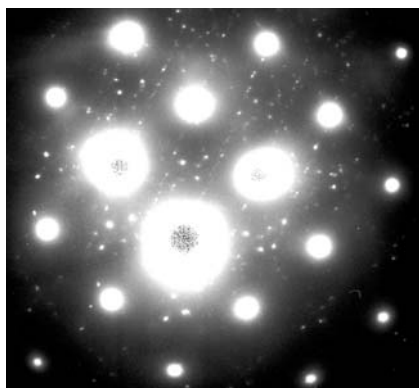


Fig.III.36 Cliché de diffraction en axe de zone $[001]_{\alpha}$

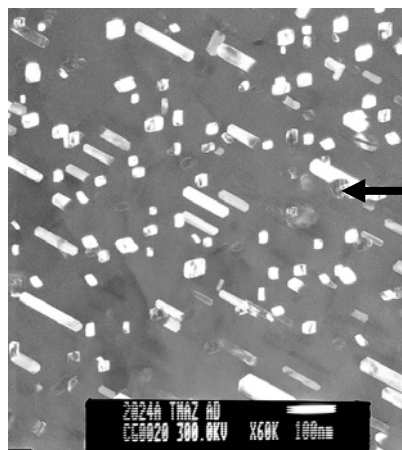


Fig.III.37 Précipitation de la phase S'(S) hétérogène sur dispersoïdes. Image MET en champ sombre centré sur la position $(011)_{\alpha}$

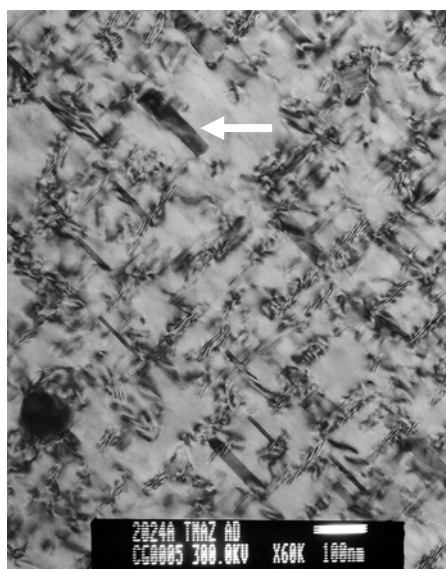


Fig.III.38 Précipitation hétérogène sur dislocations. Image MET en champ clair

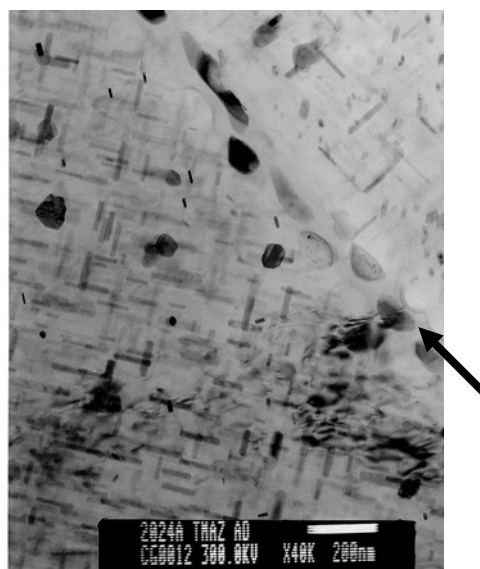


Fig.III.39 Précipitation intergranulaire grossière. Image MET en champ clair

La transition ZATM – noyau, dans l'Advancing Side, se fait sur une courte distance (30 à 40 microns) comme le montre la *Figure.III.40*. On passe de grains allongés contenant beaucoup de bâtonnets de S'(S) (ZATM) à une structure de grains plus petits et equiaxes avec des précipités S'(S) moins nombreux et plus massifs (Noyau).



*Fig.III.40 Transition Noyau / ZATM (AS)
Cartographie en transmission (MET) en champ clair*

B-2-4 Noyau soudé

Dans le noyau, la déformation et l'échauffement sont tels que la structure initiale disparaît complètement. Les grains sont petits et equiaxes avec un diamètre moyen de 4 microns (*Fig.III.41*). Certains gros intermétalliques sont fracturés de façon importante et forment une traînée composée de petites particules de taille inférieure au micron (*Fig.III.42-43*). Comme pour l'alliage 5251 O une étude quantitative de leur taille a été menée à partir d'images MEB. Le graphique de la *Figure.III.44* montre, dans le noyau, une diminution de la fraction de grosses particules au détriment de celle des plus petites. Le diamètre équivalent moyen passe de $2,7 \pm 0,1 \mu\text{m}$ dans le métal de base à $2,2 \pm 0,1 \mu\text{m}$ dans le noyau.

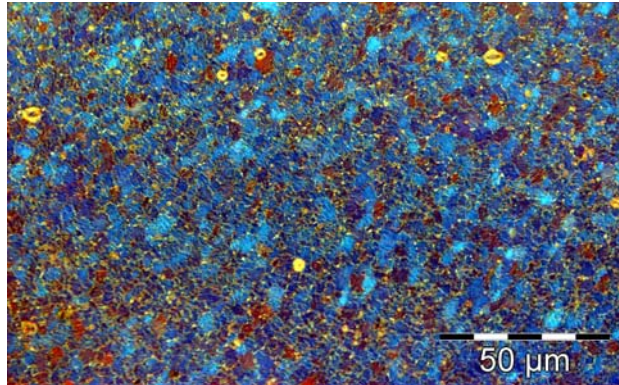


Fig.III.41 Structure granulaire du noyau après attaque anodique. Microscopie optique

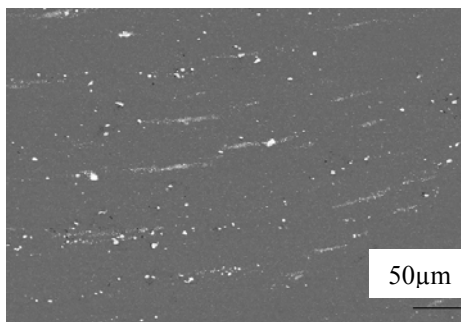


Fig.III.42 Intermétalliques broyés. Image MEB_FEG en électrons rétrodiffusés

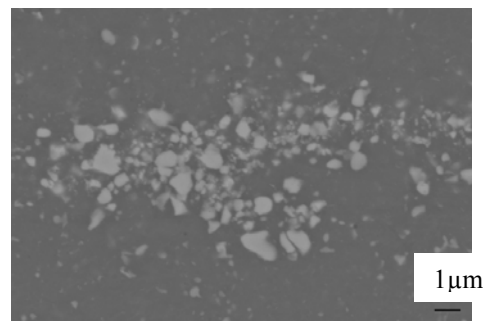


Fig.III.43 Zoom sur une traînée d'intermétalliques. Image MEB_FEG en électrons rétrodiffusés

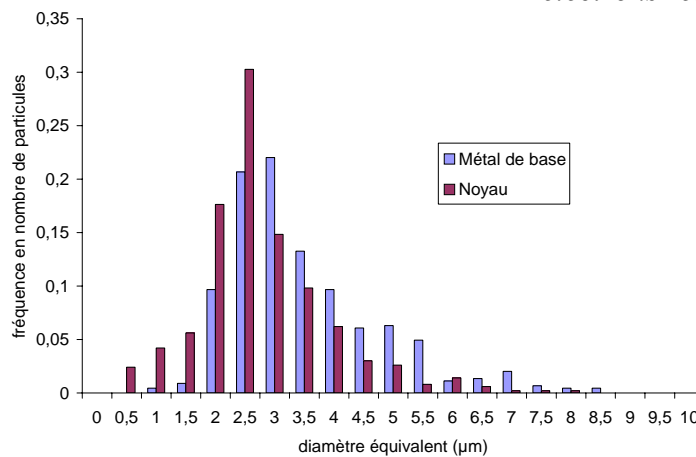


Fig.III.44 Répartition de la taille des intermétalliques dans le noyau et le métal de base

Les températures atteintes sont de l'ordre de 450-550°C [Frigaard 2001], ce qui entraîne une précipitation de la phase S incohérente avec la matrice (Fig.III.45). Par contre, de retour à température ambiante, la limite de solubilité des éléments Cu et Mg diminue et permet la formation de zones GPB durcissantes. La Figure.III.47 montre des traînées diffuses entre les tâches intenses de diffraction.

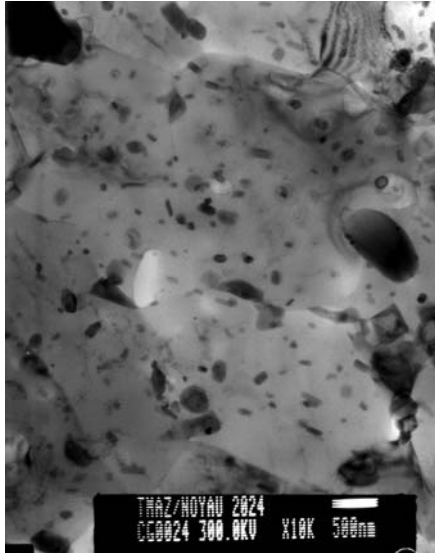


Fig.III.45 Précipitation S incohérente dans le noyau. Image MET en champ clair



Fig.III.46 Ancrage des joints de grain par des dispersoïdes. Image MET en champ clair

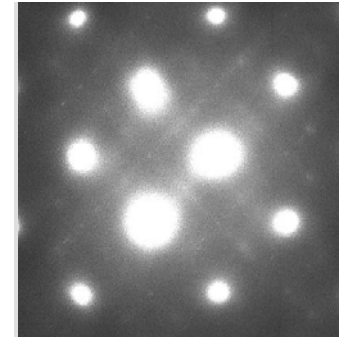


Fig.III.47 Cliché de diffraction en axe de zone $[001]_{\alpha}$

Bien que le noyau soit la zone subissant la plus forte déformation, il reste peu de dislocations dans les grains comparé à la ZATM (Fig.III.46). Le phénomène de restauration semble donc plus avancé dans le noyau. D'autre part, la présence de dispersoïdes au niveau des joints de grains nous a amené à calculer la taille critique des grains afin de déterminer l'effet d'ancrage de ces derniers. Pour cela, nous avons utilisé la même méthode que celle employée pour l'alliage 5251 O (équation III.3).

$$d_c = \frac{4}{3} \frac{r}{f} \quad (\text{III.3})$$

Avec r : le rayon des particules
 f : la fraction volumique des particules

La taille des dispersoïdes a été évaluée par images MET ; ce sont des bâtonnets de type $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ de 200nm de long et de 50nm de large et d'épais, ce qui donne un diamètre équivalent de 100nm. Afin de calculer la fraction volumique de ces particules, il faut tenir compte de la composition de l'alliage (Tab.III.5) et de la fraction atomique de manganèse contenu dans ces particules, sachant que les intermétalliques $\text{Al}_6(\text{Cu}, \text{Mn}, \text{Fe})$ consomment aussi du manganèse. Toutefois, la fraction volumique de ces intermétalliques est difficile à déterminer par analyse d'images, car c'est la fraction volumique totale des deux sortes d'intermétalliques qui a été calculée ($\text{Al}_6(\text{Cu}, \text{Mn}, \text{Fe})$ et Al_2CuMg). En effet, le contraste de phase en électrons rétrodiffusés entre les deux types d'intermétalliques ne permet pas de les différencier. D'autre part, la chimie exacte de ces particules n'est pas connue, par contre les deux alliages, 5251 et 2024, ont été choisis car leur concentration en manganèse est assez proche et donc que le taux de dispersoïdes est similaire. Par conséquent, nous avons fait

l'hypothèse que la fraction volumique des dispersoïdes contenus dans l'alliage 2024 était la même que celle obtenue dans l'alliage 5251, c'est-à-dire 0,75%. Au final, la taille de grain critique trouvée, à partir d'une fraction volumique de 0,75% et d'un rayon équivalent de 50nm, est de 9 μ m.

	Al	Cu	Mg	Mn
Pds %	94,17	3,98	1,48	0,37
M (gr/mol)	26,98	63,55	24,3	54,94
At %	96,4	1,73	1,682	0,186

Tab.III.5 Composition en poids % et atome % de l'alliage 2024

Cependant, dans le noyau, la taille moyenne des grains est plus petite, 4 μ m. Toutefois, en plus des intermétalliques et des dispersoïdes, nous avons noté la présence de petits précipités S qui peut accentuer l'effet d'ancrage. Ces précipités ont un diamètre moyen de 62nm et une fraction volumique, mesurée par DSC, de 4% (paragraphe B-3-1-3 dans le chapitre III). Ces résultats nous permettent de calculer une taille critique de grains de 1 μ m. Néanmoins, comme ces précipités se forment durant le soudage et donc en même temps que la recristallisation, il est fort probable que leur effet d'ancrage ne soit pas maximal. Ce phénomène expliquerait la taille intermédiaire de 4 μ m que l'on mesure dans le noyau. Toutefois, les calculs correspondent assez bien à la structure granulaire observée dans l'alliage 2024 et confirment le rôle d'ancrage des dispersoïdes et des petits précipités de phase S.

B-2-5 Synthèse

L'étude qualitative des microstructures du joint 2024 T351 nous montre que la grande variation de dureté à travers la ZAT est due à l'évolution de l'état de précipitation de la phase S. En effet, loin de la soudure ce sont les zones GPB qui sont primordiales tandis que plus on se rapproche de la ZATM plus ce sont les précipités S'(S) qui vont influencer les propriétés du joint. Dans la ZATM on note une précipitation hétérogène de S'(S) grossiers, couplée à la déformation qui provoque un début de recristallisation. Cependant, l'histoire des grains est mieux conservée dans le joint 2024 T351 que dans le joint 5251 O. D'autre part, le noyau présente une structure recristallisée fine avec une précipitation de la phase S incohérente avec la matrice. De plus, la maturation à l'ambiante a provoqué la formation de zones GPB et donc réduit le noyau par rapport à la ZATM.

Remarque :

Nous n'avons pas noté la présence de précipités de type θ ou Ω ; il est possible qu'ils soient présents mais la précipitation de type S reste largement prédominante.

Nous avons vu qu'un alliage à durcissement par écrouissage contenant initialement peu de dislocations (5251 O), connaissait un durcissement suite au soudage FSW par l'introduction de dislocations à chaud et de la recristallisation. Bien que l'alliage 2024 T351 ait un état initial proche de celui de l'alliage 5251 O, le matériau connaît un fort adoucissement à travers la soudure. Par conséquent, l'évolution des propriétés à travers le joint dépend surtout de l'état de précipitation et moins de la structure granulaire et de la densité de dislocations. A la suite de ces observations, il nous est apparu judicieux de quantifier cet état de précipitation à l'aide de différentes techniques (DSC, SAXS, MEB, MET).

Les microstructures des différentes zones du joint 2024 T351 sont récapitulées dans le *Tableau.III.6*.

2024 T351	Structure granulaire	Structure dislocation et précipitation	Phénomènes
Métal de Base	Allongée 150 μ m par 25 μ m	Quelques dislocations Zones GPB	Etat mûré
ZAT	Structure métal de base	Dislocations Précipités S'(S) fins	Précipitation fine S'(S)
ZATM	Rotation des grains et début de recristallisation	Dislocations enchevêtrées Précipitation S'(S) grossière et hétérogène	Déformation Précipitation grossière S'(S)
Noyau	Grains equiaxes (4 μ m de diamètre)	Peu de dislocations Zones GPB Précipités S incohérents	Recristallisation dynamique

Tab.III.6 Récapitulatif des microstructures et des phénomènes estimés dans le joint 2024 T351

B-3 Caractérisation quantitative des microstructures

Comme nous venons de le voir, l'état de précipitation joue un rôle primordial pour les propriétés de la soudure, c'est pourquoi nous avons entrepris une étude plus quantitative en nous intéressant à deux paramètres, la fraction volumique de précipités et leur taille. Pour cela différentes techniques ont été utilisées, chacune présentant des avantages et des inconvénients. En ce qui concerne la fraction volumique, nous avons couplé une étude en DSC et en diffusion des RX aux petits angles (SAXS). Pour la taille des précipités, le MET nous donne des indications très locales, c'est pourquoi nous avons complété les premiers résultats par une étude en SAXS pour la précipitation fine et des observations au MEB_FEG dans la ZATM.

B-3-1 Fraction volumique

B-3-1-1 Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Le profil des courbes de DSC, *Figure.III.48*, varie de façon significative selon la zone où l'on se trouve.

Rappel :

Le premier pic endothermique est dû à la dissolution des zones GPB, le pic exothermique représente la précipitation de la phase S'(S) qui en se dissolvant produit le deuxième pic endothermique.

A partir de ces courbes nous pouvons en déduire l'évolution des fractions relatives des zones GPB et des précipités S'(S) à travers la soudure. La procédure est détaillée dans le paragraphe B-3-2-3 du chapitre II. Pour les zones GPB, la fraction relative est directement proportionnelle à l'aire du pic de dissolution des zones GPB, tandis que pour les précipités S'(S), la fraction dépend de la différence entre les aires de précipitation du métal de base et de la zone choisie (*équation.II.1 et équation.II.2*).

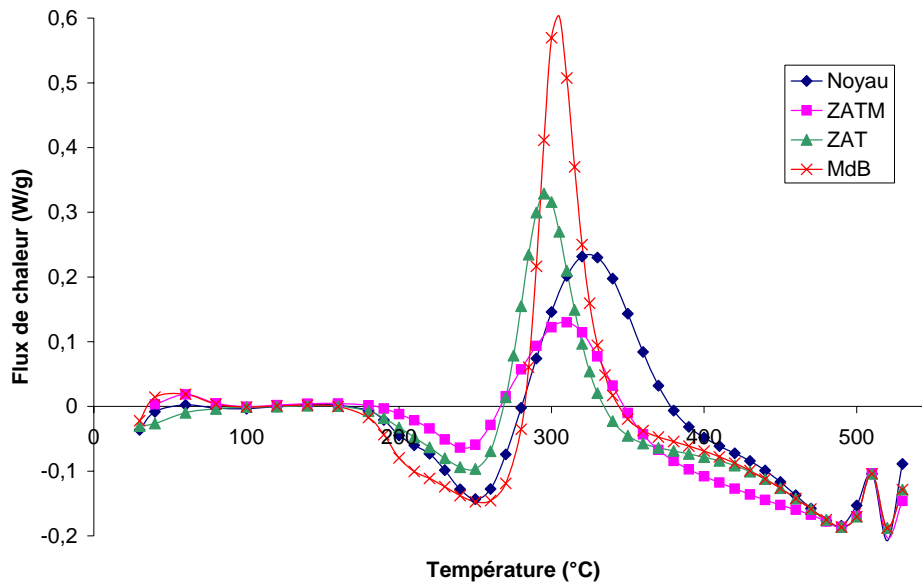


Fig.III.48 Diagrammes DSC dans les quatre différentes zones du joint soudé (côté AS)

De nombreux échantillons ont été prélevés à travers la soudure, permettant de tracer l'évolution des fractions relatives en zones GPB et en précipités S'(S) (Figure.III.49).

Dans le métal de base, la précipitation dominante se trouve sous forme de zones GPB, tandis que les précipités S'(S) sont négligeables. La ZAT est plus complexe, car l'état de précipitation y évolue continuellement à travers elle. Proche du métal de base, les zones GPB restent dominantes ; cependant leur fraction relative diminue un peu. Au centre de la ZAT, la fraction de zones GPB chute rapidement au profit de la précipitation S'(S). Enfin, à la frontière ZAT/ZATM, la fraction de précipités S'(S) est maximale et celle des zones GPB minimale. Cette configuration reste la même dans les ZATM. Dans le noyau, les températures atteintes sont suffisamment hautes pour entraîner une précipitation S'(S) moins importante par rapport à la ZATM et donc une solution solide plus riche en soluté. Par conséquent, de retour à température ambiante, des zones GPB se forment devenant l'état de précipitation dominant.

En conclusion, la technique DSC nous permet de bien appréhender l'évolution de la précipitation, cependant l'étude est semi quantitative car seules des fractions relatives sont obtenues. C'est pourquoi, une étude complémentaire en diffusion des RX aux petits angles a été appliquée afin d'obtenir des fractions volumiques.

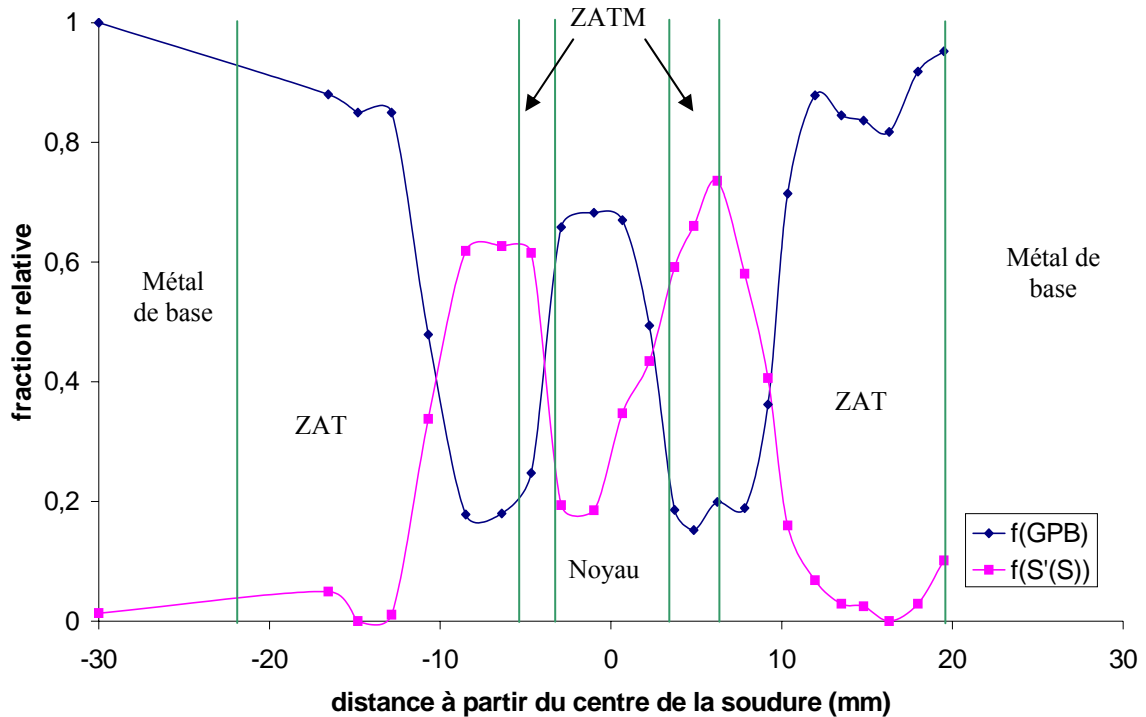


Fig.III.49 Evolution des fractions relatives des zones GPB et des précipités S'(S) à travers le joint soudé 2024 T351

B-3-1-2 Diffusion centrale des RX aux petits angles (SAXS)

La technique de SAXS nous permet de mesurer une fraction volumique totale de précipité. Néanmoins, la condition limite fixée est une gamme de q (vecteur de diffusion) et donc un intervalle de taille de précipités. Par conséquent, tous les précipités, et ce quelque soit leur nature, ayant une taille comprise dans cet intervalle seront comptabilisés. C'est donc une fraction volumique globale que l'on mesure sans discrimination entre les précipités de nature différente.

Précipités S'(S)

Un profil de la fraction volumique de précipités S'(S), mesuré par SAXS à mi-épaisseur d'un joint soudé 2024 T351, a été tracé *Figure.III.50*. Loin du centre de la soudure la fraction volumique est constante aux alentours de 1,4%, puis elle augmente au fur et à mesure que l'on se rapproche du centre de la soudure pour atteindre une valeur maximale de 4%. Enfin, au centre du joint la fraction volumique de S'(S) chute et atteint un minimum de 0,4%.

En comparant les fractions volumiques mesurées par SAXS et les fractions relatives mesurées par DSC, une bonne corrélation est observée entre les deux profils au niveau des pics de précipitation. Cependant, des différences significatives existent notamment dans le métal de base où la fraction volumique est non nulle alors qu'il n'y a pas de précipités S'(S). Inversement, dans le noyau cette fraction est sous estimée par rapport aux mesures de DSC. Toutefois, certaines explications peuvent être données. La fraction volumique mesurée par SAXS dans le métal de base correspond à la présence de zones GPB qui ne sont détectées que partiellement par ce montage. De même, dans le noyau, les précipités deviennent trop gros et sortent de la fenêtre de taille fixée, par conséquent la mesure de leur fraction volumique est

incomplète. Par contre, aux niveaux du pic de précipitation (ZAT/ZATM), les deux techniques se recoupent bien car la précipitation dominante est sous forme de fins précipités S'(S).

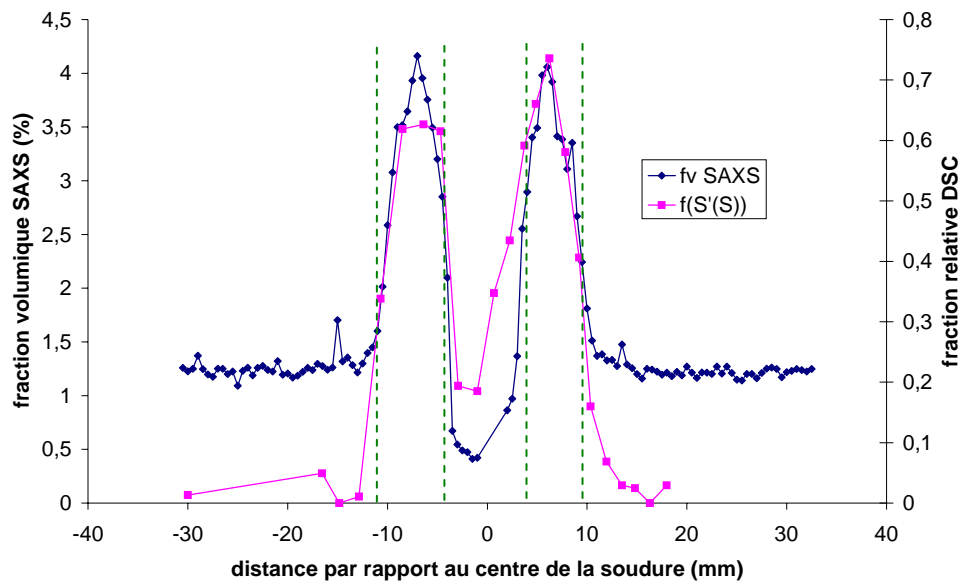


Fig.III.50 Comparaison des profils fraction volumique SAXS et fraction relative DSC à travers un joint soudé 2024 T351

Durant le soudage malaxage, la source principale de chaleur est créée par frottement entre l'épaulement de l'outil et le dessus de la tôle, générant une asymétrie entre le haut et le bas de la plaque. Afin de mettre en évidence cette dissymétrie nous, avons effectué une cartographie en SAXS de la fraction volumique des précipités S'(S) comme le montre la Figure.III.51. Dans les zones riches en précipités, la fraction volumique est plus importante vers le bas de la soudure, ce qui crée une configuration inclinée des zones. Ce résultat est en fait lié à la plaque de TALV placée en dessous de la tôle. Cette fine plaque isole thermiquement le bas de la tôle qui va refroidir plus lentement que la partie haute.

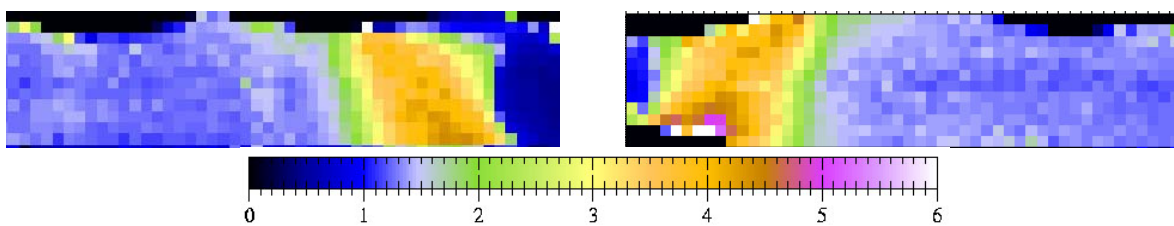


Fig.III.51 Cartographie SAXS de la fraction volumique (%) à travers une soudure : Advancing side à gauche et Retreating side à droite

Zones GPB

Afin de mesurer la fraction volumique de zones GPB, nous avons raccourci la distance entre le détecteur et l'échantillon. Par conséquent, les angles de mesure sont plus grands et la fenêtre de taille de précipités est décalée vers de plus petites valeurs. Les mesures ont principalement été effectuées sur du métal de base 2024 T351 et donnent une fraction volumique de 5,5%.

Remarque :

A la vue de la littérature existante, il est difficile de connaître la composition des zones GPB. Par conséquent, pour calculer leur fraction volumique dans le métal de base 2024 T351, nous avons fait l'hypothèse que la composition des ces zones était la même que les précipités S (Al_2CuMg) [Mondolfo 1976].

B-3-1-3 Couplage des deux techniques

Les résultats de SAXS vont nous permettre de calibrer les fractions relatives des deux types de précipités obtenues par DSC et de les convertir en fraction volumique. Nous présenterons la méthode pour les précipités S'(S) sachant que la technique est la même pour les zones GPB.

En premier lieu il faut choisir une référence pour les mesures de diffusion centrale. Nous prendrons un échantillon de métal de base à l'état T6 car la fraction volumique en fins précipités de type S'(S) y est maximale, c'est-à-dire 5% d'après les mesures de DSC. Afin de vérifier ce résultat, nous avons calculé une fraction volumique théorique par simulation sous PANDAT à partir de la composition de la solution solide à 200°C. C'est à cette température que les précipités S'(S) se forment. La solubilité à l'équilibre est de 0,044 at % en cuivre et de 0,3 at % en magnésium et comme l'élément limitant est le magnésium, les calculs seront faits à partir de cet élément. La fraction atomique totale du magnésium dans l'alliage est de 1,682 at %, dont 0,3 at % se trouve en solution solide et donc 1,382 at % sous forme de précipités (S'(S) et intermétalliques Al_2CuMg (phase S)) (équation.III.4).

$$f_{at}^{Mg} (totale) = f_{at}^{Mg} (SS) + f_{at}^{Mg} (S'(S)) + f_{at}^{Mg} (Al_2CuMg) \quad (III.4)$$

L'équation.III.5 permet de relier la fraction volumique des précipités Al_2CuMg à la fraction atomique de magnésium.

$$f_v^S = \frac{f_{at}^{Mg} * V_{at}^S}{C_p * V_{at}^{Al}} \quad (III.5)$$

Avec C_p : la fraction atomique de Mg dans le précipité (0,25)

V_{at}^{Al} : le volume atomique de l'aluminium

V_{at}^S : le volume atomique des précipités Al_2CuMg sous forme stable ou métastable

Sachant que le volume atomique de la phase Al_2CuMg ($16,58\text{\AA}^3$) est quasiment égal à celui de l'aluminium ($16,6\text{\AA}^3$), la fraction atomique en magnésium peut s'écrire plus simplement :

$$f_{at}^{Mg} (\%) = C_p * f_v^S (\%) \quad (III.6)$$

Par analyse d'images prises en MEB, nous avons estimé la fraction volumique d'intermétalliques à 1,28%. Cependant deux types d'intermétalliques sont présents, Al_2CuMg et $Al_6(Cu, Mn, Fe)$. De plus, leur taille et leur contraste en électrons rétrodiffusés sont identiques. Par conséquent nous avons considéré que chaque famille d'intermétalliques était en quantité identique et donc que la fraction volumique des Al_2CuMg (phase S) était de 0,64%. La fraction atomique de magnésium associé est égale à 0,16 at% (équation.III.6).

En résumé, il y a 1,682 at% de magnésium dans notre alliage avec 0,3 at% sous forme de solution solide et 0,16 at% dans les intermétalliques. Par conséquent, la fraction atomique dans les précipités fins S'(S) est de 1,222 at%, ce qui correspond, d'après l'équation.III.6, à une fraction volumique théorique de 4,9%. En conclusion, la fraction volumique théorique est équivalente à celle mesurée par diffusion centrale des RX, sachant que la fraction volumique d'intermétallique est estimée.

En parallèle, un essai de DSC effectué sur du métal de base à l'état T351 nous a permis d'obtenir l'enthalpie de formation des précipités S'(S). Pour cela, nous considérons qu'il n'y a aucun précipité S'(S) dans l'alliage 2024 T351 et donc que le pic DSC de formation de ces précipités, à partir des zones GPB initialement présentes, est maximal. L'aire de ce pic a été estimée équivalente à une fraction volumique en S'(S) identique à celle d'un alliage 2024 T6, c'est-à-dire 5%. Nous avons donc trouvé que la précipitation d'une fraction volumique de 5% de précipités S'(S) libère une énergie de 19,49J/g. A partir de ces données, nous pouvons remonter à la fraction volumique de précipitation des différents échantillons (équation.III.7). En effet, nous avons vu dans le chapitre II que la quantité de précipités présent initialement dans un échantillon est proportionnelle à la différence entre l'aire du pic de précipitation de S'(S) du métal de base à l'état T351 et celle de l'échantillon (Fig.III.52).

$$f_v(\%) = \frac{\Delta Aire_{S'(S)}(J/g) * 5}{19,49} \quad (III.7)$$

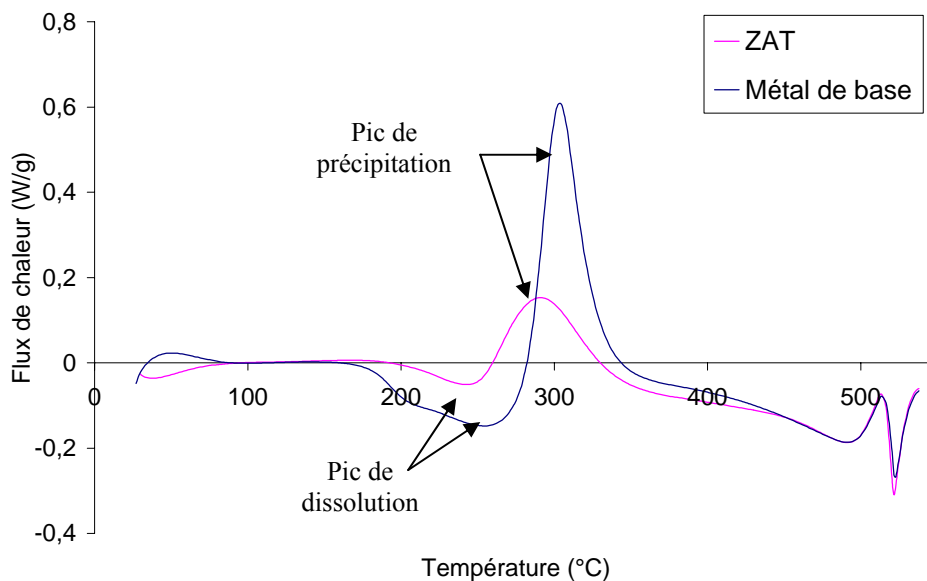


Fig.III.52 Diagramme de DSC du 2024 T351 et de la ZAT d'un joint soudé 2024 T351

Aire_{MdB(T3)} : 19,49 J/g

Aire_{MdB(T6)} : 0 J/g

Vitesse de montée en température : 50°C/min

La même méthode a été employée pour les zones GPB pour lesquelles c'est le métal de base à l'état T351 qui sert de référence aux mesures de diffusion centrale des RX, car la fraction en zones GPB est maximale. D'autre part, la fraction volumique est directement proportionnelle à l'aire du pic de dissolution des zones GPB en DSC (Fig.III.52). Donc, en corrélant les deux techniques, SAXS et DSC, on trouve que la formation d'une fraction

volumique de 5,5% de zones GPB consomme 12,6 J/g. Par conséquent, la fraction volumique en zones GPB des autres zones s'écrit:

$$f_v(\%) = \frac{\text{Aire}_{GPB}(\text{J/g}) * 5,5}{12,6} \quad (\text{III.8})$$

Au final, l'évolution des fractions volumiques des différents types de précipités à travers a été tracée sur la *Figure.III.53* à travers un joint 2024 T351.

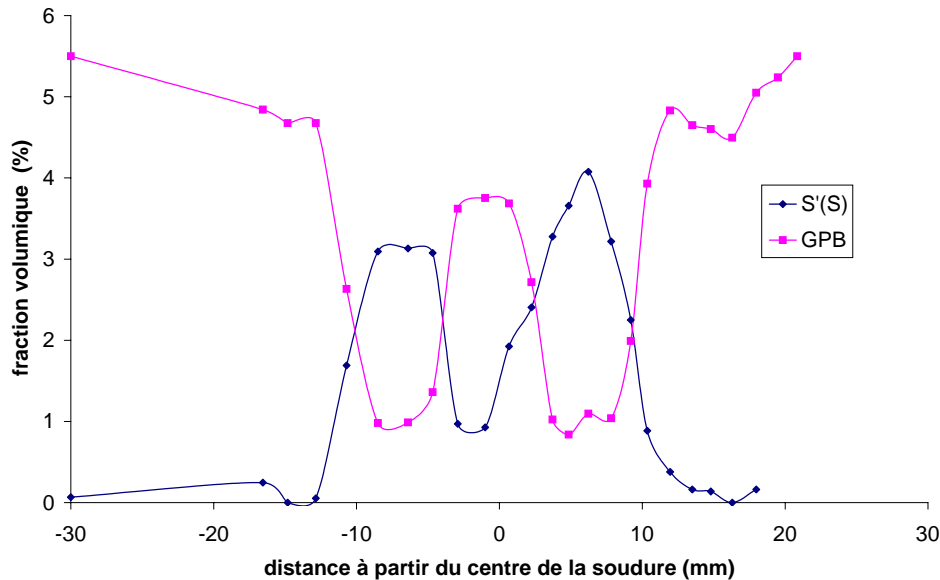


Fig.III.53 Evolution des fraction volumiques des précipités S'(S) et des zones GPB à travers un joint soudé 2024 T351

B-3-2 Taille des précipités

La variation de la fraction volumique ne peut à elle seule expliquer le profil de dureté, notamment aux alentours de la ZATM où l'on suppose une croissance des précipités. Il devient donc intéressant de quantifier la taille des précipités dans les différentes zones. Pour cela nous avons utilisé la diffusion centrale des RX aux petits angles pour la précipitation fine et le MEB_FEG dans la ZATM.

B-3-2-1 Interprétation des résultats de SAXS

Comme nous l'avons présenté dans le paragraphe B-3-3-5 du chapitre II, le rayon de giration R_g des précipités peut être calculé avec l'équation.III.9. Cette taille est inversement proportionnelle à q_{\max} qui est la valeur de q pour laquelle $(I-I_{\text{lave}})q^4=f(q)$ est maximale (*Fig.III.54*). L'équation générale reliant le rayon de giration et la valeur q_{\max} s'écrit :

$$R_g = \frac{x}{q_{\max}(Iq^4)} \quad (\text{III.9})$$

avec x une constante égale à 2,5 pour le cas des précipités S'(S). Cette valeur a été trouvée à partir d'une calibration effectuée sur des images MET de l'alliage 2024 T6.

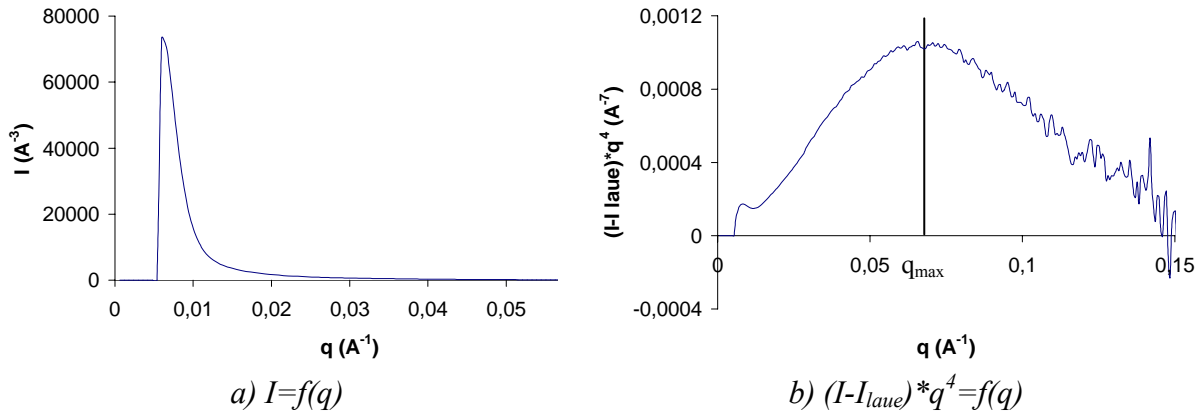


Fig.III.54 Interprétation des données de SAXS afin de déterminer la valeur q_{max}

B-3-2-2 Précipités S'(S)

Nous avons vu que la précipitation S'(S) était présente dans une partie de la ZAT et la ZATM.

La Figure.III.55 montre que dans la ZAT 2, l'épaisseur des précipités reste à peu près constante autour de 8nm. C'est une précipitation fine similaire à celle que l'on rencontre dans l'alliage 2024 T6. Les mesures effectuées au MET nous confirment que l'épaisseur est de $7,8 \pm 0,2 \text{ nm}$ et la longueur de 100nm (Fig.III.56). L'échantillon a été prélevé à $-10 \pm 1 \text{ mm}$ du centre de la soudure.

Dans la ZAT 3, l'épaisseur des précipités double, elle passe de 8,7 à 16,7nm. A partir des photos MET on trouve une épaisseur de $12 \pm 0,2 \text{ nm}$ pour une longueur de 70nm (Fig.III.57). L'échantillon a été prélevé à $-7 \pm 1 \text{ mm}$ du centre de la soudure. Par conséquent, la perte des propriétés mécaniques dans cette zone est bien due à la formation de précipités de plus en plus gros au fur et à mesure que l'on s'approche de la ZATM.

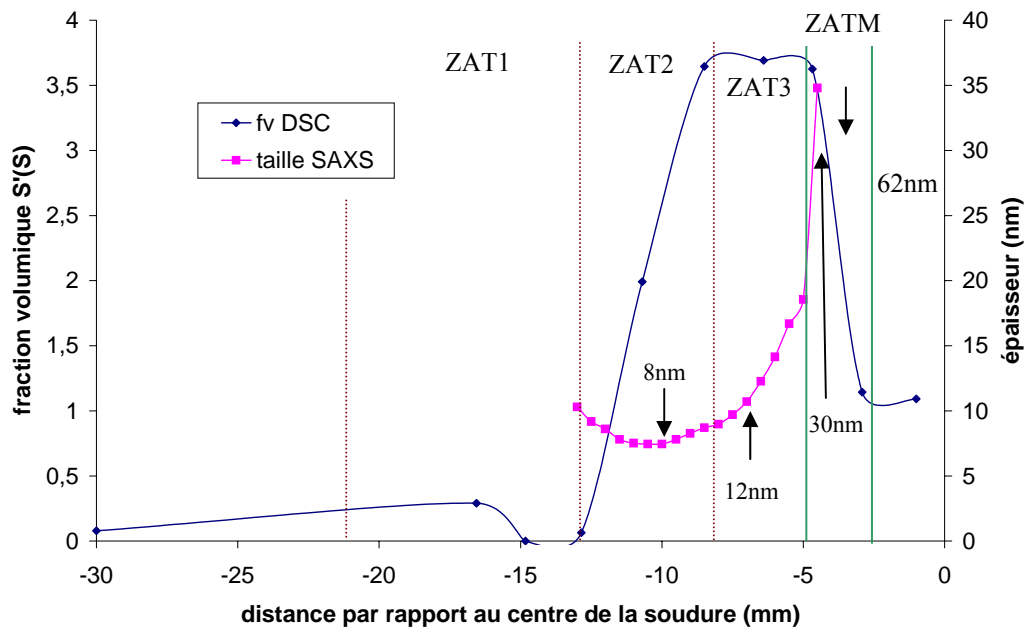
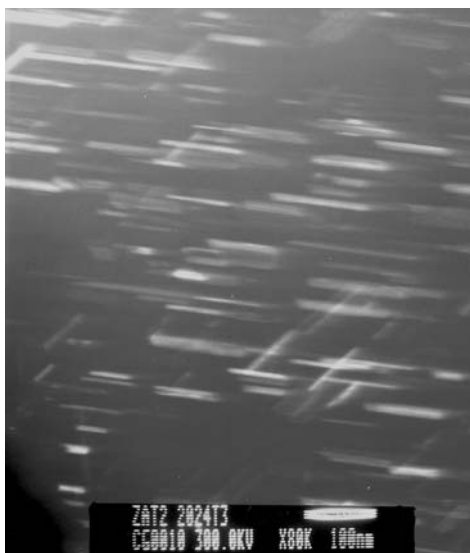
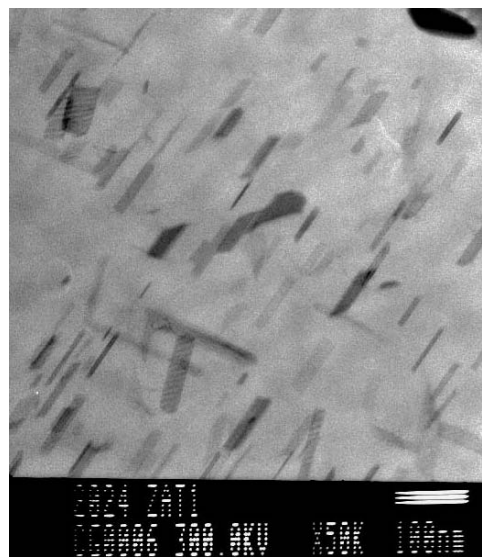


Fig.III.55 Représentation de la fraction volumique et de l'épaisseur des précipités S'(S) mesurée par SAXS (courbe) et par analyse d'images MET (flèches) dans une soudure 2024 T351 (Advancing Side)



*Fig.III.56 Précipités S'(S) dans la ZAT2.
Image MET en champ sombre en position
(011) $_{\alpha}$*



*Fig.III.57 Précipités S'(S) dans la ZAT3.
Image MET en champ clair*

La précipitation dans la ZATM devient trop épaisse pour être mesurée correctement par SAXS, c'est pourquoi nous avons opté pour de l'analyse d'images sur photos prises en MEB_FEG en électrons rétrodiffusés (Fig.III.58). Les précipités ont une épaisseur moyenne de $30 \pm 0,2$ nm et une longueur de 90nm. Les photos ont été prises à $-4 \pm 0,05$ mm du centre de la soudure.

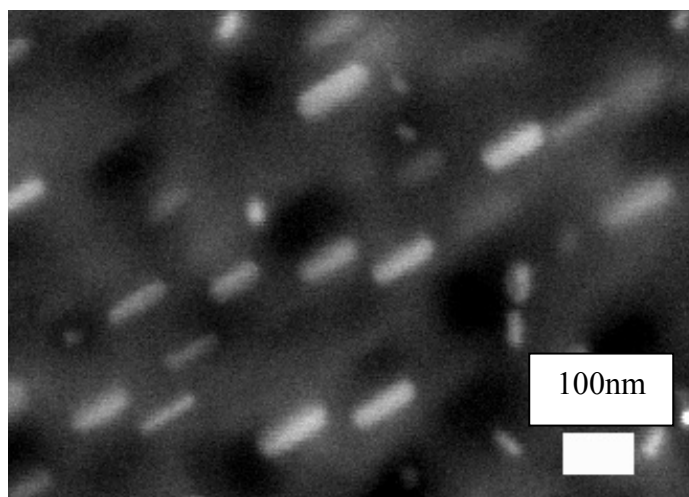


Fig.III.58 Précipités S'(S) dans la ZATM (MEB_FEG en électrons rétrodiffusés)

Remarques :

- Les zones GPB n'ont pas pu être calibrées car elles ne sont pas observables en MET conventionnelle. D'autre part leur description dans la littérature n'est pas très détaillée.

- Les Figures.III.56, 57 et 58 ont été mises à la même échelle afin de pouvoir suivre l'évolution de la taille des précipités.

B-3-3 Synthèse de la microstructure quantitative

Sur la *Figure.III.59* nous pouvons voir l'évolution des fractions volumiques et de la taille des précipités S'(S). La précipitation dominante dans le métal de base se présente sous forme de zones GPB.

La ZAT se divise en trois parties présentant un état de précipitation très différent les unes par rapport aux autres. La première partie, proche du métal de base, se caractérise par le début de la dissolution des zones GPB initialement présentes. En effet, durant le soudage la température augmente légèrement, ce qui explique le début de réversion de ces zones. Nous nommerons cette zone la ZAT creux car elle est marquée par un petit creux de dureté par rapport au métal de base. Il est cependant étonnant que les zones GPB ne se reforment pas après soudage par maturation à l'ambiante. Deux explications peuvent être présentées. D'une part, durant le chauffage un trop grand nombre de lacunes sont éliminées, ce qui ralentit fortement la formation de zones GPB à température ambiante. D'autre part, il se peut que malgré la dissolution de zones GPB la solution solide ne soit pas assez enrichie et donc la force motrice serait trop faible pour activer la germination de nouvelles zones GPB à l'ambiante. Il faut alors supposer que la croissance des GPB ayant survécu à la dissolution est limitée à une taille donnée en raison des effets de cohérence, ce qui empêche d'atteindre la fraction volumique de l'état T351.

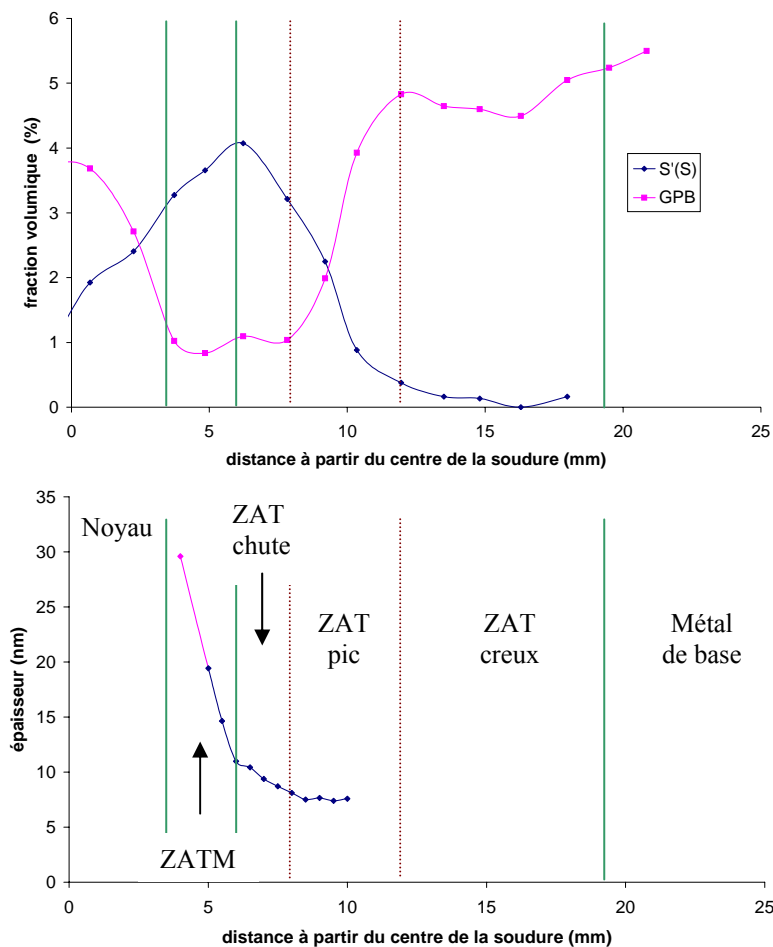


Fig.III.59 Evolution de la fraction volumique et de la taille des précipités S'(S) dans la Retreating side

Le long de la seconde partie, la température atteinte est suffisante pour dissoudre massivement et rapidement les zones GPB au profit d'une précipitation de phase S'(S) durcissante. Par conséquent, nous nommerons cette zone la ZAT pic à cause du petit regain de dureté par rapport à la ZAT creux.

Dans la dernière partie, bien que la fraction de précipités S'(S) soit maximale, la dureté diminue de façon significative à cause d'une précipitation de plus en plus grossière. Cette partie s'appellera la ZAT chute à cause de la chute de dureté.

La ZATM présente le minimum de dureté dû à une précipitation grossière et hétérogène. En effet, la température atteinte durant le soudage est suffisamment élevée pour provoquer une précipitation de S'(S) moins abondante. Le phénomène est encore plus marqué dans le noyau. Cette précipitation partielle permet, de retour à température ambiante, d'obtenir un gain de dureté grâce à la précipitation de zones GPB par maturation.

Remarque :

Nous n'avons pas noté de différence importante entre la retreating side et l'avancing side.

En conclusion, la technique DSC nous permet de bien suivre l'évolution de la précipitation, cependant, on ne peut obtenir que des fractions relatives et donc une étude semi quantitative. Par ailleurs, la diffusion des RX aux petits angles nous fournit une fraction volumique mais qui englobe toutefois les deux types de précipitation. Par conséquent, l'obtention des données quantitatives voulues passe par le couplage des deux techniques. L'état de précipitation à travers la retreating side de la soudure 2024 T351 est récapitulé dans le *Tableau.III.8*.

2024 T351	Type principal de précipités	Fraction volumique	Taille
Métal de Base	Zones GPB	5,5%	
ZAT creux	Zones GPB	↓ 5,5 à 4,8%	
ZAT pic	Zones GPB Précipités S'(S)	↓↓ 4,8 à 1% ↑↑ 0 à 3,2%	8nm d'épais
ZAT chute	Précipités S'(S)	↑ 3,2 à 4%	↑ 8 à 11nm d'épais
ZATM	Précipités S'(S)	↓ 4 à 3%	↑ 11 à ≈30nm d'épais
Noyau	Précipités S'(S) incohérents Zones GPB	↓ 1% ↑ 3,75%	↑ jusqu'à 62nm d'épais

Tab.III.8 Récapitulatif des données quantitatives de la précipitation dans la Retreating side

C Effet de l'état initial du métal de base sur la microstructure du joint soudé

Afin de voir si la microstructure du joint soudé dépend ou non de la microstructure initiale, nous avons en parallèle étudié un alliage 5251 à l'état H14 (écroui) et un alliage 2024 à l'état T6 (pic de dureté). Ces deux nouveaux états seront comparés respectivement aux joints 5251 O et 2024 T351.

C-1 Joint soudé 5251 H14 (écroui)

C-1-1 Profil du joint

Initialement, le métal de base est à l'état écroui avec une dureté proche de 84-85Hv. La cartographie de la *Figure.III.61* nous montre que le centre des anneaux du noyau ne se situe pas tout à fait à mi-épaisseur de la tôle. Comme pour l'alliage 5251 O, l'inclinaison du pion a dû être augmentée en raison des vitesses de soudage choisies. La morphologie du noyau est cependant plus arrondie que celui du joint soudé 5251 O.

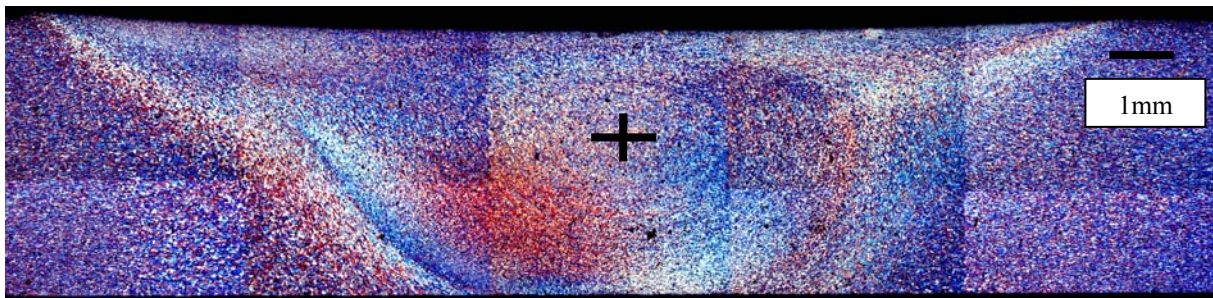


Fig.III.61 Cartographie d'un joint soudé 5251 H14 après attaque anodique. Microscopie optique

La dureté chute d'environ 30 Hv à travers la ZAT (*Fig.III.62*). Elle diminue progressivement au fur et à mesure que l'on se rapproche de la ZATM. Dans les zones très déformées, ZATM et noyau, la dureté est identique à celle obtenue pour le joint soudé 5251 O. Par conséquent, l'état initial de l'alliage n'a pas d'influence sur l'état de dureté final dans ces zones.

Remarque:

La taille des zones est comparable entre les deux états, O et H14 (Tab.III.9).

	ZAT	ZATM AS	Noyau	ZATM RS	ZAT
Dimension	13mm	3,75mm	7,93mm	3mm	8mm

Tab.III.8 Récapitulatif de la taille des zones dans un joint soudé 5251 H14

Plusieurs mois après le soudage de la tôle, un nouveau profil a montré une augmentation de la dureté dans le noyau (*Fig.III.63*). Cette maturation serait liée à la dissolution des intermétalliques Mg_2Si lors du soudage, sous l'effet combiné de la température et de la déformation intense. Cet incrément de solution solide en Si permettrait la précipitation de zones GP ou d'amas à température ambiante. Ces intermétalliques présentent peu de contraste avec la matrice en imagerie MEB en mode électrons rétrodiffusés ; par

conséquent une étude quantitative est difficile. Cependant, la température de mise en solution de cette phase se situe aux alentours de 550°C, température qui peut tout à fait être atteinte dans les zones les plus chaudes de la soudure. La même remarque a été faite sur l'alliage 5251 O, cependant le phénomène est un peu moins marqué.

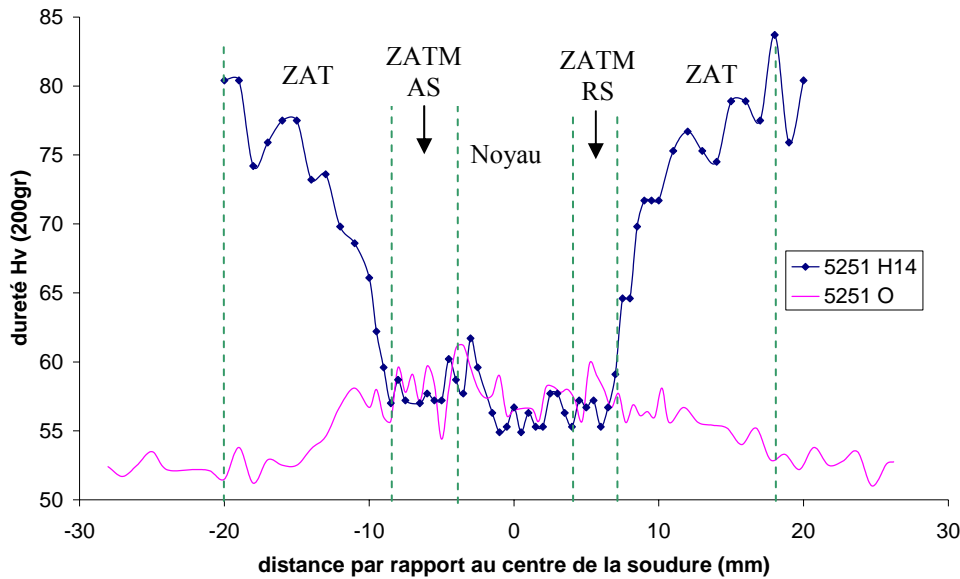


Fig.III.62 Comparaison des profils de dureté des joints 5251 H14 et 5251 O

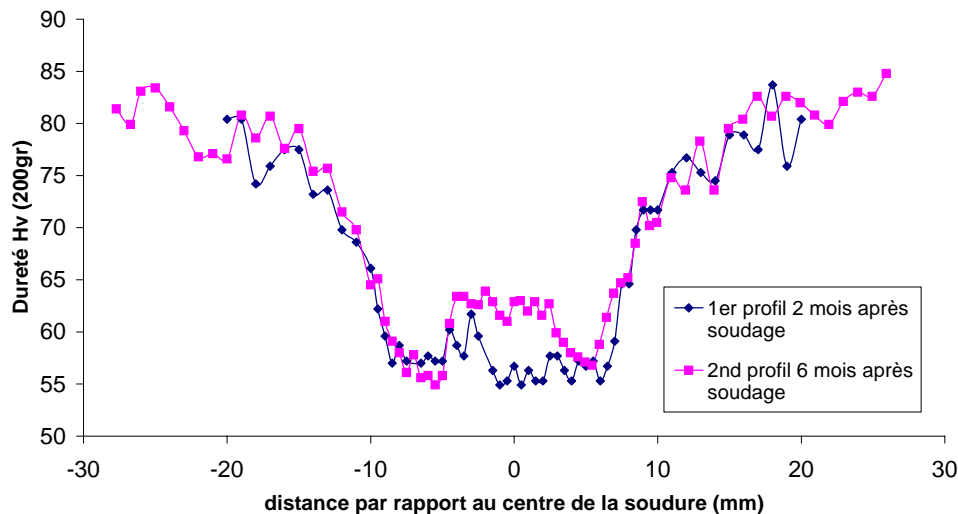


Fig.III.63 Evolution du profil de dureté à température ambiante

C-1-2 Caractérisation des microstructures

C-1-2-1 Métal de base

La structure granulaire est allongée dans le plan perpendiculaire à l'axe de laminage et les grains mesurent en moyenne 60µm de long par 20µm d'épaisseur (Fig.III.64). Les intermétalliques, Mg₂Si et Al₆(Fe,Mn), font de 1 à quelques microns de diamètre avec une présence plus prononcée de petits intermétalliques par rapport à l'état O. Par contre, la population de dispersoïdes est identique entre les deux états.

Les grains présentent de nombreux sous grains faiblement désorientés les uns par rapport aux autres, avec une taille proche de 500nm de diamètre (*Fig.III.65*).

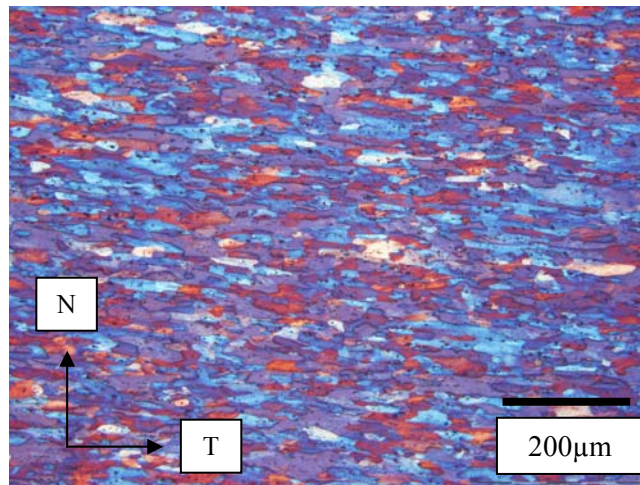


Fig.III.64 Structure granulaire du 5251 H14 après attaque anodique. Microscopie optique

C-1-2-2 Zone Affectée Thermiquement (ZAT)

Contrairement au joint 5251 O il existe bien une ZAT dans le joint 5251 H14. Dans cette zone la texture granulaire ainsi que la distribution des intermétalliques est identique à celle du métal de base. Par contre, on constate une restauration et une croissance des sous-grains dues à l'augmentation de la température durant le soudage (*Fig.III.66*). Ils atteignent une taille comprise entre 1 et quelques microns de diamètre.



Fig.III.65 Sous-grains dans l'alliage 5251 H14. Image MET en champ clair



Fig.III.66 Sous-grains restaurés dans la ZAT. Image MET en champ clair

C-1-2-3 Zone de transition

Cette zone particulière se situe à la frontière de la ZAT / ZATM et uniquement dans l'advancing side. La structure granulaire se compose de grains equiaxes assez gros, 10 à quelques dizaines de microns de diamètre (*Fig.III.67 et 68*). Du côté proche de la ZATM, les

intermétalliques montrent un mouvement de matière (*Fig.III.69*), tandis que près de la ZAT ils sont alignés (*Fig.III.70*). Cette zone de transition résulte d'une recristallisation issue d'une restauration plus ou moins dynamique selon que l'on se trouve proche de la ZAT ou de la ZATM.

Suite à ces observations, nous définirons la ZAT comme une zone ne montrant pas de mouvement de matière (intermétalliques alignés) et la ZATM comme une zone soumise à un flux de matière (intermétalliques déplacés). Par conséquent, la première partie de la zone de transition sera englobée dans la ZAT tandis que la seconde partie appartiendra à la ZATM.

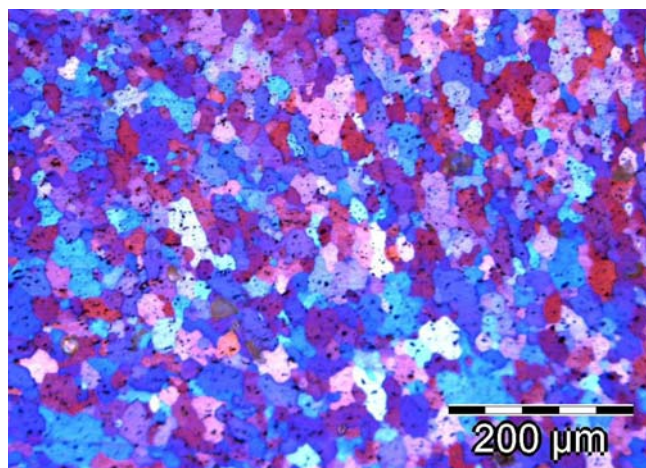
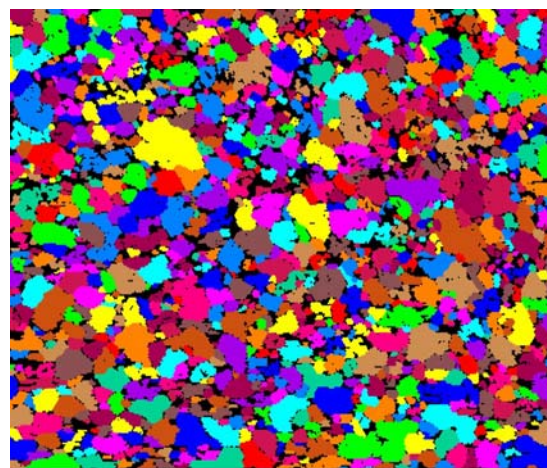


Fig.III.67 Structure granulaire de la zone de transition après attaque anodique. Microscopie optique



200.0 µm = 100 steps Unique Grain Color

Fig.III.68 Cartographie EBSD de la structure granulaire de la zone de transition

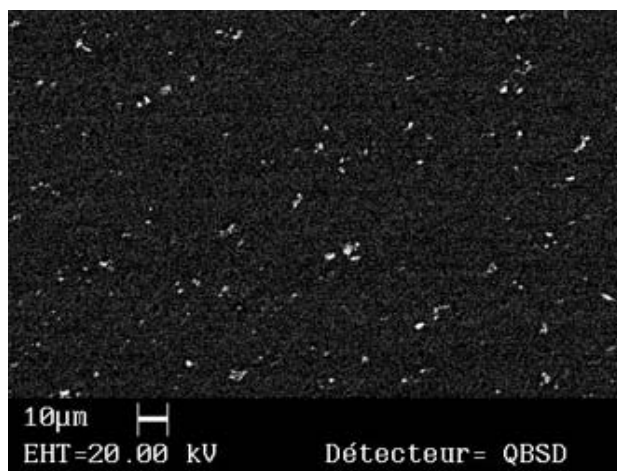


Fig.III.69 Intermétalliques du côté proche de la ZATM.

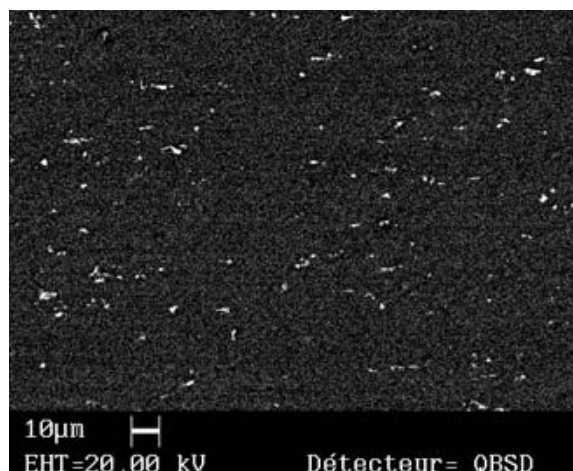


Fig.III.70 Intermétalliques du côté proche de la ZAT.

Images MEB en électrons rétrodiffusés dans la zone de transition

C-1-2-4 Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM)

Cette zone ressemble beaucoup à la ZATM du joint 5251 O. La structure granulaire se compose de grains encore allongés mais avec des joints qui ondulent à cause d'une importante

déformation par torsion à chaud (*Fig.III.71*). Cette morphologie de grains est issue d'une recristallisation dynamique géométrique. D'autre part, la structure de dislocations est hétérogène avec une population dense dans les grains non recristallisés et faible dans les grains recristallisés.

Remarque:

La taille des intermétalliques ne varie pas beaucoup car ils ont déjà été soumis à une forte déformation durant l'écroutissage initial donc fragmentés.

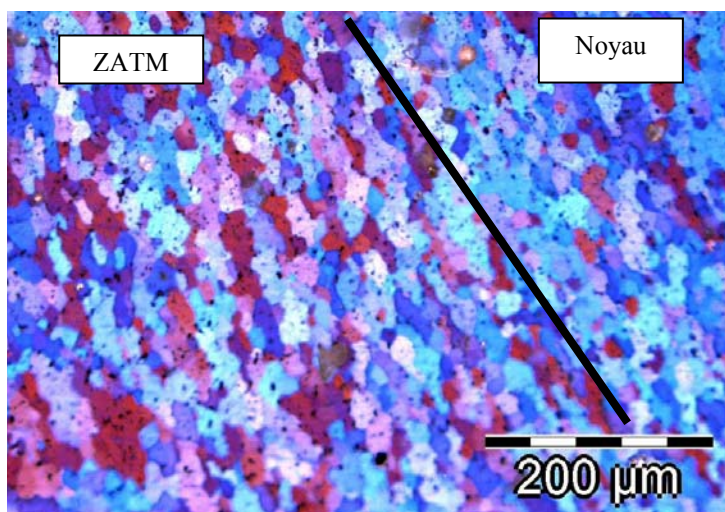


Fig.III.71 Structure granulaire de la ZATM AS après attaque anodique. Microscopie optique

C-1-2-5 Noyau

Dans le noyau soudé, les grains sont petits et equiaxes avec un diamètre moyen de 10-15 microns, c'est-à-dire un peu plus gros que ceux observés dans le noyau de la soudure 5251 O (*Fig.III.72*). Les intermétalliques sont fracturés de façon importante, ils sont ronds et peu ont un diamètre supérieur à 1,5 micron (*Fig.III.73*). La structure de dislocations est identique à celle déjà notée dans le noyau du joint 5251 O et dans les ZATM, c'est-à-dire une répartition hétérogène.

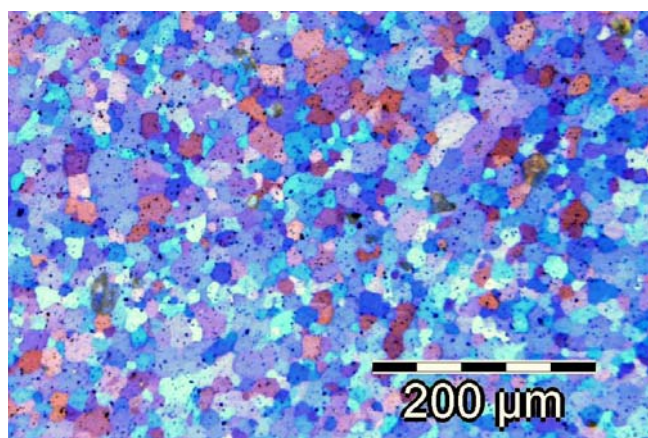


Fig.III.72 Structure granulaire du noyau après attaque anodique. Microscopie optique

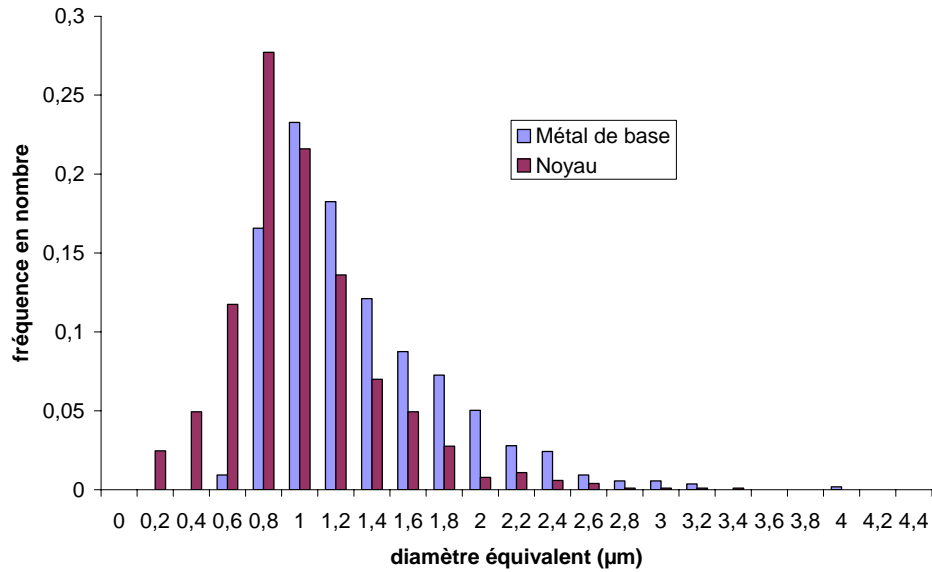


Fig.III.73 Répartition de la taille des intermétalliques dans le noyau et le métal de base

C-1-3 Synthèse

Contrairement au joint 5251 O, une ZAT est présente dans le joint 5251 H14. Cette zone subit une restauration statique près du métal de base et une recristallisation statique près de la ZATM ce qui entraîne une chute de la dureté. Par ailleurs, la ZATM est le lieu d'une recristallisation dynamique induite par la déformation à chaud. D'autre part, à la frontière ZATM/Noyau, le filetage du pion provoque un mouvement de torsion de la matière, ce qui provoque une recristallisation dynamique géométrique (Tab.III.10). Les zones très déformées (limite ZATM/noyau et noyau) possèdent une microstructure identique à celle observée dans le joint 5251 O avec une structure hétérogène des dislocations et la perte de la structure granulaire initiale. Par conséquent, la microstructure de ces zones ne dépend pas de l'état initial de l'alliage.

5251 H14	Structure granulaire	Structure dislocation	Phénomènes
Métal de Base	Allongés 60µm par 20µm	Sous grains (500nm)	Etat écroui
ZAT	Structure métal de base ↓ ↓ Gros grains equiaxes (≥ quelques dizaines de µm)	Croissance et restauration des sous grains (≥ 1µm)	Restauration ↓ ↓ (↑T) Recristallisation statique
ZATM	Gros grains equiaxes ↓ Grains allongés et ondulés	Structure hétérogène	Recristallisation dynamique ↓ (↑ε ↑T) Recristallisation dynamique géométrique
Noyau	Grains equiaxes (10-15µm de diamètre)	Structure hétérogène	Recristallisation dynamique

Tab.III.10 Récapitulatif des microstructures et des phénomènes se produisant dans le joint 5251 H14

C-2 Joint soudé 2024 T6 (pic de dureté)

Les tôles de l'alliage 2024 T6 ont été préparées à partir de tôles d'alliage 2024 T351, recuites 10h à 190°C. Ces paramètres ont été obtenus en mesurant la dureté d'un échantillon d'alliage 2024 T351 recuit en bain d'huile à 190°C à différents temps. L'évolution de la dureté en fonction du temps de recuit est représentée par la *Figure.III.74*. Le pic de dureté est atteint entre 8 et 10h.

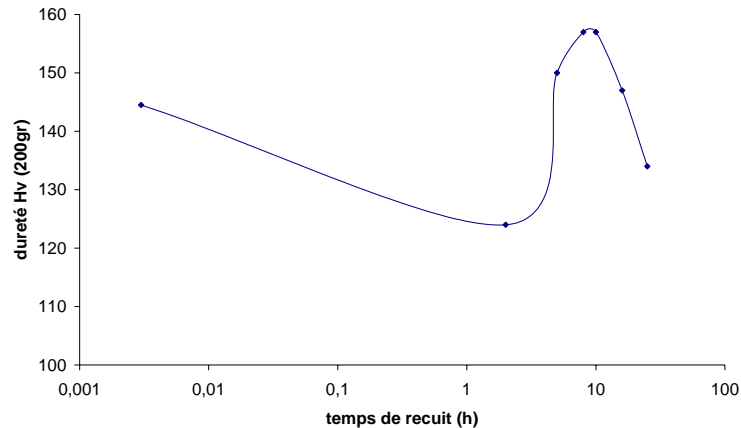


Fig.III.74 Evolution de la dureté avec le temps de recuit à 190°C

C-2-1 Profil du joint

La soudure présente un profil similaire à celui du joint 2024 T351 (*Fig.III.75*). La dureté du métal de base est de 165Hv, elle chute à travers la ZAT pour atteindre un minimum de 120Hv dans les ZATM. Dans les zones fortement déformées (noyau et ZATM), la dureté est semblable entre les deux joints, 2024 T351 et 2024 T6. Seul le métal de base et une partie des ZAT sont plus durs dans le joint 2024 T6. Par conséquent, comme nous l'avons vu dans les joints de l'alliage 5251, l'état initial du métal de base n'influence pas la dureté des zones très déformées durant le soudage.

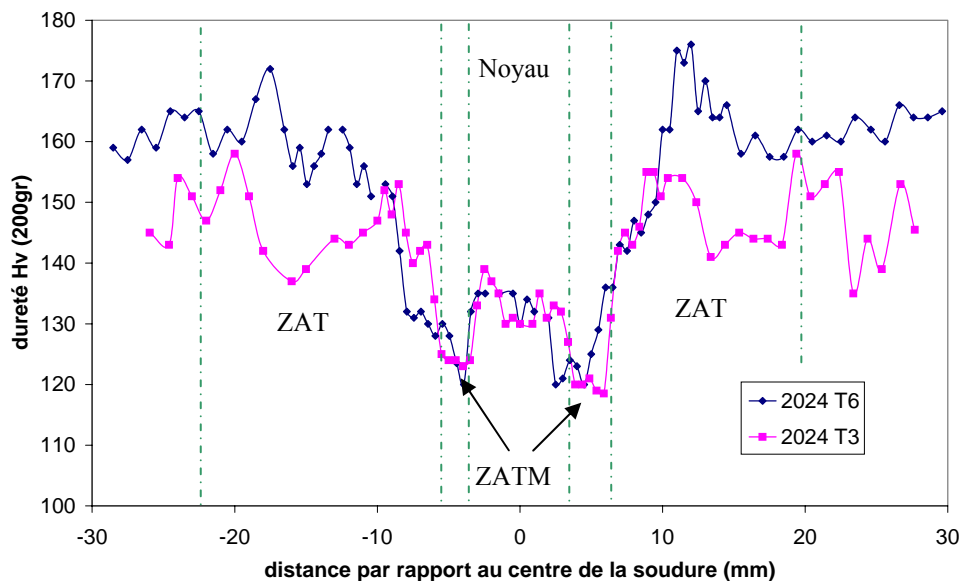


Fig.III.75 Comparaison entre les profils de dureté des joints 2024 T351 et T6

Le *Tableau.III.11* présente la taille des différentes zones dans la soudure 2024 T6.

	ZAT	ZATM AS	Noyau	ZATM RS	ZAT
Dimension	13,5mm	2,45mm	5,85mm	3,3mm	9,5mm

Tab.III.11 Récapitulatif de la taille des zones dans la soudure 2024 T6

C-2-2 Caractérisation qualitative des microstructures

La structure de dislocations et la morphologie des grains sont comparables entre le joint 2024 T351 et le joint 2024 T6. Dans le métal de base, les grains sont allongés et mesurent $140\mu\text{m}$ par $30\mu\text{m}$, ils se tournent sous l'influence de la déformation à chaud dans les ZATM (*Fig.III.76*). La recristallisation dynamique est totale dans le noyau avec un diamètre moyen de grain de $4\mu\text{m}$. La principale différence entre l'état T351 et l'état T6 se situe au niveau de la précipitation et plus particulièrement dans le métal de base et la première moitié de la ZAT, là où les duretés sont différentes. En effet, la précipitation dominante se trouve sous forme de zones GPB pour l'état T351, tandis que pour l'état T6 elle se compose de fins précipités de type S'(S) plus durcissants (*Fig.III.77*).

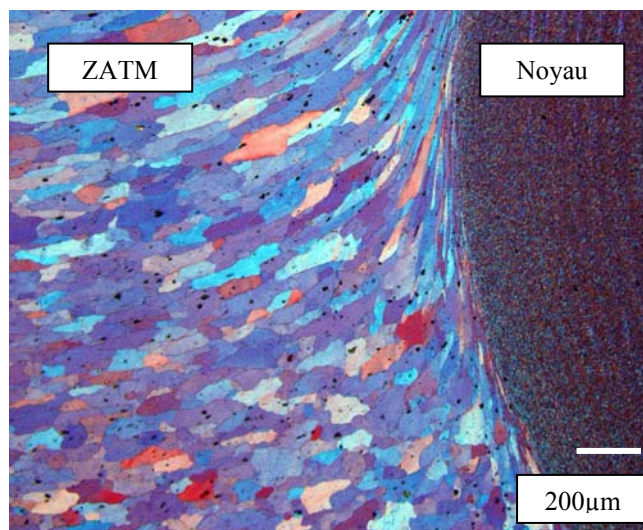


Fig.III.76 Structure granulaire de la ZATM AS après attaque anodique. Microscopie optique

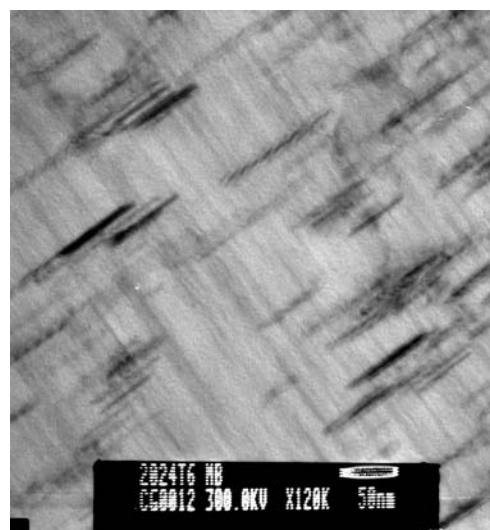


Fig.III.77 Précipités S'(S) dans l'alliage 2024 T6. Image MET en champ clair

C-2-3 Caractérisation quantitative de la précipitation

Comme nous venons de le voir, l'alliage 2024 T351 et l'alliage 2024 T6 présentent des états de précipitation différents. De plus, dans le joint 2024 T351, nous avons vu que l'évolution des propriétés dépendait fortement de l'état de précipitation, fraction volumique et taille des précipités. Par conséquent, nous avons effectué une étude quantitative à travers la soudure 2024 T6 en suivant la même méthodologie que pour le joint 2024 T351.

C-2-3-1 Fraction volumique

Pour trouver la fraction volumique en zones GPB et en précipités S'(S) à travers le joint soudé, nous avons couplé la technique de DSC et la technique de diffusion centrale des

RX aux petits angles (SAXS). L'évolution de ces fractions volumiques dans le joint 2024 T351 et le joint 2024 T6 est représentée sur la *Figure.III.78*.

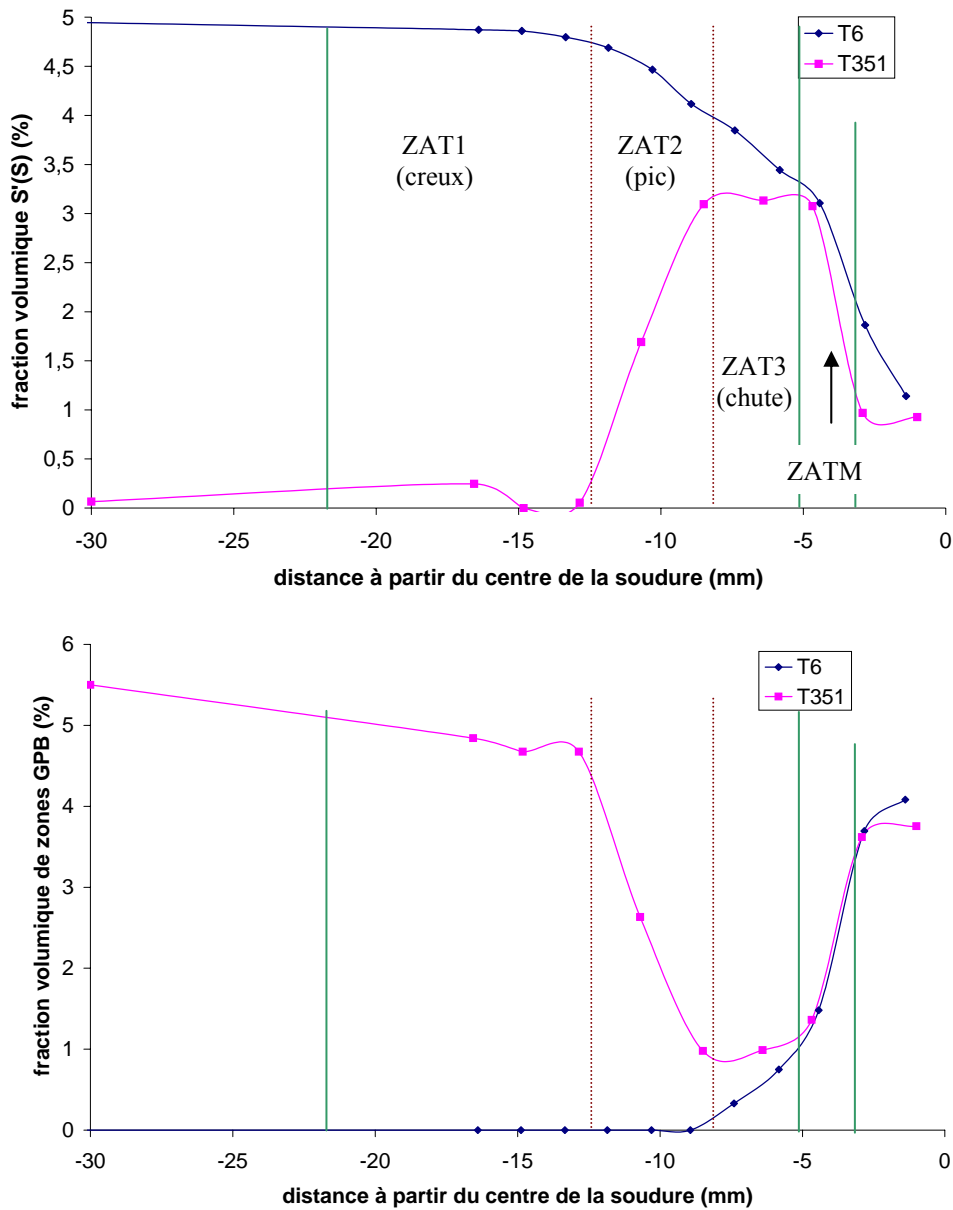


Fig.III.78 Fraction volumique des précipités S'(S) et des zones GPB à travers les joints soudés 2024 T351 et T6 (AS)

Dans le joint 2024 T6, au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau soudé, la fraction en S'(S) diminue. En effet, le pic de température atteint durant le soudage augmentant progressivement, la dissolution devient de plus en plus importante. Cependant, des zones GPB ne commencent à se former qu'uniquement à partir de la ZAT3 (chute). Il est probable que dans la ZAT2 (pic) pour le joint 2024 T6 comme dans la ZAT1 (creux) dans le joint 2024 T351, la matrice ne soit pas assez riche en solution solide ou ne contienne pas assez de lacunes pour permettre la formation de zones GPB à température ambiante.

A partir de la ZAT3 (chute), les fractions volumiques en précipités S'(S) et zones GPB s'égalisent entre les deux joints soudés pour devenir identiques dans les zones très déformées, ZATM et Noyau. Ces résultats expliquent la similarité des valeurs de dureté dans ces zones entre les deux joints.

Remarque :

Les dénominations de la ZAT chute, de la ZAT pic et de la ZAT creux sont expliquées dans le paragraphe B-3-3 de ce chapitre.

C-2-3-2 Taille des précipités

L'évolution de la taille des précipités S'(S) a été mesurée par la technique de diffusion centrale des RX aux petits angles. La *Figure.III.79* nous montre que l'épaisseur des précipités dans le joint 2024 T6 augmente de façon très rapide à travers la ZAT3 (chute) et la ZATM. Cette évolution est illustrée par la série de photos MET de la *Figure.III.80*. L'épaississement des précipités S'(S) participe donc à la diminution de la dureté dans ces zones. Si l'on compare les joints 2024 T351 et 2024 T6, on voit que les précipités sont plus épais dans la ZAT3 (chute) pour le joint 2024 T6. En effet, comme les précipités S'(S) existent déjà à l'état initial, ils vont croître plus rapidement que dans le joint 2024 T351 où ces précipités doivent d'abord germer.

Cependant, en ce qui concerne l'épaisseur, la tendance s'inverse dans la ZATM. Ces observations sont confirmées par une analyse d'images prises au MEB_FEG dans cette zone. Les précipités mesurent en moyenne 30nm d'épais par 90nm de long dans le joint 2024 T351 et 25nm d'épais par 140nm de long dans le joint 2024 T6. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que les précipités S'(S) du joint 2024 T351 se forment durant le soudage. Par conséquent, la déformation imposée par le pion peut entraîner un cisaillement continu des précipités durant leur formation ce qui facilite la croissance selon l'épaisseur (voir paragraphe B-3-1 du chapitre IV).

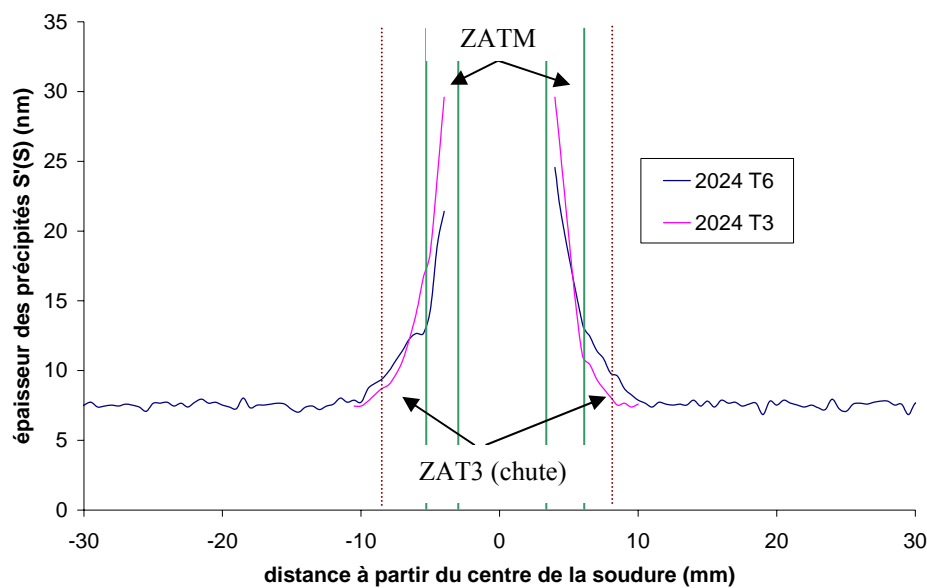


Fig.III.79 Evolution de la taille des précipités à travers les joints soudés 2024 T351 et T6

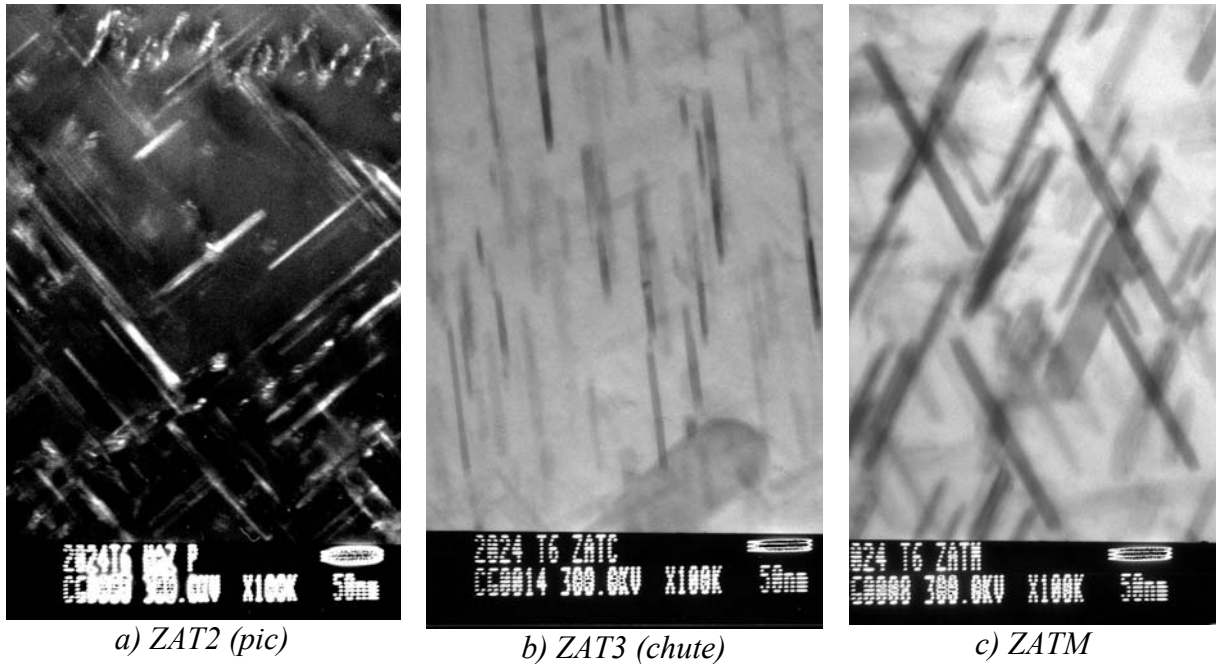


Fig.III.80 Photos MET de précipités S'(S) dans les différentes zones de la soudure 2024 T6
 a) Champ sombre sur la position $(011)_\alpha$ en axe de zone $[001]_\alpha$
 b) et c) Champ clair

C-2-4 Synthèse

La précipitation fine S'(S) prédomine dans le métal de base du joint 2024 T6, par conséquent il n'y a pas de ZAT1 (creux) comme dans le joint 2024 T351. En effet, il n'y a pas de zones GPB à dissoudre et les températures atteintes ne sont pas suffisantes pour commencer la réversion des précipités S'(S). De même, il n'y a pas de ZAT2 (pic) car la précipitation fine de S'(S) existe déjà à l'état initial contrairement à l'alliage 2024 T351. A la place, on note le début de l'épaississement des précipités initiaux et une diminution de la fraction volumique (Fig.III.81). Ces phénomènes sont amplifiés dans la ZAT3 (chute) et la ZATM ce qui explique la diminution continue de la dureté jusqu'à atteindre un minimum dans la ZATM. En parallèle, la dissolution d'une suffisamment grande quantité de précipités S'(S) permet, de retour à température ambiante, de former des zones GPB par maturation. Ce processus est observable dans la ZAT3 (chute), la ZATM et le noyau. Cependant, seul le noyau connaît une remontée de la dureté car les zones GPB redeviennent la forme prédominante de précipitation.

La comparaison des microstructures entre les joints soudés 2024 T351 et 2024 T6, nous a montré que l'état initial n'avait pas ou très peu d'influence sur la microstructure, structure granulaire et état de précipitation, dans la ZAT3 (chute), la ZATM et le noyau. Les zones plus éloignées du centre de la soudure présentent des propriétés différentes entre les deux états car dans le joint 2024 T6 c'est la précipitation fine sous forme S'(S) qui domine alors que pour le joint 2024 T351 ce sont les zones GPB.

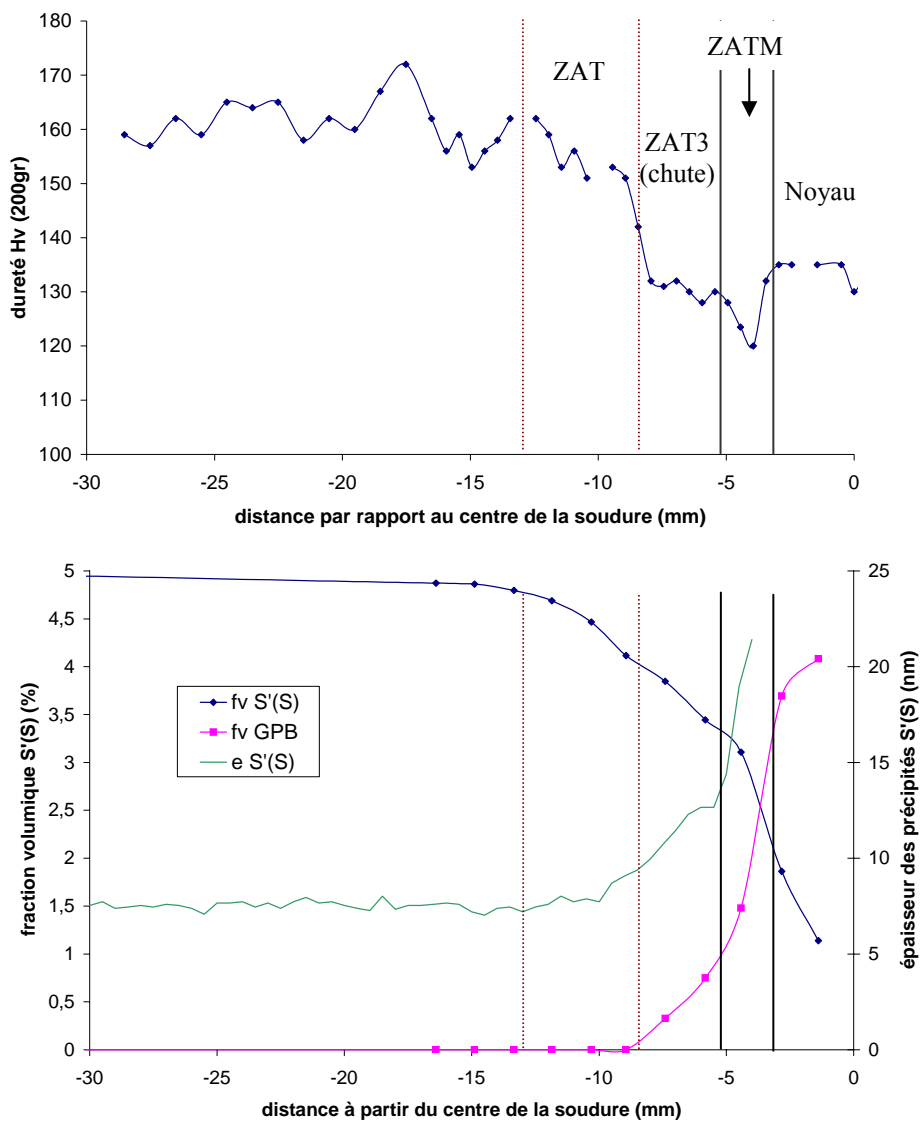


Fig.III.81 Evolution de la dureté, de la fraction volumique et de la taille des précipités du côté AS d'un joint soudé 2024 T6

D Effet d'un traitement thermique T6 sur un joint soudé 2024 T351

Dans cette partie, nous étudierons l'effet d'un traitement post soudage de type T6 sur un joint soudé 2024 T351. Le traitement thermique appliqué permet de transformer les zones GPB en fins précipités S'(S) et donc d'augmenter la dureté.

Par la suite, nous appellerons T3W un joint soudé à l'état 2024 T351, T6W un joint soudé à l'état 2024 T6 et T3WT6 un joint soudé à l'état 2024 T351 puis traité thermiquement T6.

D-1 Profil du joint

La *Figure.III.82* nous permet de comparer le profil de dureté côté advancing side des trois joints soudés et de dénoter trois zones distinctes. Dans la première zone, composée du métal de base, de la ZAT1 (creux) et du début de la ZAT2 (pic), on voit qu'un traitement T6 post soudage permet de gagner en dureté et d'atteindre le niveau d'un T6W. Par ailleurs, cette observation confirme que la perte de dureté dans la ZAT1 (creux) n'est pas due à la précipitation de phases grossières. Dans la seconde zone, fin ZAT2 (pic) et début ZAT3 (chute), les trois joints soudés connaissent une évolution similaire. Par conséquent, le traitement post soudage ne change rien à l'état de dureté du joint soudé T3W. La troisième zone, fin ZAT3 (chute) jusqu'au noyau, subit une perte de dureté très importante principalement dans la ZATM. Le traitement T6 post soudage est donc néfaste dans les zones très fortement déformées.

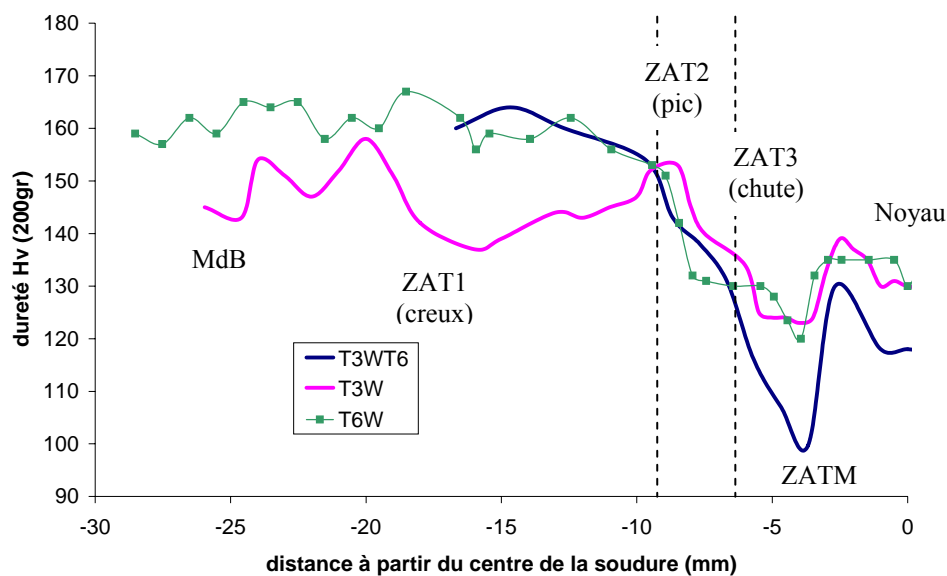


Fig.III.82 Comparaison des profils de dureté entre le joint T3W, T6W et T3WT6 (AS)

Remarque :

Le profil de dureté du joint T6W a été effectué un mois après soudage et celui du joint T3WT6 un mois après le traitement thermique T6. Pour le joint T3W il n'a pas été possible d'évaluer le délai exact car nous ne savons pas à quelle date il a été soudé. Cependant plusieurs mois se sont écoulés avant les mesures de dureté.

Nous avons vu, dans l'étude portant sur les joints soudés T3W et T6W, que c'est l'état de précipitation qui gouverne les propriétés. Par conséquent, nous avons caractérisé l'évolution de la fraction volumique et de la taille des précipités $S'(S)$ à l'aide de la technique de diffusion centrale des RX aux petits angles afin d'expliquer plus quantitativement les différences de dureté entre les trois joints soudés.

D-2 Evolution de l'état de précipitation

La *Figure.III.83* nous montre que la fraction volumique en précipités $S'(S)$ est maximale et constante à travers toute la soudure T3WT6. D'après la *Figure.III.84*, la précipitation est fine de type T6 dans la première partie, puis de plus en plus épaisse au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau soudé.

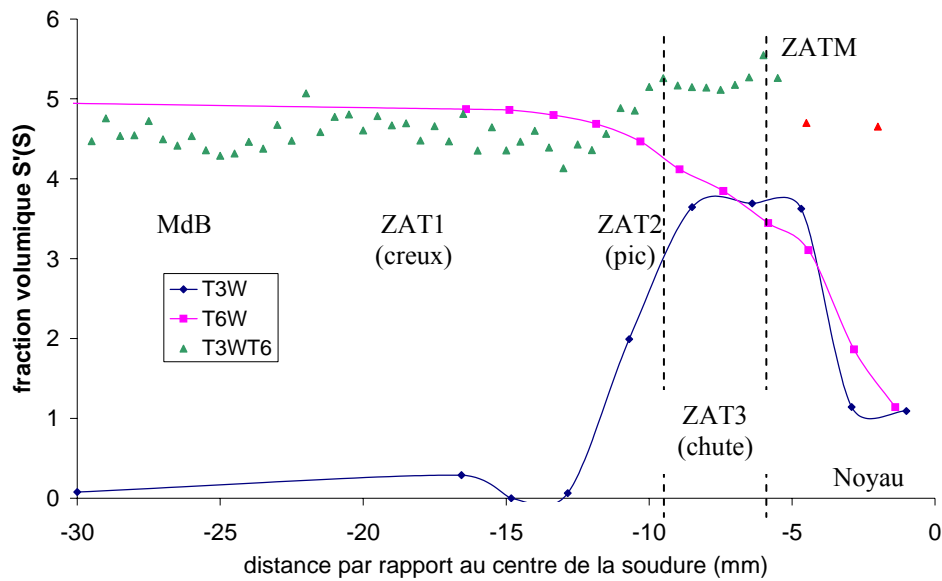


Fig.III.83 Comparaison du profil de fraction volumique en $S'(S)$ des trois joints soudés

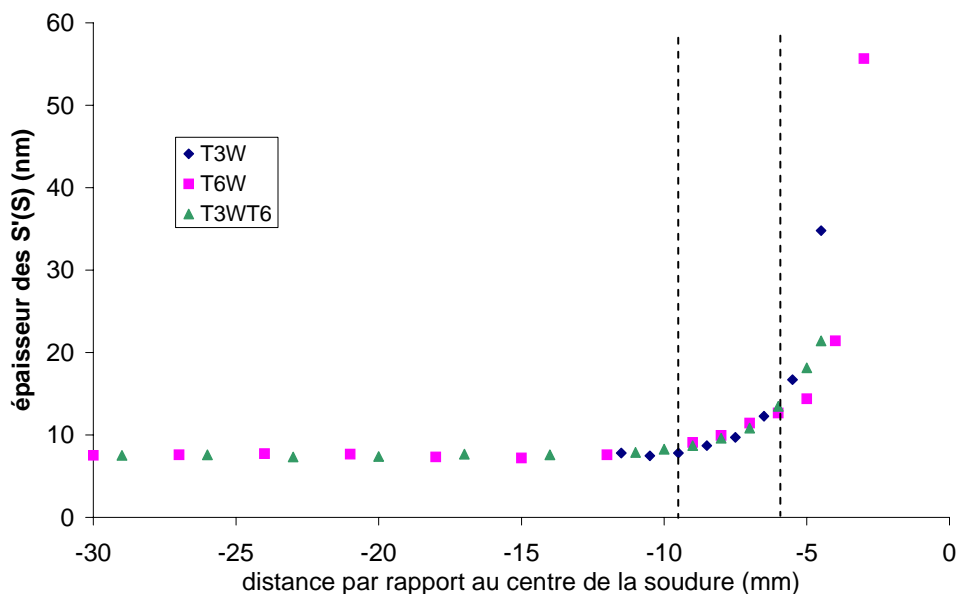


Fig.III.84 Comparaison de l'évolution de l'épaisseur des précipités $S'(S)$ des trois joints

Remarques :

- Les fractions volumiques dans la ZATM et le noyau du joint T3WT6 ont été obtenues par calibration de courbes DSC car la précipitation devenait trop grossière et ne pouvait donc plus être mesurée par SAXS.

- Les dénominations de la ZAT chute, de la ZAT pic et de la ZAT creux sont expliquées dans le paragraphe B-3-3 de ce chapitre.

Une étude menée sur des photos prises au MET et par MEB_FEG, nous indique qu'il n'y a pas de fins précipités S'(S) dans la ZATM. Les précipités se présentent sous forme de plaquettes avec une longueur moyenne de 150nm, une largeur de 55nm et une épaisseur de 30nm (Fig.III.85 et 86). Dans le T3W, les bâtonnets mesurent en moyenne 90nm de long et 30nm de large. Par conséquent, le traitement thermique favorise la croissance des précipités déjà existants après soudage, ce qui explique la perte importante de propriétés mécaniques.

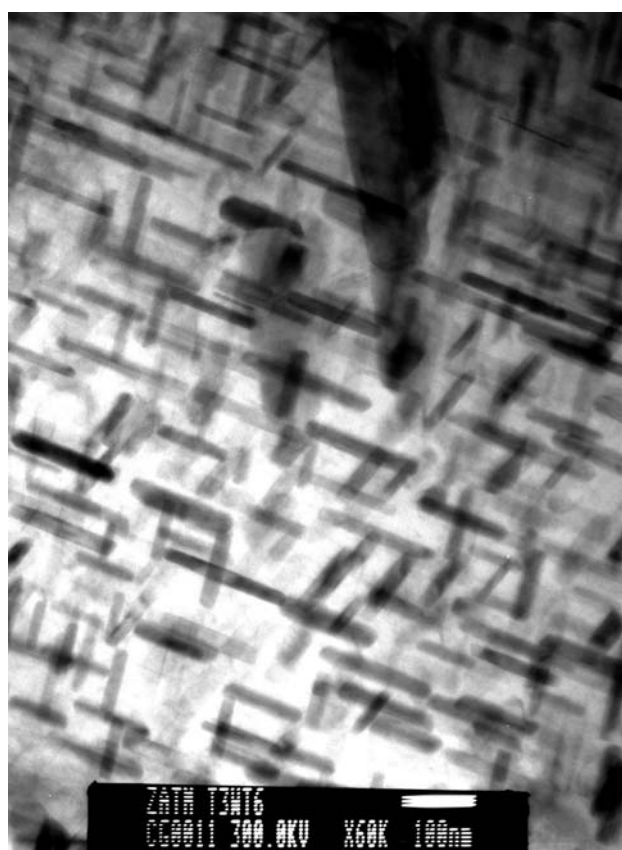


Fig.III.85 Plaquettes de S'(S) vues selon leur épaisseur.

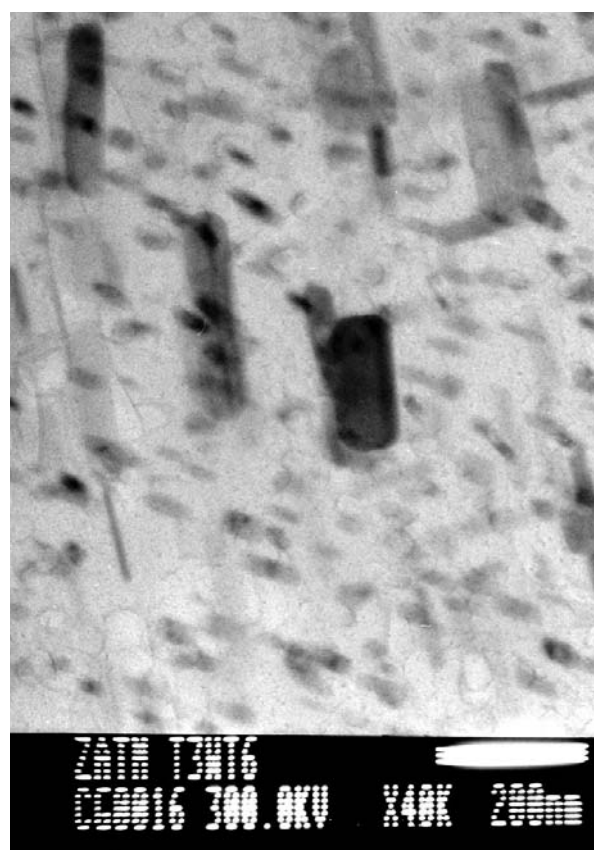


Fig.III.86 Plaquettes de S'(S) vues selon la largeur.

Images MET en champ clair dans la ZATM du joint T3WT6

En conclusion, le traitement post soudage T6 améliore la dureté du joint T3W dans les parties riches en zones GPB, métal de base, ZAT1 (creux) et début ZAT2 (pic), en transformant ces zones GPB en précipités S'(S) durcissants.

Entre la fin de la ZAT3 (chute) et la limite ZATM/Noyau du joint T3W, la fraction volumique en zones GPB est faible, environ 1% et devient nulle après le traitement post soudage. Dans ces zones, il devient plus avantageux de faire croître les précipités grossiers,

mais déjà existants, que de transformer les zones GPB en fins précipités. Ce phénomène entraîne donc une chute catastrophique de la dureté. Dans le noyau, c'est un peu différent car la fraction volumique de zones GPB avant traitement thermique est de 3,75%. Par conséquent, il se peut que suffisamment de zones GPB se soient transformées en précipités S'(S) durcissants, entraînant une chute de dureté moins conséquente. Néanmoins, la précipitation hétérogène et grossière présente à l'origine dans le T3W pompe beaucoup d'éléments potentiellement disponibles en solution solide ce qui ne permet pas une augmentation de la dureté après traitement. Cependant, une observation en MET du noyau serait nécessaire pour confirmer l'existence de fins précipités S'(S).

Dans la zone intermédiaire située entre la fin de la ZAT2 (pic) et le début de ZAT3 (chute), le traitement post soudage ne change pas la dureté. Avant traitement thermique, la fraction volumique en zones GPB est minimale. Par conséquent, même s'il y a formation de fins précipités S'(S) durant le traitement thermique, leur nombre n'est pas assez important pour augmenter significativement la dureté.

Le traitement post soudage T6 est donc valorisant si la fraction en zones GPB est encore suffisante après soudage, sinon c'est la croissance des précipités S'(S) formés durant le soudage qui domine et les propriétés mécaniques se détériorent.

E Synthèse et conclusion

Le soudage par friction malaxage provoque un durcissement de l'alliage 5251 O par l'introduction de dislocations à chaud et par la diminution de la taille des grains grâce à une recristallisation dynamique dans les zones fortement déformées (ZATM et noyau). Bien que l'alliage 2024 T351 ait un état initial proche de l'alliage 5251 O, le matériau connaît un fort adoucissement à travers la soudure. Cette chute de dureté est provoquée par une précipitation de type S'(S) de plus en plus grossière au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau. D'autre part, la température élevée atteinte dans le noyau entraîne une précipitation partielle et donc, de retour à température ambiante, une augmentation de la dureté par maturation. Par conséquent, pour l'alliage 5251 O ce sont les structures granulaires et de dislocations qui contrôlent les propriétés du joint tandis que l'état de précipitation est primordial pour le joint 2024 T351.

Nous avons pu remarquer que l'état initial de la tôle n'avait aucune influence sur la microstructure des joints soudés dans les zones fortement déformées, ZATM et noyau, et ce pour les deux alliages. Dans ces zones, les conditions de déformation et de température sont telles qu'elles transforment complètement les structures jouant sur les propriétés des joints, taille de grains et densité de dislocations pour l'alliage 5251 et état de précipitation pour l'alliage 2024.

Par ailleurs, un traitement thermique post soudage de type T6 appliqué sur un joint soudé 2024 T351 a des conséquences très contrastées selon l'état de précipitation après soudage. Alors que l'on note une amélioration des propriétés dans les zones encore riches en zones GPB, grâce à la transformation de ces zones en précipités S'(S) durcissants ; les conséquences sont catastrophiques dans les zones présentant une précipitation déjà grossière après soudage. En effet, le traitement thermique va favoriser leur croissance et particulièrement dans la ZATM.

CHAPITRE IV

DETERMINATION DES PROCESSUS ET INTERACTIONS MIS EN JEU DURANT LE SOUDAGE

Le procédé de soudage FSW fait intervenir deux paramètres, l'échauffement et la déformation. Plusieurs mécanismes sont ainsi activés et peuvent interagir ; déformation, restauration, recristallisation et précipitation. Cependant, le cycle thermique et le taux de déformation introduit durant le soudage ne sont pas contrôlés et sont assez complexes. C'est pourquoi, afin de mieux comprendre les différents phénomènes mis en jeu nous nous sommes appuyés sur des traitements thermiques et thermo-mécaniques plus simples et donc mieux maîtrisés.

En faisant l'hypothèse que les deux alliages aient un comportement plastique à chaud similaire ; l'alliage 5251, à durcissement par écrouissage, nous permet d'appréhender ce comportement et donc d'accéder par comparaison à l'effet de la précipitation sur le comportement de l'alliage 2024 à durcissement structural.

A Détermination des phénomènes se produisant durant le soudage dans l'alliage 5251 H14

Le joint soudé 5251 H14 se subdivise en plusieurs zones selon le taux de déformation et le cycle thermique subis. Dans la ZAT, Zone Affectée Thermiquement, il est admis que la déformation introduite durant le soudage est négligeable. Les mécanismes se produisant dans cette zone sont donc statiques, contrairement à la ZATM et au noyau, où les phénomènes de restauration et de recristallisation sont dynamiques.

A-1 Cinétique de restauration – recristallisation statique dans l'alliage 5251 H14

Afin de déterminer les cinétiques de restauration-recristallisation statiques, nous avons effectué des expériences modèles en bain de sel sur l'alliage 5251. L'évolution de la dureté en fonction de la température et du temps de recuit a été tracée sur la *Figure.IV.1*.

Remarque :

Les zones grisées sur les Figures.IV.1 et 7 représentent les temps de recuit qui nous intéressent, c'est-à-dire entre 5 et 10 secondes. En effet, les recuits en bains de sel ne reproduisent pas le cycle thermique complexe qui a lieu durant le soudage. Néanmoins, ces traitements thermiques peuvent nous donner une indication sur la température moyenne atteinte dans les différentes zones du joint. Par conséquent, le cycle thermique de soudage a été schématisé par un recuit isotherme de 5 à 10s.

L'évolution de la dureté se décompose en trois stades, la restauration, la recristallisation et la croissance des grains. De même, la restauration se divise en deux

périodes. Pour des temps courts de recuit, la dureté chute brutalement de la valeur du métal de base jusqu'aux environs de 70Hv. Barioz [Barioz 1982] a montré que le premier stade d'adoucissement pouvait être attribué à la dissolution des amas de magnésium ségrégués aux niveaux des sous-joints. En effet, les atomes de soluté Mg se mettent préférentiellement sur les dislocations afin d'accommoder la distorsion liée à leur différence de taille avec les atomes d'aluminium. Par conséquent, ils bloquent le mouvement des dislocations et donc la restauration. La dissolution de ces amas de magnésium permet de libérer très rapidement les dislocations, ce qui entraîne une chute brutale de la dureté. Par la suite, la dureté chute bien plus lentement, la restauration est alors liée au réarrangement des dislocations. Durant le phénomène de restauration la structure granulaire ne subit pas de changement par rapport à celle du métal de base (Fig.IV.2).

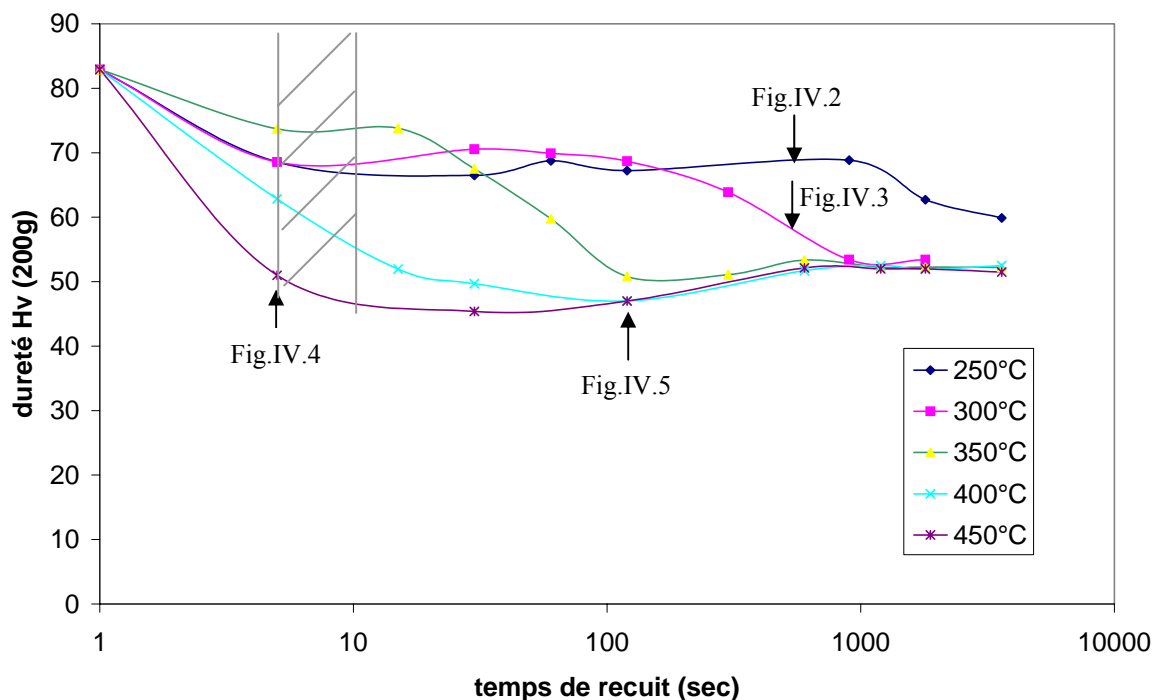


Fig.IV.1 Evolution de la dureté avec la température et le temps de recuit. Recuits effectués sur du métal de base 5251 H14

La recristallisation succède à la restauration selon un processus continu de croissance des sous grains et cause une nouvelle chute rapide de la dureté. On passe de 70Hv à environ 55Hv. La Figure.IV.3 nous montre un début de recristallisation avec la formation de nouveaux grains. Au final, les nouveaux grains connaissent une croissance assez importante (Fig.IV.4) et la dureté diminue encore un peu jusqu'à 50Hv.

Comme le montre les Figures.IV.5 et 6, un recuit de 5s à 450°C conduit à une structure granulaire proche de celle du noyau soudé.

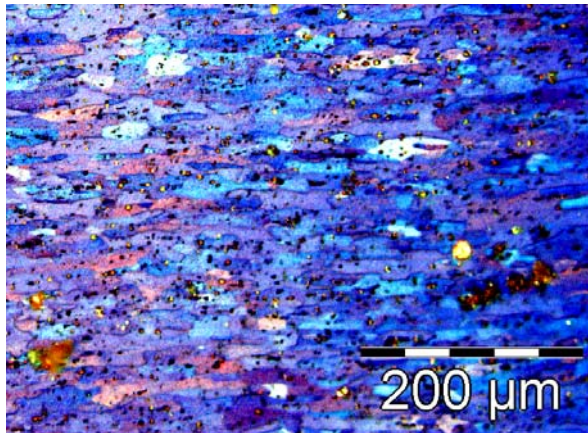


Fig.IV.2 Echantillon de l'alliage 5251 H14 recuit 7min à 250°C en bain de sel

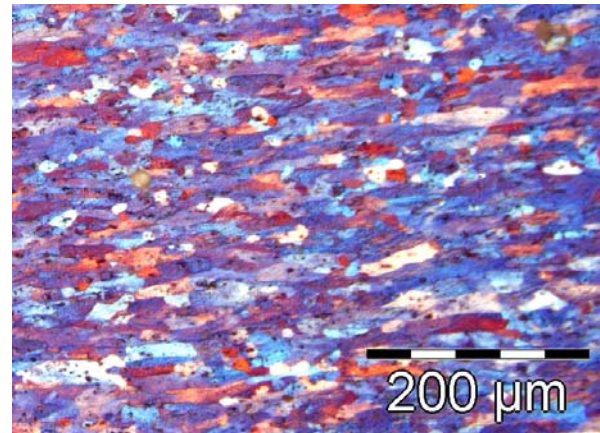


Fig.IV.3 Echantillon de l'alliage 5251 H14 recuit 7min à 300°C en bain de sel

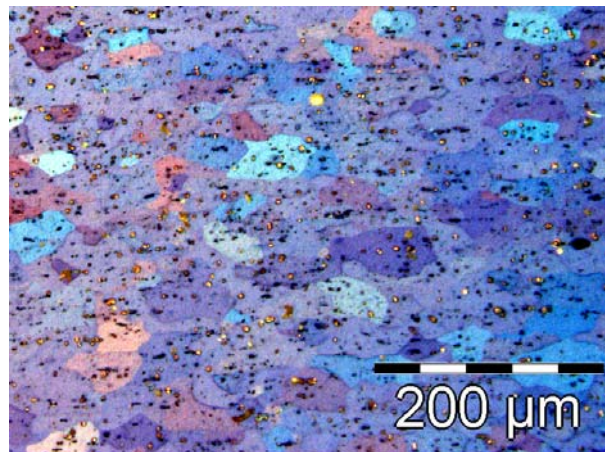


Fig.IV.4 Echantillon de l'alliage 5251 H14 recuit 2min à 400°C en bain de sel.

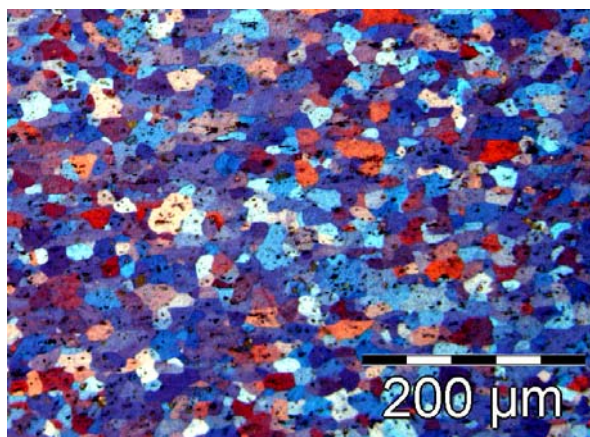


Fig.IV.5 Echantillon de l'alliage 5251 H14 recuit 5s à 450°C en bain de sel.

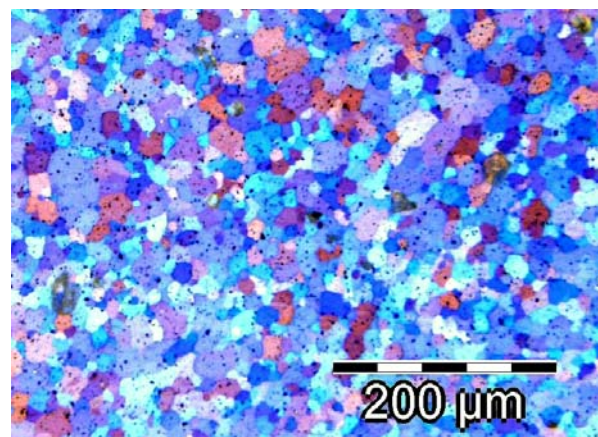


Fig.IV.6 Noyau du joint soudé 5251 H14

Toutes les images ont été prises en microscopie optique après une attaque anodique

La *Figure.IV.7* représente le temps de recuit nécessaire pour atteindre une recristallisation de 50%, en fonction de la température. Nous avons estimé que le matériau

était recristallisé à 50% quand sa dureté était de 60Hv. En effet, en début de recristallisation la dureté est proche de 70Hv et lorsque le matériau est complètement recristallisé, la dureté est d'environ 50Hv. Nous voyons donc que pour des températures supérieures à 400°C et sans l'introduction d'une déformation supplémentaire initiale, la recristallisation a lieu très rapidement voire instantanément (*Fig.IV.7*).

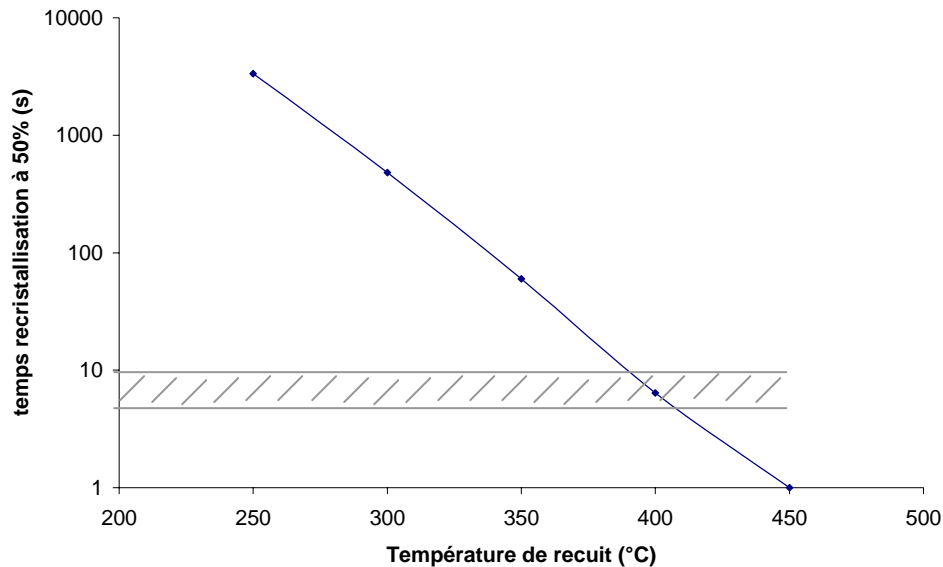


Fig.IV.7 Temps de recuit nécessaire pour obtenir une recristallisation de 50% en fonction de la température

Suite aux observations faites sur le joint soudé (paragraphe C-1-2 du chapitre III) et des résultats des expériences modèles, nous avons établi une première cartographie des processus opérant durant le soudage (*Fig.IV.8*).

A partir des profils de dureté effectués durant les recuits d'échantillon de 5251 H14 en bain de sel, nous avons pu estimer la frontière entre la restauration et la recristallisation. Pour cela, nous avons considéré que la recristallisation commençait au début de la seconde chute de dureté, c'est-à-dire aux alentours d'une dureté de 70Hv. Quant à la limite des phénomènes dynamiques ou statiques, nous nous sommes appuyés sur des observations MEB de l'alignement des intermétalliques. Nous avons vu, dans le paragraphe C-1-2-2 du chapitre III, qu'à la frontière ZAT/ZATM la structure est entièrement recristallisée. Cependant, du côté ZAT les intermétalliques sont alignés selon la direction de laminage, tandis que du côté ZATM ils traduisent un mouvement de matière. Nous avons considéré que là où les intermétalliques étaient alignés, la déformation est faible et donc les phénomènes sont plutôt statiques. Par contre là où les intermétalliques traduisent un mouvement de matière, et donc une déformation plus importante, les phénomènes sont susceptibles d'être dynamiques.

D'autres part, en comparant les duretés entre le joint soudé et les profils des recuits en bain de sel, nous avons pu estimer quelques températures atteintes durant le soudage dans la ZAT.

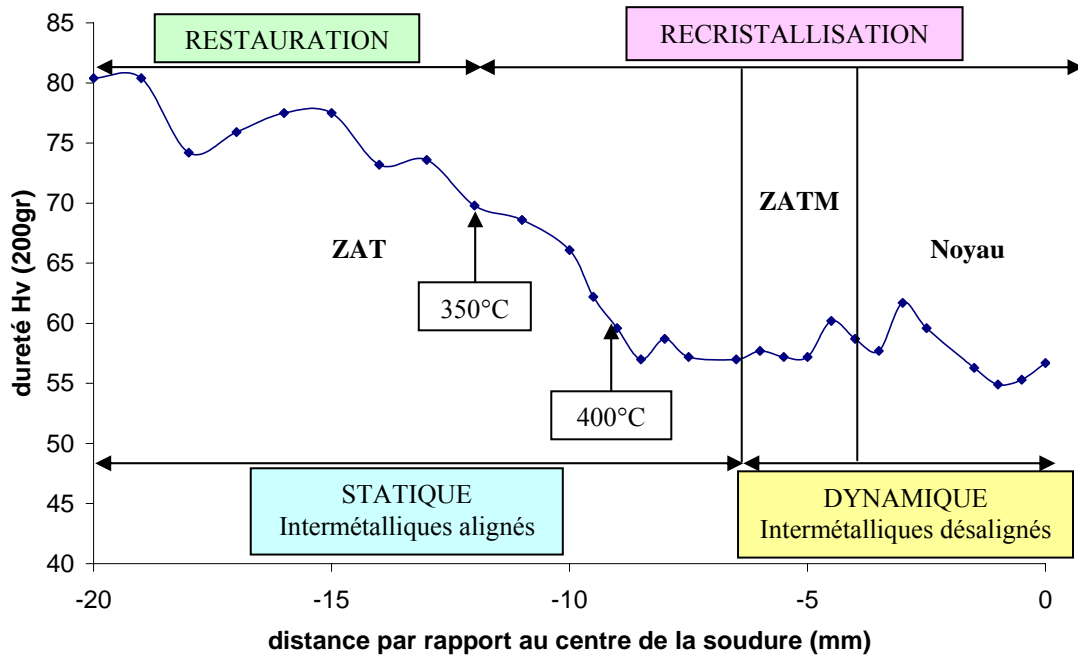


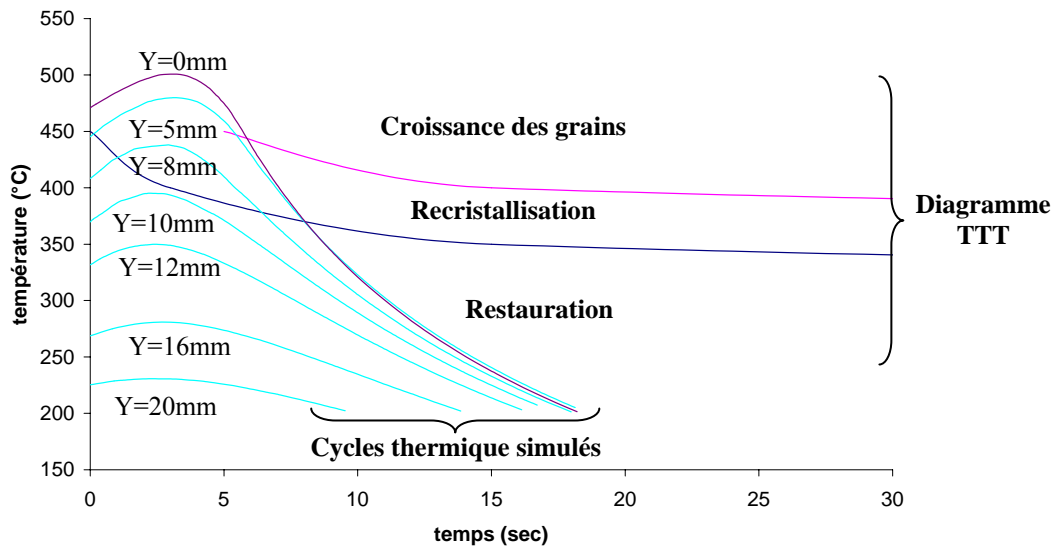
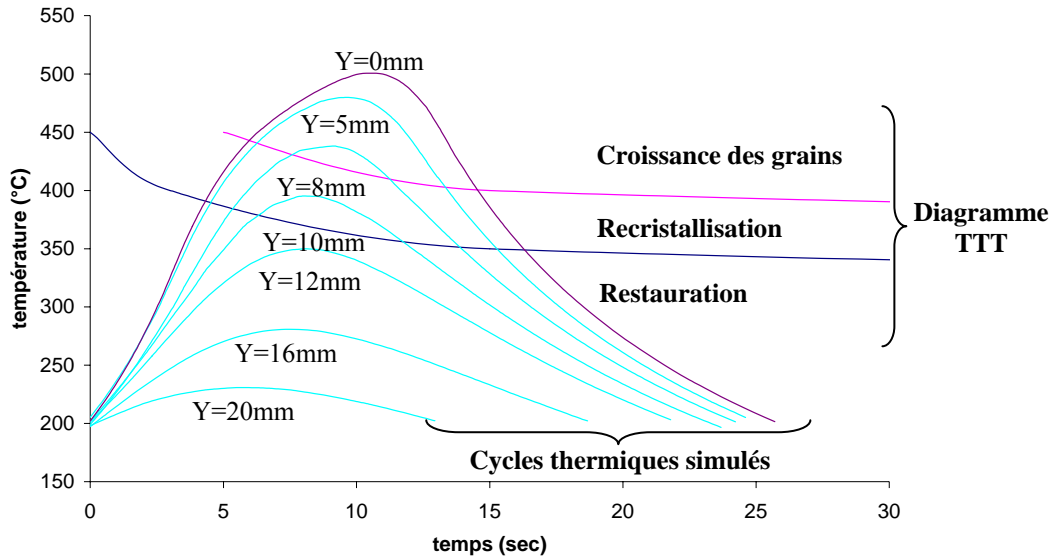
Fig.IV.8 Répartition des phénomènes de restauration et de recristallisation statiques et dynamiques (advancing side)

A-2 Diagramme TTT et cycles thermiques

Les premières conclusions ont été tirées à partir d'expériences isothermes en bain de sel. Bien que ces traitements thermiques ne traduisent pas tout à fait les cycles thermiques subis durant le soudage, les résultats obtenus nous ont permis de tracer un diagramme TTT Restauration – Recristallisation – Croissance (Fig.IV.9). Nous avons établi que le matériau commence à recristalliser quand sa dureté est proche de 70Hv et qu'il était complètement recristallisé quand sa dureté était proche de 52Hv.

Par le biais d'un modèle thermique mis au point à l'ONERA Châtillon, nous avons pu simuler les cycles thermiques dans les différentes zones du joint soudé. Le modèle a été calibré sur les courbes thermiques enregistrées durant le soudage de l'alliage 2024 T6 à l'aide de thermocouples. Toutefois, les deux matériaux ont des propriétés différentes, notamment la dureté et l'épaisseur des tôles, 4mm pour l'alliage 5251 H14 et 6mm pour l'alliage 2024 T6. De plus, nous ne disposons que de deux enregistrements de thermocouples, à 10 mm et à 14 mm du centre de la soudure. Les résultats simulés ne seront donc utilisés qu'à titre indicatif. Sur la Figure.IV.9, nous avons reporté les cycles thermiques simulés sur le diagramme TTT. Les cycles ne commencent qu'à 200°C car en dessous de cette température, les cinétiques sont assez lentes et influencent peu l'évolution de la microstructure. Une autre représentation, a été tracée Figure.IV.10 où l'on ne tient pas compte de la montée en température. En effet, si dans une zone il faut 5 secondes pour atteindre 400°C, ce n'est pas tout à fait équivalent à un maintien isotherme de 5 secondes à 400°C. Cependant, la montée en température peut participer à l'évolution de la microstructure, par conséquent il est intéressant de confronter les deux représentations.

La courbe à $y = 0$ mm représente le cycle thermique simulé au centre du noyau soudé et à $y = 5$ mm celui à 5 mm du centre.



D'après les deux configurations, au-delà de 12 mm du centre de la soudure, la restauration est le seul processus mis en jeu. A 5 mm la recristallisation est totale avec une croissance de grain qui a lieu dès la montée en température.

A partir de différentes observations nous avons estimé la limite restauration/recristallisation aux alentours de 10-12 mm par rapport au centre du joint soudé (Tab.IV.1).

	Limite restauration début de recristallisation
Observation en microscopie optique de la soudure	A 8mm du centre (recristallisation totale)
Bain de sel (dureté)	A 12mm du centre
TTT + cycles thermiques	A 10mm du centre

Tab.IV.1 Estimation de la limite restauration/recristallisation dans un joint soudé 5251 H14 à partir de différentes observations

Remarque :

Nous n'avons pas observé de début de recristallisation par microscopie optique, seulement une recristallisation totale à partir de 8mm du centre de la soudure.

A-3 Synthèse

Les observations faites sur le joint soudé, nous ont permis de déterminer certains processus mis en jeu durant le soudage dans l'alliage 5251 H14 (Fig.IV.11) (Tab.IV.2).

Par définition, la Zone Affectée Thermiquement est le lieu de phénomènes statiques. Proche du métal de base, la structure subit une restauration statique (ZAT 1). A la limite ZAT/ZATM la structure granulaire est complètement recristallisée et les grains sont tous equiaxes (ZAT 3).

La Zone Affectée Thermo-Mécaniquement se décompose en deux parties. Du côté de la ZAT, la structure granulaire est identique à celle de la ZAT 3, cependant par MEB nous voyons que les intermétalliques traduisent un mouvement de la matière. Par conséquent, la recristallisation est susceptible d'être dynamique (ZATM 1). Du côté noyau, le processus mis en jeu est une recristallisation dynamique géométrique due à une torsion à chaud provoquée par le filetage du pion en rotation (ZATM 2).

D'autre part, il est admis que le noyau soudé recristallise de façon dynamique [Jata 2000a].

Bien que les expériences modèles en bain de sel soient différentes des cycles thermiques produits par le soudage, les résultats obtenus sont tout à fait en accord avec les observations faites sur le joint soudé. De plus, elles nous ont permis de déterminer la présence d'une recristallisation statique en cours dans la ZAT 2. Cette recristallisation serait trop fine pour être mise en évidence par microscopie optique.

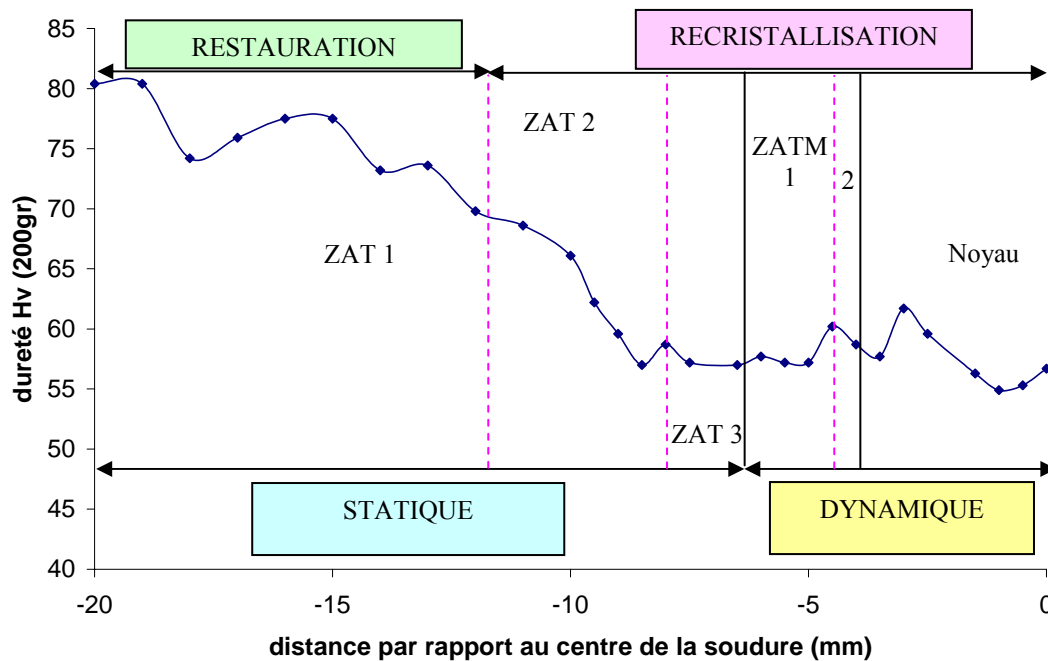


Fig.IV.11 Répartition des phénomènes de restauration et de recristallisation ayant lieu durant le soudage dans l'alliage 5251 H14

Zones	Processus
ZAT1	Restauration statique
ZAT2	Recristallisation statique en cours
ZAT3	Recristallisation statique totale et equiaxe
ZATM1	Recristallisation dynamique totale et equiaxe
ZATM2	Recristallisation dynamique géométrique
Noyau	Recristallisation dynamique equiaxe

Tab.IV.2 Récapitulatif des processus mis en jeu durant le soudage d'un joint 5251 H14

B Cinétique de précipitation dans l'alliage 2024 : effet de la déformation

Afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu durant le soudage dans la ZAT, nous avons, dans un premier temps, déterminé la cinétique de précipitation dans l'alliage 2024 T351 à l'aide de recuits isothermes. Ces premiers résultats ont été comparés aux microstructures observées dans les ZAT du joint soudé et des différences de l'état d'avancement de la précipitation ont été notées. Par ailleurs, bien que la ZAT soit généralement considérée comme ne connaissant pas de déformation, nous avons vu dans l'alliage 5251 O que celle-ci ne devenait négligeable qu'au-delà de 15mm du centre (*Fig.III.2*). Par conséquent, nous nous sommes intéressés à l'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation de la phase S.

B-1 Cinétique de précipitation de l'alliage 2024 T351

B-1-1 Recuits en bain de sel

Afin de connaître la cinétique de précipitation dans l'alliage 2024 T351, nous avons effectué des recuits en bain de sel sur du métal de base et suivi l'évolution de la dureté en fonction du temps de recuit (*Fig.IV.12*).

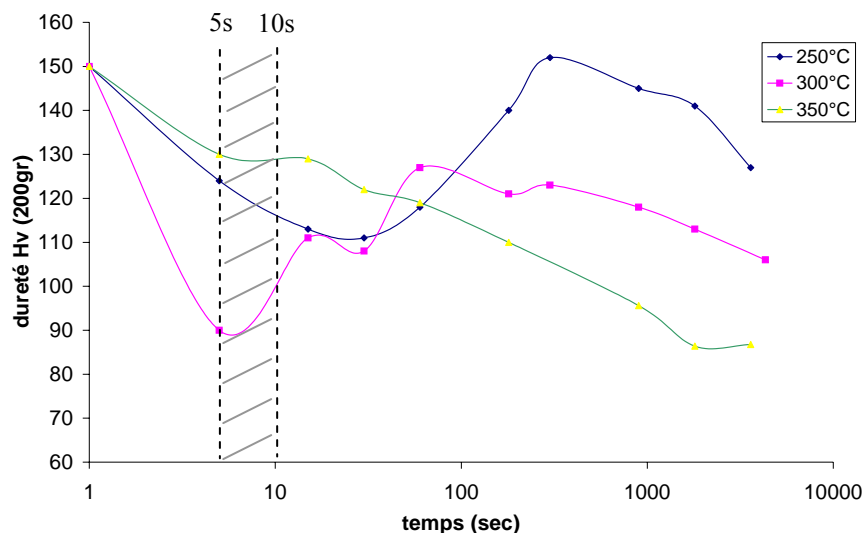


Fig.IV.12 Evolution de la dureté en fonction du temps de recuit pour différentes températures

A 250°C, trois stades se distinguent. Premièrement, la chute de dureté initiale est liée à la dissolution des zones GPB. Par la suite, la dureté remonte et dépasse celle du métal de base grâce à la formation d'une précipitation fine et durcissante de S'(S). Puis ces précipités grossissent et deviennent de moins en moins durcissants ce qui entraîne une nouvelle diminution de la dureté.

A 300°C, la température étant plus haute, les zones GPB se dissolvent plus rapidement et la dureté chute de façon très importante. Cependant, la précipitation de S'(S) permet une remontée en dureté, bien que le taux de germination des précipités soit insuffisant pour atteindre la dureté observée à 250°C. Le pic de dureté est donc inférieur à la dureté du métal de base.

A 350°C, la cinétique de précipitation est plus rapide, par conséquent, les précipités S'(S) se forment en même temps que la dissolution des zones GPB. Il n'y a plus de pic de dureté, seulement un petit plateau en début de recuit.

B-1-2 Application à la ZAT du joint 2024 T351

Afin de pouvoir comparer les recuits isothermes en bain de sel et les cycles thermiques plus complexes mesurés par thermocouple durant le soudage, nous avons déterminé des températures équivalentes à un recuit isotherme de 5 secondes et 10 secondes qui permettent de moyennner le cycle thermique anisotherme (Fig.IV.13).

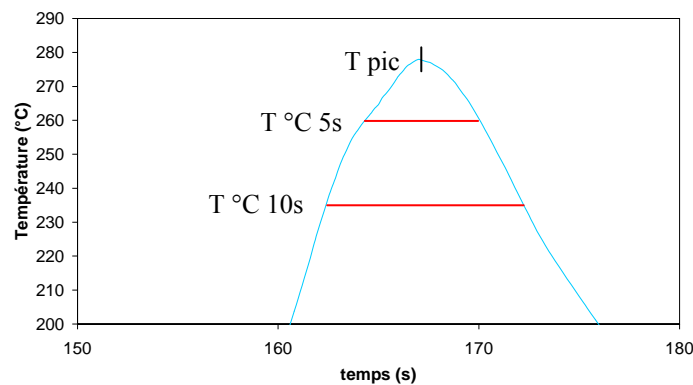


Fig.IV.13 Détermination des températures équivalentes au cycle thermique

Nous avons vu dans le paragraphe B-3-3 du chapitre III que la ZAT du joint 2024 T351 se décomposait en trois parties dans lesquelles l'état de précipitation évoluait (Fig.IV.14).

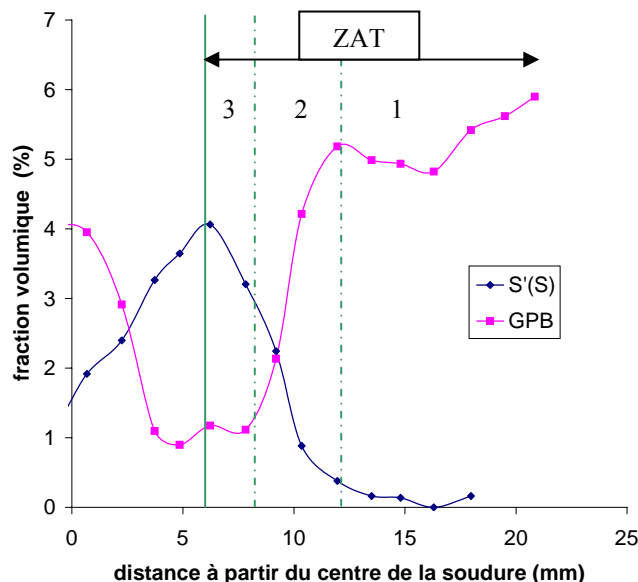


Fig.IV.14 Evolution des fractions volumiques en précipités S'(S) et zones GPB dans un joint 2024 T351 (RS)

Dans la ZAT1 (creux), c'est la dissolution des zones GPB qui est le phénomène dominant (Fig.IV.14). Des enregistrements par thermocouple ont été effectués durant le

soudage de tôles d'alliage 2024 T6. Nous avons fait l'hypothèse que les cycles thermiques étaient identiques durant le soudage de l'alliage 2024 à l'état T351 et à l'état T6. A partir du cycle thermique mesuré par thermocouple à 14mm du centre de la soudure (*Fig.IV.15*), nous avons déterminé un recuit isotherme équivalent de 5-10s entre 200°C et 222°C. Nos mesures en bain de sel nous confirment que nous sommes dans le domaine de dissolution des zones GPB.

Dans la ZAT2 (pic), les mesures de thermocouples placés à 10mm du centre, nous indiquent que la température équivalente est comprise entre 235 et 262°C. D'après les mesures en bain de sel, nous sommes toujours dans le domaine de dissolution des zones GPB. Cependant, la *Figure.IV.14* et des observations MET dans la ZAT2 (pic) nous montrent que la précipitation de fins précipités S'(S) a commencé et la fraction volumique de ces précipités augmente à travers cette zone. La fine taille des précipités permet de conserver un haut niveau de dureté malgré la dissolution massive des zones GPB.

Ce même décalage a lieu pour la ZAT3 (chute). Dans cette zone, la précipitation caractérisée est de plus en plus grossière, et donc moins durcissante au fur et à mesure que l'on se rapproche de la ZATM. Cependant, si l'on regarde les résultats en bain de sel, il faudrait que la température équivalente maintenue 5s soit d'environ 350°C. A partir du modèle développé par l'ONERA (Châtillon) et calibré sur les deux cycles thermiques mesurés par thermocouples (10mm et 14mm), nous avons pu estimer qu'au centre de la ZAT chute (à 7mm du centre de la soudure) la température équivalente à un recuit de 5s était de 310°C (*Fig.IV.15*).

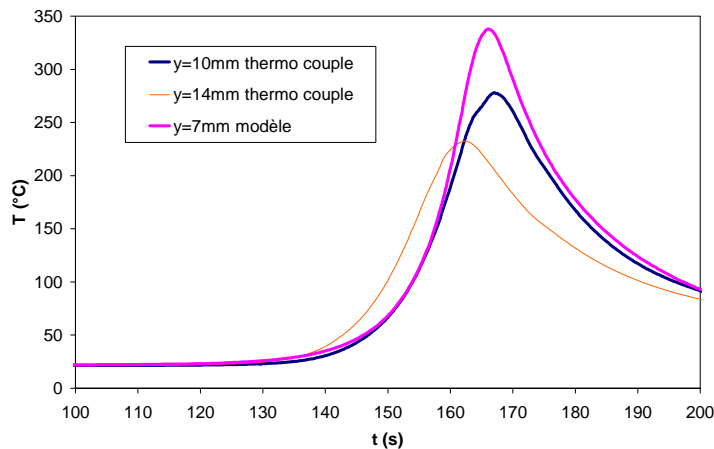


Fig.IV.15 Cycles thermiques mesurés par thermocouples ou modélisé

Par conséquent, seule la microstructure de la ZAT1 (creux) est bien reproduite par un simple recuit de métal de base. Par contre, dans la ZAT2 (pic) et la ZAT3 (chute) o l'état de précipitation est plus avancée, nous avons noté une densité importante de dislocations (*Fig.IV.16*).

Il se pourrait donc que la présence de dislocations introduites lors du soudage accélère la cinétique de précipitation, ce qui expliquerait les divergences entre les microstructures estimés et celles observées.

Remarque :

Les dénominations ZAT creux, ZAT pic et ZAT chute sont expliquées dans le paragraphe B-3-3 du chapitre III

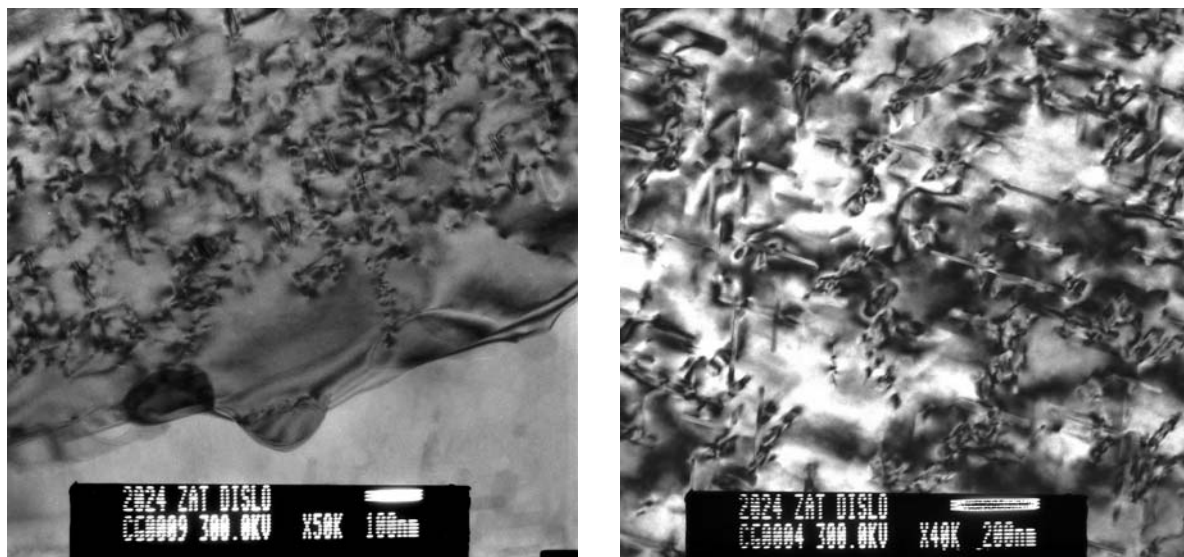


Fig.IV.16 Dislocations présentes dans les ZAT2 (pic) et la ZAT3 (chute). Images MET en champ clair

B-2 Essais statiques

Afin de mettre en évidence l'effet d'une déformation sur la cinétique de précipitation, nous avons déformé à froid des échantillons, par laminage ou traction, avant de les recuire selon des cycles isothermes. Pour cette étude nous avons utilisé la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et les mesures de diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS).

B-2-1 Diffusion des rayons X (SAXS)

A l'aide de la diffusion des rayons X aux petits angles, nous avons suivi l'évolution de la fraction volumique des précipités $S'(S)$ au cours des recuits. Les cycles thermiques se composent d'une montée en température à 300°C/min et d'un palier isotherme d'une heure. Pour un recuit isotherme à 200°C, le graphique de la *Figure.IV.17* compare les résultats obtenus entre un échantillon de métal de base 2024 T351 non déformé et un même échantillon laminé jusqu'à une déformation de 215%. La précipitation commence bien plus rapidement dans le cas de l'échantillon laminé, preuve que la présence de dislocations accélère considérablement la cinétique de précipitation. Il faut tout de même noter que le taux de déformation que nous avons choisi est bien plus important que celui subi par la ZAT (au plus quelques %).

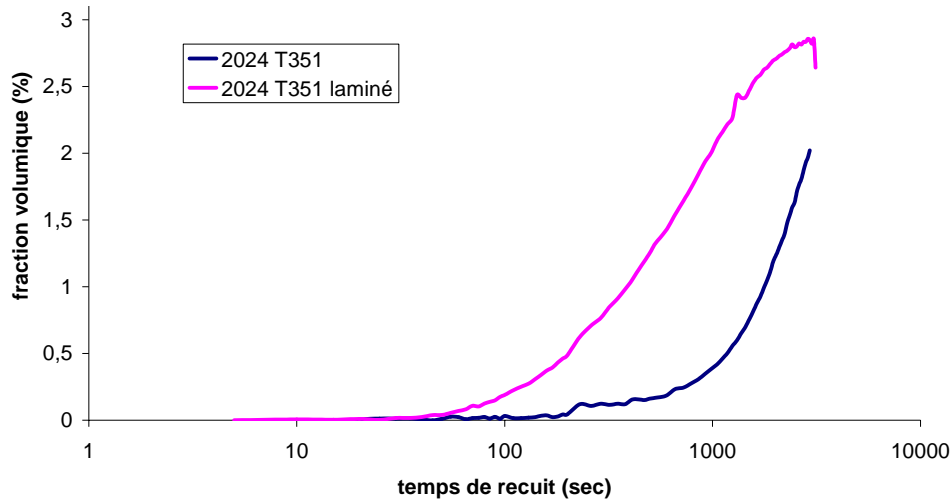


Fig.IV.17 Evolution de la fraction volumique de précipités S'(S) lors d'un recuit isotherme à 200°C

Ce type d'expériences n'a pas pu être adapté à l'étude des cinétiques aux plus hautes températures en raison de la taille excessive qu'atteignent les précipités durant le recuit et qui n'est pas accessible par SAXS. Nous avons donc étudié les cinétiques à plus hautes températures par calorimétrie.

B-2-2 DSC

Des échantillons ont été déformés à froid à différents taux puis recuits de façon isotherme. A l'aide de la technique de DSC, nous avons suivi l'évolution du flux de chaleur durant ces recuits qui se composent d'une montée en température à 300°C/min et d'un palier isotherme de 20 minutes. A partir de ces résultats, nous avons tracé un diagramme TTT pour une précipitation de 50% et ceci pour chaque taux de déformation initial.

B-2-2-1 Traitements

La Figure.IV.18 montre un diagramme typique de DSC obtenu durant un cycle isotherme. En faisant le cumul de l'aire du diagramme DSC à chaque pas de temps, on obtient l'évolution de l'enthalpie à chaque instant (Fig.IV.19). Par conséquent, quand la pente de la courbe de la Figure.IV.19 est négative il y a dissolution et quand la pente est positive il y a précipitation.

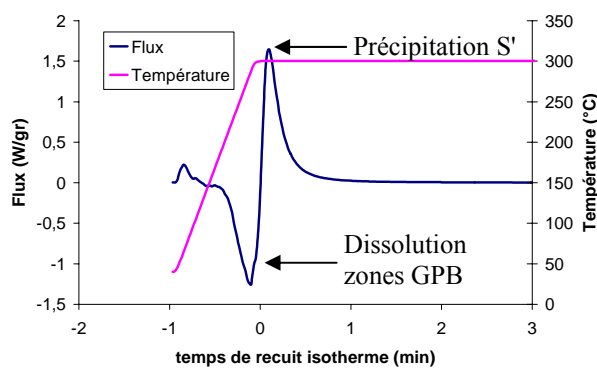


Fig.IV.18 Diagramme DSC enregistré durant un cycle isotherme à 300°C

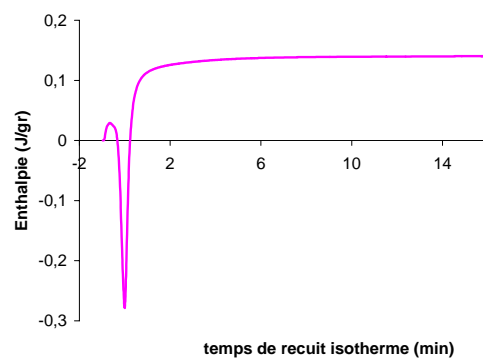


Fig.IV.19 Intégration du diagramme DSC à chaque pas de temps

Remarque :

L'origine de l'échelle de temps a été prise au début du palier isotherme. Par conséquent, les temps négatifs représentent la montée en température.

Plus le recuit se passe à haute température, plus la précipitation débute rapidement (*Figure.IV.20*). Cependant, les courbes d'enthalpie ont toutes le même profil, avec une dissolution des zones GPB (pente négative), une précipitation S'(S) (pente positive) et un plateau lorsque la précipitation est totale. A 350°C, l'enthalpie maximale de dissolution des zones GPB est de -0,3J/g. Pour d'autres températures l'enthalpie maximale est moindre car il y a chevauchement entre la précipitation et la dissolution. Par conséquent, pour calculer le temps nécessaire pour obtenir une précipitation de 50%, nous avons considéré que la précipitation était nulle à -0,3J/g et de 100% sur le plateau d'enthalpie. En conclusion, la précipitation est de 50% pour une enthalpie égale à la moyenne de ces deux valeurs. Par ailleurs, ce calcul a été fait selon la valeur du plateau de chaque température.

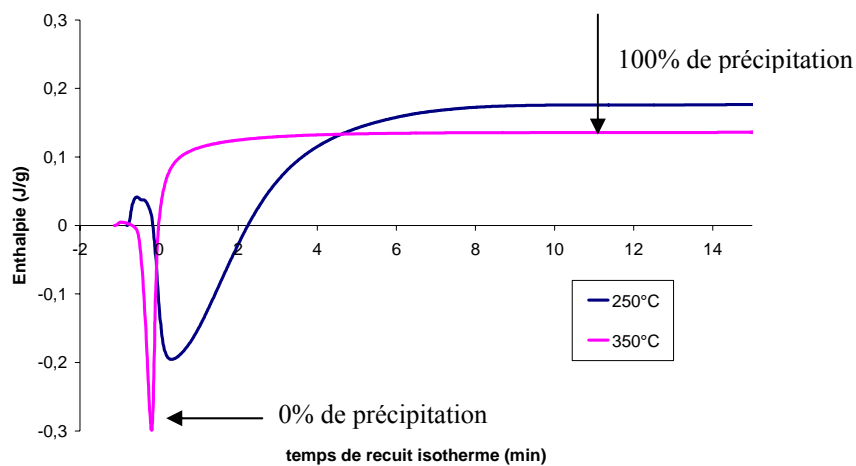


Fig.IV.20 Evolution de l'enthalpie en fonction de la température de recuit

B-2-2-2 Diagrammes TTT

Après traitement un diagramme TTT a pu être tracé pour chaque taux de déformation. On voit sur la *Figure.IV.21*, qu'à 250°C la précipitation est d'autant plus rapide que la déformation est importante. Par contre, au fur et à mesure que la température augmente, ce décalage est moindre pour devenir peu significatif à 350°C.

Sur le diagramme plus détaillé de la *Figure.IV.22*, nous pouvons voir que pour des températures inférieures à 330°C la précipitation est plus rapide dans le matériau déformé de 10%.

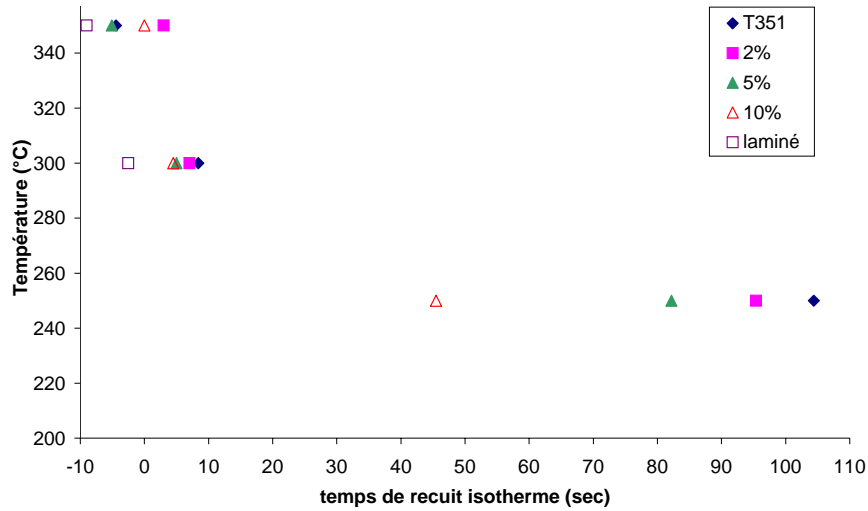


Fig.IV.21 Evolution du diagramme TTT 50% en fonction du taux de déformation. L'origine des temps de recuit est prise en début de palier isotherme. Par conséquent, les temps négatifs représentent la montée en température.

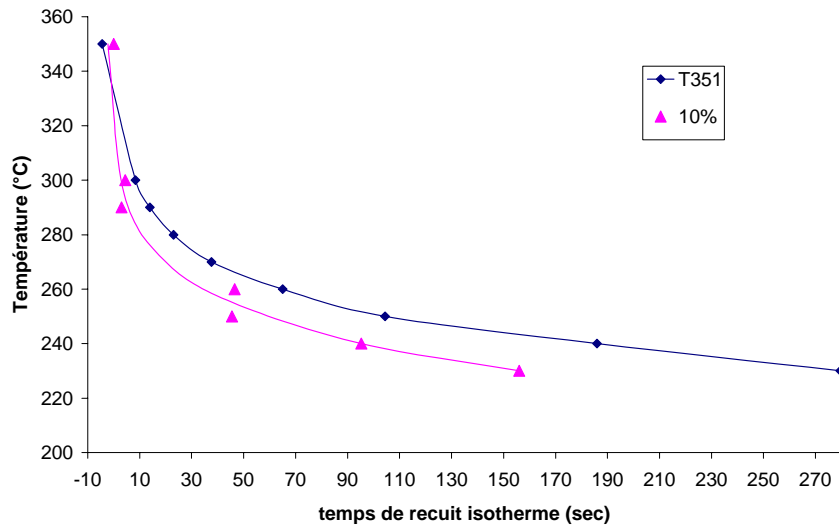


Fig.IV.22 Diagramme TTT à 50% de précipitation pour un échantillon de 2024 T351 non déformé et déformé à 10%

B-2-3 Bilan

Tout d'abord, nous avons noté l'introduction de dislocations dans les ZAT2 (pic) et 3 (chute). Par la suite, nous avons vu que la déformation accélérât la précipitation pour des températures inférieures à 330°C. Ce qui correspond tout à fait au domaine dans lequel sont comprises les températures équivalentes définies dans les ZAT, 262°C (5 secondes) dans la ZAT2 (pic) et 310°C (simulation) dans la ZAT3 (chute).

En conclusion, bien que la déformation introduite durant le soudage, dans la ZAT2 pic et la ZAT3 chute, soit faible elle n'est pas négligeable car les dislocations ainsi produites accélèrent la cinétique de précipitation. Ce phénomène explique le décalage observé entre les résultats obtenus en bain de sel par simple recuit et les microstructures observées dans les ZAT.

B-3 Essais dynamiques

Les premiers essais précédemment menés étaient statiques, c'est à dire que le matériau est déformé à froid puis recuit, tandis que durant le soudage la déformation a lieu à chaud et donc les mécanismes sont dynamiques. Afin de déterminer l'influence du caractère simultané de la déformation et de la précipitation, par rapport à l'étude séquentielle plus simple menée précédemment, nous avons effectué des essais de compression à chaud.

B-3-1 Compression à chaud sur machine Gleeble

Le cycle se compose d'une montée rapide en température à 100°C/s, d'un palier de maintien de 10s durant lequel l'échantillon subit une déformation par compression, puis le matériau est refroidi rapidement à 50°C/s.

B-3-1-1 Effet de la déformation

La *Figure.IV.23* nous montre les thermogrammes DSC d'échantillons déformés à différents taux par compression à 250°C. Le premier pic endothermique est dû à la dissolution des zones GPB. La précipitation de S'(S) provoque un pic exothermique aux alentours de 300°C. Enfin, le second pic endothermique est lié à la dissolution de ces précipités. Selon le taux de déformation introduit et la température de maintien isotherme, l'échantillon ainsi déformé peut également présenter un pic exothermique aux alentours de 200°C sur son thermogramme DSC. Ce pic peut être provoqué par une restauration ou une recristallisation des dislocations. Il est visible sur la *Figure.IV.23* dans le cas de l'échantillon déformé à 50%.

En couplant les mesures de DSC et une calibration en SAXS, nous pouvons remonter à une fraction volumique de précipités S'(S) (paragraphe B-3-1-3 du chapitre III). L'évolution de cette fraction a été tracée en fonction du taux de déformation et de la température de maintien sur la *Figure.IV.24* (la barre d'erreur est de $\pm 0,05\%$).

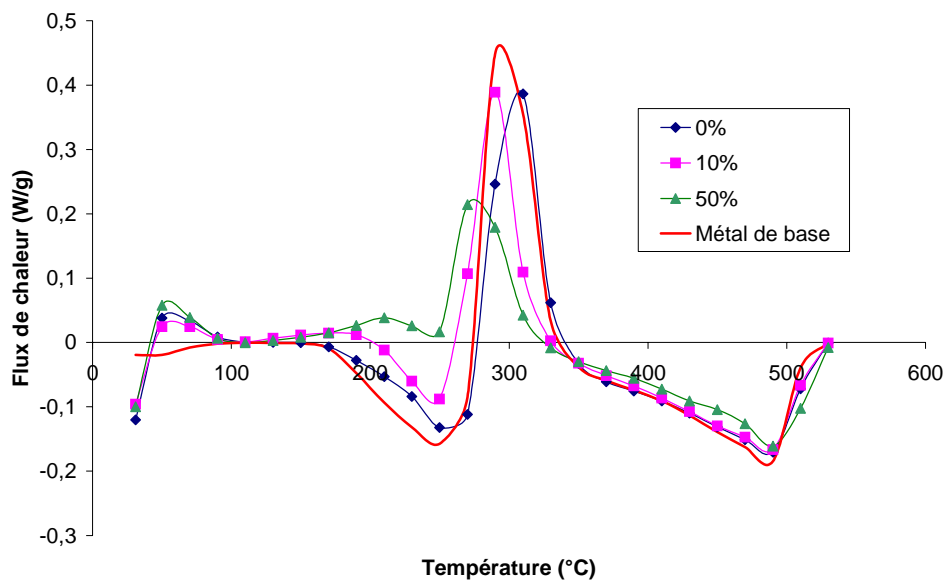


Fig.IV.23 Thermogrammes DSC d'échantillons déformés à 250°C à différents taux. Le métal de base 2024 T351 est mis en référence

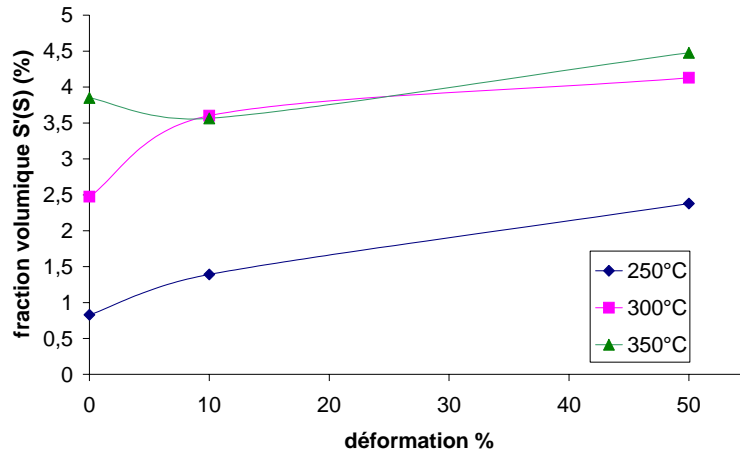


Fig.IV.24 Evolution de la fraction volumique de précipités en fonction du taux de déformation et de la température de maintien

Entre 250°C et 300°C, la fraction volumique de précipités augmente avec la température et la déformation. Par contre, entre 300°C et 350°C, la température a peu d'influence sur la précipitation dynamique.

En complément, une étude MET a permis de suivre l'évolution de la taille des précipités selon le traitement subi (Fig.IV.25). Les précipités épaississent avec l'augmentation de la déformation mais parallèlement leur longueur diminue. En effet, lors de la déformation à chaud les précipités sont continuellement cisailés par les dislocations, par conséquent ils ne peuvent croître essentiellement que par épaississement. La Figure.IV.26 montre l'évolution de la microstructure obtenue après un traitement thermo-mécanique à 300°C pour différents taux de déformation.

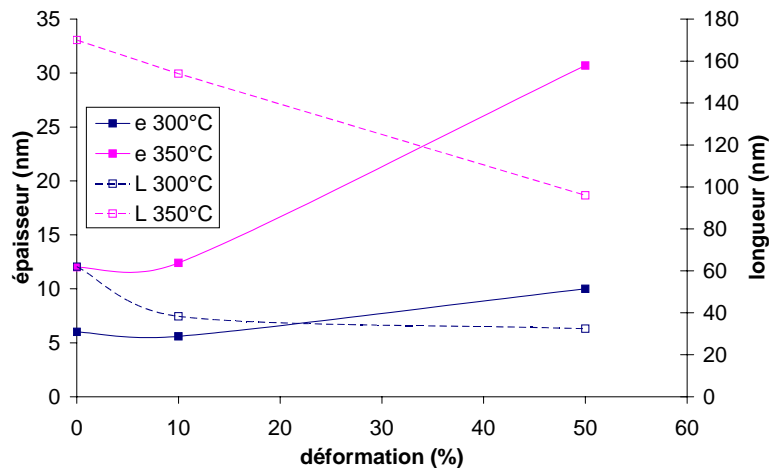
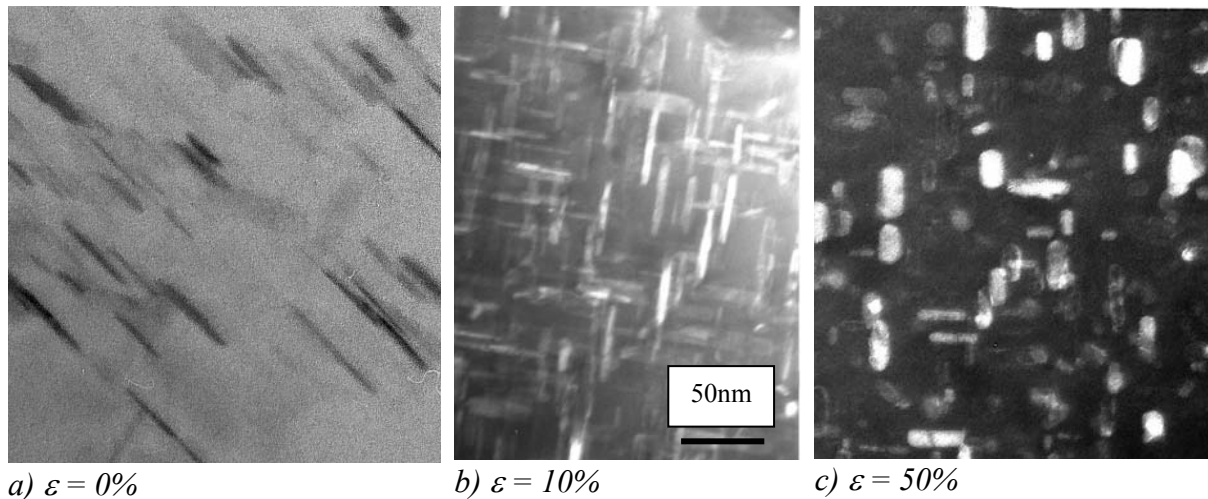


Fig.IV.25 Evolution de l'épaisseur et de la longueur des précipités en fonction du taux de déformation et de la température de maintien



*Fig.IV.26 Images MET de précipités S'(S) sur des échantillons traités à 300°C
a) Champ clair b) et c) Champ sombre centré sur la position $(011)_\alpha$ en axe de zone $[001]_\alpha$
Les trois images ont été mises à la même échelle afin de pouvoir les comparer*

Remarque :

A 250°C et pour les différents taux de déformation, aucun précipité n'a été observés en MET. Cependant, les courbes de DSC (Fig.IV.23) nous indiquent la présence de précipités S'(S), ainsi que les clichés de diffractions en axe de zone (Fig.IV.27) qui présentent des taches de sous structures formant une croix en position $(011)_\alpha$. Il est donc possible que les précipités soient trop fins pour être observés étant donné le contraste parasite dû aux dislocations.

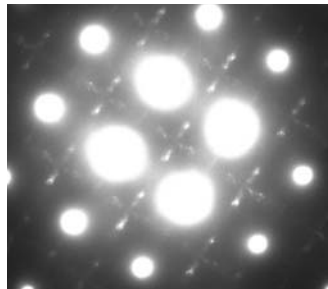


Fig.IV.27 Diffraction en axe de zone $[001]_\alpha$: échantillon déformé de 10% à 250°C

B-3-1-2 Comparaison avec l'état de précipitation des soudures

En comparant l'état de précipitation entre les essais de compression à chaud et certaines zones du joint soudé, nous avons tenté d'estimer les conditions de déformation et de température.

L'épaisseur des précipités de la ZAT2 (pic) est comparable à celle de l'essai de compression à chaud 10% à 300°C (Fig.IV.28 et 29). De même, la précipitation de la ZATM ressemble fort à celle observée dans l'échantillon comprimé de 50% à 350°C (Fig.IV.30 et 31). Néanmoins, la longueur des précipités est plus petite lors des essais de compression à chaud que dans les zones du joint soudé.

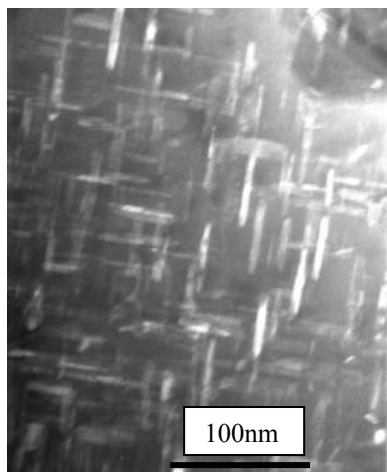


Fig.IV.28 Echantillon déformé de 10% à 300°C

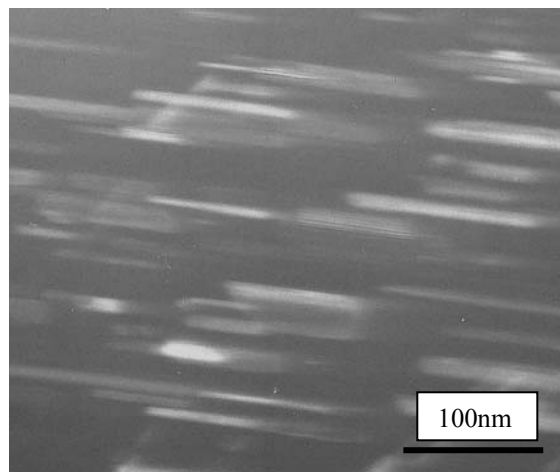


Fig.IV.29 ZAT2 (pic) d'un joint soudé 2024 T351

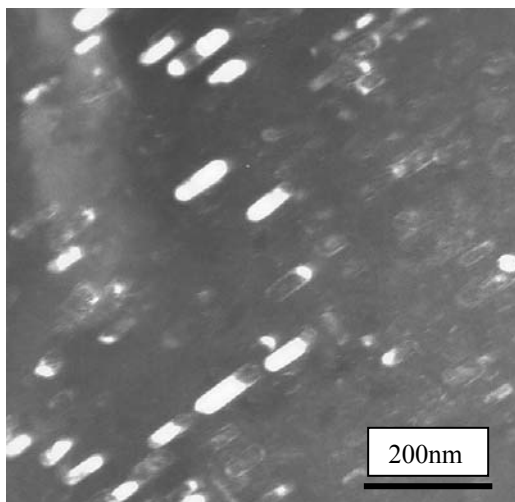


Fig.IV.30 Echantillon déformé de 50% à 350°C

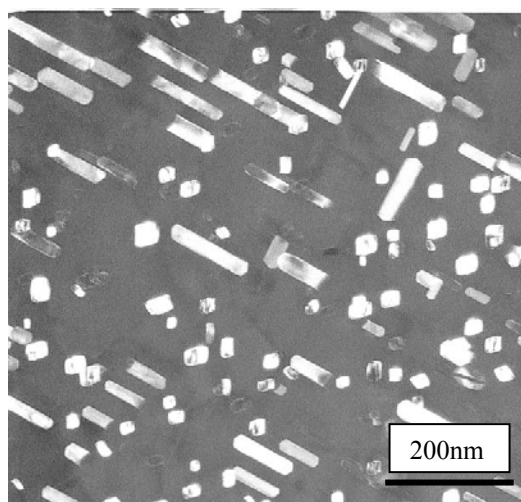


Fig.IV.31 ZATM d'un joint soudé 2024 T351

Images MET en champ sombre sur la position $(011)_\alpha$ en axe de zone $[001]_\alpha$. Précipités $S'(S)$ dans divers échantillons

Il faut noter que lors des essais de compression à chaud, la déformation se passe uniquement durant le maintien en température, contrairement au procédé de soudage où la déformation est suivie d'une histoire thermique non négligeable (Fig.IV.32). Ceci peut expliquer que les précipités aient plus de facilité à s'allonger dans les soudures que lors de nos essais en compression.



Fig.IV.32 Schématisation des cycles thermo-mécaniques en machine gleeble et durant le soudage

B-3-2 Compression à froid

Afin de comparer plus efficacement les cinétiques de précipitation entre les essais statiques et dynamiques, nous avons effectué quelques essais de compression à froid. Les échantillons sont déformés, du même taux que celui utilisé en compression à chaud, puis recuits en bain de sel. Par la suite, nous avons quantifié la fraction volumique de précipités S'(S) formés à l'aide de mesure de DSC. Le graphique de la *Figure.IV.33* permet de comparer les essais de compression à chaud (dynamiques) aux essais de compression à froid (statiques).

Que les essais soient statiques ou dynamiques, la fraction volumique de précipités augmente avec la déformation. Les essais statiques montrent une forte croissance du taux de précipités pour des déformations inférieures à 10%, puis la fraction stagne. Les essais dynamiques présentent une augmentation de la fraction volumique plus lente mais qui finit par être supérieure à celle des essais statiques. Globalement, l'aspect dynamique du couplage entre la déformation et la précipitation est plutôt du deuxième ordre par rapport aux paramètres température et taux de déformation.

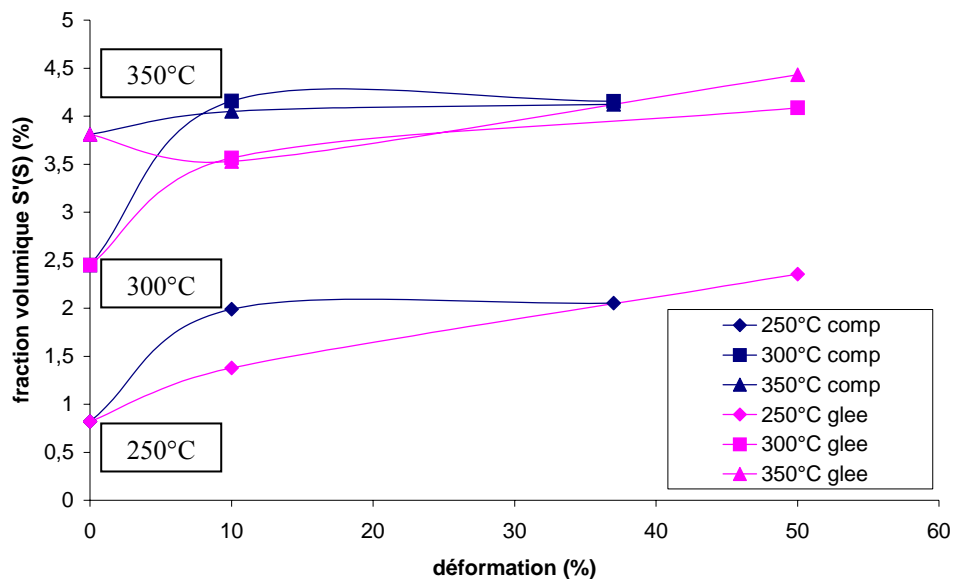


Fig.IV.33 Comparaison des fractions volumiques de précipités S'(S) entre les essais de compression en dynamique (glee) et en statique (comp)

B-3-3 Bilan

Dans un premier temps, nous avons vu que seule la ZAT1 (creux) correspondait à un simple état de recuit. Au contraire, les ZAT2 (pic) et 3 (chute) se composent d'un stade plus avancé de précipitation par rapport aux prédictions des expériences de recuit en bain de sel sans déformation préalable. De plus, dans ces zones, on note la présence de dislocations et c'est pourquoi nous avons cherché à connaître l'influence des dislocations sur la cinétique de précipitation. Pour cela des essais statiques et dynamiques ont été menés.

Dans les deux cas, plus la température et la déformation sont importantes, plus la précipitation est favorisée. D'autres auteurs, Chawla et co-auteurs, Bardi et co-auteurs, Ferragut et Somoza [*Chawla 1991*] [*Bardi 2002*] [*Ferragut 1999*], ont montré que l'augmentation de la densité de dislocations accélèrait la cinétique de précipitation de la phase S. Cependant, nous avons trouvé que pour des déformations inférieures à 10%, la précipitation est toujours plus avancée pour les essais statiques par rapport aux essais dynamiques. Dans le cas du matériau déformé puis recuit, la densité de dislocations est très importante dès le début du recuit, ce qui accélère et favorise la précipitation hétérogène. Par contre, pour les essais dynamiques, la densité de dislocations est initialement moindre car la restauration a lieu en même temps que la déformation.

D'autre part, pour une épaisseur donnée, les précipités des essais dynamiques sont bien plus courts que ceux observés dans des zones du joint soudé. Par exemple on peut observer cette différence entre la ZAT2 (pic) et l'essai 10% à 300°C et entre la ZATM et l'essai 50% à 350°C. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que la déformation à chaud entraîne un cisaillement continu des précipités, ce qui les empêche de s'allonger. Par contre, lors du soudage il est fort probable qu'après le passage du pion, la température reste assez haute pour permettre une croissance longitudinale des précipités.

En conclusion, à partir d'expériences thermiques et thermo-mécaniques simples, en statique ou en dynamique, les microstructures sont très bien reproduites et l'effet de la présence des dislocations sur la cinétique de précipitation mieux cerné. Ainsi, pour comprendre la microstructure issue du soudage de l'alliage 2024, il apparaît indispensable de tenir compte de la présence de dislocations et de son influence sur les cinétiques de précipitation. Par contre, le caractère dynamique de cette précipitation peut être dans une large mesure négligé.

C Cinétique de recristallisation dans les alliages déformés : effet de la précipitation dans l'alliage 2024

Nous avons vu dans le chapitre III, que la microstructure de la ZATM était très différente entre les deux alliages que nous avons étudiés. Tandis que l'alliage 5251 perd sa structure granulaire initiale, l'alliage 2024 ne recristallise que très partiellement. Par contre, il n'y a pas de différence importante entre la structure de deux états d'un même alliage, 5251 O et H14 d'une part et 2024 T351 et T6 d'autre part. Dans cette partie nous mettrons en évidence l'effet de la précipitation S'(S) sur la cinétique de recristallisation.

C-1 Comparaison des cinétiques de recristallisation entre l'alliage 5251 O et l'alliage 2024 T351

Des échantillons de métal de base, des alliages 2024 T351 et 5251 O, ont été laminés à froid d'environ 215%, puis recuits à différentes températures. La *Figure.IV.34* retrace l'évolution de la dureté en fonction du temps de recuit, aux différentes températures et pour les deux alliages.

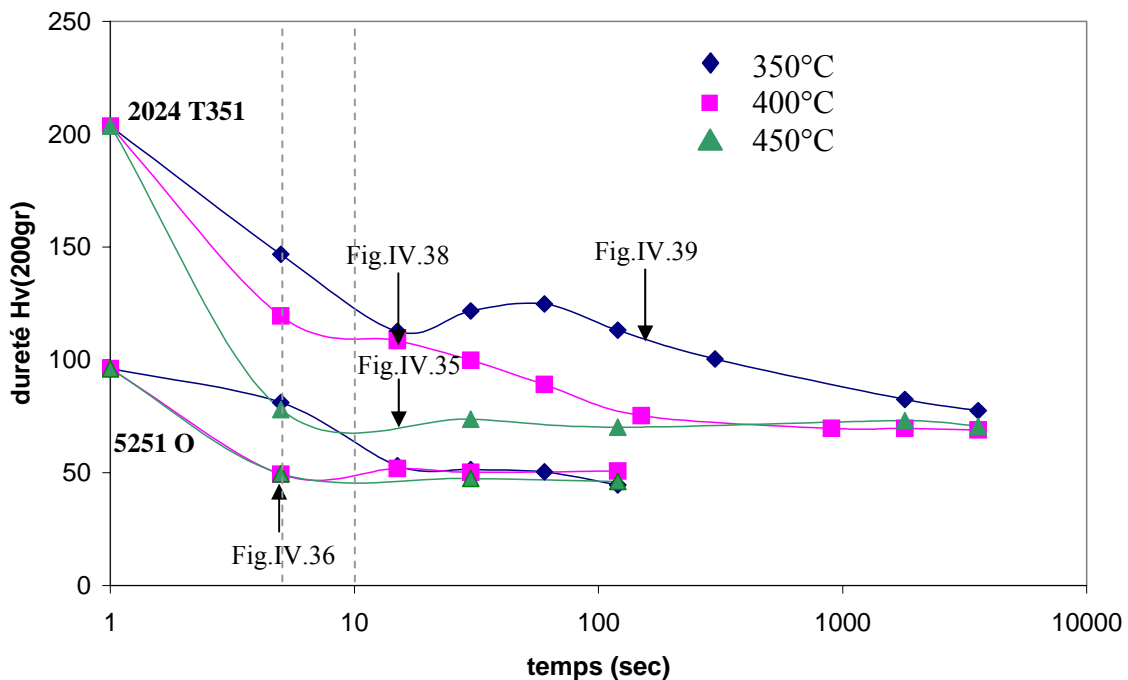
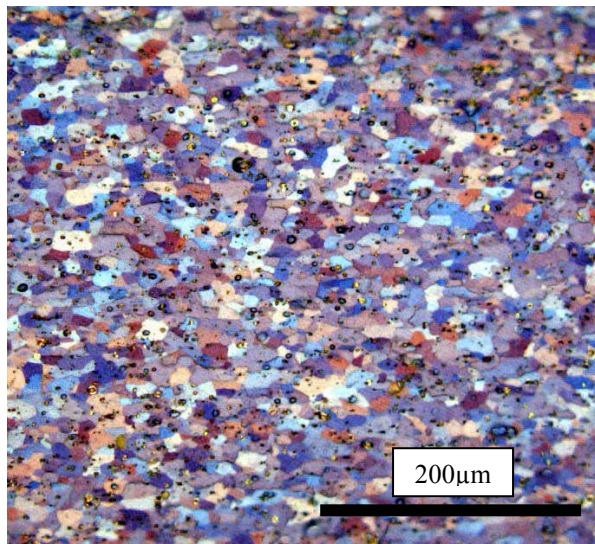


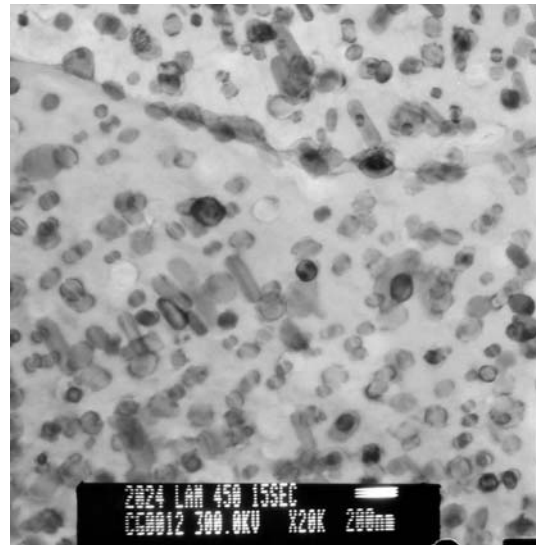
Fig.IV.34 Evolution de la dureté en fonction du temps de recuit pour l'alliage 2024 T351 laminé et 5251 O laminé (215%)

Plusieurs observations en microscopie optique et en microscopie électronique en transmission ont été effectuées afin de comprendre l'évolution de la microstructure durant les recuits.

A 450°C, les deux alliages recristallisent totalement en moins de 5 secondes (*Fig.IV.35a*) et l'alliage 2024 T351 présente une précipitation très abondante mais grossière (*Fig.IV.35b*).



a) Grains recristallisés. Microscopie optique après attaque anodique



b) Précipités S'(S). Image MET en champ clair

Fig.IV.35 Echantillon d'alliage 2024 T351 laminé à 215% puis recuit 15sec à 450°C

A 400°C, une différence significative de comportement est observable entre les deux alliages. Tandis qu'au bout de 5 secondes, l'alliage 5251 présente une structure granulaire comparable à celle du noyau soudé (Fig.IV.36 et 37).

Après 15 secondes de recuit, la structure granulaire de l'échantillon de l'alliage 2024 montre un état bien restauré, cependant, il reste encore des zones écrouies. La répartition granulaire est bimodale, c'est-à-dire que certains grains ont un diamètre de quelques microns et d'autres sont beaucoup plus petits (300nm de diamètre) (Fig.IV.38). D'autre part la précipitation est similaire à celle observée dans la ZATM, c'est-à-dire des précipités assez grossiers. En prolongeant le recuit, la restauration se poursuit et les grains et les précipités croissent. Néanmoins, la répartition bimodale des grains est conservée et la structure est entièrement recristallisée pour un temps de recuit d'environ 1 à 2 minutes.

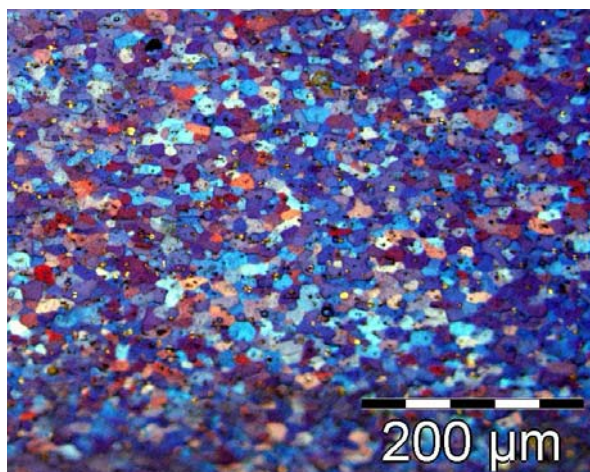


Fig.IV.36 Echantillon d'alliage 5251 O laminé puis recuit 5s à 400°C

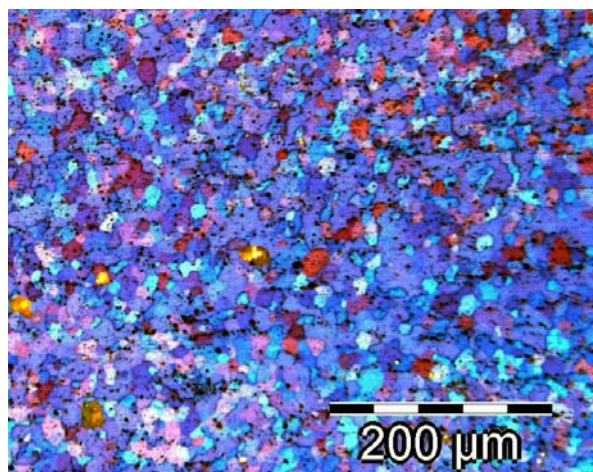
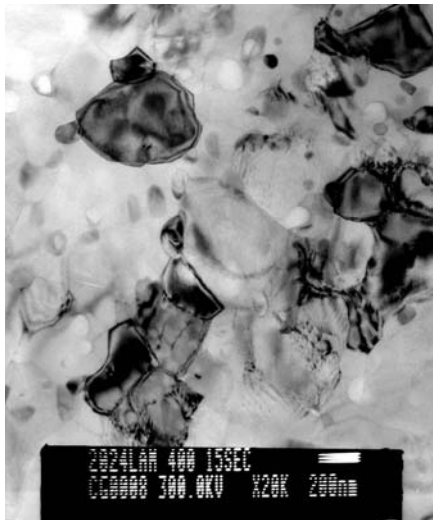
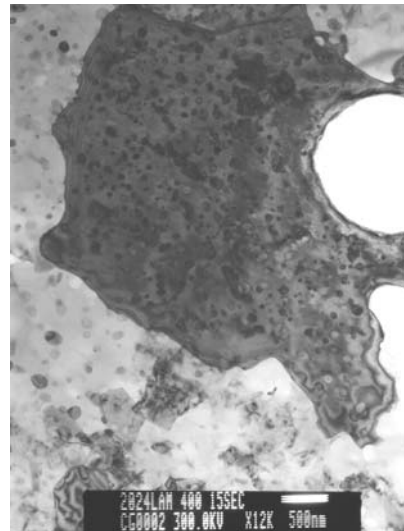


Fig.IV.37 Noyau soudé du joint 5251 O

Microscopie optique après attaque anodique



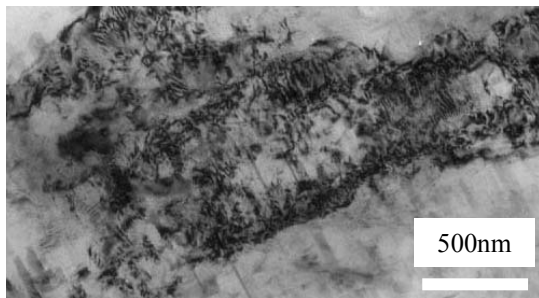
a) Petits grains restaurés



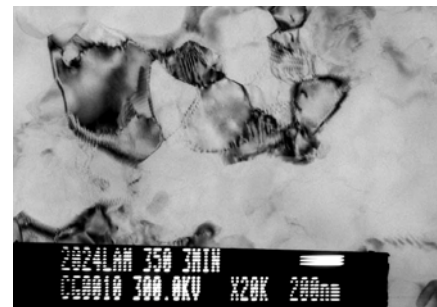
b) Gros grain

Fig.IV.38 Echantillon de 2024 T351 laminé puis recuit 15sec à 400°C. Images MET en champ clair

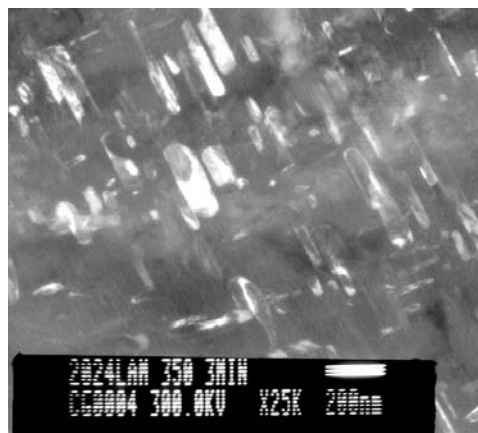
A 350°C, la différence de cinétique de recristallisation entre l'alliage 5251 et l'alliage 2024 est encore plus marquée. Si l'alliage 5251 recristallise encore très rapidement, en moins de 15 secondes, il faut environ 30 minutes pour l'alliage 2024. On peut voir sur la Figure.IV.39 qu'après 3 minutes, l'alliage 2024 n'est que partiellement restauré et que l'état de précipitation est comparable à celui de la ZATM.



a) Sous grains non restaurés. MET en weak beam



b) Petits grains restaurés. MET en champ clair



c) Précipités S'(S). MET en champ sombre centré sur la position $(121)_\alpha$ en axe de zone $[012]_\alpha$

Fig.IV.39 Echantillon de 2024 T351 laminé puis recuit 3min à 350°C

En conclusion, pour des températures inférieures à 400°C l'alliage 2024 recrystallise de moins en moins rapidement que l'alliage 5251. La différence de cinétique de recrystallisation entre les deux alliages est marquée par la présence d'un maximum de dureté à 350°C et d'un petit plateau à 400°C pour l'alliage 2024. Cette remontée de dureté est due à la précipitation fine et durcissante de la phase S.

C-2 Application à la ZATM

Ces résultats vont nous permettre d'évaluer la température atteinte dans la ZATM. En effet, nous savons que cette zone est le site d'une déformation importante avec une recrystallisation partielle et une précipitation grossière et hétérogène. D'après les expériences modèles, pour un temps de recuit de 5 à 10 secondes, la recrystallisation débute aux alentours de 400°C (*Fig.IV.34*). De plus, pour un même temps de recuit le diagramme TTT de la *Figure.IV.40* nous indique que la précipitation hétérogène de S' se situe aux alentours de 350°C. En conclusion, le cycle thermique ayant lieu dans la ZATM peut être assimilé à un recuit isotherme de 10 secondes entre 350 et 400°C.

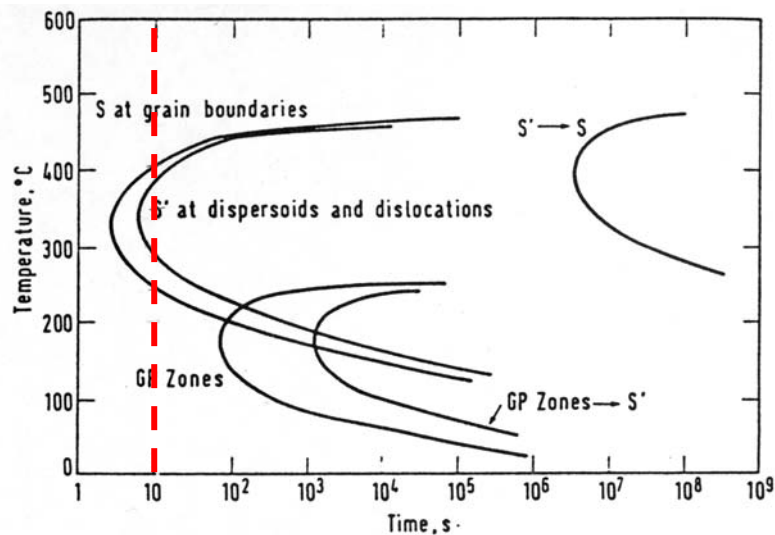


Fig.IV.40 Diagramme TTT de la précipitation de la phase S [Staley 1987]

D'après le modèle mis au point à l'ONERA et déjà présenté dans les paragraphes précédents, le recuit isotherme équivalent serait de 10s à 280°C ou 5s à 345°C (*Fig.IV.41*). Ces températures simulées semblent un peu trop basses par rapport aux microstructures qui se forment. Cependant, aucun enregistrement par thermocouple n'a permis de calibrer plus efficacement les cycles thermiques à ces distances.

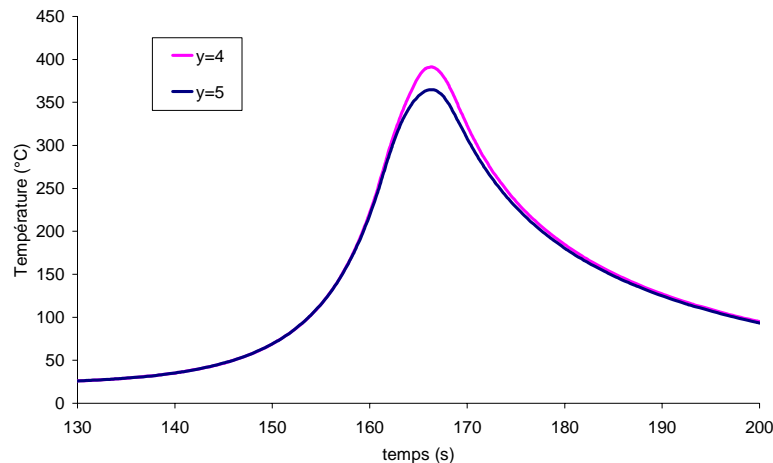


Fig.IV.41 Cycles thermiques simulés à 4 et 5 mm du centre de la soudure

C-3 Bilan

Dans la gamme de températures atteintes dans la ZATM, nous avons pu voir l'effet de la précipitation sur la cinétique de recristallisation.

Pour des températures supérieures à 400°C, la cinétique de recristallisation est aussi rapide pour les deux alliages. Par conséquent, la précipitation n'a pas d'influence car elle est trop grossière, l'ancrage des joints de grains est inexistant et leur croissance rapide.

Par contre, pour des températures inférieures à 400°C, la restauration est plus lente et la précipitation moins grossière. Par conséquent, les deux phénomènes, restauration et précipitation, sont en compétition. De plus, nous avons vu dans la partie précédente que la précipitation de la phase S est accélérée par la présence de dislocations. En conclusion, la déformation à froid introduit de nombreuses dislocations qui favorisent la formation hétérogène et durcissante de précipités S'(S). A leur tour, les précipités ancrent les dislocations qui ne peuvent plus glisser sous l'effet des contraintes internes et par conséquent, la restauration et la recristallisation sont bloquées. Au fur et à mesure du recuit, les précipités vont grossir et devenir moins efficaces. Les dislocations vont donc pouvoir de nouveau bouger et la restauration - recristallisation sera activée. A 400°C la cinétique de restauration est plus rapide qu'à 350°C, par conséquent, une partie des dislocations a le temps de se réarranger avant d'être ancrée par les précipités.

A 350°C, les mêmes phénomènes ont lieu, cependant comme nous sommes à moins haute température la restauration est moins rapide qu'à 400°C. Ce processus favorise la précipitation hétérogène mais fine et provoque donc une bosse de dureté et un ancrage des joints de grains plus efficace.

En conclusion, la microstructure dépend de la cinétique de création et d'annihilation des dislocations ainsi que de la cinétique de germination et de croissance des précipités. Il y a donc une réelle compétition entre la recristallisation et la précipitation. Le fait que la précipitation puisse influencer la recristallisation explique pourquoi la ZATM du joint 2024 n'est que très partiellement recristallisée tandis que dans la ZATM du joint 5251 la structure est très différente de celle du métal de base.

D Conclusion

Nous avons pu déterminer les processus mis en jeu durant le soudage dans l'alliage 5251 H14 (Fig.IV.42). La ZAT se décompose en trois zones ; proche du métal de base, l'augmentation de la température entraîne une restauration de la structure de dislocations (ZAT 1). Puis, au fur et à mesure que l'on se rapproche du centre de la soudure, la température augmente activant une recristallisation statique (ZAT 2) qui devient totale dans la ZAT 3 avec une structure granulaire équiaxe. Dans la ZATM 1, la recristallisation est dynamique. Par contre à la limite ZATM/Noyau, la déformation par torsion à chaud provoque une recristallisation dynamique géométrique (ZATM 2). Ce phénomène de recristallisation dynamique est à l'origine de la structure granulaire équiaxe du noyau.

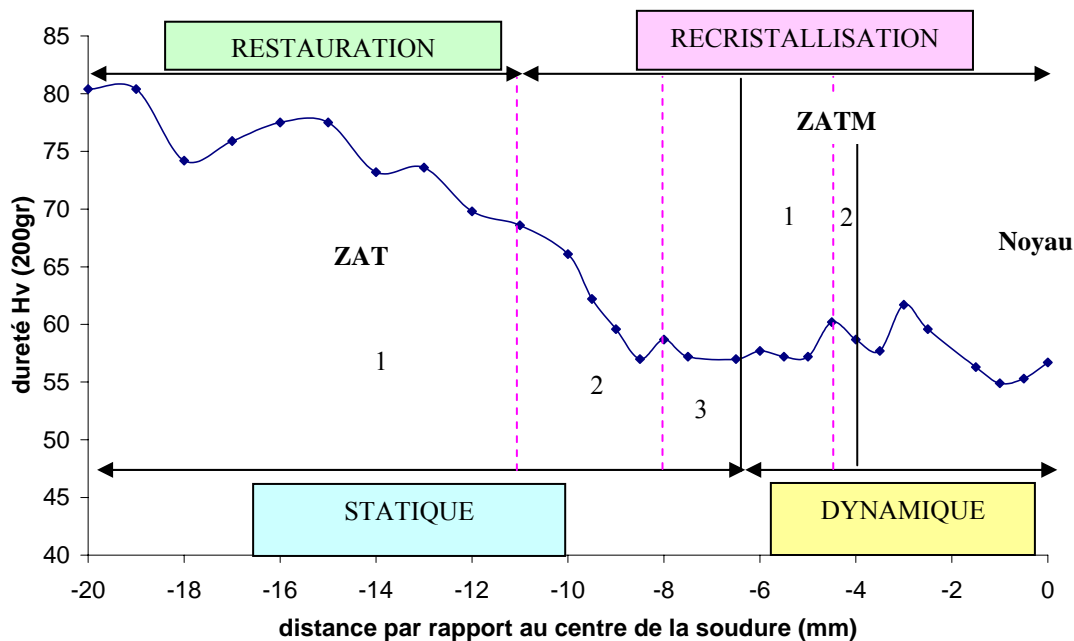


Fig.IV.42 Cartographie des processus se produisant dans le joint 5251 H14 (AS)

Pour l'alliage 2024 T351 les mécanismes mis en jeu sont plus compliqués car il y a de nombreuses interactions (Fig.IV.43). La ZAT1 (creux) subit uniquement une augmentation de la température, entraînant un début de réversion des zones GPB. D'autre part, la ZAT2 (pic) et la ZAT3 (chute) sont le site d'une faible déformation comparée à celle de la zone fortement déformée (ZATM et noyau). Néanmoins, les dislocations ainsi introduites favorisent la précipitation hétérogène qui devient de plus en plus grossière au fur et à mesure que l'on s'approche de la ZATM. Dans ces zones, la déformation et la température sont faibles, par conséquent, la cinétique de restauration est lente ce qui favorise d'autant plus la précipitation hétérogène.

La ZATM connaît d'importantes interactions entre la déformation, la restauration, la précipitation et la recristallisation. La déformation a tendance à accélérer la précipitation hétérogène qui bloque le mouvement des dislocations et donc la restauration - recristallisation. Cependant, pour de hautes températures, c'est la restauration qui est favorisée par conséquent, le nombre de dislocations diminue ce qui défavorise la précipitation hétérogène. De plus l'augmentation de la température entraîne un grossissement des précipités qui freinent de moins en moins bien le mouvement des dislocations et donc les phénomènes de restauration – recristallisation qui peuvent de nouveau avoir lieu. Ces différentes

interactions permettent d'expliquer qualitativement la différence de microstructure entre la ZATM très partiellement recristallisée du joint 2024 et la perte de la structure initiale de la ZATM du joint 5251.

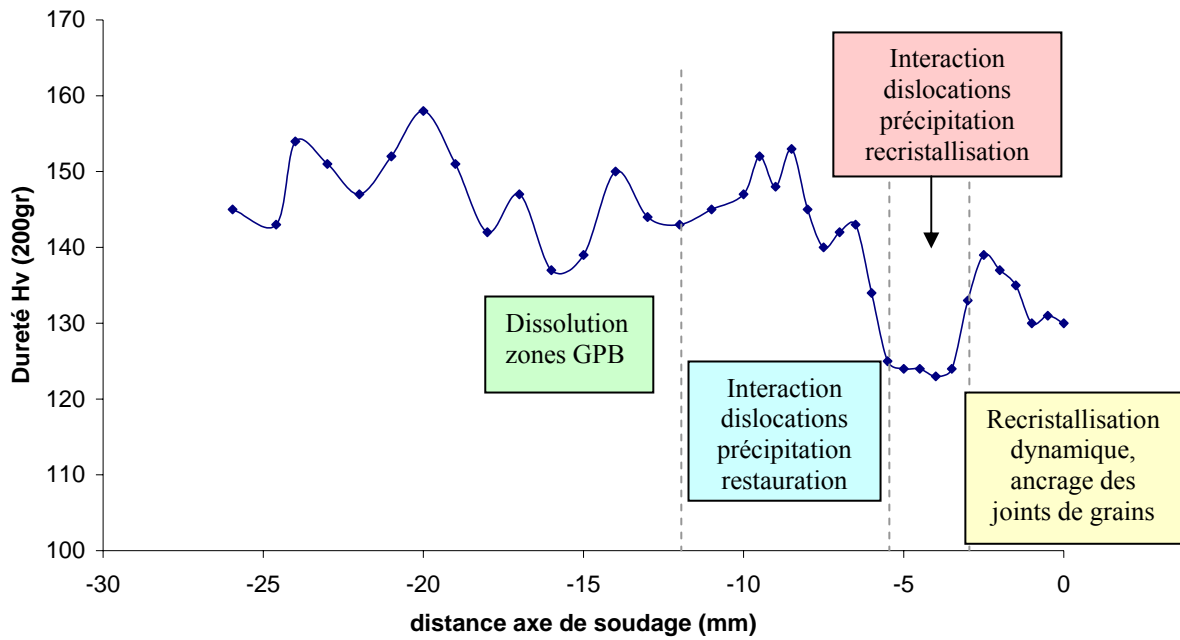


Fig.IV.43 Cartographie des interactions dans le joint 2024 T351 (AS)

CHAPITRE V

PROPRIETES MECANQUES DES JOINTS SOUDES ET MODELISATION

La soudure se compose de plusieurs zones ayant chacune une microstructure propre et donc des propriétés mécaniques différentes. Nous avons déterminé les propriétés locales par des essais de traction sur micro-éprouvettes et par corrélation d'images. Ces résultats nous ont permis, par la suite, de simuler le comportement global en traction d'un joint soudé par le biais d'un code d'éléments finis en 3 Dimensions, CASTEM.

A Propriétés locales

Afin de pouvoir simuler le comportement global du joint soudé, les propriétés locales de chaque zone ont été déterminées à l'aide de deux techniques, la traction sur micro-éprouvettes et la corrélation d'images. Pour la traction des micro-éprouvettes, des échantillons ont été prélevés sur l'ensemble du joint soudé, parallèlement à la direction de soudage. Dans le cas du joint 5251 O ce sont des mini-éprouvettes avec une épaisseur de 2mm au lieu de 0,8mm pour les autres joints. Les dimensions des éprouvettes et les conditions d'essai sont récapitulées dans le paragraphe B-4-3-2 du chapitre II.

A-1 Alliage 5251 O

A-1-1 Traction mini-éprouvettes

Le comportement en traction des différentes zones composant la soudure 5251 O est assez similaire (*Fig.V.1*).

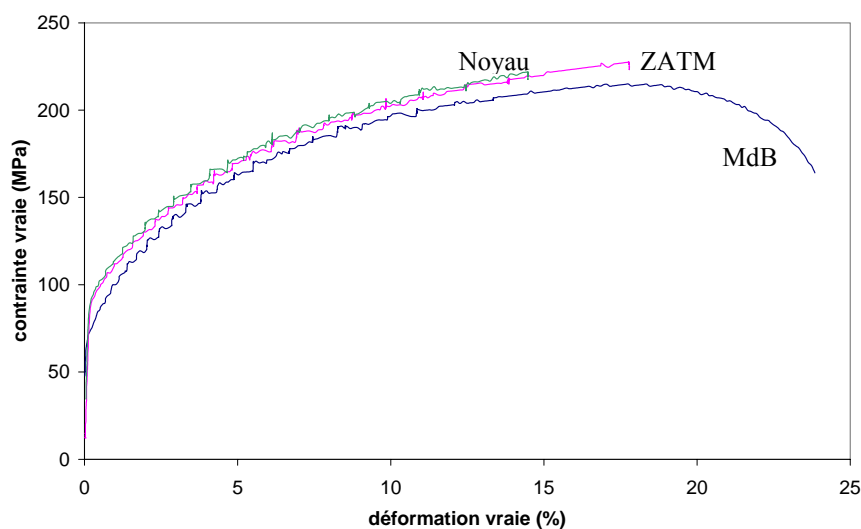


Fig.V.1 Courbes de traction des mini-éprouvettes prélevées dans un joint soudé 5251 O

La résistance mécanique et la limite d'élasticité augmentent légèrement au centre du joint soudé du fait de l'introduction de dislocations lors de la déformation à chaud et de la diminution de la taille de grains par recristallisation (Fig.V.2). D'autre part, l'allongement diminue de façon significative dans le noyau et les ZATM.

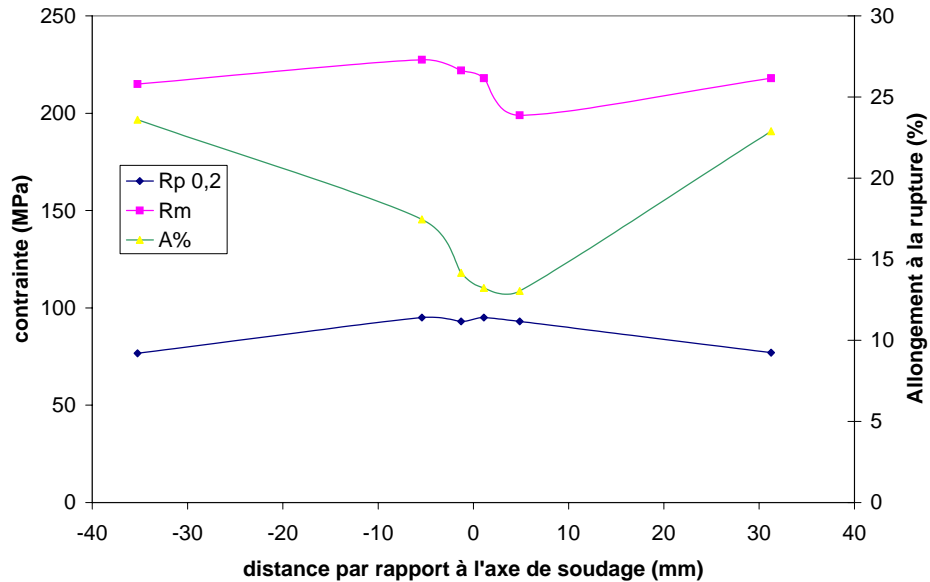


Fig.V.2 Evolution des propriétés mécaniques à travers le joint soudé

A-1-2 Corrélation d'images

Une cartographie du champ de déformation a été reconstruite sur la Figure.V.3. La déformation est minimale au centre de l'éprouvette, c'est-à-dire dans le noyau soudé. Cette zone est durcie par l'introduction de dislocations ainsi que par la diminution de la taille de grain suite à la recristallisation. Le métal de base possède la dureté minimale car il n'y a pas de dislocations comme dans la zone déformée et la taille de grain est bien plus grande que dans le noyau. Petit à petit, la déformation se localise à la limite métal de base – zone déformée.

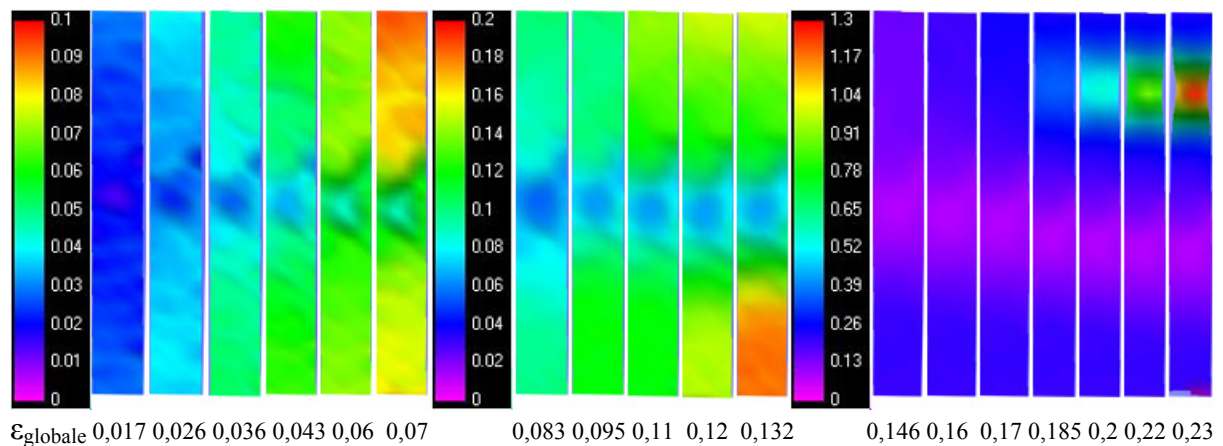


Fig.V.3 Evolution du champ de déformation à travers un joint soudé 5251 O durant un essai de traction. La longueur utile est de 55mm

A-1-3 Comparaison

Durant l'essai de traction deux paramètres ont été enregistrés, d'une part la force globale appliquée à l'éprouvette (*Fig.V.4*) et d'autre part l'évolution de la déformation moyenne pour chacune des zones, par le biais de la corrélation d'images (*Fig.V.5*). Pour obtenir cette dernière courbe, nous avons repéré l'emplacement des différentes zones, noyau ZATM et métal de base, sur l'image de l'éprouvette. La taille de chacune de ces zones a été déterminée grâce aux courbes de dureté et aux observations en microscopie optique de la structure granulaire (voir Chapitre III). A partir de ce découpage, nous avons effectué la moyenne de la déformation, en fonction du temps, pour chacune des zones. En couplant l'évolution de la force et celle de la déformation moyenne locale, nous pouvons remonter aux courbes locales contrainte en fonction de la déformation dans chacune des zones (*Fig.V.6*).

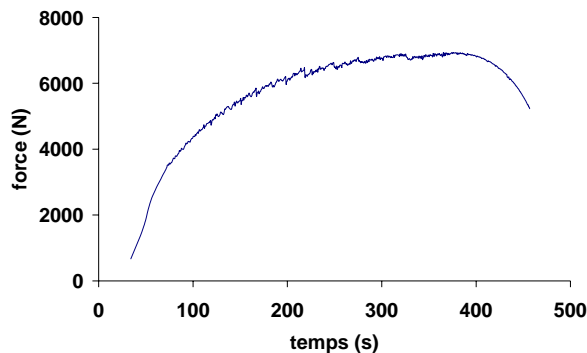


Fig.V.4 Force globale en fonction du temps

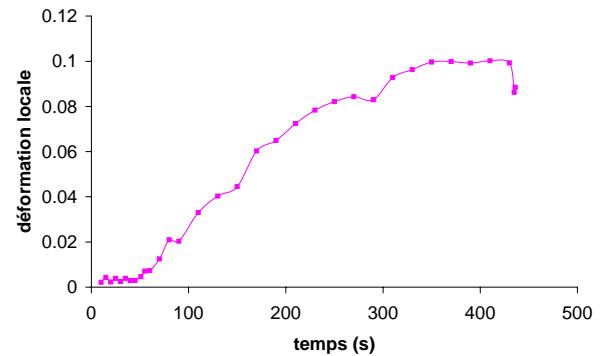


Fig.V.5 Déformation moyenne locale dans le noyau en fonction du temps

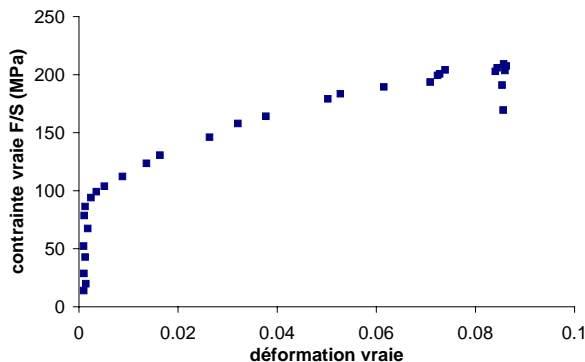


Fig.V.6 Contrainte en fonction de la déformation dans le noyau

Les graphiques des *Figure.V.7* montrent une bonne corrélation entre les données obtenues par traction de micro-éprouvettes et celles calculées par corrélation d'images. L'allongement à la rupture semble plus faible sur les courbes obtenues à partir de la corrélation d'images. En réalité, à partir du moment où la déformation se localise dans la zone faible, la déformation dans les autres zones n'évolue plus.

Dans l'advancing side, la ZATM se compose de deux parties dont l'une, près du noyau, possède une structure granulaire particulière à cause d'une recristallisation dynamique géométrique. Cette zone est penchée et très étroite (environ 0,5mm) c'est pourquoi la micro-éprouvette est prélevée de façon oblique.

Au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau, la restauration puis la recristallisation sont de plus en plus avancées. Par conséquent, la limite d'élasticité diminue fortement tandis que l'allongement à la rupture augmente (*Fig. V.9*). La recristallisation qui est fine et totale dans le noyau, permet une augmentation de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité par rapport à la ZATM qui conserve des grains plus gros. On remarque que la contrainte à la rupture de la ZATM est égale à la limite d'élasticité du métal de base. Par conséquent, tandis que la striction va commencer dans la ZATM, le métal de base commencera à peine à plastifier et la ductilité globale de l'assemblage s'en retrouvera réduite.

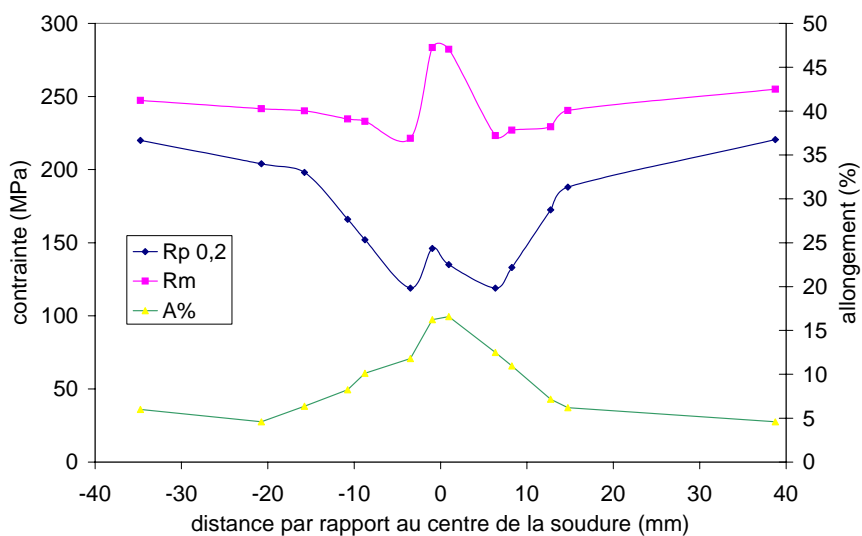


Fig. V.9 Evolution des propriétés mécaniques à travers un joint soudé 5251 H14

A-2-2 Corrélation d'images

La cartographie de la *Figure V.10* retrace l'évolution du champ de déformation à travers la soudure. La déformation a principalement lieu dans la zone déformée au cours du soudage, la ZATM et le noyau, puis elle se localise aux frontières ZAT - ZATM. L'ensemble noyau - ZATM a subi un échauffement important durant le soudage, conduisant à la recristallisation et donc à une chute de dureté. Cependant, on constate que la taille de grain est plus petite dans le noyau, ce qui conduit à une contrainte à la rupture plus importante que dans les ZATM. En conséquence, la striction va s'amorcer dans ces zones.

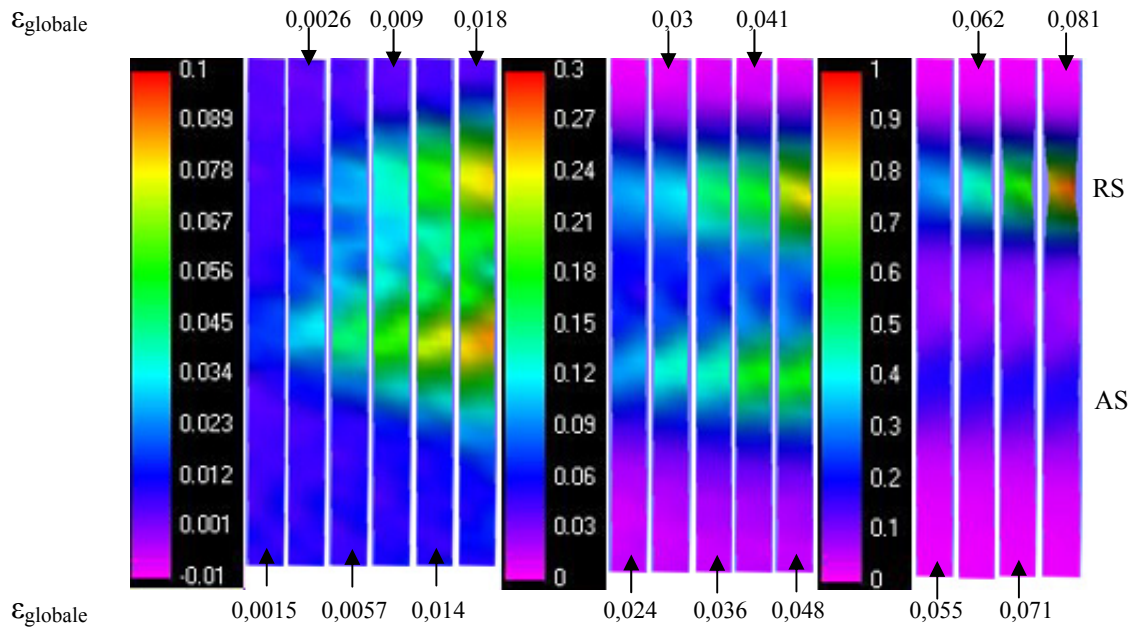


Fig.V.10 Evolution de la déformation durant un essai de traction à travers un joint soudé 5251 H14

A-2-3 Comparaison

De la même manière que pour l'alliage 5251 O, nous avons comparé les courbes de tractions obtenues par les micro-éprouvettes et celles reconstruites à partir de la corrélation d'images (Fig.V.11).

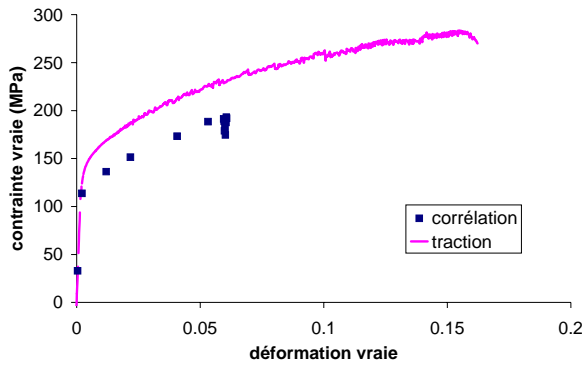


Fig.V.11a Noyau

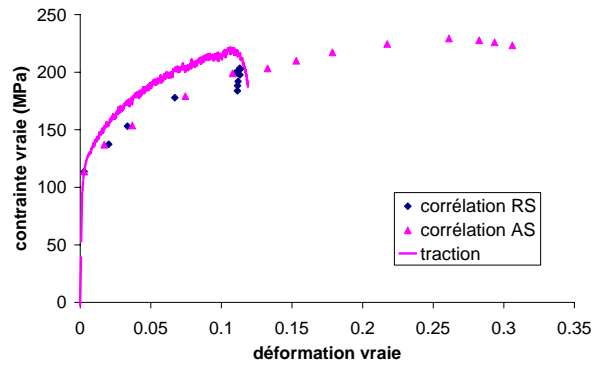


Fig.V.11b ZATM

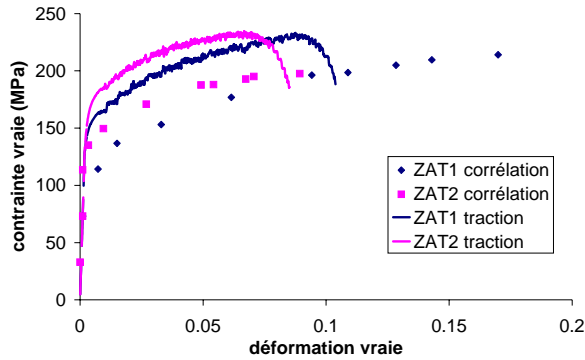


Fig.V.11c ZAT

Fig.V.11 Comparaison des courbes de traction locales obtenues par micro-éprouvettes et par corrélation d'images

On remarque un décalage entre les deux types de courbes. Tout d'abord, pour une même déformation, les mesures de corrélation d'images donnent des contraintes inférieures d'environ 20 à 40MPa par rapport aux essais de traction. De plus, les allongements sont bien plus importants pour les courbes obtenues par corrélation d'images. Les différences observées peuvent venir de la texture du matériau. En effet, l'alliage 5251 H14 a été laminé à froid avant soudage, par conséquent il est texturé et donc les propriétés mécaniques sont différentes selon les directions de sollicitation. La macro-éprouvette utilisée en corrélation d'images a été prélevée perpendiculairement à la direction de laminage et les micro-éprouvettes parallèlement. Afin de tester cette hypothèse, nous avons effectué un essai de traction sur deux macro-éprouvettes de métal de base. L'une a été prélevée parallèlement à la direction de laminage et la seconde perpendiculairement. Les résultats sont présentés sur la *Figure.V.12*. On remarque un décalage de 20MPa entre les deux courbes, cependant le durcissement est plus important dans le sens perpendiculaire à la direction de soudage. Ces résultats vont donc dans le sens contraire de ce que l'on a observé entre la corrélation d'images (perpendiculaire) et les micro-éprouvettes (parallèle).

D'autres effets peuvent être pris en compte comme la petite taille des micro-éprouvettes par rapport aux autres joints soudés. De plus, il se peut que la texture des zones du joint soit différente de celle du métal de base.

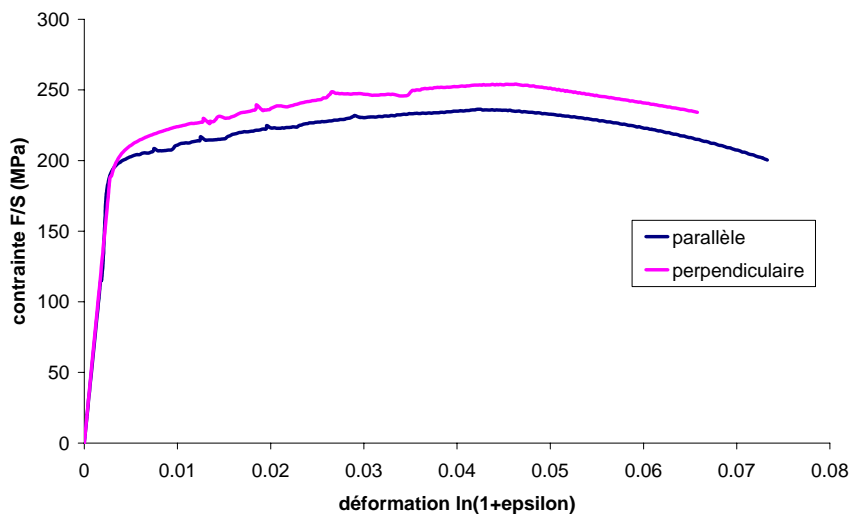


Fig.V.12 Comparaison des courbes de traction d'éprouvettes prélevées parallèlement et perpendiculairement à la direction de laminage

A-3 Alliage 2024 T351

A-3-1 Traction micro-éprouvettes

Le graphique de la *Figure.V.13* nous indique le lieu de prélèvement des micro-éprouvettes. Celles du métal de base ont été prises loin de la zone soudée, à environ 50mm du centre. La limite d'élasticité et la contrainte à la rupture suivent la même évolution que la dureté (*Fig.V.14*). Les zones faibles présentent un minimum au niveau des propriétés mécaniques à cause d'une précipitation grossière. La ZAT1 (creux) est marquée par une baisse de la limite d'élasticité due à la dissolution des zones GPB. Par conséquent, comme la dureté, les propriétés mécaniques dépendent fortement de l'état de précipitation et moins de la structure de dislocations. On remarque que le minimum de contrainte à la rupture (ZATM) est supérieur au maximum de la limite d'élasticité (ZAT2 (pic)), par conséquent toutes les zones vont plastifier lors de l'essai de traction.

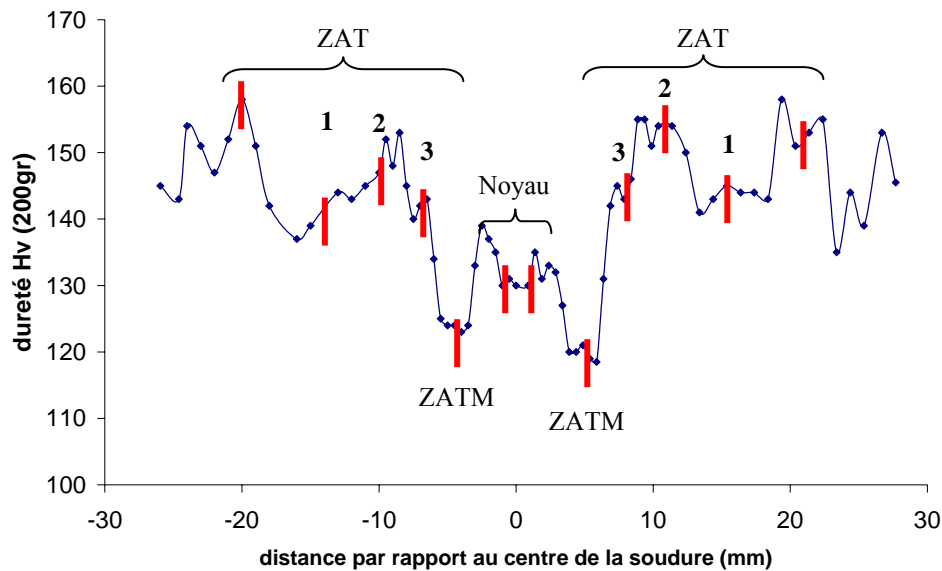


Fig.V.13 Localisation des micro-éprouvettes sur le profil de dureté d'un joint 2024 T351

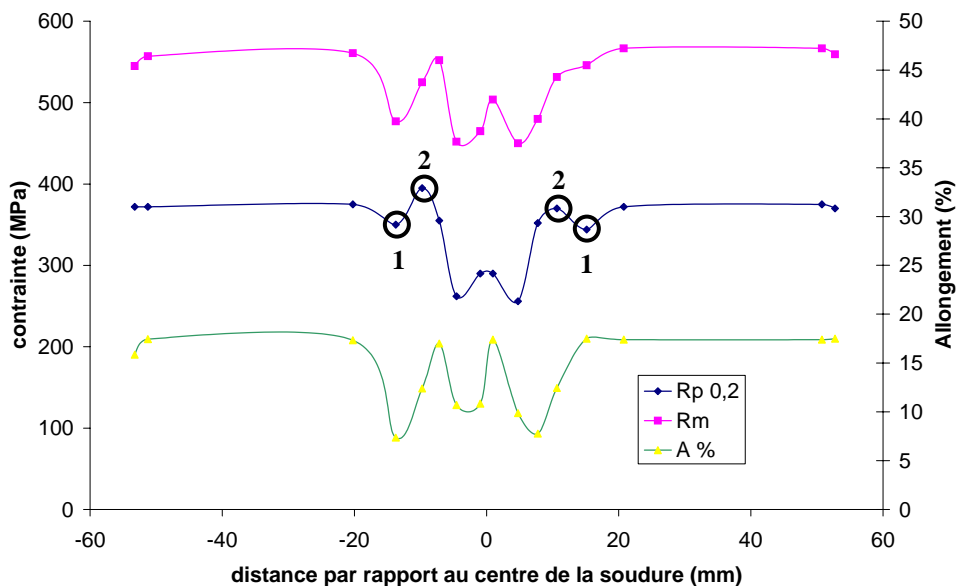


Fig.V.14 Evolution des propriétés mécaniques à travers le joint soudé. 1 : ZAT1 2 : ZAT2

A-3-2 Corrélation d'images

Durant la première moitié de l'essai de traction, la déformation est homogène dans toute la soudure dans la gamme de précision de la corrélation d'images. Par la suite, elle se localise dans la zone fortement déformée au cours du soudage, ZATM et noyau (Fig.V.15). Dans cette zone, la précipitation est grossière voir incohérente ce qui induit un fort adoucissement. La rupture a finalement lieu au niveau de la frontière ZATM-Noyau. En effet, le noyau a d'une part, une structure granulaire plus fine et d'autre part la présence de zones GPB permet une résistance accrue par rapport aux ZATM. En parallèle, à cause d'une redissolution des zones GPB, la ZAT1 (creux) se déforme plus que les zones environnantes, permettant de voir une seconde localisation de la déformation.

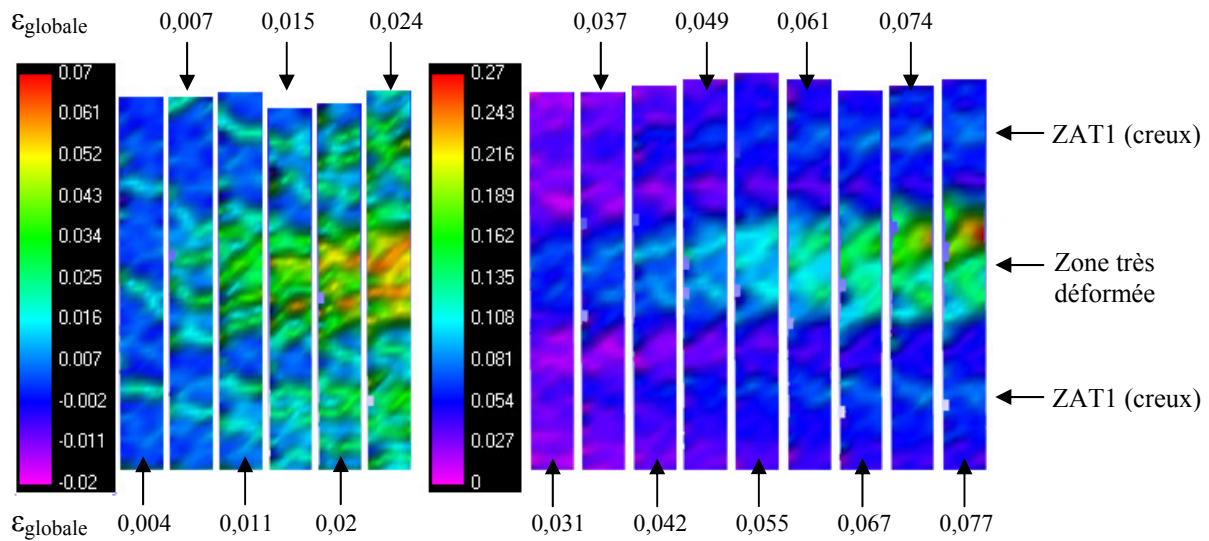


Fig.V.15 Cartographie du champ de déformation à travers un joint soudé 2024 T351

A-3-3 Comparaison

Il y a une bonne correspondance entre les courbes de traction et celles reconstruites par corrélation avec cependant un petit décalage pour la ZAT3 (chute) (Fig.V.16). Il faut savoir que cette zone est très hétérogène car la dureté diminue rapidement et les propriétés mécaniques varient sur une courte distance. Par corrélation d'images nous calculons une déformation locale de la zone tandis que la traction d'une micro-éprouvette donne des résultats moyens. Au final, la localisation de la déformation a lieu dans la ZATM où elle atteint les 20% (Fig.V.16b).

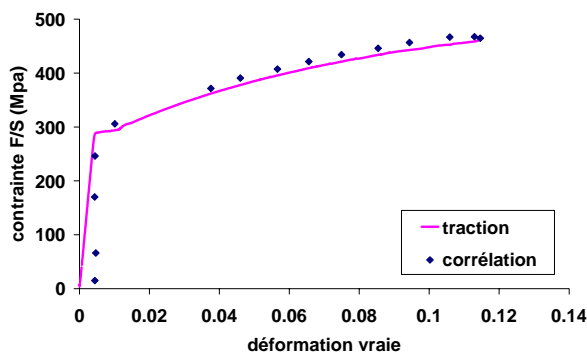


Fig.V.16a Noyau

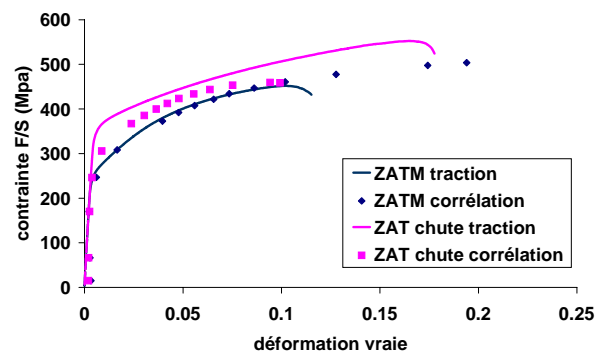


Fig.V.16b ZATM et ZAT3 (chute)

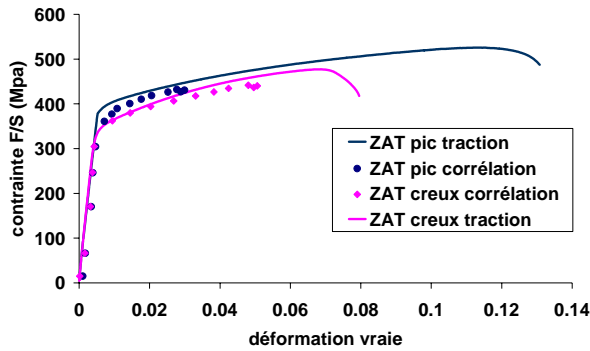


Fig.V.16c ZAT2 (pic) et 1 (creux)

Fig.V.16 Comparaison des courbes de traction locales obtenues par micro éprouvettes et par corrélation d'images

A-4 Alliage 2024 T6

A-4-1 Traction micro-éprouvettes

Afin de pouvoir déterminer l'évolution des propriétés mécaniques à travers la soudure, nous avons prélevé des micro-éprouvettes sur un domaine étendu (Fig.V.17). Celles du métal de base ont été prises loin de la zone soudée, à environ 50mm du centre.

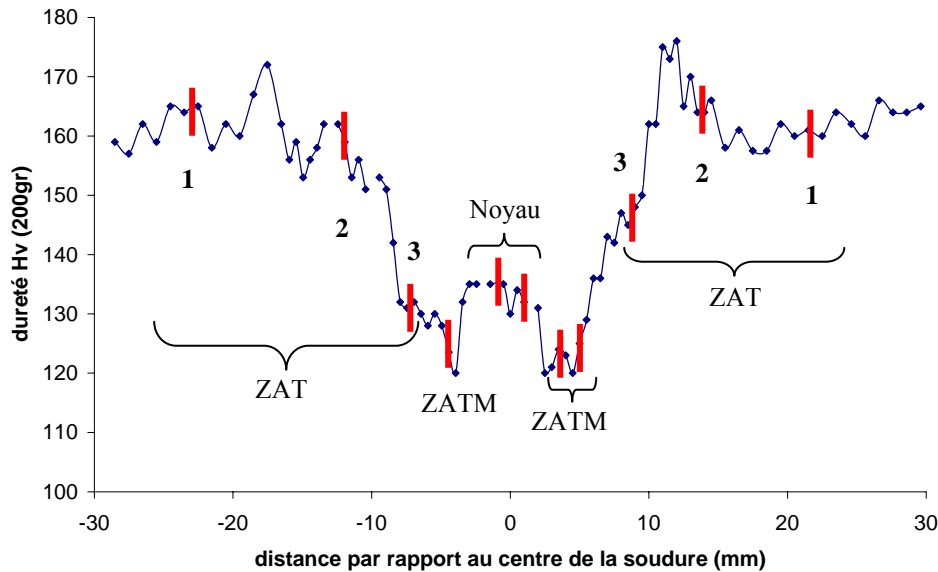


Fig.V.17 Localisation des micro-éprouvettes sur le profil de dureté d'un joint 2024 T6

Les zones très déformées durant le soudage, noyau et ZATM, présentent les propriétés mécaniques les plus faibles mais une déformation à la rupture maximale (Fig.V.17). Comme pour l'alliage 2024 T351, l'adoucissement est provoqué par une précipitation de plus en plus grossière au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau. On peut remarquer que la contrainte à la rupture de la zone fortement déformée est inférieure à la limite d'élasticité du métal de base. Par conséquent, lorsque la rupture s'amorcera dans la zone faible, le métal de base n'aura toujours pas plastifié et la ductilité de l'assemblage s'en trouvera diminuée.

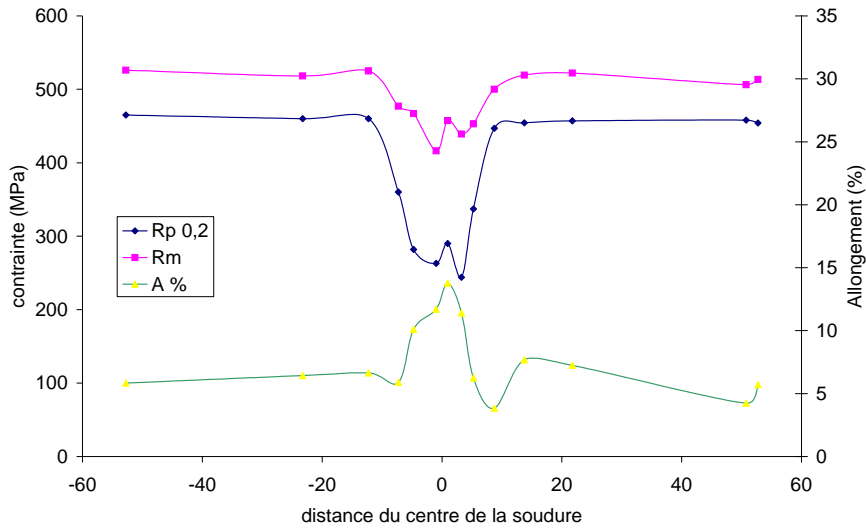


Fig.V.18 Propriétés mécaniques locales du joint 2024 T6

A-4-2 Corrélation d'images

Comme les micro-éprouvettes nous le laissaient présager (Fig.V.18), la déformation se localise au niveau des zones faibles, noyau et ZATM (Fig.V.19). La rupture a lieu à la frontière ZATM-Noyau comme pour l'alliage 2024 T351. Dans ces zones, noyau et ZATM, la microstructure et la dureté sont identiques entre les deux états initiaux.

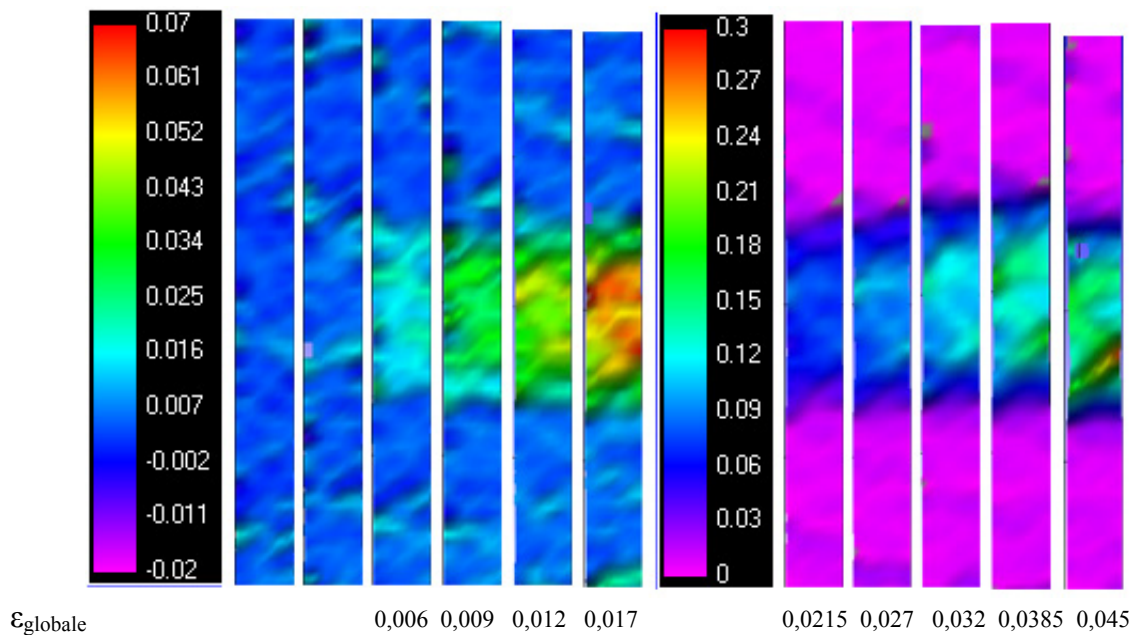


Fig.V.19 Evolution au cours d'un essai de traction de la déformation locale à travers un joint soudé 2024 T6

A-4-3 Comparaison

Il y a une bonne correspondance entre les deux méthodes (*Fig.V.20.a et c*). La ZAT2 et le métal de base n'ont pas dépassé la limite d'élasticité. Par conséquent, la déformation est uniquement élastique, comme nous laissions présager les propriétés mécaniques de la *Figure.V.18*. Pour la ZAT3, il y a une différence de 30-40MPa entre les deux techniques (*Fig.V.20b*). En effet, les propriétés de la ZAT3, comme pour l'alliage 2024 T351, évoluent sur une courte distance. Par conséquent, la corrélation d'images nous donne un résultat local de la zone tandis que la micro-éprouvette nous donne un résultat moyen.

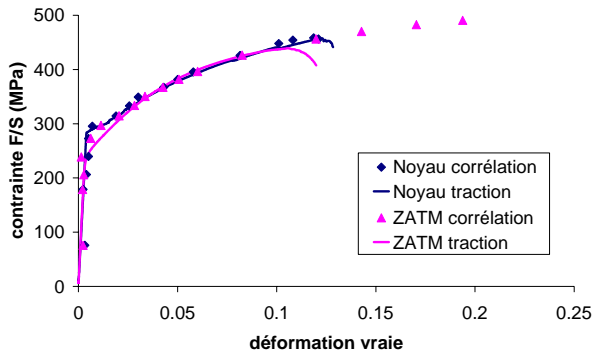


Fig.V.20a Noyau et ZATM

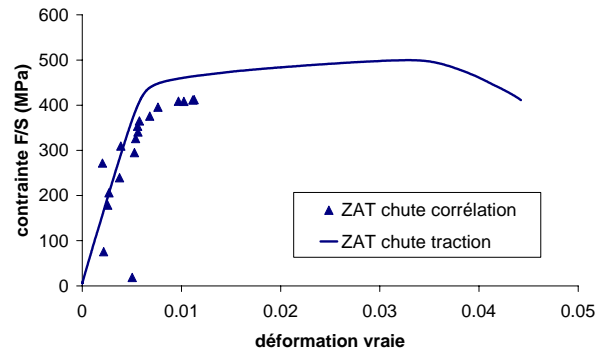


Fig.V.20b ZAT3

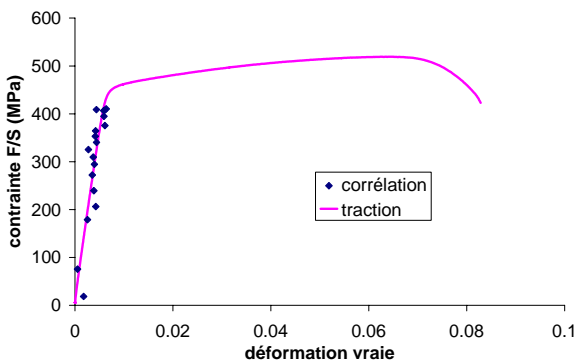


Fig.V.20c ZAT2

Fig.V.20 Comparaison des courbes de traction locales obtenues par micro-éprouvettes et par corrélation d'images

A-5 Bilan

La corrélation d'images a l'avantage d'utiliser peu de matière (une seule éprouvette de traction) et d'être rapidement mise en œuvre. De plus, durant l'essai de traction, on tient compte de l'influence des zones voisines sur le comportement d'une zone donnée, notamment les effets de triaxialité. Cependant, les conditions à la rupture ne peuvent être déterminées que dans une seule zone, là où la striction va se localiser. D'autres part, le domaine élastique est délicat à décrire par la technique de corrélation d'images car les déformations sont faibles. Il est donc nécessaire de connaître la limite d'élasticité du matériau pour recalibrer les données de corrélation d'images. Au contraire, les micro-éprouvettes nous donnent une courbe de traction entière mais sans tenir compte de l'environnement. Par ailleurs, la mise en place de l'essai est assez lourde car on utilise beaucoup de matière. De plus, les éprouvettes doivent être usinées et elles sont assez fragiles à manipuler.

Les zones faibles sont différentes selon le joint :

- Pour l'alliage 5251 O c'est le métal de base car la structure granulaire est grossière et il y a peu de dislocations.

- Par contre, l'alliage 5251 H14 se rompt au niveau de la ZATM. Dans cette zone, la structure granulaire est plus grossière que dans le noyau et la restauration dynamique a permis l'élimination de nombreuses dislocations par rapport au métal de base.

- Pour l'alliage 2024, la zone faible ne dépend pas de l'état initial du métal de base, T351 ou T6. La déformation se localise dans la ZATM car bien que la concentration de dislocations dans cette zone soit plus importante que dans le métal de base, la précipitation présente est grossière et hétérogène donc adoucissante. Pour cet alliage, l'état de précipitation joue un rôle dominant face à la structure de dislocations. Cependant, la différence de propriétés entre le métal de base et la ZATM est plus importante pour l'état T6 que pour l'état T351, par conséquent, la striction va se développer plus rapidement pour l'état T6. En effet, tandis que la rupture va s'amorcer dans la ZATM, le métal de base n'aura toujours pas commencé à plastifier.

D'après le *Tableau.V.1*, nous pouvons voir que la déformation à la rupture d'un joint soudé dépend de l'évolution des propriétés mécaniques à travers la soudure. Dans le cas de l'alliage 5251 O, le joint est mécaniquement homogène et va donc beaucoup se déformer avant rupture. Par contre, le joint 2024 T6 est très hétérogène, c'est-à-dire qu'il possède une zone très faible (ZATM) et une zone très forte (Métal de Base), par conséquent la déformation va se localiser très rapidement dans la ZATM. On peut donc remarquer que plus un joint est mécaniquement hétérogène plus l'allongement global à la rupture sera faible.

Alliage	5251 O	5251 H14	2024 T351	2024 T6
$\sigma_{R \min} - \sigma_{e \max}$ (MPa)	104	0	55	-50
$\epsilon_{R \text{ globale}}$	0,24	0,055	0,063	0,0324

Tab.V.1 Evolution de la déformation à la rupture en fonction des propriétés mécaniques de la zone faible et de la zone forte pour les différents joints soudés

En conclusion, il y a une bonne concordance entre les deux techniques sauf pour l'alliage 5251 H14 à cause d'un effet de texture lié au laminage à froid que subissent les tôles avant soudage. Les résultats ainsi obtenus dans les différents joints vont nous permettre de simuler en 3D le comportement du joint soudé durant un essai de traction.

B Modélisation du comportement en traction d'une soudure

Afin de modéliser le comportement global d'une soudure à partir des propriétés locales, nous avons utilisé le code de calcul aux éléments finis CASTEM développé au Département de Mécanique et Technologie du CEA de Saclay.

La soudure modélisée a une taille identique à celle des macro-éprouvettes. Elle est divisée en plusieurs zones pour lesquelles on affecte un comportement mécanique différent. Pour cela, nous avons utilisé les courbes de traction obtenues par deux techniques. D'une part les calculs seront faits avec les résultats des micro-éprouvettes et d'autre part avec ceux de la corrélation d'images. Ceci nous permettra de comparer de nouveau les deux techniques. Dans le modèle, les zones sont parfaitement solidaires les unes des autres, le déplacement est continu et la contrainte normale est transmise. De plus, l'interpolation des déplacements est cubique.

Ce modèle nous permettra d'obtenir une cartographie des déformations locales à travers un joint soudé, ainsi que la courbe de charge. Ces résultats seront comparés aux données expérimentales.

B-1 Alliage 5251

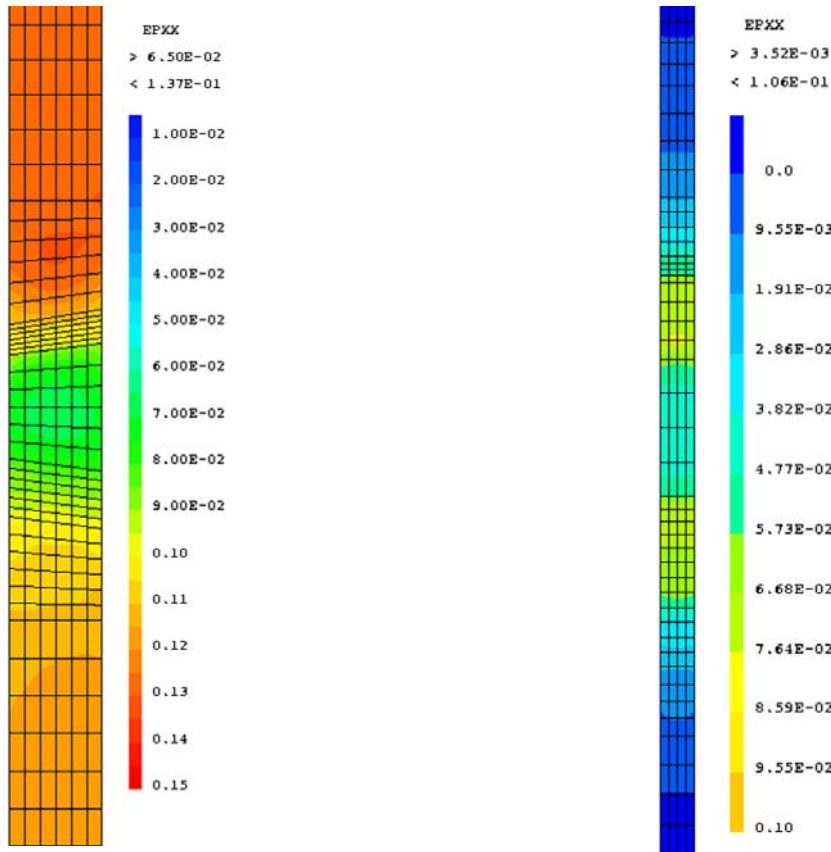
B-1-1 Champ de déformation

Les éprouvettes modélisées ont la même taille que celles découpées pour la corrélation d'images. Les cartographies des champs de déformation sont représentées sur la *Figure.V.20* pour les deux joints soudés. Le joint 5251 O se déforme principalement à la frontière métal de base zone déformée et bien moins dans le noyau. Par contre dans le joint 5251 H14 la déformation est importante dans l'ensemble noyau/ZATM puis se localise dans les ZATM. Les résultats donnés par le modèle sont qualitativement comparables à ceux obtenus par corrélation d'images.

Sur la *Figure.V.21* sont représentées les déformations locales issues de la modélisation à partir des propriétés obtenues par traction des micro-éprouvettes d'une part, et des propriétés calculées par corrélation d'images d'autre part. En référence, nous avons ajouté les déformations directement enregistrées par corrélation d'images.

On peut noter un décalage au niveau des zones fortement déformées par le soudage (ZATM et noyau) entre la modélisation à partir des micro-éprouvettes et la corrélation d'images pour le joint 5251 O. Il faut rappeler que le comportement d'une zone peut dépendre des propriétés des zones voisines. Par corrélation d'images l'environnement est pris en compte contrairement aux essais de traction sur micro-éprouvettes. Dans le joint 5251 O, le métal de base est la zone faible. Il se peut que lors de l'essai de traction, la déformation se localise principalement et rapidement dans cette zone. Par conséquent, la déformation est moins importante dans le noyau et les ZATM lors de la traction globale d'un joint soudé que durant la traction locale par micro-éprouvettes.

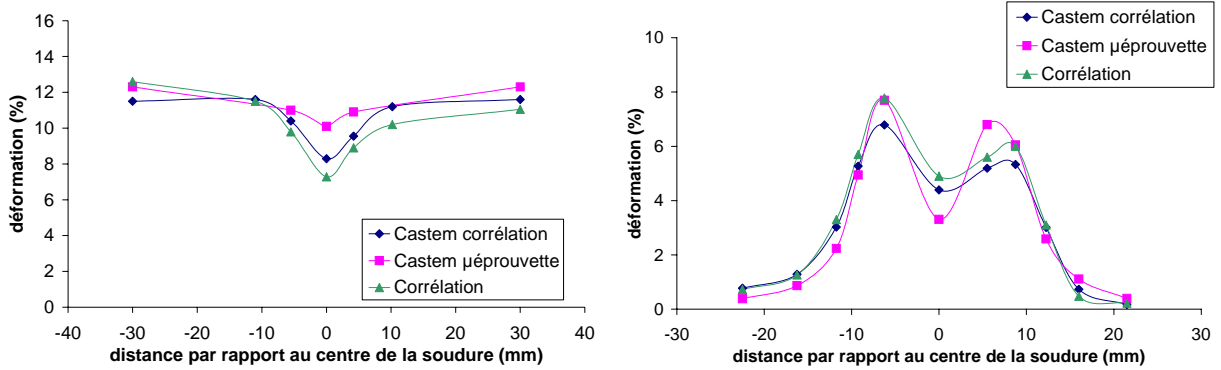
Pour le joint 5251 H14, les petites variations entre le modèle basé sur la corrélation d'images et le modèle basé sur les micro-éprouvettes peuvent être expliquées par un effet de texture mis en évidence dans le paragraphe A-2-3 de ce chapitre (*Fig.V.12*). Néanmoins, les deux modèles ressemblent fort à la courbe expérimentale obtenue par corrélation d'images.



Joint 5251 O $\varepsilon_{globale} \cong 11,7\%$

Joint 5251 H14 $\varepsilon_{globale} = 2,7\%$

Fig.V.20 Modélisation des champs de déformation



5251 O $\varepsilon_{globale} \cong 11,7\%$

5251 H14 $\varepsilon_{globale} = 2,7\%$

Fig.V.21 Comparaison des déformations obtenues par simulation et mesurées expérimentalement

B-1-2 Courbe de charge

Les courbes de charge simulées, à partir des propriétés locales obtenues par micro-éprouvettes et corrélation d'images, sont comparées aux courbes expérimentales enregistrées lors de l'essai de traction effectué durant la corrélation d'images (*Fig.V.22*).

Les simulations, pour le joint 5251 O donnent d'assez bons résultats par rapport à la courbe de traction expérimentale.

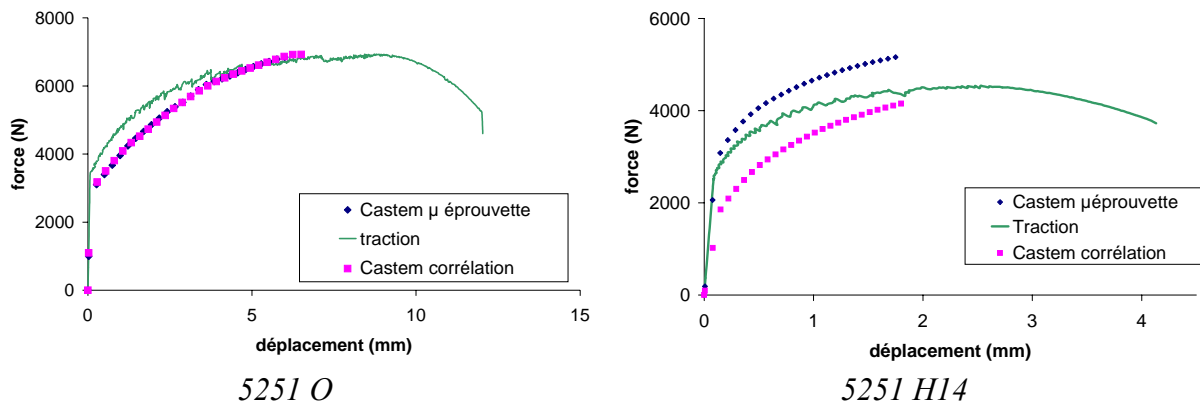


Fig.V.22 Comparaison des courbes de charge simulées et mesurées expérimentalement

Dans le cas du joint 5251 H14, les trois courbes obtenues sont très différentes (*Fig.V.22*). Le décalage entre les courbes simulées à partir des micro-éprouvettes et à partir de la corrélation d'images provient sans doute d'un effet de texture. En effet, l'alliage 5251 H14 est un matériau fortement laminé et donc fortement texturé. De plus, les micro-éprouvettes sont prélevées parallèlement à l'axe de soudage, tandis que les macro-éprouvettes lui sont perpendiculaires. Par contre, il y a une différence entre la courbe simulée à partir de la corrélation et les données expérimentales. Cette différence peut provenir de l'effet d'interaction entre les zones. En effet, le modèle représente la soudure comme un empilement de zones ayant des propriétés mécaniques différentes et chaque zone a un comportement indépendant des zones voisines. En réalité, il y a un effet évident de l'entourage sur le comportement de chacune d'entre elles.

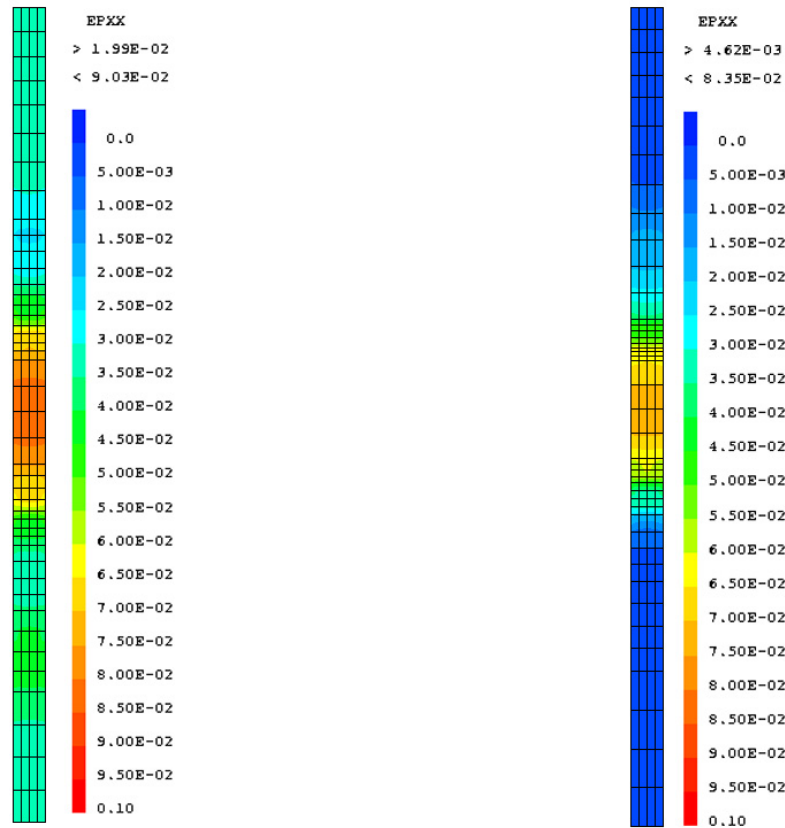
B-2 Alliage 2024

B-2-1 Champ de déformation

Les éprouvettes modélisées mesurent 50mm de long pour la zone utile, environ 6mm de large et 2mm d'épais. Bien que, les tôles mesurent initialement 6mm d'épaisseur, les éprouvettes ont été usinées à 2mm afin d'obtenir la déformation à cœur et non en surface. De plus, les mesures de corrélation d'images se font selon le plan parallèle à la direction de soudage.

Les cartographies des champs de déformation sont représentées par la *Figure.V.23* pour les deux joints soudés. La déformation se localise principalement dans le noyau et les ZATM. Cependant, la corrélation d'images nous a montré que la rupture avait lieu à la limite ZATM – noyau. En réalité, la déformation est d'abord homogène dans l'ensemble

ZATM/Noyau avant que la striction ne s'amorce dans une ZATM où les propriétés mécaniques sont un peu plus faibles.

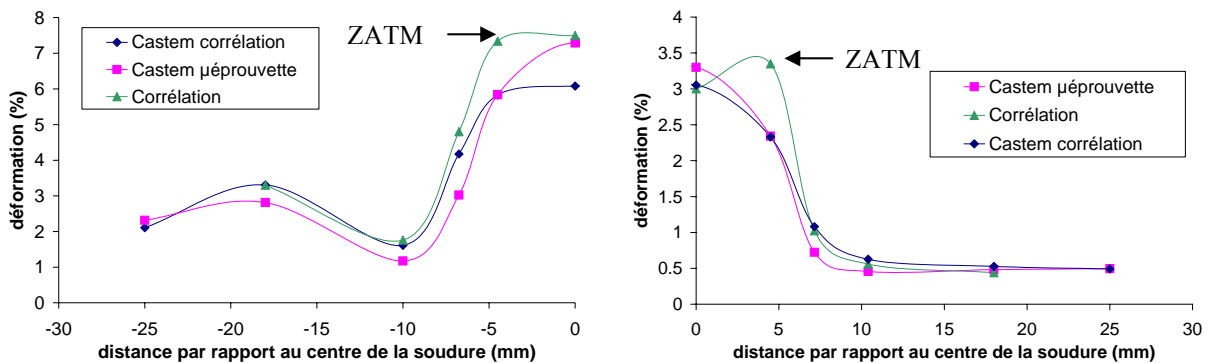


2024 T351 $\epsilon_{globale} \cong 3,4 \%$

2024 T6 $\epsilon_{globale} \cong 1\%$

Fig.V.23 Modélisation des champs de déformations

Les graphiques de la Figure.V.24 nous donnent une représentation plus quantitative, pour les deux joints soudés, 2024 T351 et 2024 T6. Les trois méthodes donnent des résultats similaires, cependant les modèles sous estiment un peu la déformation dans la ZATM, c'est-à-dire dans la zone faible.



2024 T351 $\epsilon_{globale} \cong 3,4 \%$

2024 T6 $\epsilon_{globale} \cong 1\%$

Fig.V.24 Comparaison des déformations simulées et mesurées à travers les joints

B-2-2 Courbe de charge

Les résultats du modèle concordent bien avec les données expérimentales pour les deux états (*Fig. V.25*).

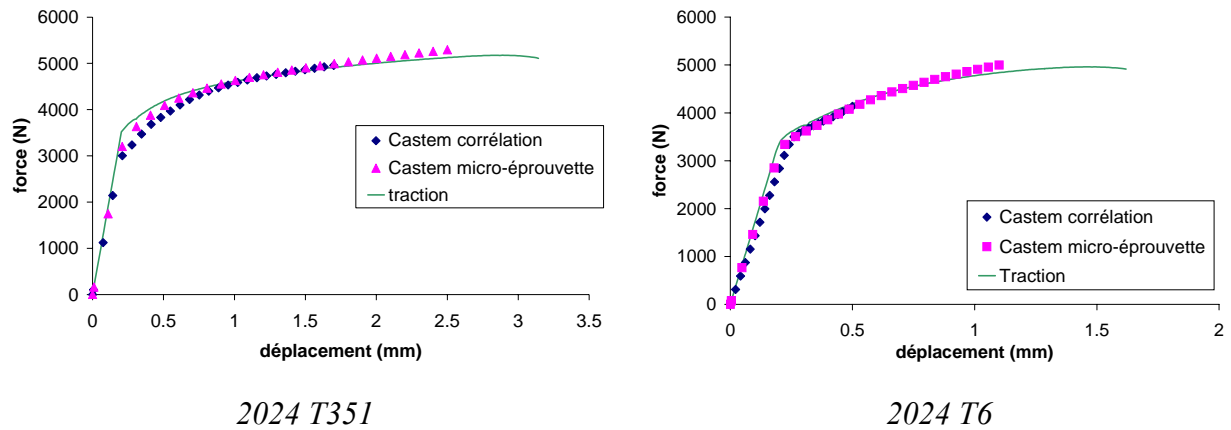


Fig. V.27 Comparaison des courbes de charge simulées et mesurées expérimentalement

B-3 Bilan

Ce premier modèle donne des résultats en accord avec les données expérimentales, que ce soit pour le champ de déformation ou pour la courbe de charge. Cependant, plusieurs améliorations peuvent être apportées. Premièrement, le modèle présent ne tient pas compte de la striction et donc de la mécanique d'endommagement. Par conséquent, on ne peut pas modéliser toute la courbe de charge. Deuxièmement, la soudure est décrite comme un empilement de zones ayant des propriétés mécaniques différentes et bien définies. Toutefois, l'évolution des propriétés se fait de façon plus progressive entre les zones mais aussi à travers une même zone et notamment là où la chute de la dureté est brutale. Dernièrement, le comportement mécanique d'une zone peut être influencé et donc évoluer selon le comportement des zones voisines. Le fait que le modèle ne décrive pas vraiment ces phénomènes explique que l'on ait tendance à sous-estimer la déformation dans les zones faibles.

C Durcissement d'écrouissage

Grâce aux essais de traction effectués sur les micro-éprouvettes nous avons pu mettre en évidence l'évolution des propriétés mécaniques à travers les soudures. Outre ces informations, ces essais vont nous permettre de déterminer le durcissement d'écrouissage. Ce paramètre exprime les modifications des modes de stockage des dislocations pendant la déformation. Le durcissement d'écrouissage noté θ se définit comme la variation de la contrainte à fournir pour une variation de déformation donnée, soit $\theta = d\sigma/d\varepsilon$.

C-1 Alliage 5251 O

Les courbes de traction des différentes zones du joint 5251 O sont peu différentes les unes des autres (*Fig.V.28*). Par conséquent, les propriétés mécaniques sont homogènes à travers la soudure. Les courbes $\theta(\sigma - \sigma_{0,2})$ présentent un comportement linéaire dans le domaine plastique en traction (*Fig.V.29*). La différence entre ces droites, pente et ordonnée à l'origine, caractérise les modifications du mode de stockage des dislocations. Ces paramètres sont peu différents d'une zone à l'autre, mis à part une petite augmentation de la pente dans le noyau.

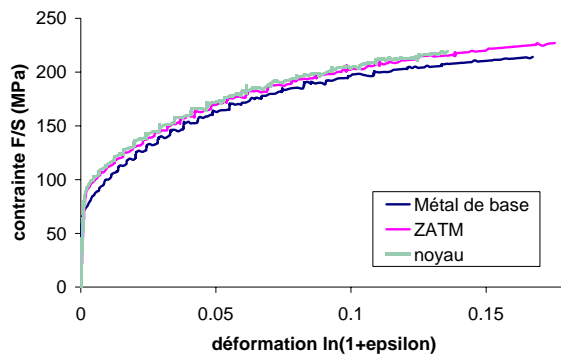


Fig.V.28 Courbes de traction des différentes zones de la soudure 5251 O

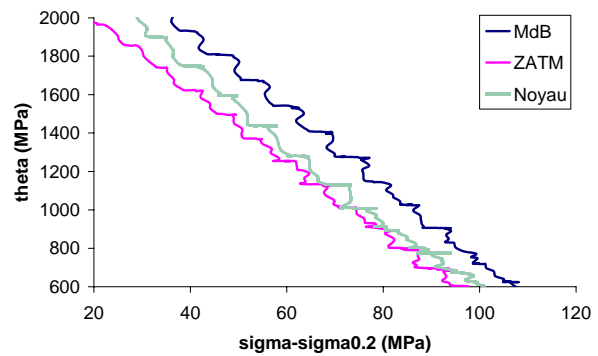


Fig.V.29 Courbes $\theta(\sigma - \sigma_{0,2})$ correspondant aux essais de traction de la Figure.V.28

L'influence de la température de restauration et du taux de prédéformation sur l'écrouissage, a été étudiée sur un alliage 1070 dans lequel est ajouté 2,5 pds% de Mg [*Verdier 1996*]. D'après la *Figure.V.30*, on constate que la pente et l'ordonnée à l'origine des courbes $\theta(\sigma - \sigma_0)$ diminuent de façon continue avec la restauration. Si l'on compare deux états restaurés à des températures différentes et dont les limites d'élasticité sont proches, les profils $\theta(\sigma)$ associés à ces états sont qualitativement équivalents. C'est le cas entre un recuit de 30 minutes à 220°C et un recuit de 92 heures à 160°C.

Par conséquent, l'augmentation de la pente de la courbe $\theta(\sigma - \sigma_{0,2})$ dans le noyau par rapport aux autres zones serait due à l'introduction de nombreuses dislocations à chaud.

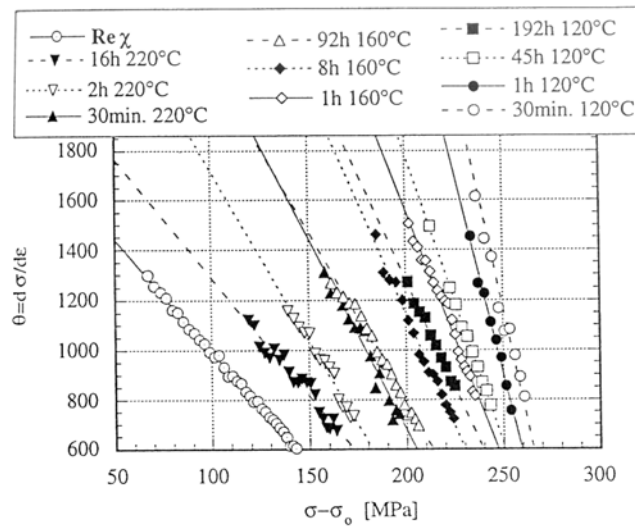


Fig.V.30 θ en fonction de $(\sigma - \sigma_0)$, $(1070 + 2,5Mg)$, $\epsilon = 3$, restaurés à différentes températures [Verdier 1996]

Afin de mettre en évidence l'effet d'obstacles fixes sur l'écroutissage on utilise la représentation $\theta\sigma$ en fonction de $(\sigma - \sigma_{0,2})$. Par définition, les obstacles fixes ne sont pas modifiés par la déformation, ce sont les joints de grains, les phases dures ou encore les précipités non déformables. Dans notre cas ce sont les dislocations et la taille de grains (d) qui vont jouer un rôle prédominant.

$$(\theta\sigma)_{mixte} = (\theta\sigma)_{dislocations} + A/d \tag{V.1}$$

La Figure.V.31 montre une augmentation de l'écroutissage dans le noyau par rapport au métal de base. Cette augmentation reflète bien la diminution de taille de grains dans cette zone.

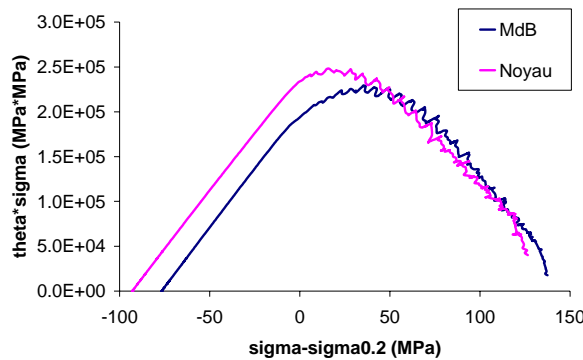


Fig.V.31 $\theta\sigma$ en fonction de $(\sigma - \sigma_{0,2})$, métal de base et noyau du joint 5251 O

C-2 Alliage 2024 T351

Le joint soudé 2024 T351 est plus complexe à comprendre car en plus de l'effet des dislocations et de la taille de grains, nous devons tenir compte des précipités. Sur la *Figure.V.32* sont représentées les différentes courbes d'érouissage à travers la soudure. Le métal de base, la ZAT1 (creux) et la ZAT2 (pic) présentent un érouissage similaire (*Fig.V.32a*). Les dislocations liées au détensionnement initial peuvent jouer un rôle dans l'érouissage du métal de base et de la ZAT1 (creux). Par définition, les zones GP ne peuvent pas stocker de boucles de dislocations et donc contribuer à l'érouissage. La ZAT2 (pic) possède deux types d'obstacles dont les effets sont contraires. Tout d'abord nous avons vu que la densité de dislocations était importante dans cette zone, ces dislocations sont introduites à chaud durant le soudage et participent à l'augmentation de l'érouissage. D'autre part, la précipitation se compose d'une fraction de plus en plus importante de précipités S'(S) cisailables. Les précipités cisailables augmentent fortement la limite élastique mais diminuent l'érouissage [*Deschamps 1997*]. Les effets de ces deux types d'obstacles se compensent, par conséquent l'érouissage ne varie pas par rapport au métal de base.

La ZAT3 (chute), la ZATM et le noyau présentent un érouissage important (*Fig.V.32b*). Les taux d'érouissage sont supérieurs à $\theta_{II} = \mu/20 \approx 1250\text{MPa}$, avec θ_{II} le taux d'érouissage maximal du stockage des dislocations. Par conséquent d'autres obstacles que les dislocations vont avoir de l'influence sur l'érouissage. Par rapport au métal de base, l'érouissage de la ZAT3 (chute) et de la ZATM augmente, de plus dans ces zones, la précipitation est grossière. Ces précipités contournables augmentent l'érouissage grâce au stockage des dislocations géométriquement nécessaires. Dans le noyau, la fraction de précipités grossiers chute ce qui explique la diminution de l'érouissage par rapport à la ZATM.

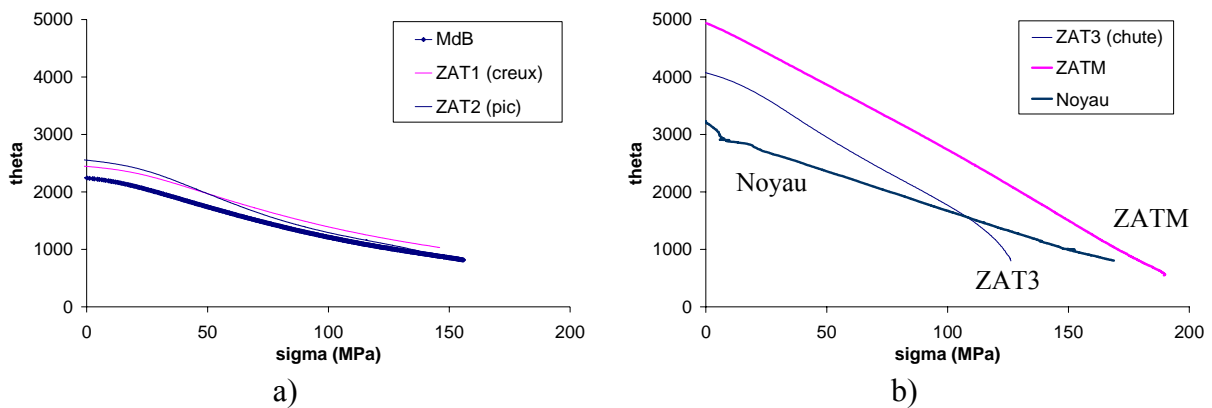


Fig.V.32 Courbes $\theta(\sigma-\sigma_{0,2})$ des différentes zones d'une soudure 2024 T351

D Modélisation de la limite d'élasticité dans le joint soudé 2024 T351

La taille et la fraction volumique de précipités ont été déterminées à travers le joint soudé. Le but de ce paragraphe est de proposer un modèle simple permettant de corréler l'état microstructural et la limite d'élasticité.

D-1 Modes de durcissement

La limite d'élasticité totale dépend de différent mode de durcissement :

- σ_0 : réponse de l'aluminium pur
- σ_{HP} : contribution de la taille de grain selon la loi de Hall Petch
- σ_{SS} : contribution de la solution solide
- σ_{GPB} : durcissement lié au zones GPB
- $\sigma_{S'(S)}$: durcissement dû aux précipités S'(S)
- σ_{\perp} : contribution des dislocations

D-2 Détermination des paramètres

D-2-1 Taille de grains

Il faut savoir que plus la taille de grain est fine, plus le matériau est dur. Pour déterminer la contribution $\sigma_0 + \sigma_{HP}$, nous avons utilisé les données d'un alliage 1080 [Sato 2001b].

$$H_V = 15,4 + 18,7D^{-1/2} \quad (V.3)$$

avec $\sigma = 3H_V$ et D (diamètre des grains) en μm

D-2-2 Solution solide

Les contributions au durcissement σ_{SS} , σ_{GPB} et $\sigma_{S'(S)}$ dépendent de la composition de l'alliage. Par conséquent, nous avons utilisé plusieurs échantillons de 2024 dans différents états. Une relation entre la limite d'élasticité et la dureté a été déterminée (Fig.V.33) en utilisant les résultats de traction effectués sur les micro-éprouvettes décrits dans le paragraphe A du chapitre V.

$$\sigma(MPa) = 3,6774 * H_V - 183,25 \quad (V.2)$$

Cette relation a été calculée dans un domaine de dureté compris entre 110Hv et 160Hv. Elle est extrapolée pour les autres valeurs de dureté.

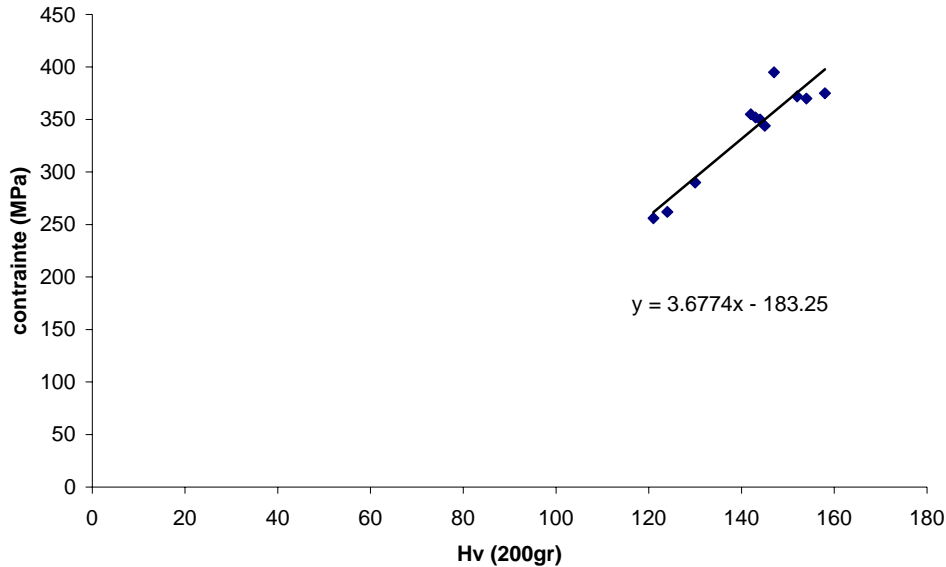


Fig. V.33 Loi reliant la limite d'élasticité à la dureté dans l'alliage 2024 T351

Le durcissement lié à la solution solide dépend de la concentration des différents éléments de soluté et peut s'écrire :

$$\sigma_{SS} = KC_{sol}^{2/3} \quad (V.4)$$

où K est une constante (MPa)

C_{sol} est la concentration atomique de la solution solide (at%)

En prenant comme référence un échantillon de 2024 T351 remis en solution 1h à 520°C, nous avons pu déterminer la valeur K. L'alliage est alors composé de 1,73at% de cuivre et de 1,68at% de magnésium. La dureté de cet échantillon est de 80Hv ce qui correspond à une limite d'élasticité de 111MPa. Par conséquent, son durcissement peut s'écrire :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{HP} + \sigma_{SS} \quad (V.5)$$

Le diamètre équivalent des grains est de 102,4 μ m, ce qui correspond à une limite d'élasticité d'environ 52MPa. On en déduit que la contribution de la solution solide est de 59MPa. En faisant l'hypothèse que les atomes de cuivre et de magnésium ont le même pouvoir durcissant, on trouve un paramètre K équivalent à 26.

D-2-3 Zones GPB

Après une remise en solution, nous avons suivi l'évolution de la dureté au cours du temps (Fig. V.34). A l'équilibre, la dureté est de 144Hv et donc la limite d'élasticité totale vaut 346MPa. Une mesure de dureté deux ans plus tard nous confirme cette valeur. La limite d'élasticité peut s'écrire :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{HP} + \sigma_{SS} + \sigma_{GPB} \quad (V.6)$$

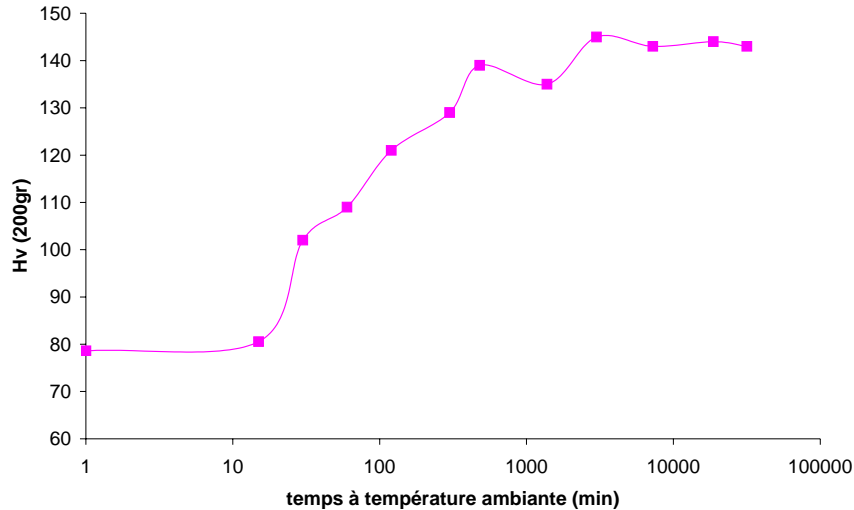


Fig.V.34 Evolution de la dureté d'un échantillon remis en solution puis maintenu à température ambiante

A partir de la caractérisation microstructurale effectuée sur l'alliage 2024 T351 nous savons que la fraction volumique en zones GPB est de 5,5%. D'après Silcock [Silcock 1960], l'épaisseur des zones GPB est comprise entre 1 et 2nm, nous avons donc pris un rayon moyen de 0,75nm. Ces paramètres permettent de trouver un durcissement lié aux zones GPB de 278,3MPa.

$$\sigma_{GPB} = 0,7M\alpha^{3/2}\mu\sqrt{\frac{R^* f_v}{b}} \quad (V.7)$$

Avec M : facteur de Taylor (3)

α : facteur numérique décrivant la dureté des particules

μ : module de cisaillement de la matrice (25000)

b : vecteur de Burgers (0,3nm)

R : rayon de la particule

f_v : fraction volumique des particules

A partir de l'équation V.7, nous avons trouvé un facteur numérique α égal à 0,059.

D-2-4 Précipités S'(S)

Afin de déterminer l'effet des précipités S'(S), nous avons utilisé un échantillon de 2024 T6 les précipités S'(S) sont fins et contournables. La fraction volumique en précipités S'(S) est de 4,95% et le rayon de 3,75nm. Quant à la fraction volumique des zones GPB est nulle. Ces résultats ont été obtenus par une étude couplée entre les techniques de DSC et de SAXS. La limite d'élasticité de cet échantillon est de 465MPa et peut s'écrire :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{HP} + \sigma_{SS} + \sqrt{\sigma_{GPB}^2 + \sigma_{S'(S)}^2} \quad (V.8)$$

Avec

$$\sigma_{S'(S)} = K' \mu \frac{b}{R} \sqrt{f_v} \quad (V.9)$$

On trouve donc un K' égale à 0,7544.

D-2-5 Dislocations

Nous n'avons fait aucune mesure de densité de dislocations dans nos joints soudés, par conséquent le durcissement lié à l'écroutissage ne sera pas ajouté.

D-3 Application du modèle au joint soudé 2024 T351

Nous avons opté pour une loi Pythagoricienne afin d'ajouter les effets importants de durcissement des zones GPB et des précipités S'(S). Parallèlement, l'ajout des durcissements plus faibles, liés à la solution solide et aux joints de grains, se fait selon une loi linéaire. En conclusion, l'addition des différents durcissements s'écrit :

$$\sigma_T = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{HP} + \sqrt{\sigma_{GPB}^2 + \sigma_{S'(S)}^2} \quad (V.10)$$

Les résultats obtenus par notre modèle sont comparés aux limites d'élasticité déterminées dans les différentes zones du joint soudé 2024 T351 (Fig.V.35). On constate un très bon accord entre le modèle et les données expérimentales.

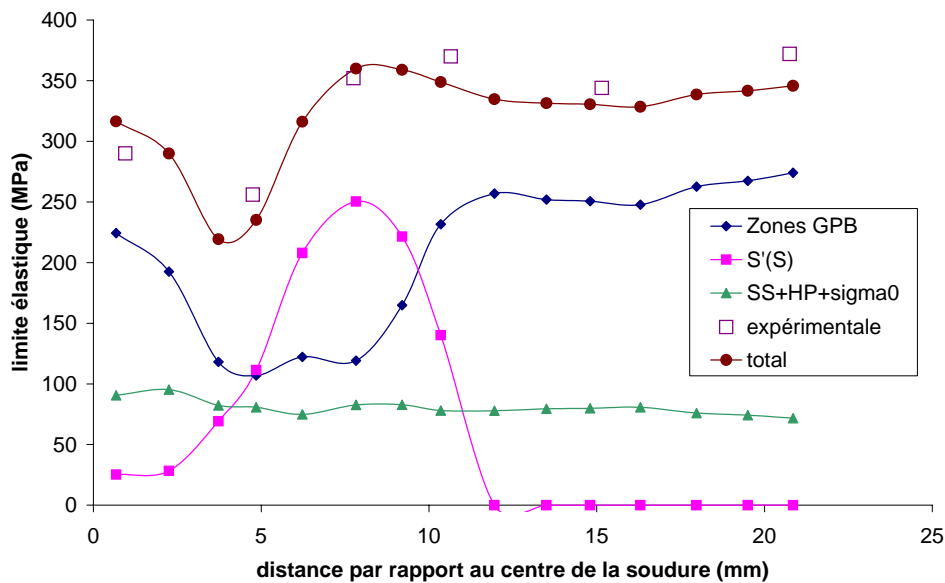


Fig.V.35 Comparaison de la limite d'élasticité totale modélisée et celle obtenue expérimentalement par traction de micro-éprouvettes. Représentation des différents modes de durcissement. Joint 2024 T351

Ce modèle simple nous permet donc de bien prédire l'évolution de la limite élastique en fonction des microstructures caractérisées. En conclusion, comme nous l'avons estimé, le durcissement est principalement dû à l'état de précipitation et l'effet des dislocations n'est que du second ordre.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

A Principaux résultats

A-1 Caractérisation de la microstructure des joints soudés

Après soudage, le joint 5251 O présente un léger durcissement au niveau des zones fortement déformées (ZATM et Noyau) par rapport au métal de base. Ce durcissement est provoqué par l'introduction de dislocations à chaud ainsi que par la recristallisation qui provoque une diminution de la taille de grain. En parallèle, bien que l'alliage 2024 T351 ait un état initial proche de celui du 5251 O, peu de dislocations et une taille de grains similaire, le matériau connaît un fort adoucissement à travers la soudure. Une étude quantitative couplant la technique de DSC et de SAXS, nous a permis de mettre en évidence l'évolution de l'état de précipitation à travers la soudure. Au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau soudé, l'augmentation de la température de pic entraîne tout d'abord une réversion des zones GPB (ZAT1 creux) puis une précipitation fine de S'(S) (ZAT2 pic). Par la suite, ces précipités vont devenir de plus en plus grossiers (ZAT3 chute, ZATM et noyau). Cependant, la température élevée atteinte dans le noyau entraîne une précipitation partielle ce qui permet d'obtenir une solution solide riche après soudage. A température ambiante, cette solution solide va se décomposer pour donner des zones GPB qui vont durcir le matériau. Contrairement à l'alliage 5251 O, la ZATM n'est que très partiellement recristallisée. En conclusion, les propriétés du joint 5251 O sont gouvernées par la taille de grains et la densité de dislocations. Pour le joint 2024 T351 c'est l'état de précipitation qui joue un rôle primordial sur les propriétés et la structure de dislocations est secondaire au niveau du durcissement.

D'autre part, nous avons mis en évidence que la microstructure des zones fortement déformées à chaud, ZATM et Noyau, ne dépendait pas de l'état initial de l'alliage. Dans ces zones, les conditions de déformation et de température sont telles que la structure initiale est complètement transformée.

L'effet d'un traitement post soudage T6 sur un joint soudé 2024 T351 a montré des conséquences très contrastées selon l'état de précipitation après soudage. Dans les zones encore riches en zones GPB, les propriétés sont améliorées grâce à la formation d'une précipitation fine et durcissante de S'(S). Ce traitement thermique n'a pas d'effet sur la zone présentant déjà une précipitation fine, par contre les conséquences sont catastrophiques dans les zones ayant une précipitation déjà grossière après soudage et principalement dans la ZATM. En effet, le traitement thermique va favoriser la croissance des précipités existants au détriment de la formation de précipités plus fins.

A-2 Processus et interactions mis en jeu durant le soudage

Le soudage par friction malaxage fait intervenir une composante de déformation plastique et une composante thermique ce qui induit une panoplie complexe de phénomènes et d'interactions mis en jeu.

Nous nous sommes tout d'abord intéressés à l'alliage 5251 H14 qui ne fait intervenir que les phénomènes liés à la structure de dislocations, déformation, restauration et recristallisation. Au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau, la ZAT présente d'abord une restauration puis une recristallisation statique en cours et qui devient totale au niveau de la frontière ZAT/ZATM. Dans la ZATM, l'ajout d'une déformation importante durant le soudage induit une recristallisation totale dynamique qui est de nature « dynamique géométrique » à la limite ZATM/Noyau à cause d'une déformation par torsion provoquée par le filetage du pion. Dans le noyau soudé, la recristallisation est également dynamique.

Dans l'alliage 2024 T351 les mécanismes mis en jeu sont plus compliqués car il y a de nombreuses interactions entre les dislocations, la précipitation et la recristallisation. Grâce à des expériences modèles en bain de sel et à des mesures de cycles thermiques par thermocouples, nous avons pu mettre en évidence que la présence de dislocations accélérât la cinétique de précipitation de la phase S. Cette interaction se rencontre principalement au niveau des ZAT2 (pic) et 3 (chute). Dans ces zones, bien que la déformation provoquée par le soudage soit faible par rapport aux zones centrales (ZATM et Noyau), elle ne peut pas être négligée. D'autre part, nous avons pu montrer que dans la ZATM, la précipitation avait tendance à ralentir la recristallisation. Cette autre interaction explique la différence de

microstructure entre la ZATM très partiellement recristallisée du joint 2024 et la perte de la structure initiale de la ZATM du joint 5251.

A-3 Propriétés mécaniques et modélisation

Propriétés mécaniques

Par une technique de corrélation d'images menée durant la traction de joints soudés, nous pouvons déterminer l'évolution du champ de déformation durant l'essai ainsi que la localisation de la déformation dans la zone faible du joint. Cette technique permet aussi de remonter aux propriétés mécaniques locales de chaque zone dont les résultats ont été comparés aux données obtenues par traction de micro-éprouvettes. De plus, la corrélation d'images à l'avantage d'être une technique demandant peu de préparation et peu de matière par rapport aux micro-éprouvettes.

Nous avons donc pu déterminer les zones faibles des différents joints. Pour le joint 5251 O la zone faible est le métal de base tandis que pour les joints 5251 H14 et 2024 à l'état T351 et T6 c'est la ZATM. De plus, la déformation se localise d'autant plus rapidement que les propriétés mécaniques sont hétérogènes à travers le joint soudé.

Modélisation du comportement en traction

A partir des propriétés locales déterminées précédemment, nous avons pu modéliser simplement le comportement en traction d'un joint soudé, champ de déformation et courbe de charge. Les résultats concordent bien avec les données expérimentales sauf pour le joint 5251 H14 qui est très texturé. D'autre part le modèle a tendance à sous estimer la déformation de la zone faible.

Modélisation de la limite élastique du joint 2024 T351

Le modèle très simple que nous avons utilisé permet de bien corréler les microstructures observées et la limite élastique locale de chaque zone.

B Perspectives

Modélisation de la microstructure

La caractérisation quantitative des microstructures et la détermination des différents mécanismes et interactions se produisant durant le soudage que nous avons déterminés ouvrent la voie à une modélisation des microstructures résultantes du soudage FSW. Ce modèle permettrait de prédire la microstructure des joints soudés à partir des cycles thermiques locaux. Au cours de ces travaux de thèse les données thermiques nous ont fait défaut pour mettre au point un tel modèle. Un effort doit donc être porté dans ce sens, à la fois au niveau de la caractérisation (menée le plus près possible du joint soudé) et de la modélisation.

Modélisation du comportement en traction

Le modèle présent utilisé pour prédire le comportement en traction d'un joint soudé donne de bons résultats sauf pour les matériaux trop texturés (5251 H14). Cependant plusieurs améliorations peuvent être apportées. Tout d'abord, la soudure est modélisée comme un alignement de zones présentant des propriétés mécaniques locales différentes. Cependant l'évolution de ces propriétés se fait de façon plus continue à travers chaque zone. D'autre part le comportement d'une zone va dépendre des propriétés des zones voisines et le modèle ne décrit pas vraiment ces phénomènes, ce qui explique la tendance à sous estimer la déformation dans les zones faibles. Enfin, les courbes de charges obtenues par modélisation sont partielles car nous n'avons pas introduit de mécanismes d'endommagement.

Détermination de la résistance à la corrosion

Les phénomènes de corrosion n'ont pas du tout été abordés dans cette thèse ? Cependant ces aspects ne sont pas à négliger afin de déterminer la résistance de la soudure dans son environnement d'utilisation.

Influence paramétrique du procédé

L'ensemble de la caractérisation quantitative, à la fois des microstructures et des propriétés mécaniques, ainsi que l'aboutissement de modélisations sur ces deux points, devrait conduire naturellement à une démarche d'optimisation à mener selon deux directions :

- i) optimisation des paramètres de soudage pour un matériau donné à partir d'un cahier des charges (limite d'élasticité maximale, allongement maximal...). Par conséquent, il faut prendre en compte l'effet des paramètres de soudage sur le champ thermo-mécanique et donc sur les microstructures, puis sur le profil de caractéristiques mécaniques.
- ii) optimisation des matériaux vis-à-vis du soudage, c'est-à-dire compréhension et modélisation de la réponse d'un matériau à un cycle thermo-mécanique caractéristique du soudage en fonction de sa composition chimique.

Il va sans dire qu'aboutir à ce type d'optimisation est un programme ambitieux, qui nécessite encore de nombreuses études à la fois de caractérisation et de modélisation, ainsi que l'utilisation de matériaux modèles pour valider la démarche.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [Abis 2001] S. Abis, M. Massazza, P. Mengucci et al. *Scripta Materialia*, 2001, vol.45, p685
- [Ardakani 1994] M.G. Ardakani et F.G. Humphreys. *Acta Metallurgica*, 1994, vol.42, p763
- [Ardell 1985] A.J. Ardell. *Metallurgical Transactions A*, 1985, vol.16A, p2131
- [Bagaryatskii 1952 A] Y.A Bagaryatskii. *Doklady Akademii nauk S.S.S.R.*, 1952, vol.87, p397
- [Bagaryatskii 1952 B] Y.A Bagaryatskii. *Doklady Akademii nauk S.S.S.R.*, 1952, vol.87, p559
- [Bardi 2002] F. Bardi, M. Cabibbo et S. Spigarelli. *Materials Science and Engineering*, 2002, vol.A334, p87
- [Barioz 1992] C. Barioz, Y. Bréchet, J.M. Légrésey et al. *In Proc. 3rd Int. Conf on Aluminium, Trondheim Norway, 1992*, p347
- [Bendzsak 2000] G.J. Bendzsak, T.H. North et C.B. Smith. *Proc. 2nd International on Friction Stir Welding, Gothenburg, Sweden, 2000*
- [Biallas 1999] G. Biallas, R. Braun, C. Dalle-donne et al. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks California USA, June 1999*
- [Boutin 1973] F.R. Boutin. *Revue de l'aluminium*, 1973
- [Bussu 1999] G. Bussu et P.E. Irving. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks California USA, June 1999*
- [Cerri 1997] E. Cerri, E. Evangelista et H.J. Mc Queen. *Materials Science and Engineering*, 1997, vol.A234-236, 373
- [Charai 2000] A. Charai, T. Walther, C. Alfonso et al. *Acta Materialia*, 2000, vol.48, p2751
- [Chawla 1991] K.K. Chawla, A.H. Esmaeli, A.K. Datye et al. *Scripta Metallurgica*, 1991, vol.25, p1315
- [Colegrove 2000] P. Colegrove, M. Painter, D. Graham et al. *Proc. 2nd International on Friction Stir Welding, Gothenburg, Sweden, 2000*
- [Colligan 1999] K. Colligan. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [Cuisiat 1984] F. Cuisiat, P. Duval et R. Graf. *Scripta Metallurgica*, 1984, vol.18, p1051
- [Dalle Donne 2000] C. Dalle Donne, G. Biallas, T. Ghindini et al. *2nd International on Friction Stir Welding, Gothenburg, Sweden, 2000*
- [Denquin 2002] A. Denquin, D. Allehaux, M.H. Campagnac et al. *ICAA8, Cambridge, 2002*
- [Deschamps 1997] *Thèse de Docteur INP Grenoble 1997*
- [Djapic-Oosterkamp 2000] L. Djapic-Oosterkamp, A. Ivankovic et A. Oosterkamp. *Proc. 2nd International on Friction Stir Welding, Gothenburg, Sweden, 2000*

- [**Doherty 1997**] R. Doherty et al. *Materials Science and Engineering.A*, 1997, vol.238, p219
- [**Dubost**] B. Dubost et P. Sainfort. *Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques M240-1*
- [**Dutta 2001**] B. Dutta, E.J. Palmiere et C.M. Sellars. *Acta Materialia*, 2001, vol.49, p785
- [**Embury 1989**] J.D. Embury, D.J. Lloyd et T.R. Ramachandran. *Treatise on materials science and technology*, 1989, vol.31, p579
- [**Ferragut 1999**] R. Ferragut et A. Somoza. *Physica Status Solidi*, 1999, vol.175, R1
- [**Frigaard 1999**] ø. Frigaard, ø. Grong et B. Bjorneklett. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [**Frigaard 2001**] ø. Frigaard, ø. Grong et O.T. Midling. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001, vol.32A, p1189
- [**Gerold 1959**] V. Gerold, H. Haberkorn. *Zeitschrift fur Metallkunde*, 1959, vol.50, p568
- [**Gerold 1966**] V. Gerold et H. Haberkorn. *Physica Status Solidi*, 1966, vol.16, p675
- [**Gerold 1979**] V. Gerold. *Dislocations in Solids*, 1979, chapter 15, part 3
- [**Glatter 1982**] O. Glatter et O. Kratky. *Small Angle X Ray Scattering. Academic Press, London, 1982*
- [**Gleiter 1965 a**] H. Gleiter et E. Hornbogen. *Physica Status Solidi*, 1965, vol.12, p235
- [**Gleiter 1965 b**] H. Gleiter et E. Hornbogen. *Physica Status Solidi*, 1965, vol.12, p251
- [**Gleiter 1967 a**] H. Gleiter. *Acta Metallurgica*, 1967, vol.15, p1213
- [**Gleiter 1967 a**] H. Gleiter. *Acta Metallurgica*, 1967, vol.15, p1223
- [**Gomiero 1991**] P. Gomiero, F. Livet, O. Lyon et al. *Acta Metallurgica*, 1991, vol.39, p3007
- [**Gourdet 2000**] S. Gourdet et F. Montheillet. *Materials Science and Engineering*, 2000, vol.A283, p274
- [**Gupta 1987**] A.K. Gupta, P. Gaunt et M.C. Chaturvedi. *Philosophical Magazine A*, 1987, vol.55, p375
- [**Hannour 2000**] F. Hannour, A.J. Davenport, M. Strangwood et al. *Proc. 2nd International on Friction Stir Welding, Gothenburg, Sweden, 2000*
- [**Henshall 1992**] G.A. Henshall, M.E. Kassner et H.J. Mc Queen. *Metallurgical Transactions A*, 1992, vol.23A, p881
- [**Humphreys 1990**] F.J. Humphreys. *Recrystallization '90, ed. by T. Chandra, The Materials, Metals and Materials Society, 1990*
- [**Humphreys 1995**] F.J. Humphreys et M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press, Oxford, 1995*

- [James 1999] M. James et M. Mahoney. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [Jata 2000a] K.V Jata et S.L Semiatin. *Scripta Materialia, 2000, vol.43, p743*
- [Jata 2000b] K.V. Jata, K.K. Sankaran et J.J. Ruschau. *Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, vol.31A, p2181*
- [Jena 1989] A.K. Jena, A.K. Gupta et M.C. Chaturvedi. *Acta Metallurgica, 1989, vol.37, p885*
- [Jones 2003] M.J. Jones et F.J. Humphreys. *Acta Materialia, 2003, vol.51, p2149*
- [Kallee 1999] S.W. Kallee et A. Mistry. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [Kassner 1987] M.E. Kassner et M.E. Mc Mahon. *Metallurgical Transactions A, 1987, vol.18A, p835*
- [Kassner 1989a] M.E. Kassner. *Metallurgical Transactions A, 1989, vol.20A, p2182*
- [Kassner 1989b] M.E. Kassner, M.M. Myshlyaev et H.J. Mc Queen. *Materials Science and Engineering, 1989, vol.A108, p45*
- [Kelly 1963] A. Kelly et R.B. Nicholson. *Progress in Materials Science, 1963, vol.10, p151*
- [Kocks 1975] U.F. Kocks, A.S. Argon, M.F. Ashby. *Progress in Materials Science, 1975, vol.19, p224*
- [Koppenaar 1964] T.J. Koppenaar et D. Kuhlmann-Wilsdorf. *Applied Physics Letters, 1964, vol.4, p59*
- [Labusch 1970] R. Labusch. *Physica Status Solidi, 1970, vol.41, p659*
- [Lapasset 2001] G. Lapasset et A. Denquin. *SF2M, Paris, 2001*
- [Leonard 2000] A. Leonard. *Proc. 2nd International on Friction Stir Welding, Gothenburg, Sweden, 2000*
- [Li 1999 a] Y. Li, L.E. Murr et J.C. McClure. *Materials Science and Engineering, 1999, vol.A271, p213*
- [Li 1999 b] Y. Li, L.E. Murr et J.C. McClure. *Scripta Materialia, 1999, vol.40, p1041*
- [Mahoney 1998] M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A, 1998, vol.29A, p1955*
- [Majimel 2002] J. Majimel. *Thèse de Docteur de l'INSA de Toulouse, 2002*
- [Mc Queen 1985] H.J. Mc Queen, O.Knustad, N. Ryum et al. *Scripta Metallurgica, 1985, vol.19, p73*
- [Midling 1999] O.T. Midling, J.S. Kvale et O. Dahl. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [Mondolfo 1976] L.F. Mondolfo. *Aluminium Alloys/Structure and properties, Butterworth, London, 1976*
- [Mould 1967] P.R. Mould et P. Cotterill. *Journal of Materials Science, 1967, vol.2, p241*

- [Murr 1997] L.E Murr, G. Liu and J.C. McClure. *Journal of Materials Science Letters*, 1997, vol.16, p1801
- [Murr 1998] L.E. Murr, G. Liu et J.C. McClure. *Journal of Materials Science*, 1998, vol.33, p1243
- [Nembach] E. Nembach. *Particle strengthening of metals and alloys*, A Wiley Interscience publication
- [Peel 2003] M. Peel, A. Steuwer, M. Preuss et P.J. Withers. *Acta Materialia*, 2003, vol.51, p4791
- [Pedwell 1999] R. Pedwell, H. Davies et A. Jefferson. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding*, Thousand Oaks, California, USA, June 1999
- [Pérez 1997] J.I. Pérez-Landazábal, M.L. No, G. Madariaga et al. *Journal of Materials Research*, 1997, vol.12, p577
- [Perlitz 1943] H. Perlitz et A. Westgren. *Arkiv Kemi Mineralogi och Geologi B*, 1943, vol.16, p13
- [Przydatek 1999] J. Przydatek. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding*, Thousand Oaks, California, USA, June 1999
- [Radmilovic 1989] V. Radmilovic, G. Thomas, G.J. Shiflet et al. *Scripta Metallurgica*, 1989, vol.23, p1141
- [Radmilovic 1999] V. Radmilovic, R. Kilaas, U. Dahmen et al. *Acta Materialia*, 1999, vol.47, p3987
- [Ratchev 1998] P. Ratchev, B. Verlinden, P. de Smet et al. *Acta Materialia*, 1998, vol.46, p3523
- [Reich 1998] L. Reich, M. Murayama et K. Hono. *Acta Materialia*, 1998, vol.46, p6053
- [Reich 1999] L. Reich, S.P. Ringer et K. Hono. *Philosophical Magazine Letters*, 1999, vol.79, p639
- [Reppich] B. Reppich. *Materials Science and Technology A Comprehensive Treatment*, Ed. by R.W. Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer, Vol6 Plastic Deformation and Fracture of Materials, chapitre7
- [Reynolds 1999] A.P. Reynolds, T.U. Seidel et M. Simonsen. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding*, Thousand Oaks, California, USA, June 1999
- [Ringer 1996] S.P. Ringer, K. Hono, I.J. Polmear et al. *Acta Materialia*, 1996, vol.44, p1883
- [Ringer 1997 a] S.P. Ringer, K. Hono, T. Sakurai et al. *Scripta Materialia*, 1997, vol.36, p517
- [Ringer 1997 b] S.P. Ringer, T. Sakurai et I.J. Polmear. *Acta Materialia*, 1997, vol.45, p3731
- [Ringer 1998] S.P. Ringer, S.K. Caraher et I.J. Polmear. *Scripta Materialia*, 1998, vol.39, p1559
- [Robson 2003] J.D. Robson, M.J. Jones et P.B. Prangnell. *Acta Materialia*, 2003, vol.51, p1453
- [Rosenbaum 1958] H.S. Rosenbaum et D. Turnbull. *Acta Metallurgica*, 1958, vol.6, p653
- [Rosenbaum 1959] H.S. Rosenbaum et D. Turnbull. *Acta Metallurgica*, 1959, vol.7, p664
- [Russel 1972] K.C. Russel et L.M. Brown. *Acta Metallurgica*, 1972, vol.20, p969
- [Russell 1999] M.J. Russell et H.R. Shercliff. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding*, Thousand Oaks, California, USA, June 1999
- [Ryu 2002] J.H. Ryu et D.N. Lee. *Materials Science and Engineering*, 2002, vol.A336, p225

- [**Sakai 1984**] T. Sakai et J.J. Jonas. *Acta Metallurgica*, 1984, vol.32, p189
- [**Sato 1999**] Y.S. Sato, H. Kokawa, K. Ikeda et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999, vol.30A, p3125
- [**Sato 2001a**] Y.S. Sato, H. Kokawa, K. Ikeda, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001, vol.32A, p941
- [**Sato 2001b**] Y.S. Sato et H. Kokawa. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001, vol.32A, p3033
- [**Sato 2001c**] Y.S. Sato et H. Kokawa. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001, vol.32A, p3023
- [**Seidel 2001**] T.U. Seidel et A.P. Reynolds. *Metallurgical and materials transactions A*, 2001, vol.32A, p2879
- [**Shercliff 2001**] H.R. Shercliff et P.A Colegrove. *Presented at 6th International Conference on Numerical Analysis of Weldability Graz-Seggau, Austria 2001*
- [**Shih 1996**] H.C. Shih, N.J. Ho et J.C. Huang. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1996, vol.27A, p2479
- [**Silcock 1960**] J. Silcock. *Journal of the Institute of Metals*, 1960-1961, vol.89, p203
- [**Skrotzki 2001**] B. Skrotzki et J. Mucken. *Proceedings from Materials Solutions Conference, Indianapolis, IN, ASM International, November 2001*
- [**Strangwood 1999**] M. Strangwood, J.E. Berry, D.P. Cleugh, et al. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [**Solberg 1989**] J.K. Solberg, H.J. Mc Queen, N. Ryum et al. *Philosophical Magazine A*, 1989, vol.60, p447
- [**Su 2003**] J.Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra et al. *Acta Materialia*, 2003, vol.51, p713
- [**Svensson 1999**] L.E. Svensson et L. Karlsson. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [**Tsuzaki 1996**] K. Tsuzaki, H. Xiaoxu et T. Maki. *Acta Materialia*, 1996, vol.44, p4491
- [**TWI**] <http://www.twi.co.uk/j32k/unprotected/>
- [**Verdier 1996**] *Thèse de Docteur INP Grenoble 1996*
- [**von Strombeck 1999**] A. von Strombeck, J.F. dos Santos, F. Torster, et al. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*
- [**Wilson 1965**] R.N. Wilson et P.G. Partridge. *Acta Metallurgica*, 1965, vol.13, p1321
- [**Wolverton 2001**] C. Wolverton. *Acta Materialia*, 2001, vol.49, p3129
- [**Yan 1990**] J. Yan, L. Chunzhi, Y. Minggao. *Journal of Materials Science Letters*, 1990, vol.9, p421
- [**Yuh 1999**] B. Yuh, J. Chao et X. Qi. *Proc. 1st International on Friction Stir Welding, Thousand Oaks, California, USA, June 1999*

[Zahra 1998] A.M. Zahra, C.Y. Zahra, C.A. Charaï et al. *Scripta Materialia*, 1998, vol.39, p1553

[Zahra 2002] A.M. Zahra et C.Y. Zahra. *Philosophical Magazine Letters*, 2002, vol.82, p9

[Zurob 2002] H.S. Zurob, C.R. Hutchinson, Y. Bréchet et al. *Acta Materialia*, 2002, vol.50, p3075

Annexe 1 Précipitation dans les AlCuMg

A Les différentes phases en présence

A-1 Intermétalliques

Durant la solidification, il y a formation de composés intermétalliques. Ces particules ont une influence non négligeable sur la recristallisation et donc sur la taille de grain. Elles contiennent souvent les éléments Al, Fe, Mn. Les intermétalliques peuvent aussi jouer le rôle de sites pour la précipitation hétérogène et donc induire la formation d'une zone appauvrie en soluté autour d'eux, appelée PFZ ou precipitate free zone.

A-2 Dispersoïdes

Les alliages peuvent contenir une fine distribution de dispersoïdes. Ces particules sont incohérentes avec la matrice et contiennent les éléments Mn, Fe, Cr, et Zr. Elles se forment durant la déformation à chaud et mesurent entre 10 et 100nm. Elles retardent la recristallisation et la croissance des grains en ancrant les joints de grains et peuvent aussi jouer le rôle de sites de précipitation hétérogène.

A-3 Précipitation durcissante

Les précipités durcissants améliorent les propriétés mécaniques de l'alliage. Ils se forment à partir des éléments d'alliage (ici Cu et Mg) et à assez basse température. Ils peuvent être remis en solution par un traitement thermique, dans le cas de l'alliage 2024 les conditions sont de 1h à 520°C.

B Séquence générale de la précipitation dans les alliages d'aluminium

B-1 Solution solide sursaturée

Après une remise en solution totale des atomes de soluté, l'alliage est trempé pour empêcher la décomposition de la solution en précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en éléments d'alliage et en lacunes.

B-2 Zones GP

La solution solide sursaturée est métastable. Durant la maturation à température ambiante, l'alliage se durcit progressivement et la solution solide se décompose pour former de petits agglomérats d'atomes de soluté (les zones Guinier - Preston ou zones GP) en très grand nombre (10^{17} à 10^{18} /cm³) [Dubost].

B-3 Précipités de transition

Un revenu (100 à 200°C) dissout les zones GP et permet la précipitation de particules très fines (2 à 50nm) et très nombreuses (10^{16} à 10^{17} /cm³) qui durcit l'alliage à son maximum. Ces précipités sont des composés intermétalliques métastables ou précipités de transition qui

possèdent un réseau cristallin et une composition chimique propre, par exemple θ'' et θ' pour les alliages Al-Cu.

B-4 Composé intermétallique d'équilibre

La précipitation du composé intermétallique d'équilibre appauvrit au maximum la matrice en soluté. Ce stade n'est souvent possible que lors d'un sur-revenu. L'alliage connaît alors un adoucissement dû à la coalescence des précipités.

C Précipitation dans l'alliage 2024

C-1 Séquence de précipitation

La phase durcissante qui précipite dans les alliages AlCuMg dépend de la quantité de cuivre et du rapport massique cuivre/magnésium ainsi que des paramètres de vieillissement. Si ce rapport est supérieur à 8, l'agent durcissant est alors Al_2Cu . Dans un alliage avec un rapport compris entre 4 et 8 les deux types de précipités sont activés (Al_2Cu et Al_2CuMg). Entre 4 et 1,5 seul Al_2CuMg contrôle les propriétés et en dessous de cette proportion les propriétés dépendent de Al_6CuMg_4 [Mondolfo 1976]. Pour notre étude ce rapport est proche de 2,7, par conséquent la phase d'équilibre de notre alliage est la phase S, Al_2CuMg , qui fut étudiée dès 1943 [Perlitz 1943] (Fig.1).

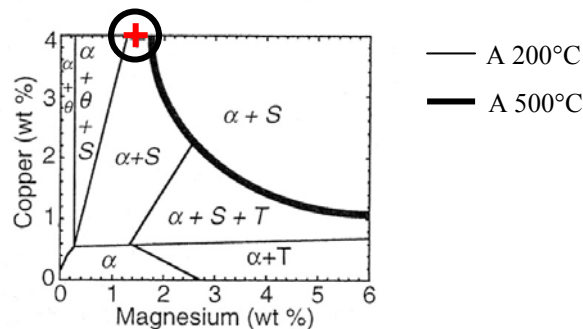


Fig.1 Diagramme de phase d'un alliage ternaire AlCuMg
(la croix marque la position de notre alliage)

La première séquence de précipitation de la phase S fut établie par Bagaryatskii [Bagaryatskii 1952 a et b] :

Solution solide sursaturée $\alpha \rightarrow$ zones GPB \rightarrow Phase S'' \rightarrow Phase S' \rightarrow Phase S

avec zones GPB pour zones de Guinier-Preston-Bagaryatskii. Ce nom fut donné par Bagaryatskii pour différencier les clusters d'atomes observés dans les alliages ternaires AlCuMg, des zones Guinier-Preston se formant dans les alliages binaires Al-Cu.

Cette séquence de précipitation est à l'heure actuelle encore très controversée.

C-2 Zones GPB

Pour une température proche de 80°C, il y a formation de zones GPB qui se dissolvent à 200°C. La structure des zones GPB n'a pas été définitivement établie mais il est généralement admis qu'elles se composent d'un arrangement d'atomes de Cu, Al et Mg (Fig.2).

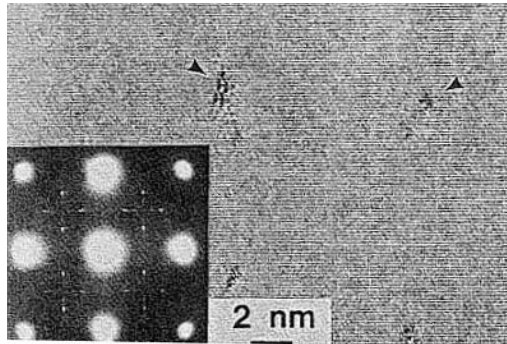


Fig.2 Image de zones GPB en HREM et cliché de diffraction associé Al-1,1Cu-1,7Mg-0,1Ag (at %) [Ringer 1997b]

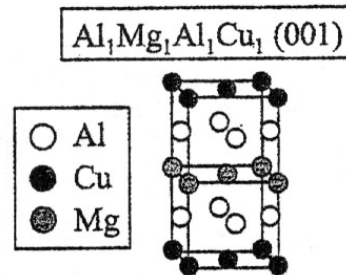


Fig.3 Structure cristallographique d'une zone GPB composé de plan de cuivre de magnésium et d'aluminium intercalés [Wolverton 2001]

En s'appuyant sur une étude en diffusion des rayons X aux petits angles, Gomiero [Gomiero 1991] représente les zones GPB comme étant une succession de plans $\{100\}_\alpha$ quasi purs de cuivre et des plans $\{100\}_\alpha$ riches en magnésium. Pour Mondolfo [Mondolfo 1976] la ségrégation des atomes de soluté se ferait sur les plans $\{210\}_\alpha$. Charai [Charai 2000] propose plutôt une structure monocouche cohérente selon $\{001\}_\alpha$ avec une largeur de 4nm et une épaisseur de 0,2nm. Par des calculs d'enthalpie de formation, Wolverton [Wolverton 2001] confirme la possibilité d'avoir les deux types de modèles (Fig.3).

En s'appuyant sur des clichés de diffraction X, Gerold et Haberkon [Gerold 1959] proposent un modèle basé sur une maille tétragonale du type AuCuI contrairement à Mondolfo qui présente une maille orthorhombique, avec comme paramètre $a = 0,4$ nm, $b = 0,906$ nm et $c = 0,725$ nm (Fig.4). Cette structure se rapproche beaucoup de la structure de la phase stable S.

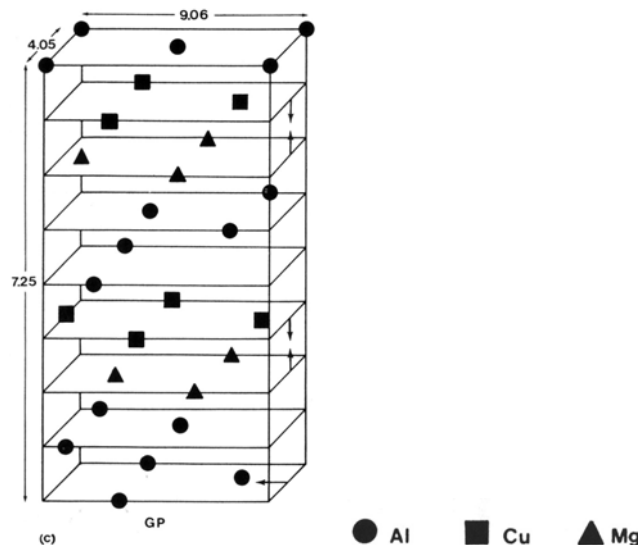


Fig.4 Structure cristallographique orthorhombique d'une zone GPB [Mondolfo 1976]

D'autres auteurs décrivent les zones GPB comme des cylindres, ou bâtonnets, allongés selon des directions $\langle 100 \rangle_\alpha$ [Silcock 1960] [Ringer 1997b] [Reich 1999]. D'après Silcock [Silcock 1960], les zones GPB précipitent sur les plans $\{100\}_\alpha$ et ont un diamètre de 1 à 2 nm et une longueur comprise entre 4 et 8 nm. Pour Ringer [Ringer 1997b] les zones développeraient des facettes parallèles aux plans $\{102\}_\alpha$ et $\{011\}_\alpha$.

C-3 Phases métastables S''

Après la formation des zones GPB, il est fait référence à deux phases métastables S'' et S', précurseurs de la phase stable S. Cependant la séquence de précipitation n'est pas encore clairement établie. Des doutes sont portés quant à l'existence même d'une phase S'' qui serait antérieure à la formation de la phase métastable S'. Selon Bagaryatskii [Bagaryatskii 1952a et b], Cuisiat [Cuisiat 1984], Ratchev [Ratchev 1998], Zahra [Zahra 1998] et Charaï [Charaï 2000], il y a coexistence des phases S'' et S'. Cuisiat constate que la phase S'' se trouve sous forme d'aiguille le long des directions $\langle 001 \rangle_\alpha$ (Fig.5). D'après Zahra, cette phase mesurerait 10 nm de large et quelques dizaines de nm de long.

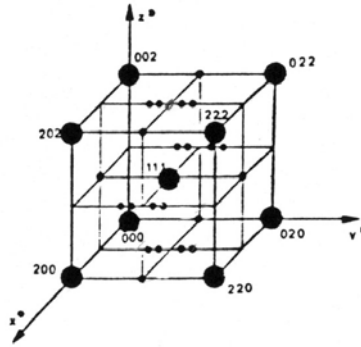


Fig.5 Réseau réciproque de la phase S'' proposé par Cuisiat [Cuisiat 1984]

A l'opposé, Silcock [Silcock 1960], Wilson et Partridge [Wilson 1965], Jena [Jena 1989], Shih [Shih 1996] et Ringer [Ringer 1997a et b et 1998] ne remarquent pas de précipités S'' mais une simple mise en ordre des zones GPB que l'on nomme parfois GPB2. Sur les courbes de DSC d'un alliage Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) trempé après mise en solution, il apparaît deux bosses dans le premier pic de dissolution (Fig.6). Le point B est attribué à la dissolution des zones GPB. Pour certains auteurs, le pic C est due à la dissolution de la phase S'' tandis que pour Shih s'est la dissolution des zones GPB2. Jena propose plutôt une dissolution de complexes zones GPB – dislocations.

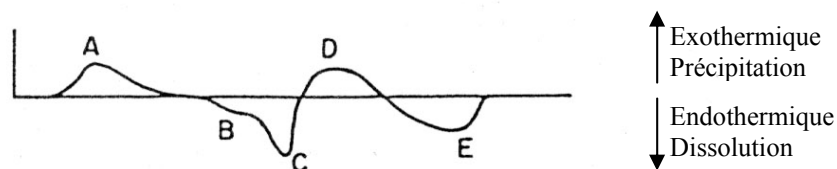


Fig.6 Diagramme DSC d'un Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) après mise en solution [Jena 1989]

C-4 Les phases S' et S

C-4-1 Structures cristallographiques des phases S' et S

Quasiment tous les auteurs considèrent que la phase S' est une version un peu distordue de la phase S. Gupta [Gupta 1987] montre que les structures cristallographiques des phases S' et S sont les mêmes et que seuls les paramètres de maille sont légèrement différents. La transformation de S' en S provoque une perte de cohérence avec la matrice (Fig. 7-8).

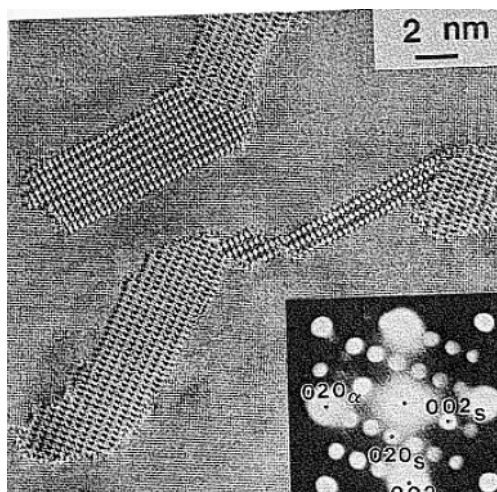


Fig.7 HREM Précipités S et cliché de diffraction associé Al-1,1Cu-1,7Mg-0,1Ag (at %) vieilli 500h à 150°C (pic de dureté) [Ringer 1997b]

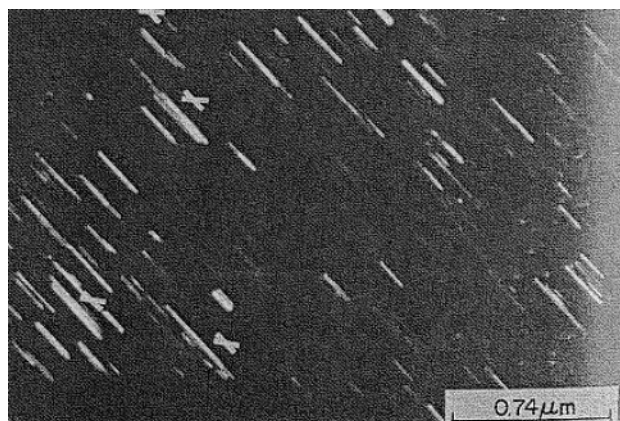


Fig.8 Champ sombre d'un alliage Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) vieilli 7 jours à 190°C [Gupta 1987]

Plusieurs modèles ont été proposés pour définir la maille cristallographique de la phase S'(S). Certains sont récapitulés dans le *Tableau.1*. Perlitz et Westgren [Perlitz 1943] proposent une maille contenant 16 atomes avec la répartition Al:Cu:Mg = 2:1:1. La maille est orthorhombique de groupe d'espace Cmc₂m avec comme paramètres a=0,4nm b=0,923nm et c=0,714nm (Fig.10). Les positions atomiques ont été définies par diffraction des rayons X et le volume atomique de cette structure n'est inférieur que de 0,43% à celui de la matrice. Mondolfo [Mondolfo 1976] garde le même modèle, cependant les positions atomiques sont très différentes (Fig.9) et les paramètres de maille varient un peu. Néanmoins, Majimel [Majimel 2002] constate une erreur au niveau des symétries propres à la maille orthorhombique dans le modèle de Mondolfo.

Radmilovic [Radmilovic 1999] utilise des images MEHR simulées à partir du modèle de Perlitz et Westgren. Il s'aperçoit que les images observées correspondent mieux aux images calculées en interchangeant des atomes de Cu et des atomes de Mg (Fig.10).

Yan [Yan 1990] propose un modèle complètement différent avec une maille orthorhombique de groupe d'espace Pmm2 et contenant 4 atomes par maille selon la proportion Al:Cu:Mg = 2:1:1. Les paramètres de maille diffèrent principalement pour b (Fig.11).

Auteurs	maille	Proportion	atomes/maille	Paramètres
Perlitz [Perlitz 1943]	Orthorombique Cmcm	Al:Cu:Mg = 2:1:1	16	a=0,4nm b=0,923nm c=0,714nm
Mondolfo [Mondolfo 1976]	Orthorombique Cmcm	Al:Cu:Mg = 2:1:1	16	a=0,401nm b=0,925nm c=0,715nm
Radmilovic [Radmilovic 1999]	Orthorombique Cmcm	Al:Cu:Mg = 2:1:1	16	a=0,403nm b=0,930nm c=0,708nm
Yan [Yan 1990]	Orthorombique Pmm2	Al:Cu:Mg = 2:1:1	4	a=0,4nm b=0,461nm c=0,718nm
Cuisiat [Cuisiat 1984]	Orthorombique Im2m	Al:Cu:Mg = 4:2:2	8	a=0,401nm b=0,925nm c=0,715nm

Tab.1 Récapitulatif des différents modèles de maille cristallographique proposés pour la phase S'(S)

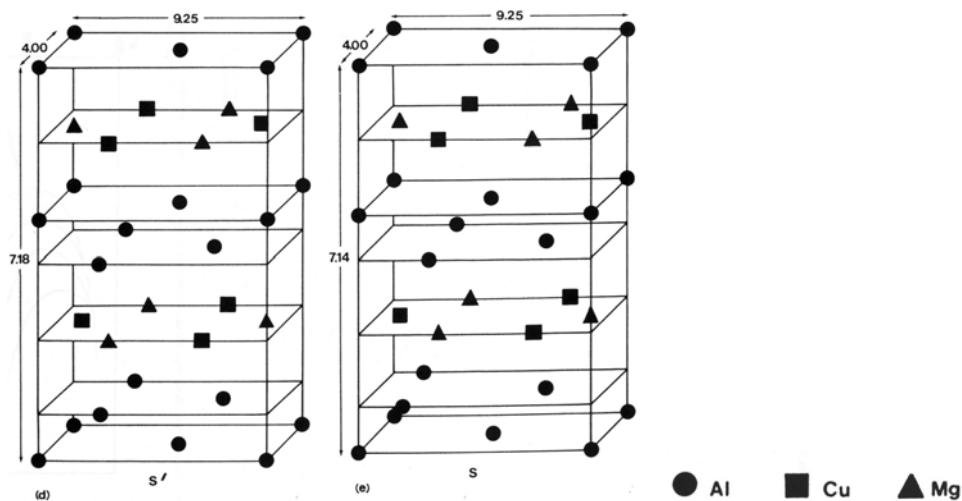


Fig.9 Structure cristallographique de la phase S' et S [Mondolfo 1976]

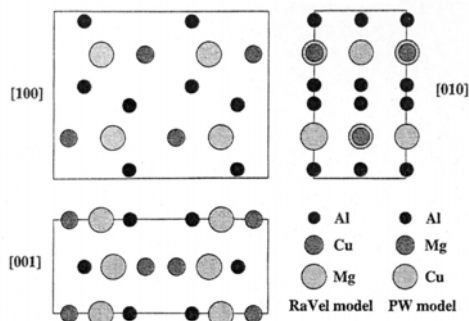


Fig.10 Comparaison des structures cristallographiques de la phase S [Radmilovic 1999]

PW est le modèle de Perlitz et Westgren
Ra Vel est le modèle de Radmilovic et co-auteurs

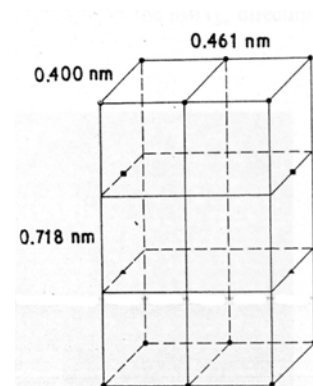


Fig.11 Structure cristallographique de la phase S' [Yan 1990]

Afin de valider un modèle, des études comparatives ont été menées. Pérez [Pérez 1997] s'est intéressé aux modèles de Mondolfo, de Cuisiat et de Yan. Pour cela il a comparé les spectres de diffraction X d'un alliage Al-2,1Cu-1,35Mg (pds %) avec les spectres simulés des structures cristallographiques proposées par les différents auteurs. Pérez constate que le modèle le plus représentatif est celui de Mondolfo car le spectre simulé obtenu est très proche du spectre expérimental.

Une seconde étude a été menée par Wolverton [Wolverton 2001] sur les structures de Perlitz et de Radmilovic. Le modèle de Perlitz donne une enthalpie de formation négative tandis que les changements opérés dans le modèle de Radmilovic conduit à une enthalpie de formation positive. Par conséquent la phase S d'écrite par Radmilovic est instable et le modèle de Perlitz est conforté.

C-4-2 Relations d'orientation des phases S' et S avec la matrice

Les précipités S' et S ayant une structure très proche et peu différenciable, il est coutume de noter la phase S'(S). Les précipités de phase S'(S) se présentent sous forme de lattes sur les plans $\{012\}_\alpha$ et allongées le long des directions $\langle 001 \rangle_\alpha$ de la matrice. Les relations d'orientations sont [Bagaryatskii 1952] [Silcock 1960] [Wilson 1965]:

$[100]_{S'} // [100]_\alpha$ le long de la latte

$[010]_{S'} // [0-21]_\alpha$ et $[001]_{S'} // [012]_\alpha$ (Fig.12)

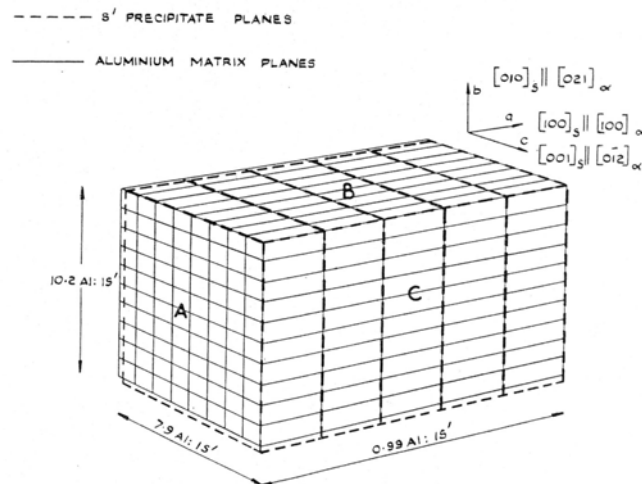


Fig.12 Schémas montrant la périodicité des plans d'aluminium et de la phase S' [Wilson 1965]

A partir de ces relations d'orientation, Gupta [Gupta 1987] calcule un modèle de cliché de diffraction (Fig.13) et le compare à ceux obtenus par MET (Fig.14). Les deux diagrammes de diffraction sont concordants, ce qui conforte les relations d'orientations précédentes.

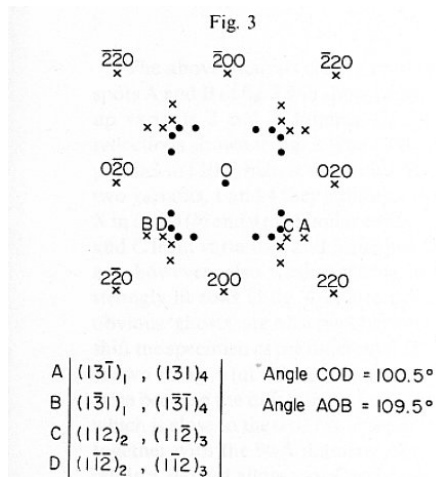


Fig.13 Cliché de diffraction en axe $[001]_\alpha$ calculé. Les croix représentent les premières réflexions et les cercles des points de double diffraction [Gupta 1987]

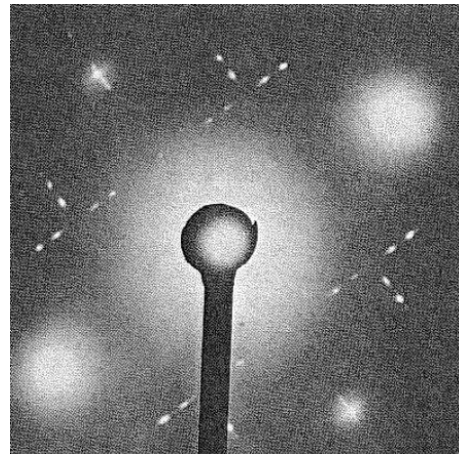


Fig.14 Cliché MET de diffraction en axe $[001]_\alpha$ Al-1,53Cu-0,79Mg (pds %) vieilli 7 jours à 190°C [Gupta 1987]

Radmilovic [Radmilovic 1999] constate l'existence d'un second type de précipités (Fig.15) dont les relations d'orientations sont les suivantes :

$$[100]_s // [100]_\alpha \quad [010]_s // [01-2]_\alpha \quad [002]_s // \frac{1}{2}[073]_\alpha$$

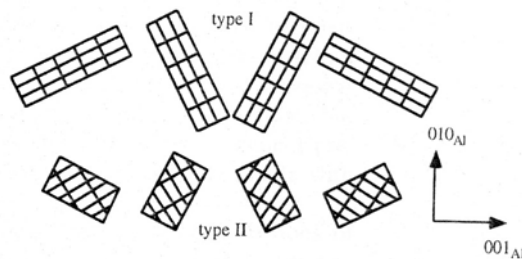


Fig.15 Illustration schématique des différents variants des deux types de précipités le long de l'axe de zone $[001]_\alpha$ [Radmilovic 1999]

C-5 Séquences de précipitation des AlCuMg

C-5-1 Premiers stades de durcissement

La courbe de durcissement d'un alliage d'aluminium AlCuMg, remis en solution solide, en fonction du temps de maintien pour une température comprise entre 150°C et 200°C se compose de deux étapes (Fig.16). La première montée en dureté se fait rapidement (1 minute) et représente 60 à 70% du durcissement total observé dans cet alliage. Puis la dureté reste constante pendant une certaine d'heures suivie par un second pic. Les causes microstructurales à l'origine de ces durcissements restent encore très controversées.

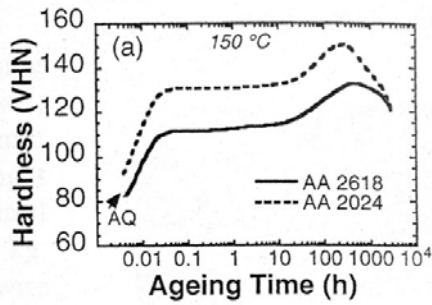


Fig.16 Evolution de la dureté lors d'un maintien en température à 150°C pour les alliages 2618 et 2024 [Ringer 1997b]

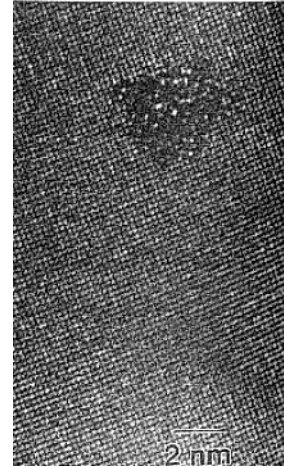


Fig.17 Image en HREM d'un co-cluster riche en Cu et Mg (Al-2,01Cu-1,06Mg (pds %)) [Radmilovic 1989]

Depuis Silcock [Silcock 1960], le premier stade de durcissement est attribué à la formation de zones GPB et le second pic à la précipitation de la phase S'(S). Cette proposition est soutenue par Cuisiat, Jena et Abis [Cuisiat 1984] [Jena 1989] [Abis 2001] qui s'appuient sur une étude de DSC et des observations MET.

Récemment, plusieurs auteurs ont mis en évidence la formation de clusters riches en Cu et d'autres riches en Mg, dès le début du vieillissement [Ringer 1996, 1997a et b, 1998] [Reich 1999] [Zahra 1998 et 2002] [Charai 2000]. C'est la formation de co-clusters Cu-Mg qui expliquerait l'augmentation rapide de la dureté pendant les premiers stades de vieillissement (Fig.17). Pour Reich et co-auteurs [Reich 1999] le premier stade de durcissement serait plutôt lié à l'interaction entre les atomes de soluté et les lacunes car la dureté du premier stade augmente avec l'introduction d'une déformation (Fig.18). Ces ensembles bloqueraient le mouvement des dislocations provoquant un durcissement. Les co-clusters se formeraient durant le plateau de dureté.

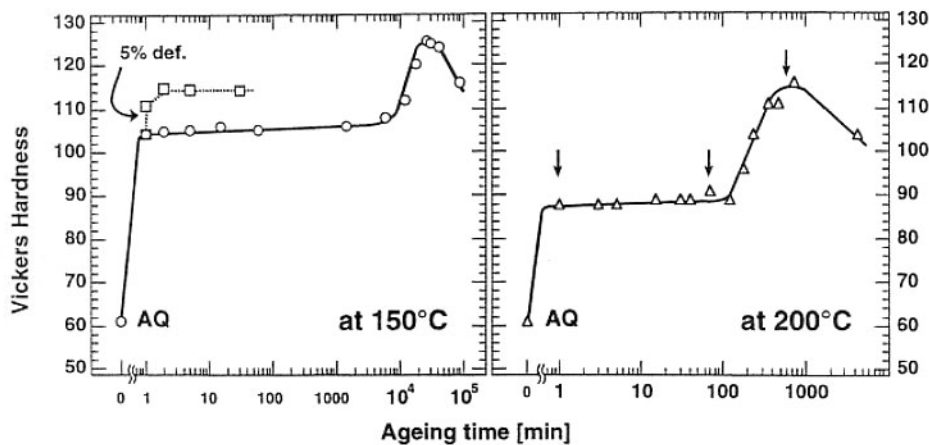


Fig.18 Evolution de la dureté d'un Al-1,1Cu-1,7Mg (pds) recuit à 150°C et 200°C [Reich 1999]

Ringer et Reich [Ringer 1996, 1997a et b, 1998] [Reich 1999] s'accordent à dire que le second stade de durcissement est provoqué par la présence d'une fine dispersion de zones GPB, considérant que la précipitation des phases S'', S' et S ne participe pas au durcissement. Cependant, Zahra et Charaï [Zahra 1998 et 2002] [Charaï 2000] prouvent par DSC la présence de zones GPB dès les premiers stades de vieillissement. Les zones GPB seraient trop petites pour être détectées immédiatement par HRTEM ce qui expliquerait que Ringer n'ait pu les observer avant 100h à 150°C. Ces zones seraient la cause du premier stade de durcissement. Le second pic de dureté est alors attribué à la précipitation de la phase S'' et S'. D'après Ratchev et co-auteurs [Ratchev 1998] les zones GPB seraient bien présentes durant le premier stade de durcissement mais leur contribution serait négligeable face à celle de la phase S'' qui germerait sur les dislocations. Cette interaction précipités S'' et dislocations empêcherait le mouvement de ces dernières.

En conclusion, il y a deux principales théories :

Premier pic : co-clusters Second pic : zones GPB [Ringer 1996, 1997a et b, 1998] [Reich 1999]

Premier pic : zones GPB Second pic : précipités S' et S'' [Silcock 1960] [Cuisiat 1984] [Jena 1989] [Abis 2001] [Zahra 1998 et 2002] [Charaï 2000]

C-5-2 Mode de précipitation des phases S'', S' et S

Il existe deux théories sur la précipitation des phases S'', S' et S : pour certains ces différentes phases germeraient sur les zones GPB tandis que pour d'autres auteurs ces phases naissent directement dans la matrice de façon hétérogène.

Radmilovic, Wilson et Partridge, Reich et Charaï [Radmilovic 1989 et 1999] [Wilson 1965] [Reich 1998] [Charaï 2000] ont montré que la phase S' précipitait de façon hétérogène sur les co-clusters de Cu et Mg ou sur les dislocations qui se comporteraient comme des pièges à lacunes et à atomes de solutés. Radmilovic précise que le degré d'ordre peut être différent d'un cluster à un autre ce qui serait à l'origine de la germination de la phase S'. Cette phase précipite aussi au niveau des sous joints et des joints de grains (Fig.19). Au contraire, à partir d'une étude par diffusion des RX aux petits angles, Gomiero et co-auteurs montrent que la phase S' précipite principalement de façon homogène dans la matrice [Gomiero 1991].

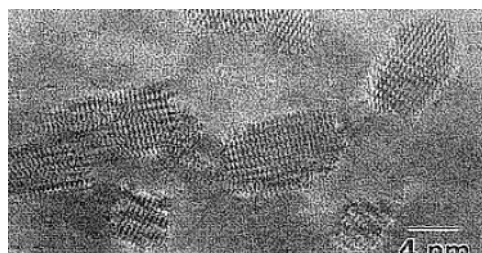


Fig.19 HREM Précipités S' au niveau d'un sous joint de grain
Al-2,01Cu-1,06Mg (pds %) [Radmilovic 1989]

Shih et Charaï [Shih 1996] [Charaï 2000] démontre que les précipités S' et S ne sont pas issus des zones GPB ou GPB2. Il y aurait donc deux séquences de précipitation en parallèle, l'une axée sur les zones GPB et l'autre sur les précipités S'(S).

C-5-3 Séquences de précipitation

De plus en plus d'auteurs s'accordent pour dire que la séquence de précipitation des alliages du type 2024 se divise en deux. D'un côté la précipitation de la phase S'' ou GPB2 découlant des zones GPB et de l'autre la précipitation de la phase S'(S).

Solution solide sur-saturée $\alpha \rightarrow \text{GPB} \rightarrow \text{GPB2 ou S''}$ [Shih 1996]

Solution solide sur-saturée $\alpha \rightarrow \text{S}' \rightarrow \text{S}$

Par rapport à Shih, Charaï [Charaï 2000] considère que la phase S' serait issue de clusters riches en cuivre et en magnésium et non directement de la solution solide.

Solution solide sur-saturée $\alpha \rightarrow \text{GPB} \rightarrow \text{S''}$ [Charaï 2000]

Solution solide sur-saturée $\alpha \rightarrow \text{clusters} \rightarrow \text{S}' \rightarrow \text{S}$

Pour Zahra [Zahra 2002], les clusters se composent de deux familles, ceux riches en cuivre qui participe à la formation des précipités S'' et ceux riches en magnésium qui aboutissent à la précipitation de S' et S.

Solution solide sur-saturée $\alpha \rightarrow \text{clusters riches en cuivre} \rightarrow \text{GPB} \rightarrow \text{S''}$ [Zahra 2002]

Solution solide sur-saturée $\alpha \rightarrow \text{clusters riches en magnésium} \rightarrow \text{S}' \rightarrow \text{S}$

D'autres séquences de précipitation ont été proposées mais ne seront pas exposées.

D Précipitation hétérogène

D-1 Précipitation sur dislocations

Les dislocations sont des sites privilégiés de la précipitation car un germe qui se forme sur une dislocation diminue l'énergie élastique due au champ de déformation lié à cette dislocation. De plus, la diffusion de lacunes et de soluté se fait plus rapidement et la dislocation accommode la différence de maille entre le précipité et la matrice.

A forte sursaturation, la germination homogène se fait rapidement et donc il n'y a pas vraiment de différence de taille entre la précipitation homogène et hétérogène. Cependant, les précipités qui germent sur des dislocations peuvent être d'un autre type que les précipités homogènes.

Dans notre étude, l'alliage peut être fortement déformé dans certaines zones et donc présenter de la précipitation hétérogène sur dislocations.

D-2 Précipitation aux joints de grain

Les précipités germant aux joints de grain sont dans un état énergétique moindre que ceux germant de façon homogène. La précipitation hétérogène de particules incohérentes de phases intermétalliques d'équilibre (aux joints de grain) et celles de phases métastables semi cohérentes (aux joints de sous grains) provoquent le drainage du soluté le long des interfaces ayant servi de sites de germination. Cela conduit à un gradient de concentration en soluté favorisant la formation de zones dénudées en précipités même à basse température. Dans les zones trop appauvries, la sursaturation en soluté peut alors devenir insuffisante, à une température de revenu donnée, pour permettre la germination homogène des précipités

métastables (Fig.20). Cette zone appauvrie en soluté et en lacunes s'appelle la PFZ ou precipitate free zone.

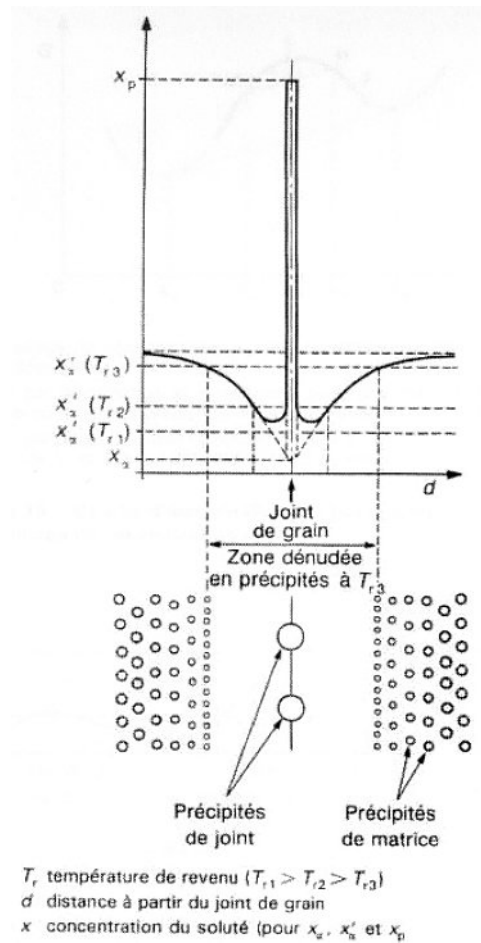


Fig.20 Création d'une zone appauvrie en soluté au niveau d'un joint de grain [Dubost]

Pour éviter la formation de la PFZ il existe plusieurs méthodes :

- L'addition d'éléments modifie la structure des précipités qui peuvent germer de façon cohérente et ne pas demander de lacunes.
- Une déformation plastique avant le vieillissement produit des sites dans la PFZ où les précipités peuvent germer [Rosenbaum 1958-1959].
- L'addition d'éléments qui stabilise les amas de lacunes près des joints de grains.

D-3 Précipitation sur intermétalliques ou dispersoïdes

Les intermétalliques sont des sites privilégiés de la germination grâce à la structure atomique qui existe à l'interface ou plus fréquemment au fait qu'un élément rentrant dans la précipitation se trouve en forte concentration.

Annexe 2 Modélisation d'un joint 2024 T351 durant un essai de traction (CASTEM)

opti echo 1;

=====

* CALCUL DE SOUDURES ELASTOPLASTIQUE 3D

=====

OPTI DIME 3;

* OPTI MODE PLAN DEFO ;

* OPTI MODE PLAN CONT ;

OPTI ELEM cu20 ;

*-----|

* PARAMETRES D'AFFICHAGE

*-----|

graph0 = '0' ;

dess0 = 'O' ;

*-----|

* DEFINITION DES YEUX

*-----|

OEILX = (50000. 0. 0.);

OEILY = (0. 50000. 0.);

OEILZ = (0. 0. 50000.);

OEIL3D = (10000. 20000. 30000.);

*-----|

* DEFINITION DE LA GEOMETRIE

* Unites = [mm]

*-----|

* L0 longueur totale

L0 = 50. ;

* h0 hauteur

h0 = 2. ;

* a0 petit cote de la soudure

*a0 = 2.5 ;

* b0 grand cote de la soudure

*b0= 4. ;

* Largeur

La = 6. ;

* densité du maillage

n1 = 4 ;

n2 = 40 ;

* Les points supports face vue

P1 = -25. 0. 0. ;

P2 = -19. 0. 0. ;

P3 = -12 0. 0. ;

$P4 = -8. 0. 0. ;$
 $P5 = -5.5 0. 0. ;$
 $P6 = -3.4 0. 0. ;$
 $P7 = 3.045 0. 0. ;$
 $P8 = 5.875 0. 0. ;$
 $P9 = 8. 0. 0. ;$
 $P10 = 12. 0. 0. ;$
 $P11 = 17. 0. 0. ;$
 $P12 = 25. 0. 0. ;$

$P13 = 25. h0 0. ;$
 $P14 = 17. h0 0. ;$
 $P15 = 12. h0 0. ;$
 $P16 = 8. h0 0. ;$
 $P17 = 5.875 h0 0. ;$
 $P18 = 3.045 h0 0. ;$
 $P19 = -3.4 h0 0. ;$
 $P20 = -5.5 h0 0. ;$
 $P21 = -8. h0 0. ;$
 $P22 = -12. h0 0. ;$
 $P23 = -19. h0 0. ;$
 $P24 = -25. h0 0. ;$

$P25 = 25. 0. La ;$
 $P26 = 17. 0. La ;$
 $P27 = 12. 0. La ;$
 $P28 = 8. 0. La ;$
 $P29 = 5.875 0. La ;$
 $P30 = 3.045 0. La ;$
 $P31 = -3.4 0. La ;$
 $P32 = -5.5 0. La ;$
 $P33 = -8. 0. La ;$
 $P34 = -12 0. La ;$
 $P35 = -19. 0. La ;$
 $P36 = -25. 0. La ;$

$P37 = -25. h0 La ;$
 $P38 = -19. h0 La ;$
 $P39 = -12. h0 La ;$
 $P40 = -8. h0 La ;$
 $P41 = -5.5 h0 La ;$
 $P42 = -3.4 h0 La ;$
 $P43 = 3.045 h0 La ;$
 $P44 = 5.875 h0 La ;$
 $P45 = 8. h0 La ;$
 $P46 = 12. h0 La ;$
 $P47 = 17. h0 La ;$
 $P48 = 25 h0 La ;$

* Les lignes

L1 = P1 'DROI' n1 P2 ;
 L2 = P2 'DROI' n1 P3 ;
 L3 = P3 'DROI' n1 P4 ;
 L4 = P4 'DROI' n1 P5 ;
 L5 = P5 'DROI' n1 P6 ;
 L6 = P6 'DROI' n1 P7 ;
 L7 = P7 'DROI' n1 P8 ;
 L8 = P8 'DROI' n1 P9 ;
 L9 = P9 'DROI' n1 P10 ;
 L10 = P10 'DROI' n1 P11 ;
 L11 = P11 'DROI' n1 P12 ;

L12 = P13 'DROI' n1 P14 ;
 L13 = P14 'DROI' n1 P15 ;
 L14 = P15 'DROI' n1 P16 ;
 L15 = P16 'DROI' n1 P17 ;
 L16 = P17 'DROI' n1 P18 ;
 L17 = P18 'DROI' n1 P19 ;
 L18 = P19 'DROI' n1 P20 ;
 L19 = P20 'DROI' n1 P21 ;
 L20 = P21 'DROI' n1 P22 ;
 L21 = P22 'DROI' n1 P23 ;
 L22 = P23 'DROI' n1 P24 ;

L23 = P1 'DROI' n1 P24 ;
 L24 = P2 'DROI' n1 P23 ;
 L25 = P3 'DROI' n1 P22 ;
 L26 = P4 'DROI' n1 P21 ;
 L27 = P5 'DROI' n1 P20 ;
 L28 = P6 'DROI' n1 P19 ;
 L29 = P7 'DROI' n1 P18 ;
 L30 = P8 'DROI' n1 P17 ;
 L31 = P9 'DROI' n1 P16 ;
 L32 = P10 'DROI' n1 P15 ;
 L33 = P11 'DROI' n1 P14 ;
 L34 = P12 'DROI' n1 P13 ;

L35 = P36 'DROI' n1 P35 ;
 L36 = P35 'DROI' n1 P34 ;
 L37 = P34 'DROI' n1 P33 ;
 L38 = P33 'DROI' n1 P32 ;
 L39 = P32 'DROI' n1 P31 ;
 L40 = P31 'DROI' n1 P30 ;
 L41 = P30 'DROI' n1 P29 ;
 L42 = P29 'DROI' n1 P28 ;
 L43 = P28 'DROI' n1 P27 ;
 L44 = P27 'DROI' n1 P26 ;
 L45 = P26 'DROI' n1 P25 ;

L46 = P48 'DROI' n1 P47 ;
 L47 = P47'DROI' n1 P46 ;
 L48 = P46 'DROI' n1 P45 ;
 L49 = P45 'DROI' n1 P44 ;
 L50 = P44 'DROI' n1 P43 ;
 L51 = P43 'DROI' n1 P42 ;
 L52 = P42 'DROI' n1 P41 ;
 L53 = P41 'DROI' n1 P40 ;
 L54 = P40 'DROI' n1 P39 ;
 L55 = P39 'DROI' n1 P38 ;
 L56 = P38 'DROI' n1 P37 ;

L57 = P36 'DROI' n1 P37 ;
 L58 = P35'DROI' n1 P38 ;
 L59 = P34 'DROI' n1 P39 ;
 L60 = P33 'DROI' n1 P40 ;
 L61 = P32 'DROI' n1 P41 ;
 L62 = P31 'DROI' n1 P42 ;
 L63 = P30 'DROI' n1 P43 ;
 L64 = P29 'DROI' n1 P44 ;
 L65 = P28 'DROI' n1 P45 ;
 L66 = P27 'DROI' n1 P46 ;
 L67 = P26 'DROI' n1 P47 ;
 L68 = P25 'DROI' n1 P48 ;

L69 = P24 'DROI' n1 P37 ;
 L70 = P23'DROI' n1 P38 ;
 L71 = P22 'DROI' n1 P39 ;
 L72 = P21 'DROI' n1 P40 ;
 L73 = P20 'DROI' n1 P41 ;
 L74 = P19 'DROI' n1 P42 ;
 L75 = P18 'DROI' n1 P43 ;
 L76 = P17 'DROI' n1 P44 ;
 L77 = P16 'DROI' n1 P45 ;
 L78 = P15 'DROI' n1 P46 ;
 L79 = P14 'DROI' n1 P47 ;
 L80 = P13 'DROI' n1 P48 ;

L81 = P36 'DROI' n1 P1 ;
 L82 = P35'DROI' n1 P2 ;
 L83 = P34 'DROI' n1 P3 ;
 L84 = P33 'DROI' n1 P4 ;
 L85 = P32 'DROI' n1 P5 ;
 L86 = P31 'DROI' n1 P6 ;
 L87 = P30 'DROI' n1 P7 ;
 L88 = P29 'DROI' n1 P8 ;
 L89 = P28 'DROI' n1 P9 ;
 L90 = P27 'DROI' n1 P10 ;
 L91 = P26 'DROI' n1 P11 ;
 L92 = P25 'DROI' n1 P12 ;

* Les plans

surf1 = DALL L1 L24 L22 (INVE L23) ;
 surf2 = DALL L2 L25 L21 (INVE L24) ;
 surf3 = DALL L3 L26 L20 (INVE L25) ;
 surf4 = DALL L4 L27 L19 (INVE L26) ;
 surf5 = DALL L5 L28 L18 (INVE L27) ;
 surf6 = DALL L6 L29 L17 (INVE L28) ;
 surf7 = DALL L7 L30 L16 (INVE L29) ;
 surf8 = DALL L8 L31 L15 (INVE L30) ;
 surf9 = DALL L9 L32 L14 (INVE L31) ;
 surf10 = DALL L10 L33 L13 (INVE L32) ;
 surf11 = DALL L11 L34 L12 (INVE L33) ;

surf12 = DALL L35 L58 L56 (INVE L57) ;
 surf13 = DALL L36 L59 L55 (INVE L58) ;
 surf14 = DALL L37 L60 L54 (INVE L59) ;
 surf15 = DALL L38 L61 L53 (INVE L60) ;
 surf16 = DALL L39 L62 L52 (INVE L61) ;
 surf17 = DALL L40 L63 L51 (INVE L62) ;
 surf18 = DALL L41 L64 L50 (INVE L63) ;
 surf19 = DALL L42 L65 L49 (INVE L64) ;
 surf20 = DALL L43 L66 L48 (INVE L65) ;
 surf21 = DALL L44 L67 L47 (INVE L66) ;
 surf22 = DALL L45 L68 L46 (INVE L67) ;

surf23 = DALL L22 L69 (INVE L56) (INVE L70) ;
 surf24 = DALL L21 L70 (INVE L55) (INVE L71) ;
 surf25 = DALL L20 L71 (INVE L54) (INVE L72) ;
 surf26 = DALL L19 L72 (INVE L53) (INVE L73) ;
 surf27 = DALL L18 L73 (INVE L52) (INVE L74) ;
 surf28 = DALL L17 L74 (INVE L51) (INVE L75) ;
 surf29 = DALL L16 L75 (INVE L50) (INVE L76) ;
 surf30 = DALL L15 L76 (INVE L49) (INVE L77) ;
 surf31 = DALL L14 L77 (INVE L48) (INVE L78) ;
 surf32 = DALL L13 L78 (INVE L47) (INVE L79) ;
 surf33 = DALL L12 L79 (INVE L46) (INVE L80) ;

surf34 = DALL L35 L82 (INVE L1) (INVE L81) ;
 surf35 = DALL L36 L83 (INVE L2) (INVE L82) ;
 surf36 = DALL L37 L84 (INVE L3) (INVE L83) ;
 surf37 = DALL L38 L85 (INVE L4) (INVE L84) ;
 surf38 = DALL L39 L86 (INVE L5) (INVE L85) ;
 surf39 = DALL L40 L87 (INVE L6) (INVE L86) ;
 surf40 = DALL L41 L88 (INVE L7) (INVE L87) ;
 surf41 = DALL L42 L89 (INVE L8) (INVE L88) ;
 surf42 = DALL L43 L90 (INVE L9) (INVE L89) ;
 surf43 = DALL L44 L91 (INVE L10) (INVE L90) ;
 surf44 = DALL L45 L92 (INVE L11) (INVE L91) ;

surf45 = DALL L81 L23 L69 (INVE L57) ;
 surf46 = DALL L82 L24 L70 (INVE L58) ;
 surf47 = DALL L83 L25 L71 (INVE L59) ;
 surf48 = DALL L84 L26 L72 (INVE L60) ;
 surf49 = DALL L85 L27 L73 (INVE L61) ;
 surf50 = DALL L86 L28 L74 (INVE L62) ;
 surf51 = DALL L87 L29 L75 (INVE L63) ;
 surf52 = DALL L88 L30 L76 (INVE L64) ;
 surf53 = DALL L89 L31 L77 (INVE L65) ;
 surf54 = DALL L90 L32 L78 (INVE L66) ;
 surf55 = DALL L91 L33 L79 (INVE L67) ;
 surf56 = DALL L92 L34 L80 (INVE L68) ;

* Les volumes

VOL1 = PAVE surf1 surf12 surf45 surf46 surf23 surf34 COUL TURQ ;
 VOL2 = PAVE surf2 surf13 surf46 surf47 surf24 surf35 COUL JAUN ;
 VOL3 = PAVE surf3 surf14 surf47 surf48 surf25 surf36 COUL ROSE ;
 VOL4 = PAVE surf4 surf15 surf48 surf49 surf26 surf37 COUL BLEU ;
 VOL5 = PAVE surf5 surf16 surf49 surf50 surf27 surf38 COUL BLAN ;
 VOL6 = PAVE surf6 surf17 surf50 surf51 surf28 surf39 COUL VERT ;
 VOL7 = PAVE surf7 surf18 surf51 surf52 surf29 surf40 COUL BLAN ;
 VOL8 = PAVE surf8 surf19 surf52 surf53 surf30 surf41 COUL BLEU ;
 VOL9 = PAVE surf9 surf20 surf53 surf54 surf31 surf42 COUL ROSE ;
 VOL10 = PAVE surf10 surf21 surf54 surf55 surf32 surf43 COUL JAUN ;
 VOL11 = PAVE surf11 surf22 surf55 surf56 surf33 surf44 COUL TURQ ;

VOI0 = VOL1 ET VOL2 ET VOL3 ET VOL4 ET VOL5 ET VOL6 ET VOL7 ET VOL8
 ET VOL9 ET VOL10 ET VOL11 ;

SI(NEG GRAPH0 'N');
 TITRE 'VUE suivant X';
 TRACER OEILX CACH 'QUAL' VOL0 ;
 TITRE 'VUE suivant Y';
 TRACER OEILY CACH 'QUAL' VOL0 ;
 TITRE 'VUE suivant Z';
 TRACER OEILZ CACH 'QUAL' VOL0 ;
 FINSI ;

*-----

* Parametres des lois de comportement

* Unites = SIGMA [MPa]

*-----

* Materiau 1 MdB

E1 = 71.43E+03 ; NU1 = 0.324 ;

EPS1 = 0.0049 ; SIG1 = 350 ;

EPS2 = 0.011 ; SIG2 = 390.27 ;

EPS3 = 0.02 ; SIG3 = 410 ;

EPS4 = 0.02576 ; SIG4 = 420 ;
 EPS5 = 0.03177 ; SIG5 = 430.1 ;
 EPS6 = 0.0382 ; SIG6 = 442.2 ;
 EPS7 = 0.045 ; SIG7 = 450 ;
 EPS8 = 0.06 ; SIG8 = 470 ;
 EPS9 = 0.07756 ; SIG9 = 490 ;
 EPS10 = 0.0977 ; SIG10 = 510 ;
 EPS11 = 0.12087 ; SIG11 = 530 ;
 EPS12 = 0.135 ; SIG12 = 540.5 ;
 EPS13 = 0.1489 ; SIG13 = 550 ;
 EPS14 = 0.1677 ; SIG14 = 559 ;

TRAC1 = EVOL MANU (PROG 0. EPS1 EPS2 EPS3 EPS4 EPS5
 EPS6 EPS7 EPS8 EPS9 EPS10 EPS11 EPS12 EPS13 EPS14)
 (PROG 0. SIG1 SIG2 SIG3 SIG4 SIG5 SIG6 SIG7 SIG8 SIG9
 SIG10 SIG11 SIG12 SIG13 SIG14) ;

* Matériau 2 ZAT creux

E2 = 71.37E+03 ; NU2 = 0.324 ;

EPS1 = 0.00427 ; SIG1 = 304.77 ;
 EPS2 = 0.009416 ; SIG2 = 362.2 ;
 EPS3 = 0.01447 ; SIG3 = 379.7 ;
 EPS4 = 0.0203 ; SIG4 = 393.9 ;
 EPS5 = 0.02686 ; SIG5 = 406.34 ;
 EPS6 = 0.03307 ; SIG6 = 417.5 ;
 EPS7 = 0.03828 ; SIG7 = 426.6 ;
 EPS8 = 0.04241 ; SIG8 = 434.6 ;
 EPS9 = 0.048 ; SIG9 = 441.6 ;
 EPS10 = 0.05057 ; SIG10 = 440.31 ;
 EPS11 = 0.04957 ; SIG11 = 436.6 ;

TRAC2 = EVOL MANU (PROG 0. EPS1 EPS2 EPS3 EPS4
 EPS5 EPS6 EPS7 EPS8 EPS9 EPS10 EPS11)(PROG 0. SIG1 SIG2
 SIG3 SIG4 SIG5 SIG6 SIG7 SIG8 SIG9 SIG10 SIG11) ;

* Matériau 3 ZAT pic

E3 = 63.43E+03 ; NU3 = 0.324 ;

EPS1 = 0.00388 ; SIG1 = 246.1 ;
 EPS2 = 0.00718 ; SIG2 = 360.7 ;
 EPS3 = 0.0093 ; SIG3 = 377 ;
 EPS4 = 0.01081 ; SIG4 = 389.4 ;
 EPS5 = 0.0144 ; SIG5 = 400.55 ;
 EPS6 = 0.01763 ; SIG6 = 410.35 ;
 EPS7 = 0.02056 ; SIG7 = 418.35 ;
 EPS8 = 0.02522 ; SIG8 = 426.4 ;
 EPS9 = 0.02775 ; SIG9 = 432 ;

EPS10 = 0.03 ; SIG10 = 430.5 ;

TRAC3 = EVOL MANU (PROG 0. EPS1 EPS2 EPS3 EPS4
EPS5 EPS6 EPS7 EPS8 EPS9 EPS10)(PROG 0. SIG1 SIG2
SIG3 SIG4 SIG5 SIG6 SIG7 SIG8 SIG9 SIG10) ;

* Materiau 4 ZAT chute

E4 = 64.81E+03 ; NU4 = 0.324 ;

EPS1 = 0.0038 ; SIG1 = 246.3 ;
EPS2 = 0.008756 ; SIG2 = 305.8 ;
EPS3 = 0.0238 ; SIG3 = 367 ;
EPS4 = 0.03035 ; SIG4 = 385.4 ;
EPS5 = 0.03642 ; SIG5 = 400 ;
EPS6 = 0.04205 ; SIG6 = 412 ;
EPS7 = 0.0479 ; SIG7 = 423.3 ;
EPS8 = 0.0555 ; SIG8 = 433.6 ;
EPS9 = 0.0637 ; SIG9 = 443.5 ;
EPS10 = 0.0752 ; SIG10 = 453.25 ;
EPS11 = 0.0942 ; SIG11 = 459.5 ;
EPS12 = 0.0993 ; SIG12 = 458.4 ;

TRAC4 = EVOL MANU (PROG 0. EPS1 EPS2 EPS3 EPS4 EPS5
EPS6 EPS7 EPS8 EPS9 EPS10 EPS11 EPS12)
(PROG 0. SIG1 SIG2 SIG3 SIG4 SIG5 SIG6 SIG7 SIG8 SIG9
SIG10 SIG11 SIG12) ;

* Materiau 5 ZATM

E5 = 41.1E+03 ; NU5 = 0.324 ;

EPS1 = 0.006 ; SIG1 = 246.75 ;
EPS2 = 0.0165 ; SIG2 = 308.1 ;
EPS3 = 0.0396 ; SIG3 = 372.7 ;
EPS4 = 0.0477 ; SIG4 = 392 ;
EPS5 = 0.056 ; SIG5 = 407.55 ;
EPS6 = 0.0655 ; SIG6 = 421.75 ;
EPS7 = 0.0734 ; SIG7 = 434.1 ;
EPS8 = 0.086 ; SIG8 = 447 ;
EPS9 = 0.102 ; SIG9 = 460.56 ;
EPS10 = 0.1277 ; SIG10 = 477.5 ;
EPS11 = 0.174 ; SIG11 = 497.5 ;
EPS12 = 0.194 ; SIG12 = 503.7 ;

TRAC5 = EVOL MANU (PROG 0. EPS1 EPS2 EPS3 EPS4
EPS5 EPS6 EPS7 EPS8 EPS9 EPS10 EPS11 EPS12)
(PROG 0. SIG1 SIG2 SIG3 SIG4 SIG5 SIG6 SIG7 SIG8
SIG9 SIG10 SIG11 SIG12) ;

* Materiau 6 Noyau

E6 = 55.66E+03 ; NU6 = 0.324 ;

EPS1 = 0.00442 ; SIG1 = 246 ;
 EPS2 = 0.0101 ; SIG2 = 305.07 ;
 EPS3 = 0.037577 ; SIG3 = 371.5 ;
 EPS4 = 0.04597 ; SIG4 = 390.75 ;
 EPS5 = 0.0566 ; SIG5 = 407.3 ;
 EPS6 = 0.0657 ; SIG6 = 421.2 ;
 EPS7 = 0.0749 ; SIG7 = 434.1 ;
 EPS8 = 0.0854 ; SIG8 = 446 ;
 EPS9 = 0.09434 ; SIG9 = 456.5 ;
 EPS10 = 0.1059 ; SIG10 = 466.6 ;
 EPS11 = 0.1129 ; SIG11 = 467.3 ;
 EPS12 = 0.1146 ; SIG12 = 464.64 ;

TRAC6 = EVOL MANU (PROG 0. EPS1 EPS3 EPS4
 EPS5 EPS6 EPS7 EPS8 EPS9 EPS10 EPS11 EPS12)
 (PROG 0. SIG1 SIG3 SIG4 SIG5
 SIG6 SIG7 SIG8 SIG9 SIG10 SIG11 SIG12) ;

DESS trac1 TITRE 'ECROUISSAGE Métal de base';
 DESS trac2 TITRE 'ECROUISSAGE ZAT creux As';
 DESS trac3 TITRE 'ECROUISSAGE ZAT pic As';
 DESS trac4 TITRE 'ECROUISSAGE ZAT chute As';
 DESS TRAC5 TITRE 'ECROUISSAGE Zatm As';
 DESS trac6 TITRE 'ECROUISSAGE Noyau';

*-----|
 * COMPORTEMENT ET PROPRIETES DU MATERIAU
 *-----|

mod1 = MODELE (VOL1 ET VOL11) MECANIQUE ELASTIQUE PLASTIQUE ISOTROPE ;
 mod2 = MODELE (VOL2 ET VOL10) MECANIQUE ELASTIQUE PLASTIQUE ISOTROPE ;
 mod3 = MODELE (VOL3 ET VOL9) MECANIQUE ELASTIQUE PLASTIQUE ISOTROPE ;
 mod4 = MODELE (VOL4 ET VOL8) MECANIQUE ELASTIQUE PLASTIQUE ISOTROPE ;
 mod5 = MODELE (VOL5 ET VOL7) MECANIQUE ELASTIQUE PLASTIQUE ISOTROPE ;
 mod6 = MODELE (VOL6) MECANIQUE ELASTIQUE PLASTIQUE ISOTROPE ;

pro1= MATE mod1 'YOUN' 71.43E+03 'NU' 0.324 'TRAC' TRAC1 ;
 pro2= MATE mod2 'YOUN' 71.37E+03 'NU' 0.324 'TRAC' TRAC2 ;
 pro3= MATE mod3 'YOUN' 63.3E+03 'NU' .324 'TRAC' TRAC3 ;
 pro4= MATE mod4 'YOUN' 64.81E+03 'NU' 0.324 'TRAC' TRAC4 ;
 pro5= MATE mod5 'YOUN' 41.1E+03 'NU' 0.324 'TRAC' TRAC5 ;
 pro6= MATE mod6 'YOUN' 55.66E+03 'NU' .324 'TRAC' TRAC6 ;

```

*-----|
* CONDITIONS AUX LIMITES DE DIRICHLET
*-----|
cl1 = BLOQ 'UX' surf45 ;
cl2 = BLOQ 'UX' surf56 ;
cl3 = BLOQ 'UX' P1 ;
cl4 = BLOQ 'UY' P1 ;
cl5 = BLOQ 'UZ' P1 ;
cl6 = BLOQ 'UZ' P24 ;
*c17 = BLOQ 'UZ' P13 ;

cl0 = cl1 ET cl2 ET cl3 ET cl4 ET cl5 ET cl6 ;

*-----|
* CHARGEMENT IMPOSE
*-----|
depmax = 1.3 ;
dimp0 = DEPI cl2 depmax ;
tfin0 = 250. ;
dt0 = 10. ;
EVOL0 = (evol manu temps ('PROG' 0. 250.) y ('PROG' 0. 1)) ;
cha0 = CHAR 'DIMP' dimp0 EVOL0 ;

*-----|
* CONDITIONS AUX LIMITES DE VON NEUMANN
*-----|

*-----|
* ASSEMBLAGE
*-----|
*- MATRICE DE RIGIDITE.....|
R1 = RIGI mod1 pro1 ;
R2 = RIGI mod2 pro2 ;
R3 = RIGI mod3 pro3 ;
R4 = RIGI mod4 pro4 ;
R5 = RIGI mod5 pro5 ;
R6 = RIGI mod6 pro6 ;

R11 = R1 ET R2 ET R3 ET R4 ET R5 ET R6 ;

R0 = R11 ET cl0 ;
SI (NEG GRAPH 'N');
  TITRE 'RIGIDITE' ;
  TRAC OEILY R0 ;
FINSI ;

*- VECTEUR FORCE DU SECOND MEMBRE.....|
F0 = dimp0 ;

```

```

*-----|
* RESOLUTION PASAPAS
*-----|
ta = table;
ta.modele = mod1 ET mod2 ET mod3 ET mod4 ET mod5 ET mod6 ;
ta.caracteristiques = pro1 ET pro2 ET pro3 ET pro4 ET pro5 ET
pro6;
ta.blocages_mecaniques = cl0 ;
ta.chargement = cha0;
ta.temps_calcules = prog 1. 'PAS' dt0 tfin0 ;
*ta.precision = 1.e-07 ;
*ta.deltaiter = 250 ;
*ta.grands_deplacements = vrai ;

pasapas ta ;

*-----|
* POST TRAITEMENT
*-----|
dim0 = 'DIME' (ta . 'TEMPS');

* Champs de déplacements en fin de simulation.....|
MESS 'APRES t='(dim0-1)'secondes on a:';
DEP0 = ta.deplacements.(dim0 - 1 );
DEF0 = DEFO VOL0 ta.deplacements.(dim0 - 1) ;
TRACER DEF0 TITRE 'DEFORMEE FINALE';

* Champs des deformations.....|
eps0 = EPSI dep0 mod1 ;
eps1 = EPSI dep0 mod2 ;
eps2 = EPSI dep0 mod3 ;
eps3 = EPSI dep0 mod4 ;
eps4 = EPSI dep0 mod5 ;
eps5 = EPSI dep0 mod6 ;

epst0 = eps0 ET eps1 ET eps2 ET eps3 ET eps4 ET eps5 ;

modt0 = mod1 et mod2 ET mod3 ET mod4 ET mod5 ET mod6 ;

trac epst0 modt0 TITRE 'CARTOGRAPHIE DES DEFORMATIONS' VOL0 ;

* Champs des contraintes.....|
sig1 = ta.contraintes.(dim0-1) ;
trac sig1 modt0 TITRE 'CARTOGRAPHIE DES CONTRAINTES' VOL0 ;

* Champs des deformations.....|
eps1 = EPSI DEP0 modt0 ;
eps11 = EXCO 'EPXX' eps1;
DEF02 = DEFO VOL0 dep0 1. EPS11 MODt0 ;
trac DEF02 TITRE 'EPSxx sur deformee finale' ;

```

```

* Tracer de la Force appliquee en fonction du deplacement-----|
Force0=PROG 0. ;
Depla0= PROG 0. ;
REPETER BOU1 (dim0-1);
  i0= &BOU1 ;
* Extraction de la force appliquee
  REAC0 = ta.'REACTIONS'.i0;
  REA1 = REDU REAC0 surf56 ;
  F1 = (MAXI (RESU REA1)) ;
  Force0 = Force0 ET (PROG F1);
* Deplacement du mors.....|
  dep0 = ta.deplacements.i0 ;
  U1 = EXTRAIT dep0 'UX' P12 ;
  Depla0 = Depla0 ET (PROG U1) ;
* Stockage des deformeess.....|
  V1 = VMIS MODt0 (ta.CONTRAINTES.i0) ;
  DEF01 = DEFO VOL0 dep0 1. V1 MODt0;
  eps1 = EPSI dep0 modt0 ;
  eps2 = EXCO 'EPXX' eps1 ;
  DEF02 = DEFO VOL0 dep0 1. EPS2 MODt0 ;
  SI (EGA i0 1) ;
    DEF0 = DEF01 ;
    DEF1 = DEF02 ;
  SINON ;
    DEF0 = DEF0 ET DEF01 ;
    DEF1 = DEF1 ET DEF02 ;
  FINSI ;

FIN BOU1 ;
EVOL1 = EVOL MANU abs Depla0 ord Force0 ;
DESS EVOL1 TITR ' Courbe de charge' ;
@EXCEL1 EVOL1 toto ;

* Tracer anime de VMises sur deformee.....|
LIST0 = PROG 300 PAS 5 500 ;
TRAC OEILZ LIST0 DEF0 'OSCIL' TITRE 'VMISES SUR DEFORMEE' VOL0 ;

* Tracer anime de EPSXX sur deformee.....|
LIST0 = PROG 0. PAS 0.005 0.08 ;
TRAC OEILZ LIST0 DEF1 'OSCIL' TITRE 'EPSXX SUR DEFORMEE' ;

* Tracer l'evolution des deformations-----|
LIST0 = PROG 0.0 PAS 0.005 0.08 ;
Force0=PROG 0. ;
Depla0= PROG 0. ;
REPETER BOU2 (dim0-1);
  i0= &BOU2 ;
  DEP0 = ta.deplacements.i0;
  eps0 = EPSI dep0 mod2 ;
  eps1 = EPSI dep0 mod1 ;

```

```
eps2 = EPSI dep0 mod3 ;  
eps3 = EPSI dep0 mod4 ;  
eps4 = EPSI dep0 mod5 ;  
eps5 = EPSI dep0 mod6 ;
```

```
epst0 = eps0 ET eps1 ET eps2 ET eps3 ET eps4 ET eps5 ;
```

```
modt0 = mod1 et mod2 ET mod3 ET mod4 ET mod5 ET mod6 ;
```

```
TRAC LIST0 epst0 modt0 TITRE 'DEFORMATIONS' VOL0 ;  
FIN BOU2 ;
```

```
MESS '==== FIN =====' ;  
opti donne 5 ;  
fin;
```

Résumé

Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 et 5000 et comportement mécanique résultant

L'alliage 2024 (Al-Cu-Mg) est utilisé dans le cadre de l'allègement des structures de transport. Cependant, cet alliage est difficilement soudable par voie classique. Le soudage par friction malaxage (FSW) est un nouveau procédé permettant l'assemblage à l'état solide et donc de supprimer les défauts liés à la solidification. A travers cette étude, les microstructures de soudures FSW de cet alliage ont été finement caractérisées par SAXS, DSC, MET, MEB, EBSD et microscopie optique. Afin de mettre en évidence les interactions entre la déformation, la précipitation et la recristallisation qui ont lieu durant le soudage de l'alliage 2024, des expériences modèles ont été menées ainsi qu'une étude comparative entre l'alliage 2024 et l'alliage 5251. L'ensemble de la caractérisation des soudures et des expériences modèles permet de dégager les phénomènes métallurgiques pertinents contrôlant la résistance mécanique des joints soudés et leur microstructure. Par ailleurs, une caractérisation détaillée du comportement mécanique des joints soudés a été menée, validée par une modélisation aux éléments finis.

Mots-clé : soudage FSW - précipitation - déformation - recristallisation - alliage Al-Cu-Mg - alliage Al-Mg - traction

Abstract

Genesis of the microstructures during friction stir welding of aluminium alloys of the serie 2000 and 5000 and resulting mechanical behavior

The 2024 alloy (Al-Cu-Mg) is used for minimizing the weight of structural components in the transportation industry. However, this alloy is not easy to weld by traditional techniques. Friction stir welding (FSW) is a recently developed solid state process which removes the solidification defects. In this study, the microstructures of FSW welds of this alloy were finely characterized by SAXS, DSC, TEM, SEM, EBSD and optical microscopy. In order to highlight the interactions between deformation, precipitation and recrystallisation, which all take place during the welding of the 2024 alloy, model experiments were carried out as well as a comparative study between the alloys 5251 and 2024. The combination of the welding characterisation and the model experiments allow to define the metallurgical phenomena controlling the mechanical strength of the welded joints and their microstructure. In addition, a detailed characterisation of the mechanical behaviour of the welded joints was carried out, validated by a finite element model.

Key words : Friction stir Welding - precipitation - strain - recrystallization - Al-Cu-Mg alloy- Al-Mg alloy- tensile test