



**HAL**  
open science

# Modélisation intégrée de la précipitation pour le soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium à durcissement structural

Emmanuel Hersent

► **To cite this version:**

Emmanuel Hersent. Modélisation intégrée de la précipitation pour le soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium à durcissement structural. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2010. Français. NNT: . tel-00485023v1

**HAL Id: tel-00485023**

**<https://theses.hal.science/tel-00485023v1>**

Submitted on 1 Jun 2010 (v1), last revised 1 Jun 2010 (v2)

**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.

N° d'ordre : 2010 EMSE 0564

## THÈSE

présentée par

Emmanuel HERSENT

pour obtenir le grade de  
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et génie des matériaux

### MODÉLISATION INTÉGRÉE DE LA PRÉCIPITATION POUR LE SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE D'ALLIAGES D'ALUMINIUM À DURCISSEMENT STRUCTURAL

soutenue à Saint-Étienne, le 12 février 2010

#### Membres du jury

Président :	Sabine DENIS	Professeur, Université Henri Poincaré
Rapporteurs :	Alexis DESCHAMPS	Professeur, Phelma – Grenoble INP
	René LE GALL	Professeur, Polytech'Nantes
Examineurs :	Anne DENQUIN	Research Scientist, ONERA – Châtillon
	Sophie GOURDET	Research Scientist, EADS Innovation Works
Directeur de thèse :	Julian DRIVER	Directeur de recherche, ENSM-SE
Codirecteur de thèse :	David PIOT	Chargé de recherche, ENSM-SE

**Spécialités doctorales :**

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCEDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHÉMATIQUES APPLIQUÉES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**

J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS  
 A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS  
 G. THOMAS Professeur – Centre SPIN  
 B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN  
 J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE  
 E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I  
 O. BOISSIER Professeur – Centre G2I  
 JC. PINOLI Professeur – Centre CIS  
 P. BURLAT Professeur – Centre G2I  
 Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

**Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)**

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 2	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 2	Informatique	G2I
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	MA	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	DF
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FORTUNIER	Roland	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	CR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	MR	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFORÉST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
LONDICHE	Henry	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	DF
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

**Glossaire :**

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1 <sup>ère</sup> catégorie
PR 2	Professeur 2 <sup>ème</sup> catégorie
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

**Centres :**

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
SITE	Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
G2I	Génie Industriel et Informatique
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

# Remerciements

Je tiens d'abord à remercier mon directeur de thèse, Julian Driver pour sa confiance en m'attribuant ce travail de recherche bien que j'aie réalisé un master recherche dans un domaine éloigné de la science des matériaux, de la patience dont il fit preuve lors la rédaction des articles et finalement de l'intérêt porté pour mon avenir professionnel. Il m'a donné aussi l'occasion de rencontrer C. Sigli dont j'ai pu constaté la maîtrise de la précipitation dans les alliages d'aluminium. Qu'il soit ici remercié pour le temps qu'il a bien voulu nous consacrer pour nous guider dans la modélisation de la précipitation.

Je remercie ensuite mon co-directeur de thèse, David Piot pour m'avoir fait partager sa vaste culture scientifique et pour sa disponibilité pour me venir en aide, aide précieuse pour le débogage des programmes en Fortran.

Je tiens aussi à exprimer ma gratitude aux personnes qui m'ont épaulé pour la partie expérimentale : Gilles et Prisca pour la métallographie, Christophe Desrayaud et Séverine pour les essais mécaniques, Paul et Sergio pour la microscopie électronique et l'analyse chimique des échantillons par EDX, Alexandre Gauvin pour la calorimétrie différentielle et finalement Olivier Breuil et Thierry Levancourt pour la résolution de toutes les tracasseries survenant au cours de l'utilisation d'un ordinateur.

Cette expérience a pu être une expérience agréable et enrichissante grâce à l'esprit de camaraderie régnant entre doctorants du centre SMS qui m'ont permis de passer de très bons moments.



# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>iii</b>
<b>Introduction</b>	<b>ix</b>
<b>1 Matériaux et techniques expérimentales</b>	<b>1</b>
1.1 Matériaux . . . . .	1
1.1.1 L'alliage d'aluminium 2024 . . . . .	1
1.1.2 L'alliage d'aluminium 7449 . . . . .	2
1.1.3 Séquence de précipitation . . . . .	3
1.1.4 Les alliages de la série 6XXX . . . . .	3
1.2 Techniques expérimentales . . . . .	4
1.2.1 Mesures de dureté . . . . .	4
1.2.2 Calorimétrie différentielle à balayage . . . . .	5
1.2.3 Traitements anisothermes contrôlés . . . . .	6
1.2.4 Récapitulatif de la provenance des différentes données . . . . .	7
<b>2 Précipitation</b>	<b>9</b>
2.1 Loi de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov . . . . .	9
2.2 Nucléation . . . . .	10
2.3 Croissance . . . . .	12
2.4 Dissolution . . . . .	14
2.5 Coalescence . . . . .	15
2.6 Précipitation dynamique . . . . .	16
<b>3 Modèles isocinétiques</b>	<b>19</b>
3.1 Présentation générale des modèles isocinétiques . . . . .	19
3.2 Modélisation isocinétique de la dissolution des précipités . . . . .	20
3.2.1 Revue bibliographie . . . . .	20
3.2.2 Traitement isocinétique de la dissolution . . . . .	28

3.2.3	Utilisation en pratique dans le cas du AA7449-T79 étudié dans le projet DeepWeld . . . . .	29
3.3	Modélisation isocinétique d'un alliage d'aluminium dans un état sous-revenu . . . . .	37
3.3.1	Revue bibliographique . . . . .	37
3.3.2	Traitement isocinétique de la croissance des précipités . . . . .	39
3.3.3	Traitement isocinétique d'un AA2024-T3 . . . . .	44
3.4	Conclusion . . . . .	51
<b>4</b>	<b>Modèles décrivant l'ensemble du processus de précipitation</b>	<b>53</b>
4.1	Modèle à rayon unique . . . . .	54
4.1.1	Description du modèle . . . . .	54
4.1.2	Applications du modèle . . . . .	56
4.2	Modèle de Myhr & Grong (2000) . . . . .	59
4.2.1	Description du modèle . . . . .	59
4.2.2	Formulation en différences finies . . . . .	59
4.2.3	Temps et condition aux limites . . . . .	61
4.2.4	Comparaison avec le modèle à rayon unique . . . . .	63
4.2.5	Aménagements possibles . . . . .	63
4.3	Application au 2024 . . . . .	66
4.3.1	Modélisation métallurgique . . . . .	67
4.3.2	Modèle de durcissement structural . . . . .	74
4.3.3	Test sur des rampes anisothermes . . . . .	77
4.4	Conclusion . . . . .	84
<b>5</b>	<b>Application au procédé de friction-malaxage</b>	<b>87</b>
5.1	Le procédé de soudage par friction-malaxage . . . . .	87
5.1.1	Description du procédé . . . . .	88
5.1.2	Avantages et inconvénients du procédé . . . . .	89
5.1.3	Caractérisation métallurgique de la zone soudée . . . . .	90
5.2	Modélisation thermomécanique du friction-malaxage . . . . .	94
5.3	Validation expérimentale du modèle thermomécanique . . . . .	99
5.4	Prévisions à l'aide des modèles de précipitation . . . . .	104
5.5	Effet d'un traitement thermique post-soudage . . . . .	114
5.5.1	Bibliographie . . . . .	114
5.5.2	Simulation . . . . .	114

---

5.5.3	Confrontation avec l'expérience . . . . .	118
5.5.4	Conclusion . . . . .	120
5.6	Conclusion . . . . .	122
	<b>Conclusion générale</b>	<b>125</b>
<b>A</b>	<b>Démonstration du flux de chaleur</b>	<b>131</b>
A.1	Méthode approchée . . . . .	131
A.2	Méthode rigoureuse . . . . .	132
A.3	Importance des différents termes . . . . .	134
<b>B</b>	<b>Variation des paramètres microstructuraux lors des recuits isothermes</b>	<b>135</b>



# Introduction

Le soudage par friction-maxalage <sup>1</sup> (FSW) est un procédé récent de soudage breveté en 1991 par « The Welding Institute (TWI) » (institut de soudure anglais). Ce procédé se distingue des autres procédés de soudage par sa capacité de souder la matière à l'état visqueux, sans passer par le point de fusion. L'industrie aéronautique s'est tout de suite intéressée à ce procédé car il rend possible le soudage des alliages d'aluminium de la famille des 2XXX et des 7XXX, alliages d'aluminium réputés insoudables par d'autres procédés. Sur les avions, ces alliages sont assemblés par rivetage. Le remplacement du rivetage par le soudage permet surtout une diminution du coût d'obtention de la structure, un gain de masse et l'élimination des phénomènes de corrosion et de fretting-fatigue autour des rivets.

Le soudage par friction-malaxage étant un procédé récent, il demeure encore un sujet de recherches actif, pour mieux appréhender certains points comme l'écoulement de la matière, l'influence de la forme de l'outil, la simulation de la microstructure. Ce dernier point est particulièrement important pour les alliages 2XXX et 7XXX. En effet, ce sont des alliages d'aluminium à durcissement structural, c'est-à-dire que leurs propriétés mécaniques dépendent étroitement de leur état de précipitation. Par ailleurs, le FSW se distingue des autres procédés de soudage par la présence d'une zone affectée thermiquement et mécaniquement. L'étude du couplage entre la précipitation et les grandes déformations à chaud a motivé le lancement de cette thèse, dont l'objectif final est de prévoir l'état de la précipitation le long du joint soudé. Nos efforts se sont particulièrement portés sur le 2024 T3, car avant cette thèse, il n'existait pas de simulation de la précipitation le long d'un joint soudé par FSW sur cet alliage.

Avant d'aborder le couplage entre la précipitation et les grandes déformations à chaud, il est nécessaire de bien décrire l'influence du cycle thermique sur la précipitation. Au cours de ces vingt dernières années, la prévision de la précipitation au cours de traitements thermiques a fait de grandes avancées grâce à l'apparition de deux modèles. Le premier modèle [Myhr et Grong, 1991] s'appuie sur des équivalences temps-températures, et le second [Myhr et Grong, 2000], dit modèle à classes de tailles,

---

<sup>1</sup>traduction du terme « friction stir welding »

décrit l'évolution de la distribution de classes de tailles des précipités durant les cycles thermiques.

Cette thèse s'inscrit aussi dans le projet européen de recherches DEEPWELD dont l'objectif est de développer un outil numérique multi physique et multi échelle pour simuler ce procédé de soudage. Cet outil doit être en mesure de fournir avec précision les contraintes résiduelles, les propriétés du joint après soudage et les forces exercées sur l'outil. Ce projet s'est intéressé tout particulièrement à trois alliages d'aluminium utilisés par l'industrie aéronautique : le 2024 T3, le 7449 T7 et le 2198 T8. Ce projet regroupe à la fois des acteurs académiques et industriels :

industriels	acteurs académiques
Cenearo	université catholique de Louvain-La-Neuve (UCL)
Sonaca	Queen University of Belfast (QUB)
Quantech	Institut de soudure (IS)
EADS	École des mines de Saint-Étienne (EMSE)
Samtech	CIMNE

L'un des rôles de l'EMSE dans ce projet fut d'être référent sur le modèle thermo-mécanique du FSW développé par la société CENEARO. En effet, le centre SMS <sup>2</sup> de l'EMSE s'est intéressé à la modélisation thermo-mécanique de ce procédé, et a développé un modèle le plus analytique possible qui a fait l'objet de deux thèses, celle de Philippe Heurtier [Heurtier, 2004] et celle de Dimitri Jacquin [Jacquin, 2008].

L'un des objectifs de DEEPWELD est d'optimiser les paramètres de soudage par rapport aux propriétés mécaniques, et est donc obligé de prévoir l'état de précipitation le long du joint soudé. L'évolution de la précipitation au cours du soudage a été confiée à l'UCL. L'intérêt du projet DEEPWELD s'est porté tout particulièrement sur le modèle d'équivalence temps-températures à cause d'une part de sa simplicité de mise en œuvre et d'autre part de son efficacité éprouvée dans le cas des alliages d'aluminium sur-revenus. Cependant ce modèle n'est pas adapté dans le cas des alliages d'aluminium mûris. Nous avons essayé de développer un modèle d'équivalence temps-températures surmontant cette difficulté, car cet aspect nous intéressait. Au cours de ce développement, nous avons apporté quelques améliorations mineures sur le modèle équivalence temps-températures dans le cas des alliages d'aluminium sur-revenus. Les connaissances préalables à ce modèle seront rappelées dans la première partie de ce manuscrit. Les améliorations mineures du modèle équivalence temps-températures dans le cas des alliages d'aluminium sur-revenus feront l'objet du début de la troisième partie, et son

<sup>2</sup>SMS : science des matériaux et des microstructures

extension aux alliages d'aluminium mûris le sujet de la fin de la troisième partie.

Cependant, pour décrire l'influence de la température sur la précipitation, il est préférable d'utiliser le modèle à classes de tailles qui intègre tous les phénomènes physiques concernant la précipitation au cours de traitements thermiques. La description de ce modèle et son aménagement dans le cas du AA2024 seront développés dans la quatrième partie. À l'aide de ce modèle et du modèle thermo-mécanique développé dans le centre SMS, il est ainsi possible de calculer la précipitation le long d'un joint soudé et l'effet d'un traitement post-soudage. L'utilisation de cette chaîne de simulation appliquée au soudage par FSW du AA2024 sera détaillée dans la dernière partie.



# 1 Matériaux et techniques expérimentales

## 1.1 Matériaux

### 1.1.1 L'alliage d'aluminium 2024

L'alliage d'aluminium 2024 présente un bon compromis entre la résistance mécanique et la tenue à la fatigue, le rendant intéressant pour les applications aéronautiques. Au cours de cette thèse, nous avons employé cet alliage sous deux formes différentes : l'une sous forme de tôles laminées de 5 mm d'épaisseur (cité par la suite comme étant notre alliage), et une autre sous forme de tôles laminées de 3,2 mm d'épaisseur qui a servi à faire les joints soudés par FSW (cité par la suite comme étant l'alliage de DEEPWELD).

#### Composition chimique

Cet alliage appartient à la série 2000 dont les principaux éléments d'alliages sont le cuivre et le magnésium. Ces éléments forment des précipités de taille nanométrique et qui confèrent la plus grande partie de la résistance mécanique de ces alliages.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ti+Zr
% massique	0,50 ≤	0,22	4,4	0,44	1,49	0,10 ≤	0,25 ≤	0,15 ≤	0,20 ≤

TAB. 1.1: Composition chimique en % massique de notre alliage AA2024 mesurée par spectrométrie d'émission optique à source étincelle.

#### Séquence de précipitation

Encore de nos jours, la décomposition d'une solution solide sur-saturée dans le AA2024 est controversée et fait l'objet de recherches actives. Celle mentionnée dans les travaux les plus récents [Wang et Starink, 2005] est :



avec zones GPB pour zones de Guiner-Preston-Bagaryatsky. Ce nom fut donné en hommage à Guiner, Preston et Bagaryatsky pour les différencier des zones de Guiner-Preston observées dans les alliages AlCu. La phase d'équilibre S a pour composition  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  et a une maille orthorombique de groupe d'espace Cmc $\bar{m}$  avec comme paramètres  $a=0.40$  nm,  $b=0.923$  nm, et  $c=0.714$  nm [Wolverton, 2001]. La phase S' est une version un peu distordue de la phase S [Bagaryatsky, 1952] et n'est généralement pas considérée comme une phase distincte de la phase S. Une phase intermédiaire cohérente avec la matrice est notée dans la littérature soit GPB2 ou S'' [Wang et Starink, 2004].

### Traitements thermiques

L'état T351 correspond à une mise en solution à  $495 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ , suivie d'un détournement (déformation permanente de 1% à 3%), et finalement d'une maturation à l'ambiante. Un état T6 est obtenu à partir d'un état T3 en le chauffant à  $190 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 8h à 12h.

### Caractéristiques mécaniques

	E (GPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A(%)	Dureté Vickers
2024-T351	73	276-282	393-441	4-12	137
2024-T6	73	345	427	5	142

TAB. 1.2: Caractéristiques mécaniques d'une tôle en 2024-T351 (source : fiches techniques des tôles en Al2024 T351 fournies par Alcoa).

#### 1.1.2 L'alliage d'aluminium 7449

L'alliage 7449 est un des alliages d'aluminium présentant les meilleures propriétés mécaniques statiques.

### Composition chimique

Cet alliage appartient à la série des 7000, dont les principaux éléments d'addition sont le zinc et le magnésium. Il est, comme ceux de la série 2000, à durcissement structural.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti+Zr
% massique	0,12 ≤	0,15 ≤	1.4-2.1	0.20 ≤	1.8-2.7	0,05 ≤	7.5 - 8.7	0,25 ≤

TAB. 1.3: Composition chimique en % massique de l'alliage AA7449 (source : fiches techniques disponibles sur le site d'Alcan Aerospace).

### 1.1.3 Séquence de précipitation

Dans la plupart des alliages commerciaux de la série des 7XXX, la séquence de décomposition de la solution solide serait :



La composition des phases  $\eta$  et  $\eta'$  serait dépendante du traitement thermique et de la composition de l'alliage. La phase  $\eta$  a une structure semblable à celle de la phase d'équilibre  $\text{MgZn}_2$ , qui a une structure hexagonale. Sa composition probable est de type  $\text{Mg}(\text{Zn},\text{Al},\text{Cu})_2$  [Dubost et Sainfort, 1991]. La phase  $\eta'$  a une structure hexagonale et se transformerait en  $\eta$  au delà d'un rayon critique [Park et Ardell, 1984, Gjønnes et Simensen, 1970].  $\eta'$  est présente sous forme de petites plaquettes parallèles aux plans  $\{111\}$ , et cohérente avec la matrice.

### Traitements thermiques

Avec les alliages de la série 7000 la maturation est très lente et n'est en fait jamais terminée ; on admet néanmoins qu'un niveau satisfaisant de maturation est atteint après 2 à 3 mois de séjour à la température ambiante (c'est pourquoi l'état trempé de ces alliages est symbolisé par W).

L'état dit T79 correspond à une mise en solution entre 467 °C et 477 °C entre 25 minutes et 12 heures, suivie d'une trempe à l'eau plus redressage et détensionnement par traction de 1,5 à 3%, et finalement d'un revenu bipalier : un premier à 120 °C ± 4 °C entre 4 et 28 h, et un second à 150 °C ± 3 °C entre 15 et 19 h. Les traitements à double revenus ont l'avantage par rapport aux revenus monopaliers d'améliorer la résistance à la corrosion sous tension.

### Caractéristiques mécaniques

#### 1.1.4 Les alliages de la série 6XXX

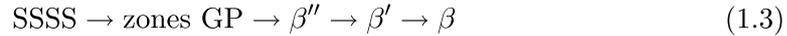
Bien que ce type d'alliages ne soit pas étudiée pour lui-même dans ce manuscrit, ils seront succinctement décrits, car les modèles de précipitation étudiés dans la suite de

	E (GPa)	R <sub>p0,2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A(%)	Dureté Vickers
7449-T7651	73	538	579	8	210

TAB. 1.4: Caractéristiques mécaniques d'une tôle en 7449-T7651 (source : fiches techniques des tôles en Al7449 T7 fournies par Alcan Aerospace).

ce manuscrit sont souvent appliqués à cette famille d'alliages.

Les principaux éléments d'alliages de la série 6XXX sont le magnésium et le silicium. Dans ces alliages, le durcissement est dû aux phases métastables précurseurs de la phase stable  $\beta$ . Cette phase a pour composition chimique  $Mg_2Si$  et une structure cubique à faces centrées de paramètre de maille égale à 0,639 nm [Dubost et Sainfort, 1991]. Cette phase existe soit sous forme de plaquettes formées par sur-revenu ou de lattes formées par précipitation hétérogène par trempe lente. La séquence de précipitation couramment admise est :



Les précipités  $\beta''$  ont des formes en aiguilles alignées selon la direction  $\langle 100 \rangle$  et une structure monoclinique [Andersen et al., 1998, Edwards et al., 1998]. La phase  $\beta'$  de structure hexagonale précipite sous forme de bâtonnets alignés selon la direction  $\langle 100 \rangle$ .

## 1.2 Techniques expérimentales

### 1.2.1 Mesures de dureté

Les mesures de dureté donnent une première évaluation des propriétés mécaniques des métaux. Comme pour les alliages d'aluminium à durcissement structural les propriétés mécaniques dépendent étroitement de l'état de précipitation, les mesures de dureté donnent une première indication sur l'état de la précipitation.

Les mesures de dureté Vickers effectuées lors du projet DEEPWELD et par nous sont réalisées à l'aide d'un pénétrateur en diamant en forme de pyramide droite à base carrée sous une charge  $F$ . Seuls les essais de dureté pour mesurer le profil de dureté des joints soudés par FSW sont réalisés dans l'épaisseur de la tôle, les autres mesures sont effectuées à sa surface, soit la face DL-DT. Les charges utilisées par DEEPWELD et par nous sont respectivement de 1 kg et de 5 kg appliquées pendant environ une trentaine de secondes. Généralement, cinq mesures de dureté sont effectuées pour calculer ensuite la moyenne. Pour mesurer les variations de dureté lors de traitements isothermes dont

la température est comprise entre 200 °C et 500 °C, les échantillons sont plongés dans un bain de sel et trempés immédiatement après à l'eau à température ambiante. Dans le cas des essais de DEEPWELD, la surface des échantillons est immédiatement après polie, et ensuite les mesures de dureté sont réalisées. Par contre, pour nos essais en bain de sel, la surface est préalablement polie et les mesures de dureté sont réalisées quelques minutes après (le temps de se rendre à la machine de dureté).

### 1.2.2 Calorimétrie différentielle à balayage

#### Principe et appareillage

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) mesure des différences de flux d'énergie entre l'échantillon d'étude et une référence durant un cycle thermique. Ces flux d'énergie sont liés aux modifications de la microstructure du matériau : transformations de phases, restauration et recristallisation.

Dans cette étude, la DSC est utilisée afin de connaître l'état de précipitation dans les alliages d'aluminium après différents traitements thermomécaniques. Pour ce faire, une référence de même capacité thermique et ne présentant pas de transformations de phases dans la gamme de températures étudiée doit être employée. Nous avons choisi une référence en aluminium raffiné. Les échantillons sont des cylindres de rayon 3 mm et de hauteur 1 mm (dimensions approximatives), et pesant approximativement 22 mg

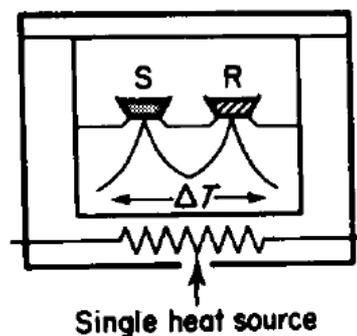


FIG. 1.1: Schéma de principe d'une cellule DSC.

Dans l'appareil employé, l'échantillon et la référence sont dans la même enceinte balayée par un gaz neutre (figure 1.1), qui est dans notre cas de l'azote. Une différence de température est mesurée entre l'échantillon et la référence à l'aide de thermocouples. Par calibration de l'appareil, elle permet de remonter à une différence de flux de chaleur.

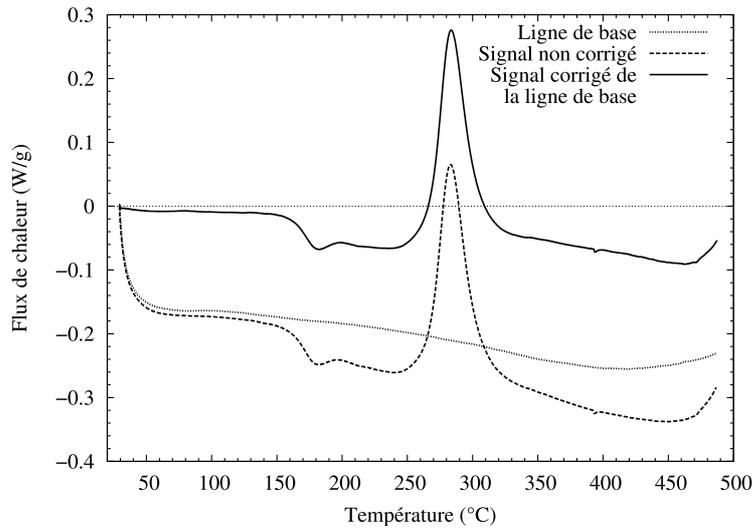


FIG. 1.2: Correction du diagramme de DSC dans le cas d'un 2024 T351. La vitesse de montée en température est de 20 °C/min.

Les essais ont été réalisés par nos soins à l'aide de l'analyseur DSC SETARAM 131. Cet appareil ne chauffe pas au-delà de 485 °C pour des raisons de sécurité.

## Exploitation

Aux données enregistrées durant le cycle thermique, il faut ôter une ligne de base caractérisant la dérive de la cellule (figure 1.2). La ligne de base est obtenue en mesurant la différence de flux d'énergie durant le cycle thermique entre deux creusets vides ou deux creusets contenant la même masse d'aluminium raffiné. Dans les diagrammes DSC de ce manuscrit, nous choisissons la convention de représenter les réactions exothermiques par des flux de chaleur positifs.

### 1.2.3 Traitements anisothermes contrôlés

Les modèles de précipitation développés dans ce manuscrit sont ajustés sur des traitements isothermes. Avant de faire des prévisions pour un joint soudé par FSW, il peut être intéressant de les tester sur des traitements anisothermes facilement reproductibles avec une rampe de température relativement importante. Pour cela, des échantillons de 2024 T3 de dimensions 5 mm \* 5 mm \* 7 mm sont placés par nos soins au centre d'un four tubulaire à 460 °C. Un trou est réalisé au centre d'une des faces pour pouvoir y placer un thermocouple. La température au cœur de l'échantillon est ainsi relevée.

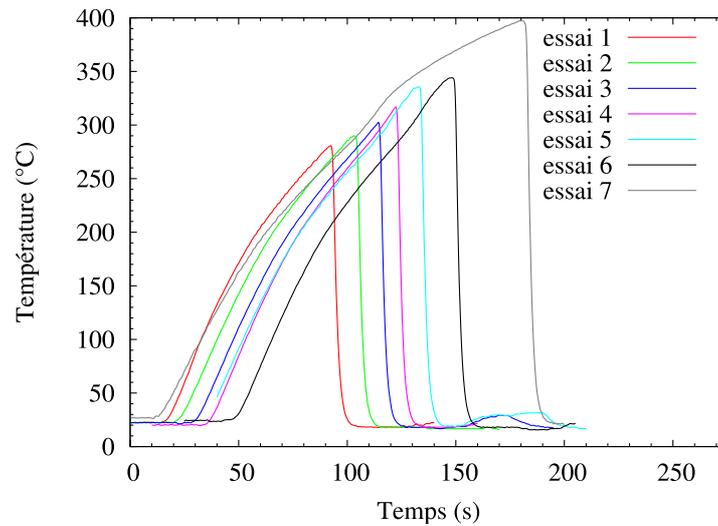


FIG. 1.3: Mesure de la température au cœur d'un échantillon de AA2024-T3 lors de l'introduction de celui-ci au centre d'un four tubulaire à 460 °C.

La figure 1.3 représente une série de traitements anisothermes. La température varie grossièrement linéairement en fonction du temps avec une pente de l'ordre de  $30\text{ °Cs}^{-1}$  et qui est reproductible d'un essai à un autre. La forte diminution de la température correspond à une trempe dans un bain d'eau. La dureté est ensuite mesurée quelques minutes après (le temps de se rendre à la machine de dureté).

#### 1.2.4 Récapitulatif de la provenance des différentes données

	HV isothermes	Traitements anisothermes	DSC	Profils de dureté des joints soudés
Nous	✓	✓	✓	
DEEPWELD	✓			✓



## 2 Précipitation

Le but de ce chapitre n'est pas de faire une revue exhaustive de la théorie de la précipitation mais de présenter dans les grandes lignes les modèles existants. Pour une lecture plus approfondie, le lecteur pourra se référer aux ouvrages de référence suivants [Wagner et Kampmann, 1991, Aaronson, 2000].

La modélisation de la précipitation distingue de manière idéale trois phases successives : nucléation, croissance, coalescence. Dans un premier temps, le nombre de précipités augmente, c'est la nucléation. Au cours de la croissance, il n'y a plus de nouveaux précipités créés et leur nombre reste constant, seul leur rayon augmente. Enfin, les plus gros précipités grossissent au détriment des plus petits et ainsi le nombre de précipités diminue, c'est le stade de coalescence. Ce découpage est surtout conceptuel, et dans la réalité ces étapes se superposent, la transition d'un régime à l'autre étant continue.

### 2.1 Loi de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov

Les cinétiques de transformation de phases qui procèdent par un mécanisme de germination (à l'opposé des mécanismes par décomposition spinodale) obéissent généralement à une loi de transformation proposée notamment par Kolmogorov [Kolmogorov, 1937] et Avrami [Avrami, 1939], qui dans le cas d'une croissance uniforme dans les trois directions de l'espace a la forme suivante :

$$f = 1 - e^{-kt^n}$$

- avec :
- $f$  fraction volumique de la nouvelle phase ;
  - $t$  le temps de transformation ;
  - $k$  constante globale de vitesse de la transformation dans laquelle figurent les différents facteurs intervenant dans les équations décrivant la germination et la croissance ;
  - $n$  un exposant variant de 1 à 4 suivant le type de transformation.

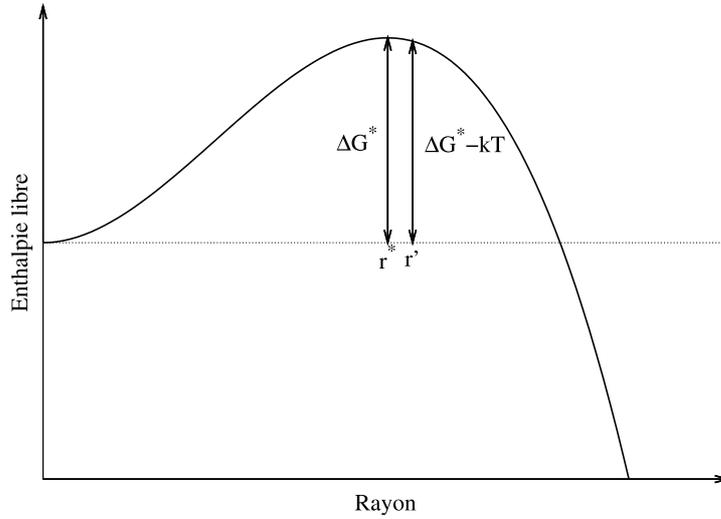


FIG. 2.1: Variation de l'enthalpie libre en fonction du rayon  $r$  du germe.

## 2.2 Nucléation

Pour qu'une transformation puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système  $\Delta G_g$  diminue. Cette grandeur comprend tout d'abord un terme d'ordre chimique  $\Delta G_c$  puis des barrières thermodynamiques s'opposant à la transformation. Généralement, la transformation d'une phase dans une autre exige, lors de l'amorçage, l'apparition de germes de la nouvelle phase, c'est-à-dire de petits éléments de volume qui sont séparés de la phase non transformée par une interface d'énergie superficielle  $\Delta G_s$  et qui sont déformés élastiquement avec une énergie  $\Delta G_e$  à cause du désaccord entre le réseau du précipité et celui de la matrice. La germination d'un germe s'accompagne donc d'une variation d'enthalpie libre  $\Delta G_g$  :

$$\Delta G_g = \Delta G_c + \Delta G_e + \Delta G_s$$

Dans le cas d'un germe sphérique de rayon  $r$  et d'une énergie spécifique d'interface isotrope  $\gamma$ , la variation d'enthalpie libre de formation d'un germe s'écrit :

$$\Delta G_g = \frac{4}{3}\pi r^3 (\Delta g_c + \Delta g_e) + 4\pi r^2 \gamma \quad (2.1)$$

avec  $\Delta g_c$  et  $\Delta g_e$  les variations d'enthalpie libre par unité de volume.

L'équation 2.1 met en évidence que pour les petites valeurs de  $r$ , le terme d'énergie libre de surface est dominant et que  $\Delta G_g$  est positif. Par contre, si  $r$  est grand, le

terme d'enthalpie libre de volume l'emporte et  $\Delta G_g$  devient négatif. Pour que le germe forme une phase stable, il doit donc atteindre un rayon critique  $r^*$  et donc franchir une barrière de potentiel  $\Delta G_g^*$ , qui ont les expressions suivantes :

$$r^* = -\frac{2\gamma}{\Delta g_c + \Delta g_e} \text{ et } \Delta G_g^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{(\Delta g_c + \Delta g_e)^2}$$

Les précipités nouvellement formés ont un rayon  $r'$  légèrement supérieur à  $r^*$  pour assurer leur stabilité (figure 2.1). Au premier ordre, ce rayon de germination est donné par [Gend, 2001, page 79] :

$$r' = r^* + \frac{1}{2} \sqrt{\frac{k_B T}{\pi \gamma}}$$

avec  $k_B$  la constante de Boltzmann.

Dans le cas de la précipitation d'un composé P stoechiométrique dans une solution solide  $x_1 A^1 + x_2 A^2 + \dots + x_n A^n \rightarrow P = A_{x_1}^1 A_{x_2}^2 \dots A_{x_n}^n$ , la force motrice volumique de précipitation  $\Delta g_c$  est donnée par :

$$\Delta g_c = \frac{RT}{V_m^P} \ln \left( \frac{\prod_i (a_i^{eq})^{x_i}}{\prod_i (a_i)^{x_i}} \right)$$

avec :

- $a_i$  les activités des éléments  $A^i$  dans la solution solution initiale,
- $a_i^{eq}$  les activités de ces mêmes éléments dans la solution solide à l'équilibre,
- $x_i$  fraction atomique de l'élément  $A^i$  dans le composé P,
- R la constante des gaz parfaits,
- T la température,
- $V_m^P$  le volume molaire du composé stoechiométrique P.

La partie délicate de la modélisation de la germination est le passage de la connaissance de ces grandeurs thermodynamiques à la prévision du nombre de germes stables formés par unité de temps. Volmer et Weber [Volmer et Weber, 1925], puis Becker et Döring [Becker et Döring, 1935] et finalement Zeldovich [Zeldovich, 1943] ont décrit ce processus, et l'expression finalement obtenue du courant de germination  $J_s$  (nombre de germes critiques formés par unité de temps et par unité de volume) en régime stationnaire est la suivante :

$$J_s = Z\beta^* N_0 e^{-\frac{\Delta G_g^*}{kT}} \quad (2.2)$$

- avec :  $Z$  le facteur de Zeldovich qui est lié à la largeur de la barrière de potentiel et dont la valeur est comprise entre  $\frac{1}{20}$  et  $\frac{1}{40}$  ;  
 $N_0$  le nombre de sites de germination potentiels par unité de volume ;  
 $\Delta G^*$  la barrière de potentiel ;  
 $\beta^*$  le taux d'accrochage des atomes de soluté sur les précipités.

Dans le cas où la réaction à l'interface d'un précipité sphérique est l'étape limitante, le taux de condensation  $\beta^*$  est estimé à :

$$\beta^* = C4\pi (r^*)^2 \frac{D}{a} \quad (2.3)$$

- avec :  $C$  la concentration volumique du soluté,  
 $D$  le coefficient de diffusion,  
 $a$  le paramètre de maille de la matrice.

Le régime stationnaire n'est atteint qu'après un temps d'incubation  $\tau$  et le passage d'un régime à l'autre est réalisé à l'aide de la loi suivante [Aaronson, 2000] :

$$J(t) = J_s e^{-\frac{t}{\tau}} \text{ avec } \tau = \frac{1}{2\beta^*Z}$$

## 2.3 Croissance

Les phénomènes limitant la croissance d'un précipité sont la diffusion du soluté en volume et celle à l'interface soluté/matrice. Un précipité sphérique de rayon  $r$  dont la croissance est limitée par la diffusion en volume grossira à la vitesse [Aaron et al., 1970, Zener, 1949] :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\bar{C}(t) - C_i}{C_p - C_i} \frac{D}{r} \quad (2.4)$$

- avec :  $\bar{C}(t)$  la concentration moyenne en soluté loin du précipité,  
 $C_i$  la concentration volumique en soluté à l'interface,  
 $C_p$  la concentration volumique en soluté du précipité,  
 $D$  le coefficient de diffusion.

Si le précipité est constitué de plusieurs éléments, l'équation 2.4 doit être vérifiée pour chacun des éléments.

L'énergie d'interface, en augmentant l'enthalpie libre du précipité modifie le produit de solubilité à l'interface matrice/précipité. Le produit de solubilité  $K_r$  pour un pré-

cipité sphérique de rayon  $r$  est augmenté par rapport au produit de solubilité d'une interface plane  $K_\infty$  de la façon suivante :

$$K_r = K_\infty e^{\frac{2\gamma V_m^P}{rRT}} \quad (2.5)$$

L'augmentation du produit de solubilité à cause de l'énergie d'interface est l'effet Gibbs-Thompson.

Dans le cas de la précipitation d'un composé P stoechiométrique dans une solution  $x_1 A^1 + x_2 A^2 + \dots + x_n A^n \rightarrow A_{x_1}^1 A_{x_2}^2 \dots A_{x_n}^n$  où les éléments  $A^i$  sont suffisamment dilués, l'expression du produit de solubilité est :

$$K = \prod_i (C_{A_i})^{x_i} \quad (2.6)$$

où  $C_{A_i}$  est la concentration volumique de l'espèce  $A_i$ .

Le système formé par les équations décrivant la croissance des précipités et l'équation de Gibbs-Thomson permet de déterminer les concentrations volumiques des solutés à l'interface matrice/précipité. Ce système dans le cas général est non linéaire, donc relativement difficile à résoudre. Dans le cas de la précipitation d'un composé P  $A_x B_y$  où les concentrations volumiques en A et en B à l'intérieur du précipité sont bien supérieures à la concentration à l'interface, l'égalité des flux interfaciaux se simplifie en :

$$D_A (C_i^A - C_{ss}^A) = \frac{x}{y} D_B (C_i^B - C_{ss}^B) \quad (2.7)$$

$$\frac{y D_A}{x D_B} = \frac{C_i^B - C_{ss}^B}{C_i^A - C_{ss}^A} \quad (2.8)$$

Les concentrations volumiques à l'interface sont données à l'intersection de la droite passant par le point correspondant aux concentrations moyennes et de pente  $\frac{y D_A}{x D_B}$  et de la courbe décrite par le produit de solubilité pour un précipité sphérique de rayon  $r$  (figure 2.2)

Dans le cas où l'espèce A diffuse beaucoup plus vite que l'espèce B, la concentration volumique à l'interface en B suit la loi :

$$C_i(r) = C_i^\infty e^{\frac{2\gamma V_m^P}{y r RT}} \quad (2.9)$$

qui est une version modifiée de l'équation classique de Gibbs - Thomson. Cette équation

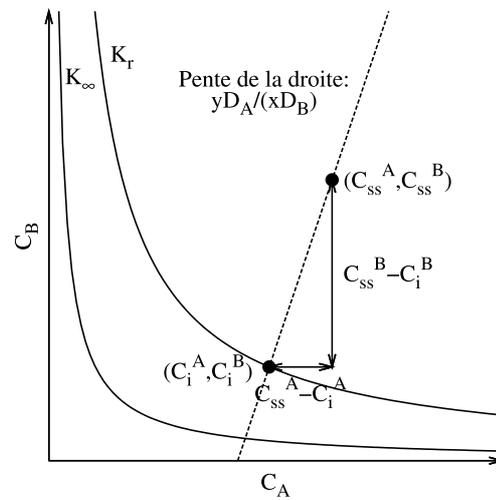


FIG. 2.2: Détermination graphique des concentrations à l'interface dans le cas de la précipitation d'un composé  $P A_x B_y$  où les concentrations volumiques en A et en B à l'intérieur du précipité sont bien supérieures à la concentration à l'interface.

est la même que celle trouvée par M. Perez dans le cas où l'espèce A est le solvant et B le soluté [Perez, 2005].

## 2.4 Dissolution

L'équation 2.4 correspond à la vitesse de croissance des précipités lorsque le champ de diffusion du soluté autour de ceux-ci varie peu avec le temps [Aaron et al., 1970]. Lorsque la sursaturation est faible soit  $C_p - C_i \gg \bar{C} - C_i$ , cette solution est aussi valable pour la vitesse de dissolution des précipités. Dans ce cas précis, la dissolution est le phénomène inverse de la croissance, ce que nous considérerons par la suite dans ce travail. Dans un cas plus général, le profil de concentration du soluté en dissolution n'est pas le symétrique de celui en croissance par rapport à la concentration à l'interface (figure 2.3) et donne donc une vitesse de dissolution différente de celle pour la croissance pour un précipité de même rayon R [Aaron et al., 1971].

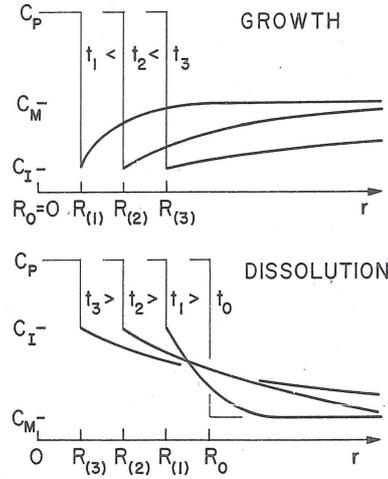


FIG. 2.3: Profil de concentration schématique du soluté autour du précipité en régime de croissance et de dissolution [Aaron et al., 1971].

## 2.5 Coalescence

Pour des temps de traitements relativement longs, la seule force motrice restante pour l'évolution de la microstructure est la réduction de l'énergie d'interface matrice-précipité. Les petits précipités qui présentent un fort ratio surface sur volume se dissolvent au profit des plus gros précipités. Le nombre de précipités diminue donc. I.M. Lifshitz et V.V Slyozov [Lifshitz et Slyozov, 1961] d'une part, et C. Wagner [Wagner, 1961] d'autre part ont développé un modèle communément appelé modèle LSW, prédisant qu'au cours de la coalescence, le rayon moyen des précipités augmente suivant une loi en  $r = f\left(t^{\frac{1}{3}}\right)$  :

$$r^3(t) - r_0^3 = \frac{8\gamma DV_m}{9RT} \frac{c_\alpha^{eq}}{c_p - c_\alpha^{eq}} t \quad (2.10)$$

Cette équation est souvent présente dans la littérature sous la forme suivante :

$$r^3(t) - r_0^3 = \frac{8\gamma DV_m^2 c_\alpha^{eq}}{9RT} t \quad (2.11)$$

Cependant, cette expression est seulement valide dans le cas où  $c_\alpha^{eq} \ll c_p$ .

L'augmentation du rayon moyen des précipités a pour effet que la concentration en soluté à l'interface se rapproche de celle prédite par le diagramme de phases. La sursaturation de la matrice en soluté diminue donc selon une loi en  $t^{\frac{1}{3}}$  :

$$\bar{c}_\alpha - c_\alpha^{eq} = \left( \frac{D (RT)^2}{9 (\gamma c_\alpha^{eq})^2 V_m} t \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2.12)$$

Finalement, d'après le modèle LSW les rayons des précipités se distribuent selon la loi suivante :

$$\text{pour } u \leq 1,5, \rho_{LSW}(u) = \frac{81e}{2^{\frac{5}{3}}} \frac{u^2 \exp\left(\frac{3}{2u-3}\right)}{(u+3)^{\frac{7}{3}} \left(\frac{3}{2}-u\right)^{\frac{11}{3}}} \text{ avec } u = \frac{r}{r_{moyen}} \quad (2.13)$$

$$\text{pour } u \geq 1,5, \rho_{LSW}(u) = 0$$

## 2.6 Précipitation dynamique

On nomme précipitation dynamique la précipitation ayant lieu lors de la déformation. L'influence de cette dernière est difficile à estimer, d'un côté la précipitation peut être accélérée à cause du transport de soluté par les dislocations et d'un autre côté, la déformation peut déstabiliser les précipités par cisaillement. Cependant les détails de la déformation des mécanismes de la précipitation dynamique restent encore inconnus.

Un exemple industriel classique illustrant cet effet est le détensionnement de tôles d'aluminium à durcissement structural, trempées depuis la température de mise en solution. L'évolution de la précipitation au cours de la déformation d'un alliage Al-Zn-Mg-Cu (AA7010) a été suivie par diffusion centrale de rayons X [Deschamps et al., 2003].

Les figures 2.4(a) et 2.4(b) montrent respectivement l'évolution de la fraction volumique précipitée et du rayon moyen des précipités mesurés lors d'un essai de traction à la vitesse de déformation de  $10^{-4}$  (points noirs), en fonction du temps, comparés à la même évolution en précipitation statique (points blancs), c'est à dire sans déformation lors de l'essai. Il apparaît que les précipités formés lors de l'essai de traction ont une taille comparable à ceux formés en statique (4-5 Å) et que la fraction volumique précipitée augmente bien plus rapidement avec la déformation. La déformation accélère donc la cinétique de précipitation dans ce cas précis, puisque plus de précipités sont formés.

De plus, la vitesse de déformation a aussi une influence sur ce phénomène. Sur la figure 2.5, on constate que lorsque la vitesse de déformation est multiplié par 20, la précipitation dynamique cesse pratiquement. Cette dépendance peut-être interprétée dans le cadre du vieillissement dynamique. Le temps d'attente  $t_w$  d'une dislocation aux

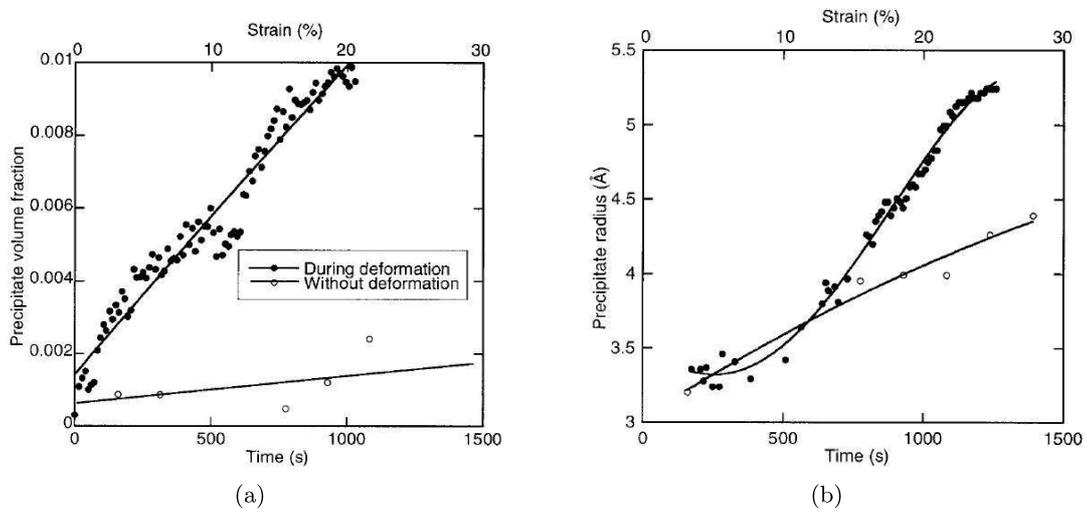


FIG. 2.4: (a) Évolution de la fraction volumique précipitée et (b) du rayon moyen des précipités à température ambiante, en précipitation statique (points blancs) et dynamique ( $\varepsilon = 10^{-4}$ ) (points noirs) [Deschamps et al., 2003].

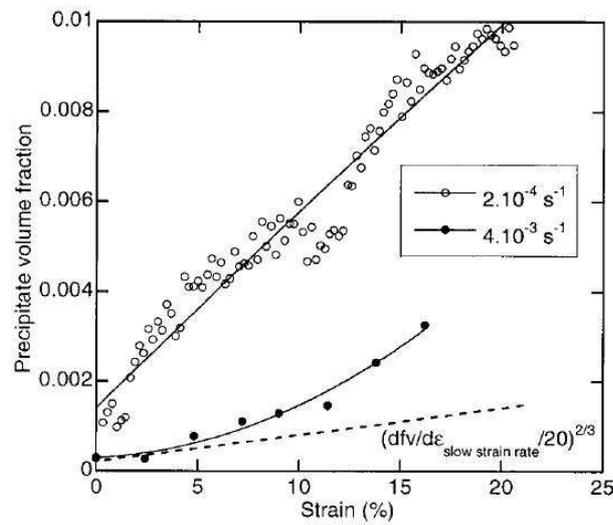


FIG. 2.5: Influence de la vitesse de déformation sur l'évolution de la fraction volumique précipitée au cours de l'essai de traction [Deschamps et al., 2003].

obstacles lors de la déformation plastique peut s'exprimer en fonction de la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  et des densités de dislocations mobiles  $\rho_m$  et immobiles  $\rho_f$  suivant la loi [Deschamps et al., 2003] :

$$t_w = \frac{\rho_m b}{\dot{\varepsilon} \sqrt{\rho_f}}$$

Si on se place aux temps d'attente courts, la quantité de soluté qui ségrège aux dislocations est donnée par la loi de Cottrell-Bilby, soit proportionnelle à  $t_w^{\frac{2}{3}}$ . Si on suppose de plus que la fraction précipitée sur les dislocations est proportionnelle à la quantité de soluté ségrégée, alors le taux de précipitation dynamique s'exprime [Deschamps et al., 2003] :

$$\frac{df_v}{d\varepsilon} = \frac{K \rho_m^{\frac{2}{3}} \rho_f^{\frac{1}{6}}}{\dot{\varepsilon}^{\frac{2}{3}} b}$$

où  $K$  est une constante. Si pour simplifier, l'influence de la vitesse de déformation sur les densités de dislocations est supposée faible, alors la cinétique de précipitation dynamique varie comme  $\dot{\varepsilon}^{-\frac{2}{3}}$ . Ceci est bien vérifié expérimentalement, comme on peut le voir sur la figure 2.5.

Finalement dans le cas de détensionnement d'une tôle, la déformation accélérerait la précipitation par un effet de traînage de soluté. Ce comportement est cependant difficile à extrapoler aux gammes de température et de déformation du FSW.

## 3 Modèles isocinétiques

L'objectif du projet DEEPWELD est d'optimiser les paramètres de soudage par FSW de deux alliages d'aluminium à durcissement structural, le 2024 T3 et le 7449 T7. Dans ce projet, les calculs thermomécanique et métallurgique sont découplés, et de ce fait, le calcul de l'évolution de la précipitation est une tâche venant à la suite du calcul thermomécanique. Ces deux tâches sont elles mêmes englobées dans une boucle d'optimisation. Il est donc nécessaire que l'évolution de la précipitation soit traitée rapidement, et par conséquent il a été retenu dans ce projet l'approche de la précipitation par des modèles équivalence temps-températures. L'expression « équivalence temps-température » a pour équivalent dans la littérature anglo-saxonne « isokinetic ». Dans ce manuscrit, nous utiliserons plutôt le terme isocinétique au lieu d'équivalence temps-température pour rester plus proche des termes employés dans la littérature. Une présentation générale de la modélisation de la précipitation par des modèles isocinétiques sera faite dans une première partie.

Les alliages 2024 et 7449 n'ont pas subi les mêmes traitements thermiques, ils ne peuvent donc pas être traités de la même manière. Le 7449 a subi un traitement thermique de sur-revenu. Les effets des traitements thermiques ultérieurs sont bien traités dans la littérature et feront l'objet du début de la deuxième partie. Dans la suite de cette partie, l'application à notre alliage et des améliorations mineures seront exposées.

Par contre, le 2024 est dans un état mûri qui est mal appréhendé par la littérature, et qui a donc amené des efforts plus substantiels de modélisation de notre part. Les tentatives de modélisation faites dans la littérature et notre modèle seront présentés dans la dernière partie.

### 3.1 Présentation générale des modèles isocinétiques

Dans le cas de la précipitation, la complexité des phénomènes de précipitation, nucléation, croissance et coalescence est réduite à l'évolution d'une variable interne. Un aspect important de cette variable interne est qu'elle doit être une variable d'état, c'est-à-dire que sa variation ne doit pas dépendre de son histoire mais seulement de sa valeur

à l'instant  $t$ . Le traitement de l'évolution d'un paramètre microstructural au cours d'un cycle anisotherme  $T(t)$  peut être simplifié si sa loi d'évolution est isocinétique.

Une réaction est dite isocinétique si le temps pour atteindre un certain stade  $\xi$  de la réaction lors d'un cycle anisotherme  $T(t)$  est obtenu en découpant le cycle anisotherme en une succession de traitements isothermes de durée infinitésimale  $dt$ , et en additionnant l'avancement relatif  $\frac{dt}{t_a(T)}$  lors de ces traitements isothermes infinitésimaux jusqu'à ce que la somme atteigne l'unité :

$$\int_0^{t_\xi} \frac{dt}{t_a(T)} = 1$$

où  $t_a(T)$  est le temps pour atteindre  $\xi$  lors d'un traitement à la température  $T$ , et  $t_\xi$  le temps pour atteindre  $\xi$  lors du cycle anisotherme [Christian, 1965]. L'intégrale  $\int \frac{dt}{t_a(T(t))}$  est appelée la force cinétique du cycle thermique. [Christian, 1965] précise que ce comportement implique que la loi de transformation est de la forme :

$$\frac{d\xi}{dt} = \frac{G(\xi)}{H(T)}$$

où  $G$  et  $H$  sont des fonctions.

Cette loi d'évolution ne dépend pas de l'histoire passée et ne peut donc pas décrire complètement des réactions comme la croissance des grains où le champ de diffusion garde une mémoire de l'histoire thermique. Cependant, nous verrons que le formalisme des réactions isocinétiques est une bonne approximation pour de nombreux problèmes d'importance industrielle, comme la dissolution des précipités dans un 7449 T7 lors d'un traitement thermique qui fait l'objet de la section suivante. Ceci est particulièrement vrai lorsque la loi d'évolution est calibrée à l'aide de données expérimentales.

## 3.2 Modélisation isocinétique de la dissolution des précipités

### 3.2.1 Revue bibliographie

#### Contexte

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX sont couramment utilisés comme composants de structure. Ils offrent une limite élastique supérieure à 350 MPa grâce à la présence de fins précipités  $\beta''$ . Bien qu'ils soient facilement soudables, ils souffrent d'une importante baisse des propriétés mécaniques dans la zone soudée. Pour les régions les moins « chaudes » du joint, la baisse de dureté s'explique par une dissolution modérée

des précipités  $\beta''$ . Par contre pour les régions les plus « chaudes » du joint, la dissolution des précipités  $\beta''$  est plus conséquente, libérant ainsi suffisamment de soluté permettant la précipitation de précipités grossiers  $\beta'$  lors de la phase de refroidissement. Cette précipitation non durcissante diminue donc la quantité de soluté disponible pour la re-précipitation des précipités  $\beta''$  lors de la phase de maturation. Ce captage de soluté explique la baisse de dureté dans les régions les plus « chaudes » du joint (figure 3.1).

### Modèle de Myhr & Grong (1991)

[Myhr et Grong, 1991] ont été les premiers à proposer des modèles isocinétiques facilement exploitables pour décrire la dissolution des précipités  $\beta''$  et la précipitation grossière des précipités  $\beta'$ .

Le phénomène de dissolution des précipités correspond à une instabilité lorsqu'ils sont amenés à hautes températures. Le modèle de Myhr & Grong est basé sur les résultats expérimentaux représentés sur la figure 3.2. Sur cette figure est représentée la variation de la fraction normalisée des précipités dissous  $X_d$  en fonction du temps normalisé  $\frac{t}{t_1^*}$  du recuit isotherme à différentes températures. Le temps caractéristique  $t_1^*$  est le temps nécessaire à la température  $T$  pour dissoudre tous les précipités.

Au vu de ces résultats, [Myhr et Grong, 1991] ont proposé le modèle suivant permettant d'obtenir l'évolution de la fraction des précipités dissous lors d'un traitement isotherme :

$$X_d = \left( \frac{t}{t_1^*} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{où } t_1^* = t_{r1}^* \exp \left( \frac{Q_{eff}}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_{r1}} \right) \right) \quad (3.1)$$

avec  $t_{r1}^*$  le temps nécessaire pour dissoudre tous les précipités à la température  $T_{r1}$ . La figure 3.2 montre que l'exposant  $\frac{1}{2}$  n'est seulement valable qu'au début de la dissolution et qu'il diminue par la suite. Cette diminution de la vitesse de dissolution s'explique par l'interaction des champs de diffusion des différents précipités.

Dans le cas anisotherme, l'expression 3.1 est modifiée en divisant le cycle thermique anisotherme en une succession de traitements infinitésimaux isothermes. Ainsi, le terme  $\frac{t}{t_1^*}$  dans l'équation 3.1 est remplacé par  $\frac{dt}{t_1^*}$  et une intégration le long du cycle est réalisée :

$$X_d = \left( \int_0^t \frac{dt}{t_1^*} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3.2)$$

Dans les régions les plus chaudes du joint, le cycle thermique dissout une part  $X_d$  des précipités  $\beta''$ . Le soluté libéré par la dissolution précipite ensuite lors de la phase de refroidissement du cycle thermique sous une part  $X_e$  de précipités grossiers  $\beta'$ . La

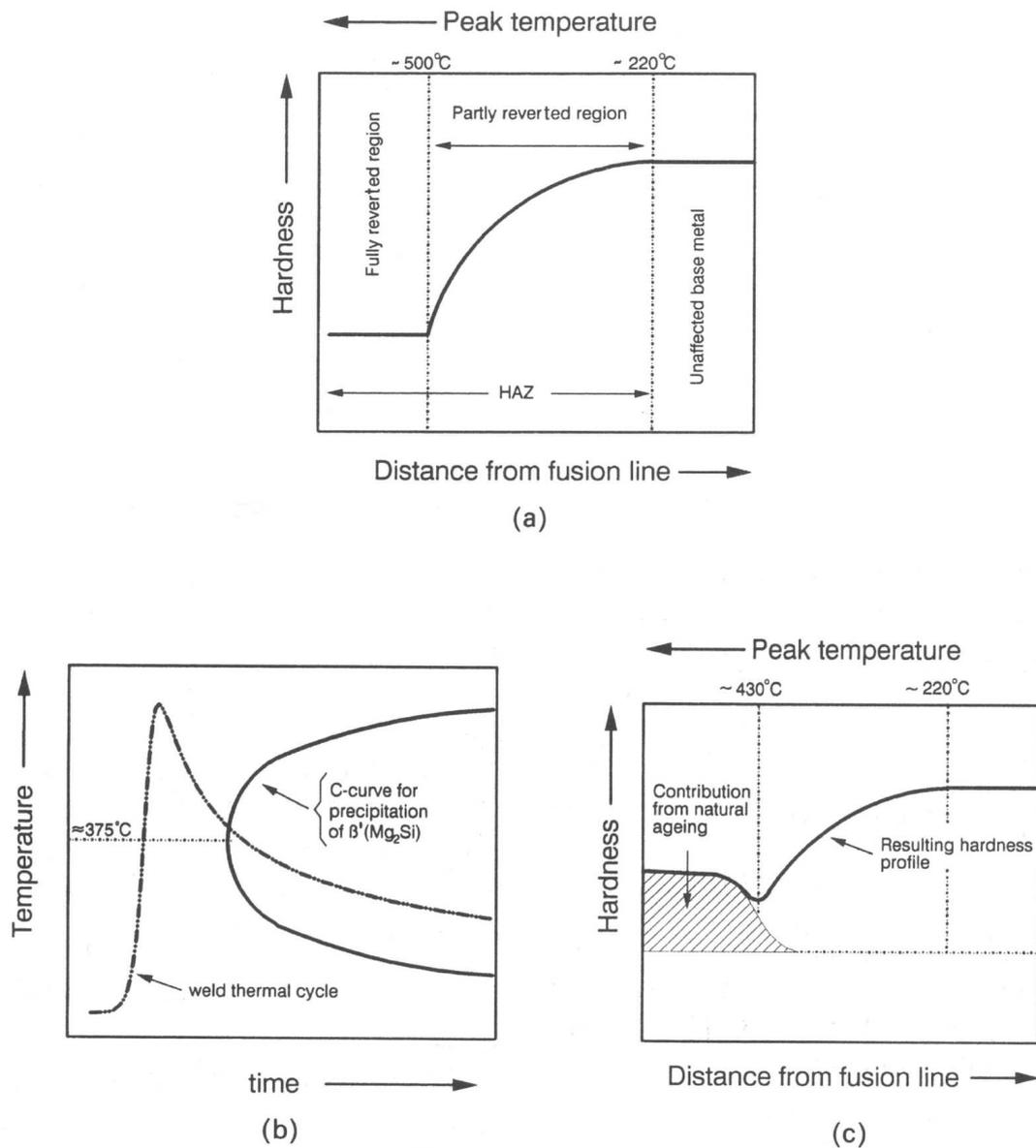


FIG. 3.1: Schémas montrant la séquence de réactions ayant lieu dans la zone affectée thermiquement d'un joint soudé : (a) profil de dureté juste après le soudage ; (b) précipitation de  $\beta'$  durant la partie de refroidissement du cycle thermique ; (c) profil de dureté après le mûrissement [Myhr et Grong, 1991].

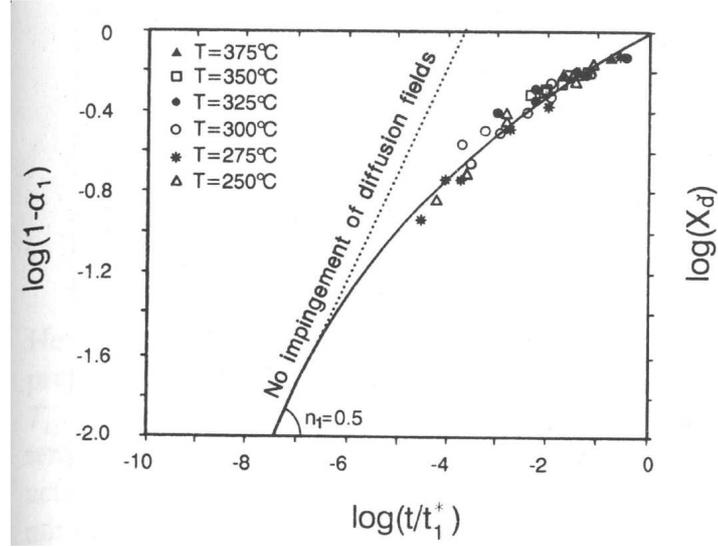


FIG. 3.2: Dissolution des précipités  $\beta''$  dans l'alliage AA6082-T6 lors d'essais isothermes [Myhr et Grong, 1991].

fraction de soluté disponible dans la matrice juste après le soudage est noté  $X_{ss}$ . Les quantités  $X_d$ ,  $X_e$ ,  $X_{ss}$  sont reliés entre elles par :

$$X_{ss} = X_d - X_e \quad (3.3)$$

La fraction de précipités grossiers  $X_e$  peut se calculer de manière isocinétique :

$$X_e = 1 - Q_c^{\frac{I_2}{2}} \text{ avec } I_2 = \int \frac{dt}{t_2^*(T(t))} \quad (3.4)$$

où  $t_2^*$  est la durée pour obtenir une fraction  $Q_c$  de précipités non durcissants à la température  $T$ .

En définitive, la fraction  $X_p$  de soluté qui reprécipitent en tenant compte de la phase de dissolution et de vieillissement naturel est :

$$X_p = \Phi \left( (Q_c)^{I_2} - (1 - X_d) \right)^2 \quad (3.5)$$

où  $\Phi$  est une constante fonction de l'alliage.

La dureté Vickers  $HV$  d'un point de la soudure est reliée à la dureté de l'alliage dans l'état sur-revenu  $HV_0$ , et à la dureté minimum  $HV_{min}$  par

$$HV = HV_{min} + (HV_0 - HV_{min}) * (1 - X_d) \text{ si } X_p < (1 - X_d) \quad (3.6)$$

pour une zone où la dissolution est faible, sinon par

$$HV = HV_{min} + (HV_0 - HV_{min}) * (1 - X_p) \text{ si } X_p > (1 - X_d) \quad (3.7)$$

pour une zone où la dissolution est forte obligeant à tenir compte de la précipitation de précipités non durcissants.

### Quelques remarques sur le modèle de Myhr & Grong (1991)

La partie du modèle concernant la dissolution des précipités  $\beta''$  a été largement reprise dans la bibliographie pour prédire le profil de dureté lors du soudage d'un alliage d'aluminium [Frigaard et al., 2001, Shercliff et al., 2005, Robson et Sullivan, 2006]. La popularité de cette partie s'explique d'une part par la facilité à obtenir les données, et d'autre part par la capacité de la courbe maîtresse à décrire l'adoucissement du matériau aussi bien par la dissolution des précipités que par leur coalescence [Robson et Sullivan, 2006]. Sur la figure 3.3 est représenté l'abaissement de la dureté prédit par un modèle ne tenant compte soit que de la dissolution, droite en traits pointillés, soit que de la coalescence, courbe en plein. Pour des traitements isothermes à 200 °C, la diminution de la dureté s'explique principalement par la dissolution et à 300 °C par la coalescence. Bien que la courbe maîtresse soit établie à partir d'un modèle de dissolution, la courbe maîtresse expérimentale qui est la réunion des deux courbes sur la figure 3.3 contient de l'information sur l'adoucissement par coalescence. Ceci explique pourquoi le modèle est si performant.

La deuxième partie du modèle, bien qu'ayant l'avantage de décrire fidèlement toutes les réactions jouant sur la quantité de soluté disponible pour la maturation, a le désavantage de nécessiter de connaître la courbe TTT de la formation des précipités non durcissants, courbe difficilement mesurable.

Une méthode plus simple pour traiter la maturation a été proposée par Shercliff et al. [Shercliff et al., 2005]. Ils supposent que la quantité de soluté disponible à la fin du cycle de soudage sera déterminée principalement par la température maximum atteinte lors du cycle de soudage. Des échantillons ont été mis dans des bains de sels à différentes températures, ensuite trempés, et finalement leur dureté Vickers a été immédiatement mesurée. Leur dureté a été aussi mesurée après une semaine à température ambiante, durée suffisamment longue pour supposer que la maturation des échantillons soit totale. La figure 3.4 reporte la différence de dureté entre l'échantillon mûri et juste après le trempé. On constate qu'en dessous de 350 °C, la maturation est négligeable et qu'au dessus, l'incrément de dureté dépend peu du temps de résidence dans le bain.

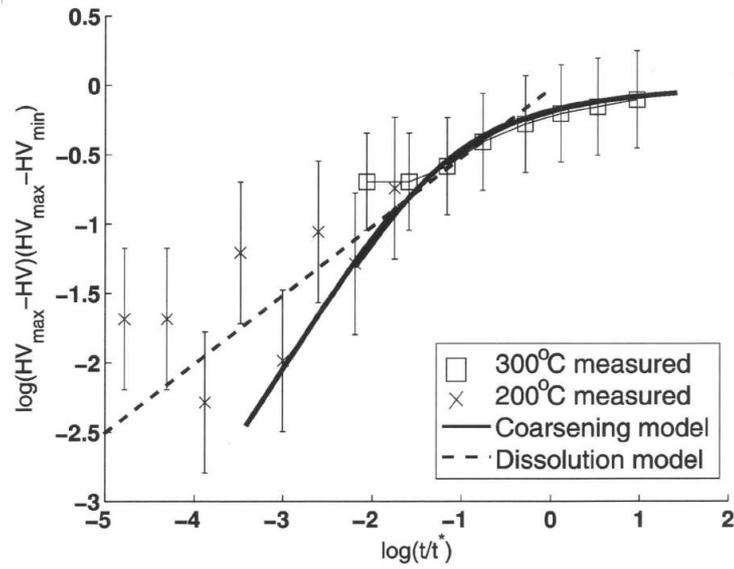


FIG. 3.3: Contribution de la dissolution et de la coalescence à la formation de la courbe maîtresse d'un AA7449 T7 [Robson et Sullivan, 2006].

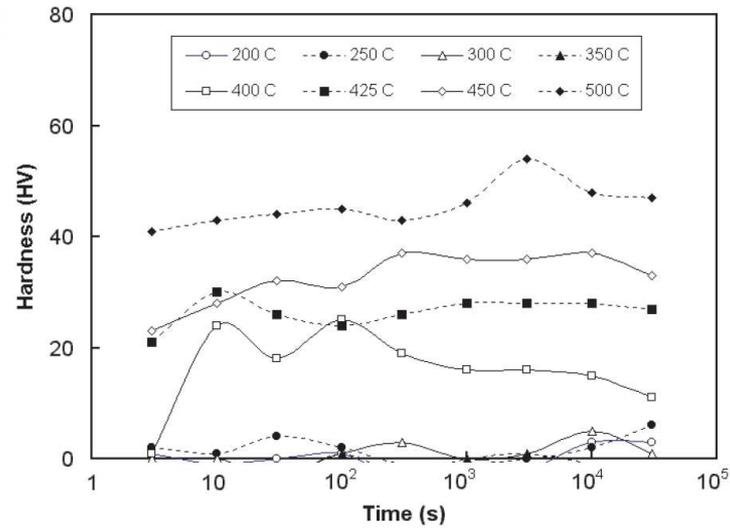


FIG. 3.4: Augmentation de la dureté Vickers d'un AA2014 T6 au bout d'une semaine de maturation après avoir placés les échantillons dans un bain de sel pendant les durées indiquées [Shercliff et al., 2005].

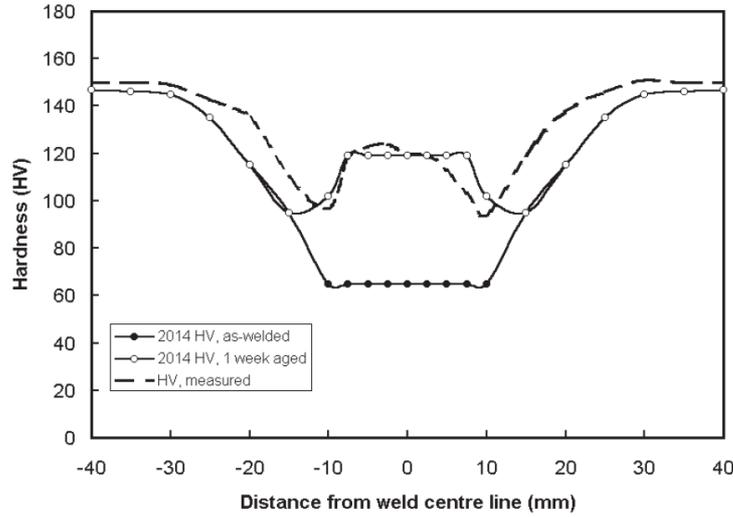


FIG. 3.5: Profils de dureté simulés (courbes avec les points noirs et les points blancs) et mesuré (courbe en traits pointillés) le long d'un joint soudé d'un AA2014-T6 par FSW [Shercliff et al., 2005].

L'augmentation de la dureté due à la maturation après un cycle thermique a été simplement prise comme étant égale à l'augmentation de la dureté après un traitement isotherme à la température maximum du cycle de soudage. Cette approche, bien qu'ayant tendance à surestimer l'augmentation de la dureté, donne des estimations raisonnables pour les duretés finales dans le cas de soudage d'alliage d'aluminium dans des conditions typiques du FSW (figure 3.5).

Cette méthode a été ensuite adaptée par [Robson et Sullivan, 2006] pour prédire l'augmentation de la dureté après le soudage par FSW d'un 7449. Les auteurs s'appuient sur la description thermodynamique des zones GP (précipités responsables de l'augmentation de la dureté lors de la maturation) contenue dans JMatPro pour en déduire la quantité maximale de zones GP dissoutes à la température maximum. À partir de cette considération, ils en déduisent la quantité de soluté disponible pour la maturation, et donc l'augmentation de la dureté. Ces deux quantités sont reliées par :

$$\Delta HV = V_f^{GPZ}(T) \frac{\Delta HV_{max}}{V_f^{GPZ}(T_{max})} \quad (3.8)$$

où  $V_f^{GPZ}(T)$  est la fraction volumique de zones GP formées lors de la maturation après avoir mis l'échantillon dans un bain de sel à la température  $T$ , correspondant à l'incrément de dureté  $\Delta HV$ .  $T_{max}$  est la température pour laquelle toutes les zones GP

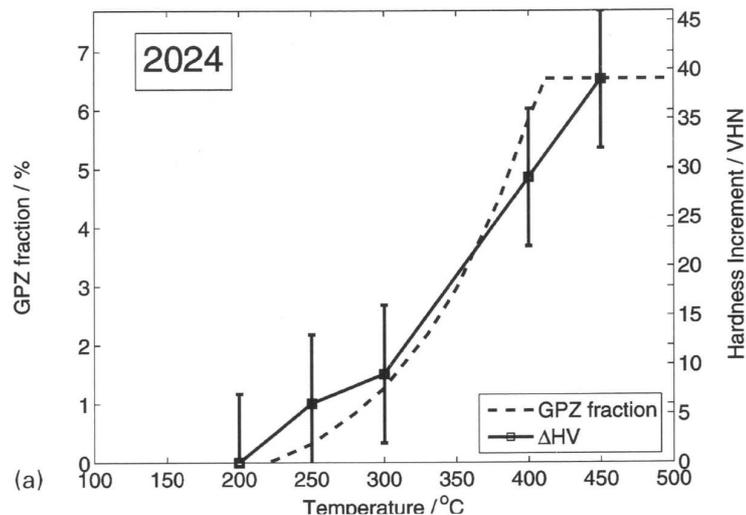


FIG. 3.6: Comparaison entre l'incrément de dureté mesuré suivant la méthode de Shercliff [Shercliff et al., 2005] et celui prédit par la méthode de Robson [Robson et Sullivan, 2006] pour un AA2024.

sont dissoutes.

Sur la figure 3.6 est reportée la fraction volumique de zones GP et l'incrément de dureté mesuré selon la méthode de Shercliff dans le cas d'un alliage AA2024. Comme sur la figure 3.6, la fraction volumique maximale de zones GP  $V_f^{GPZ}(T_{max})$  est au même niveau que l'incrément dureté maximum  $\Delta HV_{max}$ , on peut lire directement l'incrément de dureté à partir de la courbe donnant la fraction de zones GP en fonction de la température. Les prédictions par les deux méthodes sont finalement proches l'une de l'autre. La méthode de Robson a l'avantage sur la méthode de Shercliff de s'affranchir des essais en bain de sel.

À l'origine, le modèle de [Myhr et Grong, 1991] a été élaboré pour prédire le profil de dureté d'un joint soudé par laser d'un alliage d'aluminium de la famille des 6XXX. Puis l'application de ce modèle a été étendue aux autres familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural et à d'autres procédés de soudage. Ainsi, cette méthode a d'abord été élargie aux alliages d'aluminium de la famille des 7XXX dans le cas du procédé de soudage TIG [Bjørneklett et al., 1999] et du friction stir welding [Frigaard et al., 2001, Robson et Sullivan, 2006], et ensuite aux alliages de la famille des 2XXX pour le soudage par FSW [Shercliff et al., 2005].

En conclusion, ce modèle fournit de bons résultats concernant les variations de dureté

lors d'une opération de soudage d'un alliage d'aluminium à durcissement structural dans son état sur-revenu. L'une des clés de la réussite de ce modèle est la mise sous la forme isocinétique de la dissolution des précipités, que nous allons expliquer dans le paragraphe suivant.

### 3.2.2 Traitement isocinétique de la dissolution

Bien que l'approche isocinétique de la dissolution de précipités sphériques existe dans la littérature, nous ne traiterons que celle des précipités en forme de plaquettes qui est celle la plus couramment employée dans la littérature. La démonstration qui suit est tirée de l'article de [Bjørnekleff et al., 1998]. Elle est reproduite dans ce manuscrit car le traitement isocinétique de la croissance des précipités présenté à la section 3.3.2 sera inspiré de celle-ci.

La loi d'évolution de la mi-épaisseur  $e$  des plaquettes proposée par Whelan [Whelan, 1969] est :

$$\frac{de}{dt} = -\frac{k}{2} \sqrt{\frac{D}{\pi t}} \quad (3.9)$$

avec  $k = 2 \frac{C_i - \bar{C}}{C_p - C_i}$ ,  $\bar{C}$  la concentration en soluté loin du précipité,  $C_i$  la concentration en soluté à l'interface matrice/précipité, et  $C_p$  la concentration en soluté dans le précipité (figure 3.7).

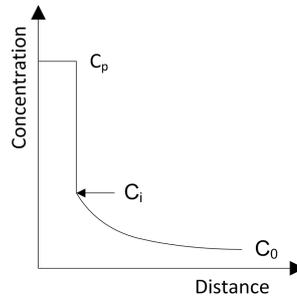


FIG. 3.7: Profil schématique de la concentration en soluté autour d'un précipité en train de se dissoudre.

En intégrant l'équation précédente à température fixée, la mi-épaisseur  $e$  évolue suivant la loi :

$$e = e_0 - \frac{k}{\sqrt{\pi}} \sqrt{Dt} \quad (3.10)$$

avec  $e_0$  la mi-épaisseur initiale des plaquettes.

La variation du nombre de précipités et des deux autres dimensions du précipité sont supposés faibles, ainsi la variation de la fraction volumique des précipités est principalement due à la variation de l'épaisseur des plaquettes. Avec cette hypothèse, nous avons la relation  $\frac{f}{f_0} = \frac{e}{e_0}$ . En introduisant la fraction volumique normalisée des précipités  $\frac{f}{f_0}$  et le temps pour dissoudre un précipité de mi-épaisseur initiale  $e_0$  à la température  $T$   $t_d = \left(\frac{e_0\sqrt{\pi}}{k\sqrt{D}}\right)^2$ , l'équation 3.10 se met sous la forme :

$$\frac{f}{f_0} = 1 - \sqrt{\left(\frac{t}{t_d}\right)} \quad (3.11)$$

En dérivant l'équation 3.11 par rapport au temps et à température constante, la vitesse de fraction volumique de précipités dissous peut être exprimée en fonction de la fraction volumique  $f$ , de la fraction volumique initiale  $f_0$ , et de la température  $T$  :

$$\frac{d\left(\frac{f}{f_0}\right)}{dt} = -\frac{1}{2t_d\left(1 - \frac{f}{f_0}\right)} \quad (3.12)$$

qui après intégration le long d'un cycle thermique quelconque  $T(t)$  donne :

$$\frac{f}{f_0} = 1 - \sqrt{\int_0^t \frac{dt}{t_d(T(t))}} \quad (3.13)$$

La loi de dissolution des précipités écrite sous la forme de l'équation 3.12 est bien de la forme générale d'une réaction isocinétique. Bien que l'équation 3.12 ne soit qu'une réécriture de l'équation 3.9, elle ne s'exprime qu'en fonction de la température et de la fraction volumique à l'instant  $t$ . Ainsi il est possible de calculer la fraction volumique de précipités dissous le long d'un cycle thermique quelconque  $T(t)$  à l'aide de l'équation 3.12 au contraire de l'équation 3.9 .

### 3.2.3 Utilisation en pratique dans le cas du AA7449-T79 étudié dans le projet DeepWeld

Dans la réalité, l'emploi de l'équation 3.13 n'est pas sans poser de problèmes car :

- d'abord la fraction volumique de précipités restants n'est pas directement accessible,
- de plus  $t_d$  doit être connu pour toutes températures,
- enfin cette loi n'est valable que si les champs de diffusion autour des précipités n'interagissent pas, ce qui n'est pas le cas lorsque la force cinétique du cycle ther-

mique  $\int \frac{dt}{t_d(T(t))}$  a une valeur éloignée de 0. Pour tenir compte de l'interaction des champs de diffusion, cette loi doit être réécrite  $\frac{f}{f_0} = 1 - F\left(\int_0^t \frac{dt}{t_d(T(t))}\right)$  avec  $F$  une fonction à déterminer. Cette fonction est appelée dans la littérature la courbe maîtresse.

Dans cette sous-section, nous aborderons successivement les différents points, et présenterons comment ils ont été résolus dans la littérature et dans ce travail de recherche.

### Estimation de la fraction volumique

Dans tous les articles traitant la dissolution des précipités par l'approche isocinétique dans les alliages d'aluminium à durcissement structural, il est supposé que la fraction volumique des précipités  $f$  est reliée à la dureté Vickers HV par la loi :

$$\frac{f}{f_0} = \frac{HV - HV_{min}}{HV_{max} - HV_{min}} \quad (3.14)$$

avec  $f_0$  la fraction de précipités présent initialement,  $HV_{max}$  la dureté maximum de l'alliage qui est celle initiale, puisque l'alliage est pris dans un état sur-revenu,  $HV_{min}$  la dureté minimum. Cette dépendance linéaire de la dureté avec la fraction volumique a été établie pour le durcissement des alliages 6XXX par la phase  $\beta''$  qui est supposée durcir le matériau par effet chimique ou d'ordre [Myhr et Grong, 1991]. Cette dépendance a été ensuite reprise dans les autres articles sûrement en raison de la simplicité qu'elle introduit dans la modélisation. Cette dépendance linéaire de la dureté avec la fraction volumique ne correspond pas à celle en  $\sqrt{f_v}$  du cisaillement de petits précipités, qui est plutôt celle à laquelle on s'attendrait. Cependant, cette dernière n'est pas utilisée car elle ne reproduit pas la variation de la fraction volumique de précipités dissous en puissance  $\frac{1}{2}$  de la force isocinétique au début du régime de dissolution (figure 3.2).

La détermination de la dureté minimum n'est pas sans difficultés, car la dureté atteinte pour des longues durées de traitement (supérieures à  $10^4$  s) dépend de la température du recuit. Pour des températures de recuit comprises entre 300 °C et 400 °C, la dureté minimum est environ de 65 HV alors que pour des températures de recuit supérieures à 400 °C, elle est de l'ordre de 85 HV (figure 3.8).

### Détermination du temps de dissolution des précipités

L'emploi de l'équation 3.13 nécessite de connaître pour toutes températures le temps de dissolution  $t_d$ . En pratique, il n'est possible de connaître le temps de dissolution  $t_d$  que pour un nombre limité de températures. Dans la littérature, les valeurs aux autres

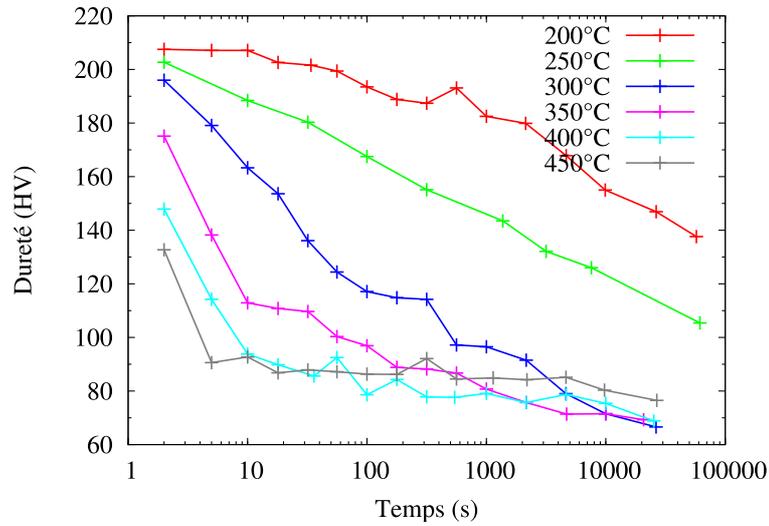


FIG. 3.8: Variation de la dureté du AA7449-T79 au cours de traitements isothermes en bain de sel [Ducoeur et de Meester, 2007b].

températures sont extrapolées à l'aide de la loi suivante, qui est bien vérifiée dans le cas des alliages d'aluminium :

$$t_d = t_r e^{\frac{Q_d}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_r} \right)} \quad (3.15)$$

où  $t_r$  est le temps de dissolution pour une température de référence  $T_r$  et  $Q_d$  l'énergie apparente de dissolution. Celle-ci dépend de l'alliage d'aluminium considéré et est de l'ordre de 150 kJ/mol.

**Établissement de la dépendance exponentielle du temps de dissolution** Nous avons établi à la section 3.2.2 que l'expression du temps de dissolution est :

$$t_d = \left( \frac{e_0 \sqrt{\pi}}{k \sqrt{D}} \right)^2 \text{ avec } k = 2 \frac{C_i - \bar{C}}{C_p - \bar{C}} \quad (3.16)$$

L'équation 3.16 peut être simplifiée en faisant les hypothèses suivantes :

- la concentration en soluté dans la matrice  $\bar{C}$  est négligeable devant la concentration en soluté à l'interface précipité/matrice  $C_i$ ,
- la concentration  $C_i$  est elle même négligeable devant la concentration en soluté dans le précipité  $C_p$ ,
- la concentration  $C_i$  et le coefficient de diffusion du soluté dans la matrice  $D$  suivent

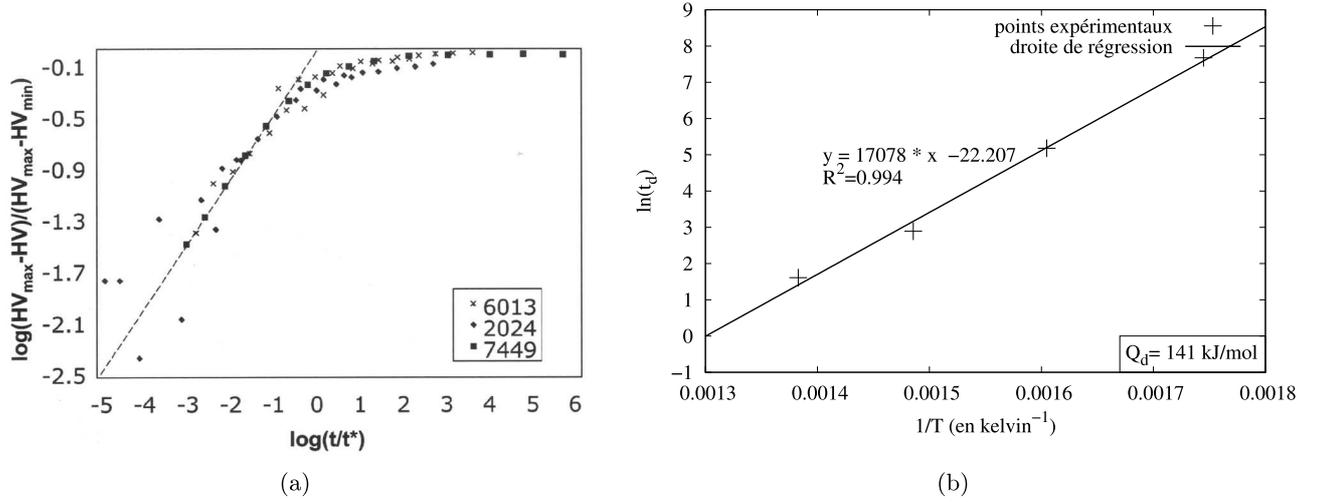


FIG. 3.9: (a) Tracé de la courbe maîtresse pour trois classes d'alliages d'aluminium [Robson et Sullivan, 2006]. (b) Détermination de l'énergie d'activation dans le cas d'un AA7449-T79.

une loi d'Arrhénius  $C_i = C_\infty e^{-\frac{Q_s}{RT}}$  et  $D = D_\infty e^{-\frac{Q_{diff}}{RT}}$  avec  $Q_s$  l'énergie apparente du solvus et  $Q_{diff}$  l'énergie d'activation pour la diffusion,

- la concentration en soluté dans le précipité  $C_p$  est indépendante de la température. Avec ces hypothèses, l'expression du temps de dissolution  $t_d$  devient :

$$t_d = \left( \frac{e_0 \sqrt{\pi} C_p}{2 C_\infty \sqrt{D_\infty}} \right)^2 e^{\left( \frac{Q_{diff}}{R} + \frac{2Q_s}{R} \right) \frac{1}{T}} \quad (3.17)$$

Le temps de dissolution  $t_d$  varie bien de façon exponentielle avec la température, le temps de dissolution pour une température infinie  $t_d^\infty$  s'identifie à  $\left( \frac{e_0 \sqrt{\pi} C_p}{2 C_\infty \sqrt{D_\infty}} \right)^2$  et l'énergie apparente de dissolution  $Q_d$  à  $Q_{diff} + 2 Q_s$ .

**Méthode de détermination  $Q_d$  de la littérature** Dans la littérature, la méthode de détermination de l'énergie d'activation n'est pas décrite. Nous avons l'impression qu'elle est ajustée pour que les points d'abscisses  $\log\left(\frac{t}{t_d}\right)$  et d'ordonnées  $\log\left(1 - \frac{f}{f_0}\right)$  dessinent le mieux possible une courbe (figure 3.9(a)). C'est la méthode retenue dans le projet DEEPWELD sur la proposition du professeur de Meester. Par cette méthode, l'énergie d'activation  $Q_d$  est estimée à 131 kJ/mol.

**Méthode naturelle** La méthode naturelle pour estimer l'énergie d'activation est de tracer le graphe  $\ln(t_d)$  contre  $\frac{1}{T}$  (figure 3.9(b)). La pente de la droite de régression est

égale à  $\frac{Q_d}{R}$  et l'ordonnée à l'origine à  $\ln(t_d^\infty)$  si l'on suppose que le temps de dissolution est lié à la température par la loi :

$$t_d = t_d^\infty e^{\frac{Q_d}{RT}} \quad (3.18)$$

avec  $t_d^\infty$  un facteur préexponentiel qui pourra être assimilé à un temps de dissolution pour une température infinie.

Par cette méthode, l'énergie d'activation de dissolution est estimée à 141 kJ/mol  $\pm$  8 kJ/mol. Cette valeur est proche de celle trouvée par la méthode précédente. Par contre, ces deux valeurs sont un peu éloignées de celle trouvée par [Sullivan, 2006] qui est de 118 kJ/mol.

Les lois 3.15 et 3.18 sont équivalentes, cependant dans la pratique il est préférable d'utiliser la loi 3.18 car elle ne suppose pas qu'on puisse mesurer avec une précision absolue le temps de dissolution à une température donnée. Elle répartit les erreurs sur l'ensemble des mesures.

**Méthode de détermination par la pente des tangentes** Une autre méthode de calibration de l'énergie d'activation  $Q_d$  est de remarquer que pour des températures comprises entre 250 °C et 400 °C et pour des temps de recuit courts, la dureté est une fonction linéaire du logarithme du temps de recuit (figure 3.8). Pour des temps de recuit courts devant le temps de dissolution, la dureté HV de l'alliage est liée au temps de recuit par la relation :

$$\frac{HV_{max} - HV}{HV_{max} - HV_{min}} = \sqrt{\frac{t}{t_d}} \quad (3.19)$$

Ainsi la dérivée de la dureté HV par rapport au logarithme du temps de recuit en  $t=1$  s est liée à l'énergie d'activation  $Q_d$  par :

$$\ln\left(-\frac{1}{\ln(10)} \frac{d}{d \log(t)} \left(\frac{HV}{HV_{max} - HV_{min}}\right)\right) = \ln\left(\frac{1}{2\sqrt{t_d^\infty}}\right) - \frac{Q_d}{2RT} \quad (3.20)$$

Les points expérimentaux d'abscisse  $\frac{1}{T}$  et d'ordonnée  $\ln(Pente)$  s'alignent sur une droite dont le coefficient directeur et l'ordonnée à l'origine sont estimés respectivement à  $-4603,3$  K et à  $6,1418$ , soit respectivement une énergie d'activation  $Q_d$  de 76 kJ/mol  $\pm$  5 kJ/mol et un temps de dissolution pour une température infinie de  $1,44 \cdot 10^{-6}$ s (figure 3.10). Cette valeur est nettement différente de celles trouvées par les méthodes précédentes. Cette différence a pour origine que les deux premières méthodes et celle-

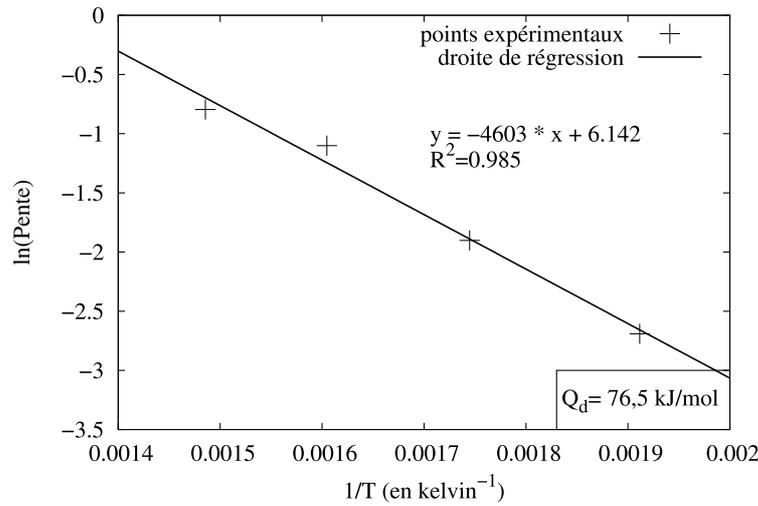


FIG. 3.10: Détermination de l'énergie d'activation de dissolution  $Q_d$  à partir des pentes des tangentes dans le cas d'un AA7449-T79.

ci ne prennent pas en compte les mêmes phénomènes. La méthode naturelle mesure le temps pour atteindre le minimum, donc tient compte de la dissolution et de la coalescence des précipités, alors que la méthode par les pentes des tangentes ne décrit seulement que la dissolution des précipités.

### Courbe maîtresse F

Aucune littérature n'a été trouvée proposant une expression analytique de la courbe maîtresse. La courbe maîtresse pour la dissolution des précipités doit satisfaire les conditions suivantes :

- elle doit être strictement croissante, car la dureté de l'alliage de l'aluminium décroît en fonction du temps de recuit ;
- la pente de l'asymptote pour  $x$  tendant vers  $-\infty$  doit être de 0,5, car c'est le domaine de validité de la loi 3.19 ;
- la pente de l'asymptote pour  $x$  tendant vers  $\infty$  doit être égale à 0, car la dureté de l'alliage pour des temps de recuit longs tend vers une valeur minimale.

Dans le projet DEEPWELD, il a été décidé d'utiliser l'expression 3.21 qui est celle d'un arc d'hyperbole répondant aux conditions précédentes [Ducoeur et de Meester, 2007b] :

$$F(x) = \frac{x + x_0 - \sqrt{(x + x_0)^2 + 1}}{4} + y_\infty \quad (3.21)$$

avec  $x_0$  l'ordonnée à l'origine de l'asymptote pour  $x$  tendant vers  $-\infty$  et  $y_\infty$  la limite de la courbe maîtresse en  $+\infty$ .

### Calcul de la dureté après des recuits isothermes selon la méthode de calibration

La dureté après un cycle thermique quelconque se calcule de la façon suivante :

1. calcul de la force cinétique du cycle thermique  $\int \frac{dt}{t_d(T(t))}$ ,
2. calcul de la valeur de  $\log\left(\frac{HV_{max}-HV}{HV_{max}-HV_{min}}\right)$  à l'aide de la courbe maîtresse,
3. finalement détermination de la dureté.

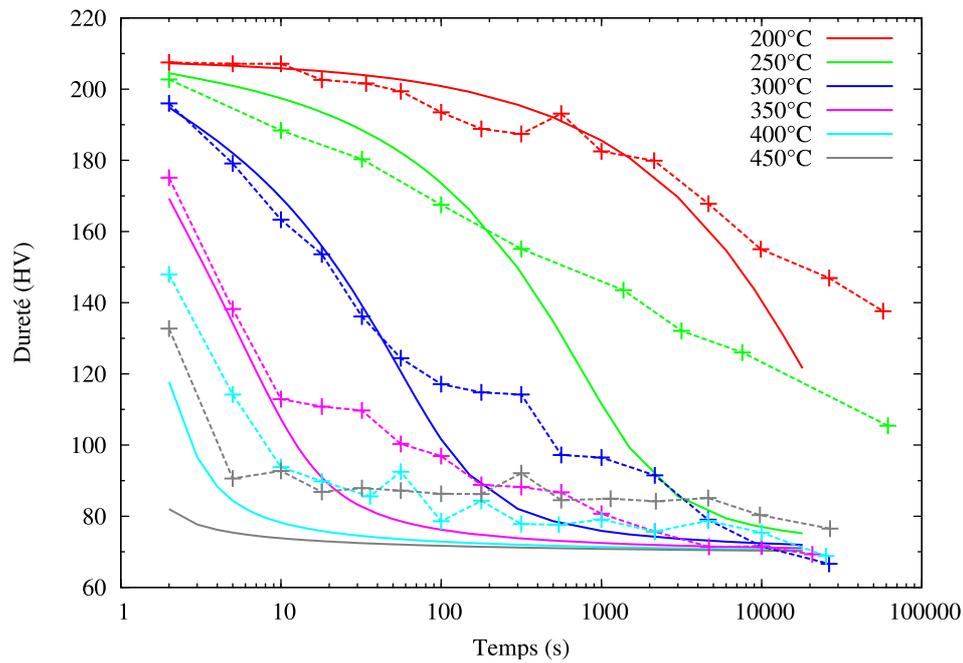
Les courbes simulées de l'évolution de la dureté ont été tracées avec les valeurs des paramètres identifiés dans le cadre de DEEPWELD [de Saracibar et al., 2007], et avec les valeurs déterminées à l'aide des pentes des tangentes (figure 3.11). Les valeurs identifiées des paramètres par chacune des ces méthodes sont indiquées dans le tableau 3.1.

Méthode de calibration	$T_r$	$t_r$	$Q_d$	$x_0$	$y_\infty$	$HV_{max}$	$HV_{min}$
DEEPWELD	350 °C	16 s	131 kJ/mol	0,3	-0.026	208	65
Pentes des tangentes	$\infty$	1,4 $\mu$ s	76 kJ/mol	-1,6	0	210	80

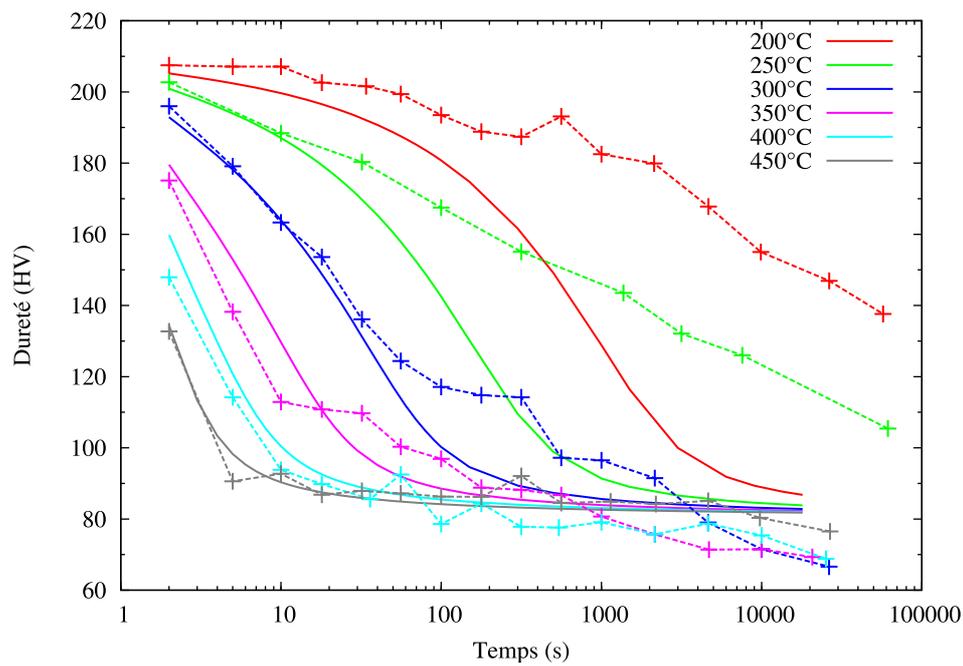
TAB. 3.1: Valeurs utilisées des différents paramètres pour calculer ensuite l'évolution de la dureté lors de recuits isothermes de l'alliage 7449-T79.

D'après la figure 3.11, les deux méthodes de calibration prévoient des duretés erronées pour des temps de recuit supérieur à 20 minutes et des températures inférieures à 300 °C. Par contre, pour des temps de recuit inférieurs à 100 s, les duretés calculées par les deux méthodes sont proches de celles expérimentales. La méthode de calibration à l'aide des pentes des tangentes donne de meilleurs résultats pour les températures de recuit supérieures à 350 °C. Dans ce domaine temps-température, le mécanisme prépondérant est la dissolution des précipités, mécanisme sur lequel a été calibrée le méthode des pentes des tangentes. Finalement nous sommes capables de prévoir l'évolution de la dureté lors du soudage car les cycles thermiques de ces procédés sont courts (une vingtaine de secondes au plus).

En fin de compte, Myhr et Grong ont proposé en 1991 un modèle de précipitation prédisant la baisse des propriétés mécaniques d'un joint soudé d'un alliage d'aluminium sur-revenu. Ce modèle est composé de deux sous-ensembles : une partie dissolution qui a été reprise par la suite, et une partie maturation qui a été supplantée par des approches plus empiriques. L'approche pour la dissolution proposée par Myhr et Grong est à base d'équivalence temps-températures, ce qui permet synthétiser l'ensemble des



(a)



(b)

FIG. 3.11: Évolution de la dureté d'un AA7449-T79 au cours de recuits isothermes calculée avec (a) les valeurs des paramètres identifiées par DEEPWELD [Ducoeur et de Meester, 2007c] et (b) par la méthode à l'aide des pentes des tangentes.

mesures de dureté d'un alliage d'aluminium sur-revenu après un passage en bain de sel à différentes températures en la connaissance d'une seule courbe dans des coordonnées réduites appropriées. L'évaluation des coordonnées réduites nécessite de connaître l'énergie d'activation apparente pour la dissolution. La courbe maîtresse établie pour la dissolution rend bien compte aussi de la diminution de dureté par coalescence des précipités. Ce modèle est souvent appliqué dans des applications de soudage où la dissolution prédomine. Pour ces traitements thermiques qui sont relativement courts, il est préférable de déterminer l'énergie d'activation apparente pour la dissolution par la méthode des pentes des tangentes, que nous avons proposé, que de chercher celle-ci en alignant les points de dureté sur une courbe. L'extension de ce modèle aux alliages d'aluminium maturé est l'objet de la section suivante.

### 3.3 Modélisation isocinétique d'un alliage d'aluminium dans un état sous-revenu

#### 3.3.1 Revue bibliographique

La modélisation isocinétique d'un alliage dans un état sous-revenu est beaucoup plus difficile que celle dans un état sur-revenu, car elle nécessite de prendre en compte toutes les séquences de précipitation : nucléation, croissance et coalescence. [Shercliff et Ashby, 1990] ont proposé un modèle pour décrire les courbes de vieillissement d'alliages d'aluminium. Celui-ci est basé sur la loi LSW décrivant l'évolution des rayons des précipités en régime de coalescence. Sur la figure 3.12, les courbes de vieillissement sont bien décrites par cette loi pour les basses températures, et les plus hautes températures mais pour des temps relativement longs. Dans ces plages, les précipités sont effectivement en train de coalescer. Par contre, dans le cas des plus hautes températures à des temps courts, qui sont les cas intéressants dans le cas du soudage, le modèle surestime la dureté. Finalement, le modèle, s'appuyant sur une loi décrivant le régime de coalescence, n'est valable que dans les plages où ce régime a lieu. Il n'est donc pas possible d'étendre le comportement en coalescence à l'ensemble du régime de précipitation.

Pour prévoir la dureté finale d'un AA2024 T3 après un cycle thermique anisotherme, [Shercliff et al., 2005] ont utilisé une autre approche. Cette approche est semi-empirique, et prend comme point de départ le modèle de dissolution de Myhr & Grong. Les auteurs supposent en première approximation qu'un cycle thermique anisotherme peut être remplacé par un cycle thermique isotherme équivalent à la température maximum du cycle thermique  $T_p$ . La durée  $t_{eq}$  du cycle thermique isotherme équivalent doit

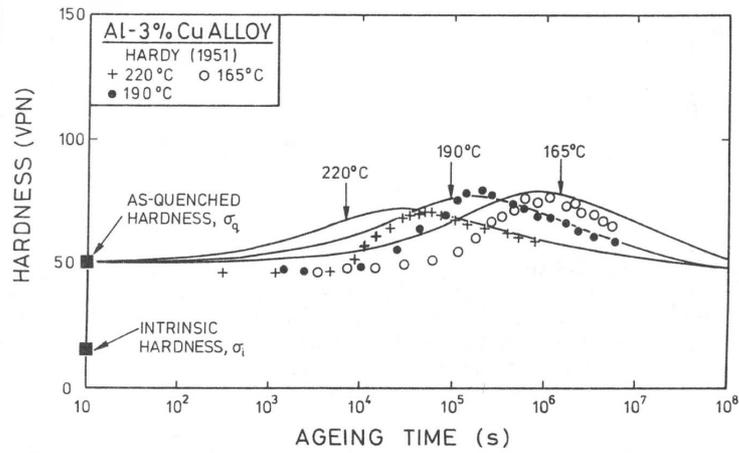


FIG. 3.12: Valeurs de la dureté simulée et expérimentale pour un binaire Al-Cu à 3% de cuivre [Shercliff et Ashby, 1990].

avoir la même force isocinétique que le cycle anisotherme

$$\frac{t_{eq}}{t_1^*(T_p)} = \int \frac{dt}{t_1^*(T)} \quad (3.22)$$

L'utilisation de l'équation 3.22 nécessite de connaître  $t_1^*$ <sup>1</sup> pour toutes les températures. Comme beaucoup de mécanismes de la précipitation dans le cas 2024 T3 sont limités par la diffusion du cuivre dans l'aluminium, les valeurs de  $t_1^*$  ont été choisies égales à celle établies dans ce même article pour le AA2014 T6.

Cette approche a été utilisée pour prédire le profil de dureté d'un joint soudé par FSW d'un AA2024 T3 (figure 3.13). Les profils de dureté simulés juste après soudage et après maturation n'ont pas du tout le profil typique en W d'un joint soudé par FSW d'un alliage d'aluminium dans un état sous-revenu. La dureté pour des distances au centre de la soudure inférieure à 5 mm est soit sous-estimée, dans le cas juste après soudage, ou très largement surestimée dans le cas après maturation. La dureté dans les régions éloignées du centre de la soudure, donc peu affectée par la soudure et donc normalement proche de la dureté du matériau de base est surestimée. Seule la position des maximums serait à peu près bien reproduite.

Il ressort de ces tentatives de modélisation qu'il n'est pas possible d'étendre une approche isocinétique valable pour une partie — coalescence pour Shercliff et Ashby ou dissolution pour Shercliff et Russel — à l'ensemble de la séquence de précipitation. Dans

<sup>1</sup>Pour rappel,  $t_1^*$  est le temps pour atteindre le minimum de dureté à la température T.

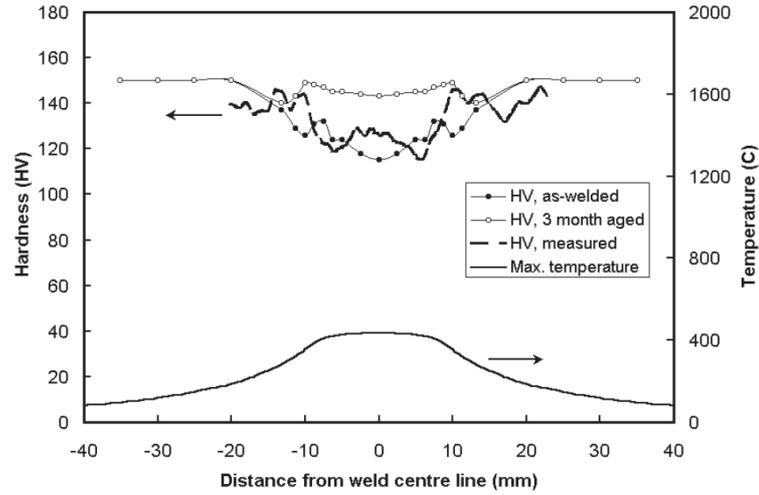


FIG. 3.13: Profil de dureté expérimental et simulé avec la méthode décrite dans [Shercliff et al., 2005] d'un joint soudé par FSW d'un AA2024 T3.

le projet DEEPWELD, il était normalement prévu de prédire la dureté d'un joint FSW d'un 2024 T3. Pour anticiper les difficultés qui pouvaient se poser, nous avons essayé de développer en interne un modèle. Comme l'extrapolation d'un mécanisme à l'ensemble de la séquence ne fonctionne pas, il a été choisi de découper la séquence en croissance des précipités, puis dissolution. Cette séquence ne tient pas compte de la germination, et suppose que le nombre de précipités reste constant. Cette approche a l'avantage que la croissance est dans les équations d'évolution proche de celles de la dissolution. Pour atteindre l'objectif du traitement isocinétique de la précipitation en utilisant la séquence croissance puis dissolution, il est nécessaire d'abord de traiter la croissance de façon isocinétique, puis de faire le raccord avec la dissolution. Le traitement isocinétique de la croissance est traité dans la section suivante.

### 3.3.2 Traitement isocinétique de la croissance des précipités

#### Théorie

En régime de croissance, la loi d'évolution de la mi-épaisseur  $e$  des plaquettes [Aaronson, 2000] est :

$$\frac{de}{dt} = \frac{k}{2} \sqrt{\frac{D}{\pi t}} \quad (3.23)$$

avec  $k = 2 \frac{\bar{C} - C_i}{C_p - C_i}$ ,  $\bar{C}$  la concentration en soluté loin du précipité,  $C_i$  la concentration en soluté à l'interface matrice/précipité, et  $C_p$  la concentration en soluté dans le précipité.

En intégrant la loi précédente à température fixée, la mi-épaisseur  $e$  évolue suivant la loi :

$$e = e_0 + \frac{k}{\sqrt{\pi}} \sqrt{Dt} \quad (3.24)$$

avec  $e_0$  l'épaisseur initiale des plaquettes.

Dans le cadre de ce travail, nous supposons que les plaquettes croissent jusqu'à atteindre une épaisseur maximum  $e_{\max}$  qui ne dépend pas de la température. En divisant l'équation 3.24 par  $e_{\max}$  :

$$\frac{e}{e_{\max}} = \frac{e_0}{e_{\max}} + \frac{k}{e_{\max} \sqrt{\pi}} \sqrt{Dt} \quad (3.25)$$

Nous supposons de plus que l'épaisseur maximum des plaquettes est très grande devant leur épaisseur initiale. La loi 3.25 se simplifie alors en :

$$\frac{e}{e_{\max}} = \frac{k}{e_{\max} \sqrt{\pi}} \sqrt{Dt} \quad (3.26)$$

Selon la loi 3.26, le temps  $t_c$  pour atteindre l'épaisseur maximum  $e_{\max}$  est égale à  $\left(\frac{e_{\max} \sqrt{\pi}}{k \sqrt{D}}\right)^2$ . Comme lors du traitement isocinétique de la dissolution, les variations du nombre de précipités et des deux autres dimensions des précipités sont supposés faibles, ainsi  $\frac{f}{f_{\max}} = \frac{e}{e_{\max}}$ . En introduisant  $t_c$  et la fraction volumique normalisée des précipités  $\frac{f}{f_{\max}}$ , la loi 3.26 s'écrit donc :

$$\frac{f}{f_{\max}} = \sqrt{\frac{t}{t_c}} \quad (3.27)$$

À l'aide de ce résultat, l'équation 3.23 peut être réécrite pour qu'elle ne dépende plus que de la fraction volumique  $f$  et de la température à l'instant  $t$  :

$$\frac{d}{dt} \left( \frac{f}{f_{\max}} \right) = \frac{1}{2 t_c} \frac{f_{\max}}{f} \quad (3.28)$$

Comme pour la dissolution, cette loi peut s'écrire à l'aide de la force cinétique du cycle thermique imposé  $T(t)$  :

$$\frac{f}{f_{\max}} = \sqrt{\int_0^t \frac{dt}{t_c(T(t))}} \quad (3.29)$$

La loi de croissance des précipités écrite sous la forme de l'équation 3.28 est bien de la forme générale d'une réaction isocinétique.

### Utilisation en pratique dans le cas du 2024 T351

Les difficultés soulevées par l'application pratique de la loi 3.29 sont :

- l'impossibilité de mesurer directement la fraction volumique des précipités,
- la connaissance de  $t_c$  pour toutes les températures,
- la détermination de la puissance à laquelle doit être élevée la force cinétique du cycle thermique.

### Estimation de la fraction volumique

Comme pour la dissolution, nous supposons que la fraction volumique des précipités est reliée linéairement à la dureté Vickers HV par la loi :

$$\frac{f}{f_{max}} = \frac{HV - HV_{min}}{HV_{max}(T) - HV_{min}} \quad (3.30)$$

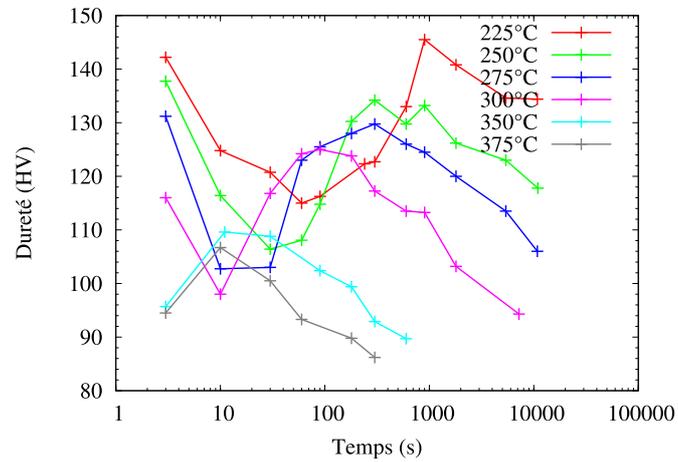
avec  $f_{max}$  la fraction maximum de précipités,  $HV_{max}(T)$  la dureté maximum de l'alliage lors d'un recuit isotherme à la température T,  $HV_{min}$  la dureté minimum. La mesure de la dureté minimum pose la même difficulté que lors de la dissolution. Dans la suite de ce travail, elle a été fixée à 90 HV (figure 3.14(a)). La dureté maximum  $HV_{max}$  est une fonction de la température, et dans le cas du 2024 T351 une relation linéaire entre ces deux grandeurs est bien vérifiée (figure 3.14(b)). Le coefficient directeur de la droite de régression vaut  $-0.2 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  et l'ordonnée à l'origine (à  $0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ) 204 HV.

### Détermination du temps de croissance $t_c$

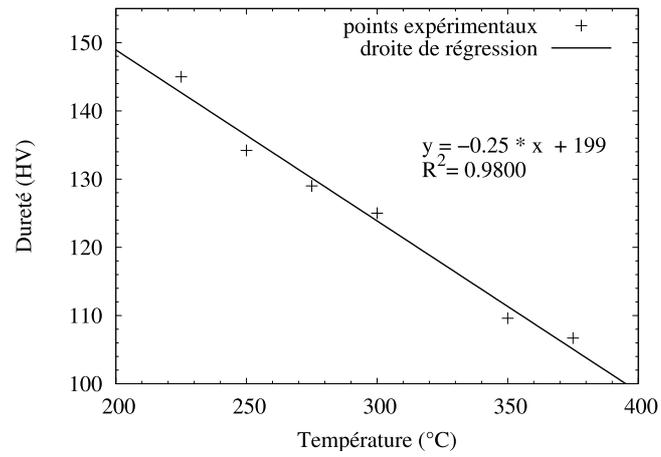
Comme pour la dissolution, le temps de croissance n'est connu que pour un nombre limité de températures à partir desquelles il est extrapolé aux températures inconnues à l'aide de la loi :

$$t_c = t_c^\infty e^{\frac{Q_c}{RT}} \quad (3.31)$$

où  $t_c^\infty$  est un facteur préexponentiel qui pourra être assimilé à un temps de croissance des précipités pour une température infinie,  $Q_c$  l'énergie apparente pour la croissance des précipités. La dépendance exponentielle du temps de croissance  $t_c$  avec l'inverse de la température se justifie de la même façon que pour le temps de dissolution  $t_d$ .



(a)



(b)

FIG. 3.14: (a) Évolution de la dureté de notre AA2024-T351 au cours de traitements isothermes. (b) Variation de la dureté maximum de notre AA2024-T351 au cours des recuits isothermes en fonction de la température.

La pertinence de cette loi s'estime en traçant le graphe  $\ln(t_c)$  en fonction de  $\frac{1}{T}$  (figure 3.15). Nous constatons que les points expérimentaux sont alignés sur une droite de coefficient directeur de  $1,0 \cdot 10^4$  K soit une énergie d'activation de 87 kJ/mol et d'ordonnée à l'origine de -14 soit un temps  $t_c^\infty$  de  $0,72 \cdot 10^{-6}$ s.

**Établissement de la dépendance exponentielle du temps de croissance** À la section 3.3.2, nous avons établi que l'expression du temps de croissance est :

$$t_c = \left( \frac{e_{max} \sqrt{\pi}}{k \sqrt{D}} \right)^2 \text{ avec } k = 2 \frac{\bar{C} - C_i}{C_p - C_i} \quad (3.32)$$

L'équation 3.32 peut être simplifiée en faisant les hypothèses suivantes :

- la différence  $\bar{C} - C_i$  varie lors du régime de croissance ; un ordre de grandeur peut être obtenu en choisissant une concentration en soluté dans la matrice  $\bar{C}$  double de celle à l'interface précipité/matrice  $C_i$ ,
- la concentration  $C_i$  est elle même négligeable devant la concentration en soluté dans le précipité  $C_p$ ,
- le coefficient de diffusion du soluté dans la matrice  $D$  suit une loi d'Arrhénius  $D = D_\infty e^{-\frac{Q_{diff}}{RT}}$  avec  $Q_d$  l'énergie d'activation pour la diffusion.

Avec ces hypothèses, l'expression du temps de croissance  $t_c$  devient :

$$t_c = \left( \frac{e_{max} \sqrt{\pi} C_p}{\bar{C} \sqrt{D_\infty}} \right)^2 e^{\frac{Q_{diff}}{RT}} \quad (3.33)$$

Le temps de croissance  $t_c$  varie bien de façon exponentielle avec la température, le temps de dissolution pour une température infinie  $t_c^\infty$  s'identifie à  $\left( \frac{e_{max} \sqrt{\pi} C_p}{2 \bar{C} \sqrt{D_\infty}} \right)^2$  et l'énergie apparente de croissance  $Q_c$  à  $Q_{diff}$ . Il est important de noter que la validité de cette loi justifie à posteriori l'hypothèse que l'épaisseur maximale des précipités  $e_{max}$  est indépendante de la température.

Un ordre de grandeur de  $e_{max}$  peut être donné à partir de la valeur de  $t_c^\infty$ . Pour un 2024T3, la concentration volumique molaire du cuivre dans le précipité  $C_p$  est de  $25 \cdot 10^3 \text{ mol m}^{-3}$ , et un ordre de grandeur de la concentration du cuivre dans la matrice peut être obtenu en choisissant la concentration totale du cuivre dans le matériau soit  $1800 \text{ mol m}^{-3}$ . Pour une valeur de  $t_c^\infty$  de  $0,72 \cdot 10^{-6}$ s,  $e_{max}$  vaut 270 nm, ce qui est un ordre de grandeur trop grand. En effet, dans un 2024 T6, les précipités S'(S) ont une épaisseur de l'ordre 20 nm. Par contre, pour une valeur de  $t_c^\infty$  de  $35 \cdot 10^{-9}$ s, obtenue dans le cas de l'alliage utilisé dans le projet européen DEEPWELD,  $e_{max}$  vaut 60 nm, ce qui est un peu trop grand mais raisonnable.

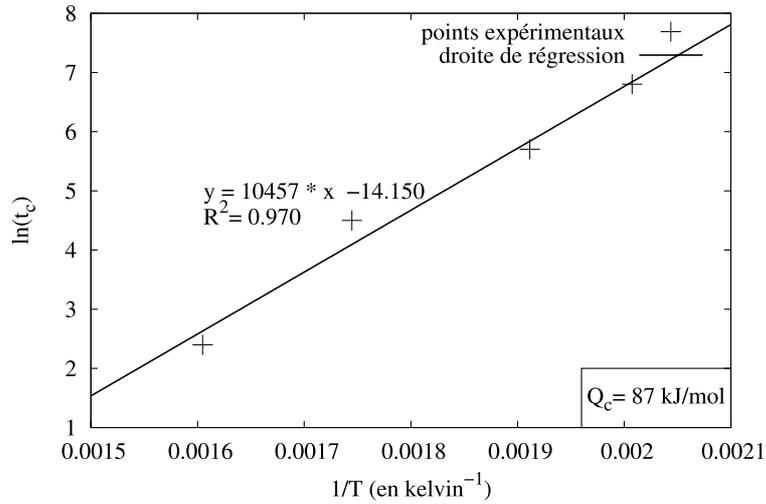


FIG. 3.15: Détermination de l'énergie d'activation apparente de croissance  $Q_c$  dans le cas de notre AA2024-T351.

### Détermination de l'exposant de la force cinétique

La puissance à laquelle doit être élevée la force cinétique du cycle thermique dépend de la géométrie des précipités. Théoriquement, elle est de  $\frac{1}{2}$  pour des précipités en forme de plaquettes et de  $\frac{3}{2}$  pour des précipités sphériques. En pratique, ce coefficient doit être estimé à partir des recuits isothermes en traçant le graphe  $\ln\left(\frac{HV - HV_{min}}{HV_{max}(T) - HV_{min}}\right)$  en fonction  $\ln\left(\frac{t}{t_c}\right)$  (figure 3.16). Dans le cas du 2024-T3, ce coefficient est de 0,4.

### Calcul de la dureté lors d'un cycle thermique

Dans le cas d'un recuit anisotherme, la dureté HV est reliée à la force cinétique par :

$$\frac{HV - HV_{min}}{HV_{max}(T_f) - HV_{min}} = \left(\int \frac{dt}{t_c}\right)^A \quad (3.34)$$

où A est la puissance à laquelle doit être élevée la force cinétique dans le cas général et  $T_f$  la température finale du cycle anisotherme.

### 3.3.3 Traitement isocinétique d'un AA2024-T3

Le traitement isocinétique de la croissance des précipités a été réalisé dans la section précédente. Pour faire le traitement global, il ne reste donc plus qu'à déterminer l'énergie d'activation pour la dissolution, raccorder les deux mécanismes, valider ce

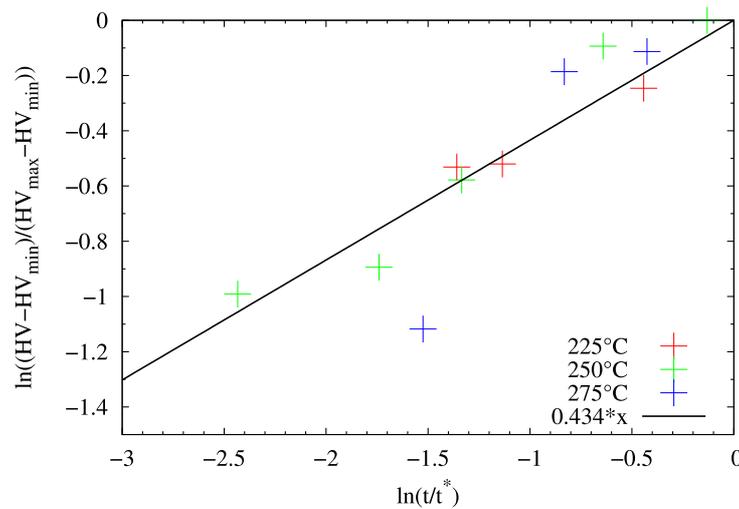


FIG. 3.16: Courbe maîtresse pour la croissance de notre AA2024-T3.

modèle sur des traitements thermiques isothermes, et finalement sur des traitements anisothermes contrôlés.

### Détermination de l'énergie apparente de dissolution

La méthode de l'énergie apparente d'activation de la dissolution des précipités  $Q_d$  est identique à celle dans le cas du AA7449-T79. Il suffit de ne pas oublier de retrancher au temps pour atteindre la dureté minimum le temps pour atteindre le maximum de dureté. En traçant le graphe  $\ln(t_d)$  en fonction de  $\frac{1}{T}$  (figure 3.17), nous constatons que les points expérimentaux sont alignés sur une droite de coefficient directeur de  $18 \cdot 10^3$  K soit une énergie d'activation de 151 kJ/mol. Cette valeur est très proche de celles trouvées dans la bibliographie, 151 kJ/mol pour [Robson et Sullivan, 2006] et 155 kJ/mol pour [Shercliff et al., 2005]. Ces valeurs de l'énergie d'activation apparente sont relativement proches de celles dans le cas du 7449T7, ce qui est normal puisque dans les deux cas il s'agit d'une réaction limitée par la diffusion d'un « gros » atome dans une matrice d'aluminium.

### Détermination de la dureté durant des traitements thermiques

Le tableau 3.2 réunit les valeurs des paramètres nécessaires pour calculer l'évolution de la dureté. Il peut sembler surprenant au premier abord que l'énergie d'activation pour la dissolution apparaisse comme le double de celle pour la croissance. Cependant,

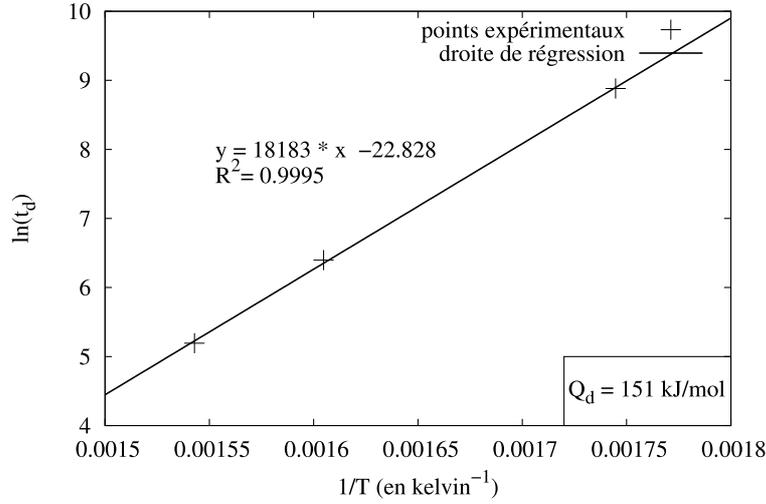


FIG. 3.17: Détermination de l'énergie d'activation apparente de dissolution  $Q_d$  dans le cas de notre AA2024-T3.

d'après les expressions théoriques respectives de l'énergie d'activation pour la dissolution et la croissance, leur différence s'identifie à deux fois l'énergie apparente du solvus  $Q_s$ . Dans le cas du AA2024-T3, le pic de dureté correspond à la précipitation de la phase S qui impose une concentration de cuivre à l'équilibre suivant une loi exponentielle :

$$C = 920 \cdot 10^3 \text{ mol/m}^3 \exp\left(-\frac{37,5 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) \quad (3.35)$$

Donc  $2Q_s = 75 \text{ kJ/mol}$ , ce qui est proche de la différence observée de  $60 \text{ kJ/mol}$  entre les deux énergies d'activation.

La figure 3.18 détaille le calcul de la force cinétique d'un cycle thermique, à partir de laquelle la dureté peut être calculée. Si au bout du cycle thermique le système est toujours en régime de croissance, l'équation 3.34 sera utilisée sinon on utilisera l'équation :

$$\frac{HV_{max} - HV}{HV_{max}(T_f) - HV_{min}} = F(F_d) \quad (3.36)$$

où  $F$  est la courbe maîtresse identifiée pour la dissolution et  $F_d$  la force cinétique en régime de dissolution.

$t_c^\infty$	$Q_c$	A	$t_d^\infty$	$Q_d$	$x_0$	$y_\infty$	$HV_{\max}$	$HV_{\min}$
$0,72 \cdot 10^{-6} \text{s}$	87 kJ/mol	0.4	$0,12 \cdot 10^{-9} \text{s}$	151 kJ/mol	1	0	$-0,25 \cdot T[\text{K}] + 267$	90

TAB. 3.2: Valeurs utilisées des différents paramètres pour calculer ensuite l'évolution de la dureté de l'alliage 2024-T3.

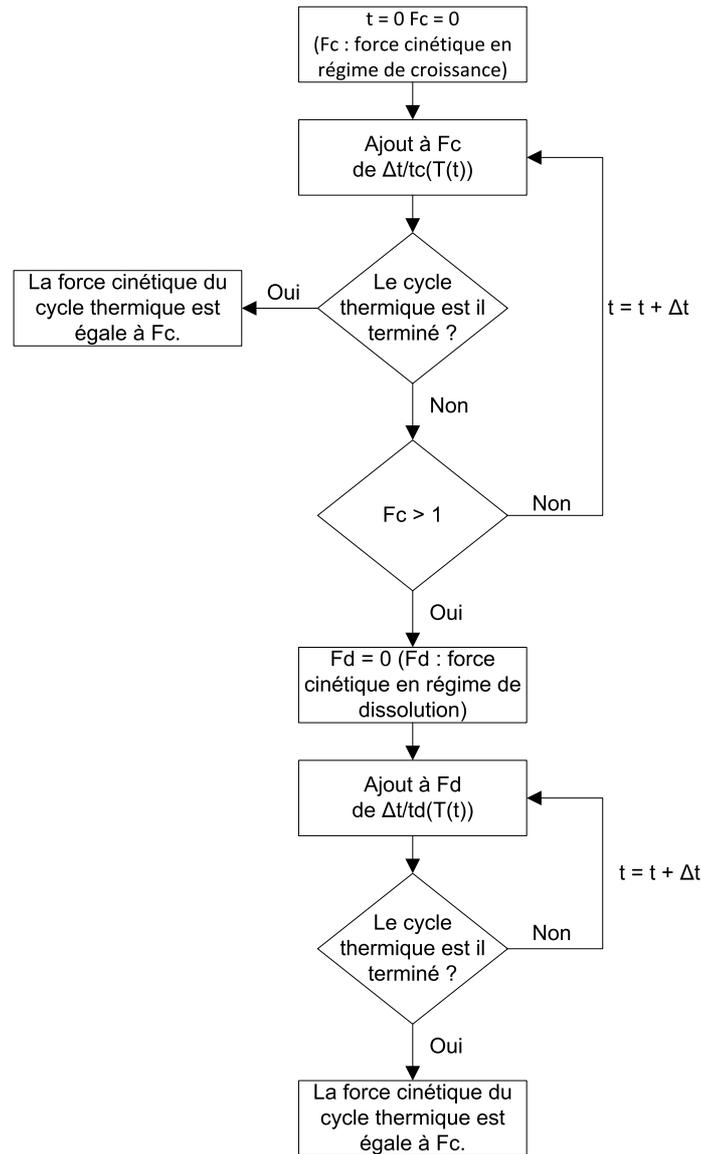


FIG. 3.18: Calcul de la force cinétique d'un cycle thermique anisotherme dans le cas du AA2024-T3.

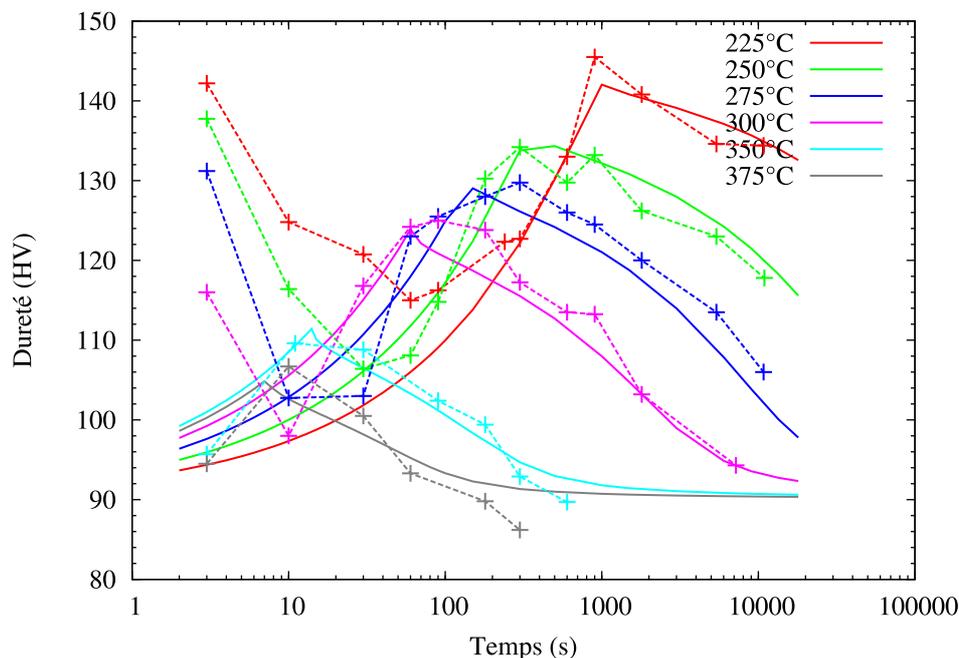


FIG. 3.19: Évolution expérimentale et prévue de la dureté Vickers d'un AA2024-T3 au cours de recuits isothermes.

### Détermination de la dureté durant des recuits isothermes

La figure 3.19 présente l'évolution de la dureté expérimentale et simulée pour différentes températures. Nous constatons qu'autour du pic de dureté expérimental, la dureté simulée est proche de celle expérimentale. Autour du pic, nous pouvons considérer que le nombre de précipités varie peu expérimentalement. L'utilisation de notre modèle autour du pic est tout à fait judicieuse, car nous pouvons ainsi attribuer l'augmentation de la dureté à l'augmentation de l'épaisseur des précipités, et la diminution de la dureté à la diminution de l'épaisseur, bien que cette dernière correspondance soit abusive. En effet, le rayon des précipités continue à augmenter, mais comme l'avait fait remarquer Sullivan dans [Robson et Sullivan, 2006], le traitement isocinétique de la dissolution de Myhr & Grong est capable de décrire la diminution de la dureté due à la coalescence des précipités. Une précision  $\pm 5$  Hv est réalisée, ce qui est tout à fait convenable compte tenu de l'erreur expérimentale de mesures dans l'essai de dureté.

Par contre, pour les temps courts, les zones GP sont en train de se dissoudre, phénomène qui n'est pas décrit par le modèle. Il est donc normal de constater un écart important. Dans le tableau 3.3 sont reportés les instants à partir desquels les valeurs

Température (en °C)	temps (en s)	force cinétique
225	90 - 110	0,096 - 0,12
250	20 - 30	0,058 - 0,087
275	20 - 30	0,145 - 0,22
300	10 - 20	0,17 - 0,33

TAB. 3.3: Encadrement de la force cinétique lorsque les duretés simulées deviennent proches des duretés expérimentales.

simulées collent aux valeurs expérimentales. En moyenne, pour une force cinétique de croissance supérieure de 0,2, les prédictions deviennent bonnes. Par conséquent pour des cycles anisothermes dont la force cinétique est inférieure à 0,2, les prédictions seront sujettes à caution.

### Détermination de la dureté durant des recuits anisothermes

Dans la section précédente, nous avons constaté que le modèle reproduisait bien les valeurs de la dureté autour du pic. Pour vérifier le modèle de manière plus réaliste, nous l'avons testé sur des traitements anisothermes contrôlés. Pour rappel, les essais anisothermes sont réalisés en plaçant des échantillons dans un four tubulaire à 460 °C et dont on relève la température à l'aide d'un thermocouple. Sur la figure 3.20(a) sont tracés les différents cycles anisothermes, dont la force cinétique et la dureté seront calculées par la suite. Ces valeurs sont reportées ainsi que la valeur de la dureté expérimentale dans le tableau 3.4. Lors du passage du régime de croissance au régime de dissolution, nous ajoutons arbitrairement +1 à la force cinétique pour pouvoir comparer facilement les cycles anisothermes entre eux. Les traitements anisothermes choisis balayent à peu près tout le régime de croissance et le début de régime de dissolution. Des traitements anisothermes pour avoir des forces cinétiques en dissolution plus importantes n'ont pas été réalisés, car le matériau est déjà presque à son minimum de dureté pour une force cinétique de 1,3.

Pour le calcul de la dureté se pose la question de savoir où arrêter le cycle thermique. En effet, si l'on devait prendre le cycle thermique jusqu'à la trempe, il faudrait extrapoler la dureté maximum  $HV_{max}$  de la loi  $HV_{max} = -0,25 * T[K] + 267$  à température ambiante. La dureté maximum extrapolée à partir de cette loi est de 198 HV, dureté irréaliste pour un 2024 dont la dureté maximum à température ambiante est d'environ 150 HV. Comme cette loi n'est valide qu'à partir de 225 °C, il a été décidé de couper toute la partie décroissante des cycles thermiques en dessous de 250 °C. Les valeurs de la dureté calculées par cette méthode sont reportées dans le tableau 3.4. La figure

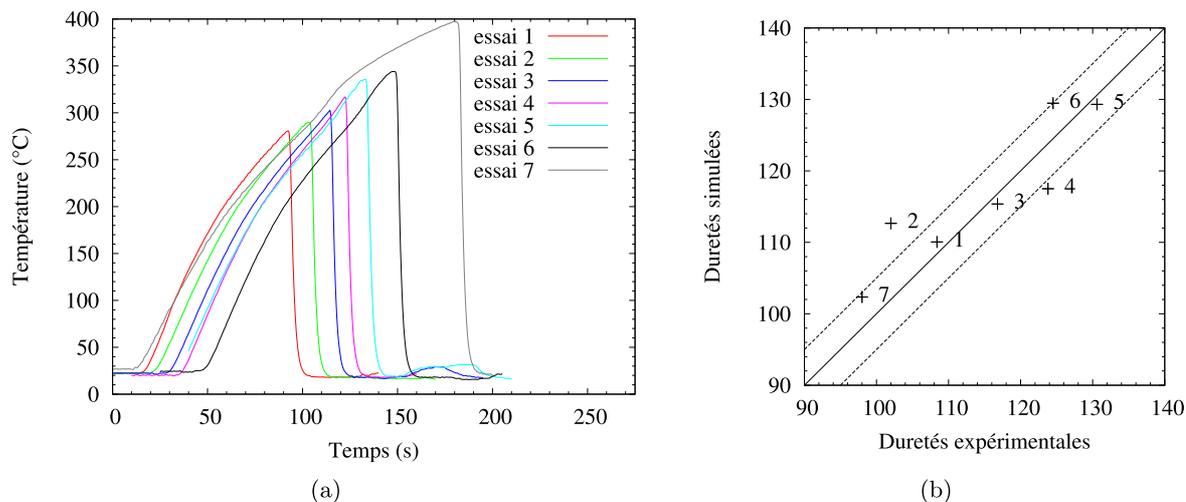


FIG. 3.20: (a) Mesure de la température lors de l'introduction d'un échantillon de AA2024-T3 au centre d'un four tubulaire à 460 °C. (b) Comparaison de la valeur de la dureté expérimentale à celle de la dureté calculée par le traitement isocinétique pour les cycles thermiques anisothermes.

3.20(b) compare la valeur de la dureté expérimentale à celle simulée. Le modèle prédit la dureté avec une précision raisonnable de 5 HV sauf pour l'essai 2. Cet écart est dû à la faible force cinétique de ce traitement 0,17 qui est inférieure à la force cinétique recommandée de 0,2 de début de validité du modèle.

Finalement, le modèle de Myhr et Grong a été étendu aux alliages d'aluminium mûri grâce à un traitement isocinétique de la croissance des précipités. Ce traitement isocinétique s'est inspiré de celui de la dissolution. L'enchaînement de ces deux traitements permet de « développer » les courbes de dureté autour des pics de dureté. Le

numéro de l'essai	force cinétique	dureté calculée	dureté expérimentale
1	0,11	110	108
2	0,17	112	102
3	0,23	115	117
4	0,34	117	123
5	0,7	129	131
6	1,0	129	124
7	1,3	102	98

TAB. 3.4: Encadrement de la force cinétique lorsque les duretés simulées deviennent proches des duretés expérimentales.

passage de l'isotherme à l'anisotherme est délicat, et a nécessité de couper de façon arbitraire la fin des cycles thermiques. Sur des cycles anisothermes contrôlés, ce modèle prévoit des duretés avec une précision raisonnable.

### 3.4 Conclusion

Dans ce chapitre, le traitement isocinétique de la dissolution a d'abord été présenté, et puis une amélioration mineure, la méthode des pentes des tangentes qui permet de mieux prédire la dureté pour les faibles temps de recuit. Ensuite le traitement isocinétique de la croissance des précipités a été décrit, élément nécessaire pour traiter isocinétiquement un état mûré. Cet élément a été développé pour essayer d'anticiper les difficultés qu'aurait pu rencontrer le consortium DEEPWELD pour prédire le profil de dureté d'un joint FSW d'un AA2024-T3. Le raccord du modèle de croissance à celui de dissolution a été fait de manière transparente, et finalement les valeurs de dureté mesurées lors de recuits isothermes ont été correctement reproduites autour du pic de dureté. Ces essais isothermes ont permis d'identifier une force cinétique minimum d'environ 0,2 à partir de laquelle le modèle est valable. Le modèle a été ensuite testé sur des traitements anisothermes avec des rampes conséquentes, environ 30 °C/s. Une précision de 5 HV est atteinte, ce qui est raisonnable compte tenu de la précision de l'essai de dureté.



## 4 Modèles décrivant l'ensemble du processus de précipitation

Seules des réactions n'impliquant qu'un seul mécanisme (dissolution des précipités) ou deux (croissance puis dissolution) ont été considérées dans le précédent chapitre. Bien que ce soit des modèles représentant des situations idéales, ils peuvent être appliqués avec succès sur des cas d'importance industrielle comme le soudage d'alliages d'aluminium à durcissement structural à l'état sur-revenu. Au cours du temps, il est apparu le besoin de prédire la précipitation suite à des traitements thermomécaniques complexes. Pour atteindre cet objectif, il est nécessaire de disposer de modèles intégrés tenant compte de tous les aspects de la précipitation : germination, croissance et coalescence.

Nous décrirons dans une première partie l'approche suivie par Alexis Deschamps [Werenskiold et al., 2000b]. Elle consiste à découper la séquence de précipitation en deux régimes, « nucléation plus croissance » et « croissance puis coalescence », la transition s'effectuant de manière continue. Dans chacun de ces régimes, l'évolution du rayon moyen et de la fraction volumique sont calculées. À la suite des exemples d'applications seront présentés. Dans une seconde partie, nous exposerons l'approche de Myhr & Grong [Myhr et Grong, 2000] qui traite l'ensemble de la distribution de tailles des précipités. Pour cela, la distribution de tailles est discrétisée en classes, le flux entre chaque classes étant gouverné par la simple loi de croissance/dissolution présentée au chapitre 2. Ce modèle sera ensuite comparé au modèle d'A. Deschamps, dit modèle à rayon unique. Dans une dernière partie, nous détaillerons les composants métallurgiques nécessaires pour appliquer le modèle de Myhr & Grong au AA2024-T3. Les prévisions de ce modèle seront ensuite comparées aux résultats expérimentaux provenant de rampes anisothermes contrôlées, comme celles fournies par un four tubulaire à 460 °C ou par un appareil de DSC.

## 4.1 Modèle à rayon unique

### 4.1.1 Description du modèle

Le modèle décrit dans l'article [Deschamps et Bréchet, 1998] ne considère qu'une seule famille de précipités dont l'évolution est décrite par les paramètres moyens, rayon et fraction volumique. La précipitation est traitée en deux étapes : germination et croissance d'une part, et croissance et coalescence d'autre part. Lors du premier stade, le taux de germination est donné par la théorie classique de Becker-Döring (équation 2.2), et par une vitesse de croissance du rayon moyen  $R_m$  donnée par la combinaison de la croissance des précipités existants selon une cinétique de Zener (équation 2.4) et l'arrivée de nouveaux précipités à la taille critique :

$$\left. \frac{dR_m}{dt} \right|_{\text{croissance+germination}} = \frac{D}{R_m} \frac{\bar{C} - C_i}{C_p - C_i} + \frac{1}{N} \frac{dN}{dt} (\alpha R^* - R_m)$$

où  $N$  est le nombre total de précipités et  $\alpha$  un facteur numérique légèrement supérieur à l'unité (il vaut typiquement 1.05 mais sa valeur exacte influence peu les résultats du modèle) nécessaire pour amorcer la croissance des précipités ayant atteint le rayon critique.

Lorsque le flux de germination s'épuise, le modèle passe dans le deuxième stade « croissance + coalescence ». Si le rayon moyen  $R_m$  est grand devant le rayon critique  $R^*$ , pratiquement tous les précipités grossissent, et donc le rayon moyen croît à la vitesse suivante :

$$\begin{aligned} \left. \frac{dR_m}{dt} \right|_{\text{croissance}} &= \frac{D}{R_m} \frac{\bar{C} - C_i}{C_p - C_i} \\ \left. \frac{dN}{dt} \right|_{\text{croissance}} &= 0 \end{aligned} \quad (4.1)$$

Par contre, si le rayon moyen  $R_m$  est très proche du rayon critique  $R^*$ , le système est dans un régime de coalescence. À partir de la loi LSW sont déduites la loi de croissance du rayon moyen  $R_m$  et la diminution du nombre de précipités  $N$  :

$$\begin{aligned} \left. \frac{dR_m}{dt} \right|_{\text{coalescence}} &= \frac{4}{27} \frac{\bar{C}}{C_p - C_{eq}} \frac{R_0 D}{R_m^2} \\ \left. \frac{dN}{dt} \right|_{\text{coalescence}} &= \left( \frac{R_0 C}{R_m (C_p - \bar{C})} \left( \frac{3}{4\pi R_m^3} - N \right) - 3N \right) \frac{1}{R_m} \left. \frac{dR_m}{dt} \right|_{\text{coalescence}} \end{aligned} \quad (4.2)$$

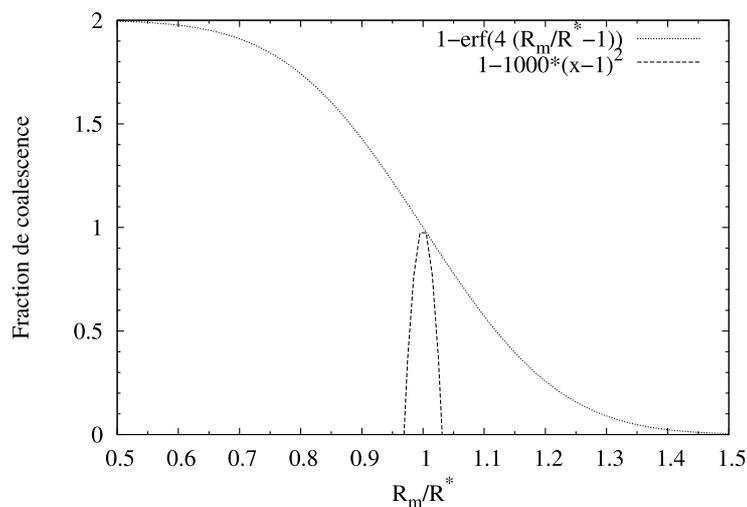


FIG. 4.1: Variation du critère de la fraction de mûrissement proposée par [Deschamps et Bréchet, 1998] (courbe en pointillés) et [Perez et al., 2008] (courbe en traits pointillés).

avec  $R_0 = \frac{2\gamma V_m}{RT}$

Dans un régime intermédiaire, l'augmentation du rayon moyen et du nombre de précipités sont calculés en effectuant une pondération entre leur augmentation en croissance pure et celle en coalescence pure en fonction de l'importance du régime de coalescence  $f_{coal}$  :

$$\begin{aligned} \frac{dR_m}{dt} &= (1 - f_{coal}) \left. \frac{dR_m}{dt} \right|_{croissance} + f_{coal} \left. \frac{dR_m}{dt} \right|_{coalescence} \\ \frac{dN}{dt} &= f_{coal} \left. \frac{dN}{dt} \right|_{coalescence} \end{aligned} \quad (4.3)$$

La part que représente le régime de coalescence  $f_{coal}$  varie entre 0 et 1, et est fonction du rapport  $\frac{R_m}{R^*}$ . [Deschamps et Bréchet, 1998] ont proposé au départ pour  $f_{coal}$  l'expression suivante :

$$f_{coal} = 1 - \operatorname{erf} \left( 4 \left( \frac{R_m}{R^*} - 1 \right) \right) \quad (4.4)$$

Le problème de cette définition de la fraction de mûrissement est qu'elle n'est pas définie dans le cas de la dissolution ( $R_m < R^*$ ). La fraction de mûrissement est supérieure à 1 dans ce cas, ce qui est aberrant (figure 4.1). Pour avoir une expression plus générale, [Perez et al., 2008] ont proposé l'expression suivante :

$$f_{coal} = 1 - 1000 \left( \frac{R_m}{R^*} - 1 \right)^2 \text{ pour } 0,99 < \frac{R_m}{R^*} < 1,01 \quad (4.5)$$

Pour un rayon moyen  $R_m$  inférieur au rayon critique  $R^*$ , la fraction de mûrissement est bien inférieure à 1 (figure 4.1).

#### 4.1.2 Applications du modèle

Ce modèle a été utilisé pour prédire la cinétique de précipitation pour des recuits isothermes dans le cas d'alliages Al-Zn-Mg [Werenskiold et al., 2000a]. L'alliage 7XXX a été modélisé comme étant un pseudo-binaire, et la précipitation complexe de ce type d'alliage a été simplifiée par la précipitation de la seule phase  $\eta'$ . Des échantillons ont d'abord été recuits à 480 °C pendant 30 minutes pour dissoudre toute précipitation pré-existante, et ensuite trempés. L'évolution du rayon moyen a été suivie par une technique utilisant la diffusion des rayons X aux petits angles et comparée à celle prévue par le modèle (figure 4.2).

Le facteur de germination  $\Delta G_0$  a été ajusté aux résultats expérimentaux à chaque température. Ce facteur pilote la facilité avec laquelle les précipités apparaissent. Avec ce paramètre ajustable, une description correcte des résultats expérimentaux est obtenue.

Ce modèle a été facilement adapté à la précipitation simultanée de plusieurs phases dont la germination est indépendante l'une de l'autre, et donc n'interagissent qu'à travers la solution solide. Un exemple typique est la précipitation de  $\epsilon$  (phase métastable) et de la cémentite (phase stable) dans un acier bas carbone, qui a été étudiée par [Perez et Deschamps, 2003]. La figure 4.3 montre l'évolution du rayon moyen et de la densité des deux phases à 200 °C. Dans un premier temps, les deux phases croissent simultanément. Comme la phase  $\epsilon$  est une phase métastable, il est normal qu'elle apparaisse en plus grand nombre. Dans un deuxième temps, la phase  $\epsilon$  est destabilisée, puis disparaît au profit de la phase stable. Des cinétiques de précipitation de ce type ont été réalisées pour des températures comprises entre 100 °C et 350 °C. Ces cinétiques ont été synthétisées dans un diagramme TTT (à 60 % de transformation) (figure 4.4), où ont été aussi reportés les résultats expérimentaux de Abe [Perez et Deschamps, 2003]. Le modèle reproduit bien les domaines de primo-apparition des deux phases.

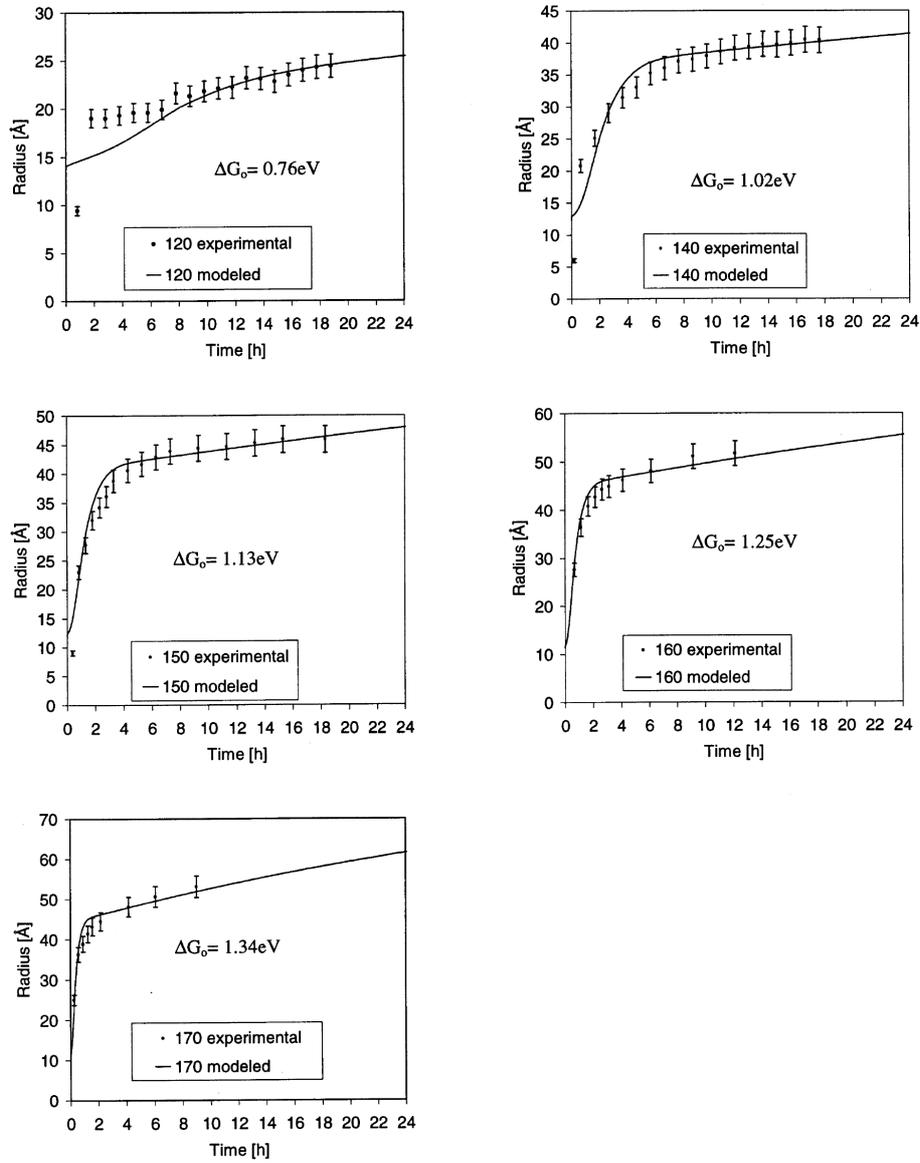


FIG. 4.2: Évolution du rayon moyen simulée par le modèle à rayon unique et expérimentale (mesures par diffusion de rayons X aux petits angles) [Werenskiold et al., 2000a].

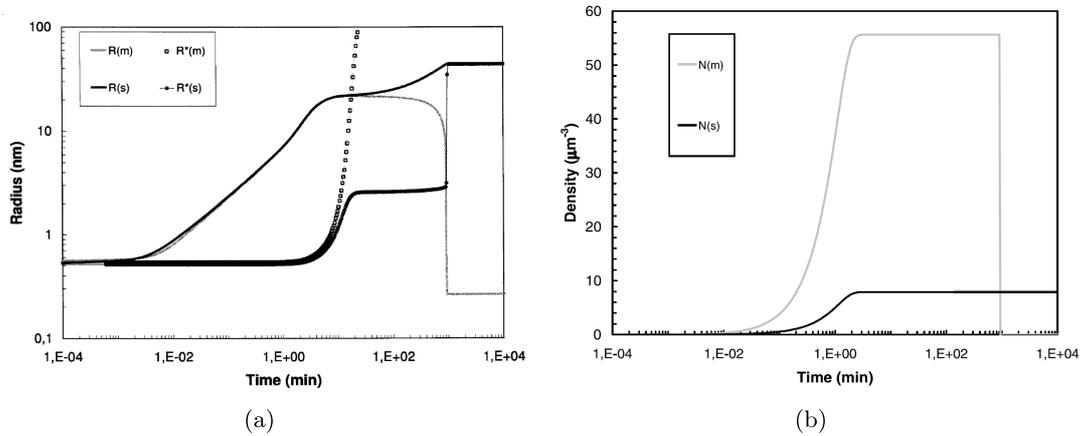


FIG. 4.3: (a) Évolution du rayon moyen et du rayon critique de la phase  $\epsilon$  métastable (m) et de la cémentite, phase stable (s), à 200 °C dans un acier bas carbone [Perez et Deschamps, 2003]. (b) Évolution du nombre de précipités de la phase métastable (m) et de la phase stable (s) à 200 °C dans un acier bas carbone [Perez et Deschamps, 2003].

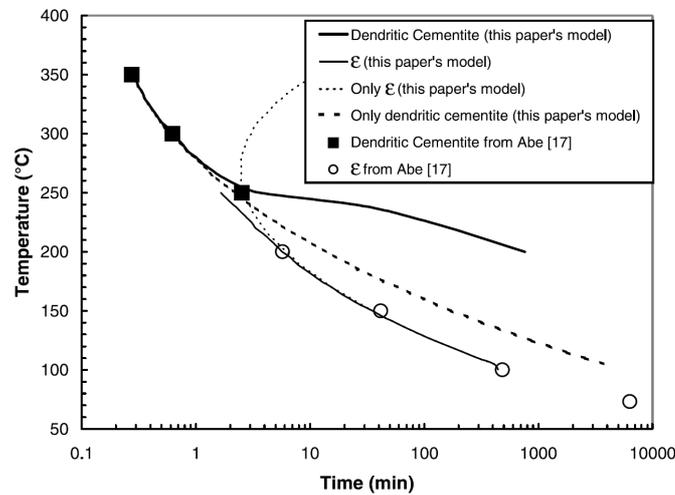


FIG. 4.4: Diagramme TTT (à 60 % de fraction transformée) des phases  $\epsilon$  et  $\text{Fe}_3\text{C}$  prédit par le modèle pour un acier bas carbone, et comparaison avec les résultats expérimentaux de Abe [Perez et Deschamps, 2003].

## 4.2 Modèle de Myhr & Grong (2000)

### 4.2.1 Description du modèle

Le modèle de Myhr & Grong [Myhr et Grong, 2000] s'appuie sur les travaux précédents de Kampmann et Wagner [Kampmann et Wagner, 1983] qui ont pour but de déterminer l'évolution de la distribution de tailles des précipités. Ces précipités interagissent à travers une solution solide dont la concentration est supposée uniforme spatialement (hypothèse du champ moyen). Ce modèle se démarque de celui à rayon unique qui ne calcule que l'évolution des moments d'ordre 1 (rayon moyen) et 3 (fraction volumique) de cette distribution. Les précipités sont supposés sphériques, et l'évolution en fonction du temps de la distribution des rayons est régie par l'équation aux dérivées partielles :

$$\frac{\partial n}{\partial t} = -\frac{\partial J}{\partial r} + S \quad (4.6)$$

- avec :
- $n$  la distribution de rayons des précipités par unité de volume, soit  $n(r, t) dr$  est le nombre de précipités par unité de volume ayant un rayon compris entre  $r$  et  $r + dr$  à l'instant  $t$  ;
  - $J$  le flux de précipités, soit  $J(r, t) dt$  le nombre algébrique de précipités par unité de volume dépassant le rayon  $r$  entre l'instant  $t$  et  $t + dt$  ;
  - $S$  un terme de source (germination de nouveaux précipités), soit  $S(r, t) dr dt$  est le nombre algébrique de précipités par unité de volume qui apparaissent entre l'instant  $t$  et  $t + dt$ , et ayant un rayon compris entre  $r$  et  $r + dr$ .

Le flux de précipités  $J$  peut être relié à la distribution de tailles  $n$  à l'aide de la vitesse de croissance des précipités  $v$  :

$$J = n v \quad (4.7)$$

Le rayon moyen et la fraction volumique des précipités sont donnés par les expressions suivantes :

$$r_m(t) = \int_0^\infty r \frac{n(r, t)}{\int_0^\infty n(r, t) dr} dr \quad \text{et} \quad f_v(t) = \int_0^\infty \frac{4}{3} \pi r^3 n(r, t) dr \quad (4.8)$$

### 4.2.2 Formulation en différences finies

Pour résoudre cette équation aux dérivées partielles, le modèle de Myhr et Grong [Myhr et Grong, 2000] utilise la distribution de tailles des précipités discrétisé, en classe de taille  $\Delta r$  contenant un nombre par unité de volume  $N_i(r_i)$  de précipités de rayon  $r_i =$

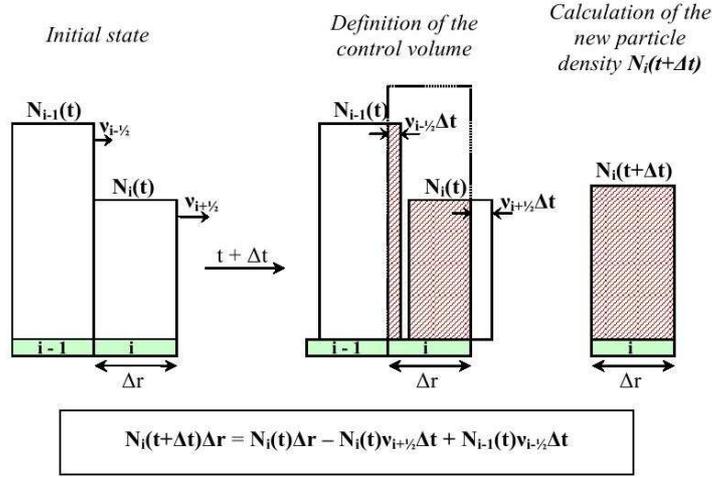


FIG. 4.5: Calcul de l'évolution de la distribution de tailles des précipités après un incrément de temps  $\Delta t$  [Nicolas, 2002, page 142].

$i \Delta r$ . Chaque classe définit un volume de contrôle, et les phénomènes de germination, croissance et dissolution se traduisent par des flux de particules entre classes.

Pour comprendre comment est établie la formulation en différences finies de l'équation 4.6 aux dérivées partielles, considérons trois classes pour lesquelles la vitesse de croissance  $\nu = \frac{dr}{dt}$  est positive, et établissons l'évolution du nombre de précipités de la classe  $i$  (figure 4.5). Au cours du pas de temps  $\Delta t$ , les précipités de la classe  $i-1$  et  $i$  grossissent respectivement de  $\nu_{i-1/2}\Delta t$  et  $\nu_{i+1/2}\Delta t$ , leurs tailles dépassent donc  $(i - \frac{1}{2}) \Delta r$  et  $(i + \frac{1}{2}) \Delta r$ . Il y a donc un flux de matière positif aux frontières de contrôle  $(i - \frac{1}{2}) \Delta r$  et  $(i + \frac{1}{2}) \Delta r$ . Ceci entraîne une variation de la densité de précipités de la classe  $i$   $N_i(t)$  qui passe de  $N_i(t)$  à  $N_i(t+\Delta t)$ . Pendant  $\Delta t$ , tous les précipités dont la taille est comprise dans l'intervalle  $[r_i - \frac{\Delta r}{2} - \nu_{i+1/2}\Delta t, r_i - \frac{\Delta r}{2}]$  ont le temps de traverser la frontière de contrôle. Comme la densité de précipités est supposée constante dans chaque classe, le nombre de précipités traversant la frontière de contrôle  $(i - \frac{1}{2}) \Delta r$  est  $N_{i-1}(t)\nu_{i-1/2}\Delta t$ . Il faut de plus considérer la possibilité du terme de source  $s_i\Delta t$  traduisant l'apparition de particules au sein de la classe  $i$  par germination. Finalement, la densité de précipités à l'instant  $t + \Delta t$  s'écrit :

$$N_i(t + \Delta t) \Delta r = N_i(t) \Delta r - N_i(t) \nu_{i+1/2} \Delta t + N_{i-1}(t) \nu_{i-1/2} \Delta t + s_i \Delta t \quad (4.9)$$

Dans le cas général,  $\nu_{i-1/2}$  et  $\nu_{i+1/2}$  ne sont pas nécessairement positifs, et la loi

d'évolution de  $N_i(t + \Delta t)$  s'écrit :

$$N_i(t + \Delta t) \Delta r = N_i(t) \Delta r - (N\nu)_{i+1/2} \Delta t + (N\nu)_{i-1/2} \Delta t + s_i \Delta t \quad (4.10)$$

avec

$$(N\nu)_{i-1/2} = \begin{cases} N_{i-1}(t)\nu_{i-1/2} & \text{si } \nu_{i-1/2} > 0 \\ N_i(t)\nu_{i-1/2} & \text{si } \nu_{i-1/2} < 0 \end{cases} \quad (4.11)$$

$$(N\nu)_{i+1/2} = \begin{cases} N_i(t)\nu_{i+1/2} & \text{si } \nu_{i+1/2} > 0 \\ N_{i+1}(t)\nu_{i+1/2} & \text{si } \nu_{i+1/2} < 0 \end{cases} \quad (4.12)$$

$$(4.13)$$

L'organigramme (figure 4.6) présente les grandes étapes du programme écrit par Myhr et Grong pour calculer l'évolution de la distribution de tailles. En différences finies, les expressions du rayon moyen et de la fraction volumique sont :

$$r_m = \frac{\sum_i N_i r_i}{\sum_i N_i} \text{ et } f_v = \sum_i \frac{4}{3} \pi N_i \Delta r r_i^3 \quad (4.14)$$

### 4.2.3 Temps et condition aux limites

Le pas de temps  $\Delta t$  dans l'algorithme est choisi de sorte que les précipités ne puissent sauter une classe, donc que la classe ayant la vitesse de croissance la plus grande ne croît que de  $\frac{\Delta r}{2}$ . En pratique, elle est atteinte par la classe la plus petite de la distribution qui est en train de se dissoudre. Cette méthode de résolution présente donc l'inconvénient d'avoir un pas de temps limité par la dissolution des précipités, donc de consommer beaucoup de temps de calcul pour décrire la dissolution des petits précipités, ce qui n'est pas forcément la partie la plus intéressante de la distribution. Pour pallier ce défaut, nous choisissons une solution proposée par Dominique Gendt dans sa thèse [Gendt, 2001] qui est de supprimer arbitrairement tous les précipités dont les rayons seront inférieurs à  $\frac{r^*}{10}$ . Cette astuce de calcul numérique ne dégrade pas la précision sur les parties intéressantes de la distribution et accélère grandement le calcul.

Pour la borne supérieure de la distribution, la première classe vide ne sera incrémentée que si le flux de particules est supérieure à une valeur minimum pour éviter un trop grand étalement de la distribution.

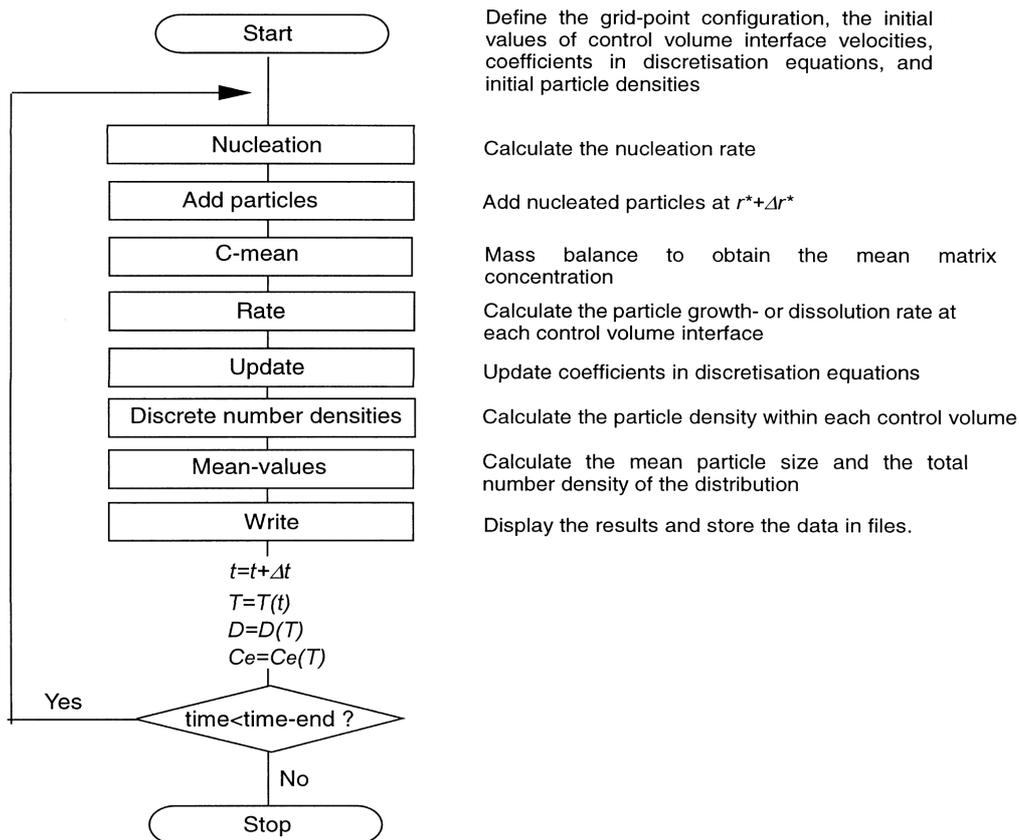


FIG. 4.6: Organigramme du programme calculant l'évolution de la distribution de tailles des précipités en fonction du temps [Myhr et Grong, 2000].

$X^0$	$X^i$	D (m <sup>2</sup> /s)	$\gamma$ (J/m <sup>2</sup> )	$v_{at}$ (m <sup>3</sup> )	a (m)	T (°C)
0,06	0,01	$5 \times 10^{-20}$	0,13	$1,6 \times 10^{-29}$	$4,04 \times 10^{-10}$	160

TAB. 4.1: Paramètres utilisés lors de la comparaison du modèle à rayon unique avec celui à distribution de tailles lors d'un recuit isotherme à 160 °C [Perez et al., 2008].

#### 4.2.4 Comparaison avec le modèle à rayon unique

Le modèle à rayon unique, qui présente une transition artificielle entre le régime de « germination+croissance » et « croissance+coalescence », a été confronté à un modèle à distribution de classes de taille, qui à travers l'effet Gibbs-Thomson permet de prendre en compte l'effet de mûrissement. Les deux modèles ont d'abord été évalués sur un cas académique où des précipités purs de volume atomique  $v_{at}$  se formaient à partir d'une solution solide binaire supposée idéale, ayant initialement une concentration atomique en soluté  $X^0$  de 6% et à l'équilibre  $X^i$  de 1%, lors d'un recuit isotherme à la température de 160 °C [Perez et al., 2008]. Le tableau 4.1 rappelle les valeurs de tous les paramètres nécessaires à la simulation. Sur la figure 4.7, les évolutions de différents paramètres microstructuraux d'intérêt comme le rayon moyen, la fraction de précipités dissous ont été tracés. Bien que la transition artificielle introduite dans le modèle à rayon unique puisse être sujet à réserves, celui-ci reproduit bien les mêmes variations que le modèle à classes de tailles.

Cependant le modèle à rayon unique ne prend en compte que peu de moments de la distribution, il donnera donc des évaluations faussées sur des traitements anisothermes où l'évolution de la distribution dépend étroitement de sa forme. Les traitements de réversion, qui consistent à tremper un échantillon dans un milieu plus chaud, appartiennent à cette classe de traitements thermiques. Au cours de ces traitements, une distribution ayant beaucoup de gros précipités stables mettra plus de temps pour revenir à l'équilibre qu'une distribution en forme log-normale qui a beaucoup de petits précipités stables. Cette différence de comportement dû à la forme de la distribution ne pourra pas être capturés par un modèle à rayon unique [Perez et al., 2008].

#### 4.2.5 Aménagements possibles

Le modèle exposé précédemment n'est qu'une trame de modélisation qu'il est nécessaire d'adapter en fonction du matériau étudié. Nous nous concentrerons principalement sur les modifications à apporter pour traiter les alliages d'aluminium à durcissement structural.

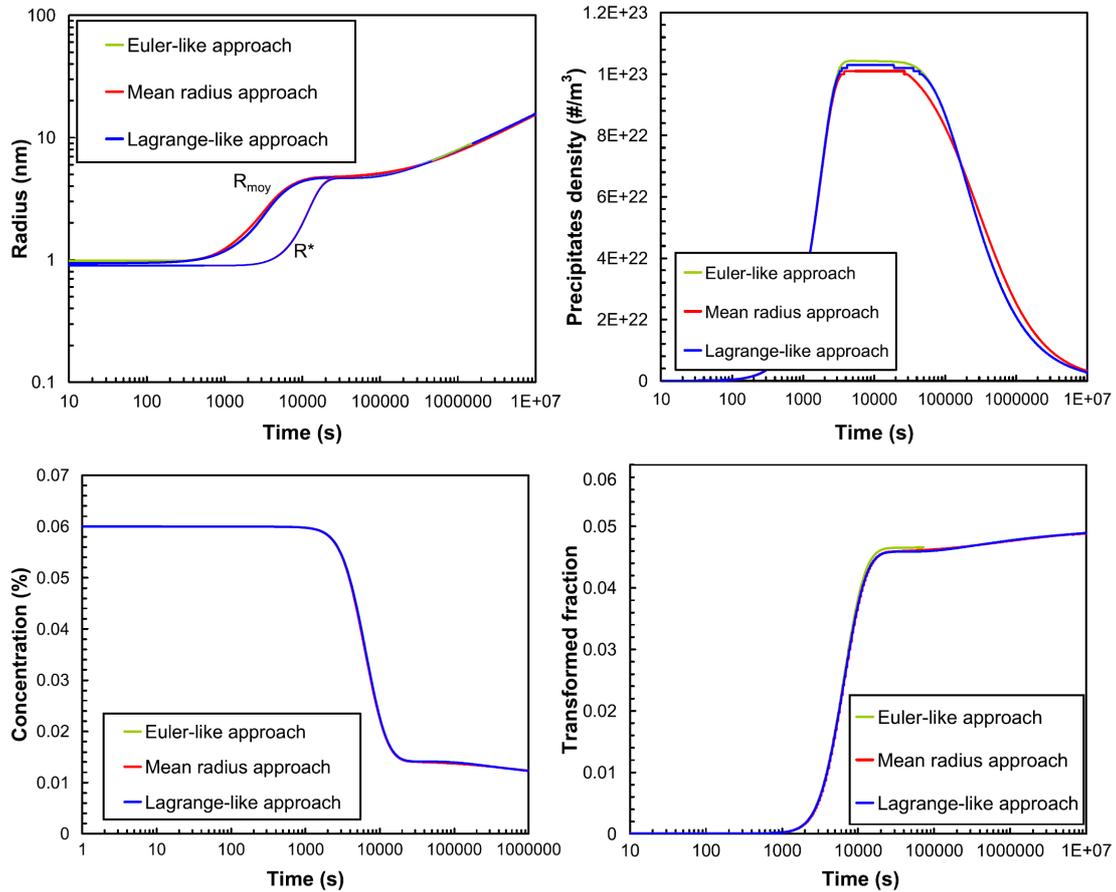


FIG. 4.7: Évolution temporelle du rayon moyen, du nombre total de précipités, de la concentration moyenne en soluté, et de la fraction volumique de précipités dissous pour le modèle à rayon unique et pour le modèle à distribution en classes de tailles. Les approches eulérienne ou lagrangienne désignent deux méthodes de résolution numériques différentes d'un modèle à classes de tailles [Perez et al., 2008].

### Thermodynamique

Dans le cas des alliages d'aluminium, les solutés à l'origine de la précipitation durcissante sont introduits en suffisamment faible concentration pour que le modèle de la solution régulière soit suffisant pour prévoir la stabilité des phases [Sigli et al., 1998]. Dans ce modèle, il y a précipitation si le produit des concentrations volumiques des solutés est supérieur au produit de solubilité du précipité. Dans le cas de la précipitation d'un composé pur comme le cuivre dans le fer, la limite de solubilité du cuivre suit la loi classique en exponentielle.

Pour l'instant, seul Robson s'appuie sur un logiciel de calcul de diagrammes de phases comme JMatPro [Kamp et al., 2007]. L'intérêt de l'utilisation de JMatPro provient de la description thermodynamique de la phase métastable  $\eta'$  des alliages 7XXX fournie par ce logiciel.

### Type de germination

Généralement, la germination des précipités est facilitée par la présence de défauts dans le matériau comme les dislocations, les parois et les joints de grains. Ces défauts ont pour effet d'abaisser la barrière de potentiel  $\Delta G^*$  d'un facteur  $\Phi$  qui est compris entre 0 et 1. Dans le modèle de la germination hétérogène dans les liquides, ce facteur est lié à l'angle de mouillage. Par exemple, C. Gallais a introduit trois facteurs de mouillage différents pour traduire la facilité qu'a la phase Q de précipiter sur les zones GP, les dislocations et les dispersoïdes [Gallais et al., 2008]. Ces facteurs de mouillage sont ajustés à l'aide d'expériences.

Un autre type d'apparition d'une phase est la formation de celle-ci à partir d'un précurseur. Dans le cas des alliages 7XXX, il a été constaté que la phase stable  $\eta$  pouvait se former à partir de la phase métastable  $\eta'$  [Park et Ardell, 1984, Gjønnnes et Simensen, 1970]. La transition  $\eta' \rightarrow \eta$  a été modélisée par Kamp [Kamp et al., 2007] comme une transformation massive de la phase  $\eta'$  lorsque son rayon dépasse un rayon critique. Le rayon critique a été supposé dépendre linéairement de la température de façon décroissante, de 3 nm à 180 °C à zéro à 300 °C.

### Énergie d'interface

Dans la plupart des cas, une énergie d'interface indépendante de la température et du rayon des précipités est suffisante pour retrouver les résultats expérimentaux. Dans certains alliages, il est nécessaire de complexifier la dépendance de l'énergie d'interface par rapport à la température et à la taille des précipités. Dans le cas du 2024T3,

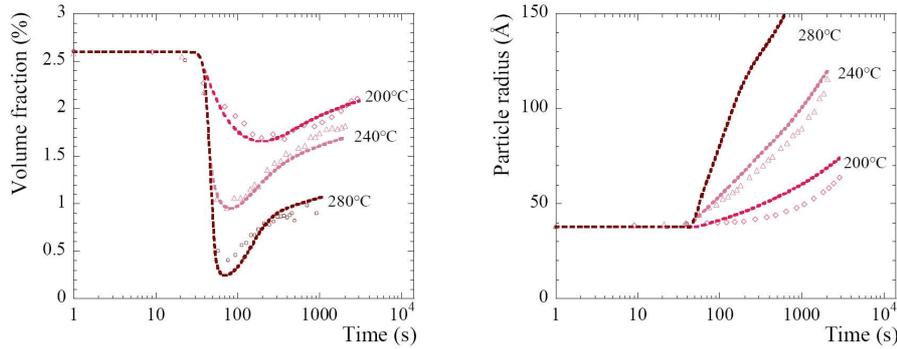


FIG. 4.8: Évolutions simulées de la fraction volumique et du rayon moyen comparées à celles mesurées par diffusion de rayons X aux petits angles lors d'essais de réversion pour un AA7108 à l'état T7 [Nicolas, 2002].

[Khan et al., 2008] ont été obligés d'introduire une dépendance proportionnelle au cube de la température, et d'augmenter brutalement l'énergie d'interface lorsque le régime de nucléation se termine. L'augmentation brutale de l'énergie d'interface à la fin du régime de nucléation traduirait la perte de cohérence de l'interface des précipités avec l'augmentation de leur taille lors de la coalescence. Une autre possibilité est d'utiliser une expression de la forme suivante pour l'énergie d'interface :

$$\sigma = \sigma_{\infty} \left( 1 - \frac{B}{n^{\frac{1}{3}}} \right) \quad (4.15)$$

avec B une constante positive et n le nombre d'atomes dans le précipité [Sigli, 2006].

Par ailleurs, les énergies d'interfaces des précipités sont difficilement mesurables, et sont finalement ajustées à l'aide d'un certain nombre d'expériences. Myriam Nicolas a proposé une méthode originale pour caler l'énergie d'interface des phases stables [Nicolas et Deschamps, 2003]. Elle est ajustée lors d'un essai de réversion en faisant en sorte que l'évolution simulée du rayon moyen et de la fraction volumique soit la plus proche possible de celle mesurée par SAXS (figure 4.8).

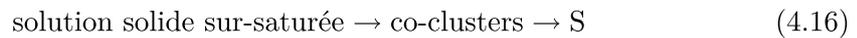
### 4.3 Application au 2024

Dans cette section, nous détaillons les différents paramètres métallurgiques nécessaires pour calculer l'évolution de la précipitation dans un 2024 sous l'effet d'un cycle anisotherme. Nous reprenons en grande partie les choix faits par [Khan et al., 2008]. Quelques paramètres métallurgiques ont été modifiés pour des raisons de stabilité nu-

mérique, et surtout l'évolution des paramètres moyens des co-clusters a été ajoutée, à la différence de [Khan et al., 2008] où les co-clusters sont introduites à la fin du calcul en les mettant à l'équilibre. Bien que l'influence de la déformation sur la précipitation a été prouvée dans le chapitre 2, nous ne tiendrons pas compte de celle-ci à cause de la complexité supplémentaire qu'elle introduit. Ensuite, nous testerons le modèle de précipitation sur des rampes de température provenant soit d'un four tubulaire soit d'un four de calorimétrie différentielle.

### 4.3.1 Modélisation métallurgique

Dans la section 1.1.1, nous avons vu que la séquence de précipitation dans le 2024 est complexe et encore sujette à controverses. Comme [Khan et al., 2008], nous avons simplifié la séquence en :



où les phases co-clusters et S sont deux phases qui apparaissent indépendamment l'une de l'autre.

#### Solution solide

Les principaux éléments d'alliages, le cuivre et le magnésium, sont en quantité pratiquement égale. De plus, le cuivre diffuse bien plus lentement que le magnésium (figure 4.9), limitant ainsi toutes les étapes de la précipitation. Au vu de ces éléments, nous considérons le 2024 comme un quasi-binaire, et nous ne raisonnons que sur l'élément cuivre. Nous supposons de plus que tout le cuivre introduit participera à la formation des fins précipités, bien que dans la réalité une fraction non négligeable de cuivre soit piégée dans de gros intermétalliques (voir section 4.3.3). Cette hypothèse est faite pour pouvoir comparer par la suite les résultats des simulations avec ceux précédents de la bibliographie qui s'appuyaient sur cette hypothèse [Genevois, 2004, Khan, 2007].

La valeur du coefficient de diffusion du cuivre à la température T est donnée par la loi [Gale et al., 2004] :

$$D = 6.47 \cdot 10^{-5} \text{m}^2 \text{s}^{-1} \exp\left(-\frac{135 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) \quad (4.17)$$

La concentration volumique du cuivre en solution solide  $C_{ss}$  est reliée à la fraction

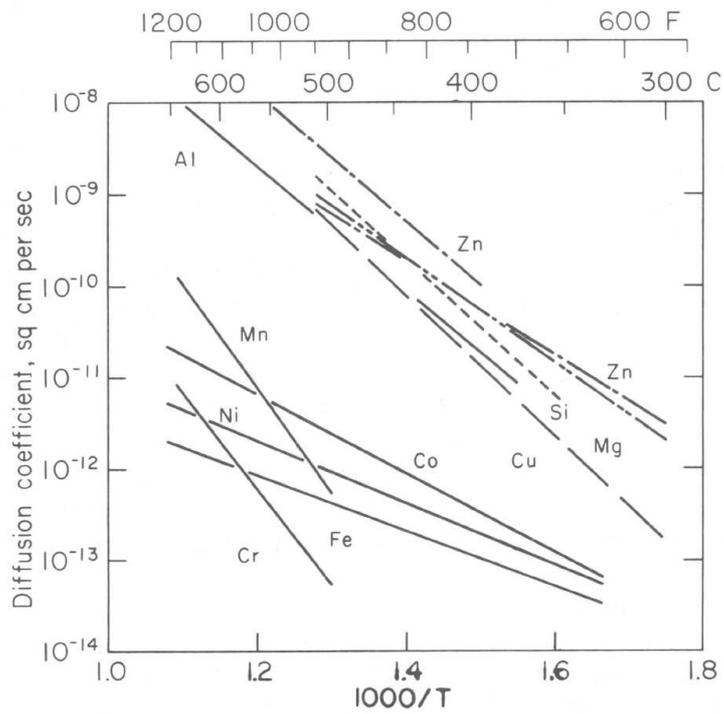


FIG. 4.9: Coefficients de diffusion de différents éléments d'alliages dans l'aluminium [Hatch, 1984].

volumique des co-clusters  $f_v^{cl}$  et de la phase S  $f_v^S$  par :

$$C_{ss} = \frac{C_0 - C_p^{cl} f_v^{cl} - C_p^S f_v^S}{1 - f_v^{cl} - f_v^S} \quad (4.18)$$

avec :  $C_0$  la concentration volumique initiale ,  
 $C_p^{cl}$  la concentration volumique dans les co-clusters,  
 $C_p^S$  la concentration volumique dans la phase S.

### Phase S

Pour suivre l'évolution du rayon moyen et de la fraction volumique de la phase S, l'approche de Myhr & Grong (2000) par classes de tailles est utilisée. Dans les paragraphes suivants, nous détaillons les paramètres métallurgiques nécessaires à cette approche.

**Cristallographie** Comme vu dans la section 1.1.1, la phase S a pour composition chimique  $Al_2CuMg$ . Sa structure cristallographique est orthorombique, de groupe d'espace Cmc<sub>m</sub>, ayant pour paramètres  $a=0.400$  nm,  $b=0.923$  nm, et  $c=0.714$  nm, et contenant 16 atomes par maille. Le volume atomique moyen dans la phase S ( $V_{at}^S=1.65 \cdot 10^{-2} \text{nm}^3$ ) est presque le même que celui de l'aluminium ( $V_{at}^{Al}=1.66 \cdot 10^{-2} \text{nm}^3$ ). Le volume molaire de la phase S  $V_m^S$  sera donc le quadruple de celui de l'aluminium qui est de  $V_m^{Al}=10^{-5} \text{m}^3/\text{mol}$ . Finalement, la concentration volumique de cuivre dans la phase S  $C_p^S$  sera de  $25 \cdot 10^3 \text{mol}/\text{m}^3$ .

**Morphologie** La phase S a une forme en bâtonnet. Son volume est donc évalué en prenant en compte un facteur de forme ( $a_r = \frac{l}{2r}$ ) entre la longueur du précipité  $l$  et le rayon du cylindre  $r$ . La valeur de ce facteur de forme a été prise constante dans le modèle et évaluée égale à 10 à partir de clichés MET [Khan, 2007]. Le volume de chaque précipité est donc égale à :

$$V = \pi r^2 l = 2\pi r^3 a_r \quad (4.19)$$

**Solvus** Il a été prouvé que le cuivre et le magnésium sont suffisamment dilués dans le 2024 pour que le modèle de la solution régulière soit valable [Sigli et al., 1998]. Le produit de solubilité associée à la réaction de dissolution de la phase S  $Al_2CuMg \rightarrow 2Al + Cu + Mg$  s'écrit donc :

$$K = x_{Cu} x_{Mg} \quad (4.20)$$

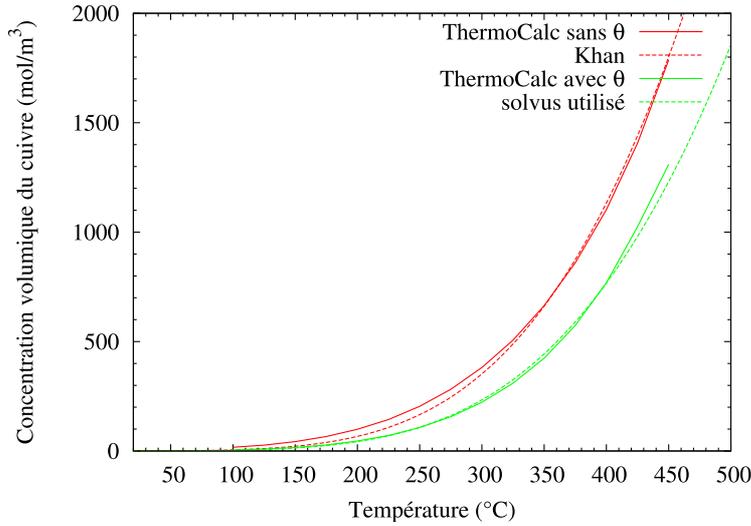


FIG. 4.10: Solvus de la phase S dans le cas où la phase  $\theta$  est exclue de l'équilibre thermodynamique (en rouge) et dans le cas où elle ne l'est pas (en vert).

avec  $K$  suivant une loi d'Arrhenius  $A \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right)$  où  $A$  et  $\Delta H$  sont des constantes. Avec l'hypothèse supplémentaire de pseudo-binarité de l'alliage, la limite de solubilité du cuivre s'écrit :

$$C_{Cu} = A' \exp\left(-\frac{\Delta H}{2RT}\right) \quad (4.21)$$

Les valeurs prises par [Khan et al., 2008] pour  $A'$  et  $\Delta H$  sont respectivement de  $920 \cdot 10^3 \text{ mol/m}^3$  et de  $75 \text{ kJ/mol}$ . Ce solvus est proche de celui fourni par ThermoCalc en utilisant la base thermodynamique établie lors du projet européen COST 507 [Buhler et al., 1998] et en excluant la précipitation de la phase  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) (figure 4.10). Lors de l'utilisation de ce solvus, nous avons été confrontés à des instabilités numériques lors de simulations à des températures supérieures à  $450 \text{ }^\circ\text{C}$ . Pour remédier à ce problème, nous avons utilisé le solvus calculé à l'aide de ThermoCalc à partir de la base citée précédemment en n'excluant pas la précipitation de la phase  $\theta$ , représenté en vert sur la figure 4.10. Les valeurs de  $A'$  et  $\Delta H$  sont respectivement  $707 \cdot 10^3 \text{ mol/m}^3$  et  $76 \text{ kJ/mol}$ . Pour ce solvus, la phase S est plus stable aux hautes températures.

**Énergie d'interface** Khan a d'abord essayé de retrouver les courbes de résistance mécanique en fonction du temps avec une énergie d'interface constante [Khan, 2007]. Dans ce cas de figure, une énergie d'interface marchant bien aux hautes températures donnait des résistances mécaniques trop fortes aux basses températures car le nombre

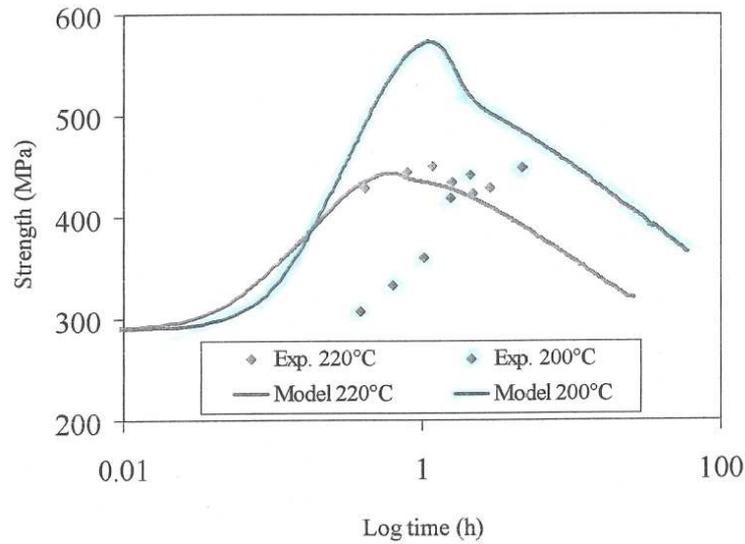


FIG. 4.11: Limites d'élasticité prédites par le modèle de Khan durant des traitements isothermes avec une énergie d'interface indépendante de la température [Khan, 2007].

de précipités prévus au pic de résistance mécanique était trop important (figure 4.11). Expérimentalement, le pic de résistance mécanique du 2024 lors de recuits isothermes varie peu en fonction de la température. Pour rendre compte de ce phénomène, Khan a été obligé d'introduire une dépendance de la tension superficielle avec la température. Il a essayé plusieurs types de dépendances avec la température, en  $T$ ,  $1/T$ ,  $T^2$ ,  $T^3$ . La dépendance donnant les meilleurs résultats est celle en  $T^3$ , et l'expression de la tension superficielle utilisée est :

$$\sigma = \sigma_0 - kT^3 \quad (4.22)$$

avec  $\sigma_0$  et  $k$  des paramètres ajustables ayant pour valeurs respectives  $0,1207 \text{ J/m}^2$  et  $2,186 \cdot 10^{-10} \text{ Jm}^{-2}\text{K}^{-3}$ .

Nous avons repris l'idée de la dépendance de l'énergie d'interface avec la température. Mais à la différence de Khan qui cherchait une loi de la tension superficielle permettant de décrire la limite d'élasticité pour un ensemble d'essais isothermes, nous avons d'abord déterminé la valeur de l'énergie d'interface pour chaque essai isotherme en la bornant (la figure 4.12(a) en est un exemple à  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ ) et nous avons cherché ensuite le polynôme de degré le plus bas possible qui passait dans tous les intervalles d'encadrement (figure

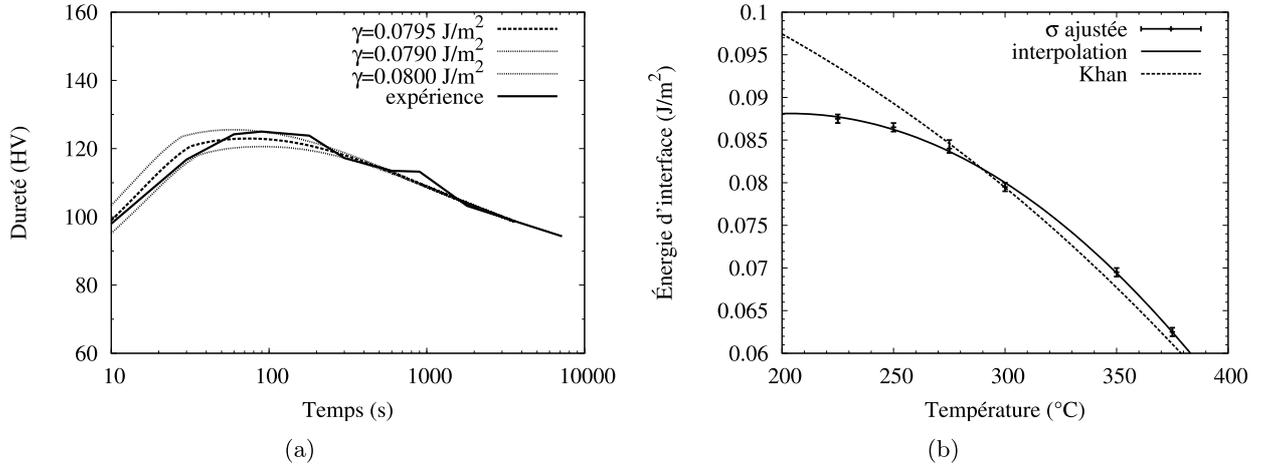


FIG. 4.12: (a) Exemple d'un encadrement de la valeur de la tension superficielle pour un recuit isotherme à  $300^{\circ}\text{C}$ . (b) Dépendance de l'énergie d'interface avec la température ajustée pour mon alliage 2024-T3 et celui de Khan.

4.12(b)). En suivant cette procédure, l'énergie d'interface est bien décrite par la loi :

$$\sigma = a_0 + a_1 T + a_2 T^2 \quad (4.23)$$

avec  $a_0 = -0,10985 \text{ Jm}^{-2}$ ,  $a_1 = 8,3074 \cdot 10^{-4} \text{ Jm}^{-2}\text{K}^{-1}$ ,  $a_2 = -8,7143 \cdot 10^{-7} \text{ Jm}^{-2}\text{K}^{-2}$ .

Une autre difficulté rencontrée par Khan concerne la valeur de l'énergie d'interface en régime de coalescence. Il a constaté que les valeurs de la tension superficielle étaient trop petites pour donner un régime de coalescence raisonnable. La solution adoptée par Khan est d'augmenter la valeur de l'énergie d'interface en régime de coalescence de  $\Delta\sigma = 0,2 \text{ J/m}^2$ . Cette augmentation est réalisée de manière brutale lorsque le flux de germination s'annule. Pour résoudre cette difficulté, nous avons choisi la même solution. La figure 4.13 présente l'évolution de la dureté en fonction du temps sans que l'énergie d'interface soit augmentée en régime de coalescence. On constate que la dureté présente un palier pendant lequel elle ne diminue pas, qui n'est pas observé durant l'expérience.

Cette énergie d'interface isotrope est une moyenne de l'énergie d'interface sur toutes les facettes du précipité, et est de plus apparente, c'est à dire qu'elle prend en compte les aspects chimiques, de cohérence de l'interface et principalement l'aspect hétérogène de la précipitation sur un défaut de taille fixe. En effet, au début de la germination, l'aire de contact entre le précipité et le défaut est importante au regard de l'aire totale du précipité, d'où la faible énergie d'interface apparente. Plus le précipité croît, plus la part de l'aire de contact entre le défaut et le précipité dans l'aire totale du

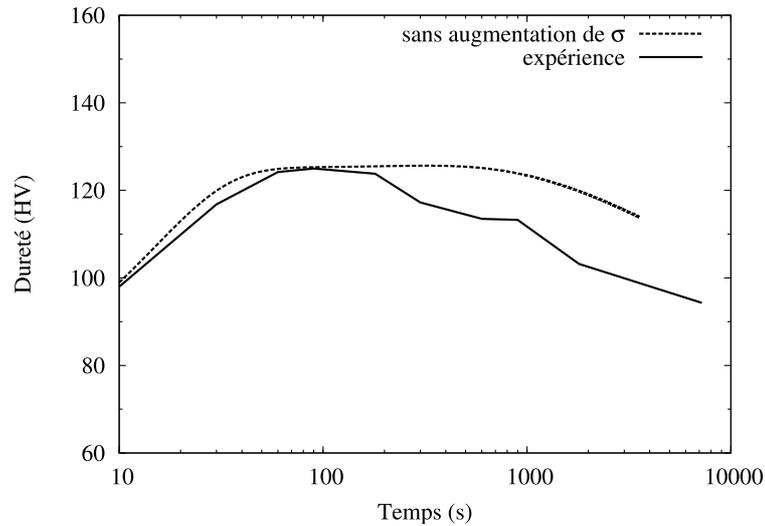


FIG. 4.13: Simulation de la dureté lors d'un essai isotherme à 300 °C sans augmenter la tension superficielle lors du régime de coalescence.

précipité diminue, et donc plus l'énergie d'interface augmente. L'augmentation progressive de l'énergie d'interface avec le rayon du précipité nécessite de modifier la loi de germination en conséquence. Il a été choisi finalement de conserver l'augmentation brutale de l'énergie d'interface. Par ailleurs, la diminution de l'énergie d'interface avec la température témoigne de la plus grande efficacité de germination sur le défaut avec la température.

### Co-clusters

L'approche pour suivre les paramètres moyens de la distribution est celle à rayon unique.

**Informations structurales** L'analyse à la sonde tomographique 3D suggère que le ratio atomique Cu|Mg dans les co-clusters est approximativement de 1|1 et que la concentration atomique en cuivre est de 10 % [Starink et al., 2005]. La formule chimique des co-clusters serait donc  $\text{Al}_8\text{CuMg}$ . Les co-clusters seront supposés être sphériques.

**Solvus** Pour les mêmes raisons que la phase S, la limite de solubilité du cuivre suit une loi exponentielle :

$$C_{Cu} = A \exp\left(-\frac{\Delta H_{cl}}{2RT}\right) \quad (4.24)$$

Les valeurs du facteur pré-exponentiel et de l'enthalpie molaire de dissolution  $\Delta H_{cl}$  choisis par Khan sont respectivement de  $141 \cdot 10^3 \text{ molm}^{-3}$  et de  $38 \text{ kJ/mol}$ . Ce solvus a été choisi de telle façon que les co-clusters se dissolvent complètement pour une température de  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ . L'utilisation de ce solvus nous donnait des courbes de DSC aberrantes, nous avons donc légèrement modifié celui-ci. Il a été construit de telle façon qu'il donnât la même concentration en cuivre à la température ambiante, point qui nous satisfaisait, et nous avons augmenté la température de dissolution complète des co-clusters de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ . Les valeurs de A et de  $\Delta H_{cl}$  attachés à ce solvus sont respectivement  $100 \cdot 10^3 \text{ molm}^{-3}$  et  $36 \text{ kJ/mol}$ .

**Énergie d'interface** L'énergie d'interface a été prise égale à  $2 \text{ mJ/m}^2$ . La germination des co-clusters est considérée comme homogène.

### 4.3.2 Modèle de durcissement structural

L'un des objectifs de ce projet de recherche est de prévoir le profil de dureté d'un joint soudé par FSW. Il est donc nécessaire de pouvoir calculer la limite d'élasticité à partir de paramètres microstructuraux. Le modèle de durcissement structural proposé par Khan est en grande partie repris [Khan, 2007]. Le durcissement par les co-clusters et la phase S seront gardés intacts, seules des modifications mineures dans le calcul de la limite d'élasticité et de la dureté seront réalisées.

#### Durcissement par les co-clusters

Les co-clusters durciraient le matériau principalement par effet de module [Yan, 2006]. Une expression simplifiée de cet effet est utilisée :

$$\Delta\tau_{cl} = \frac{\Delta\mu}{4\pi\sqrt{2}}\sqrt{f_{cl}} \quad (4.25)$$

avec  $\Delta\mu$  est la différence du module de cisaillement entre le co-cluster et la matrice.  $\Delta\mu$  a été estimé à  $4 \text{ GPa}$ .

Dans un travail récent de Starink sur les débuts de la précipitation dans les alliages d'aluminium [Starink et Wang, 2009], le durcissement observé serait principalement dû à la variation du nombre de liaisons entre le cuivre et le magnésium lors du passage d'une dislocation. Cet effet engendrerait plutôt un durcissement proportionnel à la fraction volumique.

### Durcissement par la phase S

Selon le degré de cohérence, deux mécanismes d'interactions entre les dislocations et les précipités peuvent se produire, soit le cisaillement soit le contournement. À cause de la nature semi-cohérente ou incohérente de l'interface matrice-phase S, les précipités S sont considérés comme non cisillables et sont donc contournés. Le contournement d'Orowan est généralement décrit avec des précipités sphériques, géométrie qui ne correspond pas à celle de nos précipités. Grâce à une simulation numérique pour une distribution de bâtonnets aléatoirement distribués dans le plan de glissement, Zhu et Starke ont établi une variante de l'équation d'Orowan [Zhu et Starke JR, 1999] :

$$\Delta\tau_S = \frac{0,82 \mu_{Al} b}{2\pi L_{cc}} \ln\left(\frac{d}{r_0}\right) \left(1 + 0,83 \frac{d}{L_{cc}} + 1,91 \left(\frac{d}{L_{cc}}\right)^2\right) \quad (4.26)$$

avec  $D$  et  $L_{cc}$  respectivement le diamètre et l'espacement entre deux obstacles dans le plan de glissement, et  $r_0$  le rayon du coeur de la dislocation (pris généralement égal au vecteur de Burgers). Dans le cas de bâtonnets orientés selon  $\langle 100 \rangle$  dont la longueur  $L_r$  est bien plus grande que leur diamètre  $D_r$ , les relations entre les grandeurs dans le plan de glissement et celles du précipité sont :

$$D = \frac{D_r}{\sqrt{\cos(54.7^\circ)}} \text{ et } L_{cc} = D_r \sqrt{\frac{\pi}{4f \cos(54.7^\circ)}} \quad (4.27)$$

avec  $f$  la fraction volumique des précipités. En utilisant les deux dernières équations, l'équation 4.26 devient :

$$\Delta\tau_S = \frac{0,112 \mu_{Al} b}{D_r} \ln\left(\frac{1,316 D_r}{r_0}\right) \left(f^{1/2} + 0,94f + 2,44f^{3/2}\right) \quad (4.28)$$

Il est à noter que cette équation est légèrement différente de celle reportée par [Zhu et Starke JR, 1999] qui est :

$$\Delta\tau_S = \frac{0,15 \mu_{Al} b}{D_r} \ln\left(\frac{1,316 D_r}{r_0}\right) \left(f^{1/2} + 1,84f + 1,84f^{3/2}\right) \quad (4.29)$$

Après vérification, cette dernière équation serait bien erronée comme l'avait déjà mentionné Khan [Khan, 2007].

Bien que l'équation 4.28 est l'un des traitements les plus avancés du durcissement par des particules non cisillables, il est nécessaire d'introduire un facteur multiplicatif. Ce facteur multiplicatif vaut 1,1 dans le cas de notre alliage et 1,4 dans le cas de l'alliage de DEEPWELD. Cette variation du facteur correctif provient probablement du processus de

fabrication qui comporte des aléas comme dans les conditions de trempe, du temps de recuit (la norme du AA2024 précise seulement que le traitement d'homogénéisation doit être compris entre 2 h et 48 h) et influencent donc les propriétés finales du matériau.

### Durcissement par la solution solide

Les éléments d'alliages présents en solution solide contribuent au durcissement du matériau. Une relation linéaire entre le durcissement et la concentration a été choisie sur la base des résultats expérimentaux des binaires Al-Mg et Al-Cu [Yan, 2006] :

$$\Delta\tau_{ss} = k_{ss}c \quad (4.30)$$

avec  $k_{ss}$  égale à 24.5 MPa/at%

### Calcul de la cission critique résolue

La cission résolue critique d'un monocristal est évaluée en additionnant selon différentes lois de mélanges les contributions précédentes. Une loi de mélange linéaire peut être utilisée dans le cas où il y a peu d'obstacles forts parmi beaucoup d'obstacles faibles [Ardell, 1985]. C'est le cas de la solution solide par rapport à la précipitation. La loi de mélange pythagoricienne décrit bien le cas de deux obstacles de même force mais de densité différente [Ardell, 1985], ce qui correspond bien au cas du durcissement par la phase S et des co-clusters. L'expression de la cission critique  $\Delta\tau_{tot}$  en fonction de la contribution de la solution solide et des précipités est donc :

$$\Delta\tau_{tot} = \Delta\tau_{ss} + \sqrt{\Delta\tau_S^2 + \Delta\tau_{cl}^2} \quad (4.31)$$

À la différence de l'expression proposée par Khan, nous n'avons pas pris en compte la contribution du durcissement par les dislocations.

### Passage de la cission critique résolue à la dureté

La limite d'élasticité d'un polycristal est généralement relié à la cission critique résolue d'un monocristal par :

$$\sigma_e = \sigma_i + M \Delta\tau_{tot} \quad (4.32)$$

avec  $\sigma_i$  la limite d'élasticité intrinsèque de l'aluminium et M le facteur de Taylor. La limite d'élasticité intrinsèque de l'aluminium comprend la contribution des joints de grains, et est finalement estimée à 52 MPa. Pour les alliages d'aluminium, le facteur

de Taylor est pris égal à 2,6. [Genevois, 2004] a déterminé la relation entre la limite d'élasticité et la dureté en effectuant des essais de traction sur micro-éprouvettes :

$$\sigma_e[\text{MPa}] = 3,6774 Hv - 183,25 \quad (4.33)$$

Cette relation a été calculée dans un domaine de dureté compris entre 110 Hv et 160 Hv.

### Influence de l'écrouissage et de la restauration

Le procédé FSW déforme fortement la matière et génère donc des dislocations. Comme les températures atteintes lors de ce procédé sont relativement importantes, la structure de dislocations se restaure. La compétition entre la création et l'annihilation de dislocations peut être modélisée à l'aide d'une loi de Laasraoui-Jonas :

$$d\rho = h d\varepsilon - r \rho d\varepsilon \quad (4.34)$$

où  $h$  et  $r$  sont respectivement les coefficients d'écrouissage et de restauration. Dans le cas du AA2024, ces paramètres ont été respectivement estimés à  $72 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$  et à 1030 [Jacquin, 2008]. Ces valeurs sont éloignées de celles classiquement rencontrées et doivent être considérées comme des valeurs apparentes, c'est à dire qu'elles prennent implicitement en compte les interactions entre la précipitation et la recristallisation.

En régime stationnaire, le rapport  $\frac{h}{r}$  donne une estimation par excès de la densité de dislocations. En effet, elle ne tient pas compte de l'adoucissement induit par une éventuelle recristallisation dynamique. Cette densité de dislocations  $\rho$  serait de  $7,0 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-2}$ , soit un durcissement à température ambiante de 2 MPa estimée à l'aide de la loi classique  $\Delta\sigma = \alpha\mu b\sqrt{\rho}$ . Ce durcissement est négligeable et on peut donc bien négliger les phénomènes d'écrouissage et de restauration dans le modèle de durcissement structural.

#### 4.3.3 Test sur des rampes anisothermes

Dans la section précédente, les paramètres métallurgiques nécessaires au calcul de l'évolution de la précipitation et le calcul de la limite d'élasticité ont été abordés. Pour valider le modèle, nous ne pouvons pas nous appuyer sur des traitements isothermes puisqu'ils nous ont servi à calibrer la tension superficielle. Nous validerons le modèle sur des rampes anisothermes contrôlées provenant soit d'enregistrements de température d'un échantillon placé à l'intérieur d'un four tubulaire soit de rampes de calorimétrie différentielle.

numéro de l'essai	Avant maturation		Après maturation	
	dureté mesurée	dureté calculée	dureté mesurée	dureté calculée
1	108	87	140	133
2	102	97	139	135
3	117	114	145	135
4	123	118	143	134
5	131	122	136	133
6	124	119	134	131
7	98	90	122	116

TAB. 4.2: Duretés expérimentales et simulées juste après la trempe et après maturation.

### Rampes anisothermes provenant de fours tubulaires

La température au coeur d'un échantillon d'AA2024 placé au centre d'un four tubulaire à 460 °C a été enregistrée. À l'aide de cet enregistrement, l'évolution de la précipitation peut être simulée. La connaissance des paramètres microstructuraux après la trempe permet le calcul de la limite d'élasticité juste après la trempe, reportée dans la troisième colonne du tableau 4.2 et après une maturation infinie, reportée dans la dernière colonne de ce tableau. Les mesures de dureté reportées dans la quatrième colonne du tableau 4.2 ont été faites cinq mois après la trempe, temps suffisamment long pour considérer que la maturation soit complète.

Sur la figure 4.14(a), nous constatons que le modèle sous-estime la dureté juste après la trempe. Par contre, l'augmentation de la dureté après maturation est correctement prédite, l'erreur commise étant inférieure à 5 Hv (figure 4.14(b)).

### Essai de calorimétrie différentielle

La calorimétrie différentielle nous semble être un bon test de validation de nos simulations, puisqu'il permet de tester à la fois la cinétique du modèle par la mesure de la température des pics et la thermodynamique par la mesure des aires sous les courbes. Le calcul du flux de chaleur à partir des sorties du modèle est détaillé dans l'annexe A.

Les simulations d'essais de DSC pour les alliages d'aluminium sont rares, seuls Starink [Khan et Starink, 2008] et C. Sigli (dans une communication orale lors de ICAA 10) auraient réalisé ce type de simulation. La figure 4.15(a) présente la simulation du flux de chaleur dû à la formation de la phase S et à sa dissolution [Khan et Starink, 2008]. Le grand pic endothermique calculé (mais pas présent expérimentalement) suivant le pic exothermique serait dû à l'augmentation trop brutale de l'énergie d'interface à la fin du régime de croissance, imposant ainsi une dissolution trop brutale des petits précipités.

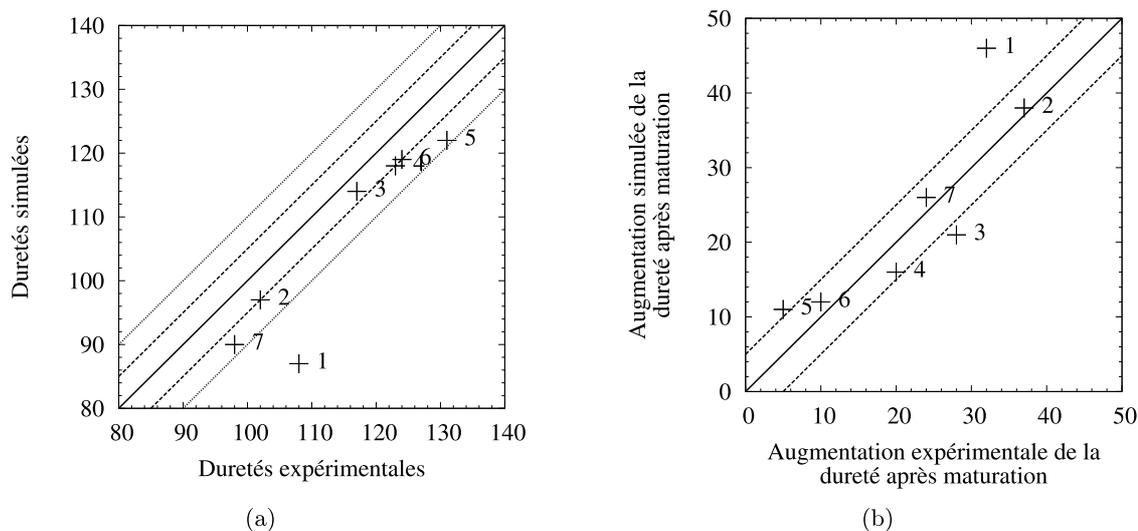


FIG. 4.14: (a) Confrontations des valeurs de la dureté simulées et expérimentales juste après les rampes anisothermes. (b) Confrontation de l'augmentation de la dureté expérimentale et simulée après maturation.

Ce phénomène pourrait être résolu en changeant l'énergie d'interface de façon plus graduelle. De plus, les pics expérimentaux et simulés se surperposent presque, donc la cinétique mise dans le modèle n'est pas mauvaise. Par contre, l'ordre de grandeur des flux thermiques simulés est erronée, il devrait être deux fois plus important. Ceci est dû au fait qu'ils utilisent une formule erronée du flux de chaleur : "The modelled heat flow should be proportional to  $\frac{dV_S}{dt}$  and the regular solution model predicts it should be equal to  $\Delta H_S \times \frac{dV_S}{dt}$ . Indeed, peak heat flows correspond closely to this prediction. We have added normalizing factors, all close to unity, such that peak heat flows coincide." [Khan et al., 2008, page 70]. Dans cette expression, il manque une grandeur permettant de passer des grandeurs volumiques aux grandeurs molaires, comme le volume molaire.

Le pic endothermique dû à la dissolution des co-clusters n'apparaît pas sur la courbe simulée (figure 4.15(a)), car les co-clusters sont ajoutés à la fin du cycle thermique en les mettant à l'équilibre à température ambiante.

La figure 4.15(b) présente le flux simulé à l'aide de notre modèle. Le modèle prend en compte les co-clusters au cours du cycle thermique, d'où la présence du petit pic endothermique. Ce petit pic n'est pas dû à la dissolution complète des co-clusters, mais à un rattrapage de leur dissolution par rapport à la rampe. En effet, sur la figure 4.16, entre 100 °C et 150 °C, le solvus des co-clusters augmente bien au delà de la concentration en cuivre en solution solide. À des températures supérieures à 150 °C,

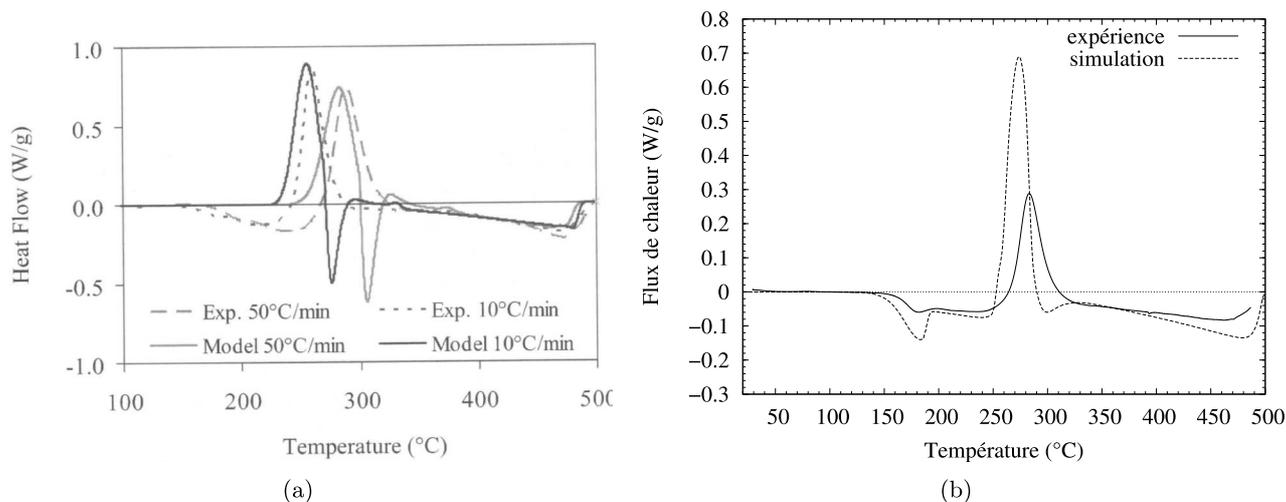


FIG. 4.15: (a) Flux de chaleur expérimental et simulé pour des essais de DSC à 10 °C/min et à 50 °C/min [Khan et Starink, 2008]. (b) Flux de chaleur expérimental et simulé par notre modèle pour une rampe de 20 °C/min.

la diffusion devient suffisamment importante pour permettre une dissolution des co-clusters. Comme la différence était grande au départ, la dissolution est très importante, d'où le petit pic endothermique. Ensuite, la diffusion est suffisamment importante pour que la concentration en cuivre en solution solide suive le solvus. La petite différence entre les deux concentrations est dû à la tension superficielle.

Le flux simulé est environ deux fois plus important que celui expérimental, car nous avons fait l'hypothèse que tout le cuivre introduit est actif. Dans la réalité, ceci n'est pas le cas, une fraction non négligeable de celui-ci est piégé dans des intermétalliques  $\text{Al}_2\text{Cu}$  de plusieurs micromètres de diamètre (figure 4.17). En effet, la sonde d'analyse chimique du MEB indique que la concentration massique du cuivre dans des zones n'incluant pas les gros intermétalliques est en moyenne de 2,5 %, alors que celle dans des zones incluant ceux-ci est en moyenne de 3,2 %. De plus, ce rapport varie peu selon que les mesures ont été réalisées avant ou après l'essai de DSC. Ces intermétalliques sont donc suffisamment gros pour être affectés de façon minime par la rampe de DSC. La concentration du cuivre dans les zones incluant les gros intermétalliques devrait être égale à la teneur du cuivre introduit dans l'alliage soit 4,4 %. La différence a pour origine le mauvais calibrage de la sonde d'analyse chimique. Malgré ce mauvais calibrage, ceci atteste qu'une fraction non négligeable du cuivre est piégée dans les gros intermétalliques.

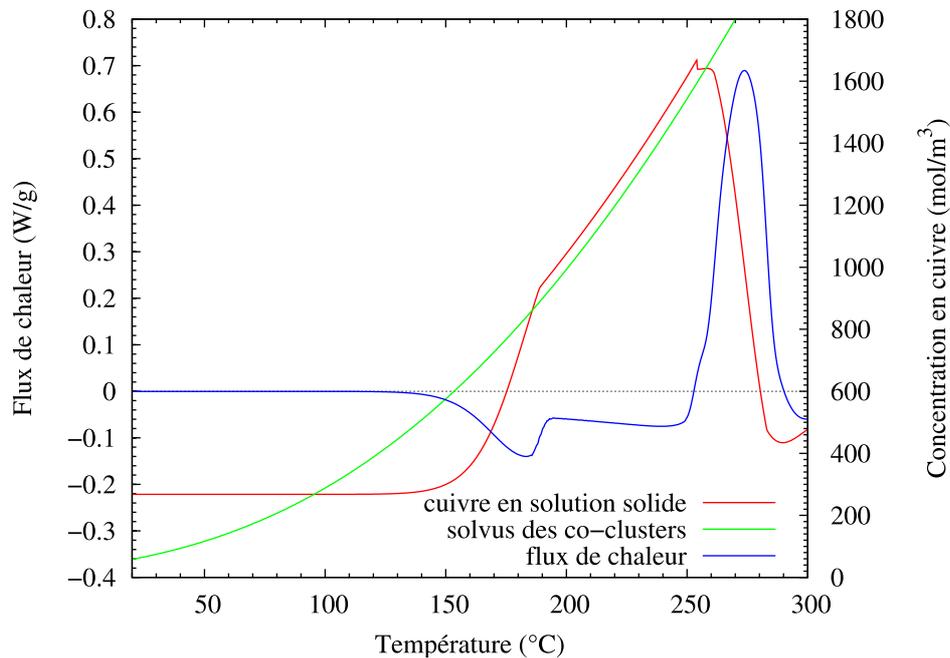


FIG. 4.16: Variation simulée de la concentration moyenne en cuivre dans la solution solide au cours d'un essai de DSC à 20 °C/min.

Les courbes DSC ont été resimulées avec la concentration réelle active de cuivre dans l'article [Hersent et al., 2010]. Par contre dans ce manuscrit, nous conservons une concentration massique de cuivre de 4,4% pour pouvoir comparer les résultats simulés de la microstructure d'un joint soudé par FSW avec ceux expérimentaux qui s'appuyaient sur cette hypothèse [Genevois, 2004].

Par ailleurs, Khan a mesuré le rayon moyen de la phase S après avoir soumis l'échantillon à une rampe 10 °C/min jusqu'à 300 °C et 420 °C suivie d'une trempe [Khan, 2007]. Ces valeurs ainsi que la prédiction de l'évolution du rayon moyen faite par notre modèle sont reportés sur la figure 4.18(a). La modélisation est en bon accord avec l'expérience. À titre indicatif, l'évolution de la fraction volumique des co-clusters et de la phase S ont été tracées sur la figure 4.18(b).

Sur la figure 4.19 sont reportés le flux expérimental et celui simulé pour différentes rampes de température. Le décalage du pic exothermique avec la rampe de température peut être interprété à l'aide de la méthode du pic développée initialement par Kissinger [Starink, 2004]. Cette méthode met en évidence l'énergie d'activation de la croissance

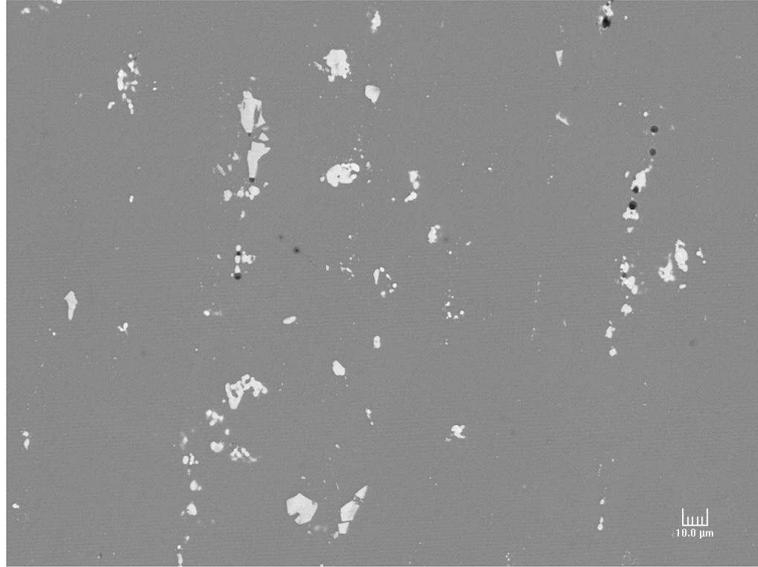


FIG. 4.17: Intermétalliques contenus dans un alliage 2024-T3. Image MEB en électrons rétrodiffusés.

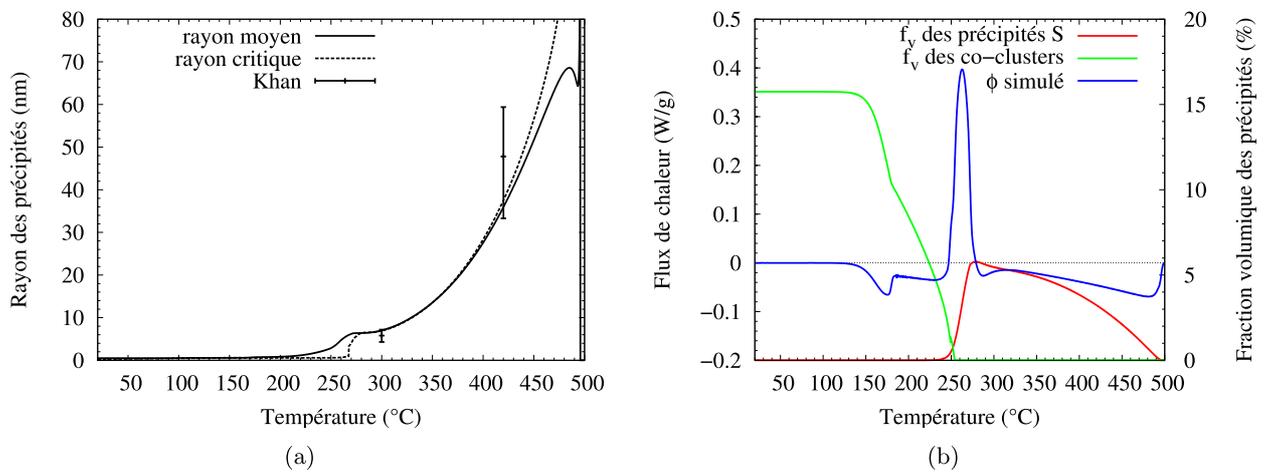


FIG. 4.18: (a) Prédications du rayon moyen et du rayon critique de la phase S pendant une rampe de température à 10 °C/min comparées aux mesures réalisées par Khan [Khan, 2007]. (b) Variation de la fraction volumique des co-clusters et de la phase S pendant un essai de DSC à 10 °C/min.

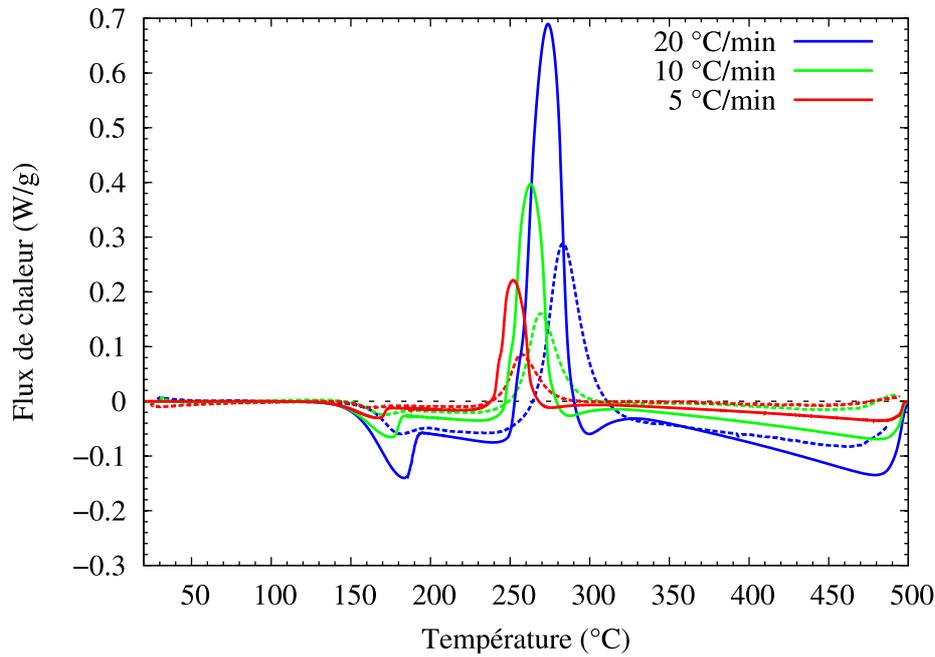


FIG. 4.19: Comparaison du flux de chaleur expérimental (en pointillé) et simulé (ligne continue) pour différentes rampes de température.

de la phase S  $E_a$  par la relation :

$$\ln\left(\frac{T_p^2}{\beta}\right) = \frac{E_a}{RT_p} + K \quad (4.35)$$

avec :  $T_p$  température du pic exothermique ;  
 $\beta$  valeur de la rampe de température ;  
 K une constante

Comme la croissance de la phase S est limitée par la diffusion du cuivre dans l'aluminium, l'énergie d'activation de croissance de phase S est celle de la diffusion du cuivre. En traçant le graphe  $\ln\left(\frac{T_p^2}{\beta}\right)$  en fonction de  $\frac{1}{RT}$  (figure 4.20), l'énergie d'activation expérimentale et simulée sont respectivement de 122 kJ/mol et de 134 kJ/mol. L'énergie d'activation des courbes simulées est bien égale à celle prise pour la diffusion du cuivre. Ceci est une indication supplémentaire que la partie cinétique du modèle est saine. Nous n'avons pas pris comme énergie d'activation celle expérimentale, car d'une part cette méthode ne renseigne pas sur le facteur pré-exponentiel du coefficient de diffusion du cuivre, et que d'autre part, Khan et Starink déterminent par la même méthode pour

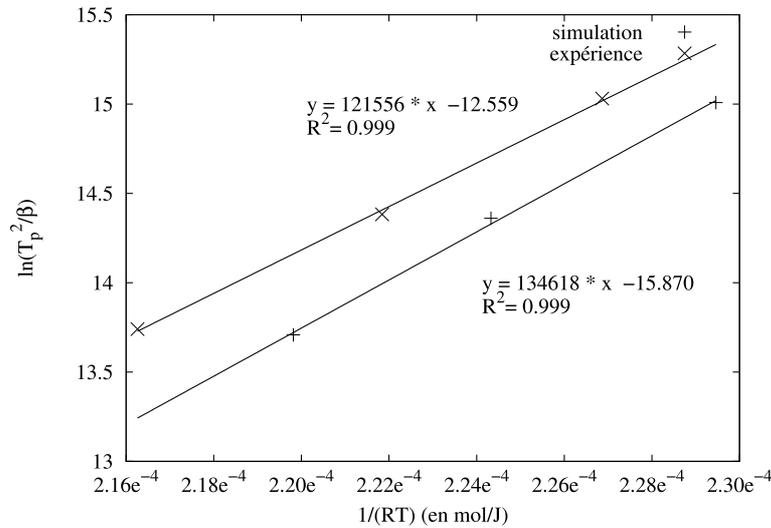


FIG. 4.20: Détermination de l'énergie d'activation de la croissance de la phase S à partir de la méthode de Kissinger.

le même alliage une énergie d'activation de 133 kJ/mol [Khan et al., 2008].

## 4.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les modèles d'évolution de la précipitation intégrés, que sont les modèles à rayon unique et à classes de tailles. Bien que le modèle à rayon unique prévoit lors de traitements isothermes une évolution du rayon moyen et de la fraction volumique comparable à celles prévues par le modèle à classes de tailles, celui-ci est moins efficace pour des traitements anisothermes où l'influence de la forme de la distribution est primordiale. Le modèle à classes de tailles est supérieur au modèle à rayon unique, car il décrit l'évolution de chaque classe de précipités. Le modèle décrit dans l'article original de Myhr & Grong [Myhr et Grong, 2000] est une trame qu'il faut modifier par endroits pour aborder toute la complexité de la précipitation dans les alliages d'aluminium à durcissement structural.

Pour traiter la précipitation dans le AA2024, nous avons repris en grande partie les modifications faites par Khan au modèle de Myhr & Grong. Nous avons principalement modifié la gestion des co-clusters : l'évolution des co-clusters est prise en compte le long du cycle thermique et ne sont pas juste ajoutés à la fin du cycle thermique.

Le modèle a été ensuite testé sur des rampes anisothermes contrôlées. Le modèle sous estime de façon systématique la dureté après avoir mis l'échantillon dans un four

---

tubulaire et l'avoir trempé. Par contre, l'augmentation de la dureté dû à la maturation est correctement prévue. Par ailleurs, le flux de chaleur dégagé lors d'essais DSC a été simulé. La forme des courbes expérimentales est bien respectée, par contre les flux de chaleur sont deux fois trop importants. Cette différence s'explique par le fait que le modèle suppose que tout le cuivre est actif, ce qui n'est pas le cas dans la réalité. Finalement, le modèle décrit avec une certaine fidélité l'évolution de la précipitation dans le AA2024.



# 5 Application au procédé de friction-malaxage

Le procédé de friction-malaxage est un procédé relativement récent, qui est considéré comme une des avancées majeures de ces dix dernières années dans l'assemblage des métaux. Nous décrirons ce procédé plus en détails dans une première partie. Dans le chapitre précédent, la modélisation métallurgique du AA2024 a été abordée en détails. Pour prévoir le profil de dureté d'un joint soudé par FSW, il est nécessaire de connaître l'histoire thermique en chaque point du joint. Les mesures de températures à l'aide de thermocouples ne permettent de connaître la température qu'en un nombre fini de points et n'ont pas accès à la température proche du pion car les thermocouples seraient broyés. Par conséquent, il faut mettre au point un modèle qui prédit le champ de température avec une précision raisonnable. La prédiction de celui-ci à partir des paramètres procédés a fait l'objet de plusieurs thèses au sein du centre SMS <sup>1</sup> de l'école des mines de Saint-Étienne [Heurtier, 2004, Jacquin, 2008]. Une présentation succincte du modèle thermomécanique et une validation expérimentale de celui-ci seront faites respectivement dans une deuxième et troisième partie. À partir des deux modèles précédents, nous pourrions dans une quatrième partie confronter le profil de dureté expérimental avec le profil simulé par le modèle de précipitation isocinétique et celui simulé par le modèle de précipitation intégrée. Nous comparerons ensuite les valeurs des paramètres microstructuraux (rayon moyen et fraction volumique) données par la simulation à ceux mesurés dans la thèse de C. Genevois [Genevois, 2004].

## 5.1 Le procédé de soudage par friction-malaxage

Le procédé de soudage par friction-malaxage, traduction communément admise du terme de Friction Stir Welding (FSW), est un procédé de soudage continu par friction né en 1991 sous la forme d'un brevet [Thomas et al., 1991] déposé par l'institut de soudure britannique « The Welding Institute » (TWI). Il a immédiatement intéressé les

---

<sup>1</sup>Science des Matériaux et des Microstructures

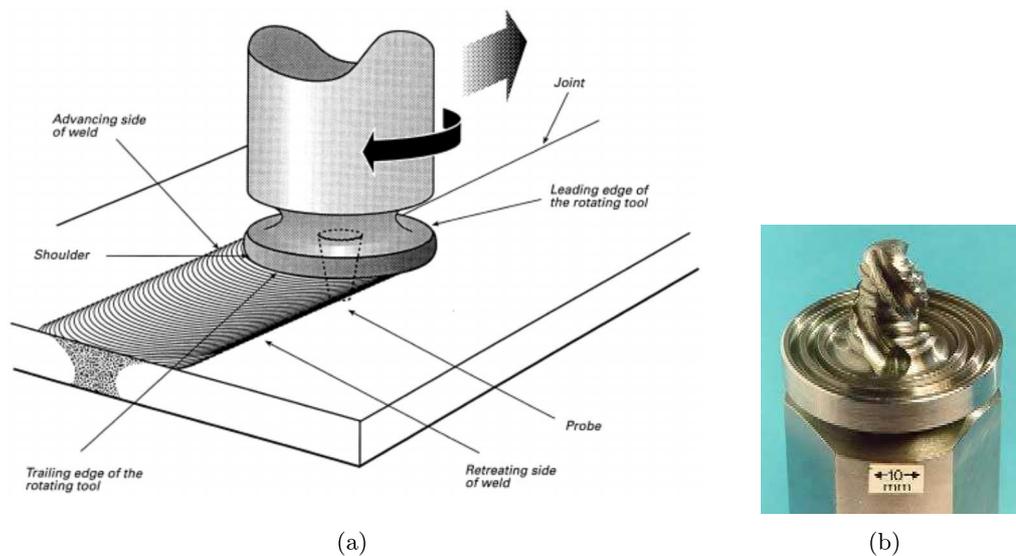


FIG. 5.1: (a) Schéma du procédé de soudage par friction-malaxage [Thomas et Nicholas, 1997]. (b) Outil de soudage (TWI).

utilisateurs d'alliages d'aluminium car, sans passer par le point de fusion il permet le soudage des alliages à haute résistance, jusque là inutilisables en raison de leur soudabilité difficile avec les procédés traditionnels. Le FSW convient particulièrement bien aux alliages à bas point de fusion (aluminium, magnésium, cuivre) et trouve avec ces matériaux ses applications industrielles principales : aéronautique, spatial, transports terrestres, construction navale.

### 5.1.1 Description du procédé

Le procédé de soudage par friction malaxage, représenté sur la figure 5.1(a), met en œuvre un mandrin tournant qui reçoit l'outil de soudage proprement dit, lequel se présente sous la forme d'un cylindre de révolution en acier à haute résistance comportant un épaulement prolongé par une tige ou une pointe coaxiale, elle même cylindrique ou tronconique, et comportant en surface diverses sortes de reliefs (figure 5.1(b)).

La tête de soudage ainsi constituée, est fixée sur un support qui présente l'outil en rotation sur le joint des deux tôles à souder, fixées elles mêmes sur un montage d'appui, et qui le met ensuite en contact avec elles. La chaleur engendrée par la friction rend la matière environnante visqueuse, et permet à la tige d'y pénétrer jusqu'à l'épaulement. On commande ensuite le déplacement de l'outil le long du joint. Le métal visqueux, malaxé par la rotation de l'outil sous l'effet de reliefs qu'il comporte, flue de part

et d'autre de celui-ci de façon quelque peu dissymétrique de l'avant vers l'arrière en formant la liaison des deux bords puis la soudure proprement dite après refroidissement. L'épaulement, outre le fait qu'il limite la pénétration, a aussi pour rôle d'empêcher le métal de fluer vers le haut. La soudure prend place en phase solide et l'absence de fusion en fait le principal intérêt.

Pour obtenir une liaison complète, le pion doit avoir une longueur quasiment égale, de préférence, à l'épaisseur des tôles à souder et le soudage s'exécute en une passe, voire deux passes opposées pour les épaisseurs élevées.

La vitesse de rotation et de déplacement de l'outil dépendent du matériau et de l'épaisseur des plaques soudées. Généralement, la vitesse de rotation est comprise entre 100 et 1500 tr/min, et la vitesse de soudage est inférieure au mètre par minute. Cette vitesse de déplacement est toutefois inférieure à celle des procédés par fusion, car la progression de l'outil doit permettre à la matière de fluer correctement de l'avant vers l'arrière.

### 5.1.2 Avantages et inconvénients du procédé

#### Avantages métallurgiques

L'atout majeur du FSW est de réaliser une soudure de grande qualité sur une large gamme de matériaux et d'épaisseurs. Grâce au forgeage réalisé par l'épaulement, les défauts internes des procédés par fusion, tels le manque de compacité, les soufflures, les criques n'apparaissent pas. De part la nature purement mécanique de ce procédé de soudage, il devient possible d'assembler des matériaux réputés difficiles à souder par fusion, tels que les alliages d'aluminium des séries 2000 et 7000. L'absence de métal d'apport permet de réaliser des joints chimiquement homogènes.

#### Avantages procédé

L'application du procédé FSW implique une mécanisation de type machine-outil (figure 5.2) s'apparentant à une installation de fraisage qui assure les fonctions classiques de support et de déplacement de la tête de soudage, et ne nécessitant pas une qualification spécifique de l'opérateur. Le procédé est propre, par exemple il n'est pas nécessaire de décaper les tôles d'aluminium avant de les souder, et peu dangereux ; et l'utilisation de consommables tels qu'un gaz de protection ou un fil d'apport n'est pas requise. De plus, le soudage par FSW est un procédé peu consommateur en énergie.

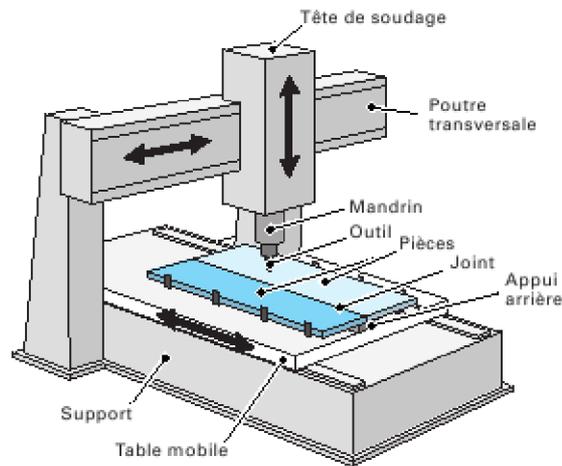


FIG. 5.2: Schéma d'une machine outil pour le FSW [Cazes, 2003].

### Inconvénients

Dans ce procédé, et contrairement aux procédés continus conventionnels, la soudure s'effectue en « aveugle », du fait que, l'épaulement et l'appui masquent complètement les phénomènes dont la soudure résulte. L'impossibilité visuelle directe est un handicap dans la recherche de paramètres et dans la surveillance du soudage en cours ; s'impose ainsi la nécessité de disposer d'un système de surveillance et de contrôle des paramètres en temps réel. De plus, en fin de cordon, le retrait de l'outil laisse un trou qu'il n'est pas possible de combler de façon simple par FSW. Pour des soudures linéaires ouvertes, cela implique la mise en œuvre de taquets à éliminer en début et en fin de cordon.

### 5.1.3 Caractérisation métallurgique de la zone soudée

#### Évolutions microstructurales

La microstructure des joints soudés par friction malaxage a été découpée selon les régions suivantes (figure 5.3) :

**Métal de base (MB)** Il s'agit de la partie la plus éloignée du centre de la soudure ; dans cette zone, le matériau n'est pas déformé, et bien qu'ayant pu subir un cycle thermique pendant le soudage, n'en est pas affecté en termes de microstructure et de propriétés mécaniques.

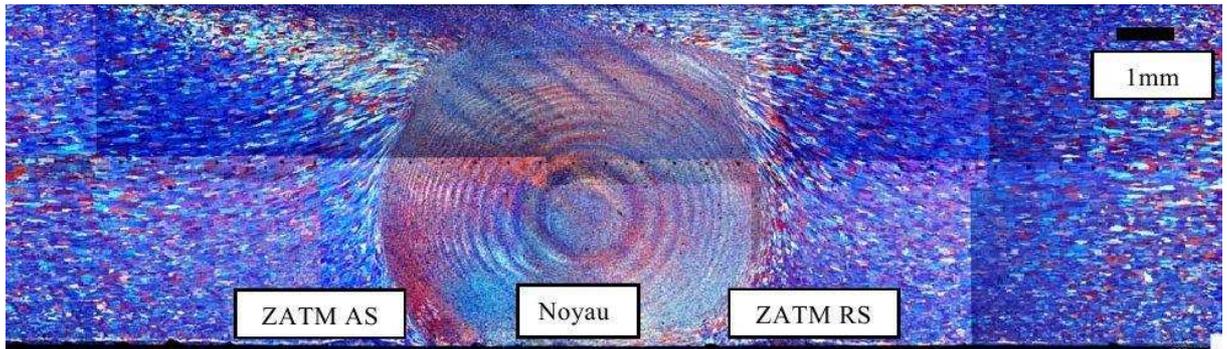


FIG. 5.3: Macrographie d'un joint soudé AA2024-T351 après une attaque anodique [Genevois, 2004].

**Zone affectée thermiquement (ZAT)** Dans cette zone plus proche du centre de la soudure, le métal a subi un cycle thermique, dont la température maximum dépasserait  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ , modifiant la microstructure ou les propriétés mécaniques [Frigaard et al., 2001]. Cependant aucune déformation notable (observable à l'échelle de la microscopie optique notamment) n'a lieu dans cette région. La forme des grains est identique à celle rencontrée dans le métal de base. L'extension latérale de la zone affectée thermiquement est en général de l'ordre du centimètre.

**Zone affectée thermomécaniquement (ZATM)** Cette zone, se trouvant autour du noyau, est propre au FSW. Elle est à la fois déformée plastiquement et affectée thermiquement. La frontière entre la zone centrale de la soudure et la ZATM est généralement très marquée, souvent plus du côté « advancing side ». Une recristallisation partielle est également observée le long de cette frontière [Su et al., 2003]. L'évolution de la précipitation se traduit dans la ZATM par une dissolution partielle des précipités durcissants et par une précipitation hétérogène des précipités non durcissants [Threadgill et al., 2009]. Dans le cas des alliages d'aluminium, les températures atteintes dans cette région s'échelonnent entre  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Noyau soudé** La zone au centre de la soudure est habituellement appelée noyau soudé. Elle correspond aux maximums de déformation et de température. Les mesures de température dans cette région sont délicates et sont estimées à partir de la microstructure finale du joint. Dans le cas des alliages d'aluminium, la température maximum serait comprise entre  $425\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  [Threadgill et al., 2009]. La forme du noyau est très variable et dépend étroitement de l'alliage et des paramètres du procédé

[Mishra et Ma, 2005]. Il peut présenter des formes en cuvette ou des formes ellipsoïdales (figure 5.4).

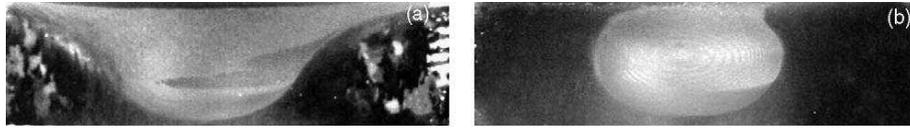


FIG. 5.4: Noyaux soit en forme de cuvette soit en forme d'ellipsoïde [Mishra et Ma, 2005].

Son diamètre est légèrement supérieur à celui du pion [Reynolds, 2000]. Cette zone montre souvent un motif en forme d'ellipses concentriques (« onion rings ») comme sur la figure 5.3. La microstructure est clairement fine et équiaxe (taille de grains entre 2 et 10  $\mu\text{m}$ ) ; la structure granulaire résulte du processus de recristallisation dynamique continue qui apparaît pendant le soudage [Threadgill et al., 2009]. Dans le noyau, les précipités sont remis en solution et reprécipitent de façon hétérogène lors du refroidissement [Su et al., 2003].

### Dureté en travers du joint

L'allure du profil de dureté à travers les soudures FSW dépend de la nature du durcissement du matériau, selon qu'il soit par écrouissage ou par précipitation.

**Durcissement par écrouissage** Dans le noyau, le cycle thermique a pour effet de restaurer et surtout de recristalliser la microstructure. Si l'état de départ est recristallisé (état O), la dureté du joint soudé sera proche de celle de départ. Un durcissement est observable selon la taille des grains dans le noyau. Un matériau pris dans un état écroui (état H) présente une diminution substantielle de la dureté de la zone soudée suite à sa recristallisation. Les deux possibilités sont illustrées par la figure 5.5(a). Elle présente le profil de dureté de deux joints soudés dans les mêmes conditions d'un alliage AA5454 soit dans un état restauré soit dans un état écroui. La dureté du noyau d'un matériau au départ restauré est proche de celle d'un matériau initialement écroui. Le traitement thermomécanique imposé dans le noyau efface donc toutes différences entre les deux états de départ.

**Durcissement par précipitation** Les soudures par FSW de matériaux à durcissement structural présente un profil caractéristique en « W » (figure 5.5(b)). Dans le noyau, il est admis que le cycle thermique remet en solution toute la précipitation durcissante,

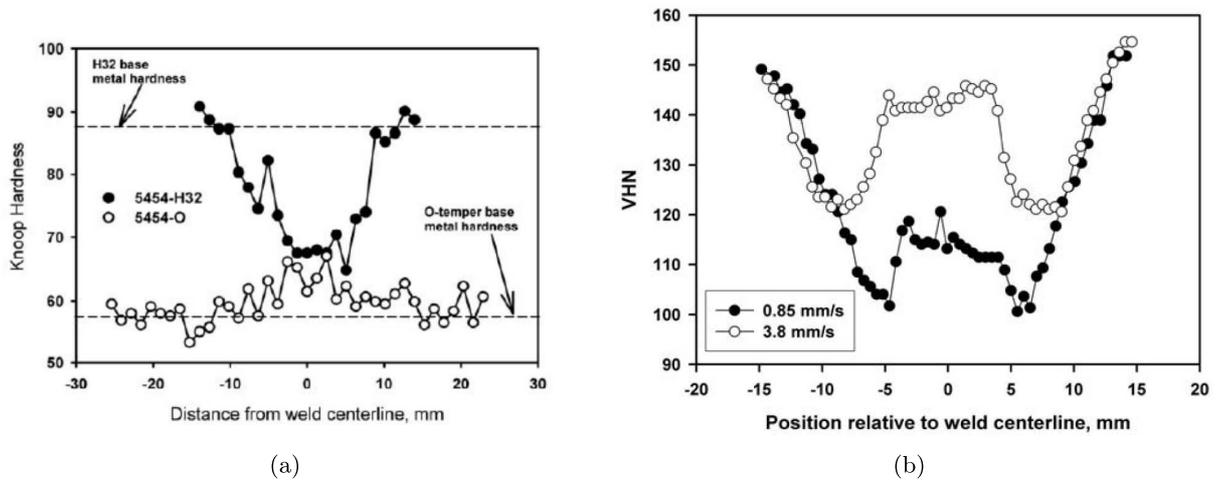


FIG. 5.5: (a) Profils de dureté d'un joint soudé par FSW d'un alliage AA5454 soit dans un état écroui (symbole H) soit dans un état recuit (symbole O) [Reynolds, 2007]. (b) Profil de dureté d'un joint soudé par FSW à deux vitesses de soudage différentes pour un AA7050-T74 [Reynolds, 2007].

une fraction de celle-ci reprécipite lors du refroidissement de manière hétérogène et le reste lors de la maturation à température ambiante. Ceci a pour effet d'effacer tous les traitements thermiques antérieurs, et par conséquent l'état du noyau dépend peu de l'état initial.

La ZATM présente une précipitation grossière et hétérogène qui correspond au minimum de dureté. Le minimum de dureté est plus large pour un état revenu (T6) que pour un état mûri (T3).

Dans la zone affectée thermiquement, l'effet du soudage dépend de l'état initial :

- pour un état revenu, les précipités coalescent, ce qui s'accompagne d'une diminution de la dureté ;
- pour un état mûri, loin de la soudure, les précipités sont susceptibles de se dissoudre sans reprécipiter, ce qui explique la présence du minimum extérieur pour des joints en AA2024-T3 [Jones et al., 2005, Reynolds, 2007]. Pour des zones de plus en plus proches de la soudure, l'effet du cycle thermique déplace de plus en plus la précipitation sur le chemin classique nucléation-croissance-coalescence, ce qui explique l'augmentation suivie de la diminution de la dureté.

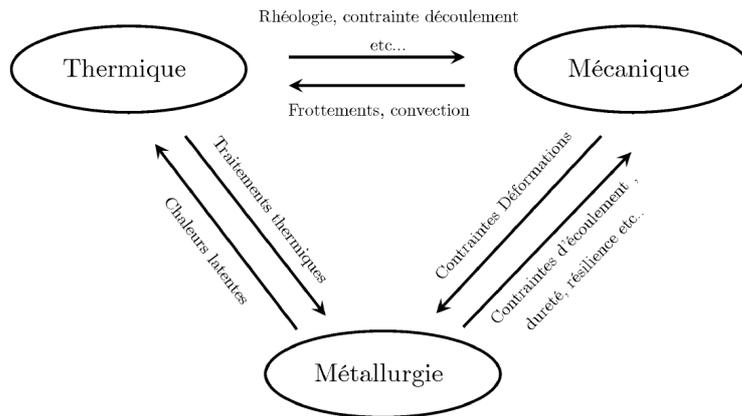


FIG. 5.6: Schéma des interactions des divers phénomènes physiques mis en jeu pendant le FSW [Jacquin, 2008].

## 5.2 Modélisation thermomécanique du friction-malaxage

Le procédé de friction-malaxage est un procédé difficile à modéliser car les interactions entre les aspects métallurgiques, mécaniques et thermiques sont fortes et mal comprises. La figure 5.6 décrit la nature de ces interactions.

Le parti pris à l'école des mines de Saint-Étienne a été d'élaborer un modèle simple qui serait non seulement un outil d'aide pour l'amélioration de la tenue mécanique des soudures, mais aussi un moyen pour mieux comprendre les phénomènes physiques induits par ce procédé. Le programme informatique implémentant ce modèle se devait aussi de fonctionner sur un PC de bureau en un temps raisonnable (de l'ordre de quelques heures) au contraire de gros codes d'éléments finis tournant sur des clusters et donnant les résultats au bout de quelques semaines. Pour atteindre cet objectif, il a été choisi de garder un modèle le plus analytique possible, même si cela impliquait quelques hypothèses simplificatrices ; et de ne traiter que l'interaction entre la thermique et la mécanique, les autres influences étant soit négligées soit considérées comme des post-traitements. Ce choix permet tout d'abord de donner un sens plus physique à la modélisation et ensuite de diminuer de façon très importante le temps de calcul par rapport à un modèle par éléments finis.

Ce modèle analytique fut l'objet de deux thèses, d'abord celle de Philippe Heurtier [Heurtier, 2004] qui a démontré toute la pertinence de cette approche et qui a abouti sur le dépôt d'un brevet par EADS [Allehaux, 2005], puis celle de Dimitri Jacquin [Jacquin, 2008] qui a amélioré la modélisation de l'écoulement du matériau et l'évaluation de la puissance dissipée par le frottement sous l'épaulement ; et puis du

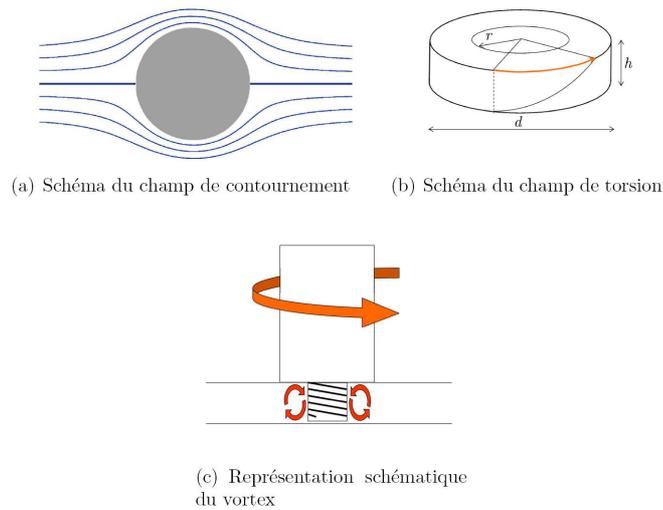


FIG. 5.7: Écoulement de la matière décomposée en trois champs de vitesse [Jacquin, 2008].

post-doctorat de Nicolas Pierron qui fut de revoir le comportement de la matière sous l'épaulement. La modélisation du procédé comme elle a été faite par D. Jacquin sera présentée de manière synthétique dans les paragraphes suivants.

### Modélisation géométrique et cinématique

Le modèle ne s'intéresse pas au régime transitoire du procédé, c'est-à-dire à la pénétration de l'outil dans la plaque et au début de la soudure ; mais au régime stationnaire du procédé qui est atteint pour de longues soudures. Ceci se traduit par le choix de travailler dans le repère de l'outil.

L'écoulement de la matière est décomposé à l'aide de plusieurs champs de vitesse classiques, dont l'expression analytique est connue (figure 5.7). L'avancée du pion a pour effet que la matière le contourne, mouvement qui est modélisé par le mouvement d'un fluide parfait autour d'une pile de pont. La rotation du pion entraîne la matière par le pas de vis et provoque donc un mouvement de vortex et de circulation de la matière. Le frottement de l'épaulement sur la surface des tôles induit un mouvement de torsion qui n'est important que sur une certaine partie de l'épaisseur de la tôle.

Les outils de FSW ont généralement des formes compliquées et ne traversent pas la tôle. La forme de l'outil est simplifiée en un cylindre traversant la tôle dont le rayon est celui du pion. Cette géométrie permet d'utiliser l'expression du champ de contournement en coordonnées cylindriques. Le champ de torsion n'est présent que

dans la flow arm dont l'épaisseur est prise comme le cinquième de l'épaisseur de la tôle. La boîte de simulation ne pouvant pas être infinie, le rayon extérieur est borné.

### Modélisation rhéologique

La déformation du matériau induit par le passage de l'outil dissipe de la chaleur par déformation plastique. Le matériau s'échauffe ainsi et devient visqueux. Le comportement à chaud du matériau est donc essentiel. Celui-ci est modélisé à l'aide d'une loi d'Hollomon du type :

$$\sigma_e = K \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \quad (5.1)$$

- avec :
- $\sigma_e$  la contrainte d'écoulement,
  - $K$  la consistance ( $1,5 \text{ MPas}^{-m}$ ),
  - $\dot{\varepsilon}$  la vitesse de déformation équivalente,
  - $m$  la sensibilité à la vitesse de déformation (0,12),
  - $Q$  l'énergie d'activation ( $155 \text{ kJ/mol}$ ).

Les paramètres  $m$  et  $Q$  sont identifiés à l'aide d'essais de torsion à chaud à différentes vitesses de déformation. La simplicité de cette loi a pour inconvénient de ne pas tenir compte de l'évolution de la microstructure du matériau lors du soudage comme la recristallisation dynamique ou la précipitation.

### Détermination du champ de température

Le calcul du champ de température s'effectue en plusieurs étapes. À partir de la connaissance du champ des vitesses, la vitesse de déformation équivalente est calculée. La puissance de déformation plastique est estimée à l'aide de la loi de comportement du matériau :

$$\dot{w} = K \dot{\varepsilon}^{m+1} \exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \quad (5.2)$$

Cette puissance de déformation plastique est en grande partie transformée en chaleur :

$$\dot{w}_{ther} = K_d \dot{w} \quad (5.3)$$

où  $K_d$  peut être assimilé au coefficient de Taylor-Quinney et a une valeur proche de 0,9. Cette dernière est ensuite introduite dans l'équation de la chaleur :

$$\rho c \frac{dT}{dt} = \lambda \Delta T + \Gamma_d \dot{w} \quad (5.4)$$

avec :  $\rho$  la masse volumique de l'aluminium ( $2700 \text{ kg m}^{-3}$ ),  
 $c$  la capacité calorifique ( $800 \text{ J kg}^{-1}$ ),  
 $\lambda$  la conductivité thermique ( $125 \text{ W mK}^{-1}$ ),  
 $\Gamma_d$  coefficient de Taylor-Quiney.

Le champ de température est déterminé de manière itérative. Un premier champ de températures est supposé, permettant de calculer la puissance de déformation qui est introduite dans l'équation de la chaleur. La résolution de celle-ci donnera un nouveau champ de température, donc de nouvelles déformations plastiques, et ainsi de suite. Le calcul converge au bout de quelques itérations vers le régime stationnaire. La figure 5.8 présente l'organigramme de la méthode de résolution.

### Conditions aux limites du modèle

La figure 5.9 détaille les différentes conditions aux limites appliquées aux surfaces délimitant la boîte de simulation.

Sur la surface  $\Sigma_1$ , l'épaulement de l'outil frotte sur la tôle, et dissipe donc de la chaleur. Par un modèle de couche limite, la puissance surfacique dissipée par frottement  $\dot{W}$  est évaluée à :

$$\dot{W} = \frac{m\sigma_0}{\sqrt{3}} \omega r \quad (5.5)$$

avec :  $\frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$  contrainte de cisaillement maximum que peut supporter le matériau à l'intérieur de la couche limite,  
 $m$  le facteur  $m$  prend en compte la nature du contact entre l'épaulement et la tôle, c'est-à-dire si l'épaulement glisse totalement sur la tôle ( $m$  vaut 0) ou si la matière colle parfaitement à l'outil ( $m$  vaut 1),  
 $\omega$  vitesse de rotation de l'outil,  
 $r$  distance à partir du centre de l'outil.

Cette puissance dissipée se partage entre la tôle et l'outil selon les propriétés caractéristiques de diffusion de la tôle et de l'outil.

La surface  $\Sigma_2$  est en contact avec l'air ambiant. L'échange thermique entre la tôle et l'air ambiant est dû à la convection naturelle, qui est modélisé par un coefficient d'échange :

$$-\lambda \overrightarrow{\text{grad}T} \cdot \overrightarrow{n} = h_{sup}(T - T_{ext}) \quad (5.6)$$

Le coefficient d'échange avec l'air ambiant est pris égal à  $20 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ .

Pour simplifier le modèle, les plaques sur lesquelles repose la tôle ne sont pas maillées. Les échanges thermiques avec ces dernières sont pris en compte à travers un coefficient

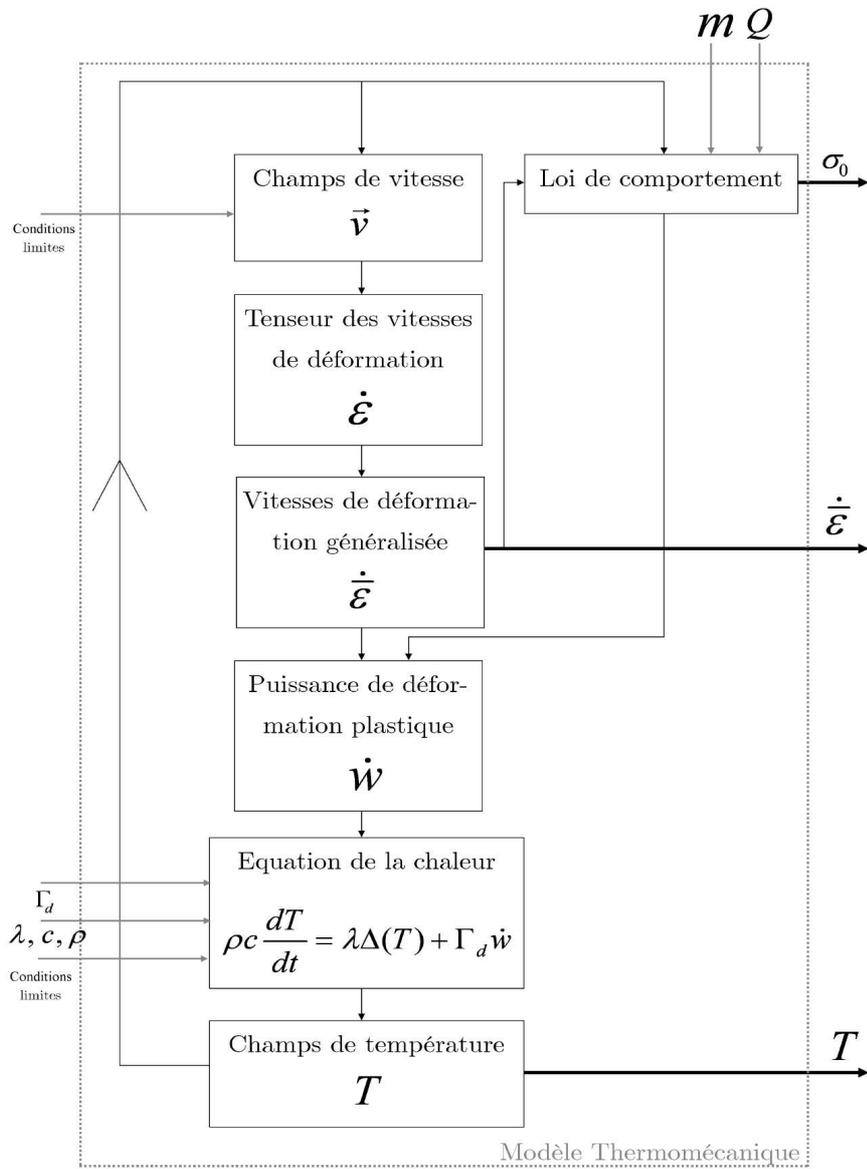


FIG. 5.8: Organigramme détaillé de la modélisation thermo-mécanique [Jacquin, 2008].

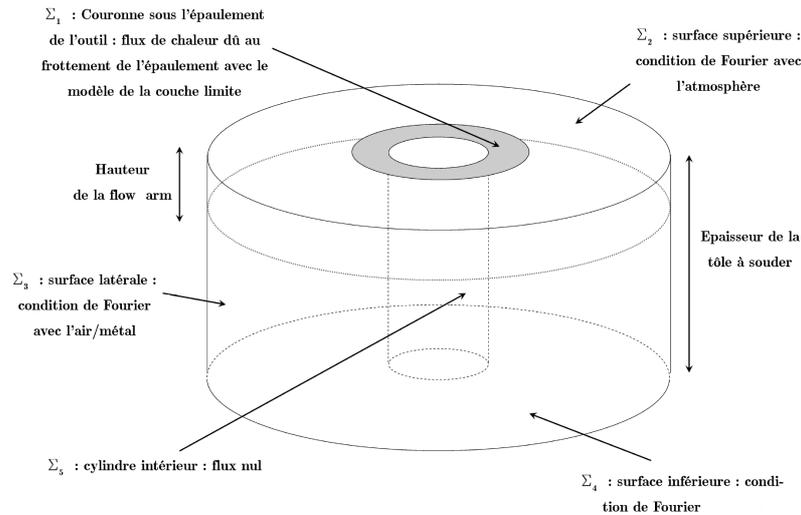


FIG. 5.9: Conditions aux limites du modèle thermomécanique [Jacquin, 2008].

d'échange. Le coefficient d'échange pour la surface  $\Sigma_4$  vaut  $200 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ . On considère qu'en régime stationnaire la température des plaques est de l'ordre de la centaine de degrés, et que la température de la matière dans le pas de vis est égale à celle de l'outil. On n'observe donc pas de flux de chaleur à travers la surface  $\Sigma_5$ . Notre système n'est qu'une petite partie de la tôle soudée, qui est refroidie par le reste de la tôle. Si le système était suffisamment grand, le flux thermique à travers la surface  $\Sigma_3$  serait nul. Notre modèle est limité par la mémoire disponible sur l'ordinateur, et n'est pas suffisamment grand pour négliger le refroidissement à travers la surface  $\Sigma_3$ . Ceci a obligé de modéliser le refroidissement du système par le reste de la tôle par un coefficient d'échange valant  $400 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ , pour éviter qu'artificiellement le système ne chauffe trop.

### 5.3 Validation expérimentale du modèle thermomécanique

Nous validerons succinctement le modèle thermomécanique sur deux cas de soudage : l'un soudé avec une vitesse d'avance  $v_a$  de 100 mm/min et une vitesse de rotation de  $\Omega$  de 400 tr/min, et l'autre avec une vitesse d'avance  $v_a$  de 400 mm/min et une vitesse de rotation de  $\Omega = 400$  tr/min. Ces deux cas de soudage ont été choisis en particulier car leurs profils de dureté ont été mesurés lors du projet DEEPWELD.

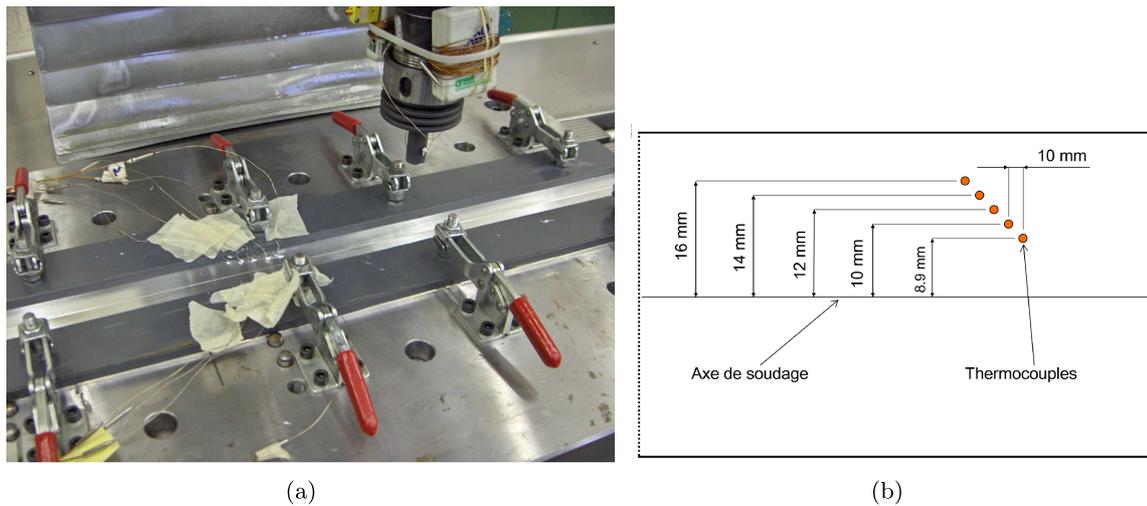


FIG. 5.10: (a) Photographie de la machine de soudage et de l'appareillage de mesure.  
(b) Schéma du positionnement des thermocouples.

### Configuration de soudage

Les essais de soudage ont été réalisés à l'université catholique de Louvain (UCL) en utilisant une machine de soudage de marque HERMELE contrôlée en déplacement. Les tôles d'aluminium en 2024-T351 ont une épaisseur de 3,2 mm. Elles sont fermement bridées sur le bâti de la machine de soudage. Les échantillons à souder mesurent 70 mm de largeur et 600 mm de longueur. La longueur de la soudure est de 500 mm, et le soudage s'effectue dans le sens de laminage des tôles. La machine de soudage est photographiée sur la figure 5.10(a).

Des thermocouples de 0,5 mm de diamètre sont enchâssés dans les tôles à souder du côté advancing et retreating. Ils sont introduits à mi-épaisseur de la tôle par des trous de 1 mm de diamètre puis les trous sont ensuite rebouchés avec une pâte conductrice de chaleur. Ces thermocouples sont régulièrement espacés tous les 10 mm le long de la direction de soudage, et positionnés entre 8,9 mm et 16 mm de part et d'autre de la ligne du joint. La figure 5.10(b) schématise le montage expérimental.

### Confrontation des prédictions du modèles avec l'expérience

La figure 5.11 présente le champ de température obtenu par le modèle dans un cas de soudage avec une vitesse d'avance de 400 mm/min et 400 tr/min. Comme observé expérimentalement par [Heurtier, 2004], la température est plus élevée derrière le pion que devant celui-ci et aussi du côté advancing que du côté retreating. La production de

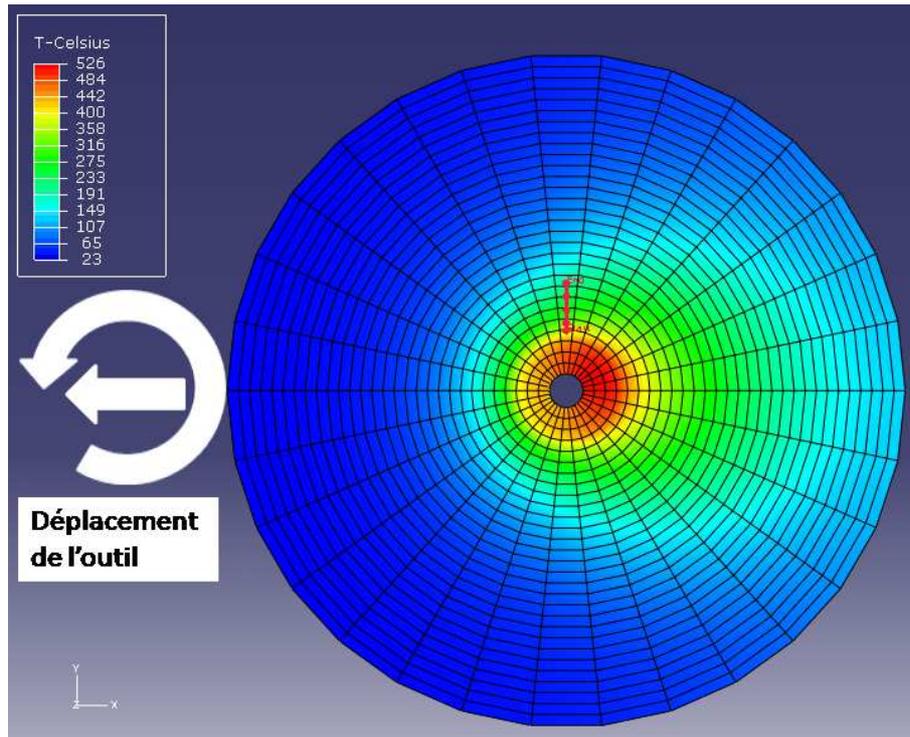


FIG. 5.11: Champ de température dans le cas d'une soudure pour une vitesse d'avance de 400 mm/min et une vitesse de rotation de 400 tr/min. Les positions des thermocouples du côté advancing ont été représentées par les petits points rouges. Le diamètre du volume maillé est de 10 cm.

chaleur est principalement due à la déformation plastique, et celle-ci est plus importante du côté advancing que du côté retreating, car la vitesse de la matière et la vitesse de rotation de l'outil sont en sens opposé, cisillant plus la matière. Ainsi, il est normal que la température du côté advancing soit plus élevée que celle du côté retreating.

La figure 5.12 compare les températures relevées par les thermocouples des deux côtés de la soudure et dans les deux cas de soudage. Les mesures de températures à l'aide de thermocouples comportent des aléas expérimentaux, ainsi il faut rejeter les courbes de températures à 8,9 mm du côté advancing et 10 mm du côté retreating pour le cas de soudage à  $v_a=100$  mm/min  $\Omega=400$  tr/min, et celle à 12 mm du côté advancing pour l'autre cas de soudage. Sur les relevés des thermocouples, nous retrouvons bien que le côté advancing est plus chaud que le côté retreating. Pour les deux cas de soudage, les évolutions de la température relevées par les thermocouples du côté advancing sont prédites avec une précision de quelques dizaines de degrés ; la précision est inférieure à 20 °C pour le cas de soudage 100-400 et à 50 °C pour le cas de soudage 400-400. Une cause possible de l'incertitude sur la température est l'imprécision sur l'emplacement du thermocouple. En effet, celui-ci est introduit dans des trous de 1 mm de diamètre alors qu'il a un diamètre de 0,5 mm. Le jour après introduction du thermocouple est ensuite comblé. La position des thermocouples n'est donc pas connue avec précision. Aux environs du pion, une variation de 0,5 mm génère un écart de température allant jusqu'à 30 °C. De plus, on constate que le modèle a tendance à refroidir plus vite que la réalité. À la fin du cycle thermique, c'est le pompage thermique sur le bord extérieur du cylindre qui prédomine. Cette condition traduit le refroidissement du système par l'ensemble de la tôle. Comme il l'a déjà été mentionné, la taille du modèle n'est pas assez grande pour qu'on puisse se priver de ce type de refroidissement. La prochaine version du programme a pour objectif d'augmenter la taille du modèle, et d'inclure ainsi plus de matière dont une partie pourra servir de réservoir thermique.

## Conclusion

Le modèle présenté est capable de prévoir la température avec une précision raisonnable du côté advancing, et une précision perfectible du côté retreating. Du fait de la taille limitée du modèle, il est nécessaire de prendre en compte le refroidissement du modèle par le reste de la tôle. La modélisation de cet effet par un coefficient d'échange n'est pas des plus appropriée, et a pour conséquence de refroidir trop rapidement les éléments de matière sur le bord du système.

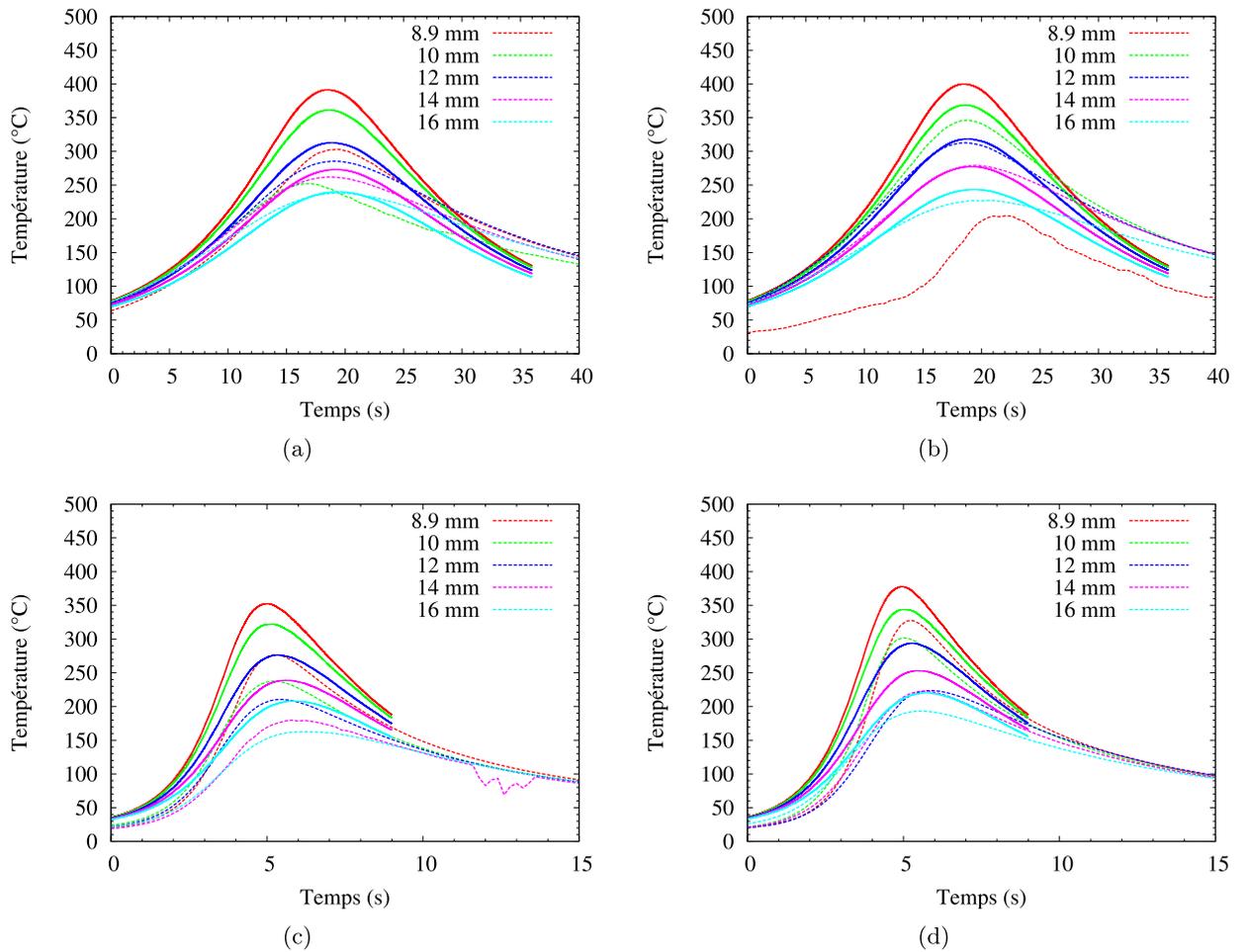


FIG. 5.12: Comparaison entre les températures expérimentales relevées par les thermocouples (courbes en pointillées) [Ducoeur et de Meester, 2007a] et les températures simulées (courbes en plein) pour le côté retreating (graphiques à gauche) et le côté advancing (graphiques à droite) dans deux cas de soudage  $v_a=100$  mm/min  $\Omega=400$  tr/min (graphiques en haut) et  $v_a=400$  mm/min  $\Omega=400$  tours/min (graphiques en bas).

$t_c^\infty$	$Q_c$	A	$t_d^\infty$	$Q_d$	$x_0$	$y_\infty$	$HV_{\max}$	$HV_{\min}$
$35 \cdot 10^{-9}$ s	102 kJ/mol	0.37	$1,6 \cdot 10^{-9}$ s	144 kJ/mol	1	0	$-0,2 \cdot T[K] + 259$	90

TAB. 5.1: Valeurs utilisées des différents paramètres pour calculer ensuite l'évolution de la dureté du AA2024 à l'état T3 étudié dans le projet DEEPWELD.

## 5.4 Prévisions à l'aide des modèles de précipitation

À l'aide du modèle thermomécanique précédent, nous pouvons connaître l'histoire thermique subie par chaque élément de matière au cours du procédé. Nous attirons l'attention du lecteur sur le fait que pour connaître l'histoire thermique d'un point dont on spécifie les coordonnées finales, il est nécessaire de remonter la trajectoire matérielle ; et donc que ce cycle thermique est différent de celui donné par un thermocouple placé en ce point. Ainsi en nous servant de ces entrées pour nos modèles de précipitation (isocinétique et par classes de taille), nous pouvons prédire le profil de précipitation et la microstructure le long du joint FSW.

L'alliage d'aluminium qui a servi pour faire les joints est légèrement différent du nôtre. Il sera donc indiqué pour chacun des modèles les valeurs adéquates des paramètres.

### Modèle isocinétique

Les paramètres du modèle isocinétique identifiés pour le AA2024 de DEEPWELD sont indiqués dans le tableau 5.1. Sur la figure 5.13 sont tracées les évolutions de la dureté expérimentale et simulée à l'aide des ces derniers paramètres pour différentes températures. L'évolution de celle-ci autour du pic de dureté est bien décrite.

Pour les deux cas de soudage, les profils de dureté expérimentaux après deux semaines de maturation à 1 mm et à 2 mm d'épaisseur (comptée à partir de la face supérieure de la tôle) ont été tracés sur la figure 5.14. Sur celle-ci, les profils de dureté simulés ont été aussi ajoutés. Bien que le modèle isocinétique prédise correctement la dureté pour des traitements anisothermes contrôlés, les profils de dureté calculés ne sont pas acceptables, surtout dans le cas de soudage 100-400 où le maximum de dureté est prévu à la position du minimum.

De plus, les duretés prévues sont celles avant maturation alors que les duretés expérimentales ont été mesurées deux semaines après soudage. Si nous adoptons la méthode proposée par Shercliff et al. pour tenir compte de la maturation, nous devrions augmenter la dureté d'au moins 20 HV pour tout élément de matière dont la température a dépassé 400 °C (figure 3.4). La largeur de la zone où la température est supérieure à 400 °C est plus importante que celle délimitée par les deux pics de dureté (figure 5.14).

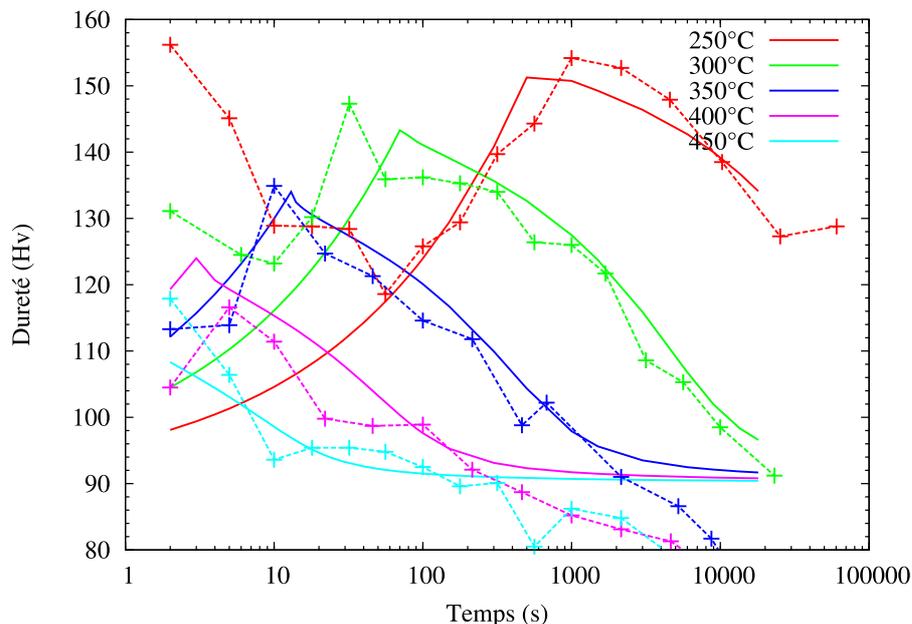


FIG. 5.13: Évolution de la dureté expérimentale (en traits pointillés) du AA2024 de DEEPWELD [Ducoeur et de Meester, 2007b] et simulée (en plein) au cours de différents recuits isothermes.

Nous n'avons donc pas jugé utile d'ajouter un incrément de dureté dû à la maturation.

Finalement, le modèle isocinétique n'est pas capable de prévoir le profil de dureté après soudage. Il est donc nécessaire de recourir à des modèles d'évolution de la précipitation plus élaborés.

### Modèle à classes de tailles

L'adaptation du modèle à classes de tailles au AA2024 utilisé dans le projet DEEPWELD a nécessité de modifier la variation de la tension superficielle avec la température et d'augmenter l'effet de la phase S sur la résistance mécanique. La variation de l'énergie d'interface avec la température a été déterminée de la même manière que celle utilisée pour notre alliage. En suivant cette procédure, elle est bien décrite par la loi :

$$\sigma = a_0 + a_1 T + a_2 T^2 \quad (5.7)$$

avec  $a_0 = -9,2020 \text{ mJm}^{-2}$ ,  $a_1 = 4,9778 \cdot 10^{-4} \text{ Jm}^{-2}\text{K}^{-1}$ ,  $a_2 = -6,0000 \cdot 10^{-7} \text{ Jm}^{-2}\text{K}^{-2}$ . L'énergie d'interface de l'alliage de DEEPWELD est sensiblement différente de notre alliage, et est pratiquement identique à celle identifiée par Khan pour des températures

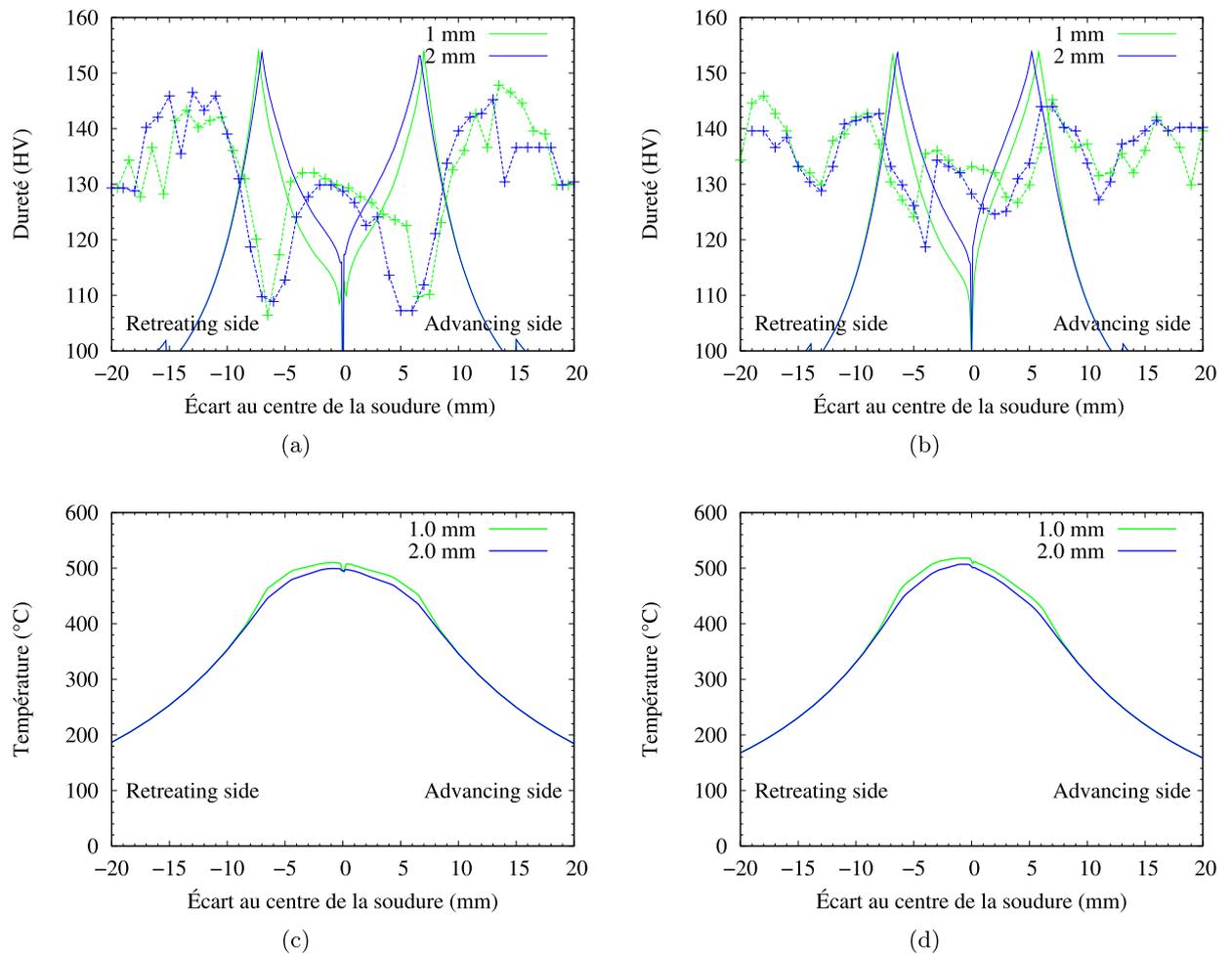


FIG. 5.14: (a) et (b) Comparaison entre le profil de dureté expérimental mesuré à deux épaisseurs de la tôle (comptées à partir de la face supérieure de la tôle) [Ducoeur et de Meester, 2007c] et le profil simulé pour les deux cas de soudage : (a)  $v_a=100$  mm/min  $\Omega= 400$  tours/min (b)  $v_a=400$  mm/min  $\Omega= 400$  tours/min (c) et (d) profils de la température maximum vue pour les lignes d'écoulement arrivant à l'abscisse spécifiée pour les deux cas de soudage et à deux épaisseurs différentes.

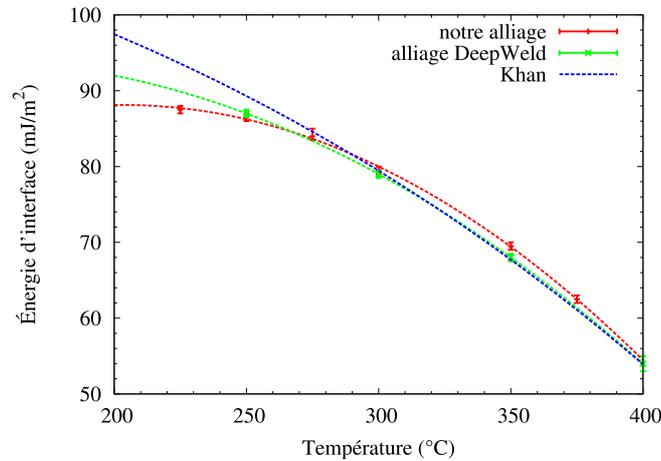


FIG. 5.15: Variation de l'énergie d'interface avec la température pour les différents alliages de 2024.

supérieures à 300 °C (figure 5.15). Comme il a été mentionné dans la partie 4.3.2, il est nécessaire de corriger l'équation 4.26 d'un facteur multiplicatif, qui vaut dans le cas de l'alliage de DEEPWELD 1,4.

**Prévision des profils de dureté** Les profils de dureté expérimentaux et simulés ont été tracés sur la figure 5.16. Les profils simulés ont été tracés après une maturation à l'ambiante durant un temps infini, en mettant les co-clusters à l'équilibre. Pour les zones les plus éloignées du centre de la soudure, les moins affectées thermiquement, la variation de la dureté est mal reproduite. D'une part, la dureté simulée du métal de base, 131 HV, est plus faible que celle expérimentale qui est de 137 HV. D'autre part, dans ces zones-ci, la dureté diminue un peu à cause de la dissolution partielle des co-clusters, phénomène bien visible sur le profil de dureté expérimental en 400-400 à 2 mm d'épaisseur. L'apparition de ce qui est appelé le minimum extérieur n'est pas reproduit. Les raisons de l'absence de ce minimum seront détaillées dans le paragraphe 5.4.

Dans le cas du soudage 400-400 (figure 5.16(b)), les positions des maximums concordent alors que celles des minimums sont surestimées. Pour le cas du soudage 100-400 (figure 5.16(a)), l'inverse se produit. Ce qui peut sembler étonnant est la plutôt bonne reproduction de la position des maximums du côté retreating alors que les profils thermiques simulés sont beaucoup plus chauds que les expérimentaux (figure 5.12). Si on suivait les indications des thermocouples, les pics du côté retreating seraient plus rapprochés

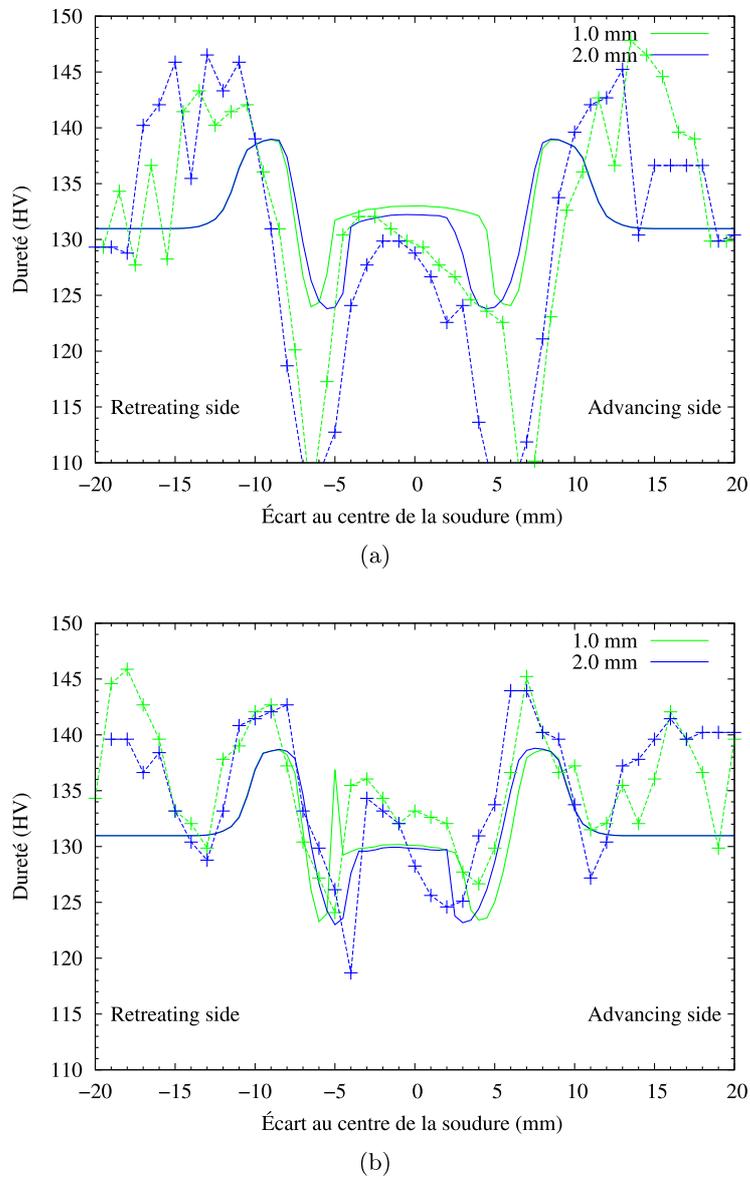


FIG. 5.16: Comparaison entre le profil de dureté expérimental (en traits pointillés) [Ducoeur et de Meester, 2007c] et simulé (en trait plein) à deux épaisseurs de la tôle (comptées à partir de la face supérieure de la tôle) pour le cas de soudage (a)  $v_a=100$  mm/min  $\Omega=400$  tr/min et (b)  $v_a=400$  mm/min  $\Omega=400$  tr/min.

du centre de la soudure, ce qui serait encore pire pour le soudage 100-400.

Pour les deux cas de soudage, les allures du profil de dureté sont raisonnablement bien prédites, bien que les maximums de dureté soient un peu sous-estimés, et que dans le cas du soudage 100-400, les valeurs des minimums observées soient beaucoup plus faibles que celles simulées. La divergence entre l'expérience et la simulation pour le minimum de dureté résulterait de deux effets conjoints :

- cette zone ne subit pas une trempe aussi efficace qu'une trempe à l'eau, donc il y a moins de lacunes piégées lors de la trempe. La quantité moindre de lacunes piégées ralentit la maturation. Il se pourrait donc que lors de la mesure du profil de dureté, seulement deux semaines après le soudage, le matériau n'ait pas complètement mûri.
- notre modèle a tendance à refroidir trop vite. Pour la ligne d'écoulement à  $-6$  mm à  $1$  mm d'épaisseur, la vitesse de refroidissement est de l'ordre de  $100$  °C/s. Dans le cas d'un refroidissement plus lent, les précipités seraient certainement plus épais. La dureté diminuerait ainsi.

**Simulation de la microstructure** Dans la suite de ce paragraphe, nos simulations de microstructures seront comparées aux observations microstructurales faites par C. Genevois [Genevois, 2004]. Elle a étudié en détail la microstructure du côté retreating d'un joint soudé par FSW avec une vitesse d'avance de  $120$  mm/min et une vitesse de rotation de  $850$  tr/min. Les conditions de soudage utilisées par DEEPWELD qui se rapprochent le plus de celles utilisées par C. Genevois sont une vitesse d'avance de  $100$  mm/min et de  $400$  tr/min. De plus, par souci de clarté, nous reprenons le découpage qu'elle a effectué de la ZAT. Elle a découpé la ZAT en trois zones : la zone du minimum extérieur « ZAT creux », la zone du maximum « ZAT pic », la région comprise entre le maximum de dureté et le minimum de dureté « ZAT chute ».

Finalement, le côté retreating sera découpé en différentes zones d'intérêt : métal de base, ZAT creux, ZAT pic, ZAT chute, ZATM, noyau. Les valeurs des différents paramètres microstructuraux prises dans ces zones ont été reportées dans le tableau 5.2. Les premières phases précipitant dans le AA2024 sont dénommées par C. Genevois zones GPB alors que Khan et Starink les dénomment co-clusters. Nous supposons dans ce paragraphe que ces deux termes désignent la même phase. La fraction volumique des co-clusters reportée dans ce tableau et dans la figure 5.18(b) sont celles en sortie du calcul divisées par un facteur  $2,5$ . Ce facteur provient que nous avons choisi une composition chimique des co-clusters différente de celle prise par C. Genevois. En effet, C. Genevois suppose que la composition chimique des zones GPB est  $Al_2CuMg$  pour

2024 T351	Nature des précipités	Fraction volumique		Épaisseur	
		Genevois	Simulation	Genevois	Simulation
Métal de base	Zones GPB	5,5%	7%		
ZAT creux	Zones GPB	↓ 5,5 à 4,8 %	7 %		
ZAT pic	Zones GPB	↓↓ 4,8 à 1%	↓ 6% à 3%		
	Précipités S'(S)	↑↑ 0 à 3,2 %	↑↑ 1% à 4,2%	8 nm	↑ 8 à 16 nm
ZAT chute	Précipités S'(S)	↑ 3,2 à 4%	≈ 4 %	↑ 8 à 11 nm	↑16 à 20 nm
ZATM	Précipités S'(S)	↓ 4 à 3%	↓ 4 à 1,8%	↑ 11 à 30 nm	↑ 20 à 34 nm
Noyau	Zones GPB	↑ 3,75 %	5,8%		
	Précipités S'(S)	↓ 1 %	1,2 %	↑ 62 nm	14 nm

TAB. 5.2: Récapitulatif des données quantitatives de la précipitation du côté retreating observée par C. Genevois [Genevois, 2004] et simulée.

déduire de ses mesures de rayons X diffusés aux petits angles la fraction volumique des zones GPB, alors que nous avons choisi une composition chimique  $Al_8CuMg$  selon les mesures de tomographie atomique [Khan, 2007]. Pour faciliter la comparaison, nous avons donc décidé de diviser la fraction volumique des co-clusters d'un facteur 2,5.

Dans le métal de base, la fraction volumique des zones GPB simulée est légèrement supérieure à celle observée, car nous supposons que les zones GPB ont atteint l'équilibre.

Nous avons déjà remarqué que dans la ZAT creux la baisse de dureté n'est pas reproduite par la simulation. Cette baisse est due à la dissolution modérée des zones GPB pendant le soudage. Ces zones GPB ne se reformeraient pas par maturation à l'ambiante pour des raisons cinétiques comme l'élimination d'un trop grand nombre de lacunes lors du refroidissement. Comme le modèle ne tient pas compte du nombre de lacunes et calcule la fraction volumique des co-clusters à l'équilibre thermodynamique, il est donc normal que le minimum extérieur ne soit pas reproduit.

Dans la ZAT pic, la diminution de la fraction volumique des zones GPB est sous-estimée. Par contre l'évolution dans cette zone de la phase S est en accord avec l'expérience. Les précipités S'(S) sont un petit peu plus épais.

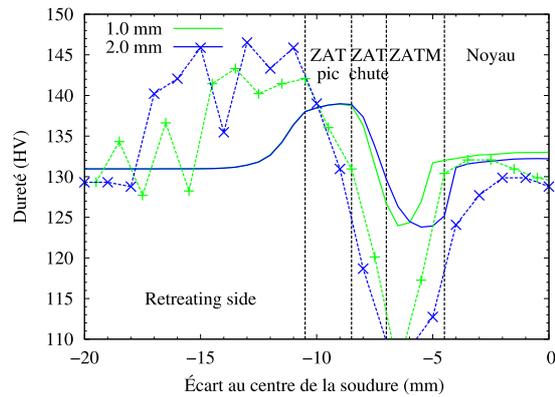
Dans la ZAT chute, C. Genevois ne précise pas la valeur de la fraction volumique des zones GPB. Peut-être que la mesure de la fraction volumique est gênée par la présence des précipités S'(S). La variation de la fraction volumique simulée est moindre que celle expérimentale et les précipités S'(S) sont deux fois plus épais.

Dans la ZATM, les valeurs du rayon moyen et de la fraction volumique de la phase S semblent en bon accord avec les valeurs expérimentales. Mais d'après la discussion sur le profil de dureté, il est probable que la valeur de la dureté soit sur-estimée, et donc que la précipitation soit plus grossière. Par exemple, pour des précipités faisant

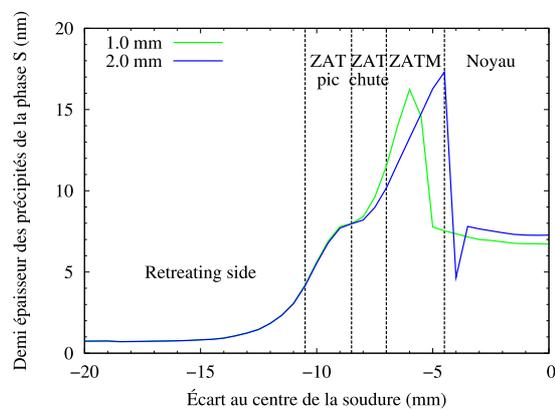
40 nm d'épaisseur avec la même fraction volumique, la dureté prévue par notre modèle mécanique diminue à 120 HV.

Dans le noyau, les fractions volumiques simulées sont en bon accord avec celles mesurées. La taille moyenne des précipités S'(S) est sous-estimée. P. Heurtier avait aussi observé des précipités grossiers de l'ordre de 100 nm d'épaisseur dans le noyau [Heurtier, 2004]. Cette sous-estimation du rayon moyen a peu d'effet sur la dureté à cause de leur faible fraction volumique dans cette région. En effet, si le rayon moyen simulé avait pour taille celui observé par C. Genevois, la dureté simulé ne diminuerait que de 5 HV.

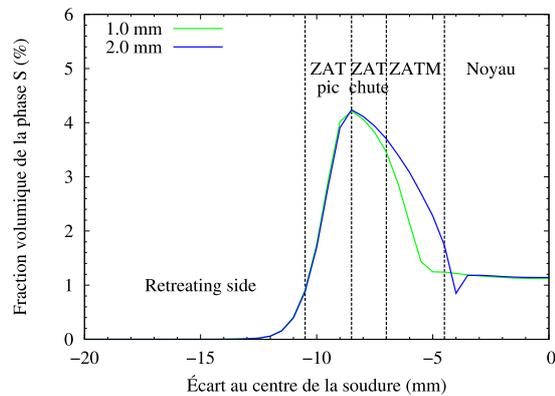
La prévision de la microstructure sur le cas de soudage 100-400 a été comparée aux observations de C. Genevois. Les résultats sont plutôt en bon accord. Seule la « ZAT creux » pose problème. En effet, cette zone est caractérisée par l'absence de maturation des zones GPB à l'ambiante suite à leur dissolution partielle durant le soudage. Cet effet serait dû à une élimination trop importante des lacunes durant le refroidissement. Comme les lacunes ne sont pas prises en compte dans le modèle, il n'est pas possible de simuler cet effet. Les profils de dureté dans les deux cas de soudage sont qualitativement bien reproduits. Les positions des maximums et des minimums de dureté sont raisonnablement bien prédits. La prédiction du minimum de dureté dans la ZATM est limitée par la vitesse de refroidissement donnée par le modèle thermomécanique. Celui-ci a tendance à refroidir trop vite les éléments de matière, et donc la microstructure prédite est trop fine. Par conséquent, la chute de dureté dans la ZATM est limitée.



(a)

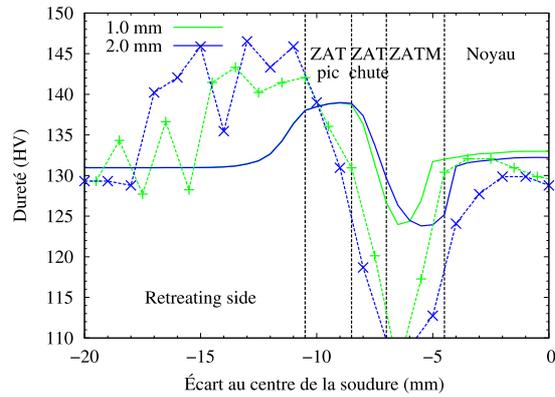


(b)

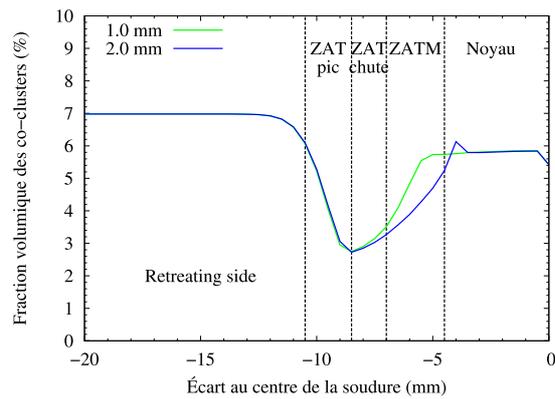


(c)

FIG. 5.17: (a) Comparaison entre le profil de dureté expérimental (en traits pointillés) et simulé (en trait pleins) à deux épaisseurs de la tôle (comptées à partir de la face supérieure de la tôle) pour le cas de soudage  $v_a=100$  mm/min  $\Omega=400$  tr/min. (b) Profils simulés de la demi-épaisseur des précipités de la phase S le long du joint. (c) Profils simulés de la fraction volumique de la phase S le long du joint. Le découpage du joint soudé en plusieurs régions d'intérêt a été réalisé pour le profil de dureté à 2 mm d'épaisseur.



(a)



(b)

FIG. 5.18: (a) Profils de dureté expérimental (en traits pointillés) et simulé (en trait plein) du côté retreating du joint FSW soudé avec une vitesse d'avance de 100 mm/min et une vitesse de rotation 400 tr/min. (b) Fraction volumique des co-clusters simulée après une maturation à l'ambiante infinie au travers du joint.

## 5.5 Effet d'un traitement thermique post-soudage

### 5.5.1 Bibliographie

Le soudage par friction-malaxage fait apparaître des minimums de dureté assez localisés. Une solution qui a été explorée pour améliorer les propriétés mécaniques d'un joint FSW est de traiter thermiquement celui-ci. L'effet de ce traitement thermique est contradictoire.

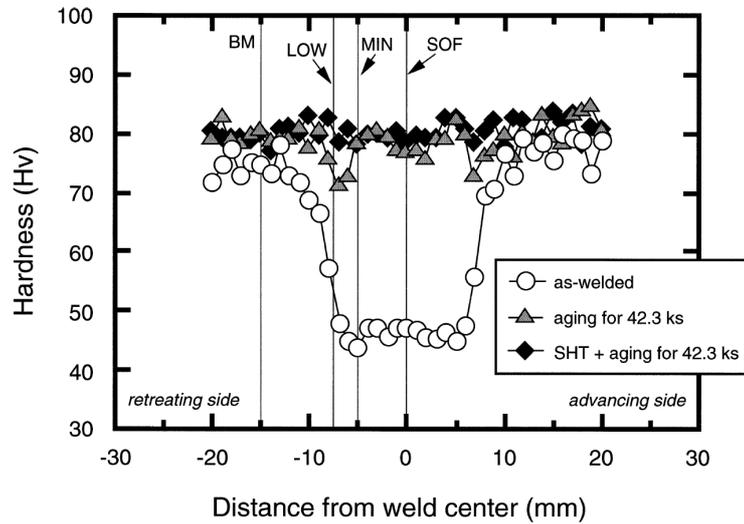
Dans le cas d'un alliage 6XXX sur-revenu, un traitement post-soudage à 175 °C pendant 12 heures a un effet bénéfique (figure 5.19(a)), car il transforme les zones GP formant la majeure partie des précipités en phase  $\beta''$ , aiguilles durcissant le matériau [Sato et Kokawa, 2001]. Seule la région LOW (définie sur la figure 5.19(a)) n'est pas autant durcie que les autres. Cet effet est dû à la présence plus importante de la phase  $\beta'$  dans cette région, phase qui n'est pas dissoute lors du traitement post-soudage et qui limite donc la quantité de soluté disponible pour la formation de la phase  $\beta''$ .

Par contre, dans le cas d'un alliage 2XXX sur-revenu, un traitement post-soudage à 165 °C pendant 18 heures mène à une dégradation des propriétés mécaniques dans la ZATM [Genevois, 2004, Liu et al., 2006] (figure 5.19(b)). Pour les alliages 7XXX, l'effet est mitigé. Mahoney constate qu'un traitement post-soudage à 121 °C pendant un jour améliore la limite d'élasticité du joint soudé au détriment de la ductilité et de la limite à rupture [Mahoney et al., 1998].

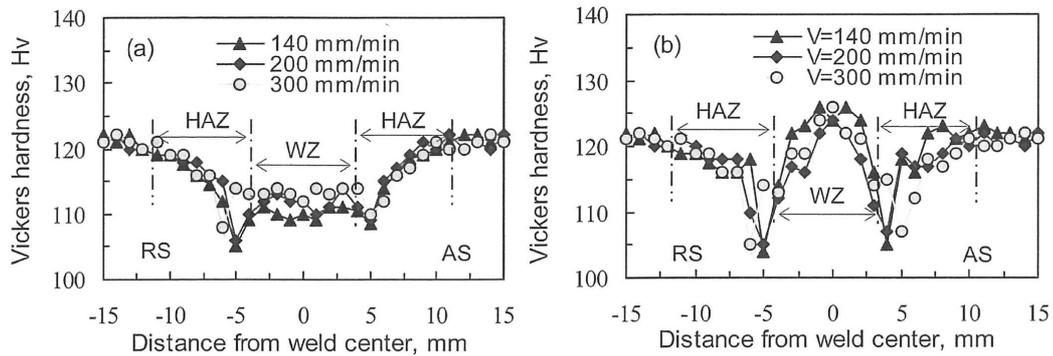
### 5.5.2 Simulation

L'effet d'un traitement post-soudage a été étudié en suivant deux cas : le premier où le traitement post-soudage suit immédiatement le soudage et le second où le traitement post-soudage est appliqué seulement après maturation complète du joint soudé. Dans le cas des alliages 2XXX, le traitement post-soudage généralement appliqué est un traitement de type T6 (soit environ 190 °C pendant 10 h). Dans le cas du AA2024 de DEEPWELD, la tension superficielle n'a pas été calibrée à cette température. Nous avons donc choisi d'appliquer un traitement thermique de force cinétique égale à la température de 200 °C, soit une durée équivalente de 17 h.

Les profils de dureté dans les deux cas de soudage ont été tracés sur la figure 5.20. Les propriétés mécaniques dans la ZATM ont été dégradées dans le cas où le traitement post-soudage suivait immédiatement le soudage alors que c'est l'inverse pour l'autre cas. Pour comprendre la forte diminution de la dureté pour la ligne d'écoulement à -5 mm du centre de la soudure, l'évolution de la précipitation le long de cette ligne est



(a)



(b)

FIG. 5.19: Effet de traitements thermiques post-soudage sur les profils de dureté : (a) pour un alliage 6XXX à l'état sur-revenu [Sato et Kokawa, 2001] (SHT : solution heat treated et aging : traitement thermique à 175 °C pendant 12 heures) et (b) pour un alliage 2XXX à l'état sur-revenu [Liu et al., 2006] (profils de dureté avant le traitement post-soudage, 165 °C pendant 18 heures, sur la figure de gauche et après celui-ci sur celle de droite).

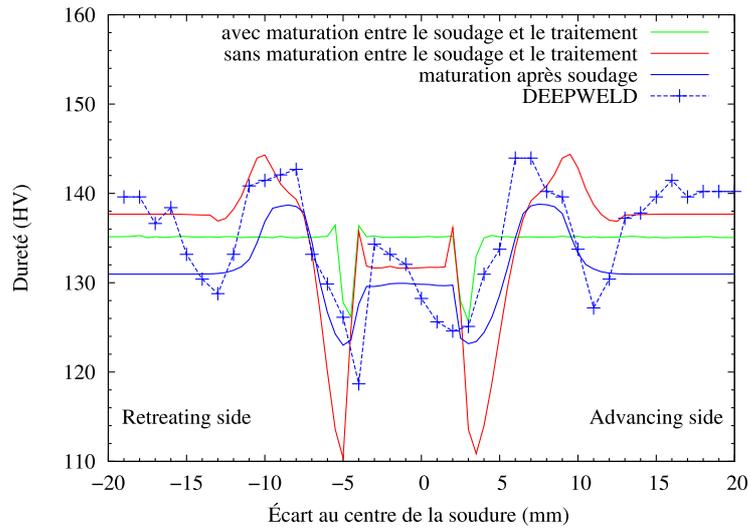


FIG. 5.20: Profil de dureté à 2 mm d'épaisseur en fonction du traitement thermique post-soudage appliqué.

étudiée.

L'évolution de la demi-épaisseur moyenne des précipités est tracée sur la figure 5.21. Que ce soit dans le cas avec maturation ou sans maturation, le rayon moyen diminue dans les dix premières minutes. Ensuite dans les trois premières heures qui suivent, le système est dans un régime de croissance, c'est-à-dire que le rayon moyen augmente sans que le rayon critique n'évolue sensiblement. Ensuite, le système entre dans un régime de coalescence : le rayon moyen évolue peu et c'est le rayon critique qui augmente pour atteindre une valeur proche du rayon moyen. Ce qui distingue finalement les deux cas est l'ampleur de la diminution du rayon dans les dix premières minutes pour une même demi-épaisseur moyenne initiale.

La diminution du rayon moyen dans les dix premières minutes a pour origine une nucléation abondante de nouveaux précipités. Cette germination est plus abondante dans le cas où le système a mûri complètement car la sursaturation est plus forte (figure 5.22). Cette plus forte sursaturation provient de la dissolution des précipités dans les premiers instants du calcul, ce qui se traduit par une diminution brutale de la fraction volumique au début du traitement post soudage.

En mettant les co-clusters à l'équilibre lors de la maturation, la concentration en soluté diminue de  $1097 \text{ mol/m}^3$  à  $66 \text{ mol/m}^3$ . Sous l'effet de cette faible concentration et de l'augmentation brutale de la température, les petits précipités qui étaient stables à température ambiante deviennent instables à haute température et se dissolvent donc.

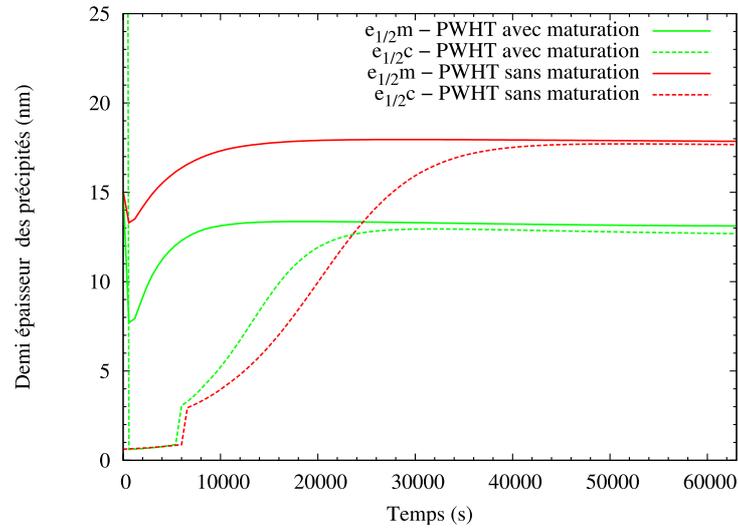


FIG. 5.21: Évolutions simulées de la demi-épaisseur moyenne (trait plein) et de la demi-épaisseur critique (traits pointillés) des précipités S en fonction du traitement post-soudage : en rouge il a directement suivi le soudage et en vert une maturation a précédé ce traitement. Ces évolutions ont été tracées pour la ligne d'écoulement à  $-5$  mm du centre de la soudure.

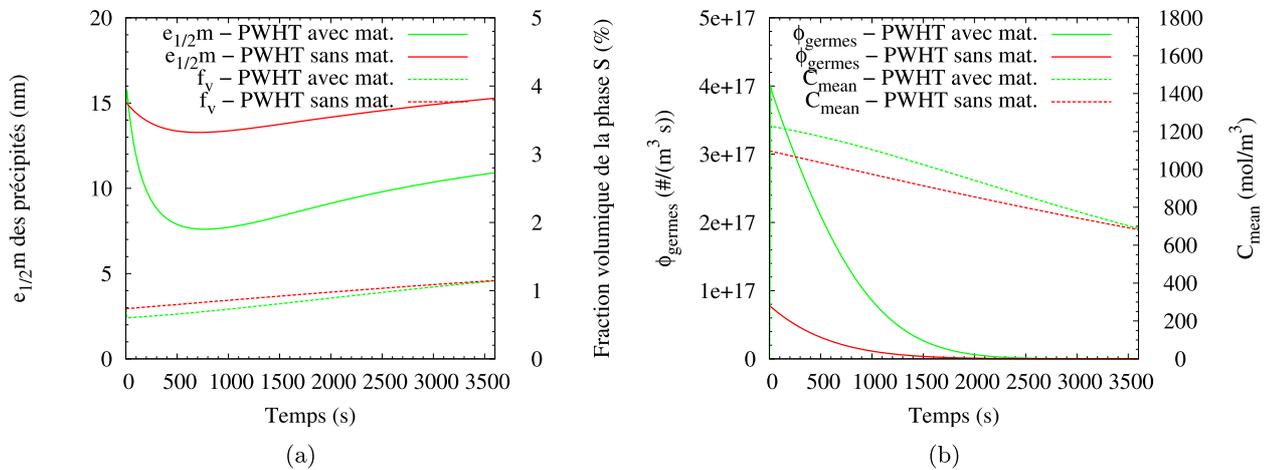


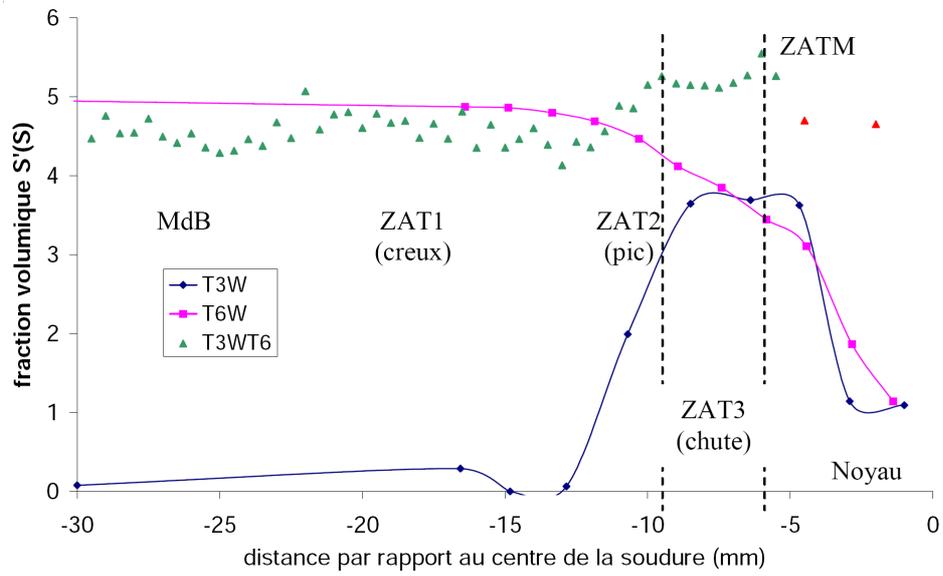
FIG. 5.22: Évolutions simulées (a) de la demi-épaisseur moyenne  $e_{1/2m}$ , de la fraction volumique  $f_v$ , (b) du flux de germination  $\phi_{germes}$  et de la concentration en cuivre  $C_{mean}$  lors des différents traitements post-soudage pour la ligne d'écoulement à  $-5$  mm du centre de la soudure. Dans les légendes, maturation est abrégé en mat. .

Alors que dans le cas sans maturation, la concentration élevée en soluté dans la matrice permet aux petits précipités de rester stable malgré l'augmentation de leur concentration interfaciale. Ce phénomène de réversion de la phase S aboutit à un affinement de la microstructure, et donc à l'augmentation de la dureté dans la ZATM.

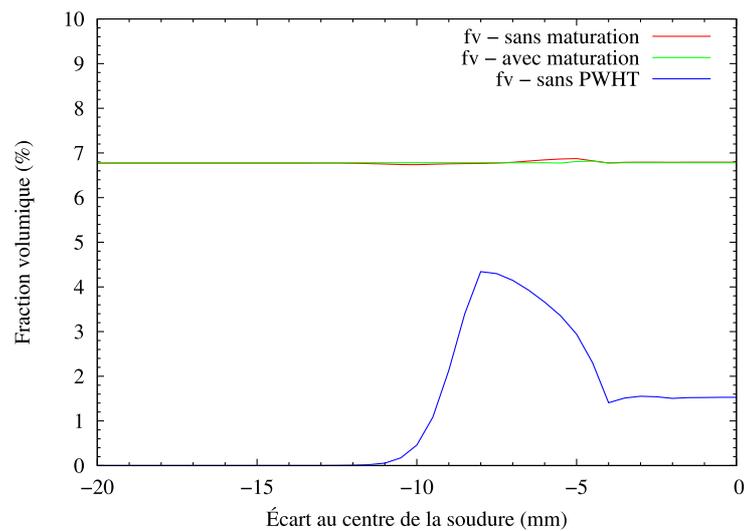
### 5.5.3 Confrontation avec l'expérience

C. Genevois [Genevois, 2004] a mesuré la fraction volumique de la phase S en travers d'un joint soudé 2024T3 ayant ensuite mûri pendant plus d'un an et subi ensuite un traitement thermique de type T6 (190 °C pendant 10 h) (figure 5.23(a)). La fraction volumique de la phase S, bien que légèrement plus grande dans la ZATM, peut être considérée comme constante. L'uniformité de la fraction volumique est due au traitement de type T6 qui permet d'atteindre le régime de coalescence, régime relativement proche de l'équilibre. Ce résultat est bien retrouvé lors de la simulation pour nos deux cas de soudage (figure 5.23(b)).

Elle a aussi mesuré le profil de dureté (figure 5.24). Au contraire de la simulation, les propriétés mécaniques ne sont pas augmentées dans la ZATM, mais dégradées. Sur la figure 5.25 sont tracées l'évolution expérimentale et simulée du rayon moyen. Dans le cas où le joint a complètement mûri, le grossissement des précipités est modéré alors que dans l'autre cas, le rayon double presque, ce qui correspond mieux au profil réel. La différence entre le profil expérimental et celui simulé avec maturation proviendrait d'une vitesse de dissolution des co-clusters trop forte dans la simulation. Une vitesse de dissolution plus faible impliquerait une sursaturation plus faible au début du calcul, donc une précipitation moins abondante de la phase S. À la fin du traitement post-soudage, le rayon moyen simulé serait plus important dans la ZATM et la dureté ainsi plus faible.



(a)



(b)

FIG. 5.23: (a) Profils de la fraction volumique de la phase S pour différents types de joints dont un qui a été traité thermique après maturation du joint soudé (T3WT6). Pour le cas T3WT6, les triangles en rouge à droite de la figure indiquent que les mesures au lieu d'être faites en SAXS ont été réalisées à l'aide de la DSC [Genevois, 2004]. (b) Profils simulés de la fraction volumique dans les deux cas de traitement post-soudage.

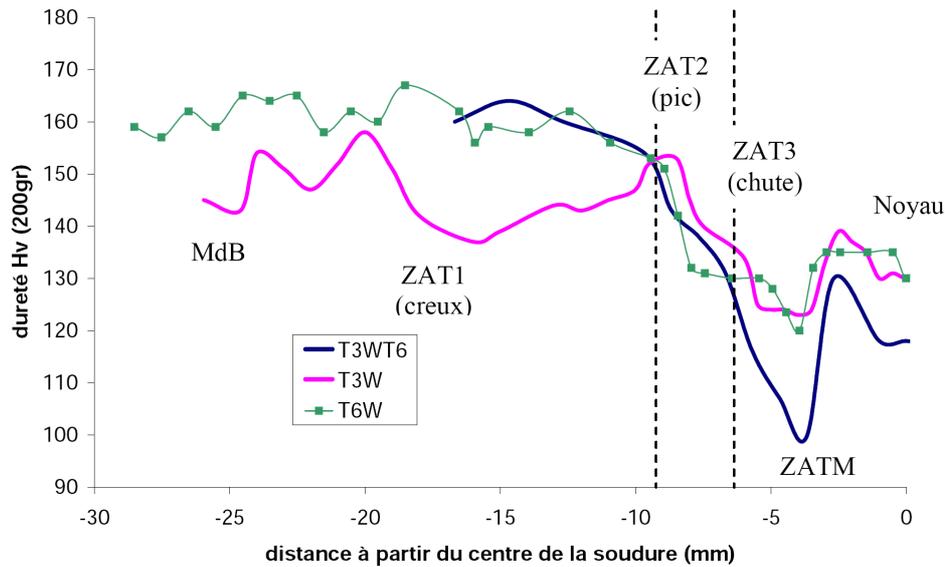
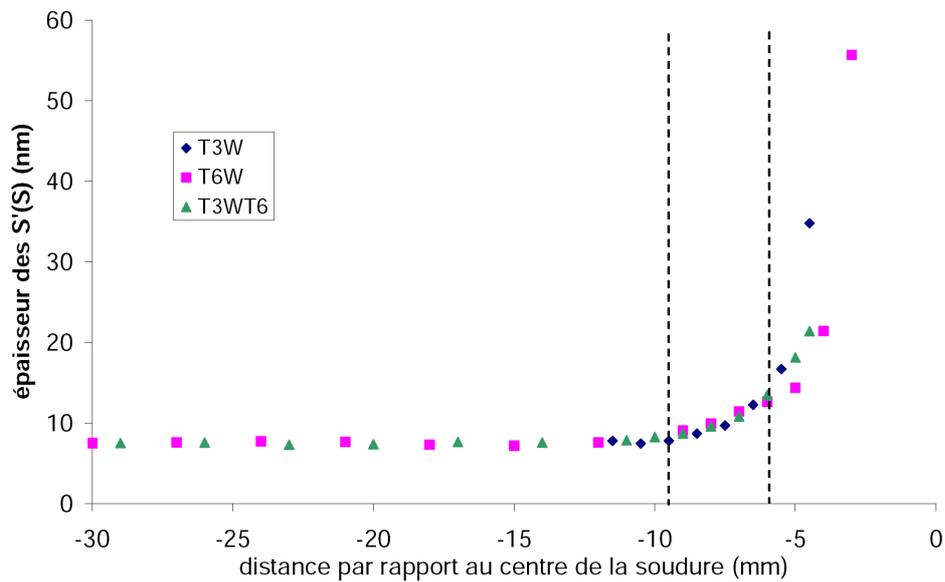


FIG. 5.24: Profils de dureté pour différents types de joints dont un qui a été traité thermiquement après maturation du joint soudé (T3WT6) [Genevois, 2004].

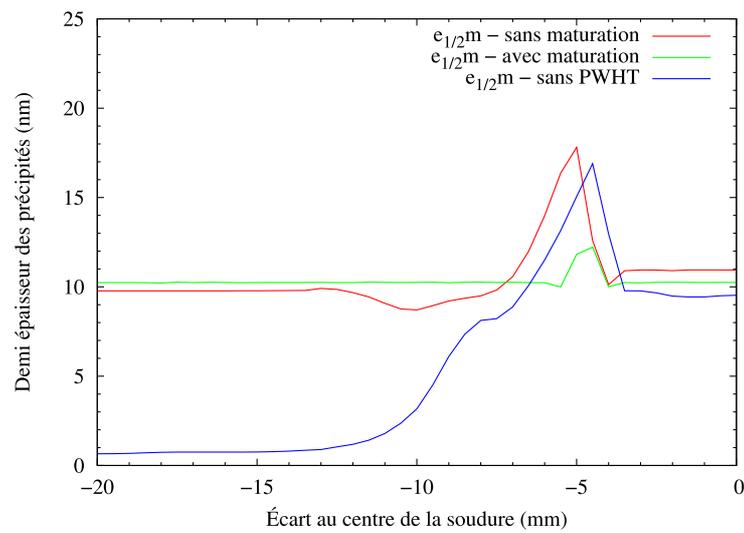
#### 5.5.4 Conclusion

Dans la littérature, l'effet d'un traitement post-soudage est le plus souvent néfaste. L'effet d'un traitement post-soudage a été simulé dans deux cas, l'un où il suit tout de suite le soudage, et l'autre où il est appliqué après maturation complète du système. Dans le premier cas, le traitement post-soudage aurait un effet néfaste alors que dans le second cas, il serait bénéfique. L'augmentation simulée de la dureté est due à un effet de réversion qui affine la microstructure. Cet effet bénéfique n'est pas observé dans la réalité. La divergence entre la simulation et l'expérience proviendrait de la dissolution trop rapide des co-clusters dans la simulation, qui provoquerait une sursaturation trop importante, et une microstructure dont le rayon moyen varie peu qui ne correspond pas à celle observée.

Bien que la simulation fût mise en défaut, elle confirme, comme l'avait remarqué M. Nicolas dans le cas du soudage TIG [Nicolas et Deschamps, 2004], toute l'importance du temps d'attente entre le soudage et le traitement post-soudage, donnée très rarement renseignée dans la bibliographie. Avec l'échec du traitement post-soudage de C. Genevois, il semble que dans le cas du FSW, le traitement post-soudage soit plus problématique et nécessite une investigation plus poussée, comme essayer des températures de recuit plus importantes comme 250 °C, mais pas trop pour éviter une



(a)



(b)

FIG. 5.25: (a) Profils mesurés de l'épaisseur des précipités  $S'(S)$  pour différents types de joints dont un qui a été traité thermiquement après maturation du joint soudé (T3WT6) [Genevois, 2004]. (b) Profils simulés de la demi-épaisseur des précipités dans les deux cas de traitements post-soudage.

recristallisation anormale dans le noyau, dans le but d'augmenter la vitesse de dissolution des co-clusters, et des temps de recuits plus courts pour éviter la coalescence de la microstructure.

## 5.6 Conclusion

L'un des objectifs de la thèse est de prévoir la microstructure d'un joint soudé par FSW. La prévision de celle-ci nécessite de connaître en tous les points du joint soudé le cycle thermique subi. Seulement, dans certaines zones comme le noyau, il est pratiquement impossible de mesurer le cycle thermique ce qui oblige donc au recours à la simulation.

La modélisation thermomécanique du FSW est difficile, car les couplages entre les aspects thermiques, mécaniques, métallurgiques sont forts. Le choix à l'école des mines fut de développer un modèle pouvant fonctionner sur un PC de bureau et retenant le maximum de physique. La simplification du problème tient en la décomposition de l'écoulement de la matière autour du pion en champs de vitesse simples dont les expressions analytiques sont connues. Les cycles de températures prévus par le modèle sont plutôt en bon accord du côté adavancing de la soudure. L'une des faiblesses de ce modèle est la taille limitée de la boîte de la simulation qui ne permet pas de négliger le refroidissement de celle-ci par le reste de la tôle. La prise en compte de ce refroidissement a pour conséquence de refroidir un peu trop vite la matière.

À l'aide de ce modèle thermomécanique et des deux modèles de précipitation (isocinétique et par classes de tailles), il est ainsi possible de prévoir le profil de dureté et l'état de précipitation en travers du joint soudé. Bien que le modèle isocinétique reproduise bien les variations de dureté pendant les recuits isothermes autour des pics de dureté, ce type de modèle est incapable de prédire correctement le profil de dureté d'un joint soudé. Il est donc nécessaire de recourir à un modèle intégré. Le modèle à classes de tailles prévoit des profils de dureté et un état de précipitation raisonnablement en accord avec l'expérience à part quelques divergences dans la ZAT creux, la ZATM et le noyau. La chute de dureté dans la ZAT creux serait due à l'absence de maturation des co-clusters à cause d'une trop grande quantité de lacunes éliminées lors du refroidissement. Comme le modèle ne tient pas compte du nombre de lacunes, il est normal que ce minimum ne soit pas reproduit. Dans la ZATM et le noyau, la taille des précipités a tendance à être sous-estimée. Ceci serait dû à la vitesse de refroidissement trop importante donnée par le modèle thermomécanique qui gèlerait trop rapidement la microstructure. La microstructure simulée est ainsi plus fine et la diminution de la

dureté limitée dans la ZATM.

L'un des intérêts de cette chaîne de simulation est de simuler l'effet d'un traitement post-soudage de type T6. Bien que la comparaison avec l'expérience ne fut pas concluante, ceci a permis de faire ressortir l'importance du temps d'attente entre le soudage et le traitement post-soudage, donnée très peu renseignée dans la bibliographie. La simulation a aussi permis de dégager que l'intérêt d'un traitement post-soudage n'est pas de faciliter la maturation des co-clusters après soudage, mais de déstabiliser la précipitation de la phase S pour l'affiner. Donc au contraire des traitements de type T6 généralement étudié, il serait préférable de choisir des recuits à plus hautes températures et des temps plus courts, après maturation complète du joint soudé, pour en améliorer les caractéristiques mécaniques.



## Conclusion générale

Un des attraits du soudage par friction-malaxage (FSW) est la possibilité de souder des alliages d'aluminium réputés insoudables par les procédés de fusion conventionnels. Il ouvre donc de nouvelles perspectives dans la réalisation de structures aéronautiques en alliages d'aluminium, et a donc suscité l'intérêt de l'industrie aéronautique. Ce procédé relativement récent fait encore l'objet de recherches actives.

Cette étude s'est finalement attachée à la simulation de la précipitation lors du soudage d'un 2024-T3 par FSW à l'aide de deux modèles de précipitation : l'un à base d'équivalence temps-température, et l'autre par le calcul de l'évolution de la distribution des rayons des précipités. Par ailleurs, un modèle thermomécanique calculant le champ de températures au cours du FSW a été développé au sein du laboratoire. Couplé au modèle de précipitation, il rend possible le calcul du profil de dureté et de la précipitation au travers du joint soudé. Ces résultats ont été comparés à ceux obtenus lors du projet DEEPWELD [Ducoeur et de Meester, 2007c] et par C. Genevois [Genevois, 2004].

Le modèle à base d'équivalence temps-température, classiquement utilisé pour les alliages d'aluminium sur-revenus, a été étendu aux alliages d'aluminium maturés. Bien que les variations de la dureté au cours de recuits isothermes soient bien reproduites autour des pics de dureté, ce type de modèle est incapable de prédire le profil de dureté d'un joint soudé par FSW. Il est donc nécessaire de recourir à des modèles tenant compte de tous les aspects de la précipitation : germination, croissance, coalescence.

L'aménagement effectué par Khan [Khan, 2007] de ce type de modèle à l'alliage AA2024 a été en grande partie repris. À la différence de Khan qui ajoute les co-clusters à la fin du cycle thermique en les mettant à l'équilibre, nous les traitons en même temps que la phase S. Cette gestion simultanée est d'importance, puisque combinée à une analyse rigoureuse du flux de chaleur lors d'un essai de DSC, ceci permet de reproduire fidèlement les diagrammes DSC. L'expérience de DSC, outre son intérêt propre, est un test intéressant pour valider un modèle de précipitation, car il permet de tester la cohérence du modèle entre les aspects thermodynamiques et cinétiques. La décomposition du flux de chaleur lors d'une expérience de DSC en ses différents termes

fait apparaître que le flux a pour principal origine le terme  $\frac{\Delta H}{M} \frac{df_v}{dt}$ . Cependant pour des analyses plus fines, il peut être nécessaire de prendre en compte la variation d'enthalpie de la solution solide.

Le modèle de précipitation à classes de tailles prévoit des profils de dureté proches de ceux mesurés lors du projet DEEPWELD et un état de précipitation dans chaque zone caractéristique du joint soudé en accord avec les observations faites par C. Genevois [Genevois, 2004]. Quelques divergences demeurent au niveau de la ZAT creux, de la ZATM et du noyau. La chute de dureté dans la ZAT creux serait due à l'absence de maturation des co-clusters à cause d'une trop grande quantité de lacunes éliminées lors du refroidissement. Comme le modèle ne tient pas compte du nombre de lacunes, il est normal que ce minimum ne soit pas reproduit. Dans la ZATM et le noyau, la taille des précipités a tendance à être sous-estimée. Ceci serait dû à la vitesse de refroidissement trop importante donnée par le modèle thermo-mécanique qui gèlerait trop rapidement la microstructure. La microstructure simulée est ainsi plus fine et la diminution de la dureté limitée dans la ZATM.

Un avantage de cette chaîne de simulation complète du procédé est de pouvoir prédire la microstructure sous l'effet d'un cycle thermique quelconque, donc en particulier de simuler l'effet d'un traitement post-soudage (PWHT). Bien que la simulation ne prévoit pas un profil de dureté en accord avec l'expérience, elle a permis de changer de point de vue à propos du PWHT. Dans le cas du 2024, il ne faut plus envisager le PWHT comme un traitement accélérant la précipitation des co-clusters mais plutôt comme un traitement ayant pour objectif de déstabiliser la précipitation de la phase S. Ceci met en avant l'importance du temps entre le soudage et le PWHT durant lequel le système retourne à l'équilibre, temps qui n'est généralement pas renseigné dans la bibliographie.

Dans la plupart des modèles à classes de tailles, l'évolution du nombre de lacunes n'est pas pris en compte. Dans les gammes de températures du soudage, ceci n'est guère gênant mais devient critique si l'on désire simuler la cinétique de précipitation des co-clusters à basse température. Ce point-ci pourrait faire l'objet de développements ultérieurs pour obtenir un modèle qui fonctionne aussi bien à chaud qu'à froid.

À partir de paramètres caractéristiques de la distribution des précipités, nous avons seulement calculé la limite d'élasticité pour ensuite confronter les profils de dureté simulés à ceux expérimentaux. Un autre aspect intéressant à développer est la prévision du coefficient d'érouissage en fonction de la microstructure. La connaissance de cette relation permettrait de prévoir la réponse mécanique globale du joint sur une large plage de déformation.

Finalement, l'analyse rigoureuse de l'essai de DSC pourra être utile pour trancher

---

entre différentes hypothèses sur la manière de modéliser la précipitation d'une phase.



# **Annexes**



# A Démonstration du flux de chaleur

## A.1 Méthode approchée

L'idée la plus simple pour calculer le flux de chaleur  $\dot{q}$  [W/g] dans le cas de la précipitation de la phase S est de dire que le flux est égal à l'enthalpie de réaction  $\Delta H$  [J/mol] fois la variation de quantité de précipités apparus :

$$\dot{q} = \frac{\Delta H}{M_P} \times \frac{df_m}{dt} \quad (\text{A.1})$$

avec  $f_m$  la fraction massique de précipités. L'expression de la fraction massique est :

$$f_m = \frac{m_P}{m_{ss} + m_P} \quad (\text{A.2})$$

avec  $m_P$  et  $m_{ss}$  respectivement la masse des précipités et de la solution solide.

Comme les alliages d'aluminium sont des solutions solides diluées, la masse d'aluminium contenue dans la solution solide est environ égale à la masse de celle-ci, et est bien supérieure à la masse totale des précipités. L'expression de la fraction massique devient :

$$\begin{aligned} f^m &\approx \frac{m_P}{m_{Al}} \\ &= \frac{\rho_P}{\rho_{Al}} \frac{V_p}{V_{Al}} \\ &= \frac{\rho_P}{\rho_{Al}} f_v \\ &= \frac{M_P}{V_P^m} \frac{V_{Al}^m}{M_{Al}} f_v \end{aligned}$$

avec :  $\rho_P, \rho_{Al}$  la masse volumique du précipité et de l'aluminium,  
 $V_p, V_{Al}$  le volume occupé par les précipités et par l'aluminium,  
 $V_p^m, V_{Al}^m$  le volume molaire du précipité et de l'aluminium,  
 $M_P, M_{Al}$  la masse molaire du précipité et de l'aluminium.

Dans le cas de l'alliage 2024, le volume atomique moyen dans la phase S est à peu près égal à celui de l'aluminium. Par conséquent, le volume molaire de la phase S est approximativement le quadruple de celui de l'aluminium. Finalement, la relation entre le flux de chaleur et la variation de la fraction volumique de la phase S est :

$$\dot{q} = \frac{\Delta H}{4 M_{Al}} \frac{df_v}{dt} \quad (\text{A.3})$$

## A.2 Méthode rigoureuse

Nous pouvons faire deux objections à l'expression intuitive du flux de chaleur (équation A.3) :

- elle ne tient pas compte de l'énergie d'interface des précipités qui pourrait être un paramètre important puisque la germination est une compétition entre la tension superficielle et l'enthalpie libre volumique ;
- la solution solide a été modélisée par le modèle de la solution régulière, il y a donc des interactions entre les éléments d'alliages et l'aluminium. Par conséquent toute modification de la composition de la solution solide s'accompagne d'un flux de chaleur.

Dans cette annexe, nous nous proposons d'établir une formule plus rigoureuse du flux de chaleur tenant compte des deux effets mentionnés ci-dessus. Le flux de chaleur se déduit de l'enthalpie libre massique  $g^w$  par la formule :

$$\dot{q} = \frac{d}{dt} \left( g^w - T \left. \frac{\partial g^w}{\partial T} \right|_{P, \text{ quantité de matière}} \right) \quad (\text{A.4})$$

qui est obtenue à partir de la définition de l'enthalpie libre  $G = H - T S$ .

L'enthalpie libre  $G_{sys}$  d'un échantillon de 2024 est la somme de l'enthalpie libre de la solution solide et de l'enthalpie libre de chacun des précipités  $G_p$ , soit :

$$G_{sys} = g_{ss}^v \times V_{ss} + \sum_{\text{précipités}} G_p \quad (\text{A.5})$$

avec  $g_{ss}^v$  l'enthalpie libre volumique de la solution solide et  $V_{ss}$  le volume de la solution solide. L'enthalpie libre d'un précipité  $G_p$  ayant un volume  $V_p$  et une surface  $S_p$  peut s'écrire à partir de son enthalpie libre volumique  $g_p^v$  et son énergie d'interface  $\gamma$  comme :

$$G_p = V_p \times g_p^v + S_p \times \gamma \quad (\text{A.6})$$

En prenant l'énergie libre de la solution solide comme référence pour l'énergie libre du précipité, l'équation précédente devient :

$$G_p = V_p \Delta g_p^v + V_p g_{ss}^v + S_p \times \gamma \quad (\text{A.7})$$

En remplaçant A.7 dans A.5 :

$$G_{sys} = g_{ss}^v \underbrace{\left( V_{ss} + \sum_{\text{précipités}} V_p \right)}_{V_{sys}} + \Delta g_p^v \underbrace{\sum_{\text{précipités}} V_p}_{V_{\text{précipités}}} + \gamma \underbrace{\sum_{\text{précipités}} S_p}_{\text{surface totale}} \quad (\text{A.8})$$

En divisant l'équation précédente par le volume total, nous obtenons l'enthalpie libre volumique du système :

$$G_{sys}^v = g_{ss}^v + \Delta g_p^v f_v + \gamma \frac{S}{V_{sys}} \quad (\text{A.9})$$

En utilisant les grandeurs molaires, l'équation A.9 s'écrit :

$$G_{sys}^v = \frac{g_{ss}^m}{V_{ss}^m} + \frac{\Delta g_p^m}{V_p^m} f_v + \gamma \frac{S}{V_{sys}} \quad (\text{A.10})$$

avec  $V_{ss}^m$  le volume molaire de la solution solide et  $V_p^m$  le volume molaire du précipité. L'enthalpie volumique du système  $H^v$  est donc égale à :

$$H_{sys}^v = \frac{h_{ss}^m}{V_{ss}^m} + \frac{\Delta h_p^m}{V_p^m} f_v + \left( \gamma - T \frac{\partial \gamma}{\partial T} \right) \frac{S}{V_{sys}} \quad (\text{A.11})$$

avec  $h_{ss}^m$  l'enthalpie molaire de la solution solide et  $\Delta h_p^m$  l'enthalpie molaire de la réaction.

Le flux de chaleur  $\dot{q}$  s'obtient à partir de l'équation A.11 en la dérivant par rapport au temps et en la divisant par la masse volumique du système, qui est dans notre cas peu éloignée de celle de l'aluminium :

$$\dot{q} = \underbrace{\frac{1}{M_{Al}} \frac{dh_{ss}^m}{dt}}_{\text{terme de solution solide}} + \underbrace{\frac{\Delta h_p^m}{4 M_{Al}} * \frac{df_v}{dt}}_{\text{terme classique}} + \underbrace{\frac{d}{dt} \left( \left( \gamma - T \frac{\partial \gamma}{\partial T} \right) \frac{S}{V_{sys}} \right)}_{\text{terme de surface}} \quad (\text{A.12})$$

Dans l'expression précédente apparaît bien les termes que nous désirions faire apparaître, à savoir l'influence de la solution solide et de l'énergie d'interface.

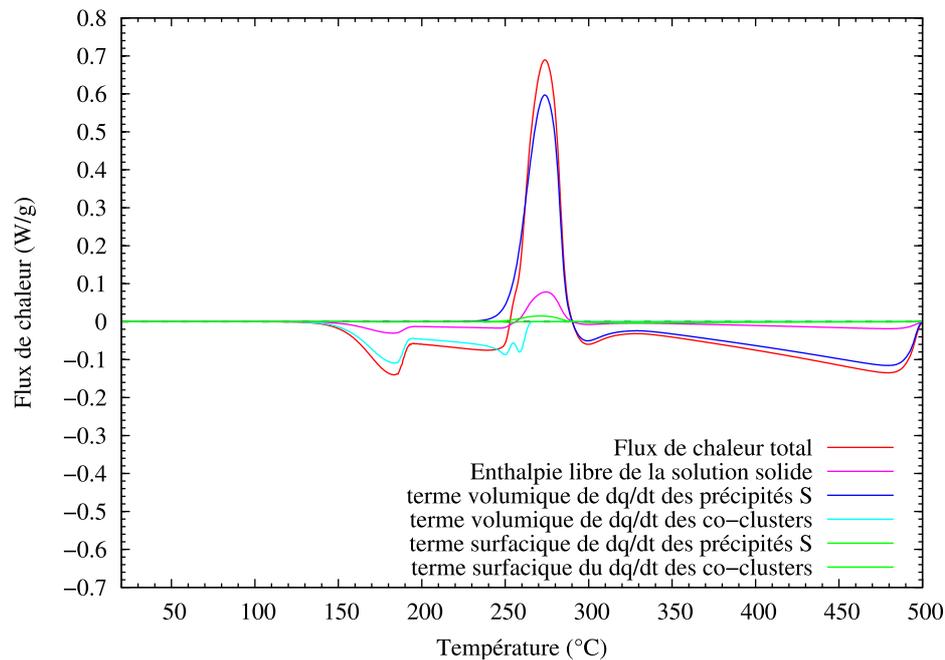


FIG. A.1: Tracé des différents termes composant le flux de chaleur mesuré lors d'un essai de DSC à 20 °C/min.

### A.3 Importance des différents termes

La formule A.12 fait apparaître en plus du terme de volume, un terme de tension superficielle et de solution solide. La question de l'importance de ces deux derniers termes se pose naturellement. Pour un essai de DSC à 20 °C/min, le flux de chaleur a été décomposé en ces différents termes sur la figure A.1. Les termes de volume sont prépondérants devant les deux autres termes, ce qui conforte l'approche simplifiée. Lors du pic exothermique correspondant à la précipitation de la phase S, la composante de solution solide représente environ 10 S% du flux total, ce qui n'est pas forcément négligeable pour faire des analyses quantitatives. Par contre, la composante de tension superficielle est vraiment faible, ce qui n'est pas surprenant a posteriori car la surface des précipités correspond à un nombre d'atomes vraiment inférieure à celui en volume et de solution solide.

## **B Variation des paramètres microstructuraux lors des recuits isothermes**

Sur la figure B.1 sont tracées les variations du rayon moyen, de la fraction volumique et de la densité de précipités durant les recuits isothermes pour notre alliage. Ces données auraient pu servir pour calibrer notre modèle, mais n'ont pas été utilisées par manque de temps.

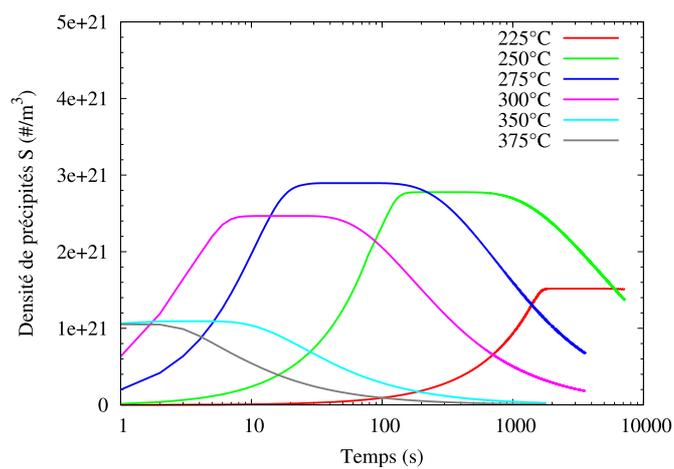
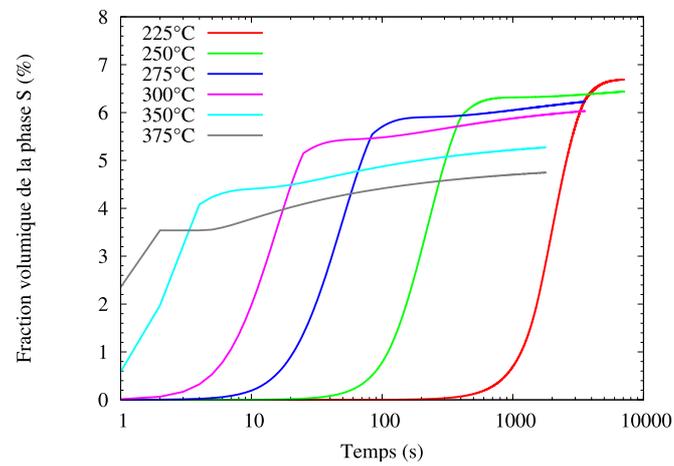
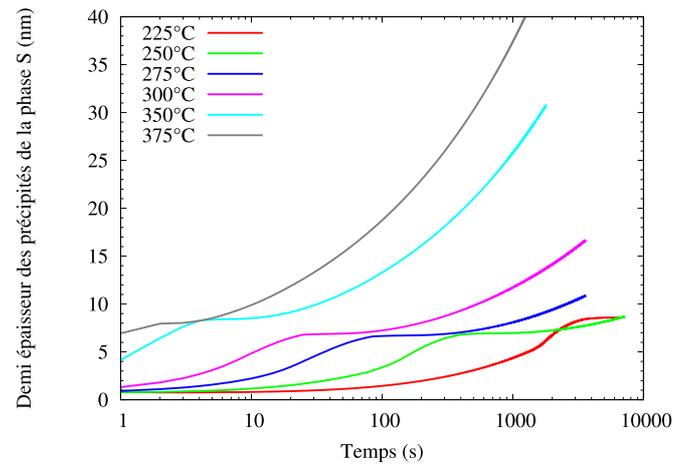


FIG. B.1: Évolution des paramètres microstructuraux pour la phase S lors de recuits isothermes : (a) rayon moyen, (b) fraction volumique et (c) densité de précipités de la phase S.

# Bibliographie

- [Aaron et al., 1970] H. B. Aaron, D. Fainstain, et G. R. Kotler. *J. Appl. Phys.*, 41 :4404.
- [Aaron et al., 1971] H. B. Aaron, G. R. Kotler. Second Phase Dissolution. *Metallurgical Transactions*, 2 :393 – 408.
- [Aaronson, 2000] Hubert I. Aaronson, editor (2000). *Lectures on the Theory of Phase Transformations*. Minerals, Metals, & Materials Society.
- [Allehaux, 2005] Delphine Allehaux (2005). Procédé de soudage par outil de friction. Brevet FR2881067A1. 24 janvier 2005.
- [Andersen et al., 1998] S. J. Andersen, H. W. Zandbergen, J. Jansen, C. Træholt, U. Tundal, et O. Reiso. The crystal structure of the  $\beta''$  phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 46(9) :3283 – 3298.
- [Ardell, 1985] A. Ardell. Precipitation hardening. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 16(12) :2131–2165.
- [Avrami, 1939] Melvin Avrami. Kinetics of phase change. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12) :1103.
- [Bagaryatsky, 1952] Y.A. Bagaryatsky (1952). Mechanism of Artificial Aging of Al-Cu-Mg Alloy. In *Doklady Akad Nauk SSSR*, volume 87, pages 397–400.
- [Becker et Döring, 1935] R. Becker et W. Döring. Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen. *Annalen der Physik*, 416 :719–752.
- [Bjørneklett et al., 1998] B. I. Bjørneklett, Øystein Grong, O. R. Myhr, et A. O. Klucken. Additivity and isokinetic behaviour in relation to particle dissolution. *Acta Materialia*, 46(17) :6257–6266.
- [Bjørneklett et al., 1999] B. I. Bjørneklett, Øystein Grong, O. R. Myhr, et A. O. Klucken. A process model for the heat-affected zone microstructure evolution in Al-Zn-Mg weldments. *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, 30(10) :2667–2677.
- [Buhler et al., 1998] T. Buhler, S. Fries, P. Spencer, et H. Lukas. A thermodynamic assessment of the Al-Cu-Mg ternary system. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 19(4) :317–?

- [Cazes, 2003] Roland Cazes. Soudage par friction-malaxage. *Techniques de l'ingénieur, traité travail des matériaux et assemblage BM7746*.
- [Christian, 1965] J. W. Christian (1965). *The Theory of Phase Transformations in Metals and Alloys*. Pergamon Press, Oxford.
- [de Saracibar et al., 2007] C. Agelet de Saracibar, M. Chiumenti, R. López, et J. Acevedo (2007). Inverse Analysis Methodology for the identification of a Metallurgical Model. Technical Report D2.3.5, DEEPWELD.
- [Deschamps et Bréchet, 1998] A. Deschamps et Y. Bréchet. Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg alloy—II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress. *Acta Materialia*, 47(1) :293–305.
- [Deschamps et al., 2003] A. Deschamps, F. Bley, F. Livet, D. Fabregue, and L. David. In-situ small-angle x-ray scattering study of dynamic precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Philosophical Magazine*, 83(6) :677–692.
- [Dubost et Sainfort, 1991] B. Dubost et P. Sainfort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Techniques de l'ingénieur, Matériaux métalliques* :240.
- [Ducoeur et de Meester, 2007a] B. Ducoeur et B. de Meester (2007a). Energy balance : Interpretation of the results from monitored welding tests using a conventional tool on thin welds. Technical Report D2.2.1, DEEPWELD.
- [Ducoeur et de Meester, 2007b] B. Ducoeur et B. de Meester (2007b). Physical Equations for Microstructural Modelling : Dissolution and Precipitation Phenomena. Technical Report D2.3.3, DEEPWELD.
- [Ducoeur et de Meester, 2007c] B. Ducoeur et B. de Meester (2007c). Welded joints properties for thin alloy welded with conventionnal tools. Technical Report D2.3.1, DEEPWELD.
- [Edwards et al., 1998] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, et M. J. Couper. The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 46(11) :3893 – 3904.
- [Frigaard et al., 2001] Øyvind Frigaard, Øystein Grong, et O. T. Midling. A process model for friction stir welding of age hardening aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, 32(5) :1189–1200.
- [Gale et al., 2004] W. F. Gale, T. C. Totemeier, et Colin James Smithells (2004). *Smithells metals reference book*. Butterworth-Heinemann.
- [Gallais et al., 2008] C. Gallais, A. Denquin, Y. Bréchet, et G. Lapasset. Precipitation microstructures in an AA6056 aluminium alloy after friction stir welding : charac-

- terisation and modelling. *Materials Science and Engineering : A*, 496(1-2) :77 – 89.
- [Gendt, 2001] Dominique Gendt (2001). *Cinétiques de précipitation du carbure de niobium dans la ferrite*. PhD thesis, Université Paris XI Orsay.
- [Genevois, 2004] Cécile Genevois (2004). *Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 & 5000 et comportement mécanique résultant*. PhD thesis, Institut national polytechnique de Grenoble.
- [Gjønnnes et Simensen, 1970] J. Gjønnnes et Chr.J. Simensen. An electron microscope investigation of the microstructure in an aluminium-zinc-magnesium alloy. *Acta Metallurgica*, 18(8) :881 – 890.
- [Hatch, 1984] John E. Hatch (1984). *Aluminium : properties and physical metallurgy*. ASM International. 424 pages.
- [Hersent et al., 2010] E. Hersent, J.H. Driver, D. Piot. Modelling differential scanning calorimetry curves of precipitation in Al–Cu–Mg . *Scripta Materiala*, 62(7) : 455–457.
- [Heurtier, 2004] Philippe Heurtier (2004). *Etude et simulation de soudures obtenues par procédé de friction-malaxage(FSW) sur des alliages d'aluminium de la série 2000*. PhD thesis, Ecole nationale supérieure des mines de Saint Étienne et de l'université Jean Monnet de Saint Étienne.
- [Jacquin, 2008] Dimitri Jacquin (2008). *Modélisation de l'histoire thermomécanique des zones soudées en Friction Stir Welding. Application à la prévision des microstructures*. PhD thesis, École nationale supérieure des mines de Saint Étienne.
- [Jones et al., 2005] M. J. Jones, P. Heurtier, C. Desrayaud, F. Montheillet, D. Allehaux, et J. H. Driver. Correlation between microstructure and microhardness in a friction stir welded 2024 aluminium alloy. *Scripta Materiala*, 52(8) :693–697.
- [Kamp et al., 2007] N. Kamp, A. Sullivan, et J. D. Robson. Modelling of friction stir welding of 7xxx aluminium alloys. *Materials Science and Engineering : A*, 466(1-2) :246–255.
- [Kampmann et Wagner, 1983] R. Kampmann et R. Wagner. Kinetics of Precipitation in Metastable Binary Alloys-Theory and Application to Cu-1.9 at *Decomposition of Alloys : the Early Stages, Sonnenberg, Germany*, page 91.
- [Khan et al., 2008] I.N. Khan, M.J. Starink, et J.L. Yan. A model for precipitation kinetics and strengthening in Al-Cu-Mg alloys. *Materials Science and Engineering : A*, 472(1-2) :66 – 74.

- [Khan, 2007] Imran Nasim Khan (2007). *Modelling of Strengthening in Al-Cu-Mg Alloys during Isothermal and Non-isothermal Treatments*. PhD thesis, University of Southampton.
- [Khan et Starink, 2008] I. N. Khan et M. J. Starink. Microstructure and strength modelling of Al-Cu-Mg alloys during non-isothermal treatments Part 1 - Controlled Heating and cooling. *Materials Science and Technology*, 24(12) :1403.
- [Kolmogorov, 1937] A. N. Kolmogorov. *Izv. Akad. Nauk. USSR-SER. Matemat.*, 1 :355.
- [Lifshitz et Slyozov, 1961] I. M. Lifshitz et V. V. Slyozov. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *J. Phys. Chem. Solids*, 19 :35–50.
- [Liu et al., 2006] H. J. Liu, Y. C. Chen, et J. C. Feng. Effect of heat treatment on tensile properties of friction stir welded joints of 2219-T6 aluminium alloy. *Materials Science and Technology*, 22(2) :237–241.
- [Mahoney et al., 1998] M. W. Mahoney, C. G. Rhodes, J. G. Flintoff, R. A. Spurling, et W. H. Bingel. Properties of Friction-Stir-Welded 7075 T651 Aluminium. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29A :1955–1964.
- [Mishra et Ma, 2005] R. S. Mishra et Z. Y. Ma. Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 50(1-2) :1–78.
- [Myhr et Grong, 1991] O. R. Myhr et Øystein Grong. Process modelling applied to 6082-T6 aluminium weldments—I. Reaction kinetics. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(11) :2693–2702.
- [Myhr et Grong, 2000] O. R. Myhr et Øystein Grong. Modelling of non-isothermal transformations in alloys containing a particle distribution. *Acta Materialia*, 48(7) :1605–1615.
- [Nicolas, 2002] Myriam Nicolas (2002). *Evolution de l'état de précipitation dans un alliage Al-Zn-Mg lors de traitements thermiques anisothermes et dans la zone affectée thermiquement de joints soudés*. PhD thesis, Institut national polytechnique de Grenoble.
- [Nicolas et Deschamps, 2003] Myriam Nicolas et Alexis Deschamps. Characterisation and modelling of precipitate evolution in an Al-Zn-Mg alloy during non-isothermal heat treatments. *Acta Materialia*, 51(20) :6077–6094.
- [Nicolas et Deschamps, 2004] Myriam Nicolas et Alexis Deschamps. Precipitate Microstructures and Resulting Properties of Al-Zn-Mg Metal Inert Gas-Weld Heat-Affected Zones. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(20) :1437–1448.

- [Park et Ardell, 1984] J. Park et A. Ardell. Effect of retrogression and reaging treatments on the microstructure of Al-7075-T651. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 15(8) :1531–1543.
- [Perez, 2005] Michel Perez. Gibbs–Thomson effects in phase transformations. *Scripta Materialia*, 52(8) :709–712.
- [Perez et Deschamps, 2003] Michel Perez et Alexis Deschamps. Microscopic modelling of simultaneous two-phase precipitation : application to carbide precipitation in low-carbon steels. *Materials Science and Engineering A*, 360(1-2) :214–219.
- [Perez et al., 2008] M. Perez, M. Dumont, et D. Acevedo-Reyes. Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Materialia*, 56(9) :2119 – 2132.
- [Reynolds, 2000] A. P. Reynolds. Visualisation of material flow in autogenous friction stir welds. *Science and Technology of Welding & Joining*, 5(2) :120–124.
- [Reynolds, 2007] A. P. T. Reynolds (2007). Understanding Process and Property Relationships in Aluminum Alloy Friction Stir Welds. volume 539-543, pages 207–214. Trans Tech Publications.
- [Robson et Sullivan, 2006] J. D. Robson et A. Sullivan. Process model for strength of age hardenable aluminium alloy welds. *Materials Science and Technology*, 22(2) :146–152.
- [Sato et Kokawa, 2001] Yutaka Sato et Hiroyuki Kokawa. Distribution of tensile property and microstructure in friction stir weld of 6063 aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32(12) :3023–3031.
- [Shercliff et Ashby, 1990] H. R. Shercliff et M. F. Ashby. A process model for age hardening of aluminium alloys—I. The model. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(10) :1789–1802.
- [Shercliff et al., 2005] H. R. Shercliff, M. J. Russell, A. Taylor, et T. L. Dickerson. Microstructural modelling in friction stir welding of 2000 series aluminium alloys. *Mecanique & Industries*, 6(1) :25–35.
- [Sigli, 2006] C. Sigli (2006). Development of a new 7xxx ageing model. In *Materials science forum*, volume 519, pages 321–326. Transtec Publications; 1999.
- [Sigli et al., 1998] C. Sigli, L. Maenner, C. Sztur, et R. Shahani (1998). Phase diagram, solidification and heat treatment of aluminum alloys. In *ICAA-6 : 6 th International Conference on Aluminium Alloys, Toyohashi, Japan, 5-10 Japan 1998*, pages 87–98.

- [Starink et al., 2005] M.J. Starink, N. Gao, L. Davin, J. Yan, et A. Cerezo. Room temperature precipitation in quenched Al–Cu–Mg alloys : a model for the reaction kinetics and yield strength development. *Philosophical Magazine*, 85(13) :1395–1417.
- [Starink et Wang, 2009] M.J. Starink et S.C. Wang. The thermodynamics of and strengthening due to co-clusters : General theory and application to the case of Al-Cu-Mg alloys. *Acta Materialia*, 57(8) :2376 – 2389.
- [Starink, 2004] M. J. Starink. Analysis of aluminium based alloys by calorimetry : quantitative analysis of reactions and reaction kinetics. *International Materials Reviews*, 49 :191.
- [Su et al., 2003] J.-Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra, et M. Mahoney. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-t651 aluminium. *Acta Materialia*, 51 :713–729.
- [Sullivan, 2006] Andrew Sean Martin Sullivan (2006). *Microstructural modelling for friction stir welding of high strength aluminium alloys*. PhD thesis, University of Manchester.
- [Thomas et Nicholas, 1997] W. M. Thomas et E. D. Nicholas. Friction stir welding for the transportation industries. *Materials and Design*, 18(4-6) :269–273.
- [Thomas et al., 1991] W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P. Temple-Smith, et C. J. Dawes (1991). Friction stir butt welding. Brevet GB9125978 · 8. 1991.
- [Threadgill et al., 2009] P.L. Threadgill, A.J. Leonard, H.R. Shercliff, et P.J. Withers. Friction stir welding of aluminium alloys. *International Materials Reviews*, 54(2) :93.
- [Volmer et Weber, 1925] M. Volmer et A. Weber. Nuclei formation in supersaturated states. *Z. Phys. Chem.*, 119 :277–301.
- [Wagner, 1961] C. Wagner. Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen. *Z. Elektrochem*, 65(7/8) :581–591.
- [Wagner et Kampmann, 1991] R. Wagner et R. Kampmann (1991). *Homogeneous second phase precipitation*, volume 5 of *Materials Science and Technology*, vol. 5, chapter 4, pages 213–303. VCH Weinheim, Germany.
- [Wang et Starink, 2004] S. C. Wang et M. J. Starink. The assessment of GPB2/S” structures in Al–Cu–Mg alloys. *Materials Science and Engineering A*, 386(1-2) :156–163.
- [Wang et Starink, 2005] S. C. Wang et M. J. Starink. Precipitates and intermetallic

- phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys. *International Materials Reviews*, 50(23) :193–215.
- [Werenskiold et al., 2000a] J. C. Werenskiold, A. Deschamps, et Y. Bréchet. Characterization and modeling of precipitation kinetics in an Al-Zn-Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*, 293(1-2) :267 – 274.
- [Werenskiold et al., 2000b] J. C. Werenskiold, A. Deschamps, et Y. Bréchet. Characterization and modeling of precipitation kinetics in an Al-Zn-Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*, 293(1-2) :267–274.
- [Whelan, 1969] M. J. Whelan. On The Kinetics Of Precipitate Dissolution. *Metal Sci J*, 3 :95–97.
- [Wolverton, 2001] C. Wolverton. Crystal structure and stability of complex precipitate phases in Al-Cu-Mg-(Si) and Al-Zn-Mg alloys. *Acta Materialia*, 49(16) :3129–3142.
- [Yan, 2006] Jialin Yan (2006). *Strength Modelling of Al-Cu-Mg Type Alloys*. PhD thesis, University of Southampton.
- [Zeldovich, 1943] JB Zeldovich. On the theory of new phase formation : cavitation. *Acta Physicochim. URSS*, 18 :1.
- [Zener, 1949] Clarence Zener. Theory of Growth of Spherical Precipitates from Solid Solution. *Journal of Applied Physics*, 20(10) :950–953.
- [Zhu et Starke JR, 1999] A. W. Zhu et E. A. Starke JR. Strengthening Effect of Unshearable Particles of Finite Size : A Computer Experimental Study. *Acta Metallurgica*, 47(11) :3263–3269.



N° d'ordre : 2010 EMSE 0564

Emmanuel HERSENT

## INTEGRATED PRECIPITATE SIMULATION FOR FRICTION STIR WELDING OF AGE HARDENING ALUMINIUM ALLOYS

Speciality : Materials science

Keywords : precipitation, modelling, aluminium alloys, friction stir welding, FSW, welding, non-isothermal heat treatments, DSC, differential scanning calorimetry

### Abstract :

Friction stir welding (FSW) is a recent welding process invented by The Welding Institute (TWI). It is particularly interesting for the aeronautical sector due to its capacity to weld 2XXX and 7XXX age-hardening aluminium alloys, which were previously considered unweldable. This relatively new process is currently the subject of active research.

This work aims to simulate the hardness profile of an AA2024-T3 friction stir weld. AA2024-T3 is an age hardening aluminium alloy, so it is necessary to predict the effect of temperature on the evolution of precipitation during the process to deduce its yield strength. An estimation of the temperature field during the stationary regime relies on internal work of the SMS centre.

Precipitate evolution during welding is simulated using two models. The first one, based on the isokinetic strength, is an extension to under-aged aluminium alloys of the Myhr & Grong model (1991) established for the overaged aluminium alloy. The second one, based on the Kampmann and Wagner (1983) numerical framework discretizes the distribution of the precipitate radius to deduce its evolution.

Though the first model can predict the hardness evolution during isothermal treatments, the simulated profiles do not match the experimental ones. Only the second one can predict reasonably well the microstructures in agreement with the observations described in the thesis of Genevois (2004) and also with hardness profiles close to the experimental ones.

An analytical expression for the heat flux during a differential scanning calorimetry experiment has been established as a function of microstructural parameters. This gives one the possibility to simulate a DSC experiment and to validate the coherency between thermodynamical and kinetic quantities, as introduced in the second precipitation model.

N° d'ordre : 2010 EMSE 0564

Emmanuel HERSENT

MODÉLISATION INTÉGRÉE DE LA PRÉCIPITATION POUR LE  
SOUDAGE PAR FRICTION MALAXAGE D'ALLIAGES D'ALUMINIUM À  
DURCISSEMENT STRUCTURAL

Spécialité: sciences et génie des matériaux

Mots clefs : précipitation, simulation, alliages d'aluminium, friction stir welding, FSW, traitements anisothermes, soudage, DSC, calorimétrie différentielle

Résumé :

Le friction stir welding (FSW) est un procédé de soudage inventé en 1991 par l'institut de soudure anglais, le TWI. Celui-ci suscite un vif intérêt de la part de l'industrie aéronautique par sa capacité de souder les alliages d'aluminium de la série 2XXX et 7XXX, à durcissement structural, réputés pratiquement insoudables. Ce procédé étant relativement récent, il fait encore sujet de recherches actives.

Ce travail a pour objectif de prévoir le profil de dureté d'un joint soudé par FSW d'un alliage d'aluminium, le 2024 T3. Cet alliage étant à durcissement structural, il est nécessaire de prévoir l'influence de la température sur l'évolution de la précipitation au cours du procédé pour en déduire sa limite d'élasticité. L'estimation du champ de température durant le régime stationnaire du procédé s'appuie sur des travaux internes au centre SMS.

La prévision de la précipitation au cours du soudage est effectuée à l'aide de deux modèles. Le premier modèle, à base d'équivalence temps-températures, est une proposition d'extension aux alliages d'aluminium sous-revenu du modèle de Myhr & Grong (1991) établi dans le cas des alliages d'aluminium sur-revenu. Le deuxième modèle s'appuie sur une discrétisation de la distribution des rayons des précipités, suivant le schéma numérique de Kampmann et Wagner (1983), pour calculer ensuite son évolution.

Bien que le premier modèle permette de prévoir l'évolution de la dureté au cours de recuits isothermes, les profils de dureté simulés ne sont pas en accord avec les profils expérimentaux. Seul le deuxième modèle permet une prévision raisonnable de la microstructure, en accord avec les mesures réalisées dans la thèse de Genevois (2004), et des profils de dureté proches des résultats expérimentaux.

Finalement, une expression analytique en fonction des paramètres microstructuraux du flux de chaleur lors d'un essai de calorimétrie différentielle (DSC) a été établie. Celle-ci donne la possibilité de simuler un essai de DSC, et de vérifier ainsi la cohérence entre les grandeurs thermodynamiques et cinétiques introduites dans le deuxième modèle de précipitation.