



**HAL**  
open science

# Soudage par résistance du gainage combustible ODS d'un réacteur nucléaire de 4ème génération

Fabien Corpace

► **To cite this version:**

Fabien Corpace. Soudage par résistance du gainage combustible ODS d'un réacteur nucléaire de 4ème génération. Matériaux. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2011. Français. NNT : 2011BOR14463 . tel-00786263

**HAL Id: tel-00786263**

**<https://theses.hal.science/tel-00786263>**

Submitted on 8 Feb 2013

**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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0  
International License

# THÈSE



PRÉSENTÉE A

**L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1**

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

Par Fabien CORPACE

POUR OBTENIR LE GRADE DE  
DOCTEUR

SPÉCIALITÉ Physico-chimie de la matière condensée

## **SOUDAGE PAR RESISTANCE DU GAINAGE COMBUSTIBLE ODS D'UN REACTEUR NUCLEAIRE DE 4<sup>EME</sup> GENERATION**

### **Influence des paramètres opératoires sur le soudage et la soudure**

Directeur de thèse : Jean-Pierre MANAUD ; Angéline POULON - QUINTIN

A soutenir le : 15 décembre 2011

Devant la commission d'examen formée de :

M. PEYRE, Patrice	Directeur de recherche CNRS, Arts et métiers ParisTech	Rapporteur
M. BERGHEAU, Jean-Michel	Professeur ENISE	Rapporteur
M. CARRE, Patrick	Professeur, Université de Bretagne Sud	Examinateur
M. DELMAS, Claude	Directeur de recherche CNRS et directeur de l'ICMCB	Président
M. MANAUD, Jean-Pierre	Ingénieur de recherche CNRS (HDR), ICMCB	Examinateur
M. MONNIER, Arnaud	Ingénieur de recherche, CEA (co-encadrant)	Examinateur
Mme POULON-QUINTIN Angéline	Maitre de conférences, IUT Université de Bordeaux 1	Examinatrice



# Remerciements

*Merci à Guillaume De Dinechin (LTA) et Claude Delmas (ICMCB)  
pour m'avoir accueilli dans leur laboratoire respectif*

*Merci aux rapporteurs pour la pertinence de leurs commentaires sur le  
manuscrit et la rapidité de relecture*

*Merci à Jean-Pierre Manaud (ICMCB) pour son rôle de directeur de  
thèse*

*Merci à Angéline Poulon (ICMCB), co-directrice de thèse pour son  
encadrement et son expertise en métallurgie*

*Merci à Arnaud Monnier (LTA) pour avoir mis tant de minutie dans  
l'encadrement de cette thèse*

*Merci à tout le LTA du CEA et notamment Jacques Grall aidé de  
François Castilan pour les 500 macrographies, Olivier Asserin pour  
son expertise en simulation, Christophe Chagnot pour les mesures,  
Danièle Ayrault pour tout, Laurent Forest pour le VTT, Gaetan  
Canneau et Marc Ronfard pour les usinages, et les autres thésards pour  
les bons moments*

*Merci au personnel du CR2 de l'ICMCB et notamment à Rodolphe  
Decourt pour les mesures électriques et thermiques des matériaux,  
Lionel Teule Gay pour le dépôt en couche mince, Sonia Gomez pour la  
microscopie et Cyril Faure pour son aide*

*Merci au personnel du CeCaMA et notamment à Michel Lahaye pour  
les analyses à la microsonde*

*Merci au personnel du CREMEM et notamment à Elisabeth Sellier  
pour les analyses EBSD et MET et Pascale Garreta pour les  
préparations d'échantillons pour l'EBSD*

*Merci au personnel du LIMATB (UBS) et notamment Patrick Carré et  
Jean Costa pour les mesures de RCE et Philippe Rogeon pour ses  
conseils en simulation du soudage par résistance*

*Merci au département MMC de EDF les Rernardières et notamment à  
Frédéric Delabrouille pour la préparation Dual Beam de la lame mince*

*Merci à ma femme pour sa très grande patience et à mes amis pour  
leur soutien*

*Enfin, merci à mes parents pour leur soutien durant ces très longues  
années d'étude qui s'achèvent enfin*

*Et merci à ceux que j'ai oublié*

# Résumé

Les alliages ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont des matériaux candidats pour la réalisation du gainage combustible des réacteurs nucléaires de Génération IV de type RNR-Na. Leurs propriétés mécaniques à haute température sont assurées par une dispersion d'oxydes nanométriques qui peut être modifiée sous l'effet de la température et notamment lors du passage par l'état liquide. Les procédés d'assemblage en phase solide sont donc préconisés. La méthode de soudage étudiée dans cette thèse est le soudage par résistance en bout.

Une double approche simulation numérique-expérimentation a été mise en place pour étudier l'influence des paramètres opératoires sur le soudage et la soudure. L'ensemble des essais (expérimentaux et numériques) est réalisé selon la méthode des plans d'expériences factoriels complets. Un alliage ODS base fer à 20 % de chrome a été utilisé comme alliage d'essai.

L'analyse de l'influence des paramètres opératoires sur le soudage est réalisée dans un premier temps. Les résultats montrent que l'étape de soudage peut se découper en trois phases. Dans une première phase, la température augmente au niveau des interfaces. Dans une seconde phase, le procédé de soudage est gouverné par le changement de section macroscopique lorsque le courant passe du bouchon massif à la gaine plus étroite. La température augmente alors dans la partie de gaine dépassant de l'électrode. Lorsque la température atteint une valeur suffisamment élevée, la partie de gaine dépassant de l'électrode se déforme, entraînant un affaissement général des pièces. C'est la troisième phase de l'étape de soudage. L'influence des paramètres opératoires sur les phénomènes physiques lors de l'opération d'assemblage est évaluée. Il est alors possible d'influer sur les sollicitations thermiques et mécaniques à l'aide des paramètres opératoires.

L'analyse de l'influence des sollicitations thermomécaniques sur la soudure est réalisée dans un second temps. Sur les plages de paramètres opératoires étudiées, les résultats révèlent sur certaines soudures la présence de défauts de compacité ainsi qu'une modification de la microstructure et de la dispersion des oxydes nanométriques. Les défauts de compacité peuvent être liés à des phénomènes thermiques et mécaniques au contact entre pièces. Les modifications de la microstructure sont liées à des phénomènes de recristallisation dynamique ou de fusion locale et donc à des phénomènes thermiques mais aussi mécaniques avec la présence dans ces zones de déformations importantes. Les modifications de la microstructure sont alors reliées à une modification de la dispersion d'oxydes.

A l'aide des paramètres opératoires, il est possible d'influer sur les températures et les déformations afin de limiter les modifications de la structure de l'alliage ODS ainsi que l'apparition de défaut de compacité. A l'aide de l'ensemble de ces résultats, la procédure de soudage est adaptée sur un alliage ODS à 9 % de chrome, nuance envisagée pour la réalisation des futurs gainages combustibles. L'influence des propriétés matériaux sur le soudage et la soudure est alors discutée en comparant les deux nuances ODS de compositions différentes mais aussi en comparant les résultats obtenus sur l'alliage ODS à 20 % de chrome avec un alliage non renforcé de composition similaire.

Mots clés : ODS, Oxide Dispersion Strengthened, Gainage combustible, soudage par résistance, simulation, paramètres opératoires, Microstructure.

# Abstract

ODS steels (Oxide Dispersion Strengthened) are candidate materials for fuel cladding in Sodium Fast Reactors (SFR), one of the studied concepts for the fourth generation of nuclear power plants. These materials possess good mechanical properties at high temperatures due to a dispersion of nanometer-sized oxides into the matrix. Previous studies have shown that melting can induce a decrease in mechanical properties at high temperatures due to modifications of the nanometer-sized oxide dispersion. Therefore the fusion welding techniques are not recommended and the solid state bonding has to be evaluated. This study is focused on resistance upset welding.

Welding experiments and numerical simulations of the process are coupled in this thesis. All laboratory tests (experimental and numerical) are built using the experimental design method to evaluate the effects of the process parameters on the welding and on the weld. A 20Cr ODS steel is used for the experimental protocol.

The first part is dedicated to the study of the influence of the process parameters on the welding process. The numerical simulations show that the welding steps can be divided in three stages. First, the contact temperature between the faying surfaces increases. The process is then driven in the second stage by the pieces geometry and especially the current constriction due to the thinness of the clad compared to the massive plug. Therefore, the heat generation is mainly located in the clad part out of the electrode leading to its collapse which is the third stage of the welding step. The evaluation of the process parameters influence on the physical phenomena (thermal, mechanical ...) occurring during the welding step, allows adjusting them in order to influence thermal and mechanical solicitations undergone by the pieces during the welding process.

The second part consists in studying the influence of physical phenomena on the welds. In the process parameter range, some welds exhibit compactness defects or a modification of its microstructure and a modification of the oxide dispersion. Compactness defects are related to thermal and mechanical phenomena occurring at the contact surfaces between pieces. The modification of the microstructure is related to dynamical recrystallization or to a local fusion. The dynamical recrystallization occurring in the clad due to high deformations and high temperatures is linked to the modification of the oxide dispersion.

Using the effects of the process parameters on the welding process and on the weld, it is possible to adjust the temperature and the deformation to avoid compactness defects and the modification of the oxide dispersion. All these results are then applied to the welding of a 9Cr-ODS steel which is a candidate alloy for the SFR fuel cladding. The effects of material properties on the welding process and the weld are then discussed by comparing the two alloys with different chromium content but also by comparing results on the 20Cr-ODS with a material of similar chemical composition but without the oxide dispersion.

Key words: ODS, Fuel cladding, resistance welding, simulation, process parameters, microstructure.

# Table des matières

<b>Chapitre 1</b>	<b>Etude bibliographique.....</b>	<b>1</b>
1.1.	Les alliages ODS .....	1
1.1.1.	Propriétés générales.....	1
1.1.2.	Historique .....	2
1.1.3.	Méthodes de fabrication.....	3
1.1.4.	Microstructure des alliages ODS.....	4
1.1.4.1.	<i>Structure des renforts.....</i>	<i>4</i>
1.1.4.2.	<i>Mécanismes de renforcement.....</i>	<i>5</i>
1.1.5.	Synthèse.....	6
1.2.	Stabilité des oxydes nanométriques .....	6
1.2.1.	Effet de la température .....	6
1.2.2.	Effet d'une modification de la microstructure .....	7
1.2.2.1.	<i>Recristallisation .....</i>	<i>8</i>
1.2.2.2.	<i>Modifications des renforts liées à une transformation de la microstructure ....</i>	<i>9</i>
1.2.3.	Synthèse.....	9
1.3.	L'assemblage des alliages ODS.....	9
1.3.1.	Procédé de soudage par fusion.....	10
1.3.2.	Procédé de soudage en phase solide .....	11
1.3.2.1.	<i>Soudage par étincelage [4].....</i>	<i>13</i>
1.3.2.2.	<i>Soudage par friction inertielle [58].....</i>	<i>13</i>
1.3.2.3.	<i>Soudage par friction malaxage [63].....</i>	<i>14</i>
1.3.2.4.	<i>Soudage par impulsion magnétique [4].....</i>	<i>14</i>
1.3.2.5.	<i>Soudage par diffusion [60].....</i>	<i>15</i>
1.3.3.	Synthèse.....	15
1.4.	Soudage des gainages combustibles.....	15
1.4.1.	Le contexte du soudage des gainages combustibles en France .....	16
1.4.2.	Le soudage par résistance des gainages combustibles [67] .....	16
1.4.3.	Le soudage des gainages combustibles en alliage ODS .....	17
1.4.4.	Synthèse.....	18
1.5.	Le soudage par résistance .....	19
1.5.1.	Principe [69].....	19
1.5.2.	Le soudage par résistance en bout .....	19
1.5.2.1.	<i>Description du procédé .....</i>	<i>19</i>
1.5.2.2.	<i>Phénomènes physiques au cours du procédé.....</i>	<i>20</i>
1.5.3.	Le soudage par résistance appliqué aux gainages combustibles en alliage ODS	20
1.5.3.1.	<i>CEN/SCK (Belgique) [75, 76].....</i>	<i>21</i>

1.5.3.2.	<i>Centre d'Idaho (USA) [56, 77]</i> .....	24
1.5.3.3.	<i>JNC (Japon) [55, 78]</i> .....	25
1.5.4.	Synthèse .....	26
1.6.	Conclusions.....	26
<b>Chapitre 2</b>	<b>Techniques expérimentales .....</b>	<b>28</b>
2.1.	Matériaux de l'étude .....	28
2.2.	Géométries des pièces à souder .....	29
2.2.1.	Le bouchon.....	29
2.2.2.	La gaine .....	29
2.3.	L'installation expérimentale SOPRANO .....	30
2.3.1.	Tête de soudage et mise en place des pièces .....	30
2.3.1.1.	<i>Tête de soudage</i> .....	30
2.3.1.2.	<i>Protocole de mise en place des pièces</i> .....	31
2.3.1.3.	<i>Géométrie des électrodes</i> .....	32
2.3.2.	Armoire de commande et paramètres opératoires .....	34
2.3.2.1.	<i>Cycle de force</i> .....	34
2.3.2.2.	<i>Cycle de courant</i> .....	34
2.3.2.3.	<i>Synthèse des paramètres opératoires principaux</i> .....	35
2.4.	Technique de caractérisation du soudage.....	35
2.4.1.	Grandeurs mesurées en cours de soudage .....	36
2.4.1.1.	<i>Mesure du courant</i> .....	36
2.4.1.2.	<i>Mesure de la force</i> .....	36
2.4.1.3.	<i>Mesure de déplacement</i> .....	37
2.4.1.4.	<i>Mesure de la différence de potentiel entre les mors</i> .....	38
2.4.1.5.	<i>Mesure de potentiel sur les pièces</i> .....	39
2.4.1.6.	<i>Mesure de températures sur les pièces</i> .....	39
2.4.2.	Grandeurs calculées.....	40
2.4.2.1.	<i>Mesure de la résistance électrique entre les mors</i> .....	40
2.4.2.2.	<i>Mesure de l'énergie électrique dissipée</i> .....	41
2.5.	Techniques de caractérisation des soudures .....	42
2.5.1.	Préparation des échantillons.....	42
2.5.2.	Observations au microscope optique.....	43
2.5.3.	Caractérisations à la microsonde de Castaing .....	43
2.5.4.	Caractérisations par diffraction des électrons rétrodiffusés .....	44
2.5.5.	Microscope électronique à transmission .....	44
2.6.	Les plans d'expériences.....	44
2.7.	Synthèse .....	45



<b>Chapitre 3</b>	<b>Modèle numérique.....</b>	<b>46</b>
3.1.	Etude bibliographique.....	47
3.1.1.	Historique de l'évolution des modèles [83-85] .....	47
3.1.2.	Phénomènes physiques en cours de soudage.....	48
3.1.2.1.	<i>Les phénomènes électriques.....</i>	<i>49</i>
3.1.2.2.	<i>Les phénomènes thermiques.....</i>	<i>50</i>
3.1.2.3.	<i>Les phénomènes mécaniques .....</i>	<i>50</i>
3.1.2.4.	<i>Les phénomènes métallurgiques.....</i>	<i>50</i>
3.1.2.5.	<i>La mécanique des fluides .....</i>	<i>50</i>
3.1.2.6.	<i>Les contacts .....</i>	<i>51</i>
3.1.3.	La simulation du soudage par résistance en bout.....	52
3.1.4.	Conclusions de l'étude bibliographique.....	54
3.2.	Propriétés du modèle numérique.....	54
3.2.1.	Géométrie et maillage .....	54
3.2.2.	Propriétés des matériaux.....	55
3.2.3.	Conditions aux limites et chargements .....	56
3.2.3.1.	<i>Sollicitations électriques.....</i>	<i>57</i>
3.2.3.2.	<i>Sollicitations thermiques.....</i>	<i>57</i>
3.2.3.3.	<i>Sollicitations mécaniques .....</i>	<i>58</i>
3.2.4.	Surfaces de contact.....	58
3.2.4.1.	<i>Contact préexistant entre pièces (surface C) .....</i>	<i>58</i>
3.2.4.2.	<i>Contact préexistant entre pièce et électrode (surface A).....</i>	<i>59</i>
3.2.4.3.	<i>Contact entre pièces formés en cours de soudage (surface D).....</i>	<i>60</i>
3.2.4.4.	<i>Contact entre pièce et électrode formé en cours de soudage (surface B).....</i>	<i>60</i>
3.2.5.	Méthode de calcul - couplage .....	61
3.3.	Mise à l'épreuve de la simulation numérique.....	62
3.3.1.	Comparaison thermique .....	62
3.3.1.1.	<i>Hors configuration de soudage.....</i>	<i>63</i>
3.3.1.2.	<i>Configuration de soudage.....</i>	<i>66</i>
3.3.1.3.	<i>Conclusion de la comparaison thermique.....</i>	<i>69</i>
3.3.2.	Comparaison avec les mesures en cours de soudage .....	69
3.3.2.1.	<i>Comparaison du déplacement .....</i>	<i>69</i>
3.3.2.2.	<i>Comparaison de la résistance entre les mors.....</i>	<i>70</i>
3.3.2.3.	<i>Comparaison de l'énergie électrique dissipée .....</i>	<i>70</i>
3.3.2.4.	<i>Conclusion sur la comparaison avec les mesures .....</i>	<i>70</i>
3.3.3.	Comparaison de la déformée finale.....	70
3.3.4.	Conclusion et discussion de la mise à l'épreuve .....	71
3.3.4.1.	<i>Températures proche de l'électrode .....</i>	<i>72</i>

3.3.4.2.	<i>Comportement lors de l'affaissement et glissement de la gaine</i> .....	72
3.4.	Conclusion .....	74
<b>Chapitre 4</b>	<b>Influence des paramètres opératoires sur le soudage</b> .....	<b>75</b>
4.1.	Identification des phénomènes physiques .....	75
4.1.1.	Chauffage des interfaces .....	76
4.1.2.	Chauffage des volumes .....	77
4.1.3.	Affaissement - Déformation des pièces.....	78
4.1.4.	Conclusion sur les phénomènes physiques.....	79
4.2.	Reproductibilité des mesures.....	79
4.3.	Influence des paramètres opératoires .....	80
4.3.1.	Le chauffage des interfaces .....	81
4.3.1.1.	<i>Identification des mesures</i> .....	81
4.3.1.2.	<i>Influence des paramètres opératoires sur la résistance électrique initiale</i> ....	81
4.3.1.3.	<i>Influence des paramètres opératoires sur les températures au contact p-p</i> ...	82
4.3.2.	Synthèse .....	83
4.3.3.	Le chauffage des volumes .....	83
4.3.3.1.	<i>Identification des mesures</i> .....	83
4.3.3.2.	<i>Influence des paramètres opératoires sur le temps à l'affaissement</i> .....	83
4.3.3.3.	<i>Influence des paramètres opératoires sur la température à <math>t = 5</math> ms</i> .....	84
4.3.3.4.	<i>Influence des paramètres opératoires sur la température à <math>t = t_{aff}</math></i> .....	86
4.3.3.5.	<i>Influence des paramètres opératoires sur l'énergie dissipée à l'affaissement</i> .....	87
4.3.3.6.	<i>Synthèse</i> .....	88
4.3.4.	Affaissement et déformation des pièces .....	88
4.3.4.1.	<i>Identification des mesures</i> .....	88
4.3.4.2.	<i>Influence des paramètres opératoires sur l'affaissement</i> .....	88
4.3.4.3.	<i>Influence des paramètres opératoires sur la déformée des pièces</i> .....	90
4.3.4.4.	<i>Synthèse</i> .....	91
4.3.5.	Différences observées entre PM2000-1 et PM2000-2 .....	92
4.3.6.	Différences observées entre Kanthal APM et PM2000 .....	95
4.3.7.	Synthèse de l'influence des paramètres opératoires.....	96
4.4.	Conclusions.....	100
<b>Chapitre 5</b>	<b>Effet du soudage sur la soudure</b> .....	<b>102</b>
5.1.	Les matériaux de base .....	102
5.1.1.	Alliage 20Cr-non ODS : Kanthal APM.....	102
5.1.2.	Alliage 20Cr-ODS : PM2000.....	103
5.2.	Ejections de matière.....	105
5.2.1.	Ejection de matière au voisinage de l'électrode enserrant le bouchon .....	106

5.2.2.	Ejection de matière au voisinage de l'électrode enserrant la gaine .....	106
5.2.3.	Ejection de matière côté gaine, à l'intérieur du contact .....	108
5.2.4.	Synthèse.....	109
5.3.	Présence d'une zone fondue.....	110
5.3.1.	Modification de la répartition des éléments de renfort.....	111
5.3.2.	Effet des paramètres opératoires .....	112
5.3.2.1.	<i>Synthèse</i> .....	114
5.4.	Compacité de la soudure au niveau de l'interface .....	114
5.4.1.	Homogénéité et reproductibilité .....	116
5.4.2.	Effets des paramètres opératoires.....	116
5.4.2.1.	<i>Synthèse</i> .....	116
5.5.	Microstructure à l'interface.....	117
5.5.1.	Répartition des éléments de renforts .....	118
5.5.2.	Synthèse.....	120
5.6.	Recristallisation dynamique et répartition des éléments .....	121
5.6.1.	Modification de la microstructure .....	121
5.6.2.	Répartition des éléments de renfort.....	123
5.6.3.	Influence des paramètres opératoires.....	125
5.6.3.1.	<i>Homogénéité et reproductibilité</i> .....	126
5.6.3.2.	<i>Corrélation avec l'affaissement</i> .....	126
5.6.4.	Synthèse.....	127
5.7.	Conclusions.....	128
5.7.1.	Comparaison entre Kanthal APM et PM2000-1 : Effet du matériau .....	129
5.7.2.	Comparaison entre PM2000-1 et PM2000-2 : Effet de l'électrode .....	130
<b>Chapitre 6</b>	<b>Discussions et perspectives .....</b>	<b>131</b>
6.1.	Mécanisme de formation de la soudure .....	131
6.2.	Modification de la répartition d'yttrium et méthodes de caractérisation ..	132
6.2.1.	Limites et observables.....	133
6.2.2.	Modification de la dispersion d'yttrium observée par microsonde.....	133
6.2.3.	Caractérisation par EBSD .....	134
6.2.4.	Caractérisation par MET.....	136
6.2.5.	Discussion et perspective autour du mécanisme de modification de la dispersion d'oxydes d'yttrium .....	137
6.3.	Ejections de matière et mécanismes .....	138
6.3.1.	Causes possibles d'une inhomogénéité sur l'électrode .....	138
6.3.2.	Explication des effets des paramètres opératoires.....	138
6.3.3.	Voie d'optimisation .....	139
6.4.	Voie d'optimisation hors des plans d'expériences.....	140

6.4.1.	Optimisation des paramètres opératoires, comparaison à l'existant .....	140
6.4.2.	Optimisation de la géométrie du chanfrein.....	142
6.4.3.	Optimisation du système d'électrode.....	145
6.4.4.	Optimisation du cycle de courant.....	146
6.4.5.	Conclusion .....	148
6.5.	Application à l'alliage 9Cr-ODS.....	148
6.5.1.	Macrographies des soudures .....	149
6.5.2.	Modification de la répartition des renforts.....	150
6.5.3.	Ejection de matière .....	151
6.5.4.	Paramètres opératoires et point préférentiel.....	151
6.5.5.	Discussion autour de l'effet du matériau et de l'effet des renforts .....	153
6.5.5.1.	<i>L'effet des propriétés matériaux.....</i>	<i>153</i>
6.5.5.2.	<i>L'effet de la composition chimique.....</i>	<i>153</i>
6.5.5.3.	<i>Recristallisation, taille de grains et effet des renforts .....</i>	<i>154</i>
6.5.6.	Synthèse sur le soudage de l'alliage 9Cr-ODS .....	154
6.6.	Conclusions.....	155
	<b>Conclusion générale .....</b>	<b>156</b>
	<b>Annexes</b>	<b>159</b>
	<b>Références</b>	<b>183</b>

# Abréviation et nomenclature

Notation	Nom	Unité
<b>Aff.</b>	Affaissement : Déplacement des pièces mesuré à $t = 30$ ms	$\mu\text{m}$
<b><math>C_p</math></b>	Capacité calorifique massique	$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
<b>D</b>	Diamètre extérieur des pièces	mm
<b><math>ddp_{\text{mors}}</math></b>	Différence de potentielle entre les mors	V
<b>e</b>	Epaisseur de la gaine	mm
<b>E</b>	Module de Young	MPa
<b><math>E_{\text{aff}}</math></b>	Energie électrique dissipé entre $t=0$ ms et $t=t_{\text{aff}}$	J
<b><math>E_{\text{fin}}</math></b>	Energie électrique dissipée finale	J
<b><math>F_s</math></b>	Force de soudage (consigne)	N
<b>H</b>	Pente d'écroûissage	MPa
<b><math>I_s</math></b>	Intensité du courant de soudage (consigne)	kA
<b>L</b>	Longueur des pièces	mm
<b><math>L_b</math></b>	Longueur de bouchon dépassant de l'électrode	mm
<b><math>L_c</math></b>	Longueur du chanfrein sur le bouchon	mm
<b><math>L_g</math></b>	Longueur de gaine dépassant de l'électrode	mm
<b><math>m_v</math></b>	Masse volumique	$\text{kg.mm}^{-3}$
<b><math>R_{\text{init}}</math></b>	Résistance électrique entre les mors mesuré à $t = 5$ ms	mOhm
<b><math>R_{\text{mors}}</math></b>	Résistance électrique entre les mors	milliohm
<b><math>t_{\text{aff}}</math></b>	Temps pour lequel un déplacement de -0,02 mm est mesuré	ms
<b><math>T_{\text{ctc}}_{\text{init-max}}</math></b>	Température maximale des nœuds au contact obtenue par simulation numérique à $t = 5$ ms	$^{\circ}\text{C}$
<b><math>T_{\text{ctc}}_{\text{init-min}}</math></b>	Température minimale des nœuds au contact obtenue par simulation numérique à $t = 5$ ms	$^{\circ}\text{C}$
<b><math>T_{\text{ctc}}_{\text{init-moy}}</math></b>	Température moyenne des nœuds au contact obtenue par simulation numérique à $t = 5$ ms	$^{\circ}\text{C}$
<b><math>t_s</math></b>	Durée du passage du courant (consigne)	ms
<b><math>\alpha</math></b>	Angle du chanfrein des pièces	$^{\circ}$
<b><math>\alpha_T</math></b>	Coefficient de dilatation thermique moyen	$\text{K}^{-1}$
<b><math>\Delta T_{\text{ctc}}_{\text{init}}</math></b>	Différence entre $T_{\text{ctc}}_{\text{init-max}}$ et $T_{\text{ctc}}_{\text{init-min}}$	$^{\circ}\text{C}$
<b><math>\lambda</math></b>	Conductivité thermique	$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
<b><math>\sigma_E</math></b>	Limite élastique	MPa
<b><math>\sigma_{\text{élec}}</math></b>	Conductivité électrique	$\text{S.mm}^{-1}$

<b>Abréviation</b>	<b>Nom</b>
<b>9Cr</b>	Famille des alliages ferritique à 9% massique de chrome
<b>14Cr</b>	Famille des alliages ferritique à 14% massique de chrome
<b>20Cr</b>	Famille des alliages ferritique à 20% massique de chrome
<b>dpa</b>	Déplacement par atomes
<b>EBS</b>	Electron Back Scattering Diffraction
<b>EDS</b>	Energy-dispersive X-ray spectroscopy
<b>ET</b>	Electrothermique
<b>FSW</b>	Friction Stir Welding
<b>MEB</b>	Microscop(i)e électronique à balayage
<b>MET</b>	Microscop(i)e électronique en transmission
<b>ODS</b>	Oxide Dispersion Strengthened
<b>p-e</b>	Contact Pièce - Electrode
<b>p-p</b>	Contact Pièce – Pièce
<b>RCE</b>	Résistance de contact électrique
<b>RCT</b>	Résistance de contact thermique
<b>REP</b>	Réacteur à eau pressurisée
<b>RNR-Na</b>	Réacteur à neutrons rapides à caloporteur sodium
<b>STEM</b>	Scanning Transmission Electron Microscopy
<b>TM</b>	Thermomécanique
<b>WDS</b>	Wavelength dispersive X-ray spectroscopy
<b>%m</b>	Pourcentage massique

# Introduction et contexte

En 2002, le Forum international Génération IV a retenu six concepts de réacteur [1]. Une des technologies étudiées en France est la technologie des Réacteurs à Neutrons Rapides avec caloporteur sodium (RNR-Na). Un design de cœur innovant propose de réduire la proportion de caloporteur par rapport au combustible afin d'améliorer la compétitivité et la sûreté de ces réacteurs [2]. De ce fait, la conception du cœur pour ce type de réacteurs limite les déformations admissibles et les aciers de type "austénitique avancé" préalablement utilisés sur ce concept de réacteurs ne répondent plus au cahier des charges du fait de leur structure cubique à faces centrées sensible au gonflement sous irradiation [3].

Les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened) possèdent une bonne tenue au fluage thermique et au fluage sous irradiation et constituent donc une famille de matériaux potentielle pour la réalisation du gainage combustible de ces réacteurs. Leurs bonnes propriétés mécaniques à haute température sont assurées par une dispersion homogène d'oxydes nanométriques au sein du matériau.

Le gainage combustible d'un RNR-Na est composé d'un tube de plusieurs mètres (appelé gaine) dans lequel les pastilles de combustible sont empilées. Afin d'assurer l'étanchéité du gainage, la gaine est scellée à ses deux extrémités par le soudage d'un bouchon. Dans le cas d'un gainage combustible en acier ODS, les procédés de soudage en phase liquide peuvent provoquer une modification de la nanostructure qui engendrerait un point faible au niveau de la soudure. De ce fait, les procédés d'assemblage en phase solide sont préconisés.

Le procédé de soudage par résistance en bout est un procédé d'assemblage en phase solide déjà utilisé dans l'industrie nucléaire et qui a déjà montré sa capacité à réaliser des soudures sur alliages ODS. Cependant, ces soudures ont été principalement caractérisées mécaniquement [4]. Or, la compréhension de leurs caractéristiques mécaniques nécessite une compréhension approfondie des caractéristiques métallurgiques. Une caractéristique fondamentale est la dispersion des renforts qui garantit les propriétés mécaniques de l'assemblage dans la durée à haute température. Ces caractéristiques métallurgiques après soudage sont issues des phénomènes physiques (thermiques, mécaniques, métallurgiques...) intervenant en cours de procédé.

L'objectif de cette thèse est donc l'étude des phénomènes physiques en cours de soudage et leurs corrélations avec les caractéristiques métallurgiques finales des soudures. Une attention particulière est alors mise sur l'influence des paramètres opératoires sur ces phénomènes afin d'influencer les caractéristiques de la soudure.

L'étude porte sur la soudabilité d'acier ferritique ODS par le procédé de soudage par résistance en bout appliqué au gainage combustible. L'étude de l'influence des paramètres opératoires sur le soudage puis sur la soudure est réalisée sur un alliage ODS commercial à 20 % massique en chrome (20Cr-ODS) dénommé PM2000. A fin de comparaison, des soudures sont aussi réalisées sur un alliage de composition chimique proche mais non renforcé par dispersion d'oxydes appelé Kanthal APM.

Cependant, les alliages à 20Cr-ODS ne font pas partie des candidats potentiels pour la fabrication des gainages combustibles en alliage ODS. Actuellement deux familles sont candidates : la famille des alliages 14Cr et la famille des alliages 9Cr mais ces deux matériaux sont disponibles en très faible quantité. L'étude de l'optimisation des paramètres opératoires sur le soudage et la soudure de l'alliage 20Cr-ODS sera alors transposée au cas du soudage d'un alliage 9Cr-ODS.

Le premier chapitre de ce manuscrit permet d'évoquer les connaissances de base concernant les alliages ODS. Il s'intéresse dans un premier temps à leurs structures et notamment aux études concernant la stabilité de la dispersion des renforts suite à des sollicitations thermiques ou mécaniques. Les connaissances actuelles concernant le soudage des alliages ODS et des gainages combustibles sont ensuite étudiées. Enfin, les études existantes concernant le soudage par résistance des gainages combustible en alliages ODS, cœur de ce manuscrit, sont détaillées.

Le second chapitre décrit les techniques expérimentales qui vont permettre de caractériser le soudage et la soudure. Le soudage est caractérisé à l'aide d'une installation de soudage expérimentale instrumentée. Les soudures réalisées avec cette installation sont caractérisées par microscopie (optique et électronique) à différentes échelles ainsi que par diffraction des électrons rétrodiffusés et par microsonde de Castaing. La méthode des plans d'expériences, méthode utilisée dans l'étude d'influence des paramètres opératoires sur le soudage et la soudure, est enfin brièvement décrite.

Afin de compléter les mesures expérimentales dans la caractérisation du soudage, une simulation numérique par élément fini est développée et décrite dans le chapitre 3. En se basant sur les modèles de soudage par résistance existant, les hypothèses du modèle sont tout d'abord décrites. Dans un second temps, différentes comparaisons à des essais expérimentaux sont réalisés et les hypothèses du modèle sont alors discutées.

L'influence des paramètres opératoires sur le soudage est alors présentée dans le chapitre 4. Dans un premier temps, les phénomènes physiques principaux observés en cours de soudage sont identifiés. Dans un second temps, l'influence des paramètres opératoires sur ces différents phénomènes est établie à l'aide des mesures en cours de soudage et de la simulation numérique.

Dans le chapitre 5, l'effet des paramètres opératoires sur la soudure est étudié. Les caractéristiques typiques d'une soudure sont établies puis l'influence des paramètres opératoires sur ces caractéristiques est étudiée.

Enfin, le chapitre 6 est consacré à la discussion et aux perspectives. Le mécanisme de formation de la soudure est alors évoqué ainsi que le mécanisme de modification de la structure des renforts. Des voies d'optimisation sont alors proposées. Cette étude est enfin transposée aux alliages 9Cr-ODS et les différences de comportement entre les différents matériaux sont alors discutées.





# Chapitre 1

## Etude bibliographique

Les alliages ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont des matériaux récents (premiers alliages ODS en 1946). Les études sur ces matériaux sont donc peu nombreuses et encore plus restreintes en ce qui concerne les conséquences métallurgiques de l'étape d'assemblage. Les progrès dans les techniques d'observation de ces dernières décennies ont permis d'investiguer ces matériaux à différentes échelles et ont aidé à une meilleure compréhension des mécanismes de renforcement ainsi que leur optimisation.

Dans ce chapitre, nous nous intéresserons dans un premier temps aux connaissances actuelles sur ces alliages en focalisant sur leurs structures métallurgiques et les modifications possibles de celles-ci lors de l'étape d'assemblage. Nous nous focaliserons ensuite sur le procédé de soudage par résistance, procédé en phase solide appliqué dans le cas de l'assemblage des gaines combustibles. Enfin nous feront une évaluation des études déjà réalisées concernant le soudage par résistance de gainages combustibles en alliage ODS afin d'identifier les problématiques actuelles.

### 1.1. Les alliages ODS

#### 1.1.1. Propriétés générales

Les alliages ODS désignent la famille des matériaux possédant des particules d'oxydes nanométriques uniformément réparties dans leur matrice métallique. Ces nano-particules confèrent à ces alliages des propriétés thermomécaniques et métallurgiques spécifiques.

Les alliages ODS sont des matériaux utilisés dans des applications mettant en jeu des expositions prolongées dans des environnements à haute température. On trouve principalement ces matériaux dans le secteur aéronautique [5] et dans le secteur de l'énergie nucléaire civile [6].

La comparaison des propriétés de fluage d'un alliage ODS (ODS-EUROFER) avec un alliage de matrice identique mais non renforcé par dispersion d'oxydes (EUROFER) est présentée sur la Figure 1.1.

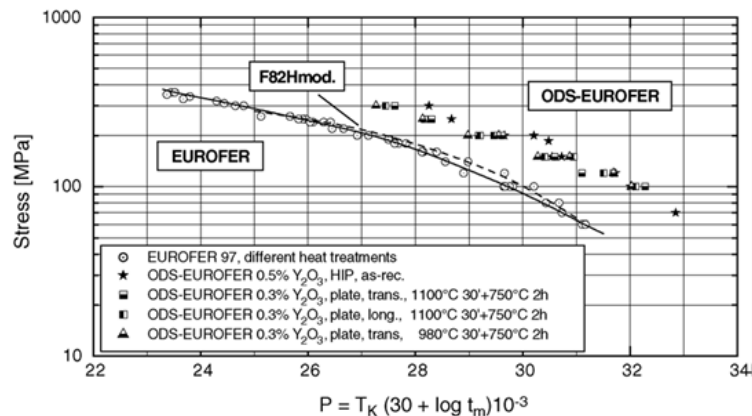


Figure 1.1 : Comparaison des propriétés de fluage pour un alliage ODS (ODS-EUROFER) et non ODS (EUROFER) [7]

On observe que l'alliage ODS présente un temps à la rupture plus long que le matériau analogue non renforcé pour un même niveau de contrainte.

De manière générale, on constate qu'un alliage ODS, comparé à un alliage analogue non renforcé, possède une limite élastique plus élevée et est moins ductile [8]. Il présente une vitesse de fluage thermique plus faible et un temps à la rupture plus long [9].

### 1.1.2. Historique

Le développement des alliages ODS découle des études réalisées sur le tungstène ductile par Fink et Coolidge de General Electric Laboratories en 1910 pour une application sur les filaments d'ampoules [10]. Jeffries explique en 1918 les propriétés de ce matériau par un phénomène influençant la croissance des grains [11]. En 1930, Smith propose une méthode d'élaboration de ces matériaux par oxydation interne [12]. En 1946, les premiers alliages d'aluminium ODS sont fabriqués par SAP (Sintered Aluminium Product), nom commercial déposé par Aluminum Industrie AG [13]. En 1966, la technique de mécanosynthèse (Mechanical Alloying) est développée par Benjamin et ses associés du centre de recherche Inco Paul Dyer Merica [14]. Cette technique est dans un premier temps utilisée pour fabriquer des alliages ODS base nickel puis étendue à des alliages ODS base fer.

Depuis, la mécanosynthèse, qui consiste au co-broyage de poudres pré-alliées et d'oxydes, est la méthode de référence pour l'obtention des poudres qui sont ensuite consolidées et mises en forme par différentes méthodes (extrusion à chaud, compression isostatique à chaud, ...) afin d'obtenir l'alliage ODS. Cependant, dans le cadre d'études spécifiques, des matériaux modèles peuvent être réalisés par d'autres méthodes comme l'oxydation interne ou la PVD (Physical Vapor Deposition) [15, 16].

Un grand nombre d'alliages peuvent être renforcés par dispersion d'oxydes. Les renforts les plus couramment utilisés sont l'oxyde d'yttrium et l'oxyde de titane. Le Tableau 1.1 présente les compositions chimiques d'alliages ODS commercialisés.

Matériau	Base	Cr	Al	Ti	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Autre	Fabricant
MA 956	Fe	20	4.5	0.5	0.5			INCO
MA 957	Fe	14		1	0.25		0.3Mo	INCO
ODS Eurofer 97	Fe	9			0.25			FZK/Plansee
PM 2000	Fe	20	5.5	0.5	0.5			Plansee
DT	Fe	13		2.9		1.8	1.5Mo	Dour Metal
DY	Fe	13		2.2	0.5	0.9	1.5Mo	Dour Metal
MA 754	Ni	20	0.3	0.5	0.6			INCO
MA 6000	Ni	15	4.5	2.5	1.1		Mo/W//Zr/Ta	INCO

Tableau 1.1 : Exemples de composition d'alliages ODS [17-19] commercialisés

### 1.1.3. Méthodes de fabrication

On s'intéresse ici à la méthode de fabrication de référence. Elle se déroule en deux étapes principales : obtention d'une poudre de l'alliage puis consolidation. Ces étapes sont schématisées sur la Figure 1.2 dans le cas d'une étape de mécanosynthèse à l'aide d'un broyeur planétaire suivie d'une étape de filage à chaud.

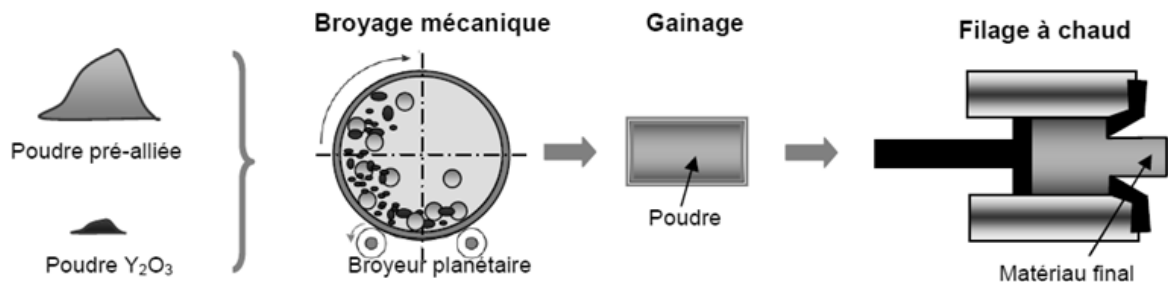


Figure 1.2 : Etapes d'élaboration d'un alliage ODS par mécanosynthèse suivi d'un filage à chaud [20]

Lors de l'étape de mécanosynthèse, les poudres constituant la matrice métallique et les poudres d'oxydes sont introduites dans un attriteur (ou broyeur). Cette étape est aussi appelée l'étape de co-broyage. Durant cette étape, les grains de poudres subissent des collisions. Une compétition entre soudage à froid et concassage permet une incorporation de l'oxyde dans les grains de poudres pré-alliée tout en diminuant la taille des oxydes et des poudres [18]. La taille des poudres après broyage varie de la dizaine à la centaine de micromètres [21, 22]. Une image des poudres montrant leur taille et leur morphologie est présentée sur la Figure 1.3.



Figure 1.3 : Image de poudre broyée (composition : Fe 18Cr-1W-0.3Ti-0.3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%m)) [23]

Après le co-broyage, les grains de poudre sont constitués de la matrice cristallisée et d'amas d'oxydes amorphes. Ces poudres sont fortement écrouies et possèdent une densité de dislocation élevée [24]. La recristallisation des oxydes a lieu lors de l'étape de chauffage de la poudre avant mise en forme [20].

La poudre est enfin consolidée afin d'obtenir une préforme du matériau densifié. Deux techniques sont principalement utilisées : le filage à chaud et la compression isostatique à chaud [25].

Dans des conditions d'élaboration adaptées, le matériau final obtenu possède une compacité supérieure à 99 % [8, 26]. L'objectif de cette méthode d'élaboration est l'obtention d'une dispersion homogène d'oxydes de taille nanométrique dans la matrice.

#### 1.1.4. Microstructure des alliages ODS

Du fait du procédé d'élaboration, les alliages ODS présentent, après consolidation, une taille de grains très fine allant d'une taille submicronique à une taille de l'ordre de quelques micromètres. Cependant, après un traitement thermique de recristallisation, il peut apparaître une structure à grains grossiers allant de l'ordre de plusieurs centaines de millimètres jusqu'au centimètre [18]. La Figure 1.4 présente la microstructure, avant et après recristallisation, d'un barreau de PM2000 compacté par extrusion à chaud.

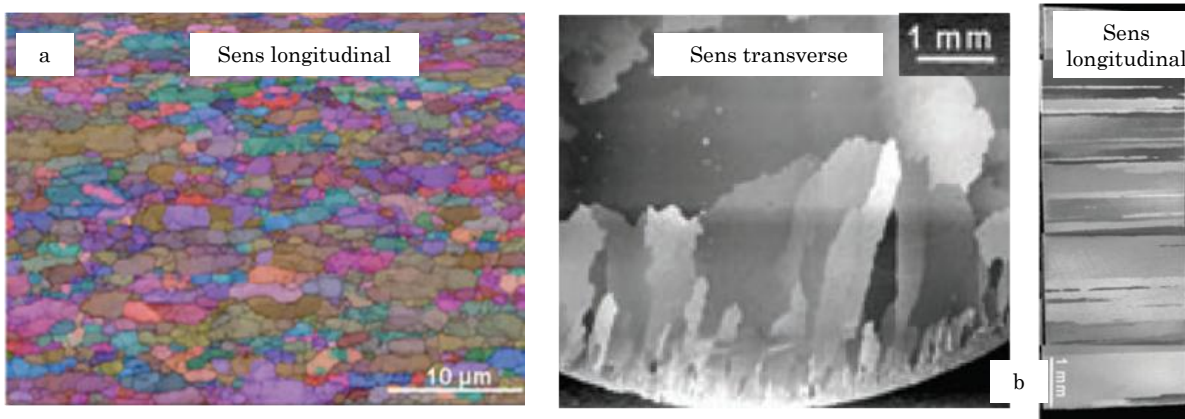


Figure 1.4 : Barreau extrudé de l'alliage ODS PM2000 avant (a) et après (b) recristallisation à 1250 °C pendant 1 h [27]

On observe sur le bord du barreau recristallisé une taille de grains plus faible du fait d'une densité de dislocation plus importante introduite lors de l'extrusion. En fonction de l'application souhaitée, la structure en grains grossiers peut être recherchée pour sa tenue accrue en fluage thermique à haute température comme dans le cas d'échangeurs de vapeur de centrale thermique [28].

##### 1.1.4.1. Structure des renforts

Dans les alliages ODS, la répartition des oxydes est souhaitée homogène. Cependant, des variations de densité et de taille des précipités sont présentes au sein du matériau et peuvent atteindre un facteur 3 d'un grain à un autre [29].

La répartition en taille des oxydes varie en moyenne et en dispersion selon les alliages. Le Tableau 1.2 référence la taille moyenne des oxydes et leur densité en nombre (nombre de particules dans un volume donné) pour différents alliages ODS base fer.

Matériau (composition)	%massique d'oxyde	Taille moyenne	Densité en nombre	Référence
12Y1 (Fe-12Cr-0,25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,25 %	10-40 nm	10 <sup>20</sup> -10 <sup>21</sup> m <sup>-3</sup>	[9]
12YWT (Fe-12Cr-2,5W-0,4Ti-0,25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,25 %	3-5 nm	1,5.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	[9]
MA957 (Fe-14Cr-1Ti-0,3Mo-0,25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,25 %	11,7 nm	8.10 <sup>20</sup> m <sup>-3</sup>	[18]
MA956 (Fe-20Cr-4,5Al-0,5Ti-0,5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,5 %	11,4 nm	1.10 <sup>22</sup> m <sup>-3</sup>	[18]
PM2000 KKL6 (Fe-20Cr-5,5Al-0,5Ti-0,5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,5 %	28 nm	5.10 <sup>20</sup> .m <sup>-3</sup>	[30]

Tableau 1.2 : Taille et densité en nombre des renforts dans des alliages ODS de différentes compositions

La taille moyenne des oxydes varie donc fortement d'un alliage à un autre. Leur cohérence avec la matrice dépend de la taille et de la nature des oxydes [29, 31].

La Figure 1.5 présente la structure de l'alliage MA956 observée par Microscopie Electronique à Transmission (MET) après répliques extractives.

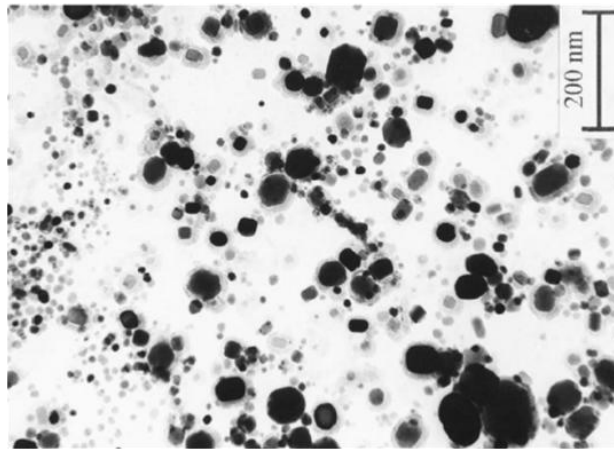


Figure 1.5 : Observation des renforts au MET sur MA956 [32]

La Figure 1.5 fait apparaître des renforts de tailles différentes au sein d'un même matériau. Les différences de tailles des oxydes peuvent témoigner d'une différence de composition chimique [33]. Au cours de l'élaboration, la composition des oxydes peut se modifier, notamment pour les oxydes d'yttrium, en s'alliant avec le titane ou l'aluminium présent dans la poudre pré-alliée [34].

#### 1.1.4.2. Mécanismes de renforcement

Les mécanismes de renforcement dus à l'addition des oxydes nanométriques ont fait l'objet de plusieurs études [16, 17, 35-37]. Le mécanisme de renforcement dépend de la température. Son identification est complexe du fait que ces alliages présentent aussi des mécanismes de durcissement par réduction de la taille des grains (mécanisme de Hall et Petch) [16] ou de nature chimique (transformation de phase, modification de la taille et de la distribution des oxydes...) [36].

A basse température (en dessous de 500 °C [17] à 750 °C [37] selon les matériaux), le renforcement lié à l'addition des particules d'oxydes est principalement expliqué par le mécanisme d'Orowan. Ce renforcement est alors inversement proportionnel à la distance moyenne entre obstacles (particules d'oxydes).

A plus haute température, le modèle d'Orowan tend à surestimer la limite élastique. Un exemple de comparaison entre le calcul de la limite élastique en prenant en compte un mécanisme d'Orowan et des résultats expérimentaux est présenté sur la Figure 1.6.

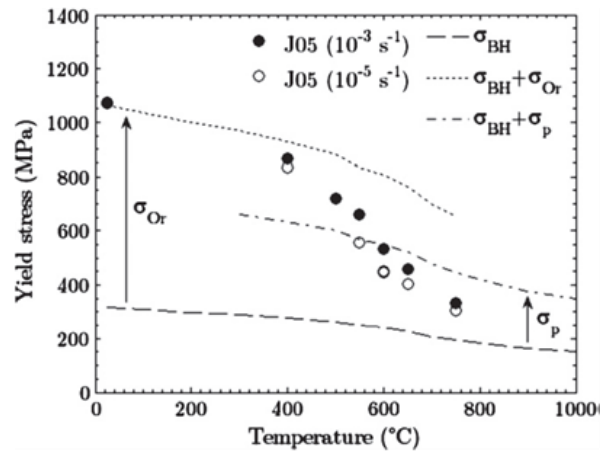


Figure 1.6 : Comparaison de la limite élastique mesurée et calculée en prenant en compte le mécanisme d'Orowan ( $\sigma_{Or}$ ), le durcissement de Bailey–Hirsch ( $\sigma_{BH}$ ) ainsi que le modèle de Arzt–Rösler–Wilkinson ( $\sigma_p$ ) [38]

Le mécanisme d'Orowan n'explique plus correctement le mécanisme de renforcement à haute température. Un mécanisme combiné d'ancrage des dislocations et de franchissement par montée des dislocations, appelé aussi mécanisme de Srolovitz, peut expliquer le renforcement observé sur les alliages ODS à haute température comme proposé dans [37, 39]. La modélisation de ce phénomène est alors réalisée par une loi d'Orowan corrigée par la notion de « contrainte seuil ». Cependant, il est alors nécessaire de prendre en compte le fait que seule une partie des oxydes réalise effectivement cet ancrage. On retrouve alors la dépendance du renforcement avec l'inverse de la distance entre obstacles.

### 1.1.5. Synthèse

Les alliages ODS sont fabriqués par mécanosynthèse afin de réaliser une dispersion homogène d'oxydes nanométriques au sein de la matrice. Cette répartition est garante des propriétés mécaniques du matériau notamment à haute température.

La densité en nombre et la taille des renforts sont des paramètres importants du mécanisme de renforcement par dispersion d'oxydes. Une modification de ces paramètres peut donc engendrer une modification locale des propriétés mécaniques de l'alliage ODS.

## 1.2. Stabilité des oxydes nanométriques

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons uniquement aux alliages ODS à base fer.

### 1.2.1. Effet de la température

Nous nous intéressons ici à la stabilité des oxydes sous l'effet de la température. Les alliages ODS peuvent être soumis à l'effet de la température dès l'étape de consolidation mais aussi après compaction lors de traitements thermiques par exemple.

La Figure 1.7 montre l'effet de la température lors de l'étape de consolidation (par filage à chaud dans cet exemple) d'un alliage ODS sur la taille de grains, la taille des oxydes et leur densité en nombre [23].

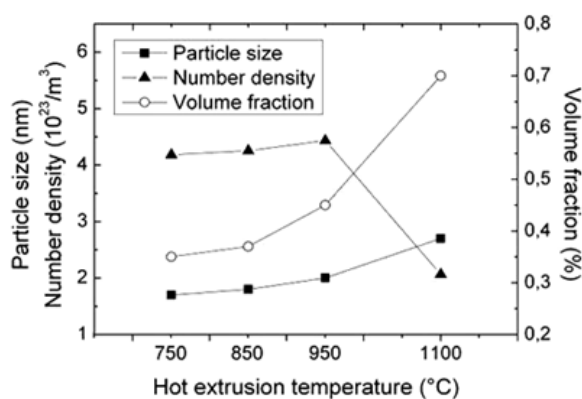


Figure 1.7 : Influence de la température de filage (et de préchauffage) sur la structure d'un alliage ODS (Fe-18Cr-1W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [23]

Après compaction et mise en forme, les traitements thermiques ont aussi une influence sur la structure des renforts. Le Tableau 1.3 montre en exemple des données sur l'évolution de la taille et de la densité en nombre des renforts en fonction de différents traitements thermiques.

Matériau (composition)	Etat initial	Température	Temps	Taille moyenne des précipités	Densité en nombre	Référence
MA957 (Fe-14Cr,0.9Ti, 0.3Mo, 0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Extrudé à 1100°C	0	0	2,1 nm	3,9.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	[40]
		900	3000 h	2,2 nm	5.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	
		950	3000 h	2,6 nm	1,6.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	
		1000	3000 h	3,1 nm	1,4.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	
MA957 (Fe-14Cr-1Ti-0.3Mo-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Extrudé à 1100°C puis laminé a 1100°C	0	0	11,7 nm	8.10 <sup>20</sup> m <sup>-3</sup>	[18]
		1225	1 h	25,6 nm		
		1350	1 h	33,6 nm		
14YWT (Fe-14Cr-3W-0.4Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Extrudé à 850°C	0	0	1 nm	4.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	[41]
		1000	1 h	1 nm	1.10 <sup>23</sup> m <sup>-3</sup>	
MA956 (Fe-20Cr-4.5Al-0.5Ti-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Extrudé à 1100°C puis laminé a 1100°C	0	0	11,4 nm	10.10 <sup>21</sup> m <sup>-3</sup>	[18]
		950	1 h	16,5 nm		
		1470	1 h	34,1 nm		
PM2010 (Fe-20Cr-5.5Al-0.5Ti-1Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Barre recristallisée	0	0	15 nm		[42]
		1200	110 h	19 nm		
		1300	110 h	26 nm		
		1350	110 h	31 nm		
		1350	300 h	45 nm		

Tableau 1.3 : Evolution de la taille et de la densité en nombre des renforts en fonction de différents traitements thermiques sur des aciers ODS

D'après ces données, on observe que l'augmentation de la taille des oxydes dépend de la température atteinte, du temps d'exposition à ces températures, ainsi que de l'état initial du matériau. D'après ce tableau, on observe que plus la taille initiale des oxydes est importante plus l'augmentation de taille est importante. Des températures supérieures à 1000 °C entraînent un accroissement notable de la taille des oxydes.

### 1.2.2. Effet d'une modification de la microstructure

Le diagramme d'équilibre fer – chrome est présenté sur la Figure 1.8.



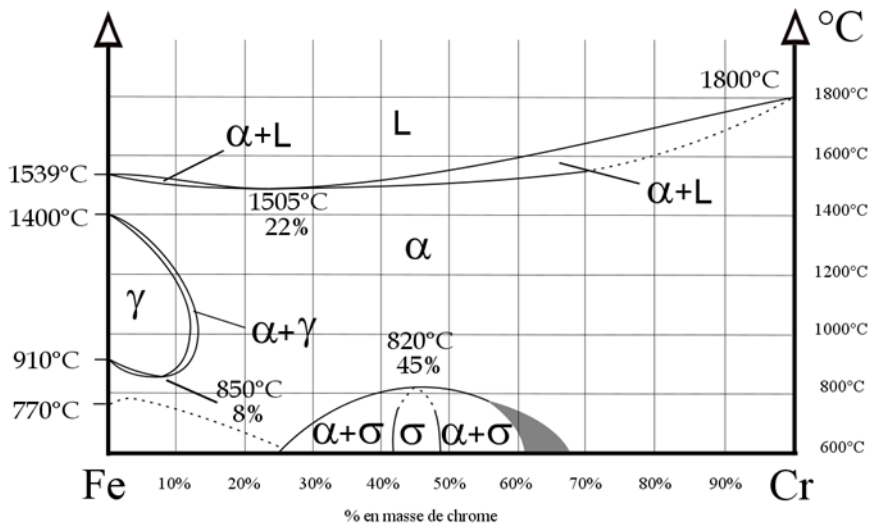


Figure 1.8 : Diagramme fer-chrome [43]

Pour les alliages dont la teneur en chrome équivalent est inférieure à 11,5% en masse, la transformation de phase ferrite (structure cubique centrée) – austénite (structure cubique faces centrées) entraîne une modification de la microstructure.

Pour les alliages à plus haute teneur en chrome, il n'y a pas de transformation martensitique possible. Cependant, dans les deux cas, une modification de la microstructure peut intervenir lors d'une étape de recristallisation.

#### 1.2.2.1. Recristallisation

La recristallisation désigne une réorganisation de la structure cristalline sous l'effet de la température et de l'état d'écroutissage de la matrice du matériau [44]. On distingue plusieurs types de recristallisations :

- La recristallisation primaire consiste en une étape de germination puis une étape de croissance normale des grains aux dépens de la matrice écroutie ;
- La recristallisation anormale ou secondaire consiste en une augmentation de la taille des grains aux dépens de grains déjà recristallisés (phénomène de coalescence).

La taille de grains obtenue après recristallisation ainsi que le passage d'un mécanisme de restauration à celui de recristallisation dépend de la quantité de dislocations introduites dans le matériau par déformation (une quantité minimale ou seuil est nécessaire) ainsi que de la température et de la durée du traitement thermique. Plus un matériau est écrouti plus le nombre de germes, prémisses de nouveaux grains, est important entraînant des grains plus nombreux et plus petits après la recristallisation primaire. Plus la température est élevée ou la durée de traitement thermique est grande plus les grains sont de tailles importantes (croissance puis coalescence).

Lorsque la vitesse de déformation et la température sont élevées, comme lors d'un procédé de mise en forme à chaud, la recristallisation peut intervenir en cours de déformation. On parle alors de recristallisation dynamique.

La recristallisation s'accompagne d'un mouvement des joints de grains au travers du matériau qui est gêné par les renforts dans le cas des alliages ODS. On observe alors des températures de recristallisation plus importantes que pour un alliage analogue non ODS [24]. La recristallisation d'un alliage ODS est plus difficile à contrôler du fait des

températures élevées nécessaires qui entraînent un passage rapide vers un stade de recristallisation secondaire entraînant une structure à très gros grains [18, 27, 45-47].

### 1.2.2.2. Modifications des renforts liées à une transformation de la microstructure

Une recristallisation s'accompagne d'un déplacement des joints de grains ainsi que d'une modification de l'orientation cristallographique des grains. Une transformation de phase entraîne une modification de la structure et de l'orientation des grains.

Yamamoto [48] observe une augmentation de la taille des renforts lors du passage de la ferrite à la martensite pour un acier ODS à 9 % de chrome. Cette augmentation de la taille n'est pas observée dans la ferrite résiduelle.

Cette observation est mise en relation avec les résultats de Yazawa [49] qui observe une augmentation de la taille de carbures de vanadium nanométriques associée à une perte de cohérence avec la matrice lors de la recristallisation de ce matériau. Yazawa indique dans ses conclusions que l'augmentation de la taille des carbures peut être liée à la fois aux changements dans les énergies de surface accroissant la force motrice de croissance des précipités et aussi à la diffusion assistée par le déplacement des joints de grains lors de la recristallisation.

Zhang [50] propose un mécanisme d'interaction entre les boucles de dislocations et les oxydes nanométriques. Dans ce mécanisme, les boucles se forment par le mécanisme de Franck et Read autour des particules de tailles importantes (oxyde de titane et d'aluminium) et génèrent une force attractive sur les petites particules d'oxydes (oxyde d'yttrium) qui se regroupent alors autour des grosses. Ce mécanisme est schématisé sur la Figure 1.9.

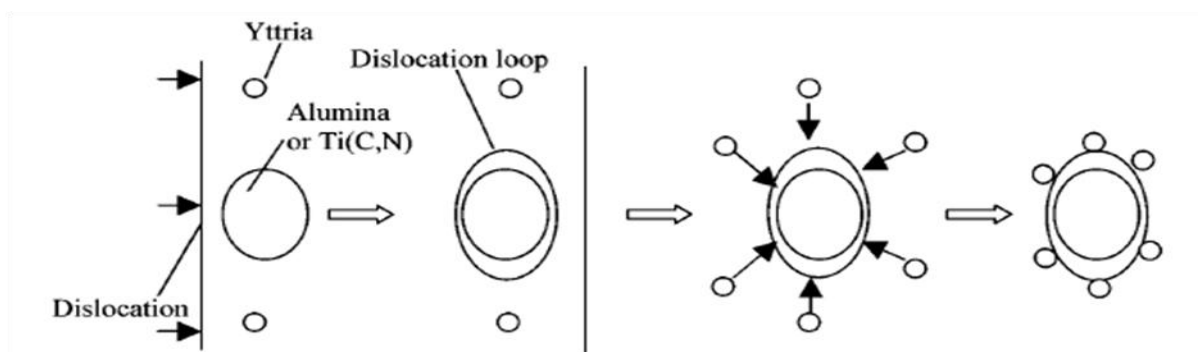


Figure 1.9 : Mécanisme de grossissement des renforts proposé par Zhang [50]

### 1.2.3. Synthèse

La dispersion d'oxydes des alliages ODS, garante des propriétés mécaniques à haute température, peut être modifiée sous l'effet de sollicitations thermiques et mécaniques.

Afin de conserver les propriétés mécaniques des alliages ODS, il est nécessaire d'éviter de modifier leur microstructure au cours des étapes de fabrication et d'assemblage. L'étape de soudage doit donc être optimisée en ce sens.

## 1.3. L'assemblage des alliages ODS

Des synthèses bibliographiques ont été réalisées sur le soudage des alliages ODS [4, 19, 51, 52]. Les conclusions principales de ces études sont présentées dans les paragraphes suivants.

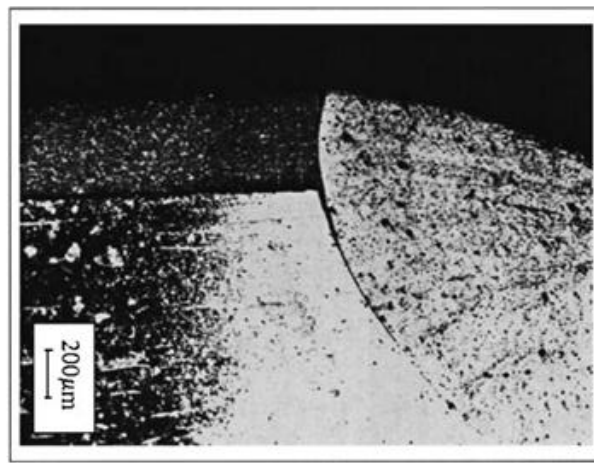
### 1.3.1. Procédé de soudage par fusion

Les procédés de soudage par fusion peuvent entraîner sur les alliages ODS une perte de propriétés mécaniques à haute température du fait d'un regroupement des oxydes, de leur grossissement ou de leur ségrégation liée à un phénomène de drainage [51] et donc finalement de la diminution localisée de leur densité en nombre [53].

Une perte de propriétés mécaniques peut aussi survenir lorsque les structures de solidification ne correspondent pas à l'orientation de grains souhaitée pour maximiser la résistance dans la direction de sollicitation [54].

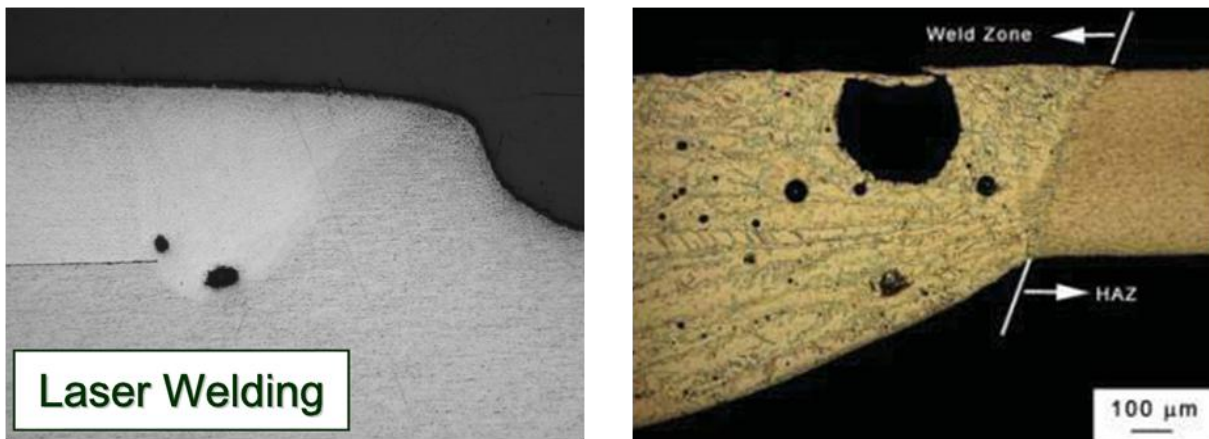
Les procédés à haute densité d'énergie comme le faisceau d'électrons et le laser peuvent être utilisés pour créer une zone fondue de taille faible avec des cinétiques rapides limitant ainsi la modification de microstructure. Des recuits après soudage au dessus de la température de recristallisation peuvent améliorer la tenue mécanique des joints soudés par ces méthodes. Cependant les propriétés mécaniques restent inférieures à celle du métal de base.

Dans le cadre de fabrication de gainage pour des essais d'irradiation dans BOR-60 (RNR-Na expérimental russe), une collaboration entre JNC et Russian RIAR [55] à permis de réaliser des soudages par TIG du bouchon inférieur en alliage ferritique-martensitique non ODS (05Cr12Ni2Mo) sur des gaines ODS ferritique ou martensitique. Un exemple de morphologie de cette soudure sur une gaine 9Cr martensitique ODS (Mm13) est présenté sur la Figure 1.10.



*Figure 1.10 : Microstructure d'une soudure TIG entre une gaine 9Cr ODS et un bouchon inférieur non ODS [55]*

Les caractéristiques de la soudure (fissure, pores, inclusion ...) ne dépassent pas la limite autorisée pour les irradiations BOR-60 (ces spécifications ne sont pas renseignées). Les tests de tractions à 20 °C et 400 °C ont cependant montré des ruptures côté gaine, proche du joint soudé. Les auteurs mettent en cause une « disparition » des particules d'oxydes. Cependant, les tests d'éclatement ont montré des ruptures dans la gaine et le joint soudé conserve son intégrité. On notera que deux autres études [56, 57] ont montré la présence importante de porosités dans des soudures réalisées par des procédés de fusion comme montré sur la Figure 1.11. Selon Inoue et al. [57], au dessus de 1200 °C, des bulles d'argon peuvent se former aux joints de grains. Cependant, il n'est pas possible de savoir dans la publication, si l'argon provient du gaz de protection de l'arc ou de gaz initialement présents dans le matériau.



*Figure 1.11 : Coupe macrographie de deux soudures réalisées par procédé de soudage par fusion ; gauche : Soudage par laser [57] ; Droite : Soudage TIG [56]*

Dans l'ensemble, les procédés par fusion diminuent les propriétés mécaniques à haute température et les procédés en phase solide sont donc préconisés.

### 1.3.2. Procédé de soudage en phase solide

Les procédés de soudage en phase solide sont donc préconisés du fait de la possibilité d'une faible modification de la microstructure et de la structure des renforts. Différentes techniques ont été envisagées pour le soudage en phase solide des aciers ODS. L'optimisation de ces techniques dépend de l'application et de la géométrie à souder [4].

Le Tableau 1.4 présente les principaux procédés de soudage en phase solide appliqués aux alliages ODS. Il présente les caractérisations mécaniques et les observations microstructurales associées. Ce tableau est ensuite détaillé dans les paragraphes suivants. Le soudage par résistance en bout, objet de ce travail, sera présenté au paragraphe 1.5.3.

Procédé	Géométrie	Matériaux	Caractérisation	Conclusions	Références
<b>Soudage par étincelage</b>	Non précisée	MA956	Observations métallurgiques	Joints soudés sans défaut Modification de l'orientation des grains Modification de la taille de grains	[4]
			Traction à 982 °C	Rupture dans la zone où l'orientation des grains est la plus modifiée	
<b>Friction inertielle</b>	Cylindrique	MA956	Observations métallurgiques	3 zones caractéristiques : (du joint soudé vers le matériau de base) A : Grains équiaxes recristallisés dynamiquement; B : Petits grains (plus petit que A) recristallisés dynamiquement; C : Grains allongés (matériau de base) désorientés.	[4, 19, 58, 59]
			Caractérisation des renforts de grande taille (>100nm)	Modification de la taille, de la forme et de la composition dans les zones A, B et C ; Agglomération des petites particules autour des plus grosses Modification plus importante dans les zones les plus déformées du fait d'agglomération aidée par des phénomènes liés aux déformations plastiques	[58]
			Traction à 20 °C et 650 °C	Rupture hors de la zone soudée à des niveaux proches du matériau de base	[58]
			Fluage à 650 °C	Rupture dans la région B ou dans la région C (pour des soudures réalisées avec une force plus importante) du fait d'une modifications de l'orientation des grains et/ou de la dispersion d'oxydes	[58]
<b>Soudage diffusion</b>	Variée	MA956 MA957 PM2000	Observations métallurgiques	Présence d'une zone à petits grains recristallisés à l'interface Possibilité d'obtenir une recristallisation secondaire à travers le joint soudé pour des déformations faibles Observation de porosités	[4, 19]
			Caractéristiques mécaniques à 20°C	Résultats variés en fonction de la configuration Possible rupture au niveau de l'interface soudé en cisaillement	[4]
			Traction à 750 °C	Reproductibilité difficile Résistance pouvant dépasser celle du matériau non soudé	[60]
<b>Soudage par impulsion magnétique</b>	Cylindrique	MA956 MA957 sur HT9	Observations métallurgiques	Formation de la structure caractéristique en vagues Soudage possible avec une énergie plus élevée qu'un acier analogue non ODS Fissure dans l'acier HT9 (non ODS) Pas de précision sur la microstructure	[4]
<b>Friction malaxage (Friction Stir Welding)</b>	Plaque	MA956 MA957 PM2000 EUROFER ODS	Observations métallurgiques	Recristallisation dynamique dans la zone affectée thermomécaniquement Formation de grains équiaxes de tailles supérieures aux grains du matériau de base non recristallisés mais de tailles inférieures aux grains recristallisés après recristallisation secondaire	[4, 19, 28]
			Caractérisation des renforts	Modification possible de la taille, de la forme et de la composition des oxydes dans la zone recristallisée	[4, 19, 61-63]
			Caractéristiques mécaniques à 20°C	Diminution de la dureté dans la zone affectée Pas de caractérisation à haute température ou en durée de vie	[4, 62]

*Tableau 1.4 : Caractéristiques principales de soudures réalisées sur des alliages ODS par différents procédés de soudage en phase solide*

### 1.3.2.1. Soudage par étincelage [4]

Deux macrographies de soudures réalisées en soudage par étincelage sur MA956 sont présentées sur la Figure 1.12.

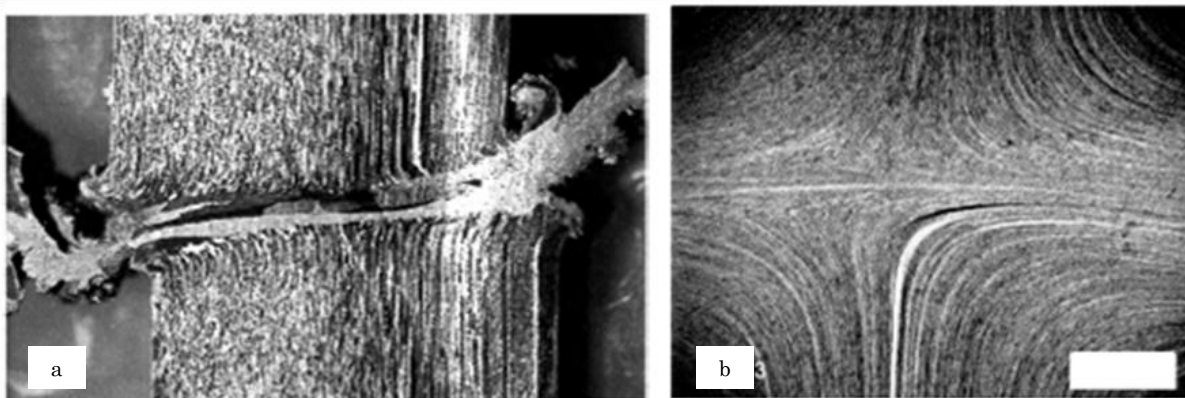


Figure 1.12 : Soudure sur MA956 réalisée par étincelage. a : Avant optimisation du procédé, b : après optimisation du procédé [4] (échelle non communiquée)

Après optimisation, le joint soudé ne présente pas de défaut de compacité d'après les auteurs. Cependant, on observe que l'orientation des grains est fortement modifiée et qu'une zone fondue peut apparaître à l'interface lorsque le procédé n'est pas optimisé. Des ruptures en traction à 982 °C dans la zone où l'orientation des grains est la plus modifiée ont été observées [4].

### 1.3.2.2. Soudage par friction inertielle [58]

La macrographie d'une soudure réalisée en soudage par friction inertielle sur MA956 est présentée sur la Figure 1.13.

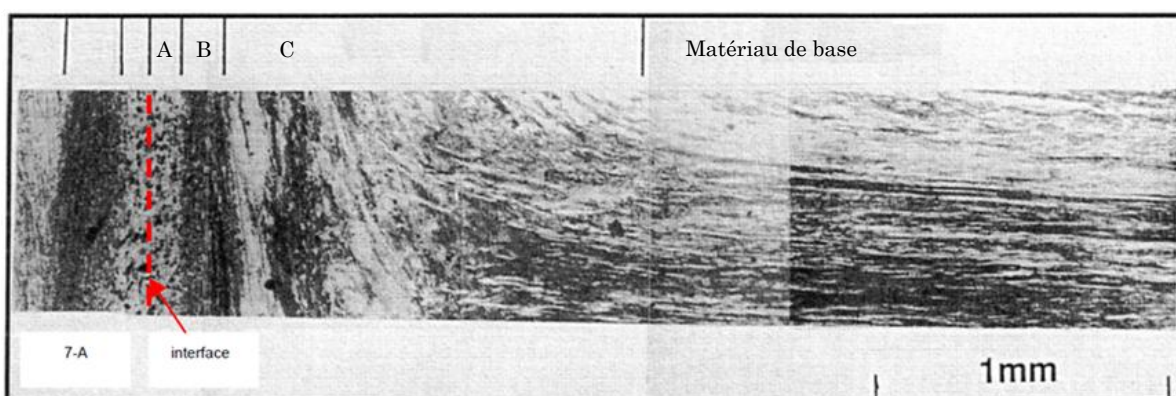


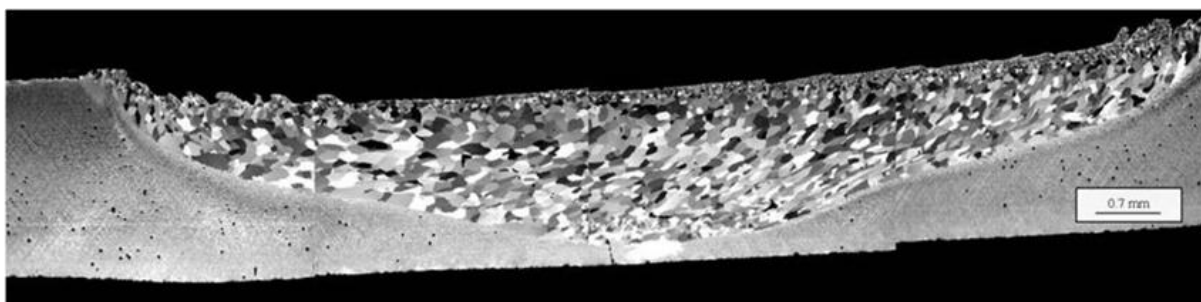
Figure 1.13 : Soudures sur MA956 réalisée par friction inertielle [58]

En partant de l'interface, on observe trois zones possédant des microstructures différentes avant de retrouver le matériau de base. Au niveau de l'interface et s'étendant sur 100  $\mu\text{m}$ , on observe une zone A contenant des petits grains équiaxes recristallisés dynamiquement puis ayant grossi sous l'effet de la température. Dans la zone B située sur une centaine de micron après la zone A, on observe à nouveau des petits grains recristallisés dynamiquement mais de taille inférieure du fait des températures plus faibles. Enfin la zone C s'étendant sur plus d'un millimètre et présente la structure du matériau de base simplement déformée plastiquement par la force appliquée. Dans les zones A, B et C déformées plastiquement, une modification de la taille, de la forme et de la composition des oxydes a été observée.

Les essais de traction à 20 °C montrent une tenue mécanique proche de celle du matériau de base et des ruptures localisées hors de l'interface soudée. Cependant les essais en fluage à 650 °C montrent une tenue des pièces soudées bien inférieure à celle du matériau à l'état de réception. Pour les soudures réalisées sous faible pression (50 MPa), les ruptures apparaissent dans l'une des trois régions A, B ou C. Pour les soudures réalisées sous forte pression (150 MPa), les ruptures apparaissent dans la région C possiblement du fait que certains grains sont alignés à 45° de la direction de sollicitation et sont donc alignés avec la contrainte de cisaillement maximale.

### 1.3.2.3. Soudage par friction malaxage [63]

La macrographie d'une soudure réalisée en soudage par friction malaxage (FSW) sur PM2000 est présentée sur la Figure 1.14.

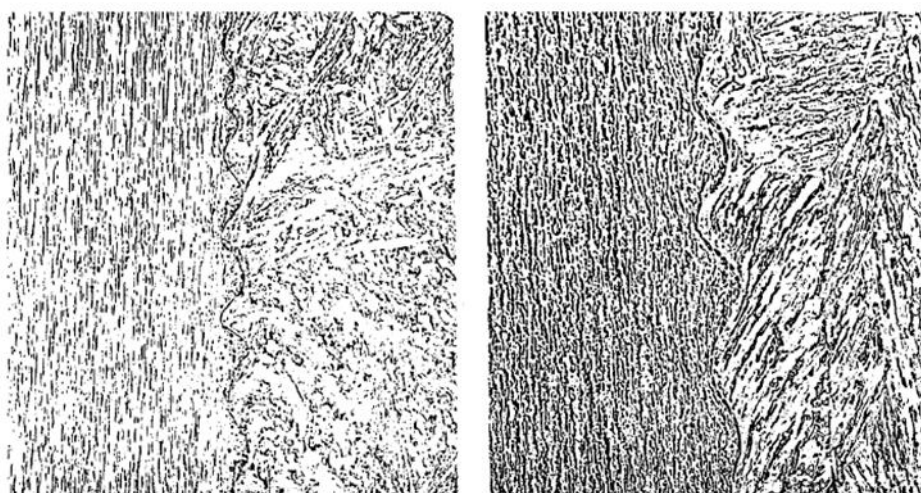


*Figure 1.14 : Soudure sur PM2000 réalisée par friction malaxage (suivi d'une recristallisation secondaire) [63]*

Le procédé de FSW a engendré une recristallisation de la zone affectée par le procédé. La taille des grains varie dans cette zone en fonction du taux d'écoulement amené par l'outil. Au cours du procédé mais aussi au cours du traitement thermique ultérieur, la composition chimique des oxydes peut être modifiée.

### 1.3.2.4. Soudage par impulsion magnétique [4]

Deux macrographies de soudures réalisées en soudage par impulsion magnétique sur MA956 et MA957 sont présentées sur la Figure 1.15.



*Figure 1.15 : Soudure sur MA 956 (gauche) et MA 957 (droite) réalisées par impulsion magnétique [4] (échelle non communiquée)*

On observe les vagues caractéristiques pour les soudures réalisées par impulsion magnétique. Aucune information concernant l'évolution des microstructures ou des oxydes n'a été trouvée.

### 1.3.2.5. Soudage par diffusion [60]

Les auteurs rapportent l'observation d'une zone recristallisée sous forme de petits grains alignés le long de l'interface soudée. Après un traitement thermique, il est possible d'obtenir une recristallisation à travers l'interface sous condition que le soudage ait été réalisé avec une force faible. Cependant, des porosités de quelques microns peuvent apparaître à l'interface. Des essais de tractions à 750 °C ont montré la possibilité de réaliser des soudures ayant une tenue mécanique à haute température supérieure à celle du métal de base.

### 1.3.3. Synthèse

Les différents procédés de soudage mettent en jeu des déformations et/ou des températures qui entraînent une modification de la microstructure de base soit par déformation des grains, soit par recristallisation dynamique. Des modifications de la structure des renforts sont alors observées dans les zones les plus déformées et dans les zone recristallisées (FSW et Friction rotative) ce qui est cohérent avec les phénomènes observés lors de la recristallisation décrits dans le paragraphe 1.2.2. L'impact de ces modifications sur la tenue mécanique des assemblages soudés peut être négligeable sur des essais de type traction à froid mais peut avoir un impact sur les essais réalisés à haute température [58].

Les procédés de soudages en phase solide engendrent des sollicitations thermiques et mécaniques pouvant causer des phénomènes de recristallisation dynamique. Ces phénomènes peuvent modifier localement la dispersion d'oxydes nanométriques et dégrader les propriétés mécaniques de l'assemblage.

## 1.4. Soudage des gainages combustibles

Un gainage combustible d'un RNR-Na est formé d'un tube d'une épaisseur de 0,5 mm environ et de plusieurs mètres de longueur fermé aux deux extrémités par un bouchon. Ce bouchon doit assurer l'étanchéité. Un schéma d'un gainage combustible est présenté Figure 1.16.

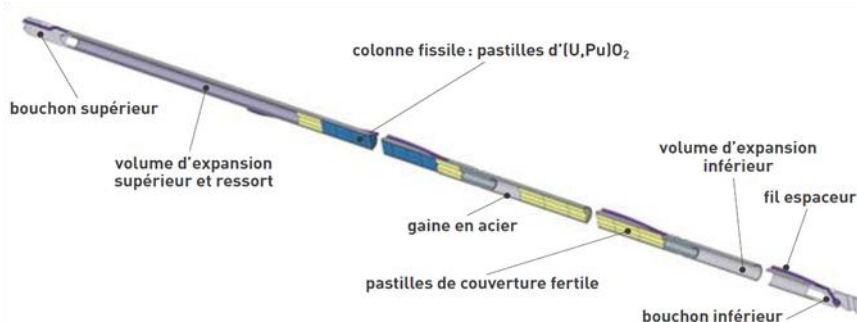


Figure 1.16 : Schéma d'un gainage combustible pour RNR-Na [3]

En condition normale, le gainage est soumis à des contraintes thermiques (température de fonctionnement prévue pour les RNR-Na de 550 °C), mécaniques (augmentation de la pression interne de la gaine avec le temps, pression finale prévue de 100 MPa) et neutroniques (dose prévue supérieure 150 dpa). Le soudage du bouchon sur la gaine doit donc éviter toute altération des propriétés du matériau.



### 1.4.1. Le contexte du soudage des gainages combustibles en France

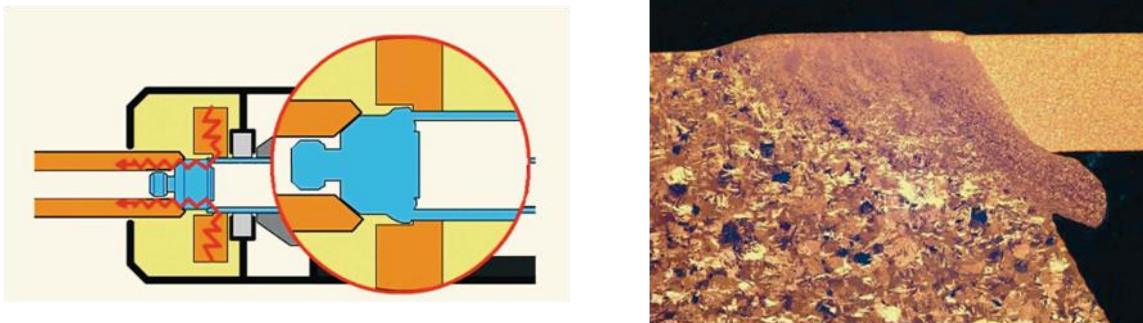
En France, entre 1973 et 1986, le soudage par procédé TIG était le procédé de référence pour les nuances utilisées dans les RNR-Na durant cette période (alliage 316 puis 316 Ti en 1985 puis 15-15 Ti en 1986) [64]. Cependant des procédés de soudage alternatifs (brasage, soudage par laser, soudage par résistance, soudage par friction inertielle, soudage par faisceau d'électrons, soudage par impulsion magnétique) sont étudiés notamment pour les alliages jugés insoudables par TIG du fait de l'ajout de phosphore comme le 316 Ti dopés au phosphore. Cependant en 1994, aucun de ces procédés n'était entré en vigueur du fait que la nouvelle nuance AIM1 (15-15 Ti optimisé) ne posait pas de difficulté particulière de soudage par TIG [64].

Concernant les réacteurs à eau pressurisée (alliage Zircaloy), le procédé de référence utilisé jusque dans les années 90 a été le soudage TIG. Ce procédé a été remplacé par le procédé laser dans les années 90 pour des questions de production et d'automatisation [65]. Jusqu'en 2007, le soudage est réalisé par laser pour le bouchon et par TIG pour le queusot (nécessaire pour la mise en pression du gainage avant mise en place dans le cœur). Suite à l'apparition de fuites sur l'alliage M5, le procédé de soudage par résistance remplace le procédé de soudage par laser [66].

### 1.4.2. Le soudage par résistance des gainages combustibles [67]

Compte tenu de la forte concurrence dans le domaine, peu d'informations concernant les détails des procédés industriels utilisés par les différents fabricants ont été trouvées. Le soudage par résistance des gainages combustibles en alliage de zirconium donne lieu à un retour d'expérience important du fait de son utilisation depuis les années 70 en Russie. Ce procédé a aussi été largement utilisé pour les gainages des réacteurs canadiens de type CANDU. Depuis 2007, ce procédé est utilisé pour la fabrication des gainages pour les REP en France.

La Figure 1.18 montre le schéma d'une installation de soudage par résistance ainsi qu'une soudure réalisée pour des gainages en alliage de zirconium.



*Figure 1.17 : a. Schéma d'un appareil de soudage par résistance pour gainages combustibles. b. Soudure réalisée par soudage par résistance sur des gainages en zirconium (nuances et échelle non communiquées)*

On observe que l'installation de soudage proposée permet de réaliser la soudure tout en maintenant la tolérance sur la taille du bourrelet extérieur et évite ainsi de le supprimer mécaniquement lors d'une opération ultérieure. On parle alors de USW (Upset Shape Welding). On observe sur la soudure une zone fortement déformée composée de petits grains, témoins d'une recristallisation dynamique.

Les soudures réalisées par ce procédé ont pour caractéristiques :

- peu ou pas de zone fondue ;

- la présence de zones de petits grains proches de l'interface obtenues par recristallisation dynamique;
- une faible extension de la zone affectée thermiquement ;
- peu ou pas de contamination ;
- un contrôle des soudures à l'aide de mesures en ligne ;
- des contrôles non destructifs difficiles à mettre en place ;
- l'influence importante de la propreté des pièces à souder ainsi que la précision de leur usinage.

Le soudage par résistance permet de plus l'économie de la soudure du queusot puisque la mise en pression de la gaine peut être réalisée en même temps que l'opération de soudage.

Il est cependant important de rappeler que le cahier des charges pour le soudage des alliages ODS est plus restrictif que celui pour les alliages de zirconium qui peuvent endurer plus facilement un passage local en phase liquide. Par exemple, la recristallisation dynamique apparaissant en cours de soudage par résistance des alliages de zirconium et listée dans les éléments bénéfiques du procédé peut être dommageable pour les alliages ODS comme indiqué dans le paragraphe 1.2.2.

#### **1.4.3. Le soudage des gainages combustibles en alliage ODS**

Le soudage des alliages ODS appliqué aux gainages combustibles doit répondre aux critères de soudabilité de ces alliages ainsi qu'aux critères liés à l'application nucléaire.

L'étude bibliographique sur le soudage des alliages ODS dans le cadre du soudage d'un gainage combustible a été réalisée par Monnier [19] puis synthétisée sous la forme d'un tableau récapitulatif dans un second temps [68]. Ce tableau présentant les avantages et les inconvénients des différentes techniques de soudage en phase solide est exposé ci-dessous.

Méthode	Atouts	Inconvénients
<b>Soudage par friction (pilotee ou inertielle)</b>	Temps de soudage courts, préparation de surface minimale, automatisation aisée, tenue en traction à froid et à chaud proche de celle du MB	Grandes déformations propices à des modifications de la microstructure initiale proche de l'interface soudée, agglomération des dispersoïdes nanométriques observée, tenue au fluage diminuée par rapport au métal de base
<b>Soudage par diffusion (CIC ou SDU)</b>	Soudures de bonne compacité, pas de porosité ni d'inclusions par compression isostatique à chaud (CIC). Le Soudage Diffusion Uniaxial (SDU) paraît plus adapté pour l'assemblage des gaines combustibles	Nucléarisation. Grande influence de l'état de surface initial
<b>Soudage par impulsion magnétique</b>	Très peu de chaleur générée donc risque amoindri de modification de la microstructure initiale	Difficultés d'industrialisation observée dans les années 1980, mauvaise reproductibilité, état de surface initial très influent, fissurations observées sur matériau ODS
<b>Soudage par friction-malaxage</b>	Faisabilité prouvée sur des tôles en ODS base Fe d'épaisseur 6mm	Nucléarisation complexe, peu de retour d'expériences actuellement, existence d'une zone malaxée qui peut induire une ségrégation des dispersoïdes nanométriques, modification de la microstructure et de la distribution des dispersoïdes observée sur matériau ODS
<b>Soudage par résistance</b>	Nucléarisation immédiate (travail sous boîte à gants), mise en œuvre et industrialisation envisageables à court terme, coût d'installation et de fonctionnement bas, maintenance aisée et de bas coût, opération de soudage en phase solide uniquement ou phase liquide expulsée, retour d'expériences positif	

*Tableau 1.5 : Synthèse des avantages et inconvénients des différentes méthodes de soudage en phase solide d'une gaine combustible en acier ODS [68]*

On distingue dans ce tableau deux catégories d'arguments. Les arguments liés aux matériaux et les arguments liés à l'industrialisation du procédé dans le cas du gainage combustible (géométrie et nucléarisation). Pour ces derniers, le soudage par résistance est en avance puisque ce procédé est déjà utilisé pour le soudage des gainages combustibles en alliage M5. Cependant, la difficulté à réaliser des contrôles non destructifs sur les pièces soudées par résistance peut être ajoutée à la case inconvénients ainsi que la précision nécessaire de l'usinage des surfaces de contact.

D'un point de vue matériaux, le soudage par résistance, tout comme les autres procédés, peut créer des altérations des propriétés mécaniques lorsque les paramètres opératoires ne sont pas optimisés [56]. Après optimisation, ce procédé a montré sa capacité à réaliser des soudures de bonne tenue mécanique tout comme d'autres procédés tel que le soudage par diffusion ou par friction.

#### 1.4.4. Synthèse

Compte tenu des avantages du soudage en phase solide pour les alliages ODS et du retour d'expériences sur le soudage par résistance appliqué aux gaines combustibles, le soudage par résistance semble être un procédé prometteur pour la réalisation des soudures du bouchon des gainages combustibles en alliage ODS [2, 19].

## 1.5. Le soudage par résistance

### 1.5.1. Principe [69]

Le soudage par résistance a été inventé par E. Thomson en 1877. Il reprend le principe du soudage par forgeage (action mécanique sur un matériau chauffé). L'élévation de température est obtenue par effet Joule.

En soudage par résistance, une force est appliquée pour maintenir les pièces à souder en contact. Un courant est alors imposé à travers les pièces au moyen d'électrodes. Il y a échauffement des interfaces et des volumes par effet Joule. L'action combinée de la force et de la température permet la réalisation du soudage.

### 1.5.2. Le soudage par résistance en bout

En soudage par résistance en bout, les deux pièces sont prises dans des électrodes puis mises en contact l'une avec l'autre et maintenues en place sous l'effet d'une force. On distingue deux catégories de soudage en bout : le soudage par étincelage et le soudage conventionnel en bout. L'étude porte sur le soudage conventionnel en bout pour lequel le contact entre les deux pièces est maintenu fermé tout au long du procédé.

#### 1.5.2.1. Description du procédé

Le procédé de soudage par résistance en bout se déroule en plusieurs étapes comme présenté sur la Figure 1.18.

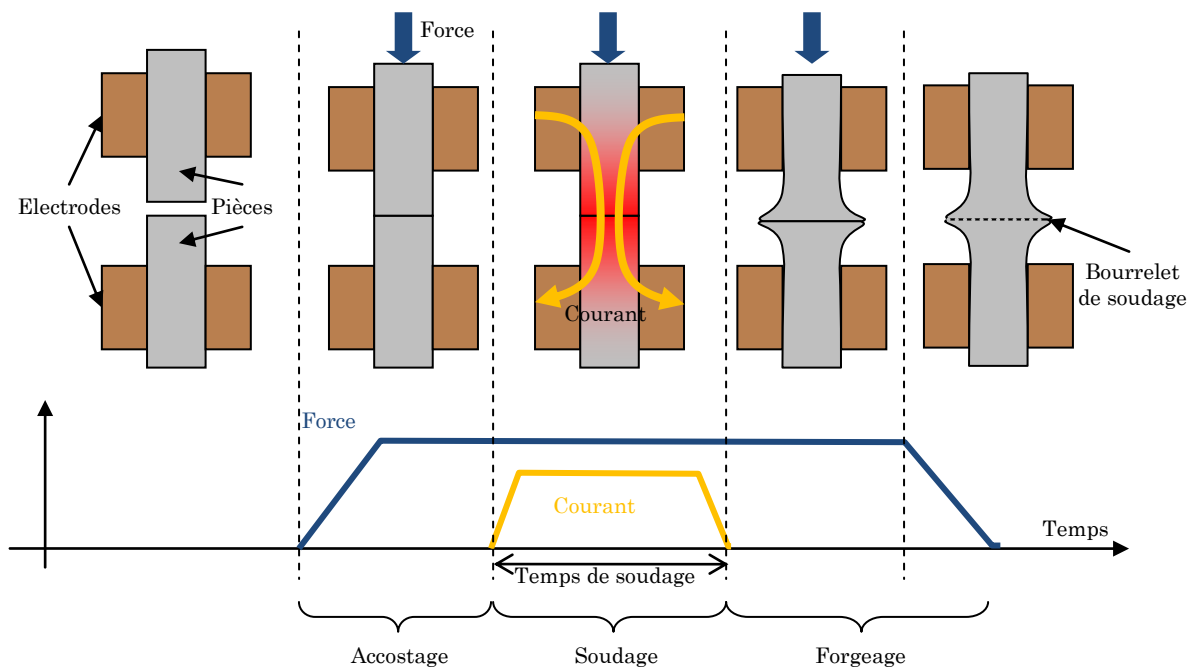


Figure 1.18 : Schéma des différentes étapes du procédé de soudage par résistance en bout

Les pièces sont tout d'abord prises dans des électrodes. Une force de contact est ensuite appliquée entre les deux pièces afin de réaliser la mise en place et le maintien de celle-ci. Cette phase est appelée l'étape d'accostage.

Un courant est alors imposé à travers les pièces. Ce courant peut avoir différentes formes (alternatif, redressé, lissé...). Durant cette étape, les pièces chauffent par effet Joule. C'est l'étape de soudage.

Enfin, la force est maintenue après le passage du courant pendant que les pièces refroidissent. La valeur de la force peut être volontairement modifiée durant cette étape.

La force est enfin relâchée et les pièces laissées libres de tout bridage mécanique.

Les paramètres opératoires principaux sont la force appliquée ( $F_s$ ), l'intensité du courant imposé ( $I_s$ ) et le temps de passage du courant ( $t_s$ ) (stricto sensu, il s'agit d'une durée de soudage mais ce paramètre est systématiquement appelé temps de soudage).

#### **1.5.2.2. Phénomènes physiques au cours du procédé**

Durant la phase d'accostage, les pièces sont mises en contact. Lorsque deux solides sont mis en contact, il y a formation d'une zone macroscopique de contact qui à l'échelle microscopique est formée par un nombre réduit d'aspérités en contact mécanique [70]. On peut alors observer une résistance de contact électrique (RCE) et thermique (RCT) entre ses deux solides. Ces résistances dépendent des propriétés physiques des matériaux et de leur état de surface (rugosité, impuretés...) [71]. Au cours de l'accostage, il y a écrasement à froid des aspérités sur les surfaces des pièces en contact et augmentation de la taille du contact à l'échelle microscopique. On observe alors une diminution des résistances de contact électrique et thermique [72].

Au début du passage du courant, l'échauffement est localisé sur la surface de contact entre pièces sous l'effet de la résistance de contact électrique. Le chauffage est très rapide au niveau des aspérités qui s'écrasent du fait d'un dépassement de la limite élastique et de la possibilité de fusion locale [73]. La résistance électrique entre pièces mais aussi entre pièce et électrode diminue. La température augmente alors dans les matériaux massifs de par la conduction depuis le contact mais aussi de par la résistivité propre des matériaux. Il y a alors déformation plastique des pièces avec formation d'un bourrelet de soudage. En cas de formation de métal fondu, celui-ci peut être expulsé sous l'effet de la force appliquée.

#### **1.5.3. Le soudage par résistance appliqué aux gainages combustibles en alliage ODS**

On notera le travail important de trois équipes sur le soudage par résistance de gaines combustibles en acier ODS. En Russie, le soudage par résistance est aussi utilisé mais trop peu d'information sont accessibles [74]. Les travaux menés sont synthétisés dans le Tableau 1.6 puis détaillés par la suite.

	<b>CEN/SCK (Belgique)</b>	<b>Centre Idaho (USA)</b>	<b>JNC (Japon)</b>
<b>Matériaux bouchon</b>	Aciers non ODS austénitiques, ferritiques, bainitiques et martensitique allant de 9 à 22% Cr et de 0 à 33% Ni Aciers ODS à 13%Cr	HT9 (12%Cr, martensitique, non ODS)	9% et 12%Cr ODS
<b>Matériaux gaine</b>		MA957 (14%Cr renforcé Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) et 1DK1 (composition non communiquée)	9% et 12%Cr ODS
<b>Epaisseur de gaine (µm)</b>	340 à 375	400	400
<b>Diamètre externe bouchon (mm)</b>	5,2 à 6,1	7,6 à 7,9	6,9
<b>Diamètre externe gaine (mm)</b>	5,2 à 6	6,9 à 7,5	6,9
<b>Intensité du courant (kA)</b>	12 à 15	11 à 16	19
<b>Temps de soudage (ms)</b>	10 à 60	33,3	16
<b>Forme du courant</b>	Alternatif	Non précisé	Non communiqué
<b>Force appliquée (N)</b>	600 à 1200	4500	7000
<b>Longueur de gaine dépassant de l'électrode (mm)</b>	0,4 à 1	1,27	Non communiqué
<b>Caractérisation réalisées</b>	Métallographies ; Mesures en cours de soudage ; Etanchéité	Simulation par éléments finis ; Métallographies ; Mesures en cours de soudage ; Caractérisation en EDS-MEB	Métallographies ; Etanchéité ; CND ultrason ;
<b>Tests mécaniques réalisés</b>	Fatigue; Fluage; Eclatement à 700°C; traction	Pliage jusqu'à 400°C; éclatement jusqu'à 760 °C; traction	Traction ; Pression interne ; Eclatement jusqu'à 800°C ; Traction à 20 °C et à 700 °C
<b>Référence</b>	[75, 76]	[56, 77]	[55, 78]

*Tableau 1.6 : Synthèse des études existantes sur le soudage par résistance des gaines combustible en acier ODS [55, 56, 75-78]*

### 1.5.3.1. CEN/SCK (Belgique) [75, 76]

Dans une première publication [75], les gaines étudiées ont un diamètre externe de 6 mm et une épaisseur de 340 µm alors que le bouchon a un diamètre externe de 6,1 mm. Les matériaux utilisés sont des alliages ODS à 13%Cr. Le courant utilisé est un courant alternatif à 50 Hz. La description du procédé indique que la gaine plus fine s'échauffe plus rapidement que le bouchon qui sert alors de bélier forgeant la gaine. Lors de l'échauffement, la partie de la gaine dépassant de l'électrode se trouve dans un gradient de température du fait du refroidissement assuré par les électrodes. Ce gradient dépend de la longueur de gaine dépassant de l'électrode ( $L_g$ ). Lorsque la température augmente, le bouchon écrase la gaine diminuant ainsi la longueur de gaine dépassant de l'électrode. Les auteurs supposent qu'un équilibre se met alors en place et qu'une augmentation de température soudaine se traduit par une diminution de la longueur de gaine, ramenant le système vers des températures plus basses. De ce fait, les auteurs supposent que le soudage ou le forgeage a toujours lieu à la même température quelles que soit les conditions de chauffage.

Cependant, cet équilibre ne peut être atteint que dans des conditions statiques. C'est pour cela que la capacité d'accélération du bouchon doit être la plus grande possible. Une façon d'éviter la nécessité d'atteindre des accélérations trop élevées consiste à réduire la longueur de gaine dépassant de l'électrode.

Les auteurs insistent sur l'importance des électrodes dans le procédé de soudage. Ils indiquent que l'électrode enserrant la gaine est chanfreiné sur 400 µm à 45 ° ce qui

augmente la qualité des soudures. Aucune information supplémentaire n'a pu être trouvée.

Les premiers essais réalisés montraient que les meilleures soudures étaient réalisées pour un soudage sur 3 périodes (60 ms), un bouchon à contact plat avec un contre-perçage pour équilibrer l'échange de chaleur entre la gaine fine et le bouchon massif. Les tests en fatigue ne laissent pas apparaître de défaut au niveau de la soudure. Les résultats sont meilleurs après un traitement thermique de détensionnement à 1050 °C pendant 15 minutes montrant l'importance des contraintes internes introduites durant le procédé. Cependant le contact plat a été par la suite abandonné pour plusieurs raisons :

- L'alignement entre gaine et bouchon est difficile ;
- Si le chauffage commence en un certain point de la circonférence, ce point continue à chauffer avant le reste de la pièce créant une accumulation d'énergie.

Ces défauts sont réglés par le choix d'un contact entre gaine et bouchon avec un chanfrein à 45°.

Les auteurs reportent que le forgeage n'a pas lieu au niveau de la jonction entre la gaine et le bouchon mais par le flambage de la gaine. Ce comportement s'explique par le fait que, une fois le chauffage de l'interface effectué, la résistance y est faible et le plan de chauffage maximal se déplace vers des positions intermédiaires. De plus, il a été montré que le contre-perçage du bouchon est défavorable. Un bouchon massif permet de « retarder » le soudage (affaissement plus tardif et à des températures plus hautes) et donc d'obtenir un meilleur forgeage.

Les auteurs indiquent que pour des temps de soudage longs (supérieurs à 20 ms), la reproductibilité de la soudure devient un problème. Pour des temps plus courts, la plage des paramètres opératoires permettant de réaliser une soudure correcte est plus grande. De même, lorsque la longueur de gaine dépassant de l'électrode est réduite, la plage de soudabilité s'agrandit augmentant ainsi la reproductibilité.

Des mesures en cours de soudage sont réalisées sur ces essais (déplacement, courant, tension et accélération). Des exemples de ces mesures sont présentés sur la Figure 1.19.

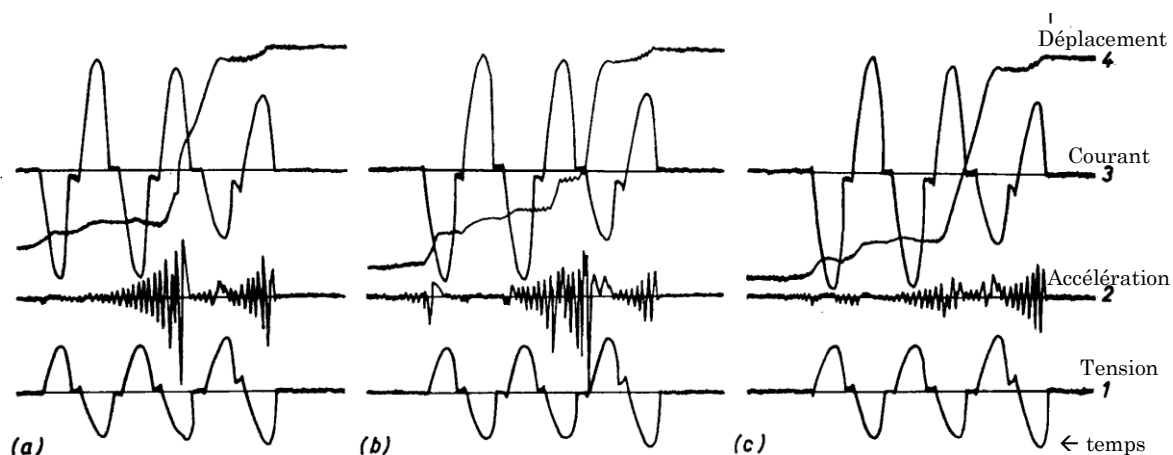


Figure 1.19 : Exemples des mesures en cours de soudage pour trois essais identiques [75] (échelle non communiquée)

Les auteurs proposent de discriminer les soudures à l'aide d'un critère de minimum du courant intégré et de maximum d'accélération mesurée. Cependant, aucune donnée quantitative n'est indiquée.

Dans une seconde publication ultérieure [76], les gainages sont constitués d'une gaine et d'un bouchon chanfreinés à 45°. Le diamètre extérieur est de 5,75 mm et l'épaisseur de 375 µm. La longueur de chaque pièce est de 50 mm. Les matériaux testés sont nombreux et s'échelonnent entre 9 et 22%Cr pour les aciers non ODS. Les aciers ODS sont eux à 13%Cr.

Les auteurs notent que les paramètres opératoires optimums pour réaliser les soudures sur ces différents matériaux sont pratiquement identiques. Les paramètres opératoires sont ( $F_s$ ;  $I_s$ ;  $t_s$ ) = (900 N; 12 à 15 kA; 20 ms). Pour l'ensemble des soudures, le déplacement apparaît principalement entre 3 et 6 millisecondes et cette mesure est utilisée comme indication de la réalisation de la soudure.

Des soudures sont réalisées avec mise en pression interne simultanée du gainage et seule la force doit être ajustée pour compenser la charge due à la pression interne. Après soudage sous pression, un test d'étanchéité est réalisé par observation de présence ou d'absence de bulles lors d'une immersion.

La procédure élaborée par le CEN/SCK génère un bourrelet de soudure supérieur à la spécification demandée. Le bourrelet extérieur de la soudure est donc retiré à l'aide d'une matrice coupante [79]. Des tests mécaniques en fatigue ont été réalisés et montrent une rupture dans la gaine, hors du joint soudé. Des macrographies montrent une fissure qui s'amorce proche du bourrelet interne et s'étend dans la gaine, proche de la frontière entre la zone affectée par le procédé et le métal de base. Le nombre de cycles avant rupture est bien supérieur (facteur 2 à 3) à celui d'un cas de soudage réalisé par TIG.

Un exemple de macrographie de soudure est présenté sur la Figure 1.20

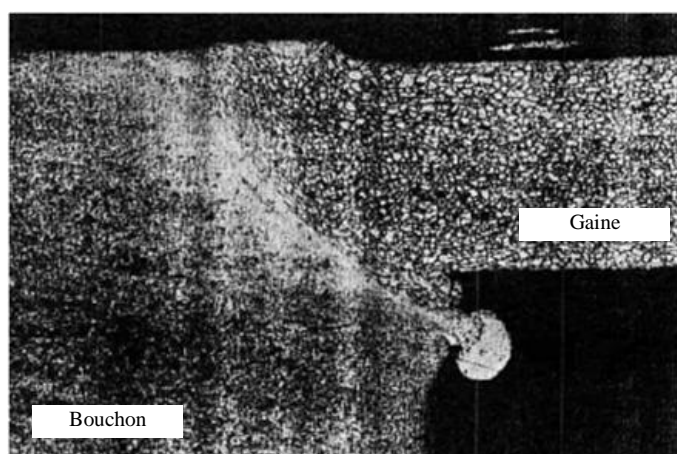


Figure 1.20 : Macrographie de soudure par résistance d'un alliage DT2906 [80] (échelle non communiquée)

La macrographie laisse apparaître une interface marquée ainsi qu'une expulsion de matière vers l'intérieur de la gaine. Les déformations sont peu marquées.

Les auteurs rapportent aussi la possibilité de réaliser des soudures hétérogènes gaine ODS sur bouchon non-ODS avec ce procédé sans reporter de modifications des paramètres opératoires dans cette configuration.

En conclusion, ces études montrent :

- la capacité du soudage par résistance à réaliser des soudures sur aciers ODS à 13% Cr présentant une bonne tenue en fatigue ;
- la capacité à réaliser des soudures homogènes et hétérogènes pour différentes nuances d'acier ODS (13% Cr) et non ODS (de 9%Cr à 22%Cr) ;



- l'importance de la longueur de gaine dépassant de l'électrode du fait d'un déséquilibre thermique entre la gaine étroite et le bouchon massif entraînant un chauffage important de la gaine et la formation de la soudure par flambage de cette partie ;
- la capacité à réaliser un contrôle en ligne des soudures à l'aide de mesures en cours de soudage (minimum d'énergie et détection de l'affaissement par mesure d'accélération).

Ces études ne présentent aucune observation concernant la conservation de la dispersion d'oxydes nanométriques en fin de procédé.

### 1.5.3.2. Centre d'Idaho (USA) [56, 77]

L'équipe américaine du centre d'Idaho [77] réalise des soudures de gaines en INCO MA957 (14%Cr ODS) et un alliage nommé 1DK1 (composition non communiquée fabriqué par PNC (Power reactor for Nuclear fuel development Corporation) sur des bouchons en acier martensitique HT9 (12%Cr non ODS). La gaine a pour diamètre extérieur 7,5 mm et une épaisseur de 400  $\mu\text{m}$ . Le bouchon a un diamètre légèrement plus grand que celui de la gaine (7,6 mm). Les paramètres de soudage utilisés sont une force de 4500 N et un courant de 11 kA pendant 33,3 ms. La gaine dépasse de 1,27 mm des électrodes et le bouchon dépasse de 2,54 mm. Aucune indication concernant un éventuel chanfrein n'est donnée.

Les examens métallographiques n'indiquent aucune trace de recristallisation et aucune agglomération d'yttrium n'a été observée par MEB/EDS. Cependant, l'association du titane et de l'yttrium (forme supposée  $\text{Y}_2\text{TiO}_5$ ) a été observée par cette technique.

Les résultats des tests en traction à température ambiante montrent des ruptures localisées dans la gaine et non dans la soudure. L'article présente des résultats de tests en pression interne à des températures comprises entre 550 °C et 760 °C. Cependant seules les pressions de rupture sont indiquées et la localisation de la rupture n'est pas renseignée.

Lors de la fabrication de crayons, l'étanchéité des crayons est testée à l'hélium (débit de fuite  $< 2 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ) et chaque soudure est radiographiée.

Les auteurs indiquent que le contrôle des paramètres du courant de soudage (tension, courant, déphasage et angle de phase) permet d'assurer la qualité de la soudure.

Dans une communication plus récente [56], des soudures entre MA957 (gaine) et HT9 (bouchon) sont réalisées sur une géométrie différente de la précédente (diamètre extérieur de la gaine : 6,9 mm ; diamètre extérieur du bouchon : 7,9 mm).

Un temps de forgeage plus court de 83 ms est utilisé. La plage de paramètres opératoires testés se situe entre 7 kA et 25 kA pendant 33 ms à 55 ms pour une force de forgeage de 3620 N. Il est indiqué que des tests sont réalisés concernant l'évolution de la force au cours du procédé ainsi que l'évolution du courant (impulsion, montée progressive du courant ...) mais aucun résultat n'est présenté. Des soudures de bonne continuité métallique sont obtenues pour des temps de soudage de 33 ms et une intensité du courant entre 11 et 16 kA.

La Figure 1.21 présente une macrographie de soudure obtenue pour  $(F_s; I_s; t_s) = (4448 \text{ N}; 17 \text{ kA}; 33 \text{ ms})$ . Des tests en pression interne ont révélé des ruptures dans le joint soudé pour des températures supérieures à 575 °C. Aux températures inférieures, aucune rupture n'a été constatée à des pressions de 75 Mpa.

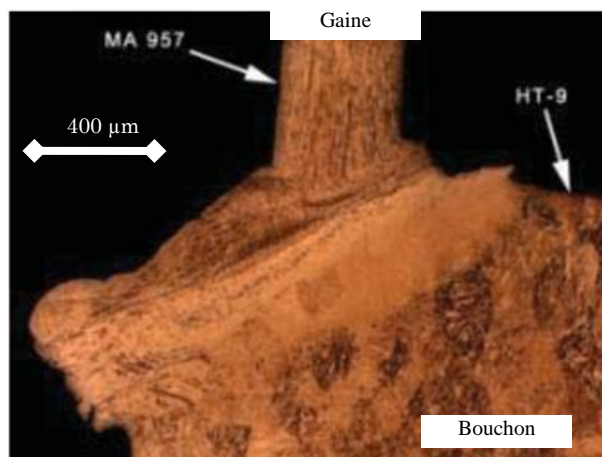


Figure 1.21 : Macrographie d'une soudure réalisée par soudage par résistance entre MA957 (gaine) et HT9 (bouchon) [56]

La macrographie laisse apparaître une forte déformation de la gaine qui s'écrase contre le bouchon.

En conclusion, ces études montrent :

- la capacité du soudage par résistance à réaliser des soudures sur aciers ODS à 14% Cr présentant une tenue en pression interne identique ou supérieure à celle de métal de base jusqu'à des températures de 575 °C ;
- la capacité du soudage par résistance à réaliser des soudures hétérogènes entre un bouchon martensitique et une gaine ferritique ;

Les analyses EDS n'ont pas révélé de modification de la dispersion d'oxydes. Cependant, aucune information concernant le nombre de soudures observées ou les paramètres de soudage utilisés pour ces soudures n'est communiquée.

### 1.5.3.3. JNC (Japon) [55, 78]

L'équipe japonaise de JNC (Japan Nuclear Cycle development institute) étudie le soudage de gainage combustible en acier ODS 9%Cr et 12%Cr dans le but de fabriquer des gainages pour des essais d'irradiation [55, 78]. La gaine a un diamètre extérieur de 6,9 mm et une épaisseur de 400 µm. Le diamètre du bouchon est identique à celui de la gaine.

Les paramètres opératoire optimaux, identiques pour les deux nuances, sont  $(F_s; I_s; t_s) = (7000 \text{ N}; 16 \text{ kA}; 16 \text{ ms})$ . Un courant de préchauffage de 5 kA pendant 200 ms est renseigné dans l'article mais aucune indication de son utilisation pour la soudure optimisée n'est précisée.

Le bourrelet de soudage est enlevé par usinage. Un traitement thermique de détensionnement après soudage est réalisé. La température et la durée dépendent du matériau :

- Pour l'acier ODS à 9%Cr le traitement réalisé est de 780 °C pendant 10 minutes
- Pour l'acier ODS à 12%Cr le traitement réalisé est de 750 °C pendant 20 minutes

Ce traitement thermique permet entre autre de réduire les contraintes résiduelles et d'homogénéiser les carbures pour les matériaux à 12 %Cr et permet de réaliser le revenu de la martensite associé à une diminution de la dureté pour les matériaux à 9%Cr.

La Figure 1.22 présente une macrographie d'une soudure réalisée sur un acier ODS à 9%Cr.

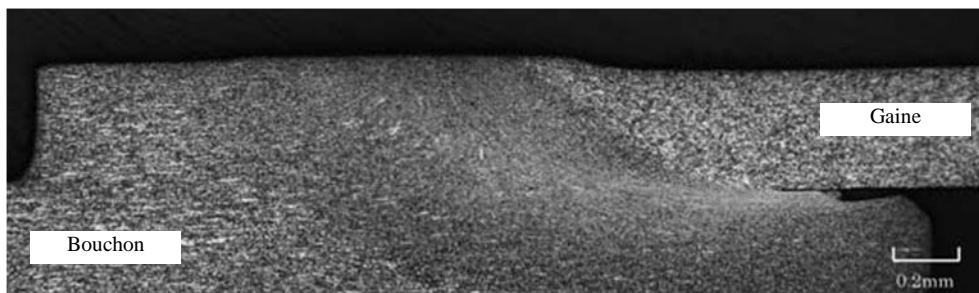


Figure 1.22 : Macrographie de soudage d'un acier 9%Cr ODS [78]

La macrographie laisse apparaître une bonne continuité et une bonne compacité. Le joint soudé est difficile à localiser et il est donc difficile de connaître la géométrie du contact initial ainsi que les modes de déformation ayant eu lieu en cours de soudage.

Avant traitement thermique, les mesures de dureté à travers le joint soudé montrent une élévation de la dureté (de 350 HV à 500 HV) dans la zone affectée thermiquement. Après traitement thermique, la dureté mesurée est proche de celle du matériau de base.

Des tests de traction, d'éclatement et de fluage ont été réalisés jusqu'à 800°C. L'ensemble des tests ont montré des ruptures localisées dans la gaine n'affectant pas la soudure.

Une technique de contrôle non destructif par ultrasons est développée et comparée à des coupes macrographiques. La technique est jugée fiable pour des défauts de largeur supérieure à 3  $\mu\text{m}$ .

En conclusion, ces études montrent :

- la capacité du soudage par résistance à réaliser des soudures sur aciers ODS à 9% et à 12% Cr présentant une bonne résistance en pression interne en température ;
- la capacité du CND par ultrason à évaluer des défauts de compacité d'une largeur supérieure à 3  $\mu\text{m}$ .

Ces publications ne présentent aucune observation concernant la conservation de la dispersion d'oxyde nanométrique au cours du procédé.

#### 1.5.4. Synthèse

Le procédé de soudage par résistance permet de réaliser le soudage de gainage combustible en acier ODS. Les soudures peuvent présenter des tenues mécaniques identiques ou supérieures au matériau de base. Cependant, les caractérisations mécaniques sont réalisées sur l'éprouvette soudée complète et ne donnent donc pas accès aux propriétés mécaniques de la soudure elle-même. Ces caractérisations mécaniques peuvent donc être insuffisantes pour l'analyse des propriétés mécaniques de la soudure. Enfin, peu d'études intègrent des observations concernant le devenir des renforts après soudage.

### 1.6. Conclusions

Les alliages ODS présentent des propriétés mécaniques à haute température assurées par une dispersion d'oxydes nanométriques au sein de la matrice métallique. Cette dispersion initialement homogène peut être modifiée sous l'effet de sollicitations

thermiques et/ou mécaniques. Ces modifications peuvent être accrues sous l'effet de modifications métallurgiques (recristallisation, changement de phase).

Le soudage des gainages combustibles en alliage ODS doit répondre à la fois à la problématique du soudage en environnement nucléaire et à la problématique liée à la conservation des propriétés du matériau ODS. Le soudage par résistance est déjà utilisé industriellement pour l'assemblage des gainages combustibles en alliage de zirconium. Ce procédé en phase solide a aussi montré sa capacité à produire des soudures de bonne tenue mécanique à haute température sur des alliages ODS. De ce fait, le CEA a choisi d'étudier ce procédé de soudage. Cependant les études disponibles dans la littérature se focalisent sur la tenue mécanique des soudures et peu d'études métallurgiques sur le soudage par résistance des gainages combustibles en alliages ODS existent à ce jour.

L'objectif de cette thèse est donc d'apporter une meilleure compréhension des phénomènes thermomécaniques ayant lieu en cours de soudage par résistance et d'en observer les effets sur les caractéristiques métallurgiques d'un alliage ODS. Une attention particulière sera apportée au contrôle de ces caractéristiques métallurgiques par le contrôle des paramètres opératoires de soudage. Une bonne compréhension de l'évolution des caractéristiques métallurgiques permettra d'obtenir une meilleure compréhension des propriétés mécaniques de l'assemblage.

## Chapitre 2

# Techniques expérimentales

Dans cette étude, nous avons réalisé des soudures d'un bouchon sur un tube (appelé gaine) par la méthode de soudage par résistance en bout.

Ce chapitre présente les différents matériaux, les différentes géométries, l'installation expérimentale de soudage ainsi que les techniques de caractérisation, de mesure et de traitement des résultats.

### 2.1. Matériaux de l'étude

Dans cette étude, plusieurs nuances d'alliages base fer sont utilisées. Les différentes nuances sont approvisionnées en diverses géométries. Chaque nuance est décrite dans le Tableau 2.1 puis détaillée par la suite.

Catégorie	Dénomination	ODS	Base	Cr	Ti	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Autre	Fabricant	Géométrie (mm)
20Cr	PM2000	Oui	Fe	20	0,5	0,5	5,5 Al	Plansee	Barre Ø100
	Kanthal APM	Non	Fe	20,5-23,5			5,8 Al	Kanthal	Barre Ø12
9Cr	J26-M2	Oui	Fe	9	0,5	0,3	2 W	CEA/SRMA	Tube Ø10,73
	J23	Oui	Fe	9	0,5	0,3	2 W	CEA/SRMA	Barre Ø20,7

*Tableau 2.1 : Composition nominale (% massique) et géométrie des matériaux utilisés dans l'étude à la réception*

Afin de faciliter la lecture de ce document, on utilisera aussi la dénomination par catégorie. On parlera ainsi des alliages 9Cr ou 20Cr que l'on pourra préciser par xCr-ODS ou xCr-non ODS.

Seules les informations concernant le PM2000 (matériaux principalement utilisé) sont présentées ici. Les informations sur les autres matériaux sont présentées en Annexe 1.

Dans le cadre de l'étude, l'alliage ODS PM2000 est utilisé pour la réalisation des gaines et des bouchons en alliage 20Cr-ODS

L'alliage ODS PM2000 est un alliage ODS fabriqué par Plansee. Il est réalisé par mécanosynthèse puis compacté à chaud (la méthode n'est pas renseignée par le fabricant [81]). L'alliage PM2000 existe sous deux états. Un état non recristallisé (PM2000 KKL4) présentant une microstructure fine et un état recristallisé à l'aide d'un traitement thermique (PM2000 KKL6) présentant une microstructure grossière (grains millimétriques). Au cours de cette étude, seule la nuance recristallisée a été étudiée.

## 2.2. Géométries des pièces à souder

La fabrication des gaines combustibles requiert le soudage d'un bouchon sur une gaine. Les éprouvettes d'essais en PM2000 sont présentées sur la Figure 2.1.

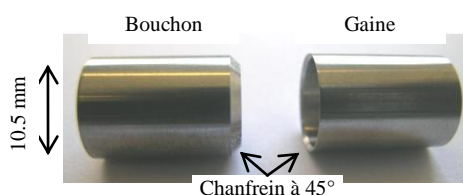


Figure 2.1 : Pièces à souder en PM2000 : bouchon et gaine

L'épaisseur et le diamètre des pièces sont représentatifs du design issu du cahier des charges de la conception du cœur du réacteur de type RNR-Na de 4<sup>ème</sup> génération. En revanche la forme des surfaces en contact peut être modifiée afin d'optimiser la soudure.

### 2.2.1. Le bouchon

Le bouchon est composé d'un cylindre plein de diamètre 10,5 mm et de longueur 15 mm chanfreiné à 45 ° sur 1 mm. La géométrie est représentée sur la Figure 2.2.

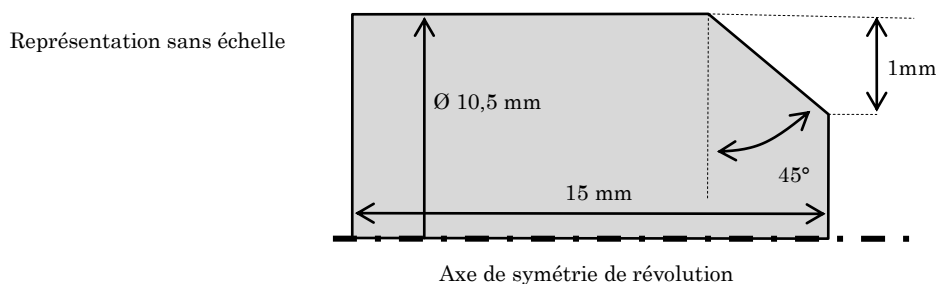


Figure 2.2 : Géométries utilisées pour le bouchon

### 2.2.2. La gaine

La gaine est composée d'un tube d'un diamètre extérieur de 10,5 mm, d'une épaisseur de 0,5 mm et d'une longueur de 15 mm. La géométrie est représentée sur la Figure 2.3.

Représentation sans échelle

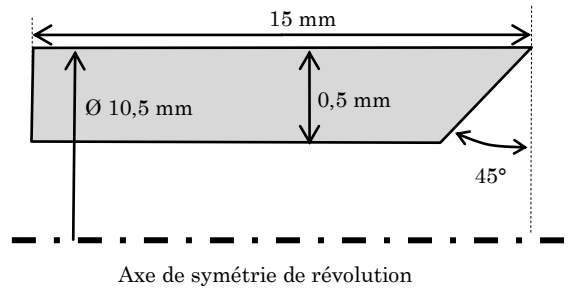


Figure 2.3 : Géométries utilisées pour la gaine

## 2.3. L'installation expérimentale SOPRANO

L'ensemble des essais ont été réalisés sur une installation de soudage expérimentale au sein du laboratoire baptisée SOPRANO (SOudage Par Résistance Appliqué aux gaiNages cOmbustibles) a été conçue et assemblée par la société TECHNAX industrie. La Figure 2.4 montre une partie de cette installation.

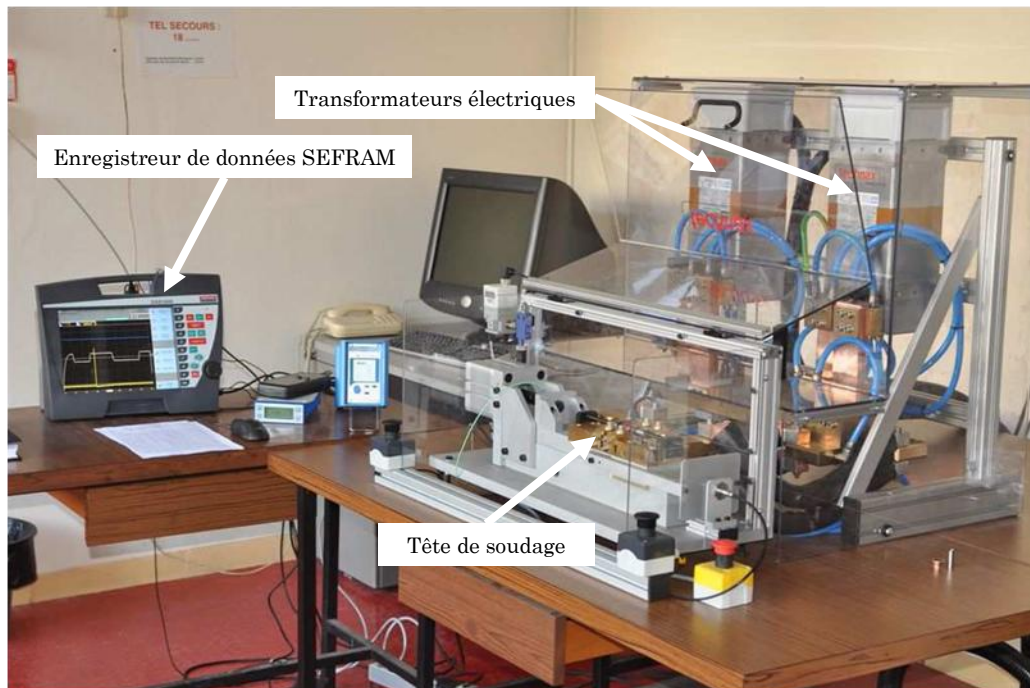


Figure 2.4 : Photographie de l'installation expérimentale SOPRANO

Les composants principaux de l'installation sont la tête de soudage où les pièces sont mises en place afin d'être soudées, l'armoire électrique et de commande permettant le contrôle du cycle de soudage, et le groupe de refroidissement assurant le refroidissement de la tête de soudage ainsi que de l'appareillage électrique.

### 2.3.1. Tête de soudage et mise en place des pièces

#### 2.3.1.1. Tête de soudage

La Figure 2.5 présente une vue de la tête de soudage.

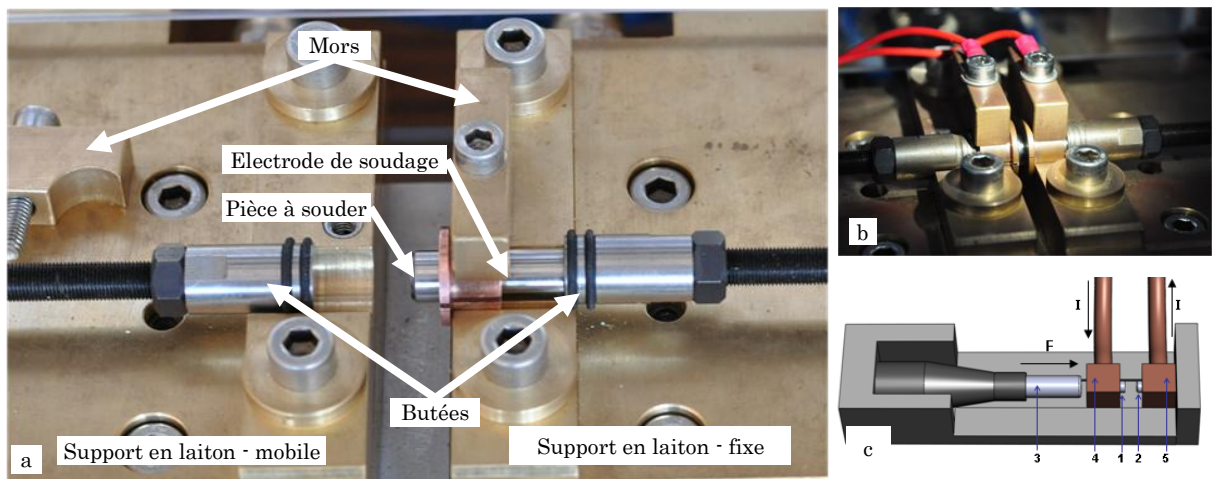


Figure 2.5 : Tête de soudage de l'installation SOPRANO a : hors position de soudage, b : en position de soudage, c : vue schématique

La tête de soudage est composée d'un support en laiton servant de socle. Le socle de la partie droite est lié au châssis de l'installation et sera appelée la partie fixe alors que la partie gauche se trouve sur glissière et est appelée la partie mobile. Les pièces (1 et 2) sont entourées par des électrodes en CuCrZr qui constituent les amenées de courant. La géométrie de ces électrodes est abordée par la suite (paragraphe 2.3.1.3). Les pièces et leur électrode respective sont prises dans un mors (4 et 5) afin d'assurer le serrage des électrodes autour des pièces. Ce serrage est indépendant de la force de soudage. Enfin, une butée permet d'éviter le recul des pièces lors de l'application de la force à l'aide du vérin pneumatique (3) sur la partie mobile.

### 2.3.1.2. Protocole de mise en place des pièces

La mise en place des pièces sur la tête de soudage se déroule en 5 étapes résumées sur la Figure 2.6.

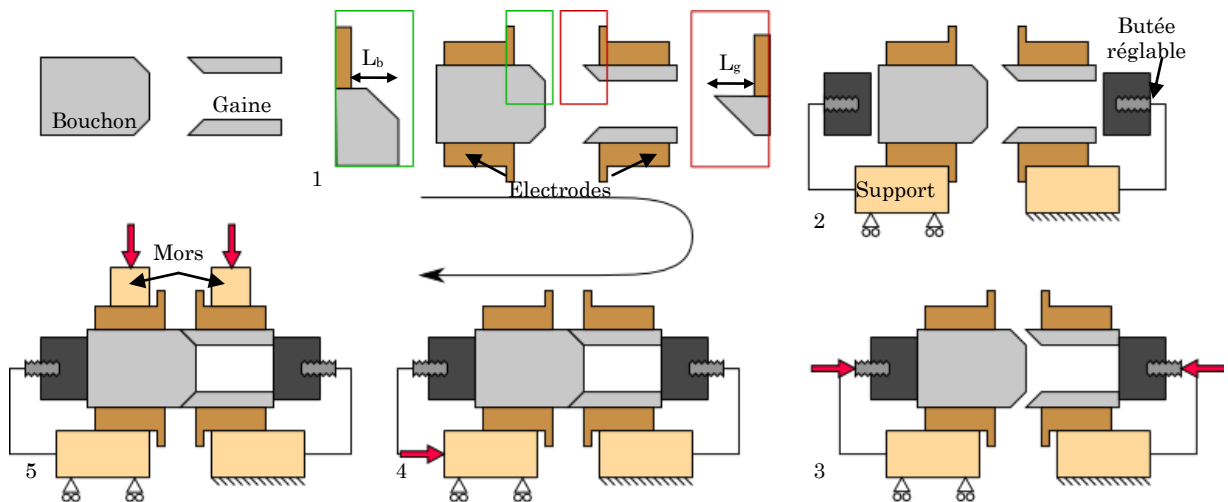


Figure 2.6 : Protocole de mise en place des pièces dans les électrodes et sur la tête de soudage

1. Les pièces sont insérées dans deux électrodes. Le positionnement des pièces dans les électrodes est effectué à l'aide d'une cale d'épaisseur calibrée. La longueur de bouchon dépassant de l'électrode ( $L_b$ ) est généralement fixée à 2,5 mm. La longueur de gaine dépassant de l'électrode ( $L_g$ ) est un paramètre opératoire d'après les précédentes études



(Chapitre 1, paragraphe 1.5.3). Afin d'estimer l'erreur réalisée sur le positionnement de l'électrode enserrant la gaine, dix mises en places ont été réalisées pour  $L_g = 0,5$  mm puis la longueur de gaine effective a été mesurée à l'aide d'une colonne de mesure en trois points de la circonférence. La Figure 2.7 présente la distribution statistique de la mesure effective de  $L_g$  sur ces 10 mises en place:

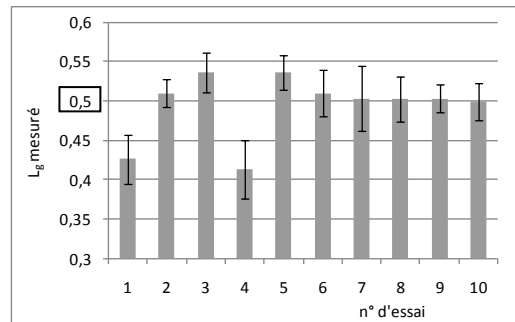


Figure 2.7 : Mesure de  $L_g$  lors de 10 mises en place pour une consigne de  $L_g = 0,5$  mm

On observe que la majorité des mesures sont proches de la valeur cible mais que des mesures extrêmes avec une erreur de  $90 \mu\text{m}$  (18 %) peuvent apparaître. De plus, des variations de l'ordre de  $\pm 30 \mu\text{m}$  (6 %) sont mesurées le long de la circonférence d'une même pièce. Ces variations peuvent avoir un impact sur la reproductibilité ainsi que sur l'homogénéité circonférentielle de la soudure.

2. Les pièces entourées par leurs électrodes sont placées sur les supports en laiton.

3. La buttée est réglée de façon à repousser l'épaulement de l'électrode et éviter son contact avec le support en laiton.

4. Les pièces sont mises en contact afin de s'assurer que les pièces sont bien en butée

5. Les mors de serrage sont serrés à la main avec une clé Allen jusqu'au maximum de serrage possible manuellement.

La mise en place des pièces est une étape primordiale au bon déroulement du soudage puisque durant la mise en place, l'un des paramètres opératoire ( $L_g$ ) est fixé. Le suivi de ces étapes doit permettre de limiter le glissement des pièces dans leur électrode lors de l'application de la force de soudage ainsi que de limiter le risque de perte d'alignement en cours de soudage.

### 2.3.1.3. Géométrie des électrodes

Les électrodes sont des éléments fondamentaux de la tête de soudage puisqu'elles constituent les amenées de courant en contact avec les pièces à souder. Elles sont réalisées en CuCrZr et fournies par la société TECHNAX industrie. Elles ont la forme d'une bague fendue dont le diamètre intérieur est ajusté au diamètre extérieur des pièces. La Figure 2.8 montre une photo de l'électrode ainsi qu'un schéma de ses dimensions.

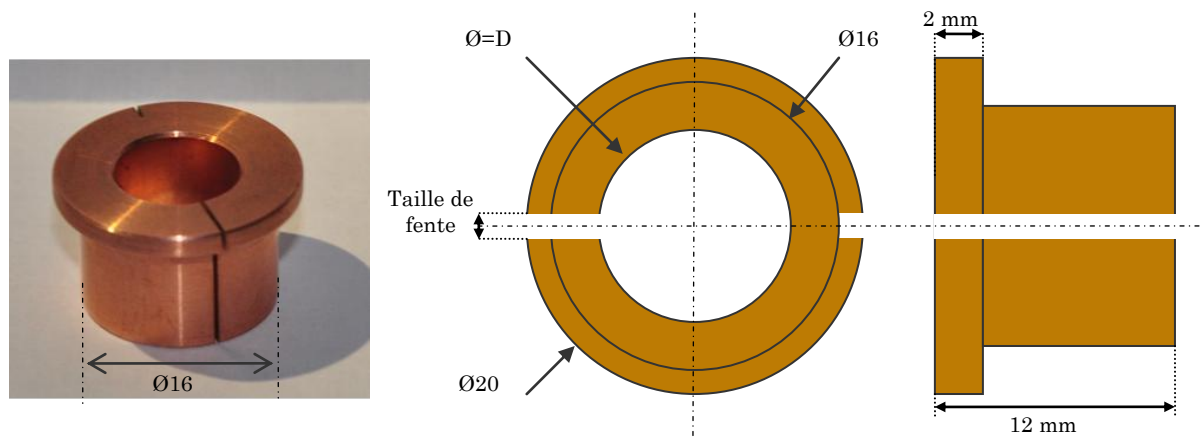


Figure 2.8 : Photo et dimensions (mm) des électrodes sous la forme de bagues fendues

La fente réalisée dans la bague permet d'en assurer le serrage à l'aide du mors. Cependant, cette fente génère une singularité et brise la symétrie de révolution du système. Une étude de dimensionnement expérimentale et numérique menée en début de la thèse a montré que lorsque la taille de fente était importante (1 mm), les températures obtenues dans l'axe de celle-ci étaient plus faibles qu'aux autres points de la circonférence. De plus la fente crée une singularité dans la déformation des pièces puisque la matière de la gaine se trouvant dans la fente ne peut s'appuyer sur l'électrode lors de sa déformation [82]. La taille de fente de la bague a donc été réduite au minimum des capacités de découpe (300  $\mu\text{m}$ ) afin de limiter ces deux phénomènes.

De plus, nous avons montré [82] que les effets de la fente de l'électrode entourant le bouchon et de celle entourant la gaine s'additionnaient et qu'il était donc préférable de disposer les pièces de façon à mettre les deux fentes à 180° l'une de l'autre. Ces deux résultats ont fait l'objet d'un brevet (dépôt en cours) portant sur la géométrie et le positionnement des électrodes de soudage.

Lors de l'approvisionnement des électrodes par la société TECNAX industrie, nous avons observé une variation de la géométrie de celle-ci. En effet, certaines électrodes possèdent un chanfrein sur la surface intérieure alors que certaines n'en possèdent pas comme schématisé sur la Figure 2.9.

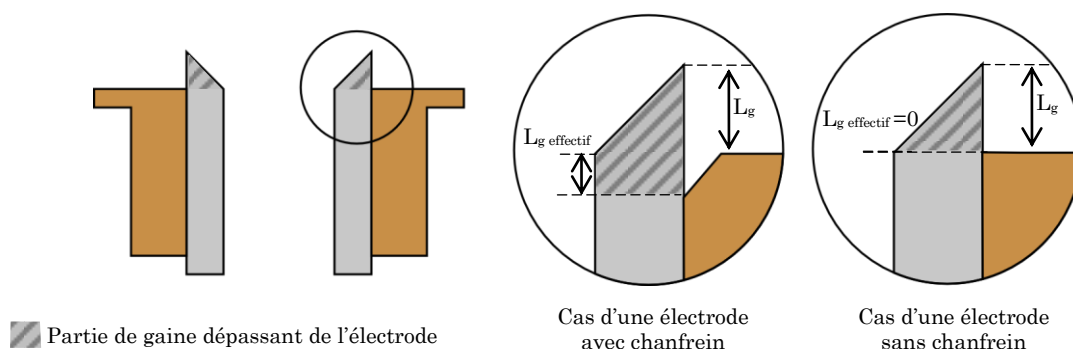


Figure 2.9 : Représentation du chanfrein réalisé sur certaines électrodes avec mise en avant du paramètre  $L_g$  effectif et de la partie de gaine dépassant de l'électrode

Par la suite, on pourra utiliser la notion de longueur de gaine dépassant effectivement de l'électrode ( $L_g$  effectif). Cette grandeur est représentée sur la Figure 2.9. Cette mesure permet de rendre compte de la longueur de gaine de section nominale qui dépasse effectivement de l'électrode. Cette grandeur peut être nulle et peut même être négative.

Elle possède l'avantage, par rapport à  $L_g$ , de rendre compte de l'angle du chanfrein de la gaine mais aussi de la présence ou de l'absence d'un chanfrein sur l'électrode. Cependant, cette mesure n'est pas facilement accessible lors de la mise en place de la gaine dans son électrode ce qui justifie de l'utilisation de  $L_g$  comme paramètres opératoire. Par la suite, on utilisera aussi le terme de « partie de gaine dépassant de l'électrode » qui désigne la partie hachurée sur la Figure 2.9.

Lorsqu'un chanfrein est présent sur l'électrode, il possède des dimensions inconstantes le long de la périphérie de l'électrode. Son angle est estimé à  $45^\circ$  et sa profondeur peut varier entre 150 et 200  $\mu\text{m}$  au sein d'une même électrode ce qui modifie  $L_g$  effectif. Ces variations peuvent avoir un impact sur l'homogénéité circonférentielle de la soudure.

La présence ou l'absence d'un chanfrein modifie aussi la valeur de  $L_g$  effectif et peut donc avoir un impact sur le déroulement du soudage et sur la soudure finale obtenue.

### 2.3.2. Armoire de commande et paramètres opératoires

L'armoire de commande permet de spécifier les paramètres du cycle de soudage. Les valeurs introduites seront appelées valeurs de consigne.

#### 2.3.2.1. Cycle de force

La force peut être ajustée en cours de procédé à deux valeurs différentes afin, par exemple, de spécifier une valeur différente au cours de l'étape de soudage et au cours de l'étape de forgeage. Cependant en pratique, le temps de réaction du vérin pneumatique est trop long pour pouvoir configurer des cycles de force complexes. Les paramètres opératoires du cycle de force utilisé sont exposés sur la Figure 2.10.

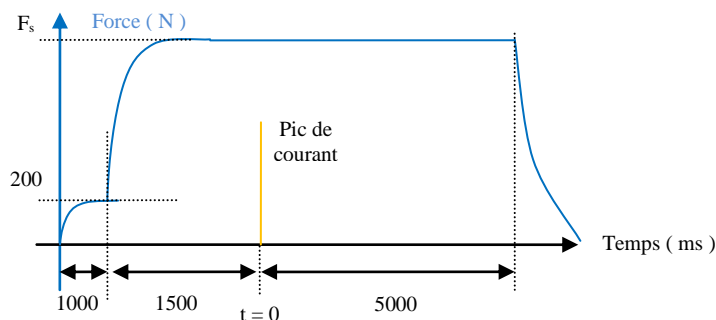


Figure 2.10 : Représentation de la consigne d'évolution de la force en cours de soudage en fonction du temps

Comme indiqué sur la Figure 2.10, le cycle de force est constitué d'un palier de 1000 ms à une valeur basse (environ 200 N) afin d'effectuer l'accostage des pièces suivi de l'application de la force de soudage  $F_s$  durant 1500 ms avant d'effectuer le cycle de soudage (pic de courant). Enfin la force est maintenue pendant 5000 ms afin de réaliser le forgeage. Ces paramètres sont les paramètres utilisés pour une grande majorité des essais. En cas de variation dans le cycle de force, celui-ci sera spécifié explicitement.

#### 2.3.2.2. Cycle de courant

Le cycle de courant classique met en jeu une seule impulsion et est exposé sur la Figure 2.11.

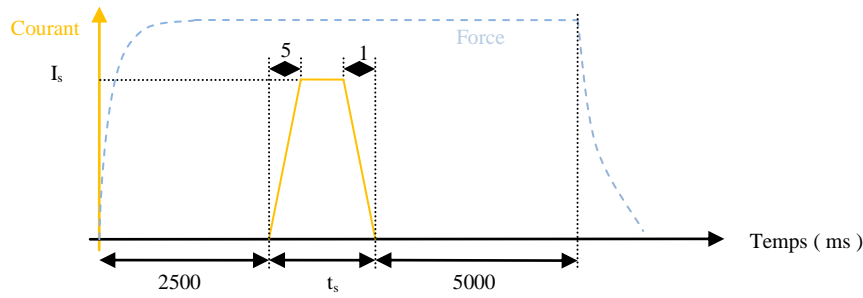


Figure 2.11 : Représentation de la consigne d'évolution de l'intensité du courant en cours de soudage en fonction du temps

Ces paramètres sont les paramètres utilisés pour une grande majorité des essais. En cas de variation dans le cycle de courant, celui-ci sera spécifié explicitement. Comme indiqué sur la Figure 2.11, le cycle de courant est composé d'une impulsion de courant à l'intensité  $I_s$  durant un temps  $t_s$ . L'intensité  $I_s$  est atteinte après 5 ms. La descente en courant s'effectue en 1 ms.

### 2.3.2.3. Synthèse des paramètres opératoires principaux

Le cycle de soudage est contrôlé par de nombreux paramètres opératoires. Au cours de cette étude, un certain nombre de paramètres ont été fixés (durée de montée et de descente du courant, durée de l'accostage, durée du forgeage)

En soudage par résistance, nous avons vu que trois paramètres opératoires sont fondamentaux : la force, l'intensité du courant et le temps de soudage. Dans le cas du soudage par résistance en bout des gainages combustibles en acier ODS, la longueur de gaine dépassant de l'électrode a été identifiée comme un quatrième paramètre opératoire fondamental.

Les quatre paramètres opératoires principaux retenus sont reportés dans le Tableau 2.2. Par la suite, on pourra noter ces paramètres opératoires comme un quadruplet : ( $F_s$  ;  $I_s$  ;  $t_s$  ;  $L_g$ ).

Notation	Nom	Unité
$F_s$	Force de soudage	N
$I_s$	Intensité du courant de soudage	kA
$t_s$	Temps de soudage	ms
$L_g$	Longueur de gaine dépassant de l'électrode	mm

Tableau 2.2 : Paramètres opératoires principaux étudiés.

## 2.4. Technique de caractérisation du soudage

L'installation est instrumentée afin de mesurer des paramètres fondamentaux du cycle de soudage et contrôler les consignes. Les grandeurs mesurées sont :

- l'intensité du courant à l'aide d'une boucle de Rogowski ;
- la force appliquée à l'aide d'une rondelle piézoélectrique ;
- le déplacement de la partie mobile à l'aide d'un capteur sans contact à courant de Foucault ;
- le potentiel électrique entre les mors à l'aide de câbles de mesure de tension.

L'ensemble de ces données est enregistrée sur un enregistreur numérique SEFRAM DAS1400 possédant 18 voies d'acquisition en parallèle. Les différentes mesures sont donc

enregistrées aux mêmes instants (pas de décalage entre les différentes mesures). La période d'échantillonnage est de 10  $\mu$ s.

## 2.4.1. Grandeurs mesurées en cours de soudage

### 2.4.1.1. Mesure du courant

Le courant de soudage est un paramètre opératoire. Il est nécessaire de le mesurer afin de connaître précisément sa valeur et ses variations par rapport à la consigne. La mesure est effectuée à l'aide d'une boucle de Rogowski, appareil permettant de mesurer l'intensité d'un courant variable.

L'appareil est composé d'une bobine formant une boucle autour d'un fil dont on souhaite connaître l'intensité le traversant. La tension aux bornes de la bobine est proportionnelle à la variation du courant dans le fil. Un intégrateur est ensuite nécessaire afin d'obtenir une tension proportionnelle à l'intensité du courant. La valeur de l'intensité du courant est ensuite obtenue par calibrage de l'appareil.

La boucle de type PEM CWT 150R est placée autour du fil qui amène le courant. La Figure 2.12 présente la boucle de mesure en place ainsi qu'un exemple du courant mesuré pour une consigne de 16 kA pendant 13 ms.

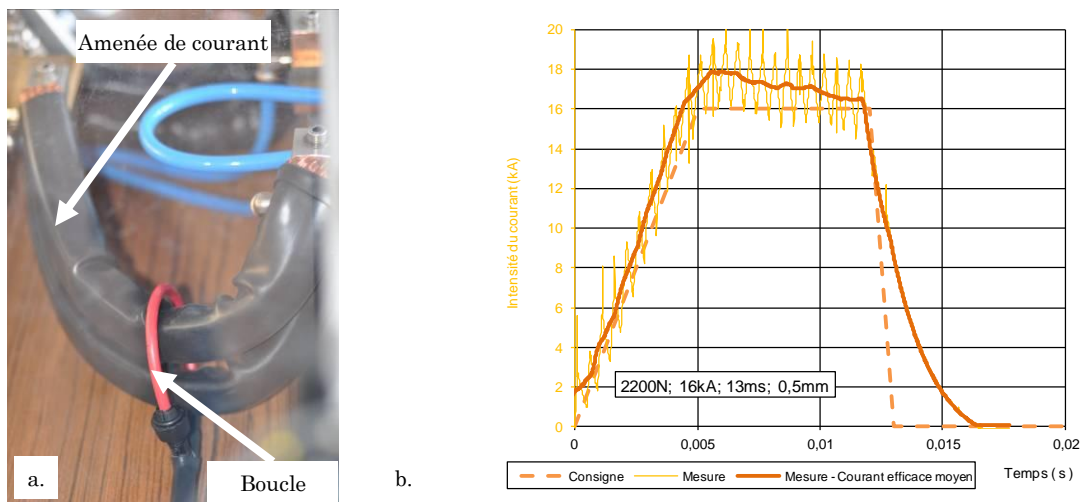


Figure 2.12 : a. Boucle de Rogowski mise en place  
b. Exemple de mesure typique de l'intensité du courant en fonction du temps en cours de soudage

Le courant délivré est un courant alternatif à 1 kHz redressé et lissé. Le courant efficace moyen (sur 1 période) est supérieur à la consigne (différence maximale de 1,9 kA, 12%) et tend à diminuer au cours du palier de courant. La rampe de montée du courant en 5 ms, est bien conforme à la consigne. La descente est plus lente que la consigne (en 4 ms au lieu de 1 ms). On notera qu'après la descente, le courant mesuré devient négatif (pouvant aller jusqu'à -1 kA). Cette inversion n'est pas observée sur les mesures de tension et est donc probablement due à une dérive de la mesure de courant au court du temps. La décroissance de la mesure de courant durant le palier de courant peut donc aussi être dû à cette dérive de la mesure.

### 2.4.1.2. Mesure de la force

La force de soudage est un paramètre opératoire. Cependant, il est nécessaire de la mesurer afin de connaître précisément sa valeur et ses variations. La mesure est

effectuée à l'aide d'une rondelle de charge piézoélectrique, appareil permettant de mesurer une force. Une déformation de la rondelle piézoélectrique modifie la capacité mesurée à ses bornes par effet piézoélectrique. Cette capacité est proportionnelle à la déformation et peut donc être ensuite étalonnée pour être proportionnelle à la force.

Le capteur de type KISTLER 9102A associé à un amplificateur de charge modèle 5015A1000 a été calibré une fois mis en place sur l'installation afin que la mesure de force corresponde à la consigne. La rondelle est placée entre le vérin et la partie mobile de la tête de soudage afin que l'ensemble de la force transmise à la partie mobile par le vérin passe par la rondelle. La Figure 2.13 présente la rondelle mise en place ainsi qu'un exemple de mesure pour une consigne de  $F_s = 2200$  N.

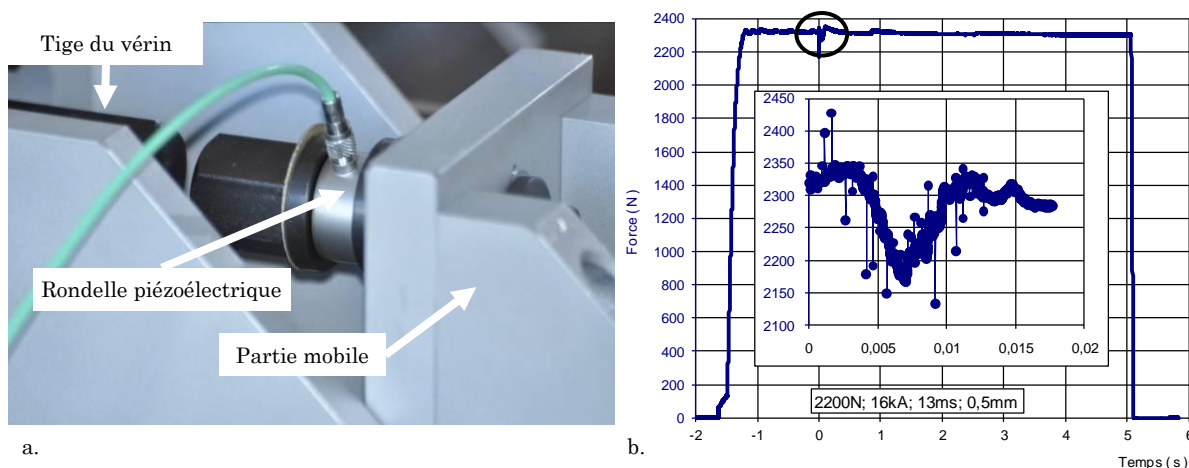


Figure 2.13 : a. Rondelle piézoélectrique mise en place  
b. Exemple de mesure typique de la force en fonction du temps en cours de soudage

La consigne de force ne peut être réglée avec une précision supérieure à 40 N. La force mesurée est, malgré l'étalonnage, supérieure à la consigne (+ 110 N, 5%). Au moment du passage du courant ( $t = 0$  ms à  $t = 15$  ms), on observe que la consigne n'est pas maintenue du fait que les pièces sont en déplacement et une diminution de la force de l'ordre de 150 N est observée. Hormis durant le passage du courant, la force appliquée est proche d'un essai à l'autre ( $\pm 20$  N à 2200 N, 1 %).

#### 2.4.1.3. Mesure de déplacement

Le déplacement des pièces est une conséquence de l'écrasement des pièces sous l'effet de la température et de la force. Le déplacement de la partie mobile est mesuré par un capteur à courant de Foucault, détecteur permettant de mesurer sans contact la distance le séparant d'une cible métallique. Lorsque la cible métallique arrive à proximité du capteur, celui-ci génère dans la cible des courants de Foucault à l'aide d'un champ magnétique qui est alors atténué par ces courants induits (loi de Lenz). Cette atténuation dépend de la distance entre le capteur et la cible.

Le capteur de type MICRO-EPSILON ES4 avec un amplificateur modèle NCDT3300 est installé en vis-à-vis d'une plaque métallique reliée à la partie mobile de la tête de soudage. Il mesure donc le déplacement du bouchon par rapport à la gaine avec une précision de 0,1  $\mu$ m. La Figure 2.14 présente la position du capteur ainsi qu'une mesure type du déplacement.

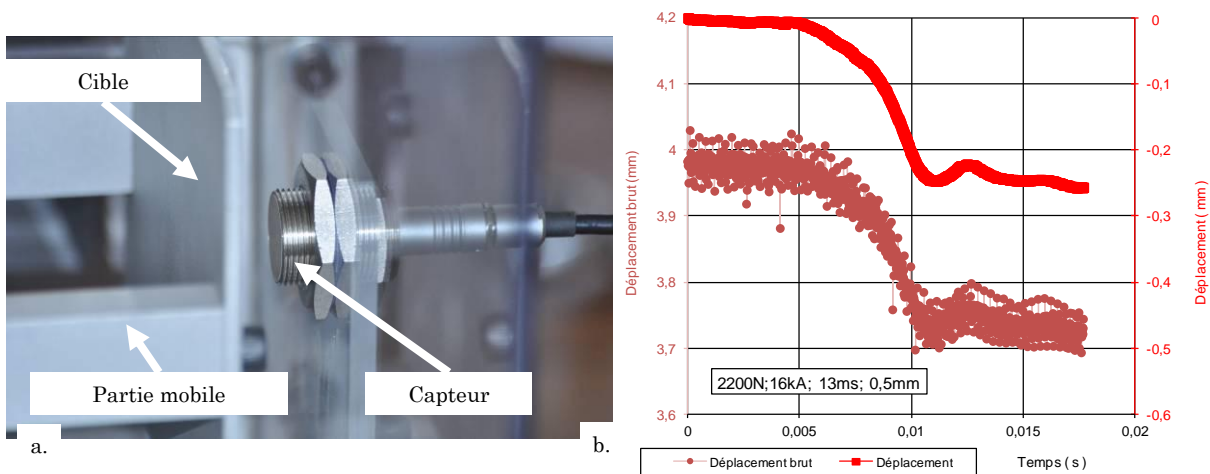


Figure 2.14 : a. Capteur à courant de Foucault mis en place  
 b. Exemple de mesure typique du déplacement en fonction du temps en cours de soudage

La mesure de déplacement brut du bouchon par rapport à la gaine est fortement perturbée. Une moyenne sur 50 points (0,5 ms) est donc réalisée afin de rendre la mesure exploitable (moyenne réalisée à posteriori). La référence pour le déplacement (déplacement nul) est prise à  $t = 0$  ms alors que les pièces sont compressées sous l'effet de la force de soudage. Une mesure type correspond à une première phase où le déplacement n'évolue que peu suivi d'une phase où il diminue fortement (cette phase sera appelée l'affaissement). Après cette forte diminution, on observe des oscillations dans la courbe de déplacement. Ces oscillations sont imputées à la rigidité de l'installation.

#### 2.4.1.4. Mesure de la différence de potentiel entre les mors

La mesure de potentiel au niveau des mors est réalisée à l'aide de fils de cuivre d'un diamètre de 2,5 mm sertis d'œillet et placés au niveau des vis de serrage des mors. Le potentiel de référence est le potentiel du mors enserrant la gaine, c'est-à-dire celui de la partie fixe de la tête de soudage. La Figure 2.15 présente la position des fils de mesure ainsi qu'une mesure type de la différence de potentiel entre les mors ( $ddp_{\text{mors}}$ ).

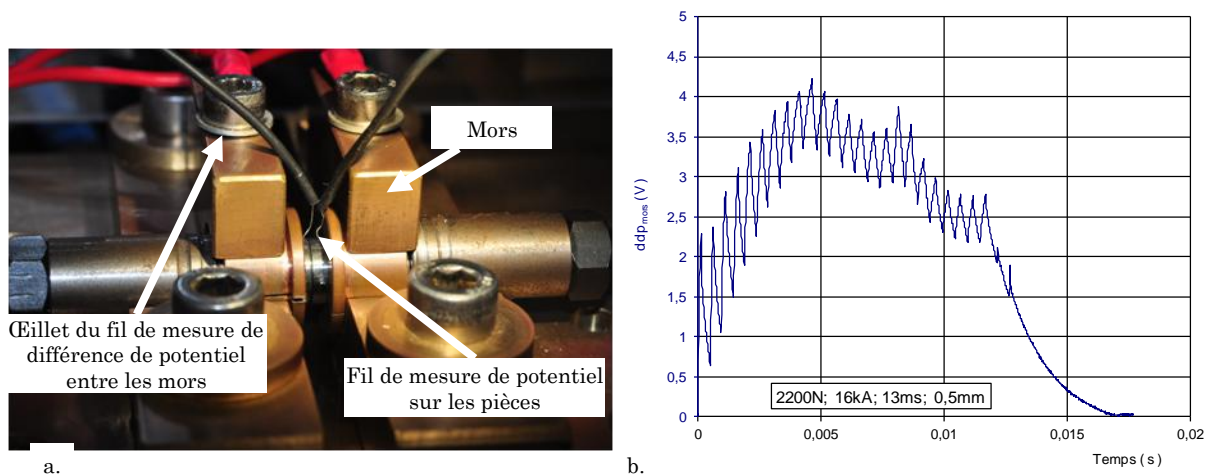


Figure 2.15 : a. Fils de mesure de potentiel mis en place sur les pièces et sur les mors  
 b. Exemple de mesure typique de la différence de potentiel entre les mors en fonction du temps en cours de soudage

On observe que la mesure de tension suit la forme de la mesure de courant (voir Figure 2.12). On notera que contrairement à la mesure de courant, la mesure de tension ne devient pas négative après la décroissance de courant mais devient très faible. La mesure de tension permet principalement de calculer la résistance entre les mors (voir paragraphe 2.4.2.1).

#### 2.4.1.5. Mesure de potentiel sur les pièces

Pour certains essais, des mesures de potentiel ont été réalisées sur les pièces à souder à l'aide de fil monobrin. Une boule est réalisée à l'extrémité du fil par décharge électrique. Cette boule est ensuite sertie sur l'éprouvette dans un perçage de 400  $\mu\text{m}$  de diamètre et 300  $\mu\text{m}$  de profondeur. Un exemple de mise en place de mesure est présenté sur la Figure 2.15. La mesure de tension sur les pièces permet entre autre de calculer l'évolution de la résistance en cours de soudage de façon plus locale que pour la mesure entre les mors.

Ces mesures de potentiel n'ont pas été menées systématiquement du fait que les fils de mesure ne pouvaient être placés directement sur l'installation, nécessitait une préparation particulière des éprouvettes et limitait les paramètres opératoires accessibles du fait de l'encombrement créé par la mesure.

#### 2.4.1.6. Mesure de températures sur les pièces

Les mesures de température sont réalisées à l'aide de thermocouples de type K. Les fils de 100  $\mu\text{m}$  composant le thermocouple (chromel et alumel) sont soudés entre eux par décharge électrique afin de former une boule soudée qui est ensuite sertie sur la pièce selon le même protocole que pour les mesures de potentiel sur les pièces.

La Figure 2.16 montre un exemple de la mesure de température réalisée lors d'un essai de soudage, sur le bouchon, à 1,5 mm du contact entre pièces.

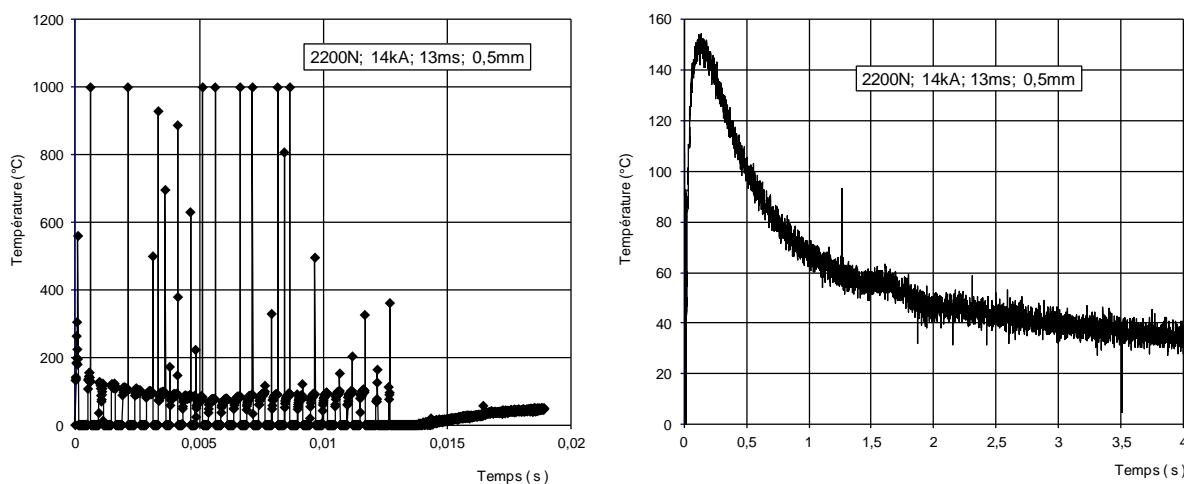


Figure 2.16 : Exemple de mesure typique de la température en fonction du temps réalisée sur le bouchon en cours de soudage

La mesure de température est erratique durant le passage du courant. De plus, on observe qu'au moment de l'arrêt du courant ( $t = 13 \text{ ms}$ ), la mesure de température retombe alors à une valeur nulle avant d'augmenter.

La mesure de température atteint son maximum environ à  $t = 100 \text{ ms}$  soit bien après l'arrêt du courant ( $t = 13 \text{ ms}$ ). Le temps de réponse du thermocouple est donc trop long



pour observer le chauffage dû au passage du courant. Cependant la mesure peut être utilisée pour observer la cinétique de refroidissement.

Durant le passage du courant, le thermocouple se trouve sur une pièce présentant de forts gradients de potentiel ( $> 1 \text{ V}\cdot\text{mm}^{-1}$ ). La boule du thermocouple ( $\text{Ø } 400 \mu\text{m}$ ) se trouve donc elle-même dans un gradient de potentiel pouvant atteindre plusieurs centaines de millivolt, bien supérieur à la différence de potentielle obtenue par effet Seebeck (quelques  $\text{mV}/100^\circ\text{C}$ ).

Il est donc très complexe de mesurer la température des pièces en cours de soudage du fait de l'inertie du capteur ainsi que de sa perturbation du fait du gradient de potentiel. Pour les mesures de température, seule la cinétique de refroidissement peut être exploitée. La simulation numérique doit permettre de compenser le manque de données thermiques accessibles par les mesures expérimentales.

De même que pour la mesure de tension, ces mesures nécessitant une préparation particulière de l'éprouvette n'ont pas été réalisées systématiquement.

## 2.4.2. Grandeurs calculées

A partir de mesures réalisées par les capteurs mis en place sur l'installation, plusieurs grandeurs sont calculées en fonction du temps.

### 2.4.2.1. Mesure de la résistance électrique entre les mors

La mesure de la résistance électrique entre les mors (dans la suite de ce document, le terme « résistance » désignera par défaut la résistance électrique) est obtenue par le rapport entre la différence de potentiel entre les mors et l'intensité du courant. La Figure 2.17 présente une mesure type de la résistance entre les mors ( $R_{\text{mors}}$ ).

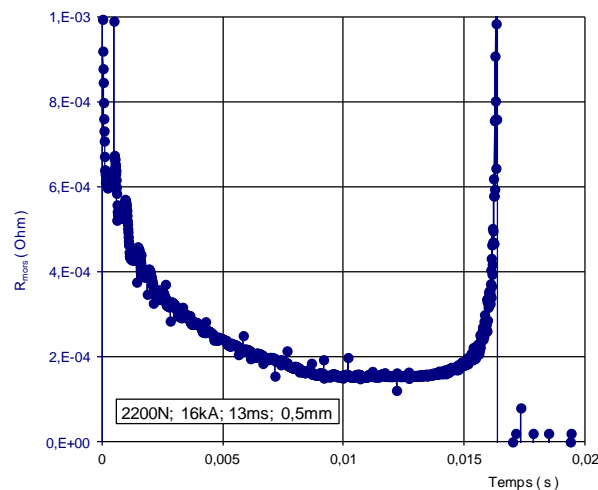


Figure 2.17 : Exemple de mesure typique de la résistance entre les mors en fonction du temps en cours de soudage

On observe une décroissance de la mesure de résistance au cours de l'étape de soudage. En fin d'étape de soudage, on observe que la résistance croît fortement. La croissance de la résistance correspond au moment où le courant diminue et devient négatif du fait de sa dérive. La valeur du courant passant par zéro fait tendre celle de la résistance vers l'infini. Cette croissance de la résistance ne représente donc pas un phénomène physique et est donc uniquement dû à la dérive de la mesure de l'intensité du courant.

La résistance mesurée est la somme de plusieurs résistances :

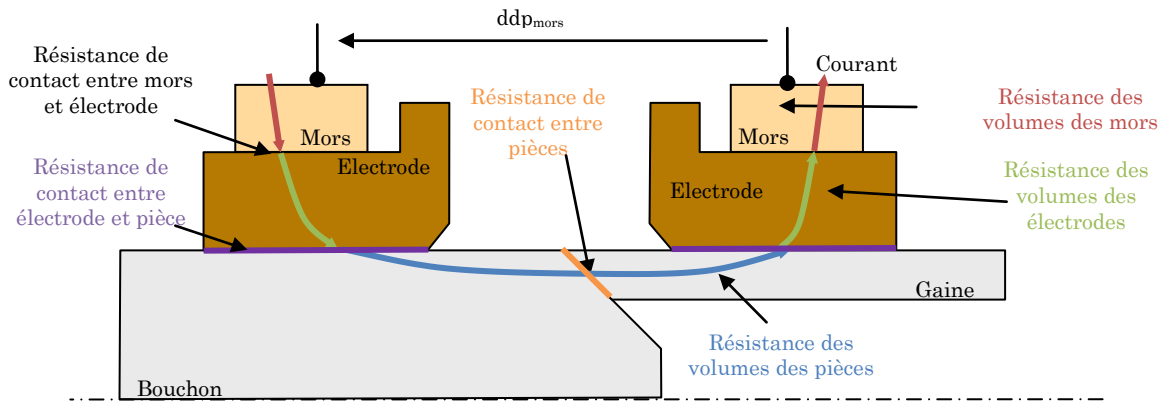


Figure 2.18 : Résistances électriques (de contact et volumiques) traversées lors du passage du courant d'un mors à l'autre

- résistance des volumes des mors ;
- résistance de contact mors et électrode ;
- résistance des volumes des électrodes ;
- résistance de contact entre électrode et pièce ;
- résistance des volumes des pièces ;
- résistance de contact entre pièces (bouchon et gaine).

L'identification de certaines de ces résistances est réalisée dans le Chapitre 3 (paragraphe 3.2.4) afin de servir de données d'entrée à la simulation numérique.

#### 2.4.2.2. Mesure de l'énergie électrique dissipée

La mesure de l'énergie électrique dissipée (appelée plus simplement énergie) est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$E(t) = \int_0^t ddp_{mors} \times I \times dt \quad \text{eq. 2.1}$$

L'enregistrement étant réalisé de manière numérique, l'intégration est réalisée par la méthode des rectangles. La Figure 2.19 présente une mesure typique de l'énergie en fonction du temps.

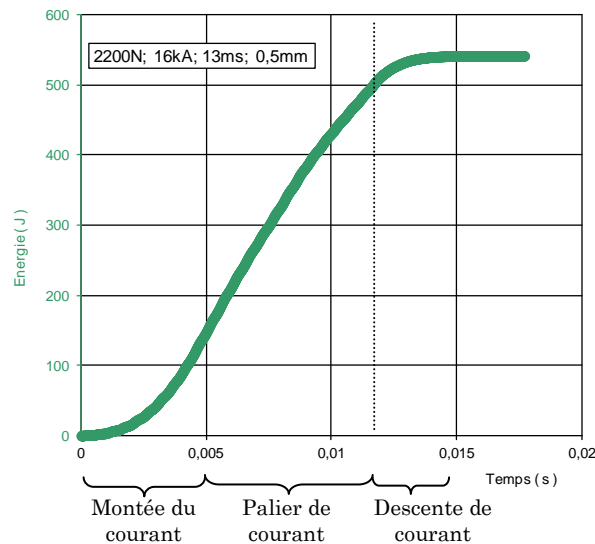


Figure 2.19 : Exemple de mesure typique de l'énergie en fonction du temps en cours de soudage

La croissance de l'énergie se déroule en 3 étapes. Une première étape liée à la montée du courant qui entraîne une croissance en énergie de plus en plus importante. Une étape quasi-linéaire est ensuite présente jusqu'à diminution du courant ou le taux d'accroissement de l'énergie diminue.

## 2.5. Techniques de caractérisation des soudures

Au cours de l'étude, les pièces (soudées ou non) ont été caractérisées par plusieurs techniques complémentaires.

### 2.5.1. Préparation des échantillons

La méthode de préparation des échantillons dans le cas d'une éprouvette soudée est illustrée sur la Figure 2.20.

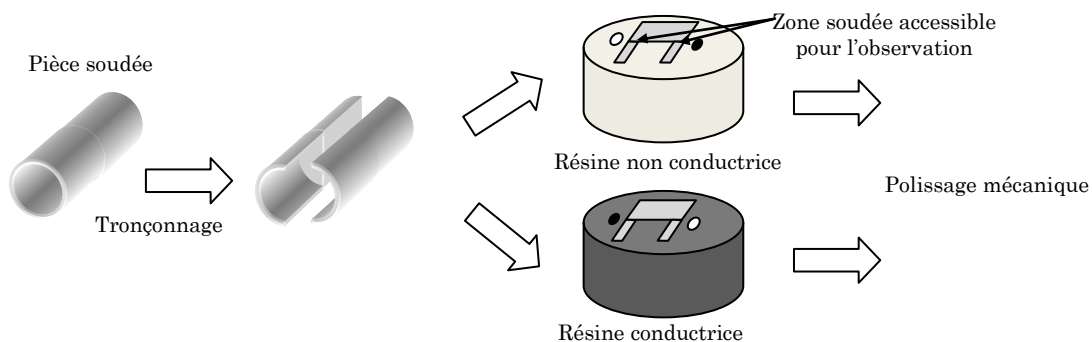


Figure 2.20 : Méthode de préparation des échantillons pour les caractérisations par microscopies

Après soudage, les pièces sont en premier lieu tronçonnées. Les deux moitiés sont enrobées dans une résine à froid sous pression atmosphérique afin d'éviter la déformation des gaines. L'une des moitiés est enrobée dans une résine conductrice alors que l'autre est enrobée dans une résine non conductrice. Elles sont ensuite polies par polissage mécanique. Chaque moitié est utilisée pour des caractérisations différentes. Pour chaque moitié, deux cotés de la soudure sont accessibles (repéré par un point blanc

et un point noir sur la Figure 2.20). Certaines observations réalisées du même côté de la soudure (exemple, côté du point blanc) peuvent donc présenter des observations légèrement différentes du fait de l'épaisseur du trait de coupe et de la profondeur de polissage. Dans la suite, le terme « faces en vis-à-vis » désignera deux faces situées du même côté de la soudure (exemple le point blanc) mais chacune sur une moitié de la soudure. La « face opposée » désignera la seconde face accessible située sur la même moitié.

### **2.5.2. Observations au microscope optique**

Les observations au microscope optique permettent d'évaluer la compacité de la soudure (observations sans attaque métallographique) ainsi que la microstructure de la zone soudée (observations après attaque métallographique).

L'observation de la compacité des soudures est réalisée à l'aide d'un microscope optique sous lumière blanche à un grossissement x50 sur la moitié de la pièce enrobée dans la résine conductrice. La taille limite de défaut visible est de 5  $\mu\text{m}$  environ.

L'observation optique de la microstructure est réalisée après attaque métallographique (20 mL d'eau distillé, 20 mL d'acide chloridrique à 37 %, 15 mL d'acide nitrique à 65 % pendant 20 à 30 secondes) sur la moitié enrobée dans la résine non conductrice.

### **2.5.3. Caractérisations à la microsonde de Castaing**

Les caractérisations à la microsonde de Castaing permettent d'étudier la répartition des renforts afin de caractériser une éventuelle modification de la dispersion des oxydes consécutive à un cycle de soudage.

Ces observations permettent de quantifier la teneur en éléments choisis. Le principe fondamental de la mesure est la collecte des photons X émis par la désexcitation d'un atome suite à un bombardement électronique focalisé. L'analyse de ces photons X peut se faire soit par dispersion de longueur d'onde (capteur WDS) soit par dispersion d'énergie (capteur EDS). Il est possible de réaliser une cartographie d'une zone par déplacement du support et par des pointés successifs.

Dans cette étude, les observations sont réalisées à l'aide d'une microsonde de type CAMECA SX100 avec une tension accélératrice de 20 kV et un courant d'échantillon de 50 nA. Les observations sont réalisées sur la partie de pièce soudée enrobée dans la résine conductrice. Sauf précisions contraires, les cartographies de la répartition des éléments sont réalisées en un seul balayage de la zone par des pointés successifs avec un pas de 1  $\mu\text{m}$  (résolution) et un temps de survol de 7 à 10 ms. Les pourcentages atomiques et massiques sont ensuite recalculés à partir de fiches de calibration expérimentale sans rééquilibrage à 100 %. Pour les analyses par EDS, aucune correction du bruit de fond n'est apportée (durée d'acquisition trop long). Les éléments quantifiés par WDS sont le titane, l'yttrium et l'aluminium. Le fer, le chrome et l'oxygène sont quantifiés par EDS.

Le volume échantillonné en chaque point analysé est de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$  du fait de la taille de la zone d'interaction. Il est cependant possible de réaliser des cartographies par pointés successifs avec des pas inférieurs à 1  $\mu\text{m}$  afin d'améliorer la qualité des images. Cependant, cela ne diminue pas le volume analysé. La microsonde permet donc de détecter des modifications micrométriques de la répartition des renforts. Des modifications à une échelle plus faible (augmentation de la taille des renforts) ne sont pas observables. De même, la formation de composés de petites tailles tels des carbures ne peut être mise en évidence sauf s'il y a en plus regroupement dans une zone préférentielle. Enfin, du fait qu'il n'y ait pas de correction du bruit de fond pour les

analyses EDS, seul un accroissement significatif de la quantité d'un élément peut être détecté.

#### **2.5.4. Caractérisations par diffraction des électrons rétrodiffusés**

La caractérisation par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) permet d'analyser la structure cristallographique par microscopie électronique à balayage (MEB) de la zone analysée. Dans cette étude, elle est utilisée afin d'étudier les modifications de la microstructure liées à l'étape de soudage en termes de taille et d'orientation cristallographique des grains.

Le principe fondamental est la diffraction d'un faisceau d'électrons focalisé sur les plans cristallins de la pièce étudiée qui est inclinée à 70 ° par rapport au faisceau. Le cône de diffraction formé pour chaque famille de plans est intercepté par un écran phosphorescent et forme des lignes de Kikuchi. Le schéma formé par les lignes est ensuite ramené à l'orientation de la maille sous la condition d'en connaître la structure et la composition. Il est possible de réaliser une cartographie de cette zone en la balayant par des pointés successifs.

Les observations sont réalisées sur la moitié des pièces qui est enrobée dans la résine conductrice. Afin de faciliter l'observation, les pièces enrobées et polies mécaniquement sont soumises à un polissage vibratoire à la silice colloïdale pendant trois à cinq heures.

Les observations sont réalisées à l'aide d'un MEB EVO50 de ZEISS équipé d'un filament en LaB<sub>6</sub> et d'un détecteur EBSD de type TSL OIM. Les cartographies sont réalisées à 20 kV et 1 nA. La résolution des cartographies dépend de la taille de la zone observée et sera précisée au cas par cas.

#### **2.5.5. Microscope électronique à transmission**

Les observations par microscopie électronique à transmission permettent d'observer la structure du matériau jusqu'à une échelle nanométrique. Dans cette étude, elles permettent notamment d'observer la taille et la morphologie des renforts nanométriques.

Le principe fondamental est l'observation du faisceau électronique transmis à travers une éprouvette suffisamment mince. L'image n'est pas formée par balayage du faisceau électronique focalisé mais par « éclairage » d'une partie de la zone à observer. Cependant, un faisceau balayant focalisé peut être utilisé afin de réaliser des analyses par EDS-STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy).

Pour l'observation du matériau de base, les lames minces sont tronçonnées dans la matière puis affinées jusqu'à 100 µm par polissage mécanique. Les échantillons sont ensuite polis par méthode électrolytique à l'aide d'un amincisseur électrolytique de type TENUPO de chez STRUERS dans une solution électrolytique (1 L de méthanol, 200 mL d'acide sulfurique à 96 %) jusqu'à perçage à 0 °C et 17 V.

Une lame mince à été prélevée sur une soudure par EDF les Renardières à l'aide d'un appareillage de type Dual Beam.

Les observations sont alors réalisées à l'aide d'un microscope JEOL 2200FX à effet de champ sous une tension de 200 kV en champ clair. L'analyse chimique est réalisée à l'aide d'un système EDS-STEM

## **2.6. Les plans d'expériences**

La méthode des plans d'expériences est utilisée dans cette étude afin d'évaluer l'influence des paramètres opératoires sur les résultats obtenus à l'aide des mesures en

cours de soudage, des observations réalisées sur les soudures ou encore à l'aide des simulations numériques.

La méthode des plans d'expériences est une méthode permettant de calculer les effets de facteurs (comme des paramètres opératoires) sur des réponses (comme des mesures). De nombreuses méthodes de plan d'expériences existent. La définition du vocabulaire de cette méthode ainsi que le calcul de certaines de ces grandeurs sont exposés en Annexe 2.

Au cours de cette étude, différents plans d'expériences ont été menés. Afin de faciliter la comparaison de ceux-ci, tous les plans d'expériences ont été réalisés avec 4 facteurs exprimés à 2 niveaux. La matrice d'essai est une matrice L16 (16 essais réalisés par plan) afin de réaliser un plan d'expériences factoriel complet (ensemble des combinaisons possibles). Nous avons choisi d'approcher la réponse par un modèle linéaire avec interaction d'ordre 1.

Au cours de l'étude nous avons réalisé 3 plans d'expériences. La dénomination de ces différents plans ainsi que la plage de paramètres opératoires et le matériau étudiés sont présenté dans le Tableau 2.3.

Dénomination	Catégorie du matériau étudié	Fs (N)		Is (kA)		ts (ms)		Lg (mm)	
		-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1
<b>Kanthal</b>	20Cr-non ODS	1800	2600	12	16	10	15	0,2	0,8
<b>PM2000-1</b>	20Cr-ODS	1800	2600	14	18	10	15	0,2	0,8
<b>PM2000-2</b>	20Cr-ODS	1800	2600	14	18	10	15	0,2	0,8

*Tableau 2.3 : Plages étudiées de paramètres opératoires lors des différents plans d'expériences utilisés dans cette étude*

Le plan d'expérience servant de référence à cette étude est le plan PM2000-1 pour lequel les essais expérimentaux ont été complétés d'une simulation numérique pour chaque essai.

Ce plan est réalisé une seconde fois (plan PM2000-2) mais avec des électrodes différentes (absence de chanfrein, voir paragraphe 2.3.1.3). Ce plan permet de mettre en avant certains caractères reproductibles au cours des essais mais aussi les différences liées à la géométrie de l'électrode.

Le plan Kanthal, ayant servi à pré-dimensionner la plage étudiée lors du plan PM2000-1, est réalisé sur une plage pour laquelle l'intensité du courant est plus faible de 2 kA. Il permet cependant de préciser l'effet de la modification des propriétés du matériau sur le soudage et la soudure suite à l'ajout de renforts.

## 2.7. Synthèse

La méthode des plans d'expériences est appliquée à l'étude du soudage par résistance d'éprouvettes représentatives du gainage combustible d'un RNR-Na.

L'étude est menée à l'aide d'une installation expérimentale de soudage. Cette installation est instrumentée ce qui permet d'obtenir in-situ des informations électriques et mécaniques lors du soudage. Cependant les mesures de températures, pourtant fondamentales pour la compréhension des phénomènes, se heurtent à des difficultés de mise en œuvre. Une simulation numérique par éléments finis a donc été développée afin de pallier cette difficulté.

## Chapitre 3

### Modèle numérique

Le développement d'une simulation numérique du procédé de soudage par résistance appliqué à la configuration géométrie du gainage combustible répond à deux objectifs principaux :

- pallier les difficultés rencontrées dans l'estimation in situ des températures lors des essais de soudage ;
- aider à l'interprétation et à la compréhension des résultats expérimentaux.

Cette simulation réalisée par la méthode des éléments finis a été développée en utilisant le logiciel SYSWELD (développé par ESI group).

L'objectif est de disposer d'une simulation numérique du procédé de soudage capable de donner des résultats cohérents avec les essais expérimentaux sur l'ensemble de la plage de paramètres opératoires étudiée. Il est donc nécessaire que la simulation numérique soit robuste sur l'ensemble de la plage de soudabilité, à savoir, capable de converger pour des jeux de paramètres différents.

Ce chapitre établit les hypothèses du modèle numérique pour l'alliage PM2000. Ces hypothèses sont issues du retour d'expérience de 50 ans de simulation numérique du soudage par résistance notamment en ce qui concerne la prise en compte ou l'exclusion de certains phénomènes physiques. L'influence des hypothèses les plus critiques est étudiée afin d'évaluer les limites d'utilisation du modèle. Enfin, les résultats obtenus par le modèle numérique sont comparés aux résultats expérimentaux.

## 3.1. Etude bibliographique

### 3.1.1. Historique de l'évolution des modèles [83-85]

La simulation numérique a connu son essor en parallèle du développement de l'informatique. Au cours des décennies, les modèles se sont complexifiés en même temps que les puissances de calcul augmentaient. Les paragraphes suivants montrent les grandes étapes d'évolution des modèles de soudage par résistance et mettent en avant les nouveaux phénomènes physiques pris en compte. Il est à noter que l'ensemble de ces modèles concerne le soudage résistance par point.

En 1958, Greenwood et Williamson [86] développent un modèle montrant la distribution des lignes de courant et des températures dans deux solides mis en contact via une petite surface.

En 1961, Greenwood [87] développe le premier modèle de soudage par résistance appliqué au soudage par point de deux tôles d'acier. Ce modèle axisymétrique utilise la méthode des différences finies et prend en compte la variation des propriétés physiques avec la température ainsi que la chaleur créée par effet Joule dans les volumes mais pas celle créée au niveau des interfaces. En 1963, Bentley [88] montre l'insuffisance de ce modèle dans la prévision des premiers instants de soudage à l'aide d'une comparaison avec des examens métallographiques.

En 1967, Rice et Funk [89] développent un modèle monodimensionnel de transfert thermique prenant en compte la génération de chaleur dans les volumes mais aussi à l'interface, contrairement à Greenwood. Leur modèle montre que la génération de chaleur aux interfaces est prépondérante en début de procédé mais a peu d'influence sur le résultat final (notamment la forme et la taille du noyau fondu). Ce phénomène est expliqué par un échauffement rapide de l'interface qui entraîne une décroissance rapide de la résistance de contact électrique (RCE).

En 1973, Chakalev [90] introduit la chaleur latente de fusion dans le modèle de Greenwood. Une comparaison avec des résultats expérimentaux montrent un bon accord des résultats simulés avec la dynamique de soudage.

En 1984, Nied [91] est le premier à utiliser la méthode des éléments finis à l'aide du logiciel ANSYS®. Il est aussi le premier à réaliser un calcul mécanique en prenant en compte l'évolution des températures obtenues par le modèle thermique. On parle alors de modèle thermomécanique. Le modèle mécanique est par la suite utilisé pour simuler la taille des contacts après la phase d'accostage.

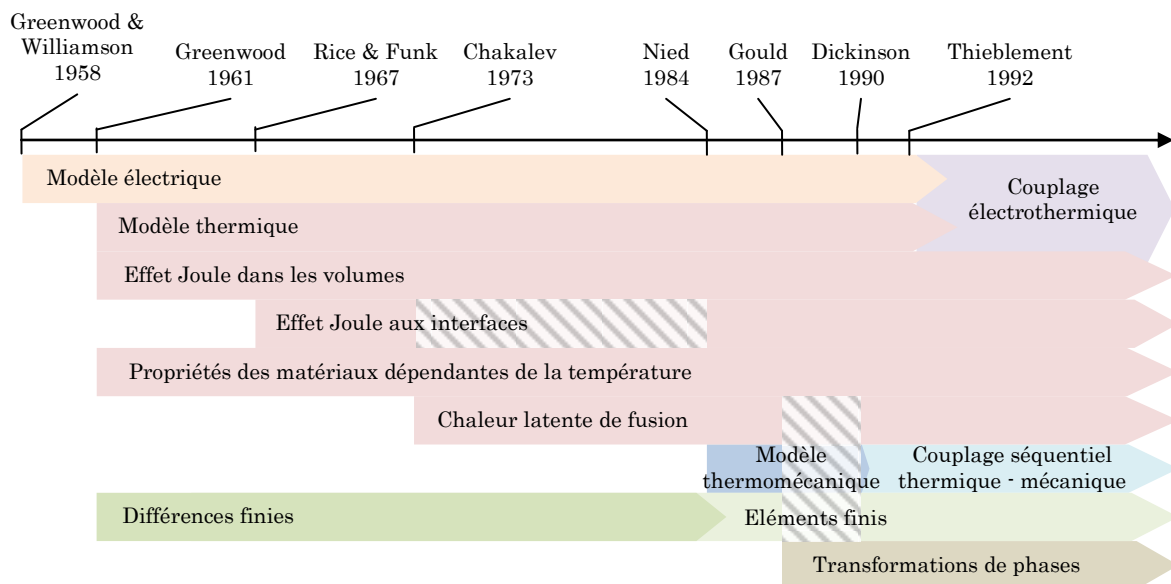
On notera qu'en 1987, Gould [92] introduit les changements de phase dans le modèle monodimensionnel de Rice et Funk. Cependant, la comparaison expérimentale montre les limites du modèle monodimensionnel.

En 1990, Dickinson [93] utilise le logiciel ANSYS® et prend en compte la déformation mécanique tout au long du procédé avec une analyse séquentielle thermique mécanique.

En 1992, Thieblemont [94] développe avec le logiciel SYSWELD® un couplage des équations électriques et thermiques. On parle alors de couplage électrothermique.

La Figure 3.1 synthétise les avancées majeures de la simulation du soudage par résistance réalisées entre 1958 et 1992.





*Figure 3.1 : Synthèse des avancées majeures dans le développement de la simulation du soudage par résistance appliqué au soudage par point*

Avec la puissance de calcul qui évolue rapidement, les modèles sont maintenant capables de prendre en compte l'ensemble des phénomènes décrits ci-dessus. Depuis 20 ans, les modèles ont encore évolués et tendent vers une caractérisation plus fine des conditions interfaciales [72, 83, 95, 96] ou encore vers un couplage avec des calculs de résistance mécanique [97]. On notera aussi la réalisation par Li [98] d'un modèle prenant en compte les mouvements fluides du noyau fondu sous l'effet du champ magnétique crée par le procédé dans le soudage par point.

La simulation du soudage par résistance a surtout évolué du fait de l'évolution des modèles concernant le soudage par point. Cependant ces études sont au moins en partie transposables au cas du soudage par résistance en bout.

### 3.1.2. Phénomènes physiques en cours de soudage

Le procédé de soudage par résistance peut induire des phénomènes thermiques, électriques, mécaniques (des solides ou des fluides) et métallurgiques. Ces différents phénomènes influent les uns sur les autres. Ces interactions ont été schématisées par Dupuy [99] et sont représentées sur la Figure 3.2.

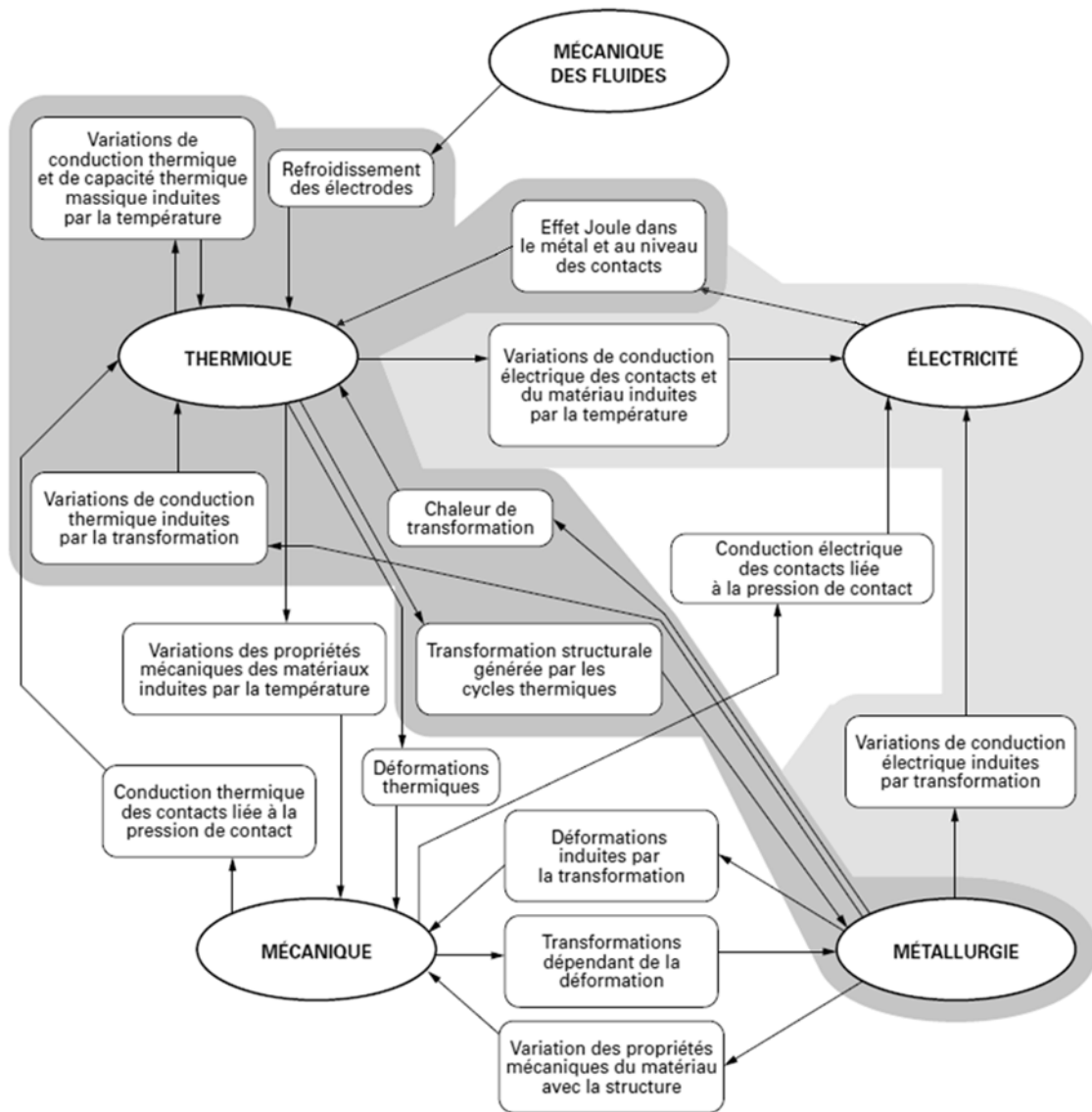


Figure 3.2 : Phénomènes physiques impliqués dans la simulation du soudage par résistance [99]

Selon les applications et selon les objectifs de la simulation numérique, seule une partie de ces phénomènes peut être simulée.

### 3.1.2.1. Les phénomènes électriques

D'après la Figure 3.2, on observe que la prise en compte des phénomènes électriques permet le calcul de l'effet Joule dans les volumes et aux contacts. L'effet Joule est la principale source de chaleur en soudage par résistance.

Thieblemont [94] a montré que, compte-tenu des caractéristiques physiques des aciers et des épaisseurs mises en jeu en soudage par point (de l'ordre de 1 mm), la phase transitoire électromagnétique est inférieure à 10  $\mu$ s. Pour le soudage par point, un calcul stationnaire (indépendant du temps) électrocinétique est suffisant.

En simulation du soudage par point, l'effet Peltier et l'effet Thomson sont généralement négligés vis-à-vis de la prépondérance de l'effet Joule dans le cas du soudage par point avec un courant alternatif. L'effet de peau est aussi négligé compte tenu de la fréquence du courant (50 Hz) et de la dimension des pièces.

L'utilisation d'un courant non alternatif (continu, redressé lissé...) limite l'effet de peau mais augmente l'effet Peltier et l'effet Thomson.

#### **3.1.2.2. Les phénomènes thermiques**

La chaleur est générée par effet Joule. Le calcul thermique doit donc calculer la diffusion de la chaleur afin de définir la température en chaque point et à chaque instant.

Comme le montre la Figure 3.2, le calcul de la température permet d'utiliser des propriétés des matériaux et de contact dépendantes de la température pour les calculs électriques, thermiques et mécaniques ainsi que de calculer les transformations microstructurales et les déformations dues à la dilatation thermique.

Contrairement aux phénomènes électriques, les phénomènes thermiques sont beaucoup plus lents (constante de temps de l'ordre de la seconde) et un calcul instationnaire (fonction du temps) thermique est nécessaire [94].

#### **3.1.2.3. Les phénomènes mécaniques**

Le modèle mécanique permet de calculer le déplacement des pièces et donc leurs déformations et les contraintes générées.

Comme le montre la Figure 3.2, le calcul mécanique permet de prendre en compte la dépendance des propriétés des contacts avec la pression de contact ainsi que de calculer les transformations métallurgiques dépendantes de la déformation.

Dans le cas du soudage par résistance en bout, la déformation des pièces peut être suffisamment importante pour générer une modification des lignes de courant par création ou suppression de zones en contact.

L'actualisation de la géométrie a été développée et utilisée pour la première fois par Dickinson en 1992 [93]. Elle a montré son importance dans plusieurs études portant sur le soudage par point afin de prévoir l'étendue de la zone de contact entre les deux tôles ou encore entre les tôles et les électrodes [95, 100].

Il a été montré que les résistances de contact électrique (RCE) et thermique (RCT) pouvaient dépendre de la pression locale au contact [72]. Le calcul mécanique permet donc d'ajuster ces valeurs en fonction de la pression.

#### **3.1.2.4. Les phénomènes métallurgiques**

Le calcul métallurgique permet de prévoir la taille et la nature des zones transformées.

Comme le montre la Figure 3.2, la simulation des phénomènes métallurgiques permet la prise en compte de l'évolution des propriétés des matériaux en fonction des phases présentes, de la possible déformation créée par les changements de phase ainsi que de la chaleur latente de fusion.

En simulation numérique, les transformations métallurgiques sont généralement modélisées par des modèles mathématiques descriptifs des transformations et non prédictif. Ces modèles utilisent les résultats thermiques afin de calculer les proportions des différentes phases [101, 102].

#### **3.1.2.5. La mécanique des fluides**

D'après la Figure 3.2, la mécanique des fluides permet la simulation du refroidissement des électrodes qui influe sur les phénomènes thermiques.

La simulation du refroidissement des électrodes est plus communément réalisée par un coefficient d'échange ou une température imposée que par simulation de la mécanique des fluides dans l'électrode. La mécanique des fluides peut par exemple être utilisée pour des calculs de durée de vie des électrodes [103]. L'influence du mécanisme de refroidissement des électrodes est faible lorsque celui-ci se situe loin de la zone soudée [104].

### 3.1.2.6. Les contacts

D'après la Figure 3.2, la conduction thermique et la conduction électrique des contacts sont des liens entre les phénomènes thermiques, mécaniques et électriques. La conduction thermique des contacts est liée à la prise en compte d'une RCT (résistance de contact thermique) qui limite les échanges de chaleurs entre deux surfaces. La conduction électrique est elle liée à une RCE (résistance de contact électrique) qui génère de la chaleur par effet Joule au niveau des interfaces.

Les conditions interfaciales entre pièces (p-p) ainsi qu'entre pièces et électrodes (p-e) sont des points critiques des simulations numériques du soudage par résistance. Alors que, dès 1967, Rice et Funk montrent que la RCE p-p a peu d'influence sur le résultat final en soudage par point [89], il a été montré que cette valeur a une forte influence sur le développement de la soudure [95, 105].

De même, la RCT p-e et la RCE p-e ont une influence significative en soudage par points puisque les électrodes sont très proches du noyau fondu et que le refroidissement des pièces est réalisé principalement par conduction vers les électrodes [83].

L'estimation des valeurs des RCE et RCT est fondamentale et complexe [72, 83, 95, 96]. De nombreux modèles mathématiques ont été proposés depuis les années 1950, permettant d'estimer la valeur et l'évolution de ces résistances en fonction de différents paramètres. On peut distinguer plusieurs types de modèles en fonction des paramètres :

- Des modèles descriptifs [95, 105, 106] : Ces modèles décrivent l'évolution des résistances de contact en fonction de la température et de la pression. Puisque aucune donnée liée aux matériaux en contact (excepté la température de fusion) ni liée à la rugosité des surfaces en contact n'est intégrée dans ces modèles, ceux-ci nécessitent la connaissance de certaines valeurs des résistances qui doivent donc être mesurées expérimentalement.
- Des modèles liés à la géométrie [107] : Ces modèles permettent d'estimer les résistances à partir des données géométriques de la surface (taille de contact, nombre de contact, rugosité...). La connaissance des paramètres géométriques de contact dans le cas de surfaces réelles est très complexe.
- Des modèles liés au matériau [70] : Ces modèles utilisent principalement la dureté ou la limite élastique comme paramètre d'entrée. Cependant, ils possèdent aussi des coefficients afin d'ajuster le modèle et nécessitent donc la connaissance de résultats expérimentaux.
- Des modèles mixtes [71, 108] : Ces modèles utilisent à la fois des données géométriques et des données du matériau. Ces modèles possèdent alors de très nombreux paramètres dont l'identification nécessitent généralement l'utilisation de mesures expérimentales.

Pour l'ensemble des modèles, on notera qu'une confrontation avec des valeurs obtenues expérimentalement est requise.

L'introduction de ces résistances dans le modèle par éléments finis peut être réalisée par deux méthodes.

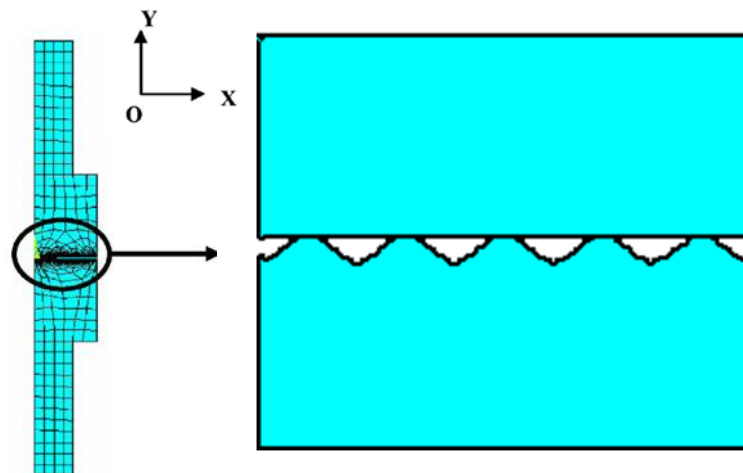
- Une méthode liée à l'introduction de mailles de contact [109] permet d'introduire directement la RCE et la RCT et permet la mise en contact de nouvelles surfaces en cours de calcul.
- Une seconde méthode considère une couche de mailles volumiques localisée à l'interface et de très petite taille. La résistivité électrique de cette couche de mailles est alors ajustée afin que la traversée de la couche de mailles génère une résistance équivalente à la résistance du volume additionné de la résistance de contact [70, 106, 110].

### 3.1.3. La simulation du soudage par résistance en bout

Contrairement à la simulation du soudage par point, les ressources disponibles sur la simulation du soudage par résistance en bout sont moins abondantes.

Kerstens et Richardson en 2008 [110] proposent un modèle 3D électrothermique réalisé avec le code Marc-Mentat. Aucun modèle mécanique n'est introduit et la RCE entre pièces est simulée par une couche de mailles volumiques. L'objectif de ce modèle est l'évaluation des disparités thermiques le long du joint suite à une disparité de chargement électrique. Ce modèle très simple permet aux auteurs d'atteindre leur objectif.

Monnier en 2006 [84, 111] propose un modèle 2D-axisymétrique du soudage par résistance en bout réalisé à l'aide du logiciel ANSYS®. L'étude traite du cas du soudage en bout de rivets en cuivre OFHC (Oxygen Free High Conductivity) pour des applications de contacteurs électriques. Ce modèle utilise le principe du couplage séquentiel électrothermique-thermomécanique. La particularité de ce modèle repose dans la simulation des résistances de contact qui est réalisée géométriquement par l'introduction d'aspérités sur l'une des surfaces. Le profil de cette surface est équivalent à la rugosité mesurée expérimentalement et permet de disposer d'un modèle prédictif ne nécessitant pas de mesure préalable de résistances de contact. Ce modèle est présenté sur la Figure 3.3.



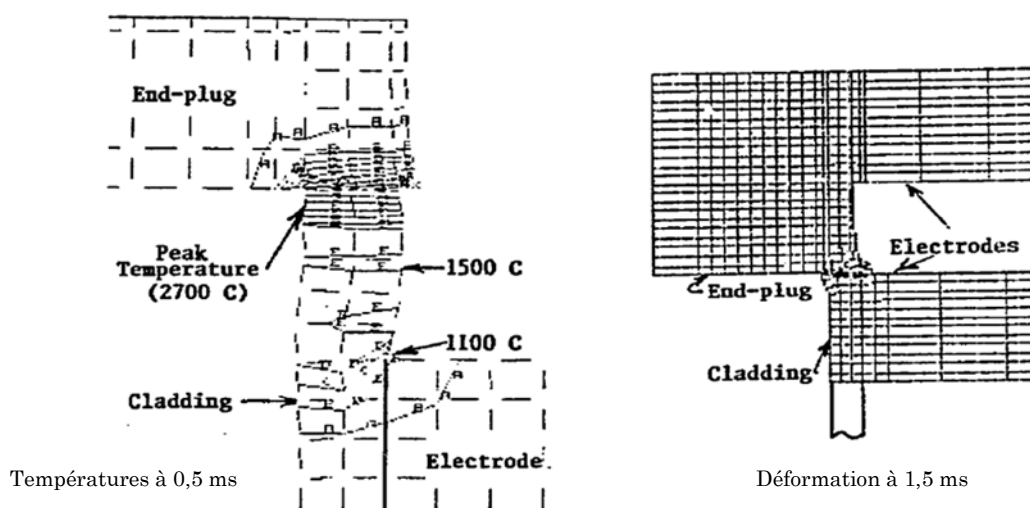
*Figure 3.3 : Modèle éléments finis du procédé de soudage par résistance en bout avec prise en compte de la rugosité à l'interface [84, 111]*

Une analyse de sensibilité du modèle aux variations des propriétés du matériau (à plus ou moins 50 %) montre que la résistivité électrique, la chaleur spécifique et la masse volumique ont une influence significative sur les températures obtenues au contact. L'analyse de sensibilité du modèle aux paramètres opératoires montre que

l'intensité du courant est plus influente que la force au regard de la différence de potentiel au contact, résultat confirmé expérimentalement.

En 2010, Hamedi et al. [112] proposent un modèle de soudage par résistance en bout dans le cadre de l'assemblage d'un capteur de pression d'huile. Ce modèle 2D-axisymétrique est réalisé à l'aide du logiciel ANSYS®. Le principe du couplage séquentiel électrothermique-thermomécanique est utilisé et permet de mettre en contact de nouvelles surfaces au cours du procédé. La résistance de contact est considérée dépendante de la température. Sa dépendance est estimée à l'aide de la limite élastique des matériaux en contact. La particularité de ce modèle est la simulation d'un essai de traction à la suite de la simulation du soudage. Dans ce cadre, un critère basé sur la température atteinte (765 °C) et la distance entre nœuds permet de définir quels sont les nœuds qui ont formé une liaison métallique. Aucune indication quant à la méthode de détermination de ces valeurs n'est indiquée. La simulation numérique montre que la température maximale est obtenue au niveau des surfaces en contact. La comparaison des résultats expérimentaux et numériques des tests de traction montre que la simulation prévoit les effets des paramètres opératoires sur la résistance mécanique. Cependant, des différences peuvent apparaître pour des courants d'intensité élevée. Les auteurs reportent que le modèle peut être limité dans sa capacité de prédiction du fait de l'estimation de la résistance de contact électrique entre les pièces.

Une simulation thermomécanique par éléments finis à l'aide du logiciel ANSYS® a été proposée par l'équipe américaine du centre Idaho National Laboratory en 1991 [77] dans le cadre du soudage par résistance d'un gainage combustible en alliage ODS. Très peu d'informations sur les hypothèses du modèle sont disponibles notamment en ce qui concerne la méthode d'obtention des informations thermiques (utilisation d'un calcul électrostatique ou source de chaleur équivalente). Le modèle prend en compte la géométrie du gainage ainsi que celle des électrodes de soudage. La simulation numérique indique un soudage en deux étapes. La Figure 3.4 présente un exemple des résultats obtenus avec cette simulation numérique.



*Figure 3.4 : Températures et déformations obtenues par simulation numérique par éléments finis du procédé de soudage par résistance appliqué à un gainage en acier ODS [77]*

Durant les premiers instants ( $1,5 \cdot 10^{-6}$  s), le chauffage est plus important au niveau de la gaine et plus particulièrement sur le point intérieur de la gaine en contact avec le bouchon. La gaine dépasse alors largement la température de fusion (température maximale de 2700 °C) et la deuxième phase consiste en l'expulsion du métal fondu issu de la partie de la gaine dépassant de l'électrode. Aucune indication concernant la

méthode utilisée pour simuler l'éjection de matière n'est disponible. Le bouchon vient alors s'écraser sur le bourrelet formé par la gaine qui s'écrase sur son électrode. Les auteurs indiquent que si la force n'est pas correctement maintenue durant tout le procédé, une surchauffe apparaît ce qui entraîne une recristallisation, une croissance de grains ou une éjection de matière très importante. Cependant, les informations disponibles ne permettent pas de savoir si ce résultat provient de la simulation numérique ou de résultats expérimentaux.

En 2010, la même équipe présente un modèle 3D du soudage par résistance en bout réalisé à l'aide du logiciel COMSOL [56] dans le but de l'appliquer au cas du soudage des gainages combustibles en alliage ODS. Le développement du modèle est en cours et trop peu d'informations sont actuellement disponibles pour connaître les hypothèses du modèle.

### **3.1.4. Conclusions de l'étude bibliographique**

Les modèles de soudage par résistance en bout sont issus des avancées dans les modèles de soudage par point. La puissance de calcul actuel permet de prendre en compte de nombreux phénomènes physiques ainsi que de les coupler entre eux.

Tout comme en soudage par point, la modélisation des résistances de contact électrique et thermique dans le cas du soudage par résistance en bout est fondamentale. Dans le cas du soudage par résistance en bout des gainages combustibles, de fortes déformations sont attendues. Dans ce cas, l'actualisation des surfaces de contact est développée.

## **3.2. Propriétés du modèle numérique**

L'objectif est de développer une simulation numérique du procédé de soudage par résistance en bout appliqué au cas du soudage des gainages combustibles en alliage ODS. Le modèle numérique est développé pour l'alliage ODS PM2000 KKL6.

Les hypothèses et les choix de modélisation sont issus des informations bibliographiques, de la nécessité de développer une simulation robuste et utilisable pour de nombreux jeux de paramètres opératoires ainsi que des spécificités du logiciel SYSWELD (version 2009 à 2011). La simulation développée se base sur un modèle 2D-axisymétrique composé d'un calcul électrothermique (ET) couplé séquentiellement avec un modèle thermomécanique (TM). Les alliages à 20 % massique en chrome ne possèdent pas de transformation métallurgique. Les phénomènes métallurgiques ne sont donc pas pris en compte dans le modèle numérique à l'exception de la chaleur latente de fusion.

Dans la suite, les hypothèses du modèle numérique sont présentées puis certaines de ces hypothèses sont discutées.

### **3.2.1. Géométrie et maillage**

Le maillage comprend le bouchon, la gaine ainsi que les deux électrodes de soudage entourant les pièces (voir Chapitre 2, paragraphe 2.3.1). Les maillages utilisés pour le calcul ET et le calcul TM sont légèrement différents l'un de l'autre (enveloppe géométrique identique mais discrétisation différente). Le maillage ET est composé de quadrangles à 4 nœuds alors que le modèle TM est composé de quadrangles à 8 nœuds. Le maillage est présenté sur la Figure 3.5.

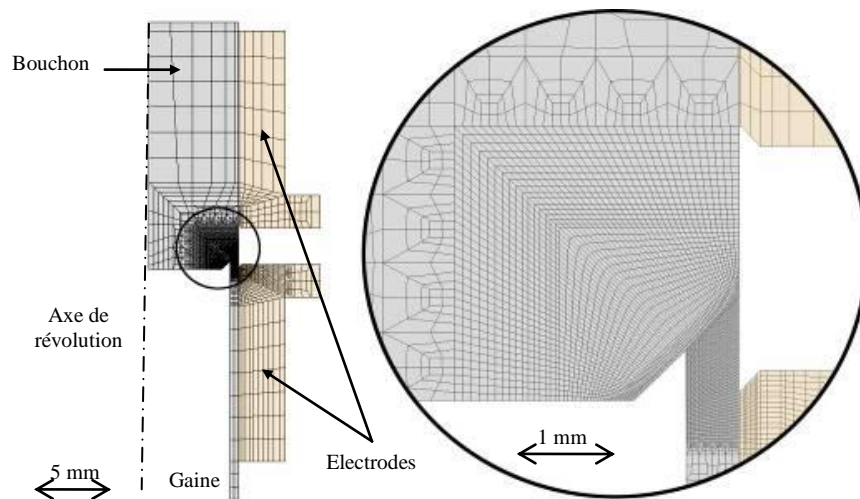


Figure 3.5 : Maillage utilisé pour le calcul ET (cas  $L_g = 0,8$  mm)

Les dimensions de la géométrie maillée sont celles des éprouvettes présentées dans le Chapitre 2, paragraphe 2.2. Pour  $L_g = 0,5$  mm, le maillage ET comporte 2171 nœuds et 2130 éléments alors que le maillage TM comporte 6341 nœuds et 2114 éléments. Ce maillage a été choisi afin de limiter les temps de calcul et en accord avec le test de convergence.

Le maillage est affiné dans les zones proches du contact et dans la gaine, là où les plus fortes déformations et les gradients thermiques les plus importants sont attendus. Le maillage des surfaces de contact fera l'objet du paragraphe 3.2.4.

### 3.2.2. Propriétés des matériaux

Les propriétés matériaux du PM2000 utilisées dans le modèle numérique sont issues de mesures expérimentales réalisées au cours de cette étude ainsi que de données issues de la littérature. Le modèle ET utilise quatre paramètres : La conductivité électrique, la conductivité thermique, la masse volumique et la capacité calorifique massique.

La définition des propriétés du modèle TM est plus complexe que celle des propriétés du modèle ET. En effet, il est nécessaire de définir le modèle d'érouissage (loi de plasticité). Compte tenu que les propriétés TM de l'alliage PM2000 sont assez méconnues, nous avons choisi un modèle d'érouissage élastoplastique (critère de Von Mises) linéaire à érouissage isotrope. La loi de comportement d'un modèle élastoplastique ainsi que le calcul de la contrainte équivalente de Von Mises en fonction des contraintes principales dans les trois directions ( $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$ ) sont présentés sur la Figure 3.6.



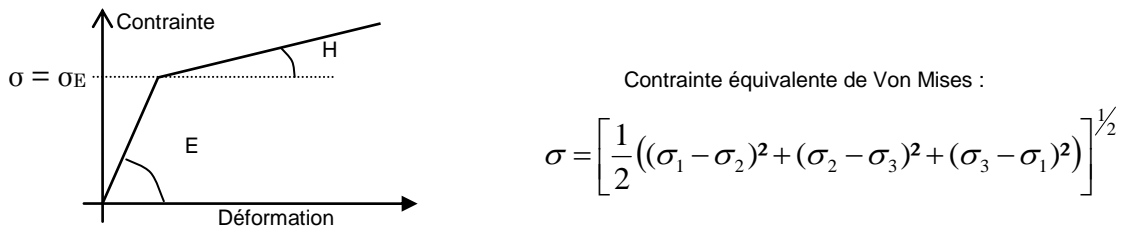


Figure 3.6 : Loi de comportement élastoplastique et contrainte équivalente de Von Mises utilisées pour la simulation des propriétés TM de l'alliage PM2000

Cette loi de comportement se définit donc avec trois paramètres : Le module de Young (E), la limite élastique ( $\sigma_E$ ) et la pente d'écrouissage (H). La dilatation thermique s'ajoute aux paramètres du modèle TM.

Les données complètes en fonction de la température sont présentées en Annexe 3.

Au-delà de 1490 °C, on considère qu'il y a formation d'une phase liquide. Dans ce cas, il y a annulation de l'historique d'écrouissage du matériau et la température ne peut dépasser 1490°C (dans le calcul TM uniquement). Cependant, la phase liquide ne possède pas de propriétés mécaniques particulières dans le modèle. Les résultats obtenus lorsqu'un point dépasse 1490 °C seront donc à analyser avec précaution.

Nous avons évalué l'erreur obtenue du fait d'une variation individuelle de  $\pm 20\%$  de la valeur d'une des propriétés matériaux ET ou TM. Les observables choisis sont les températures obtenues au contact initial entre pièces ainsi que le déplacement (Chapitre 2, paragraphe 2.4.1.3) au cours du temps. Les résultats montrent une variation des températures obtenues inférieure à 5 % (la conductivité électrique est le paramètre le plus influent) et une variation du déplacement inférieure à 8% (la limite élastique est le paramètre le plus influent). Dans l'ensemble des cas, on observe que les phénomènes thermiques (localisation des points les plus chauds, forme des isothermes) et mécaniques (forme de la déformée, affaissement globale) sont semblables. Une erreur d'évaluation des propriétés matériaux de cet ordre de grandeur ( $\pm 20\%$ ) ne remet donc pas en cause les résultats obtenus numériquement.

### 3.2.3. Conditions aux limites et chargements

Les conditions aux limites ainsi que les chargements doivent reproduire les sollicitations auxquelles les pièces sont soumises en cours de soudage. On peut les distinguer en 3 familles :

- Les sollicitations électriques pour simuler le passage du courant ;
- Les sollicitations thermiques pour simuler le refroidissement des électrodes ;
- Les sollicitations mécaniques pour simuler le bridage ainsi que la force appliquée.

La localisation des conditions aux limites est représentée sur la Figure 3.7. Leurs caractéristiques sont détaillées par la suite.

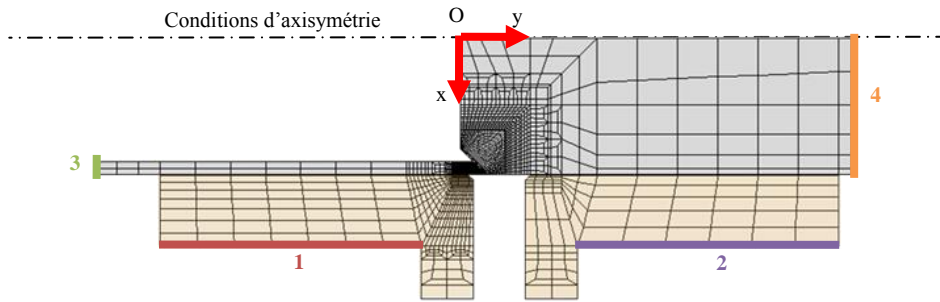


Figure 3.7 : Localisation des surfaces d'application des chargements et des conditions aux limites des modèles ET et TM

### 3.2.3.1. Sollicitations électriques

Expérimentalement, l'installation est pilotée en courant. Dans la simulation numérique, le chargement doit donc s'effectuer en courant. Ainsi on impose une densité de courant uniforme sur la surface 2 alors que la surface 1 est maintenue à un potentiel nul. La densité de courant imposée est équivalente au courant de consigne de l'installation expérimentale (Chapitre 2, paragraphe 2.4.1.1). Les oscillations du courant (courant redressé lissé) ne sont pas représentées ce qui facilite la convergence des calculs.

Nous avons souhaité connaître l'erreur commise par la simulation du courant de consigne et non du courant réel. Du fait d'un courant efficace d'une intensité plus élevée (Chapitre 2, paragraphe 2.4.1.1), l'introduction du courant réel engendre une température plus importante de 10 % en moyenne mais pouvant atteindre 20% localement. Une augmentation de 30 % du déplacement finale est aussi observée. Cependant, les phénomènes thermiques et mécaniques considérés sont identiques dans les deux cas et seules des modifications quantitatives sont à noter.

Il est à noter que le temps de calcul nécessaire à la simulation numérique du courant réel est le double du temps nécessaire pour la simulation du courant de consigne (1 h contre 30 minutes). De plus, la simulation du courant réel nécessite sa mesure préalable et donc la réalisation d'un essai. Les différences observées compte tenu du temps de calcul nécessaire ne justifient pas l'utilisation du courant réel dans la simulation numérique.

### 3.2.3.2. Sollicitations thermiques

Dans le cas du soudage par résistance, la source de chaleur est l'effet Joule. Il est calculé à l'aide des sollicitations électriques. Aucune autre source de chaleur n'est prise en compte.

Expérimentalement, le refroidissement des pièces est assuré par la circulation d'eau dans les supports en laiton sur lesquels reposent les électrodes. Le refroidissement des électrodes est modélisé par une température imposée du fait des vitesses de soudage rapides et de la faible influence du mécanisme de refroidissement des électrodes lorsque celui-ci se situe loin de la zone soudée [104]. Afin de simuler ce refroidissement, une température de 20°C a été imposée sur les surfaces 1 et 2.

Compte tenu de la petite taille des pièces et des temps de soudage très courts mis en œuvre, aucun coefficient d'échange n'a été défini sur les surfaces extérieures. Toutes les autres surfaces en contact avec l'extérieur sont donc considérées comme adiabatiques.

### 3.2.3.3. Sollicitations mécaniques

Les sollicitations mécaniques permettent de simuler l'application de la force au cours du procédé. Le bridage des pièces doit aussi être pris en compte. Afin de simuler l'application de la force sur la partie mobile, une pression uniforme selon  $-(Oy)$  est appliquée sur la surface 4 correspondant à la surface de contact avec la butée. Sa valeur est calculée en fonction de la force de consigne. La montée à la valeur nominale est réalisée avant la montée du courant. Afin de représenter l'appui en butée de la gaine, la surface 3 est bloquée en déplacement selon  $(Ox)$  et selon  $(Oy)$ . Afin de représenter le serrage des électrodes à l'aide des mors, l'ensemble des nœuds des électrodes est bloqué selon  $(Ox)$ .

### 3.2.4. Surfaces de contact

La simulation du soudage par résistance demande une gestion avancée des surfaces en contact d'un point de vue ET et d'un point de vue TM. Les surfaces de contact sont représentées sur la Figure 3.8.

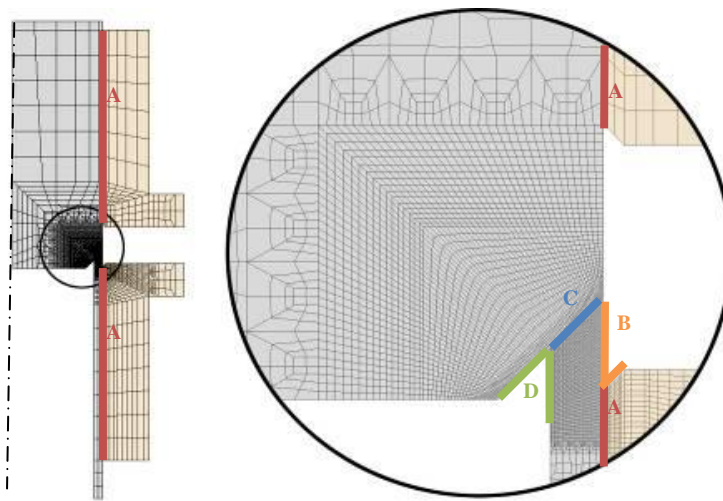


Figure 3.8 : Localisation des surfaces de contact pour la simulation numérique des contacts ET et TM

Différentes catégories de surfaces de contact peuvent être définies en fonction de leur localisation (entre pièces ou entre pièces et électrodes) ainsi que de leur existence avant le soudage (surface A et surface C) ou de leur formation en cours de soudage (surface B ou surface D). Le Tableau 3.1 récapitule leur localisation, leur type. Leurs caractéristiques sont détaillées dans les paragraphes suivants.

	Préexistante	Formée en cours de soudage
Pièce-Pièce (p-p)	Surface C	Surface D
Pièce-Electrode (p-e)	Surface A	Surface B

Tableau 3.1 : Catégories des surfaces en contact

#### 3.2.4.1. Contact préexistant entre pièces (surface C)

##### 3.2.4.1.1. Contact ET

Dans le calcul ET, une RCE est introduite entre les deux surfaces de contact à l'aide de mailles de peau (maille 1D) [109] ainsi qu'une procédure spécifique à Sysweld de

contact généralisé [113]. Le coefficient d'échange thermique du contact est fixé tel que le contact soit considéré comme parfait d'un point de vue thermique.

En soudage par résistance en point, il a été montré que la RCE p-p est de première importance dans le développement initial du point soudé [88, 89]. Cette grandeur a donc été déterminée expérimentalement. La méthode de caractérisation ainsi que l'évolution de la RCE p-p avec la température sont présentées en Annexe 4. La RCE p-p est de 2,5 mOhm.mm<sup>2</sup> à 20 °C et devient quasi nulle à 800 °C.

Nous avons souhaité évaluer l'influence de cette RCE p-p. En l'absence de RCE p-p (i.e. RCE p-p = 0), on observe que le chauffage initial au niveau de l'interface n'est pas observé mais que les champs de températures et la déformée obtenus en fin de procédé de soudage (t = 13 ms) ne s'en trouvent que très peu affectés comme on peut l'observer sur la Figure 3.9.

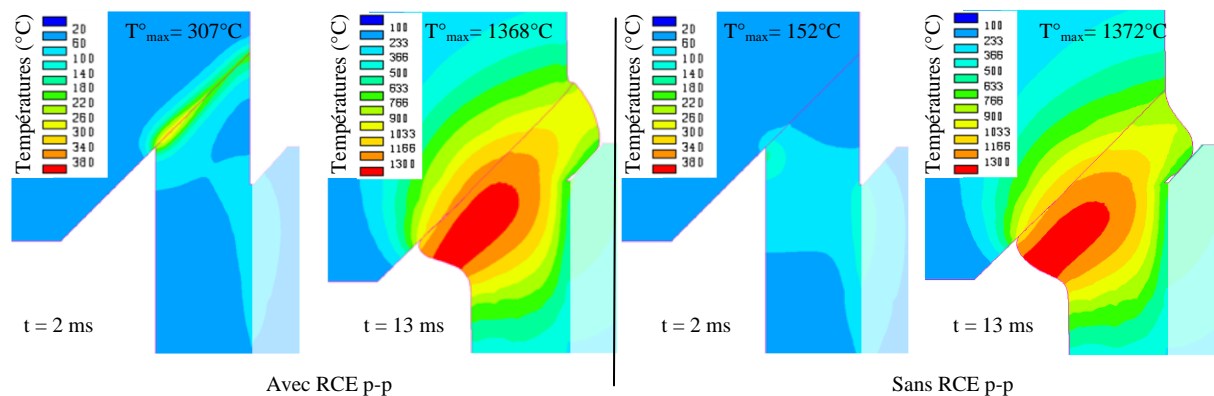


Figure 3.9 : Comparaison des résultats obtenus (températures et déformée) par simulation numérique avec ou sans RCE p-p ( $F_s ; I_s ; t_s ; L_g$ ) = (2200 N ; 16 kA ; 13 ms ; 0,5 mm).

En 1967, Rice et Funk [89], ont montré, sur un modèle monodimensionnel du soudage par point, que la RCE p-p jouait un rôle prépondérant dans les premiers instants de développement du point soudé mais pas sur le résultat final. Ces conclusions semblent donc aussi valables dans le cas du soudage par résistance en bout d'un gainage combustible.

L'absence de RCE p-p entraîne donc une variation importante dans l'histoire thermique de la soudure mais une variation modérée sur l'état final. On justifie donc l'effort particulier mis en place pour la caractérisation de la RCE p-p même si une erreur dans son estimation n'entraîne que peu de variation sur l'état thermique final.

#### 3.2.4.1.2. Contact TM

En cours de soudage, les surfaces de contact p-p peuvent subir des déplacements relatifs (glissement, ouverture du contact...). Cependant, le besoin de développer une simulation robuste et l'absence de caractérisation des propriétés tribologiques de l'alliage PM2000 justifient que le contact TM n'a pas été modélisé. Le maillage TM considère une continuité du maillage à l'interface. En conséquence, aucun mouvement relatif des surfaces en contact avant soudage n'est possible.

#### 3.2.4.2. Contact préexistant entre pièce et électrode (surface A)

##### 3.2.4.2.1. Contact ET

Afin de faciliter la convergence du calcul, la méthode de la couche de mailles volumiques de conductivité électrique équivalente a été utilisée. Cette couche de maille

d'une épaisseur de 20  $\mu\text{m}$  est introduite dans le maillage de l'électrode au niveau du contact avec la pièce. Cette couche présente une conductivité électrique telle que la résistance électrique soit équivalente à celle présentée par la résistance de volume de la couche additionnée de la RCE p-e. Cette valeur a été déterminée expérimentalement. Elle est de 70 mOhm.mm<sup>2</sup> à 20°C et devient quasi nulle à partir de 320 °C. La méthode de détermination de la valeur de la RCE p-e est présentée en Annexe 4. En revanche, aucune RCT p-e n'est introduite.

#### *3.2.4.2.2. Contact TM*

Le contact mécanique p-e n'est pas modélisé car la mise en place des pièces assure l'absence de glissement des pièces dans les électrodes. Le maillage TM considère donc une continuité du maillage au niveau de l'interface.

#### **3.2.4.3. Contact entre pièces formés en cours de soudage (surface D)**

Lors de sa déformation, la gaine peut entrer en contact avec la surface chanfreinée du bouchon. Il est donc nécessaire de définir les propriétés de ce contact.

##### *3.2.4.3.1. Contact ET*

Le contact est considéré comme effectif lorsque la distance entre un nœud de la gaine et le chanfrein du bouchon est inférieure à un seuil de valeur définie par l'utilisateur (un seuil de 10  $\mu\text{m}$  a été choisi pour faciliter la convergence des calculs). Le contact présente alors les mêmes propriétés que le contact p-p préexistant, à savoir une RCT nulle et une RCE comme définie sur la Figure 7.

##### *3.2.4.3.2. Contact TM*

Le contact mécanique est réalisé à l'aide de mailles de peau (maille 1D) sur les surfaces en contact. L'algorithme de contact 2D généralisé du code SYSWELD est utilisé. Le contact est considéré comme glissant et seules des forces normales aux surfaces en contact sont exercées sur les nœuds.

#### **3.2.4.4. Contact entre pièce et électrode formé en cours de soudage (surface B)**

Lors de sa déformation, la gaine peut entrer en contact avec la surface chanfreinée de l'électrode. Il est donc nécessaire de définir les propriétés de ce contact.

##### *3.2.4.4.1. Contact ET*

Le contact ET est considéré comme effectif à partir du moment où un nœud de la gaine est à une distance inférieure à 10  $\mu\text{m}$  du chanfrein de l'électrode.

Le contact présente alors une RCE indépendante de la température de 0,07  $\Omega\cdot\text{mm}^2$  (RCE p-e estimée à 20°C). Une RCT quasi nulle est introduite entre ces surfaces.

Les hypothèses réalisées sur ce contact n'ont que très peu d'influence sur le calcul. En effet, si ce contact n'est pas pris en compte, on observe une variation des températures au contact entre pièce inférieure à 1 %. Localement, au niveau du bourrelet externe, on observe une température supérieure de 10 % qui entraîne un affaissement supérieur de 6%. Encore une fois, cette hypothèse n'a aucune influence sur les phénomènes thermiques et mécaniques principaux et les variations sont essentiellement quantitatives.

##### *3.2.4.4.2. Contact TM*

La modélisation du contact TM p-e est strictement identique à celle réalisée pour le contact TM p-p formé en cours de soudage (paragraphe 3.2.4.3.2).

### 3.2.5. Méthode de calcul - couplage

Le logiciel SYSWELD met en œuvre un couplage fort des équations électriques stationnaires et thermiques instationnaires [113] selon le formalisme développé par Thieblemont en 1992 [94].

Les dimensions utilisées dans le soudage en bout des gainages combustibles sont de l'ordre du millimètre et sont donc considérées suffisamment proches pour reprendre les hypothèses de Thieblemont à notre cas de soudage (voir paragraphe 3.1.2.1). Le calcul ET considère donc les phénomènes électriques comme statiques et les phénomènes thermiques comme transitoires. Les calculs ET sont effectués avec un pas de temps ( $\Delta t_{\text{therm}}$ ) de 0,1 ms. De plus l'effet de peau sera négligé du fait de l'utilisation d'un courant continu ainsi que l'effet Thomson et l'effet Peltier du fait de la prépondérance de l'effet Joule.

Le calcul TM est réalisé en « statique transitoire » c'est-à-dire que les températures évoluent au cours du temps mais chaque calcul est réalisé en statique. Le calcul est réalisé avec un pas ( $\Delta t_{\text{meca}}$ ) de 0,1 ms lorsque les pièces se déforment peu et diminue à 0,01 ms lors de l'affaissement des pièces.

Dans le cas du soudage en bout, de fortes déformations sont prévisibles et il est donc nécessaire d'actualiser la géométrie et les surfaces de contact.

Afin d'actualiser régulièrement la géométrie au cours du calcul ET, une procédure de calcul séquentiel a été réalisée en SIL (langage d'interface avec le programme SYSWELD). Cette procédure permet de séquencer automatiquement les calculs ET avec les calculs TM. Puisque des maillages différents sont utilisés pour le calcul ET et le calcul TM, le transport des données physiques (température, déplacement ...) d'un maillage à un autre est nécessaire à chaque étape. Un schéma simplifié du modèle et de la procédure de couplage est présenté sur la Figure 3.10 et un schéma complet est présenté en Annexe 5.

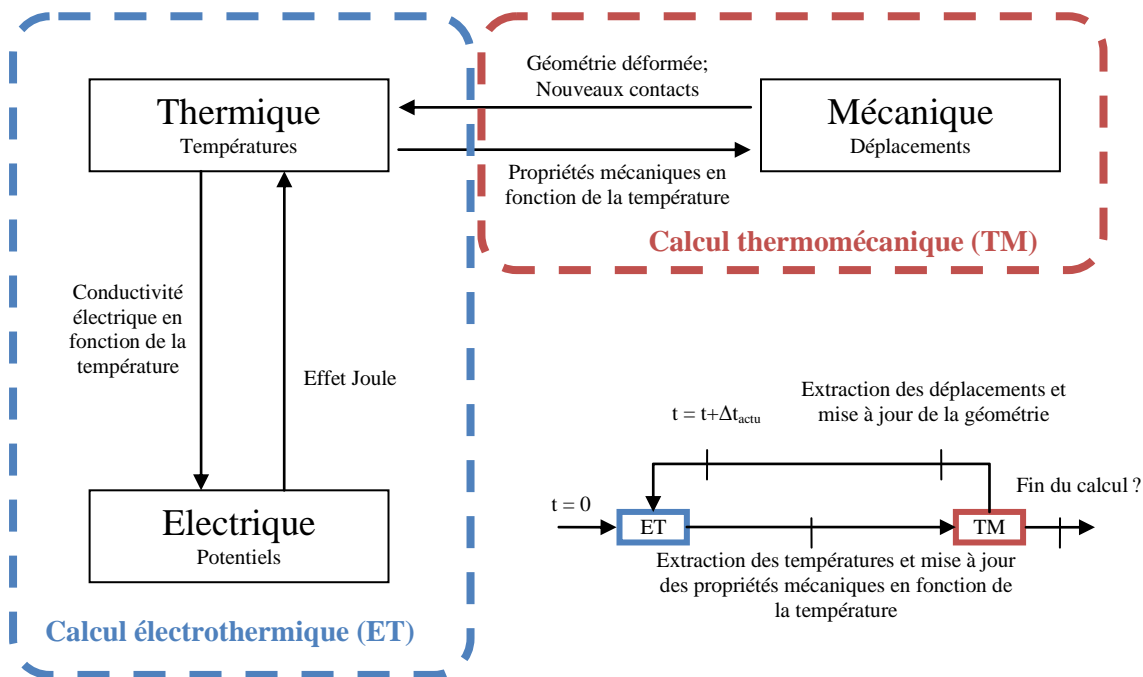


Figure 3.10 : Schéma simplifié de la procédure de couplage séquentiel des calculs ET et TM

La fréquence d'actualisation de la géométrie ( $\Delta t_{\text{actu}}$ ) varie au cours du calcul. Elle est de 1 ms lorsque les pièces se déforment peu et diminue à 0,1 ms lorsque les pièces s'affaissent.

Les valeurs des différents pas de temps et de la période d'actualisation de la géométrie ont été choisies afin de limiter la durée des calculs et en accord avec le test de convergence.

### 3.3. Mise à l'épreuve de la simulation numérique

Il est nécessaire de vérifier sa cohérence avec les résultats expérimentaux. Trois points seront abordés dans ce paragraphe. Dans un premier temps, une comparaison thermique est réalisée. Ensuite, on réalisera une comparaison avec les mesures en cours de soudage et enfin, la déformée sera comparée.

#### 3.3.1. Comparaison thermique

Nous avons vu qu'il était très complexe de mesurer les températures en cours de soudage (Chapitre 2, paragraphe 2.4.1.6). La simulation numérique doit permettre de palier cette lacune. Cependant afin d'utiliser les températures simulées, il est nécessaire de réaliser une comparaison thermique entre les résultats des simulations et des essais expérimentaux pour évaluer la cohérence et la précision des calculs.

Afin de répondre à cette problématique, un stage a été réalisé au sein du laboratoire (I.Serrano – 2010). Le sujet porte sur la validation expérimentale des cycles thermiques simulés lors du procédé de soudage par résistance appliqué aux gainages combustibles. Pour obtenir une information expérimentale de la température durant le procédé de soudage par résistance, un matériau à transformation de phases a été choisi. Le matériau a été choisi selon trois critères principaux :

- Transformations métallurgiques lors de l'échauffement caractérisées pour différentes valeurs de vitesse de chauffage et n'évoluant plus à partir d'une certaine vitesse.
- Possibilité d'évaluer la température atteinte lors du soudage à posteriori à l'aide d'une caractéristique du matériau (modification de la dureté liée à la transformation de phase et à la dissolution de carbure).
- Pas de transformation de phase autre qu'austénite/martensite lors du refroidissement dans les conditions du soudage par résistance (refroidissement rapide).

Ainsi, l'analyse et l'interprétation des phases en présence dans la pièce après soudage permettent d'identifier les champs de températures maximales obtenus dans les pièces au cours de l'opération de soudage.

Le matériau à transformation de phases choisi pour cette étude spécifique est l'acier EN X37CrMoV5-1. Il fait partie de la famille des aciers à outils pour travail à chaud et est classé dans la catégorie des aciers résistants aux chocs thermiques. Ces caractéristiques sont reportées en Annexe 6.

Afin de prendre en compte les transformations métallurgiques dans la simulation et de les comparer avec les essais expérimentaux, un module métallurgique est introduit. Les transformations métallurgiques à l'échauffement sont calculées par SYSWELD à l'aide d'un modèle de Leblond et les transformations au refroidissement par un modèle de Koistinen-Marburger [102]. Ces deux modèles permettent de décrire les diagrammes TTV et TRC.

Les propriétés mécaniques de l'acier de test étant méconnues, le modèle utilisé est le modèle électro-thermo-métallurgique sans prise en compte de l'aspect mécanique. De ce fait nous nous contenterons d'étudier des cas de cycles de soudage pour lesquels il n'y a que pas ou peu de déformation.

La comparaison est réalisée à l'aide des géométries utilisées pour les alliages 20Cr et porte sur deux configurations :

- La géométrie gaine-bouchon avec grande longueur de gaine dépassant de l'électrode : l'objectif est de pouvoir évaluer la précision des températures simulées loin des électrodes.
- La géométrie gaine-bouchon en configuration de soudage : l'objectif est de réaliser un essai dans les mêmes conditions que lors du soudage des alliages 20Cr (pour autant le soudage n'est pas atteint puisque la plage de soudabilité du X37CrMoV5-1 peut être très différente de celle des alliages 20Cr et que nous devons rester dans des cas de faible déformation).

Chaque essai est instrumenté et les pièces sont ensuite découpées puis observées au microscope optique après attaque métallographique. Des mesures de dureté complètent l'analyse.

### 3.3.1.1. Hors configuration de soudage

L'objectif est, dans un premier temps, d'évaluer la précision des températures simulées loin des électrodes. Un cycle de soudage est donc réalisé sur éprouvette représentative de la géométrie du gainage mais avec une longueur de gaine dépassant de l'électrode bien supérieure à celle utilisée lors d'une opération de soudage sur gainage en acier ODS.

On réalise un essai instrumenté ainsi qu'une simulation numérique avec les paramètres opératoires  $(F_s, I_s, t_s; L_g) = (2000 \text{ N}, 15 \text{ kA}, 10 \text{ ms}; 3 \text{ mm})$  ;

La Figure 3.11 présente les cartographies des températures maximales et la répartition des phases finales obtenues par simulation numérique.



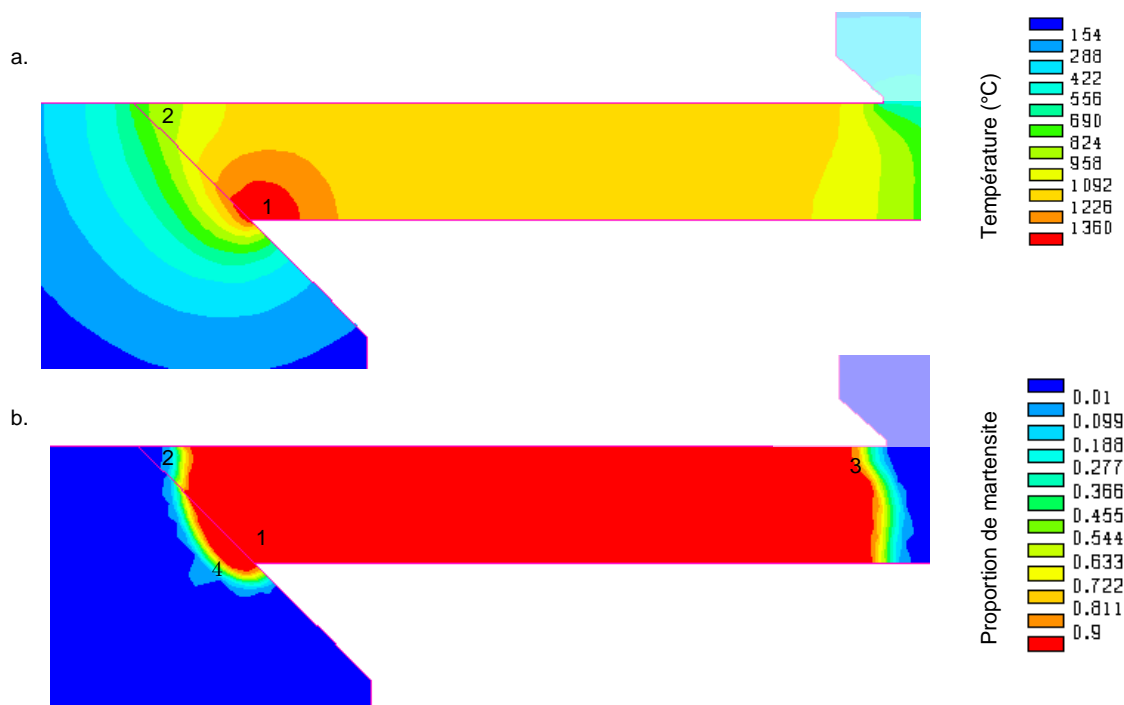
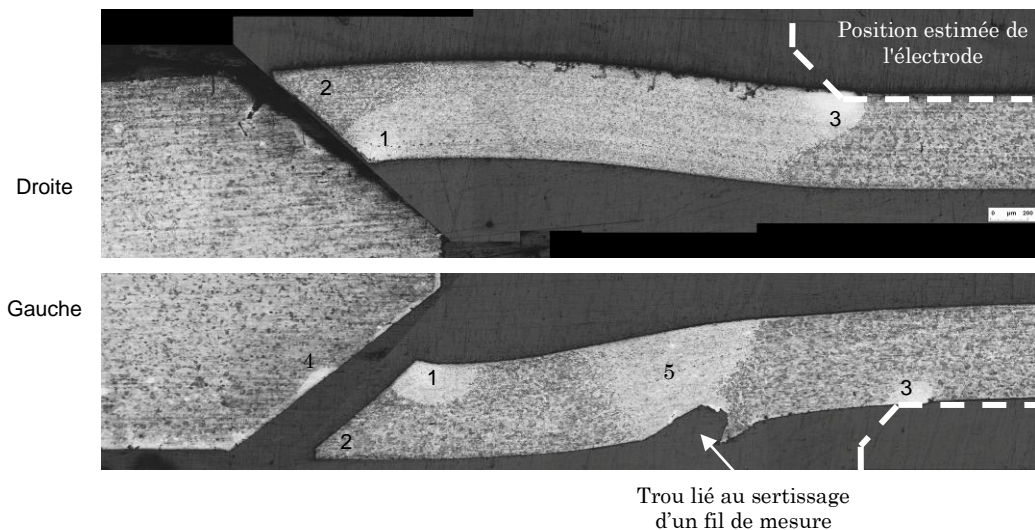


Figure 3.11: Résultats obtenus lors de la simulation numérique sur un matériau témoin pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2000 \text{ N} ; 15 \text{ kA} ; 10 \text{ ms} ; 3 \text{ mm})$   
 a. Champ de températures maximales simulées;  
 b. Simulation de la proportion de martensite à la fin du procédé de soudage;

L'observation de la Figure 3.11 indique que la température maximale atteinte dans la pièce au cours de l'opération de soudage est supérieure à la température de début d'austénitisation  $Ac_1$  (910 °C), et qu'il y a donc formation d'une zone transformée. La simulation montre que les températures maximales sont obtenues dans la gaine. Le point le plus chaud est localisé au niveau du repère 1, à la jonction gaine-bouchon vers l'intérieur de la gaine.

L'ensemble de la partie de la gaine dépassant de l'électrode est transformé sauf au niveau du repère 2 où une zone non transformée existe.

La Figure 3.11 présente les macrographies des pièces réalisées lors de l'essai expérimental correspondant.



*Figure 3.12: Macrographies (côté droit et gauche) après attaque métallographique sur le matériau témoin après le cycle de soudage ( $F_s ; I_s ; t_s ; L_g$ ) = (2000 N ; 15 kA ; 10 ms ; 3 mm)*

L'objectif n'est pas ici de réaliser le soudage de cet acier mais d'étudier les cycles thermiques. Ainsi, le fait que les pièces soient ou ne soient pas soudées n'est pas un critère retenu.

Les macrographies après soudage montrent en premier lieu une légère disparité entre le côté gauche et le côté droit (on notera la présence d'un trou côté gauche lié au perçage réalisé pour le sertissage d'un fil de mesure).

Côté droit, on observe une zone transformée dans la gaine. Ce résultat est qualitativement en accord avec la simulation. La forme de la zone non transformée proche du bouchon (repère 2) est légèrement différente de celle prédite par la simulation. Cependant, la forme est proche de la forme des champs de températures simulés. La forme de la zone transformée proche de l'électrode (repère 3) est différente de celle prédite en simulation. Les mesures de dureté dans la partie de gaine transformée côté droit indiquent des duretés comprises entre 430 Hv<sub>0,1</sub> et 500 Hv<sub>0,1</sub>. D'après le diagramme TTV (Annexe 6), ce niveau de dureté correspond à des températures atteintes comprises entre 1100 et 1250 °C. La simulation indique dans cette zone une température atteinte de 1130 °C ce qui indique un bon accord quantitatif.

Côté gauche, la zone transformée ne couvre pas l'intégralité de la partie de gaine dépassant de l'électrode. On y observe cependant 3 zones transformées. La première située à l'intérieur du contact (repère 1) avec une légère extension de la zone transformée dans le bouchon (repère 4) est bien représentée par la simulation puisque le point le plus chaud se situe ici. Le deuxième point transformé (repère 3) correspond au point de contact avec l'électrode et n'est pas correctement représenté par la simulation numérique qui ne prédit ni transformation ni point chaud. Enfin, la partie de gaine dépassant de l'électrode est en majeure partie non transformée (seule la partie de gaine proche du perçage est transformée, repère 5). Dans la partie de gaine dépassant de l'électrode, la simulation prédit une température de 1100 °C soit 190 °C au dessus de Ac1 (910 °C). Compte tenu du fait qu'il n'y ait pas de transformation observée, la simulation surestime la température de près de 200 °C soit environ 20 %.

Cependant, cette valeur est équivalente à la dispersion observée entre côté droit (dureté indiquant une température de 1100°C) et côté gauche (pas de transformation indiquant une température inférieure à 910°C).

La simulation montre donc sa capacité à estimer la position des points les plus chauds sous condition de se placer loin des électrodes. L'estimation des températures atteintes est alors bonne compte tenu de la dispersion observée expérimentalement entre le côté droit et le côté gauche.

### 3.3.1.2. Configuration de soudage

Le deuxième essai sur ce matériau à transformation de phase est réalisé dans des conditions de soudage comparables à celles utilisées pour le soudage des gaines combustibles en acier ODS. Par rapport au point central du plan PM2000-1, seule l'intensité du courant diffère de façon à conserver l'hypothèse des petites déformations.

On réalise un essai instrumenté ainsi qu'une simulation numérique avec les paramètres opératoires  $(F_s, I_s, t_s; L_g) = (2200 \text{ N}, 13 \text{ kA}, 13 \text{ ms}; 0,5 \text{ mm})$ ;

La Figure 3.11 présente les cartographies des températures maximales et des phases finales obtenues par simulation numérique.

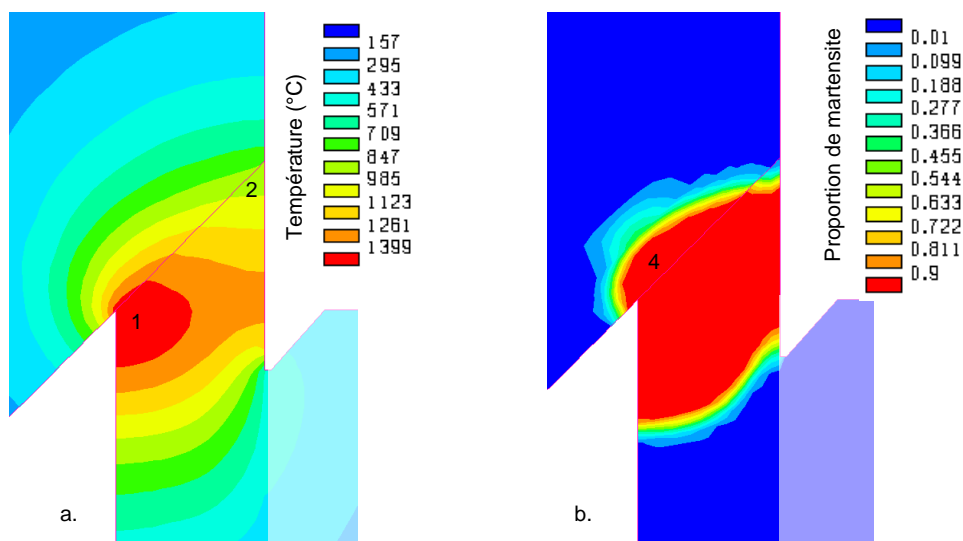


Figure 3.13: Résultats obtenus lors de la simulation numérique sur un matériau témoin pour  $(F_s; I_s; t_s; L_g) = (2200 \text{ N}; 13 \text{ kA}; 13 \text{ ms}; 0,5 \text{ mm})$   
 a. Champ de températures maximales simulées;  
 b. Simulation de la proportion de martensite à la fin du procédé de soudage

Comme observé précédemment, la simulation montre une formation du point chaud au passage bouchon-gaine sur le côté intérieur du joint (repère 1). La température atteinte dans la gaine est supérieure à 910 °C. On observe alors une zone transformée dans la partie de la gaine dépassant de l'électrode qui s'étend en partie dans le bouchon (repère 4).

La Figure 3.11 présente les macrographies des pièces réalisées lors de l'essai expérimental correspondant.

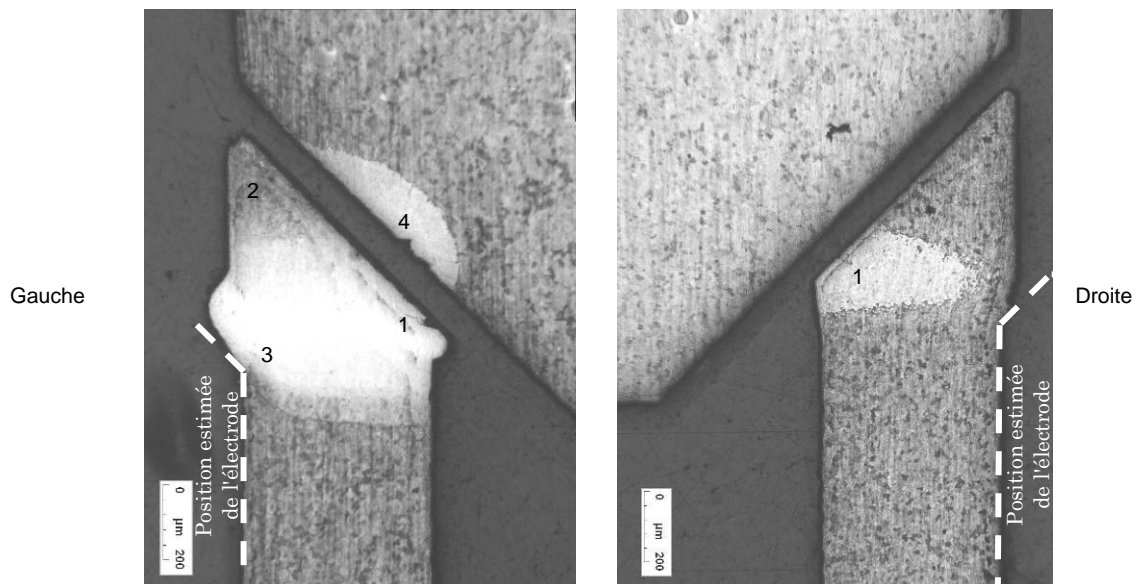


Figure 3.14: Macrographies (côté droit et gauche) après attaque métallographique sur le matériau témoin après le cycle de soudage  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 N ; 13 kA ; 13 ms ; 0,5 mm)$

Les macrographies après soudage montrent en premier lieu une disparité entre le côté gauche et le côté droit.

Considérant le côté gauche (côté le plus transformé), on observe une zone transformée qui commence au niveau de la position de l'électrode (repère 3) et s'étend jusque dans le bouchon (repère 4). Le côté le plus extérieur de la gaine près du bouchon (repère 2) n'est quand à lui que peu ou pas transformé. Ce résultat est qualitativement en accord avec la simulation.

Considérant le côté droit, on observe une zone transformée au niveau de la jonction bouchon-gaine du côté intérieur de la gaine (repère 1). La taille et la forme de cette zone transformée est qualitativement en accord avec la zone de plus haute température repérée par la simulation. Cependant la taille de la zone transformée est plus petite que celle calculée par la simulation numérique.

Côté gauche, dans le bouchon (repère 4), les mesures de microdureté Vickers indiquent des valeurs comprises entre 450 Hv<sub>0,1</sub> et 550 Hv<sub>0,1</sub> ce qui, d'après la Figure 10, correspond à des températures atteintes comprises entre 1150 °C et 1350°C. La simulation nous indique des températures atteintes dans cette zone comprises entre 1000° et 1300°C (gradient important). La simulation est donc en bon accord quantitatif.

La filiation de microdureté dans la gaine, côté gauche, est présentée sur la Figure 3.15

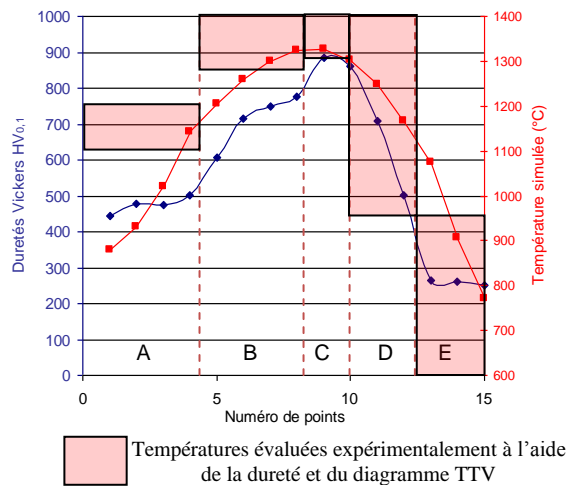
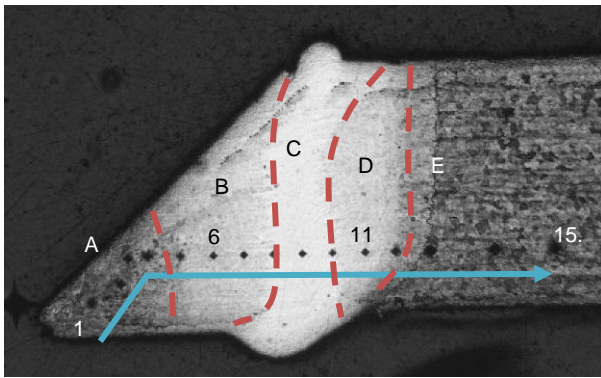


Figure 3.15: Filiation de dureté dans la gaine sur le matériau témoin après le cycle de soudage ( $F_s ; I_s ; t_s ; L_g$ ) = (2200 N ; 13 kA ; 13 ms ; 0,5 mm)

On observe cinq zones avec des paliers de microdureté différents.

Entre le point n°1 au point n°4 (zone A), on se trouve dans la partie de la gaine proche du bouchon à l'extérieur de la gaine (repère 2). Cette zone semble peu ou pas transformée. La température devrait donc être inférieure à  $Ac_1$  (950°C). Cependant les mesures de microdureté présentent des valeurs comprises entre 450  $Hv_{0,1}$  et 500  $Hv_{0,1}$ . D'après le diagramme TTV, ces valeurs correspondent à des températures atteintes comprises entre 1100 °C et 1200 °C. Du fait des gradients thermiques importants, il semble donc difficile d'évaluer précisément les températures. La simulation indique dans cette zone une température atteinte comprise entre 900 et 1050°C (fort gradient de température). L'écart entre les mesures de microdureté et la simulation reste donc faible (inférieure à 20 %) compte tenu des fortes variations de température dans cette zone.

Entre le point n°5 et le point n°8 (zone B), on observe des valeurs de microdureté comprises entre 600  $Hv_{0,1}$  et 775  $Hv_{0,1}$ . D'après la Figure 10, ces valeurs correspondent à des températures atteintes supérieure à 1275 °C (775  $Hv_{0,1}$  est supérieur à la dureté maximale renseignée dans le diagramme TTV). La simulation indique dans cette zone une température atteinte comprise entre 1250°C et 1320°C (fort gradient de température). L'écart entre les mesures de microdureté et la simulation est donc très faible compte tenu des fortes variations de température dans cette zone.

Entre le point n°9 et le point n°10 (zone C), on observe des valeurs de microdureté comprises entre 850  $Hv_{0,1}$  et 900  $Hv_{0,1}$ . Ces valeurs ne sont pas reportées sur le diagramme TTV et la température est donc estimée comme supérieure à 1300 °C. La température simulée est de 1300 °C, ce qui montre un bon accord entre la simulation et les températures estimées expérimentalement.

Entre les points 10 et 13 (zone D), les valeurs de microdureté chutent brutalement. Les températures simulées rendent bien compte de cette chute. Du fait des gradients très importants, il est difficile d'estimer précisément les températures dans cette zone. Ces valeurs correspondent à des températures comprises entre 950 et 1300 °C ce qui est en bon accord avec la simulation.

Entre les points 13 et 15 (zone E), on retrouve la microdureté du métal de base et la zone n'est pas transformée. Les températures sont donc inférieures à  $Ac_1$  (950°C).

Les niveaux de microdureté mesurés sur le côté gauche de la pièce semblent indiquer que la simulation rend bien compte des variations de température au sein de la gaine et permet d'estimer avec une bonne précision les températures atteintes.

### 3.3.1.3. Conclusion de la comparaison thermique

Les résultats indiquent que les localisations des transformations, leurs étendues ainsi que la valeur des températures obtenues sont en bon accord avec les essais sauf en ce qui concerne les zones proches des électrodes. Les différences de température observées entre simulation et expérimentation sont du même ordre de grandeur que les différences obtenues entre le côté droit et le côté gauche des pièces (manque d'homogénéité circonférentielle).

Enfin, cette étude a été réalisée dans le cas des faibles déformations et l'analyse des températures obtenues après déformation devra être réalisée avec prudence.

### 3.3.2. Comparaison avec les mesures en cours de soudage

L'installation expérimentale SOPRANO est instrumentée avec plusieurs capteurs permettant de suivre la force, l'intensité du courant, le déplacement et la différence de potentiel entre les mors en fonction du temps comme indiqué dans le Chapitre 2, paragraphe 2.4.

L'objectif est ici de comparer les données mesurées avec les données issues de la simulation numérique. La comparaison, ici locale, porte sur le point central du plan d'expérience PM2000-1 (voir Chapitre 2, paragraphe 2.6) à savoir  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 \text{ N} ; 16 \text{ kA} ; 13 \text{ ms} ; 0,5 \text{ mm})$ . La comparaison plus globale sur l'ensemble de la plage des paramètres opératoires est réalisée au Chapitre 4.

Les résultats numériques obtenus avec le modèle de référence sont comparés aux mesures expérimentales. La Figure 3.16 présente les évolutions du déplacement, de la résistance électrique entre les mors ( $R_{\text{mors}}$ ) et de l'énergie électrique dissipée obtenues par les mesures expérimentales et par la simulation numérique.

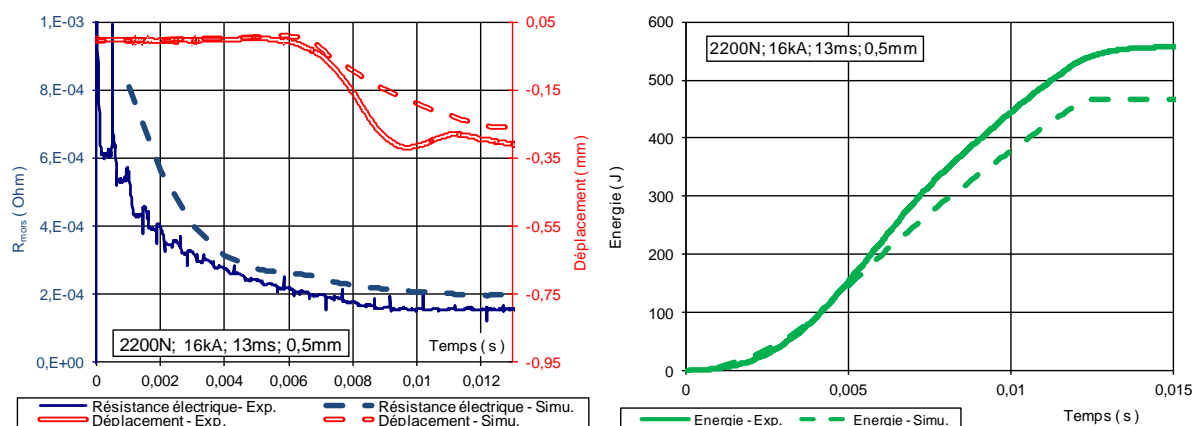


Figure 3.16: Comparaison entre les mesures expérimentales (trait plein) et les données obtenues par simulation numérique (pointillé) du déplacement, de la résistance entre les mors et de l'énergie en fonction du temps pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 \text{ N} ; 16 \text{ kA} ; 13 \text{ ms} ; 0,5 \text{ mm})$

#### 3.3.2.1. Comparaison du déplacement

La comparaison du déplacement simulé et du déplacement mesuré montre l'existence de plusieurs étapes. Entre 2 ms et 6 ms, on observe sur les deux courbes une légère augmentation du déplacement. A partir de 6 ms, les deux courbes montrent une décroissance liée à la phase d'affaissement. Le déplacement mesuré décroît plus rapidement que celui simulé. A la fin de la phase de soudage, la valeur du déplacement simulé est inférieure à la valeur du déplacement mesuré (265  $\mu\text{m}$  contre 346  $\mu\text{m}$ ).

La différence dans la cinétique d'évolution du déplacement ainsi que dans les valeurs peut s'expliquer par les propriétés du matériau à haute température évaluées par extrapolation de données issues de la littérature. L'hypothèse du contact collant entre pièces peut lui aussi expliquer une partie de la différence (voir paragraphe 3.3.4.2).

#### **3.3.2.2. Comparaison de la résistance entre les mors**

Au début du procédé ( $t < 3$  ms), on observe une diminution rapide de la résistance électrique entre les électrodes pour les données mesurées ainsi que pour les données simulées. On observe ensuite une décroissance plus lente jusqu'à l'affaissement des pièces. Après affaissement des pièces, on observe sur la résistance mesurée que la valeur n'évolue quasiment plus. L'affaissement étant plus lent dans la simulation, cette stagnation n'est pas observée.

La simulation rend bien compte des variations de résistance obtenues en cours de soudage. Cependant, la simulation surestime la valeur de la résistance de 20 à 30 %.

La résistance engendrée par la RCE p-e est prédominante dans la mesure de résistance entre les mors (environ 50 % de la valeur mesurée). La différence entre la résistance électrique simulée et mesurée provient donc probablement d'une différence dans la valeur de RCE p-e introduite dans la simulation et les valeurs réelles. En effet, celle-ci peut varier en fonction, entre autre, des électrodes utilisées ainsi que de leur état d'usure.

#### **3.3.2.3. Comparaison de l'énergie électrique dissipée**

La comparaison de l'énergie électrique dissipée montre que la simulation tend à sous-estimer cette valeur avec une différence sur l'énergie finale de 100 J soit 20 % de la valeur de cette dernière. Cette différence provient du fait que le courant de consigne et donc le courant simulé est plus faible que le courant réel. Cependant, l'évolution de l'énergie simulée est semblable à celle mesurée.

#### **3.3.2.4. Conclusion sur la comparaison avec les mesures**

La simulation permet de rendre compte de l'évolution de grandeurs mesurées. La différence dans l'estimation de la valeur des grandeurs est de l'ordre de 20 %. La cinétique d'évolution du déplacement est la grandeur la moins bien représentée. Malgré ces différences, la bonne représentation des évolutions montre que la simulation rend compte des principaux phénomènes physiques en cours de soudage. Cette conclusion s'étend sur l'ensemble de la plage des paramètres opératoires testés. Le Chapitre 4 détaille les éléments de comparaison utilisés sur l'ensemble de la plage des paramètres opératoires.

### **3.3.3. Comparaison de la déformée finale**

La déformée simulée est comparée avec la forme de la soudure observée après découpe et attaque métallographique de la soudure. La comparaison est représentée sur la Figure 3.17.

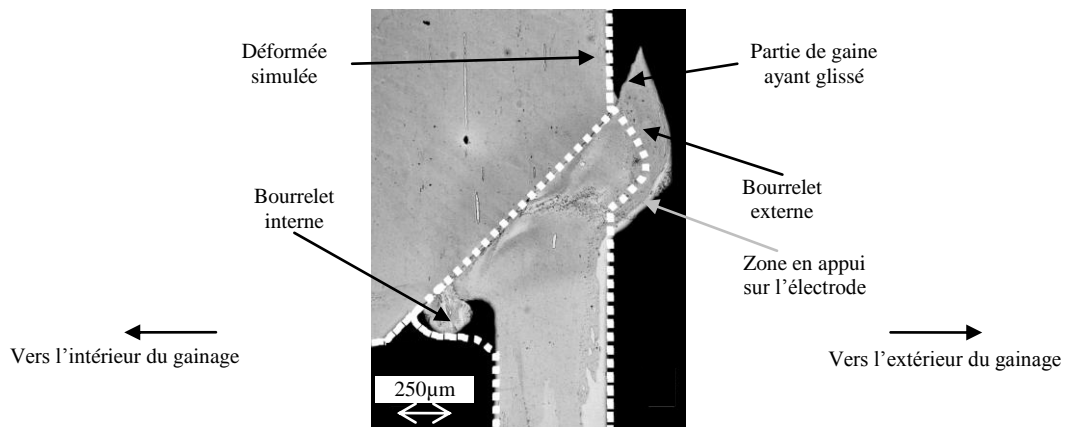


Figure 3.17 : Comparaison de la déformée simulée de la soudure (en pointillé) avec la forme observée par microscopie optique (après attaque métallographique) pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 \text{ N} ; 16 \text{ kA} ; 13 \text{ ms} ; 0,5 \text{ mm})$

La déformée simulée montre que la partie de gaine dépassant de l'électrode est la zone la plus déformée, phénomène aussi observé expérimentalement. La gaine prend appui sur l'électrode de soudage dans les deux cas.

Cependant, la forme des bourrelets interne et externe simulés ne correspond pas à la morphologie observée expérimentalement. Le bourrelet externe observé expérimentalement est plus important que celui simulé. Au niveau du bourrelet externe, il semble que la gaine glisse le long du chanfrein du bouchon et qu'elle est poussée vers l'extérieur. Cet effet n'est pas pris en compte par la simulation du fait que le contact initial entre pièces est modélisé par une continuité du maillage. Le bourrelet interne simulé est quant à lui plus important que celui observé expérimentalement. Différentes hypothèses sont proposées pour expliquer ce phénomène :

- Le glissement de la gaine au niveau du contact peut entraîner un déplacement généralisé de la partie de gaine dépassant de l'électrode vers l'extérieur réduisant la quantité de matière à l'intérieur de la gaine et augmentant celle à l'extérieur.
- La partie interne de la gaine subit les plus hautes températures. Les hypothèses réalisées sur les propriétés mécaniques du matériau à haute température peuvent aussi entraîner la différence observée.
- Sur la macrographie après attaque métallographique, on observe que le bourrelet interne est composé de grains allongés indiquant un passage à l'état liquide. La simulation numérique ne prend pas en compte les propriétés d'une phase liquide et donc ne modélise pas la possible éjection de matière en fusion réduisant la taille du bourrelet.

La comparaison de la déformée obtenue montre encore une fois la limitation du modèle dans la prédiction quantitative (méconnaissance des propriétés matériaux à hautes températures) et même qualitative (modélisation du contact par continuité du maillage) des phénomènes mécaniques.

### 3.3.4. Conclusion et discussion de la mise à l'épreuve

La simulation numérique permet de rendre compte des températures obtenues dans les pièces dans le cas des faibles déformations avec une précision acceptable puisque celle-ci est de l'ordre de grandeur des différences observées le long de la circonférence de la soudure. La simulation numérique permet aussi de rendre compte de l'évolution des grandeurs mesurées en cours de soudage. Deux points de divergence ont été mis en avant.



### 3.3.4.1. Températures proche de l'électrode

Les températures simulées proches des zones de contact avec l'électrode peuvent être sous estimées. Par simulation numérique, il est possible de montrer que la température obtenue en ce point était fortement dépendante de la valeur de la RCT introduite entre les pièces et les électrodes.

La valeur de la RCT choisie est de  $5 \text{ W}^{-1} \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{K}$ . Cette valeur est le cas extrême pour lequel la température proche de l'électrode dépasse la température de fusion. Cependant cette valeur correspond aussi à l'ordre de grandeur de la RCT entre un acier et du cuivre rapportée dans plusieurs études [83, 114]. La comparaison des champs thermiques avec et sans RCT p-e est présentée sur la Figure 3.18.

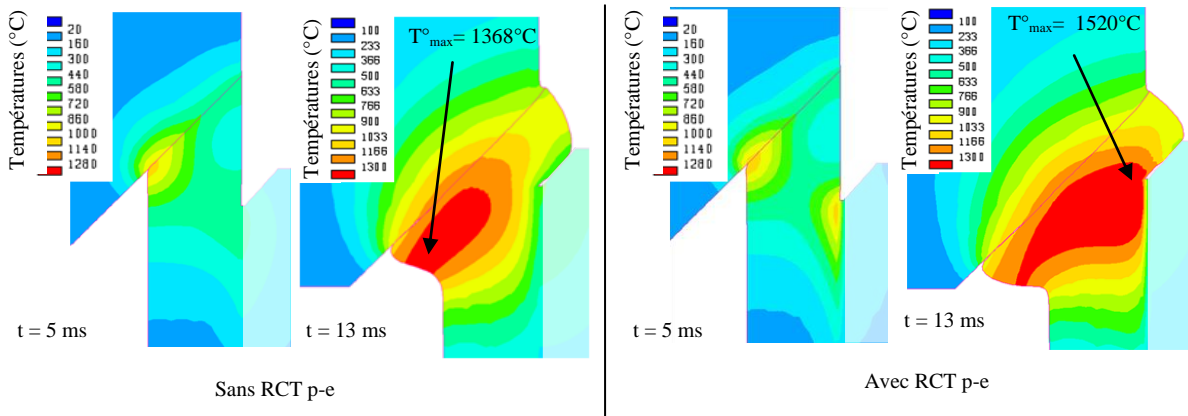


Figure 3.18 : Comparaison des résultats obtenus par simulation numérique (températures et déformée) avec ou sans RCT p-e.  
 $(F_s; I_s; t_s; L_g) = (2200 \text{ N}; 16 \text{ kA}; 13 \text{ ms}; 0,5 \text{ mm})$

Lorsqu'une RCT p-e est présente, un point chaud se forme au niveau de la jonction entre la gaine et l'électrode. Ce point chaud grandit au fur et à mesure du temps. A  $t = 13 \text{ ms}$ , on observe que le point le plus chaud se trouve proche de l'électrode contrairement au calcul réalisé sans RCT p-e et atteint des températures supérieures à la température de fusion.

La RCT p-e a donc une influence importante sur les champs de températures obtenues proche de l'électrode. Plus on s'éloigne de l'électrode et moins son influence est importante. De fait, plus l'électrode est proche du contact p-p ( $L_g$  faible) plus il faut s'attendre à ce que le point chaud formé proche de l'électrode modifie la température au contact par conduction thermique.

L'évaluation des températures proches de l'électrode à l'aide de la simulation numérique devra donc être réalisée avec prudence puisque la température de cette zone dépend de caractéristiques interfaciales entre l'électrode et la pièce que nous n'avons pas pu mettre en œuvre (mesure de RCT). Cependant nous n'avons pas intégré systématiquement une RCT dans le modèle puisque comme montré sur la Figure 3.11, la présence du point particulièrement chaud proche de l'électrode n'est pas systématique et peut apparaître d'un côté de la soudure sans pour autant apparaître de l'autre.

### 3.3.4.2. Comportement lors de l'affaissement et glissement de la gaine

Nous avons observé que l'affaissement obtenu par simulation numérique était plus lent et moins important que celui obtenu expérimentalement. De plus la comparaison de la déformée montre l'existence d'un glissement de la gaine le long du chanfrein du bouchon.

Un calcul a été réalisé dans lequel un contact glissant entre pièce a été introduit selon la même procédure que pour le contact mécanique p-p (voir paragraphe 3.2.4.3.2).

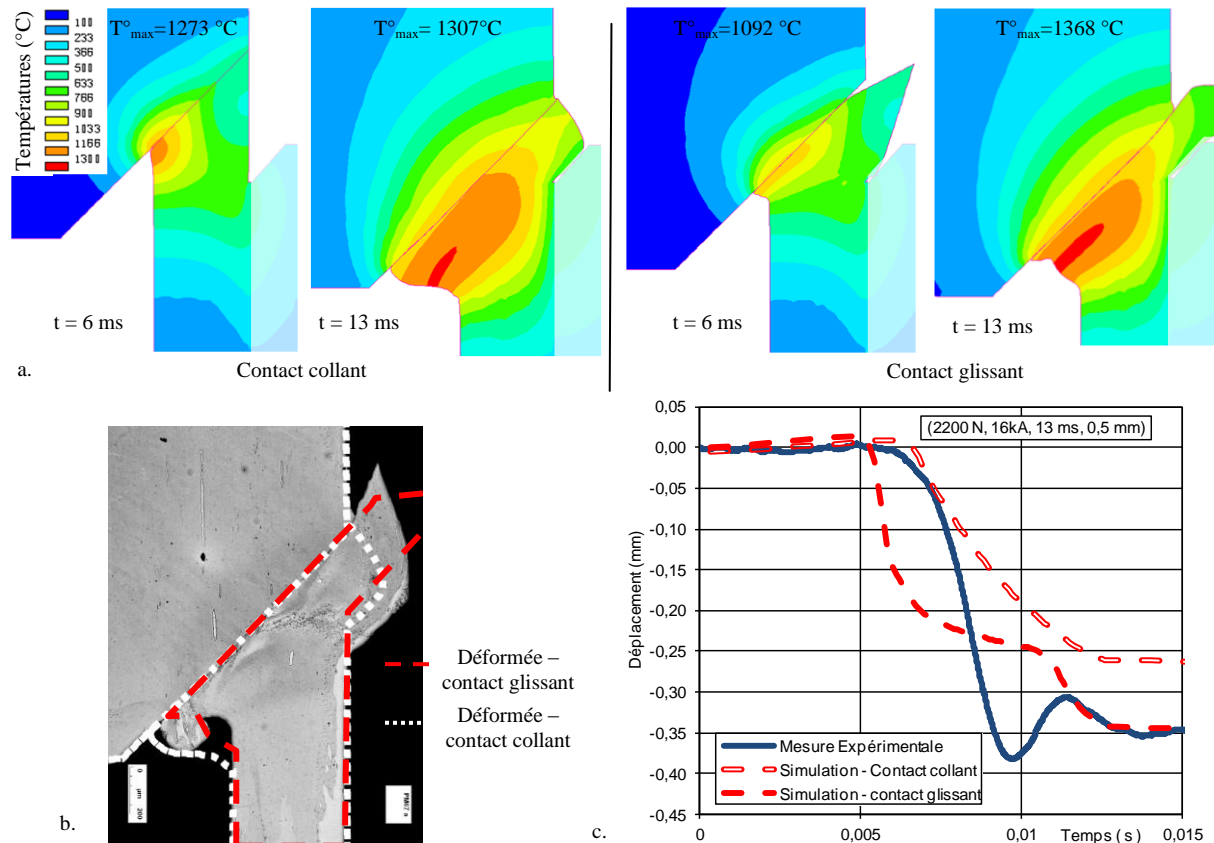


Figure 3.19 : Comparaison des résultats obtenus par simulation numérique en fonction de la nature du contact mécanique entre pièces (collant ou glissant) pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200\text{ N} ; 16\text{ kA} ; 13\text{ ms} ; 0,5\text{ mm})$   
a : Champ de température simulée ; b : Déformée ; c : Déplacement en fonction du temps)

L'ensemble des observables est identique jusqu'à  $t = 5,5\text{ ms}$ , temps à partir duquel l'affaissement commence dans le cas du contact glissant.

A  $t = 5,5\text{ ms}$ , on observe une ouverture du contact extérieur dans le cas du contact glissant et l'affaissement commence. A  $t = 13\text{ ms}$ , on observe que le contact glissant génère un bourrelet extérieur de taille plus importante et un bourrelet interne de taille plus réduite ce qui correspond mieux aux observations expérimentales de la déformée.

Le contact glissant engendre un affaissement plus important et plus rapide dont la valeur finale représente mieux l'affaissement final mesuré. Cependant, il entraîne aussi un affaissement plus précoce, phénomène qui n'est pas observé dans les mesures expérimentales. Cela montre que la situation réelle se trouve entre ces deux cas extrêmes (contact frottant). Il est aussi tout à fait possible que le contact réel passe d'un régime plutôt collant à un régime plutôt glissant au cours du procédé du fait de la température.

Malheureusement, nous n'avons pas pu réaliser de caractérisation tribologique du contact p-p. Nous avons donc choisit de conserver le contact collant afin d'éviter les problèmes de convergence des calculs.

### 3.4. Conclusion

Le modèle numérique du procédé de soudage par résistance appliqué au gainage combustible a été développé à l'aide du logiciel SYSWELD. Il prend en compte les phénomènes électriques, thermiques, mécaniques impliqués dans l'opération de soudage par résistance. Une procédure spécifique de couplage séquentiel a été mise en place afin d'actualiser la géométrie au fur et à mesure du calcul électrothermique.

La simulation comparée à des essais expérimentaux montre une bonne capacité à rendre compte des températures obtenues dans le cadre de petites déformations. La simulation montre aussi une bonne capacité à rendre compte des évolutions des grandeurs mesurées expérimentalement (Différence de potentiel entre les mors, déplacement). La déformée obtenue par simulation est représentative mais présente des différences locales au niveau des bourrelets internes et externes du fait de la méconnaissance des propriétés mécaniques et tribologiques.

La simulation est donc performante pour évaluer les phénomènes électriques et thermiques avant déformation. Lorsque les pièces commencent à se déformer la simulation est alors représentative des phénomènes observés mais est limitée quant à leurs quantifications. Les résultats obtenus numériquement lorsque les pièces se déforment doivent donc être utilisés avec précaution. De plus, il a été montré que la simulation pouvait ne pas être représentative des phénomènes de chauffage proches des électrodes du fait des hypothèses réalisées sur les conditions interfaciales entre pièces et électrodes.

## Chapitre 4

# Influence des paramètres opératoires sur le soudage

L'objectif de ce chapitre est d'évaluer l'influence des paramètres opératoires sur les sollicitations électriques, thermiques et mécaniques en cours de soudage de l'alliage PM2000. L'influence de ces sollicitations sur la métallurgie des matériaux soudés sera étudiée dans le chapitre suivant.

Dans un premier temps, les phénomènes électriques, thermiques et mécaniques seront identifiés. Chaque phénomène sera associé à une ou plusieurs mesures caractéristiques provenant d'essais expérimentaux ou de simulations numériques dans le but de définir les réponses du plan d'expérience. L'influence des paramètres opératoires sur les phénomènes physiques présents en cours de soudage (thermiques, électriques, mécaniques) sera alors étudiée.

### 4.1. Identification des phénomènes physiques

L'identification des phénomènes physiques en cours de soudage est réalisée à l'aide d'un parallèle entre la simulation numérique et les mesures expérimentales réalisées sur le point central du plan d'expérience n°1 réalisé sur PM2000 (PM2000-1). Les paramètres opératoires sont donc  $(F_s; I_s; t_s; L_g) = (2200 \text{ N}; 16 \text{ kA}; 13 \text{ ms}; 0,5 \text{ mm})$ . Ce point central permet d'illustrer les phénomènes typiques observés sur l'ensemble de la plage de paramètres opératoires testée. Les variations autour de ce point seront étudiées dans les paragraphes suivants à l'aide du formalisme des plans d'expériences.

La distribution des températures en cours de soudage obtenue par simulation numérique, le déplacement mesuré et simulé ainsi que la résistance mesurée entre les

mors et la température calculée au contact initial p-p ( $T^{\circ}_{ctc}$ ) sont présentés sur la Figure 4.1.

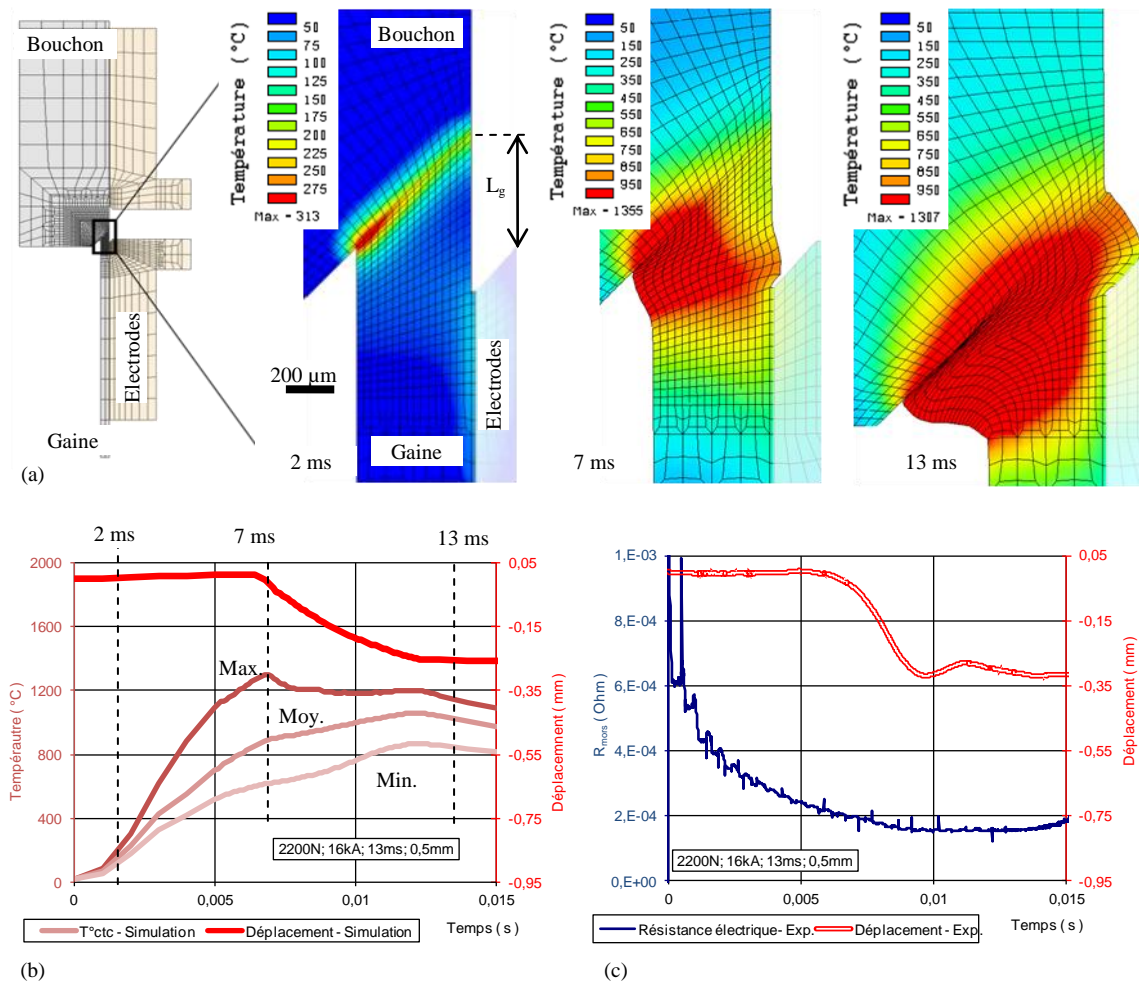


Figure 4.1 : Résultats numérique et expérimentaux pour  
 $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 \text{ N} ; 16 \text{ kA} ; 13 \text{ ms} ; 0,5 \text{ mm})$

- a. : Températures et déformée obtenue par simulation numérique
- b. : Températures minimale, moyenne et maximale au contact p-p et déplacement en fonction du temps obtenus par simulation numérique
- c. : Déplacement et résistance entre les mors en fonction du temps obtenus par mesure en cours de soudage

#### 4.1.1. Chauffage des interfaces

Durant les premières millisecondes ( $t < 5 \text{ ms}$ ), la température au niveau du contact entre les pièces à souder augmente rapidement d'après la simulation ( $>100 \text{ °C/ms}$ ), et la résistance entre les mors diminue. En effet, au début du procédé, les valeurs élevées de la RCE p-p et de la RCE p-e entraînent un chauffage plus important à ces contacts par effet Joule. Cette augmentation de température aux contacts diminue alors les valeurs de RCE, et entraîne une diminution de la résistance entre les mors. Les RCE diminuant, la génération de chaleur aux contacts devient plus faible.

Le déplacement évolue peu pour  $t < 5 \text{ ms}$ . Cependant, la mesure expérimentale montre une légère diminution du déplacement ( $-6 \text{ }\mu\text{m}$ ) entre  $t = 0 \text{ ms}$  et  $t = 2 \text{ ms}$  qui n'est pas observée par simulation numérique. Cette phase est suivie d'une phase d'augmentation (jusqu'à  $4 \text{ }\mu\text{m}$ ) qui cette fois ci est observée par simulation numérique et est peut être attribuée à la dilatation thermique des pièces. La diminution initiale du

déplacement est supposée due à des micro-ajustements du contact mécanique suite au chauffage des contacts (déformation des aspérités, glissement).

#### 4.1.2. Chauffage des volumes

Il y a un changement de régime à partir de  $t = 5$  ms. Le soudage passe d'un régime où le chauffage aux interfaces est prépondérant à un régime où le chauffage dans les volumes (notamment de la partie de gaine dépassant de l'électrode, voir Figure 2.9) le devient.

Entre  $t = 5$  ms et  $t = 7$  ms, la vitesse de chauffage au contact p-p diminue et la diminution de la résistance entre les mors se fait, elle aussi, moins marquée.

L'augmentation du déplacement, due à la dilatation thermique, se poursuit jusqu'à  $t = 7$  ms, temps à partir duquel l'affaissement commence.

Au niveau des champs de températures, un déséquilibre thermique est observé entre la gaine et le bouchon. Les températures les plus élevées se situent dans la gaine. En effet, le passage du bouchon massif à la gaine plus étroite génère une macro-constriction du courant qui engendre une densité du courant plus élevée dans la gaine que dans le bouchon augmentant ainsi l'effet Joule. Plus particulièrement, on observe un point chaud localisé vers l'intérieur de la gaine et une zone de températures plus basses localisée vers l'extérieur de la gaine. Ceci provient de la constriction de courant qui est plus importante à l'intérieur de la gaine comme l'illustre la densité de courant électrique obtenue par simulation numérique présentée sur la Figure 4.2.

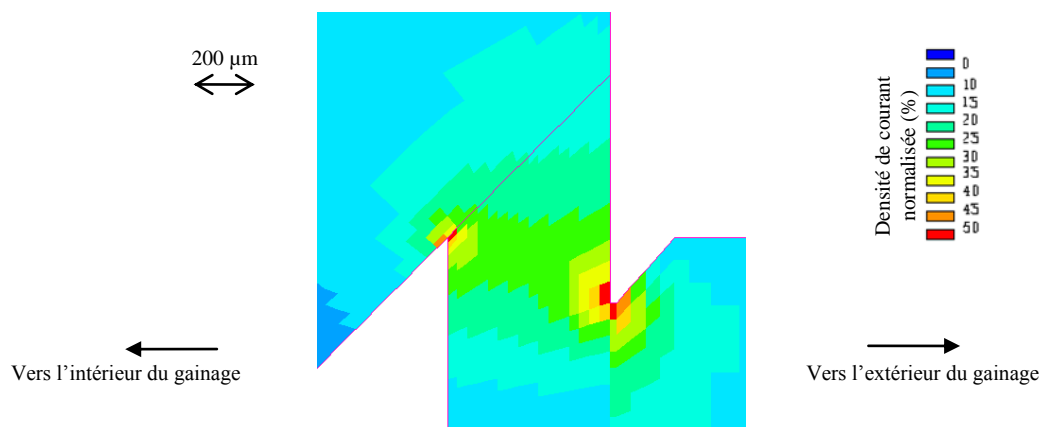


Figure 4.2 : Densité de courant électrique normalisée obtenue par simulation numérique pour  $L_g = 0,5$  mm

On observe bien une densité de courant électrique plus importante dans la gaine par rapport au bouchon et plus particulièrement à l'intérieur du contact p-p ainsi qu'au niveau du contact avec l'électrode.

Sous l'effet de l'augmentation de la température dans la gaine, les propriétés mécaniques locales du matériau diminuent. Au bout d'un certain temps, la partie de gaine dépassant de l'électrode atteint une température qui sous l'effet de la force entraîne l'écrasement de la gaine et conduit à l'affaissement des pièces.

Les phénomènes thermiques sont donc, après quelques millisecondes, principalement pilotés par la différence de section macroscopique entre le bouchon massif et la gaine plus étroite. Ce phénomène conduit alors au chauffage de la partie de gaine dépassant de l'électrode et à son affaissement.

### 4.1.3. Affaissement - Déformation des pièces

L'affaissement des pièces intervient à  $t = 7$  ms dans cet exemple. Il découle de la diminution des propriétés mécaniques du matériau dans la partie de gaine dépassant de l'électrode du fait de l'augmentation de température. On rappelle que lors de la déformation, les informations issues de la simulation numérique sont à utiliser avec précaution du fait que la cinétique de l'affaissement ainsi que la forme de la déformée prévue par la simulation numérique. Elles présentent des disparités avec les observables expérimentaux correspondants (Chapitre 3, paragraphe 3.3.3).

La résistance électrique continue de diminuer jusqu'à la fin de l'affaissement puis reste constante jusqu'à la fin de l'application du courant. On notera que pour certains paramètres opératoires, une singularité est observée sur la mesure de résistance électrique. Cette singularité est analysée en Annexe 7.

Au niveau du déplacement mesuré, la diminution commence lentement puis accélère. On observe à la fin de l'affaissement des oscillations dans la courbe de déplacement que l'on suppose être dues à la rigidité de l'installation.

La déformation des pièces peut être analysée en observant la déformation des grains alignés initialement dans la direction de la gaine. La Figure 4.3 présente la macrographie typique d'un essai expérimental réalisé sur PM2000 où les déformations sont mises en évidence par des traits noirs.

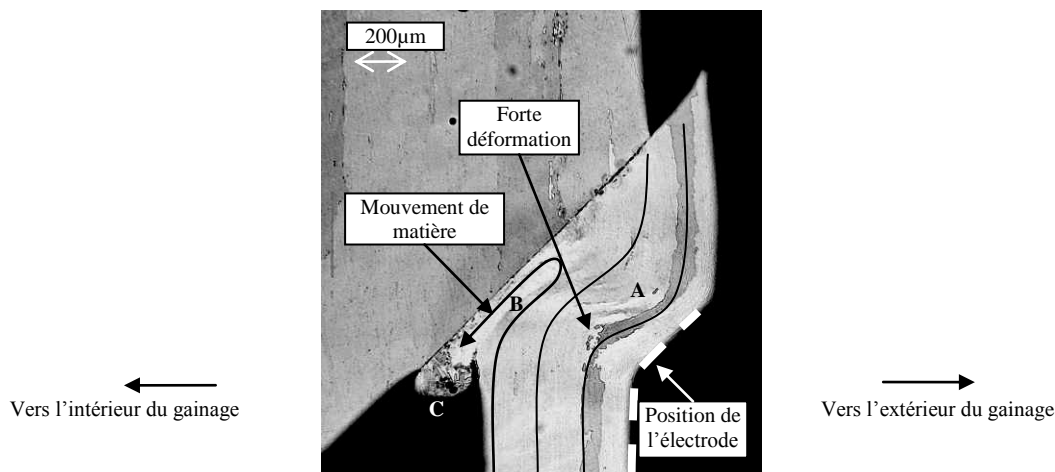


Figure 4.3 : Macrographie après attaque métallographique d'une soudure sur PM2000 avec mise en évidence de la déformation (traits noirs)  
( $F_s ; I_s ; t_s ; L_e$ ) = (2200 N ; 14 kA ; 10 ms ; 0,8 mm)

On observe que la zone la plus déformée est la partie de gaine dépassant de l'électrode. Au cours de l'affaissement, la gaine semble glisser le long du chanfrein du bouchon et un déplacement généralisé vers l'extérieur est observé. On observe que la gaine prend appui sur le chanfrein de l'électrode.

La déformation de la gaine proche de l'électrode (repère A) forme alors un S entraînant a priori des contraintes de cisaillement. Au niveau de l'intérieur du contact (repère B), on observe que la matière est fortement déformée. Il a été montré par simulation numérique que ce point était le point le plus chaud des pièces. Sous l'effet de l'écrasement, la matière fortement chauffée (et pouvant être à l'état liquide) semble être chassée vers l'intérieur et forme le bourrelet interne. Le bourrelet interne (repère C) est ici en partie formé d'une zone fondue. Dans le cas présenté Figure 4.3, le bouchon n'est pas déformé.

#### 4.1.4. Conclusion sur les phénomènes physiques

L'étape de soudage typique dans la plage de paramètres opératoires étudiée peut se découper en trois phases consécutives mettant en jeu des phénomènes physiques particuliers :

- une phase de chauffage des interfaces durant les premières millisecondes : cette phase est liée aux RCE et entraîne une élévation rapide des températures aux contacts qui ont pour effet de diminuer la résistance mesurée entre les mors.
- une phase de chauffage des volumes s'étendant jusqu'à l'affaissement des pièces. Cette phase est liée à la diminution des RCE suite à l'augmentation des températures aux contacts. La constriction du courant dans la gaine étroite entraîne alors une augmentation de la température de la gaine. Cette augmentation de température va entraîner l'affaissement de la gaine.
- une phase d'affaissement des pièces et de déformation de la gaine. Durant cette phase, la partie de gaine dépassant de l'électrode s'écrase entraînant une diminution de la longueur des pièces et une déformation importante de la partie de gaine dépassant de l'électrode. Une partie de la gaine est poussée vers l'extérieur et entre en contact avec l'électrode. La partie la plus intérieure du joint est chassée vers l'intérieur de la gaine et forme le bourrelet interne.

Ces phénomènes sont observés sur l'ensemble des essais. Cependant, il est évident qu'en fonction des paramètres opératoires, des variations de l'intensité de ces différents phénomènes (chauffage plus ou moins rapide, affaissement plus ou moins important...) apparaissent. Dans le paragraphe suivant, nous analysons donc l'effet des paramètres opératoires sur ces différents phénomènes dans le cas du PM2000.

#### 4.2. Reproductibilité des mesures

Avant de s'intéresser à l'influence des paramètres opératoires sur les différents phénomènes en utilisant les mesures en cours de soudage, il est nécessaire de s'intéresser à la reproductibilité de celles-ci. La reproductibilité est illustrée sur le point central du plan d'expérience (PM2000-1) pour lequel deux essais ont été réalisés (PM66 et PM67). La comparaison entre ces deux essais du déplacement et de la résistance entre les mors est présentée sur la Figure 4.4.

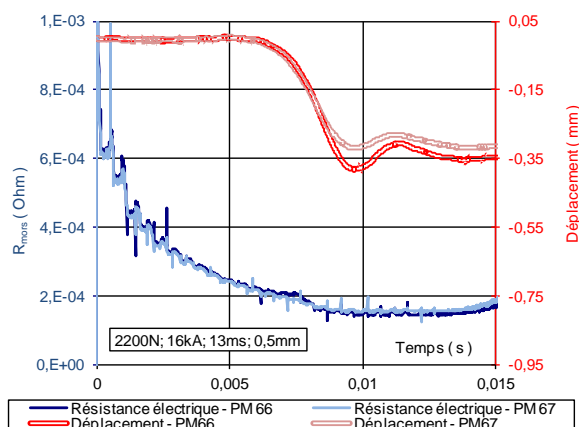


Figure 4.4 : Comparaison du déplacement et de la résistance entre les mors obtenue par mesure en cours de soudage entre deux essais (PM66 et PM67) réalisés avec des paramètres opératoires identiques sur PM2000 ( $F_s ; I_s ; t_s ; L_g = (2200 N ; 16 kA ; 13 ms ; 0,5 mm)$ )

La variation de la résistance est inférieure à  $10 \mu\text{Ohm}$ , soit 2 % de la valeur mesurée à  $t = 5 \text{ ms}$ . Concernant le déplacement, l'affaissement commence 0,10 ms plus tôt pour



l'essai PM66 (pour un  $t_{\text{aff}}$  de 6,47 ms) et l'affaissement final présente une différence de 38  $\mu\text{m}$  soit 10 % de la mesure.

On observe donc une variabilité inférieure à 10 % pour les mesures liées au déplacement et de 2% pour celles liées à la différence de potentiel entre les mors (résistance électrique et énergie). Cependant, nous avons observé que la valeur de résistance électrique entre les mors peut varier de manière plus importante (10 %) notamment lorsque les électrodes sont utilisées pour de nombreux essais (on observe alors une augmentation de la résistance au fur et à mesure des essais).

Cependant, on notera que dans le cas du formalisme des plans d'expériences factoriels complets, les effets sont calculés par la différence de deux moyennes comme indiqué ci-dessous :

$$2 \times \text{Effet de } I_s = (\text{moyenne des 8 essais avec } I_s = +1) - (\text{moyenne des 8 essais avec } I_s = -1)$$

L'utilisation de ces moyennes permet de « lisser » les variations observées sur chaque essai élémentaire. Par exemple, si pour une mesure, la distribution des valeurs mesurées suit une loi normale d'écart-type  $\sigma_0$ , l'effet calculé aurait pour écart-type  $\sigma_0/16$ .

La disponibilité commerciale de l'alliage PM2000 ne nous a pas permis de réaliser suffisamment d'essais pour connaître la loi de distribution des mesures. Nous retiendrons simplement que la reproductibilité des mesures est dans l'ensemble bonne (variation de 10 % environ) et que le formalisme du plan d'expériences tend à diminuer la variabilité des résultats.

### 4.3. Influence des paramètres opératoires

L'objectif est d'identifier l'influence des différents paramètres opératoires sur les trois grandes phases de l'étape de soudage mettant en jeu des phénomènes physiques particuliers (chauffage des interfaces, chauffage des volumes et affaissement). Le formalisme des plans d'expériences adopté pour cette étude nécessite la définition de « réponses ». Pour chaque phénomène physique dont on souhaite connaître les variations en fonction des paramètres opératoires, il est donc nécessaire d'identifier des mesures qui serviront de « témoins » de ce phénomène.

La plage de paramètres opératoires étudiée est reportée dans le Tableau 2.3.

Paramètres opératoires	$F_s$ (N)		$I_s$ (kA)		$t_s$ (ms)		$L_g$ (mm)	
	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1
Valeurs	1800	2600	14	18	10	15	0,2	0,8

Tableau 4.1 : Plage de paramètres opératoires étudiée pour l'alliage PM2000

Afin d'aider à l'interprétation des résultats, ce plan d'expériences a aussi été réalisé par simulation numérique. Dans la suite de l'étude, les interactions entre facteurs seront négligés car leur contribution est faible (inférieure à 10 % de l'effet principal le plus important). Les contributions des résidus aux différentes réponses sont, elles, inférieures à 5 % montrant la capacité de la régression linéaire à rendre compte de l'effet des paramètres opératoires.

### 4.3.1. Le chauffage des interfaces

#### 4.3.1.1. Identification des mesures

Le premier phénomène physique important est le chauffage aux interfaces. D'un point de vue expérimental, ce chauffage est associé à une diminution des RCE p-p et p-e et donc à une diminution de la résistance entre les mors. On peut donc utiliser la mesure de résistance entre les mors à  $t = 5$  ms ( $R_{init}$ ) comme mesure représentative du phénomène de chauffage des interfaces (de façon plus précise,  $R_{init}$  désigne la résistance moyenne mesurée entre  $t = 5$  ms et  $t = 6$  ms). Cependant, nous avons observé (voir Annexe 4) que la résistance entre les pièces n'était qu'une très faible partie de la mesure de résistance entre les mors (environ 5 %). On utilisera donc aussi la simulation numérique et notamment la valeur de la température du contact entre pièces à  $t = 5$  ms ( $T_{tc_{init}}$ ).

#### 4.3.1.2. Influence des paramètres opératoires sur la résistance électrique initiale

On étudie l'influence des paramètres opératoires sur  $R_{init}$ . Les effets des paramètres opératoires obtenus expérimentalement et par simulation numérique sont exposés dans le Tableau 4.2 .

	PM2000-1	Simulation
Constante	232	236
$F_s$	-5	-1
$I_s$	-18	-11
$t_s$	-3	0
$L_g$	22	23

Tableau 4.2 : Effets des paramètres opératoires sur la résistance initiale en milliohm obtenus par mesure en cours de soudage lors du plan PM2000-1 et par simulation numérique de ce même plan

On rappelle que la constante représente la moyenne des mesures obtenues pour les 16 essais de chaque plan. Plus l'effet d'un paramètre opératoire est important (positivement ou négativement) plus le paramètre est influent sur la réponse.

Dans un premier temps, on observe que  $L_g$  et  $I_s$  ont des effets importants alors que  $F_s$  et  $t_s$  ont des influences faibles.

$t_s$  devrait avoir une influence nulle puisque la mesure est réalisée avant l'arrêt du courant. Les effets observés pour  $t_s$  sont donc issus de la variabilité des mesures et nous donne une indication quant à la précision des effets des autres facteurs.

Plus le courant est fort plus il y a de chaleur générée par effet Joule aux contacts donc plus la température augmente vite entraînant une diminution des RCE p-p et p-e.

L'effet de  $L_g$  n'apporte aucune information quant au chauffage des interfaces. En effet, la résistance est modifiée du fait d'une longueur de gaine plus grande à traverser. Il n'est pas possible d'accéder à son effet sur le chauffage des interfaces à l'aide de cette mesure.

Le peu d'influence de  $F_s$  sur cette mesure montre encore une fois que ce paramètre a une influence trop faible (entre les bornes étudiées) sur la RCE p-p pour être détectée par les mesures en cours de soudage (voir Annexe 4).

Les résultats obtenus par simulation numérique sont proches des résultats obtenus expérimentalement avec des écarts inférieures à 3 % de la constante obtenue expérimentalement (de manière générale, les écarts entre les deux plans seront exprimés en pourcentage de la constante qui représente la valeur moyenne). Il est donc acceptable

d'utiliser la simulation numérique pour analyser l'effet des paramètres opératoires sur le chauffage des interfaces en début de procédé.

#### 4.3.1.3. Influence des paramètres opératoires sur les températures au contact p-p

On utilise quatre températures issues de la simulation numérique pour caractériser le chauffage à l'interface p-p.

- La température moyenne au contact p-p à  $t = 5$  ms noté  $T_{tct_{init-moy}}$ ;
- La température maximale au contact p-p à  $t = 5$  ms noté  $T_{tct_{init-max}}$ ;
- La température minimale au contact p-p à  $t = 5$  ms noté  $T_{tct_{init-min}}$ ;
- La différence entre la température maximale et la température minimale au contact p-p à  $t = 5$  ms noté  $\Delta T_{tct_{init}}$ .

On notera que l'estimation de la valeur des températures au contact par la simulation ne doit être utilisée qu'à titre indicatif. En effet, le contact est une région de singularités géométriques (aspérités) entraînant localement des gradients de température très importants. Les températures obtenues dans la simulation doivent être vues comme des températures « macroscopiques » au contact et ne donnent pas d'indication quant à la valeur de la température obtenue localement au niveau des aspérités [115].

Les effets des paramètres opératoires sur ces quatre grandeurs sont présentés dans le Tableau 4.3.

	$T_{tct_{init-moy}}$	$T_{tct_{init-max}}$	$T_{tct_{init-min}}$	$\Delta T_{tct_{init}}$
<b>Constante</b>	777	1134	576	558
$F_s$	-1	-6	0	-5
$I_s$	73	115	42	72
$t_s$	0	0	0	0
$L_g$	1	61	-16	78

Tableau 4.3 : Effets des paramètres opératoires sur les températures caractéristiques du contact en degrés Celsius obtenus par simulation numérique

On observe que  $I_s$  est le paramètre le plus influent sur les températures au contact.  $L_g$  est le second paramètre ayant le plus d'influence.  $F_s$  et  $t_s$  ont une influence très faible.

On observe qu'une augmentation de  $I_s$  tend à augmenter la température au contact de façon générale mais augmente l'hétérogénéité de température.

En revanche, une augmentation de  $L_g$  a pour seul effet d'accroître l'écart entre la température maximale et la température minimale sans pour autant augmenter la température moyenne. Cela provient du fait que plus  $L_g$  est grand plus les lignes de courant sont concentrées vers l'intérieur de la gaine comme le montre les lignes de courant simulées présentées sur la Figure 4.5.

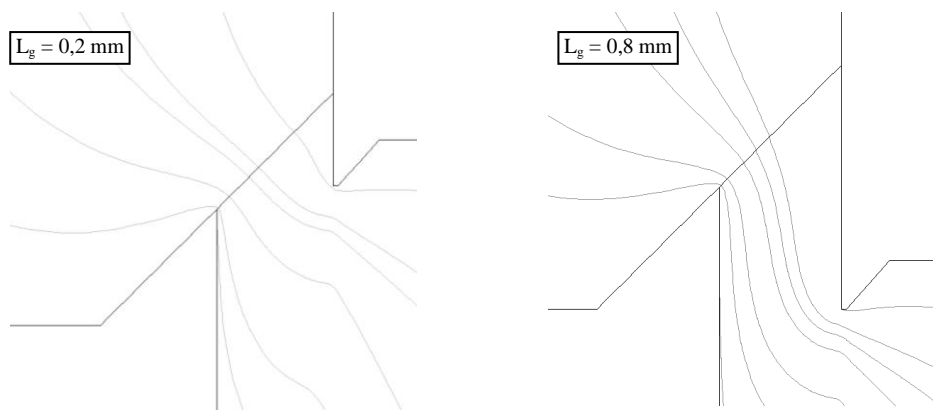


Figure 4.5 : Répartition des lignes de courant en fonction de  $L_g$

La concentration des lignes de courant entraîne une densité de courant plus élevée à l'intérieur de la gaine ce qui augmente localement l'effet Joule.

### 4.3.2. Synthèse

En conclusion, seuls  $I_s$  et  $L_g$  ont une influence significative sur le phénomène de chauffage initial au contact p-p. Un  $L_g$  au niveau haut a pour conséquence un écart plus important entre les températures maximales et minimales au contact sans pour autant apporter une température moyenne plus importante.  $I_s$  au niveau haut génère lui aussi un écart plus important des températures mais permet aussi d'augmenter la température générale au contact. D'après l'analyse numérique réalisée au Chapitre 3 (paragraphe 3.2.4.1), la valeur de la RCE p-p a aussi une influence importante sur le phénomène de chauffage initial au contact.

### 4.3.3. Le chauffage des volumes

#### 4.3.3.1. Identification des mesures

La seconde phase du soudage est le chauffage de la partie de la gaine dépassant de l'électrode. Lorsque la température dans cette partie est suffisante pour permettre son affaissement sous la force considérée, une décroissance du déplacement mesuré est observée. Il est alors possible de caractériser la vitesse de chauffage de cette partie par la mesure du temps de début d'affaissement ( $t_{\text{aff}}$  = temps à partir duquel un déplacement de -0,02 mm est observé). On notera que pour certaines configurations, l'affaissement est trop faible pour être détecté. Dans ces cas, le temps à l'affaissement ( $t_{\text{aff}}$ ) sera considéré égal au temps de soudage ( $t_s$ ).

Il est aussi possible d'évaluer les températures atteintes dans les volumes à  $t = 5$  ms et au moment de l'affaissement en utilisant la simulation numérique.

Enfin, on s'intéressera à la mesure de l'énergie électrique dissipée à l'affaissement ( $E_{\text{aff}}$ ).

#### 4.3.3.2. Influence des paramètres opératoires sur le temps à l'affaissement

On étudie l'influence des paramètres opératoires sur  $t_{\text{aff}}$ . Les effets des paramètres opératoires obtenus expérimentalement et par simulation numérique sont reportés dans le Tableau 4.4.

	PM2000-1	Simulation
Constante	7,09	7,58
$F_s$	-0,22	-0,28
$I_s$	-0,99	-1,06
$t_s$	-0,04	0,07
$L_g$	-1,02	-1,06

*Tableau 4.4 : Effets des paramètres opératoires sur le temps à l'affaissement en millisecondes obtenus par mesure en cours de soudage lors du plan PM2000-1 et par simulation numérique de ce même plan*

Les paramètres opératoires les plus influents sur  $t_{\text{aff}}$  sont  $L_g$  et  $I_s$ .  $F_s$  et  $t_s$  possèdent des influences plus faibles.

Un  $F_s$  plus élevé permet un affaissement plus précoce puisque les températures à atteindre pour permettre l'affaissement sont plus basses.

Lorsque  $I_s$  augmente, l'affaissement est également plus précoce. En effet, plus le courant est élevé plus l'effet Joule est important entraînant une élévation de température accrue et donc l'obtention plus rapide de températures permettant l'affaissement.

Même si  $t_{\text{aff}}$  est majoritairement mesuré avant  $t = t_s$ , l'effet de  $t_s$  n'est pas nul puisque certains essais montrent un affaissement après l'interruption du courant. Cependant, il est évident que  $t_s$  n'a pas d'influence sur tous les phénomènes se déroulant avant la descente en courant ( $t = 9$  ms ou  $t = 14$  ms).

Lorsque  $L_g$  augmente, l'affaissement est plus précoce.  $L_g$  a donc un effet important sur la vitesse de chauffage des volumes ou sur les températures atteintes lors de l'affaissement.

On montre que les résultats obtenus par simulation numérique sont proches de ceux obtenus expérimentalement avec la même hiérarchie dans les paramètres opératoires et une différence dans les valeurs inférieure à 2 % de la mesure. Il est donc possible d'utiliser la simulation numérique afin de caractériser l'influence des paramètres opératoires sur le phénomène de chauffage des volumes.

#### **4.3.3.3. Influence des paramètres opératoires sur la température à $t = 5$ ms**

Puisque  $t_s$  et  $F_s$  ont peu d'influence sur  $t_{\text{aff}}$ , on étudiera uniquement les différences engendrées par  $L_g$  et  $I_s$  ( $F_s$  est fixé à 2600 N et son influence est négligeable ;  $t_s$  a aucune influence). La Figure 4.6 montre les champs de températures à 5 ms pour les quatre combinaisons possibles de  $L_g$  et  $I_s$ .

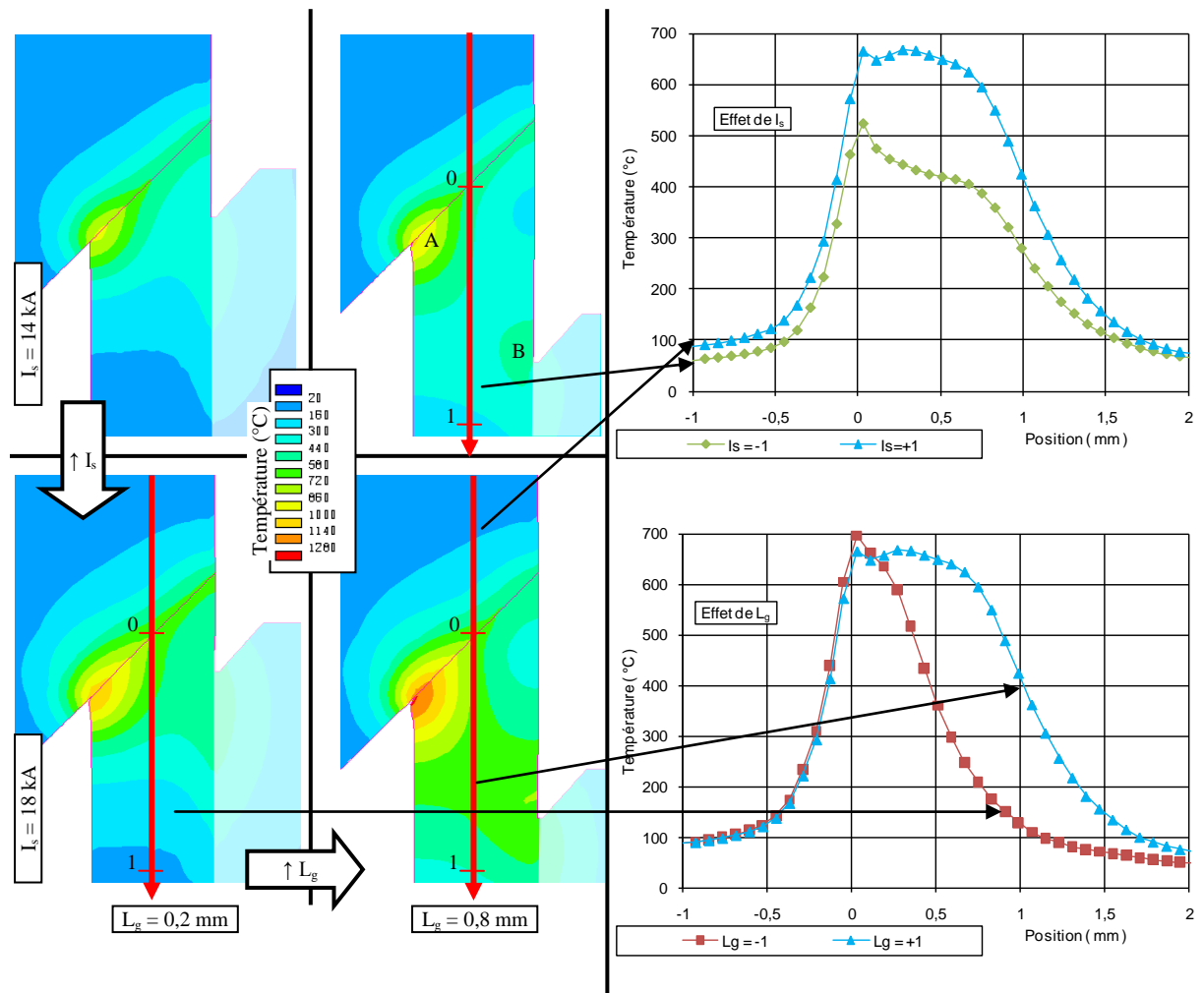


Figure 4.6 : Champs de températures dans les pièces (avec mise en évidence de la température le long d'une ligne au centre de la gaine) à  $t = 5 \text{ ms}$  obtenus par simulation numérique pour quatre essais différents montrant l'influence de  $L_g$  et de  $I_s$

A  $t = 5 \text{ ms}$ , on observe qu'une augmentation de  $I_s$  tend à accroître de façon générale les températures obtenues sans pour autant modifier fortement la distribution des températures (forme des isothermes, pic de température au contact et températures élevées dans la partie de gaine dépassant de l'électrode).

A contrario,  $L_g$  influence principalement la distribution des températures avec une zone à plus haute température plus étalée dans le cas d'un  $L_g$  plus important. Cependant la température maximale est proche dans les deux cas (différence de  $40 \text{ °C}$ ).

Pour  $L_g$  au niveau haut, on observe la formation d'un point chaud proche du contact entre l'électrode et la gaine (repère B). Ce point chaud semble moins présent pour  $L_g$  au niveau bas. Cependant les températures obtenues par simulation numérique dans les zones proches de l'électrode peuvent être sous estimées comme cela a été montré au Chapitre 3 (paragraphe 3.3.1).

L'intensité du courant et la longueur de gaine dépassant de l'électrode ont donc une influence importante sur le phénomène de chauffage dans les volumes. Il est donc nécessaire de s'intéresser à la distribution et aux valeurs des températures au moment où la gaine s'affaisse ( $t = t_{\text{aff}}$ ).

#### 4.3.3.4. Influence des paramètres opératoires sur la température à $t = t_{aff}$

On analyse maintenant la distribution des températures au moment de l'affaissement ( $t_{aff}$ ). La Figure 4.7 montre les champs de températures à  $t = t_{aff}$ .

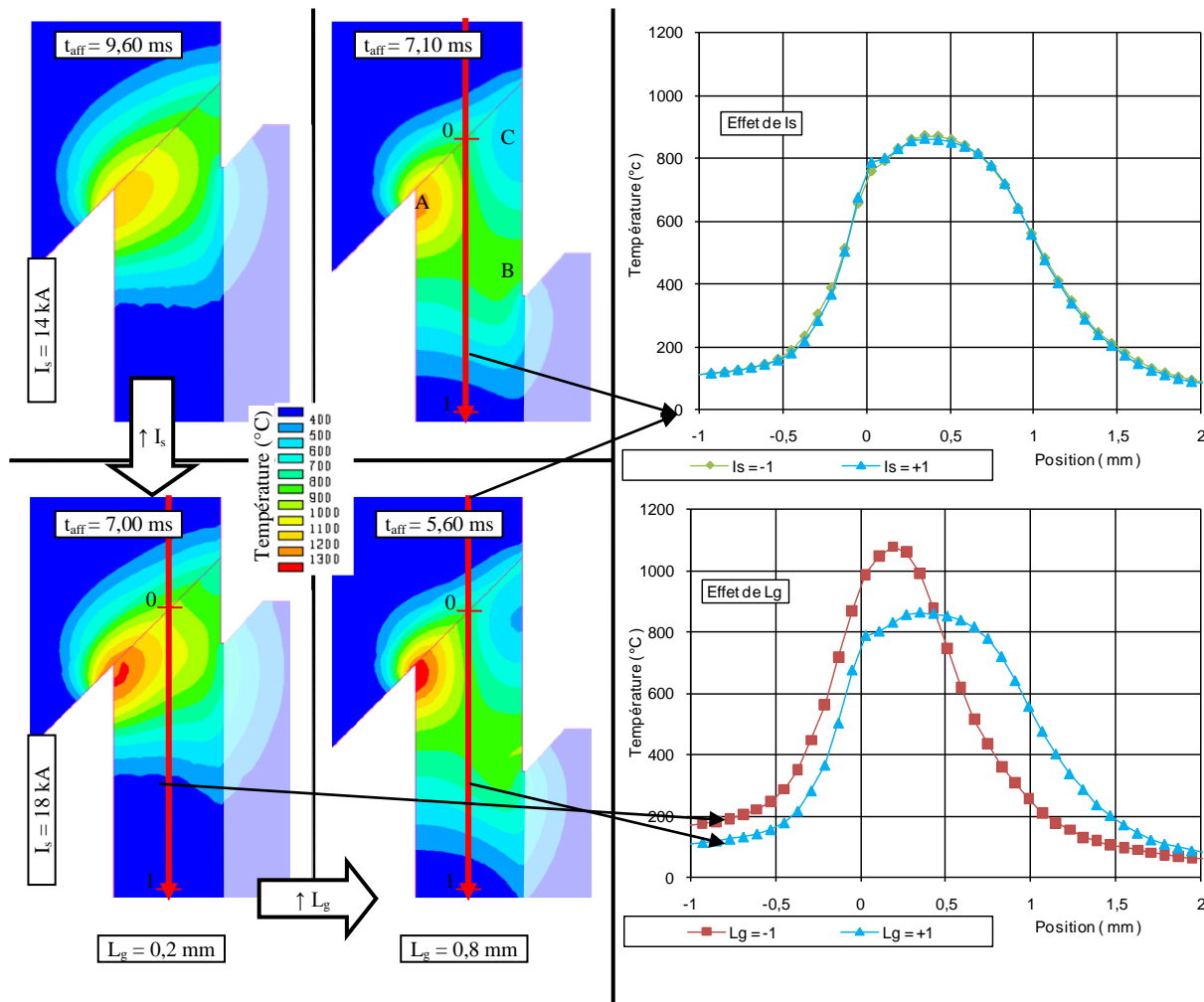


Figure 4.7 : Champs de températures dans les pièces (avec mise en évidence de la température le long d'une ligne au centre de la gaine) à  $t = t_{aff}$  obtenus par simulation numérique pour quatre essais différents montrant l'influence de  $L_g$  et de  $I_s$

On remarque que les plus hautes températures ne sont pas atteintes au contact p-p (position = 0) mais dans les volumes, montrant encore une fois le passage d'un phénomène de chauffage aux interfaces vers un phénomène de chauffage des volumes au cours du procédé

Lorsque  $I_s$  varie, les niveaux de températures atteints au centre de la gaine au moment de l'affaissement sont très proches (différences inférieures à 15 °C) alors même que les temps à l'affaissement sont très différents (7,10 ms contre 5,60 ms). En revanche, on observe de légères différences dans la distribution des températures. Lorsque  $I_s$  est au niveau haut et comparé à  $I_s$  au niveau bas, le point le plus chaud de la partie de gaine dépassant de l'électrode (repère A) est à une température plus élevée (1371 °C contre 1238°C) alors que le point le plus froid de cette zone (repère C) atteint une température légèrement plus faible (486 °C contre 521 °C).

L'affaissement apparaît donc sensiblement aux mêmes températures quelle que soit l'intensité du courant pour un  $L_g$  fixé. L'intensité du courant a alors uniquement un effet sur la vitesse de chauffage et donc sur  $t_{aff}$  comme montré dans le paragraphe 4.3.3.2.

Plus le courant est faible, plus l'affaissement apparaîtra tardivement. Ce retard permet un affaissement à des températures plus homogènes dans la partie de gaine dépassant de l'électrode du fait d'une meilleure diffusion de la température depuis les points chauds liés à la constriction du courant (repère A et B).

Lorsque  $L_g$  varie, la valeur et la distribution des températures lors de l'affaissement varient. Pour  $L_g$  au niveau haut, les températures au centre de la gaine (ligne rouge) sont plus faibles et la zone de hautes températures affecte une plus grande longueur côté gaine et une longueur plus faible côté bouchon. Le point le plus chaud de la gaine situé proche du contact vers l'intérieur du joint (repère A) atteint une température comparable quelle que soit  $L_g$  avec une différence de 53 °C entre les deux niveaux de  $L_g$ . En revanche, le point le plus froid de la partie de gaine dépassant de l'électrode (repère C) est plus froid lorsque  $L_g$  est au niveau haut avec une différence de 230 °C (486 °C contre 717 °C). Diminuer  $L_g$  permet donc de réaliser l'affaissement de la gaine à des températures plus homogènes dans la partie de gaine dépassant de l'électrode.

La génération de chaleur est liée à l'énergie électrique dissipée dans les pièces. Il est donc nécessaire de s'intéresser à l'effet des paramètres opératoires sur cette grandeur.

#### 4.3.3.5. Influence des paramètres opératoires sur l'énergie dissipée à l'affaissement

Il est possible de calculer l'énergie à l'affaissement ( $E_{aff}$ ). Cette quantité est calculée par l'intégration du produit de l'intensité du courant par le potentiel mesuré entre les mors depuis  $t = 0$  jusqu'à  $t = t_{aff}$ . Lorsque l'affaissement n'est pas détecté, on considère alors que  $t_{aff} = t_s$  et l'énergie à l'affaissement est donc considérée égale à l'énergie totale dissipée durant l'étape de soudage. Les effets des paramètres opératoires sur cette quantité sont exposés dans le Tableau 4.5.

	PM2000-1	Simulation
Constante	274	287
$F_s$	-23	-14
$I_s$	-4	2
$t_s$	-2	5
$L_g$	-40	-29

Tableau 4.5 : Effets des paramètres opératoires sur l'énergie à l'affaissement en joules obtenus par mesure en cours de soudage lors du plan PM2000-1 et par simulation numérique de ce même plan

Les paramètres opératoires les plus influents sont  $L_g$  et  $F_s$ . L'influence des autres paramètres opératoires est plus faible.

Lorsque  $F_s$  augmente, l'énergie apportée nécessaire pour déformer la gaine diminue puisque la température nécessaire à l'affaissement est plus faible.

$I_s$  a une influence très faible (<5% de  $E_{aff}$ ) alors même que ce paramètre est très influent sur  $t_{aff}$ . Cela confirme que même si la pièce s'affaisse plus tôt lorsque  $I_s$  est élevé, elle s'affaisse sensiblement aux mêmes énergies et aux mêmes températures pour un  $L_g$  et un  $F_s$  donnés.

Augmenter  $L_g$  tend à diminuer  $E_{aff}$ . Nous avons vu que lorsque  $L_g$  augmente, la température à l'affaissement était plus faible, ce qui explique que  $E_{aff}$  est plus faible.

Là encore, de faibles différences sont observées entre les résultats numériques et expérimentaux (différences inférieures à 5 %) montrant la cohérence de la simulation numérique dans l'évaluation de l'influence des paramètres opératoires sur le phénomène de chauffage dans les volumes et ce jusqu'au moment de l'affaissement.



#### 4.3.3.6. Synthèse

La partie de gaine dépassant de l'électrode chauffe jusqu'à atteindre une température entraînant son affaissement. La vitesse de chauffage est principalement contrôlée par  $I_s$ . L'état thermique de la gaine au moment de l'affaissement est principalement lié au paramètre opératoire  $L_g$ . Plus  $I_s$  est faible plus le temps à l'affaissement est grand ce qui permet une meilleure diffusion de la température depuis les points chauds liés à la constriction du courant et permet d'obtenir des températures plus homogènes dans la gaine au moment de l'affaissement. Il est donc maintenant important de s'intéresser à l'influence des paramètres opératoires sur le phénomène d'affaissement des pièces.

#### 4.3.4. Affaissement et déformation des pièces

##### 4.3.4.1. Identification des mesures

Lorsque les températures dans la gaine atteignent des valeurs permettant sa déformation sous la force considérée, on observe une déformation ainsi qu'un déplacement important des pièces. Ce déplacement peut être quantifié par la mesure de l'affaissement des pièces (Aff.) qui représente le déplacement final après le passage du courant ou, exprimé de façon différente, la modification de la longueur en cours de soudage des pièces assemblées comme montré sur la Figure 4.8. De manière plus précise, l'affaissement est le déplacement mesuré à  $t = 35$  ms (moyenne entre  $t = 30$  ms et  $t = 40$  ms) de façon à se trouver après le passage du courant et après la période d'oscillation de la mesure de déplacement due à la rigidité de l'installation (voir Chapitre 2, paragraphe 2.4.1.3).

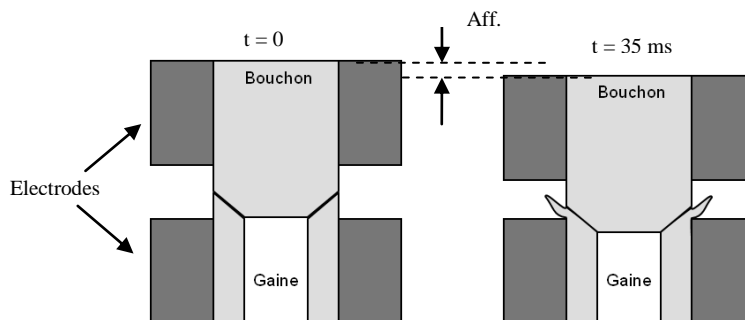


Figure 4.8 : Schéma de la méthode de mesure de l'affaissement des pièces

##### 4.3.4.2. Influence des paramètres opératoires sur l'affaissement

On étudie l'influence des paramètres opératoires sur la valeur de l'affaissement (Aff.). Les résultats obtenus sont exposés dans le Tableau 4.6.

	PM2000-1	Simulation
Constante	380	257
$F_s$	-21	25
$I_s$	102	79
$t_s$	36	68
$L_g$	159	153

Tableau 4.6 : Effets des paramètres opératoires sur la valeur de l'affaissement en micromètres obtenus par mesure en cours de soudage lors du plan PM2000-1 et par simulation numérique de ce même plan

On observe que les résultats obtenus par simulation numérique diffèrent de ceux obtenus lors des mesures expérimentales (différence allant jusqu'à 12 %). Cette différence avait déjà été notée lors de la comparaison réalisée avec les paramètres opératoires du point central du plan PM2000-1 présentée au Chapitre 3 (paragraphe 3.3.2). Cette différence peut provenir de l'approximation faite pour les propriétés matériaux à haute température ainsi que de la méconnaissance des caractéristiques tribologiques du contact entre pièces. La simulation numérique ne sera donc pas utilisée pour analyser le phénomène d'affaissement et de déformation.

On observe que  $L_g$  est le paramètre opératoire le plus influent sur l'affaissement suivi de  $I_s$ . Les paramètres  $t_s$  et  $F_s$  ont des effets plus faibles mais qui restent significatifs (10 % de la mesure).

Une augmentation de  $F_s$  (dans les bornes du plan d'expérience) tend à diminuer l'affaissement. Nous avons vu qu'une augmentation de la force avait tendance à diminuer le temps de début d'affaissement ( $t_{aff}$ ) et à diminuer l'énergie électrique à l'affaissement ( $E_{aff}$ ). On peut donc supposer que la diffusion thermique ayant été moins importante, les zones de plus hautes températures sont moins étendues lorsque  $F_s$  est au niveau haut. De plus, les températures sont plus faibles ce qui limite les déformations dans la gaine et donc limite l'affaissement.

$I_s$  est le second paramètre opératoire le plus influent sur l'affaissement et son effet est positif. Nous avons vu précédemment que  $I_s$  avait peu d'influence sur les températures au moment de l'affaissement. L'influence de  $I_s$  sur l'affaissement final provient donc de phénomènes se déroulant pendant l'affaissement ou après et non d'une différence survenue avant l'affaissement.

L'effet de  $L_g$  est positif et c'est le paramètre le plus influent. Augmenter  $L_g$  tend à augmenter l'affaissement du fait d'une plus grande partie de gaine atteignant une température élevée comme montré dans le paragraphe précédent. Cela entraîne alors une plus grande partie déformée.

Une augmentation de  $t_s$  tend à augmenter l'affaissement. L'influence du temps de soudage s'explique par deux phénomènes distincts en fonction de l'intensité du courant :

- Lorsque  $I_s$  est au niveau haut, un second affaissement apparaît après le premier autour de  $t = 13$  ms si le courant est maintenu jusque là.
- Lorsque  $I_s$  est au niveau bas, l'affaissement principal est interrompu par l'arrêt du courant pour des temps de soudage courts et non pour des temps de soudage longs.

Ces deux effets sont illustrés sur la Figure 4.9 pour  $F_s = 2600$  N et  $L_g = 0,8$  mm.

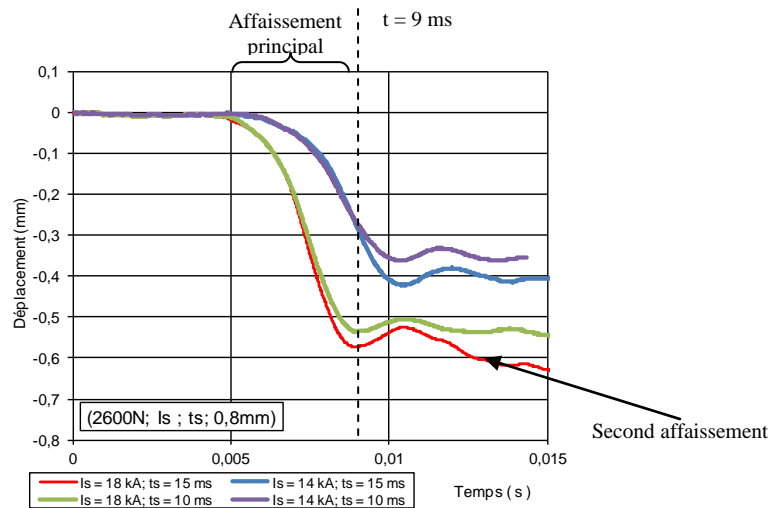


Figure 4.9 : Déplacement des pièces en fonction du temps obtenus par mesures expérimentales pour quatre jeux de paramètres opératoires mettant en évidence l'influence typique de  $I_s$  et de  $t_s$  sur PM2000

On observe pour  $(2600 \text{ N}; 14 \text{ kA}; t_s; 0,8 \text{ mm})$  (courbe violette et bleue) que le déplacement est identique pour les deux essais jusqu'à  $t = 9 \text{ ms}$ , temps à partir duquel le courant commence à diminuer pour  $t_s = 10 \text{ ms}$  (courbe violette). L'effet du temps de soudage est dans ce cas purement lié au fait que l'intensité du courant est maintenue tout au long de l'affaissement pour  $t_s = 15 \text{ ms}$  et non pour  $t_s = 10 \text{ ms}$ .

Lorsque le courant est plus élevé (courbe rouge et verte), l'affaissement principal commence et finit plus tôt. Il finit avant  $t = 9 \text{ ms}$ . Cependant, on observe un second affaissement aux alentours de  $t = 13 \text{ ms}$  pour  $t_s = 15 \text{ ms}$  (courbe rouge). Cet affaissement est dû au fait que pour  $t_s = 15 \text{ ms}$ , le courant continue à générer de la chaleur après le premier affaissement ce qui n'est pas le cas pour  $t_s = 10 \text{ ms}$ .

#### 4.3.4.3. Influence des paramètres opératoires sur la déformée des pièces

La déformée des pièces est observée lors des coupes métallographiques réalisées après soudage. On étudie la déformée des pièces en fonction des deux paramètres les plus influents sur l'affaissement ( $L_g$  et  $I_s$ ). Les soudures présentées sur la Figure 4.10 illustrent les effets de  $L_g$  et de  $I_s$  pour  $F_s = 2600 \text{ N}$  et  $t_s = 15 \text{ ms}$ . Les déformées sont mises en évidence à l'aide de flèches noires.

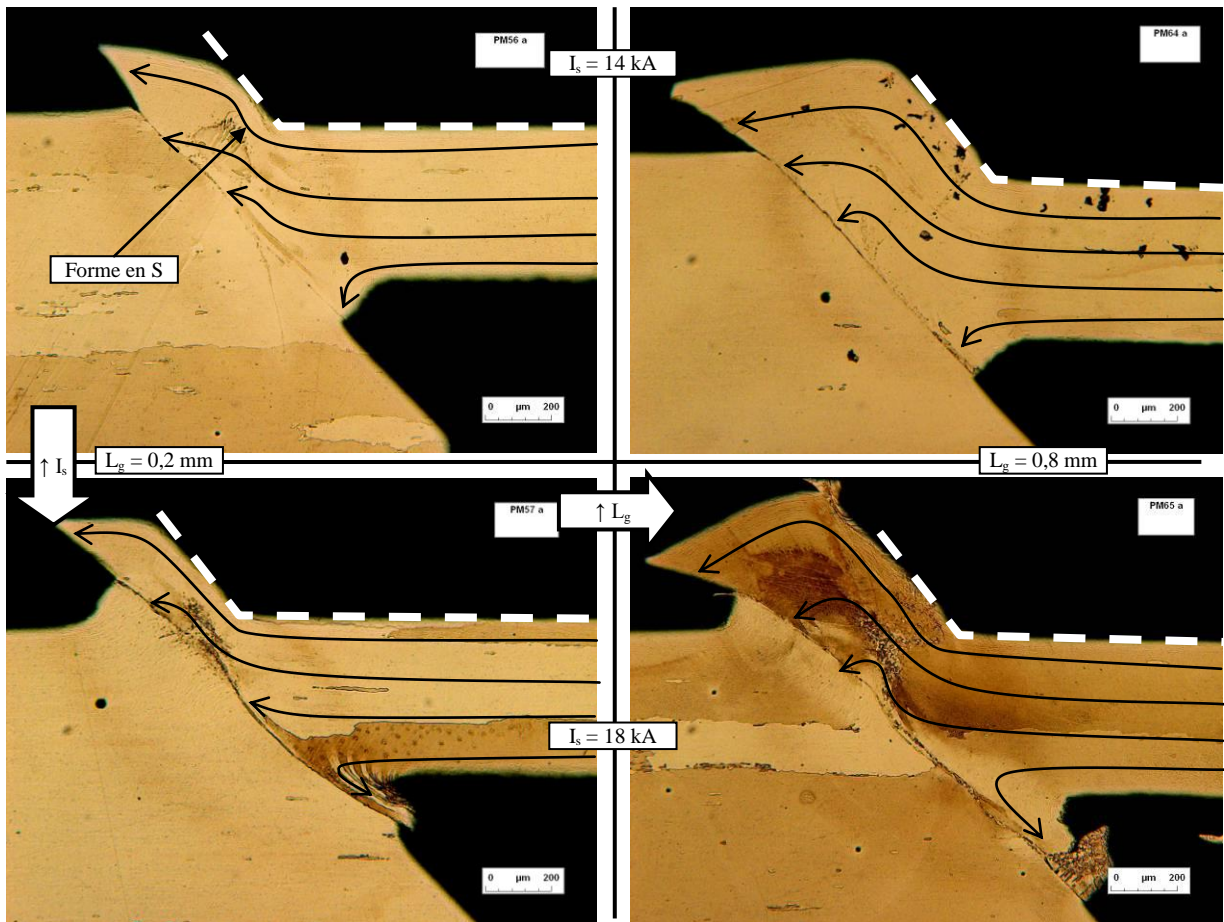


Figure 4.10 : Mise en évidence des déformations des pièces observées (flèches noires) sur les macrographies des soudures sur PM2000 après attaque métallographique obtenues pour quatre essais différents montrant l'influence de  $L_g$  et de  $I_s$

Nous nous intéressons uniquement à la déformée des pièces. L'analyse des microstructures sera réalisée au chapitre 5.

Nous avons vu précédemment qu'une augmentation de  $I_s$  tend à augmenter l'affaissement. On observe sur la Figure 4.10 qu'une augmentation de  $I_s$  a pour effet de créer une déformation du bouchon, phénomène non observé lorsque  $I_s$  est faible. On notera que le bouchon est déformé uniquement lorsque  $t_s$  est aussi à son niveau le plus haut et peut donc provenir du second affaissement. L'augmentation de  $I_s$  a aussi pour effet d'accentuer les déformations observées pour un courant faible. En effet, les déformations se font plus franches lorsque  $I_s$  augmente mais leur forme reste identique.

Nous avons vu précédemment qu'une augmentation de  $L_g$  tend à augmenter l'affaissement. On observe que  $L_g$  modifie fortement la déformée des pièces. Dans les deux configurations de  $L_g$ , la gaine prend appui sur l'électrode. Cependant, plus  $L_g$  est faible moins la gaine s'appuie sur l'électrode. Pour un  $L_g$  faible, le glissement de la gaine le long du chanfrein du bouchon est présent mais moins marqué. En effet, l'électrode contraint radialement la gaine et le maintien de la gaine est donc mieux assuré lorsque  $L_g$  est faible.

#### 4.3.4.4. Synthèse

Lorsqu'on observe les cartographies de températures obtenues par simulation numérique au moment de l'affaissement (à  $t_{aff}$ ) (Figure 4.7), on observe que la partie qui se déforme est bien la partie qui atteint les plus hautes températures. La partie de gaine

proche du joint et située vers l'extérieur, glisse le long du chanfrein sans se déformer du fait que cette partie se trouve à des températures plus faibles.

Il est alors possible de schématiser sur la Figure 4.11 le mécanisme de déformation apparaissant dans la gaine pour les deux longueurs de gaine.

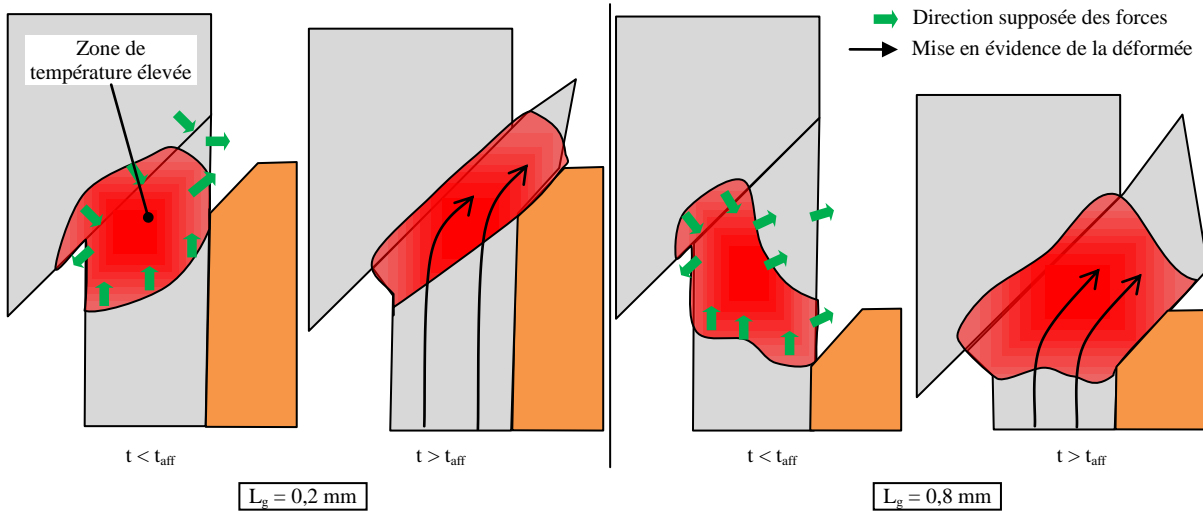


Figure 4.11 : Schéma du mécanisme de déformation des pièces pour deux valeurs de  $L_g$

La partie de gaine située sur l'extérieur du contact est chassée vers le bourrelet extérieur sous l'effet de la matière à haute température qui est comprimée. Sous l'effet de la compression, la matière s'écarte vers l'extérieur et s'appuie sur l'électrode. Lorsque le bouchon s'enfonce alors dans la gaine, les zones de plus hautes températures sont recentrées sur l'interface.

#### 4.3.5. Différences observées entre PM2000-1 et PM2000-2

Le plan d'expériences sur PM2000 (PM2000-1) a été réalisé une seconde fois afin de confirmer les résultats (plan nommé PM2000-2). Cependant, les électrodes de soudage utilisées sont différentes. Contrairement aux électrodes utilisées lors du plan PM2000-1, les électrodes utilisées lors du plan PM2000-2 sont neuves. De plus, le chanfrein de ces nouvelles électrodes est moins profond voire inexistant en certains endroits de la circonférence entraînant un  $L_g$  effectif plus faible d'environ 200  $\mu\text{m}$  comme illustré sur la Figure 2.9.

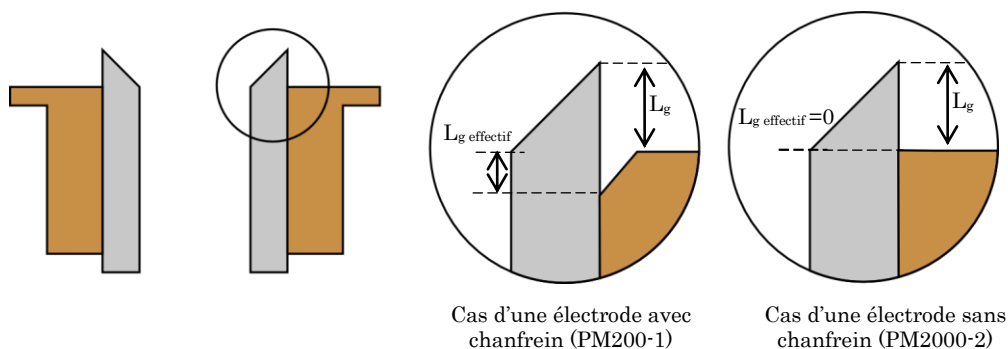


Figure 4.12 : Comparaison des géométries des électrodes entre le plan PM2000-1 et le plan PM2000-2 (cas  $L_g = 0,5 \text{ mm}$ )

Ce second plan montre des résultats très similaires à ceux du premier ce qui montre la bonne reproductibilité des mesures en cours de soudage malgré la différence dans les électrodes. Seuls quelques résultats sont modifiés du fait de cette différence.

L'effet de ces électrodes est dans un premiers temps électrothermique. Les électrodes neuves semblent avoir réduit la RCE p-e réduisant ainsi le chauffage au niveau de l'interface p-e (valeur moyenne de  $R_{init}$  plus faible de 10%).

Ensuite, l'effet de l'électrode est mécanique. La différence de longueur de gaine effective entraîne une différence dans le comportement à l'affaissement. Cette différence est principalement visible lorsque  $L_g$  est faible. En effet, dans cette configuration, l'absence de chanfrein sur les électrodes dans le plan PM2000-2 entraîne que la longueur de gaine effective dépassant de l'électrode est très faible ce qui limite fortement les déformations et le glissement de la gaine. La Figure 4.13 présente les mesures de déplacement typique en fonction de  $L_g$  et du jeu d'électrode utilisé (plan PM2000-1 et plan PM2000-2).

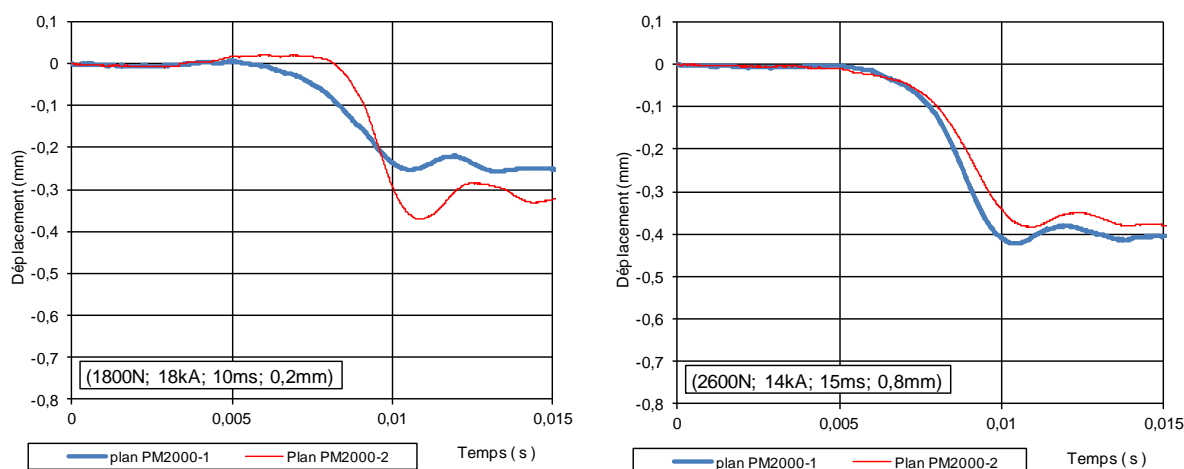


Figure 4.13 : Différence d'évolution typique du déplacement en fonction du temps obtenu par mesure en cours de soudage et fonction des électrodes utilisées pour deux jeux de paramètres opératoires

Lorsque  $L_g$  est égale à 0,8 mm, on observe que peu de différences dans les cinétiques d'affaissement entre les deux plans. Les différences observées entre PM2000-1 et PM2000-2 sont du même ordre de grandeur que la variabilité observée sur un même essai (en moyenne l'affaissement est plus faible de 28  $\mu\text{m}$  (5 %) pour le plan PM2000-2).

Lorsque  $L_g$  est égale à 0,2 mm, on observe une différence importante dans la cinétique de l'affaissement entre les deux plans. Pour le plan PM2000-2, l'affaissement est plus tardif, plus rapide et plus important. On retrouve alors le même phénomène que celui expliquant l'effet de  $F_s$  sur l'affaissement. L'affaissement étant plus tardif, celui-ci se fait à une température plus élevée et pour des zones de haute température plus étendues (plus de diffusion thermique). Ces deux phénomènes entraînent un affaissement plus important. Il est à noter que, du fait du meilleur maintien de la gaine, l'affaissement n'a pas du tout été détecté pour certains essais du plan PM2000-2 contrairement aux mêmes essais réalisés sur PM2000-1.

La différence dans la géométrie des électrodes entraîne aussi une modification de la déformée des pièces comme illustré sur la Figure 4.14 où la déformée typique est présentée pour deux jeux de paramètres opératoires, chacun réalisé lors de PM2000-1 et lors de PM2000-2.

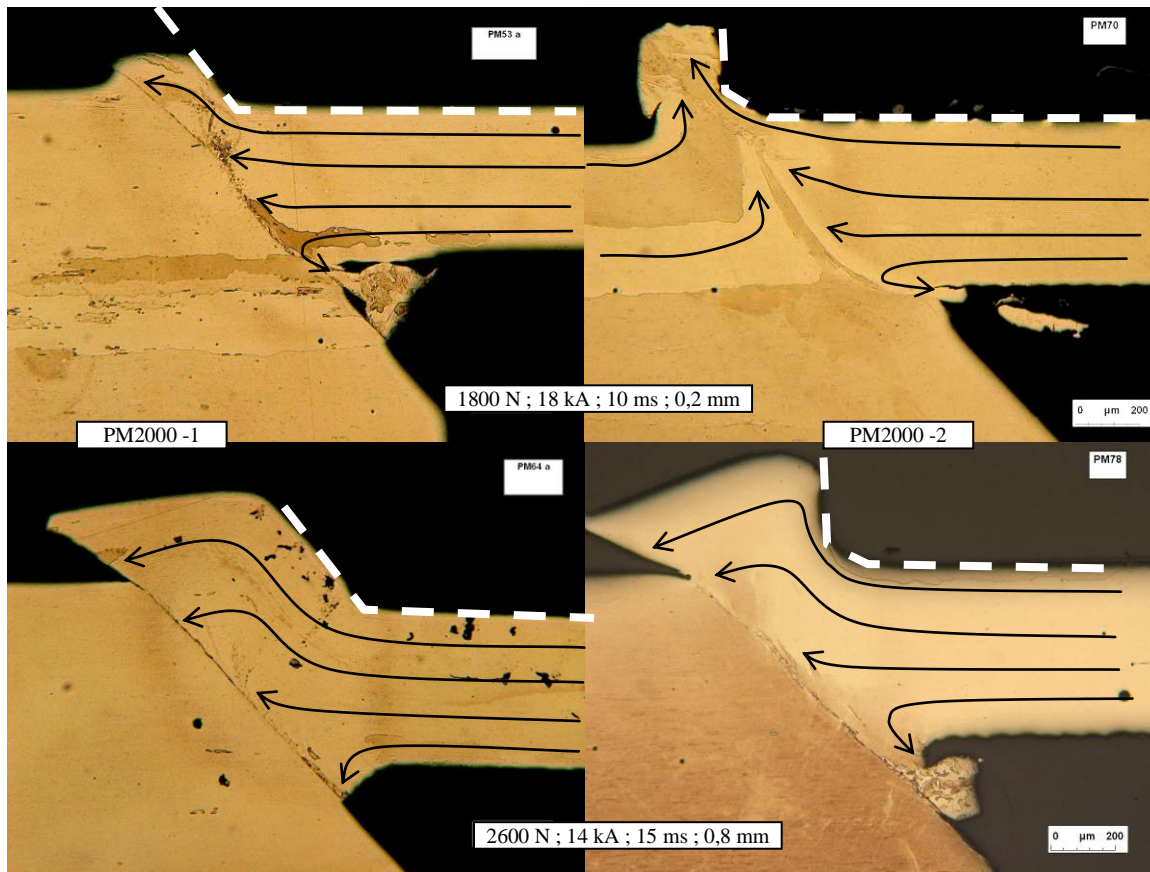


Figure 4.14 : Différence de déformations typiques obtenues par macrographie après attaque métallographique pour des deux jeux de paramètres opératoires et en fonction de la géométrie des électrodes (en pointillés blancs)

Pour  $L_g$  au niveau haut, la gaine est fortement déformée et s'appuie donc plus fortement sur l'électrode. Un changement de la géométrie du chanfrein de l'électrode entraîne donc une modification importante des lignes de déformation. Les points d'inflexion sont plus francs dans le cas du plan PM2000-2 que dans le cas du plan PM2000-1. On observe cependant les mêmes mécanismes de déformation et les mêmes tendances que PM2000-2 que pour PM2000-1.

Pour  $L_g$  au niveau bas, le bouchon est fortement déformé dans le cas du plan PM2000-2, phénomène qui n'apparaît pas pour le plan PM2000-1. La forme du bourrelet est aussi très différente puisque celui-ci est composé à la fois de matière provenant de la gaine et à la fois de matière provenant du bouchon. Cependant compte-tenu que, pour le plan PM2000-1, la gaine s'appuie peu sur l'électrode, la différence observée provient avant tout de la longueur de gaine effective dépassant de l'électrode. En effet la présence du chanfrein tend à augmenter cette valeur de 150  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$  environ. Dans PM2000-2, l'électrode se retrouve plus proche du contact et le point chaud formé proche de l'électrode peut affecter le bouchon d'autant plus que la diffusion thermique est plus importante (augmentation de  $t_{\text{aff}}$ ). De plus, l'électrode permet d'éviter à la gaine de se déplacer latéralement, la gaine est plus contrainte dans le cas du PM2000-2 et aucun glissement n'est observé mais on observe que la matière est chassée vers le bourrelet externe.

Les conséquences de ces différences sur les caractéristiques métallurgiques des soudures seront analysées au chapitre 5.

#### 4.3.6. Différences observées entre Kanthal APM et PM2000

Nous avons aussi comparé les résultats obtenus lors du plan d'expériences PM2000-1 avec le plan d'expériences réalisé sur Kanthal APM (alliage 20Cr-non ODS) et ayant permis de prédéfinir la plage de soudabilité opératoire sur PM2000. Il est à noter que le plan Kanthal APM a été réalisé sur la même plage de paramètres opératoires à l'exception de  $I_s$  qui est inférieur de 2 kA pour le plan sur Kanthal APM.

Compte tenu de la différence de  $I_s$ , les mesures en cours de soudage réalisées sur Kanthal APM et sur PM2000 présentent des comportements très similaires en valeurs, mais aussi dans l'influence des paramètres opératoires. Une comparaison typique des mesures en cours de soudage pour deux jeux de paramètres opératoires est présentée sur la Figure 4.13.

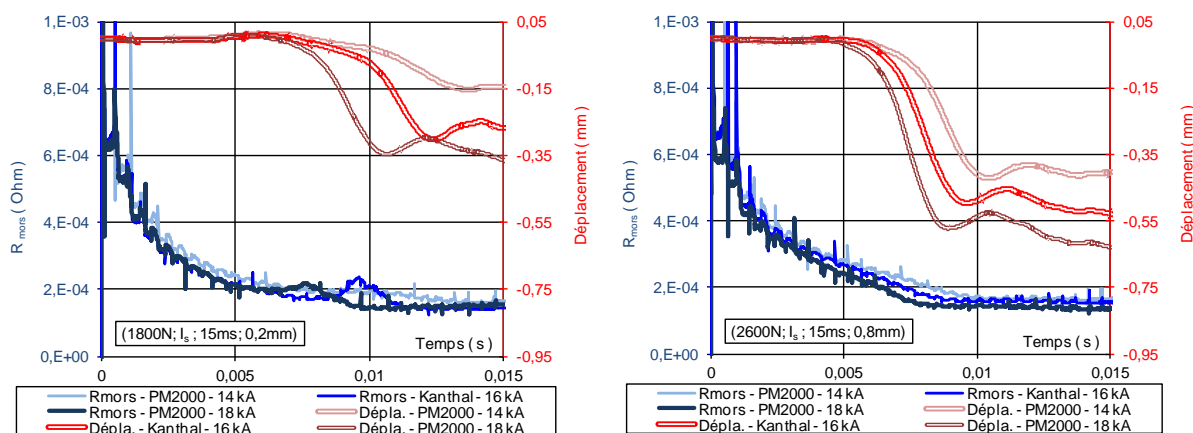


Figure 4.15 : Comparaison des mesures en cours de soudage typique (résistance entre les mors et déplacement) entre Kanthal APM et PM2000 pour deux valeurs de  $L_g$

On observe bien un comportement similaire des courbes entre les mesures réalisées sur Kanthal APM et les mesures réalisées sur PM2000. Les mesures réalisées sur Kanthal APM pour  $I_s = 16$  kA sont encadrées par les mesures réalisées sur PM2000 pour  $I_s = 14$  kA et  $I_s = 18$  kA.

On compare sur la Figure 4.16 la déformée obtenue pour deux jeux de paramètres opératoires représentatifs des phénomènes de déformation chacun réalisé sur PM2000 et sur Kanthal APM.



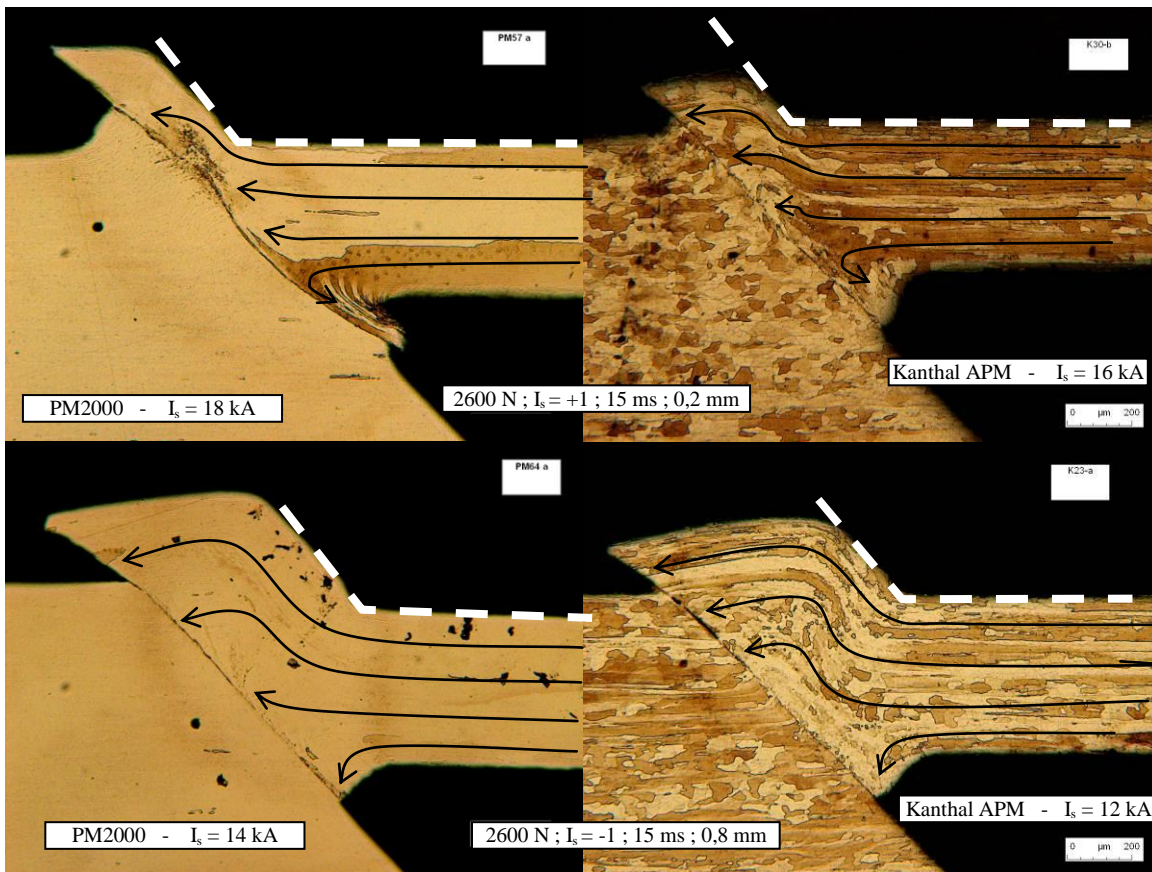


Figure 4.16 : Différence de déformations typiques obtenues par macrographie après attaque métallographique pour des deux jeux de paramètres opératoires et en fonction du matériau (Kanthal APM et PM2000)

On retrouve les mêmes mécanismes de déformation sur Kanthal APM que sur PM2000 à savoir le glissement de la gaine vers l'extérieur du contact entraînant une déformation générale de la gaine qui s'appuie sur l'électrode. Les déformations sur Kanthal APM sont moins prononcées du fait de la différence dans l'intensité du courant.

Ces comparaisons montrent que le comportement de ces deux matériaux est similaire en termes de mécanismes observés (chauffage des interfaces, des volumes et déformation des pièces lors de l'affaissement). Les effets des paramètres opératoires sont aussi très proches et nous n'avons pas mis en avant de différence autre que celles issues de la différence de plage de paramètres opératoires. Cela confirme aussi que le procédé est principalement piloté par la configuration géométrique.

#### 4.3.7. Synthèse de l'influence des paramètres opératoires

La Figure 4.17 synthétise l'effet des paramètres opératoires sur les mesures en cours de soudage.

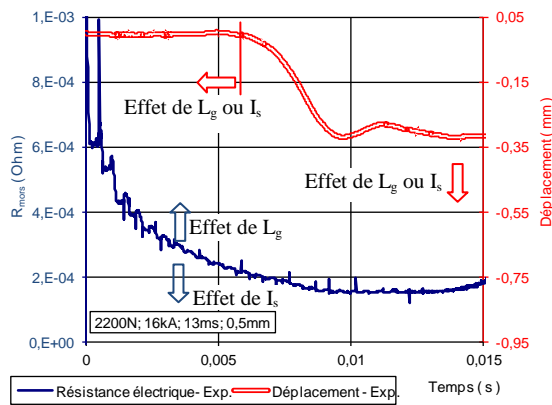


Figure 4.17 : Synthèse des effets des paramètres opératoires principaux sur les mesures de résistance électrique et de déplacement en fonction du temps

L'analyse de l'influence des paramètres opératoires sur les mesures en cours de soudage montre la prédominance de deux des quatre paramètres opératoires : l'intensité du courant et la longueur de gaine dépassant de l'électrode.

Sur les réponses observées dans ce chapitre, la force a peu d'influence dans la plage des paramètres opératoires testés.

Le temps de soudage a lui aussi peu d'influence du fait que les mesures représentatives des phénomènes physiques sont majoritairement réalisées avant la fin du temps de soudage. Cependant, il possède une influence sur l'affaissement final.

Les effets des paramètres opératoires sur les différents phénomènes physiques observables à partir des mesures en cours de soudage, de la simulation numérique et des macrographies après soudage sont synthétisés dans le Tableau 4.7.

Phénomène physique	Grandeurs observées	Effet d'une augmentation de $F_s$	Effet d'une augmentation de $I_s$	Effet d'une augmentation de $t_s$	Effet d'une augmentation de $L_g$
<b>Chauffage des interfaces</b>	Valeur de la température	Aucun effet observé	Augmentation des températures du fait d'une augmentation de l'effet Joule	Aucun effet	Aucun effet observé
	Homogénéité des températures au contact	Aucun effet observé	Augmentation des différences de températures Moins de diffusion thermique du fait d'un chauffage plus rapide	Aucun effet	Augmentation des différences de températures Constriction de courant plus importante
<b>Chauffage des volumes</b>	Vitesse de chauffage	Aucun effet observé	Augmentation de la vitesse de chauffage du fait d'une augmentation de l'effet Joule	Aucun effet	Faible
	Températures à l'affaissement	Température nécessaire à l'affaissement légèrement plus faible	Aucun effet observé	Aucun effet	Température à l'affaissement plus basse
	Homogénéité des températures lors de l'affaissement	Aucun effet observé	Augmentation des différences de températures Moins de diffusion thermique du fait d'un chauffage plus rapide	Aucun effet	Zone de plus hautes températures plus étendue Température minimale dans la gaine plus basse du fait d'une différence dans la répartition du courant
<b>Affaissement</b>	Cinétique et valeur finale	Affaissement plus précoce et moins important du fait d'un affaissement à des températures plus basses	Augmentation de l'affaissement et de la vitesse d'affaissement du fait d'une génération de chaleur importante durant l'affaissement	Augmentation de l'affaissement du fait de la présence d'un second affaissement ou de l'affaissement qui n'est pas interrompu	Affaissement plus important du fait d'une zone chaude plus étendue
<b>Déformation</b>	Lignes de déformation	Aucun effet observé	Déformations plus accentuées	Lorsque $I_s$ est au niveau haut, on observe une déformation du bouchon pour $t_s$ au niveau haut	Glissement de la gaine plus important Zone déformée plus importante

*Tableau 4.7 : Synthèse de l'influence des paramètres opératoires sur les phénomènes physiques observés en cours de soudage*

On note qu'il est observé que quelle que soit l'intensité du courant, l'énergie à l'affaissement ainsi que les températures dans les pièces au moment de l'affaissement sont sensiblement identiques pour un  $L_g$  donné.  $I_s$  a cependant une influence sur la distribution des températures dans les pièces. On peut donc conclure que pour une configuration mécanique donnée ( $L_g$  et  $F_s$  fixés), les niveaux de températures et l'énergie dissipée à l'affaissement sont sensiblement les mêmes. Seule la distribution des températures est influencée par les paramètres opératoires. Plus  $I_s$  est faible et plus les températures sont homogènes au niveau du contact p-p ou dans les volumes.

Lors de l'affaissement, la partie la plus chaude est écrasée et s'écarte sur les cotés, principalement vers l'extérieur où la matière entre en contact avec l'électrode. La partie extérieure du joint à plus faible température glisse le long du chanfrein, chassée par de

la matière à plus haute température.  $I_s$  a alors une influence sur l'énergie dissipée pendant l'affaissement et donc sur la chaleur générée par effet Joule. Plus l'intensité du courant est élevée plus l'affaissement sera important et rapide.  $L_g$  a lui une influence très importante sur l'affaissement puisque ce paramètre contrôle l'étendue de la zone de plus haute température et donc de la zone qui se déforme. Enfin  $t_s$  possède aussi une influence sur l'affaissement soit en permettant à l'affaissement principal de se terminer soit en créant un second affaissement.

Il est d'ailleurs possible de regrouper les paramètres  $I_s$  et  $t_s$  sous un même paramètre opératoire à savoir l'énergie électrique dissipée finale ( $E_{fin}$ ). Cette mesure correspond à l'énergie électrique totale dissipée au cours du temps. La Figure 4.18 présente la valeur de l'affaissement en fonction de l'énergie finale pour les essais réalisés lors des plans d'expérience sur PM2000.

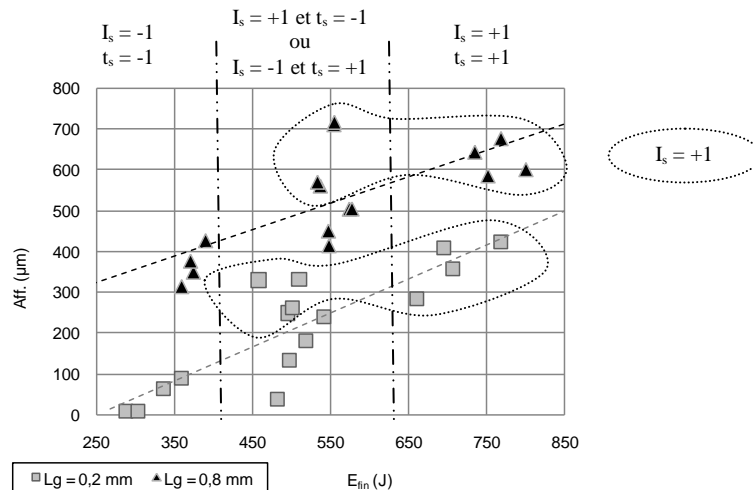


Figure 4.18 : Valeur de l'affaissement ( $Aff.$ ) en fonction de l'énergie électrique dissipée finale ( $E_{fin}$ ) pour le PM2000

Il apparait globalement que pour un  $L_g$  donné, plus  $E_{fin}$  augmente plus l'affaissement augmente.

On observe que les valeurs d'affaissements mesurés, pour un  $L_g$  donné, sont plus importants lorsque  $I_s$  est au niveau haut et  $t_s$  au niveau bas que lorsque  $I_s$  est au niveau bas et  $t_s$  au niveau élevé alors même que  $E_{fin}$  est proche pour ces deux configurations.

Lorsque  $L_g$  augmente, on observe bien l'augmentation de la valeur de l'affaissement quelle que soit l'énergie.

Il est aussi à noter que cette énergie peut être évaluée a priori des essais expérimentaux en fonction de l'évolution du courant de consigne en fonction du temps (Chapitre 2, paragraphe 2.4.1.1) par l'équation ci-dessous où  $R$  a la dimension d'une résistance électrique.

$$E_{Théorique} = R \int_0^{t_s} I_s(t)^2 dt$$

Il est possible de déterminer la constante  $R$  en traçant  $E_{fin}$  en fonction de cette grandeur divisée par  $R$  comme le montre la Figure 4.19 où l'ensemble des essais réalisés au cours des plans d'expériences sont reportés.

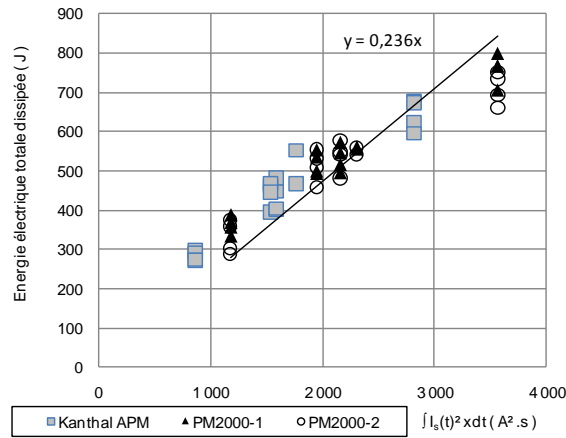


Figure 4.19 : Energie électrique dissipée ( $E_{fin}$ ) en fonction de  $I_s$  et  $t_s$  pour l'ensemble des essais réalisés dans le cadre des plans d'expériences

La Figure 4.19 montre que les points des différents essais sont regroupés autour d'une droite. Le coefficient directeur de cette droite est de 236 mOhm ce qui correspond à l'ordre de grandeur de la résistance électrique entre les mors mesurée à  $t = 5$  ms ( $R_{init}$ ). L'énergie finale peut donc être estimée a priori en fonction des paramètres opératoires  $I_s$  et  $t_s$ .

#### 4.4. Conclusions

L'étape de soudage peut se découper en trois grandes phases au cours desquelles différents phénomènes physiques sont prépondérants :

- le chauffage des interfaces ;
- le chauffage dans la partie de gaine dépassant de l'électrode ;
- l'écrasement de la partie de gaine dépassant de l'électrode.

Ces différents phénomènes peuvent être contrôlés par les paramètres opératoires. Le chauffage aux interfaces est principalement influencé par l'intensité du courant.

Les températures atteintes dans les volumes au moment de l'affaissement sont principalement influencées par la longueur de gaine dépassant de l'électrode. Dans ces conditions, la géométrie de l'électrode (et plus particulièrement la présence d'un chanfrein) peut avoir des conséquences importantes sur le procédé de soudage. En effet, plus la longueur de gaine dépassant de l'électrode est faible plus les zones de températures les plus hautes sont étroites et proches du contact entre pièces. Pour des longueurs de gaine dépassant de l'électrode au niveau bas et des électrodes sans chanfrein, les températures dans le bouchon sont plus importantes ce qui réduit le déséquilibre thermique entre la gaine étroite et le bouchon massif.

L'écrasement de la gaine est en premier lieu influencé par la longueur de gaine dépassant de l'électrode du fait de variations importantes dans la taille des zones de plus hautes températures lorsque ce paramètre varie. De plus, lorsque la longueur de gaine est importante, une partie de la gaine reste à des températures plus faibles (par rapport au reste de la partie de gaine dépassant de l'électrode) et glisse de façon significative le long du chanfrein sur le bouchon lors de l'affaissement. L'intensité du courant a aussi une influence importante sur l'affaissement et la déformée des pièces.

Enfin, l'énergie électrique dissipée en cours de soudage ( $E_{fin}$ ) permet de regrouper sous un même paramètre le temps de soudage et l'intensité du courant de soudage. Ce paramètre est très influent sur l'affaissement final des pièces.

Par ailleurs, nous avons établi que le Kanthal APM, alliage 20Cr-non ODS et le PM2000, alliage 20Cr-ODS se comportaient de façon similaire d'un point de vue des mesures en cours de soudage ainsi que des mécanismes de déformation. Cela traduit un comportement similaire de ces deux matériaux vis-à-vis des phénomènes électriques, thermiques et mécaniques ayant lieu en cours de soudage. Cela montre surtout que le procédé est avant tout piloté par les changements de section macroscopique.

## Chapitre 5

### Effet du soudage sur la soudure

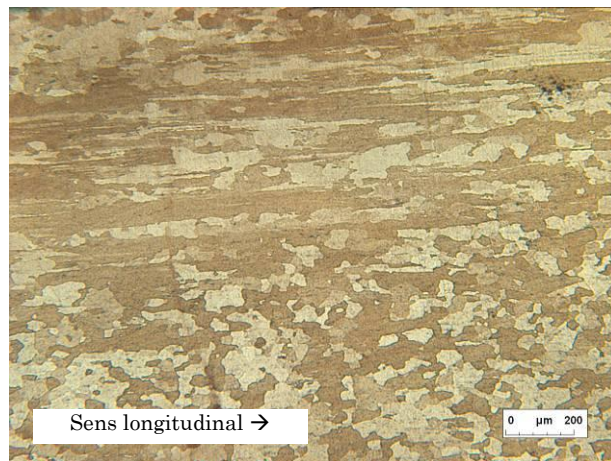
Dans le chapitre 4, les paramètres opératoires ont été reliés à des phénomènes physiques (électriques, thermiques et mécaniques). L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence de ces phénomènes sur les caractéristiques métallurgiques (compacité, tailles de grains et répartition des éléments de renforts) des soudures.

Dans un premier temps, les matériaux de base seront caractérisés afin de pouvoir les comparer, dans un second temps, avec les microstructures des soudures étudiées. Enfin, l'influence des paramètres opératoires sur ces caractéristiques sera établie. Comme dans le chapitre 4, les résultats sont issus des essais réalisés lors des plans d'expériences. Nous rappelons que l'objectif d'un tel formalisme est d'étudier l'effet des paramètres opératoires sur les soudures et non d'obtenir des soudures sans défauts (dans le sens d'une variation par rapport aux caractéristiques initiales du matériau) pour l'ensemble des configurations testées. L'objectif est de comprendre comment se forme les défauts afin de les éviter.

#### 5.1. Les matériaux de base

##### 5.1.1. Alliage 20Cr-non ODS : Kanthal APM

La Figure 5.2 présente une macrographie de l'alliage Kanthal APM à l'état de réception et après attaque métallographique.

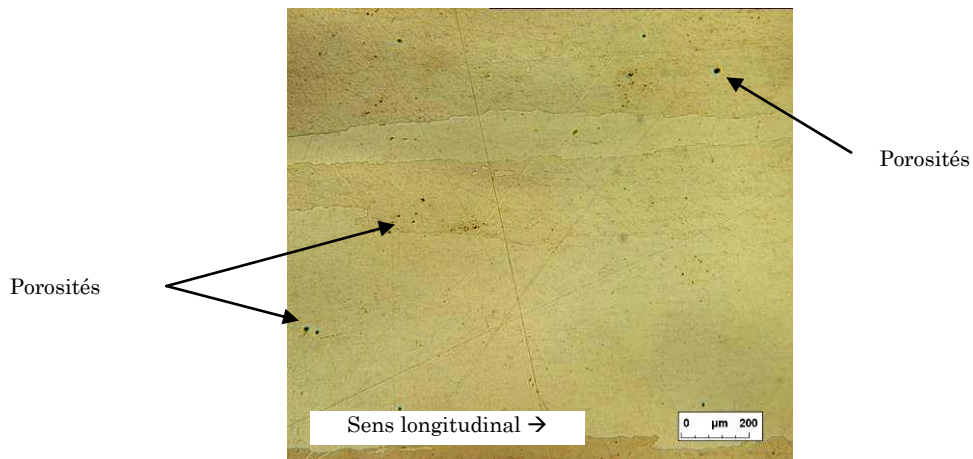


*Figure 5.1 : Macrographie du Kanthal APM à l'état de réception après attaque métallographique*

La microstructure du Kanthal APM est bimodale avec des zones de petits grains de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$  et des zones de grains pouvant atteindre le millimètre. Aucune porosité n'a été observée lors des différentes observations.

### 5.1.2. Alliage 20Cr-ODS : PM2000

La Figure 5.2 présente une macrographie de l'alliage PM2000 à l'état de réception et après attaque métallographique.



*Figure 5.2 : Macrographie du PM2000 à l'état de réception après attaque métallographique*

L'alliage PM2000 présente une structure à gros grains dont la morphologie est fortement anisotrope. Les grains sont allongés selon la direction de la barre et peuvent atteindre une longueur de l'ordre du centimètre et une largeur de l'ordre du millimètre. Par ailleurs, on observe que le PM2000 n'est pas parfaitement densifié et des porosités pouvant atteindre 20  $\mu\text{m}$  sont observées (indiquées par des flèches sur la Figure 5.2).

La Figure 5.3 présente des cartographies des répartitions en éléments yttrium et titane réalisées par microsonde de Castaing sur l'alliage PM2000 à l'état de réception.



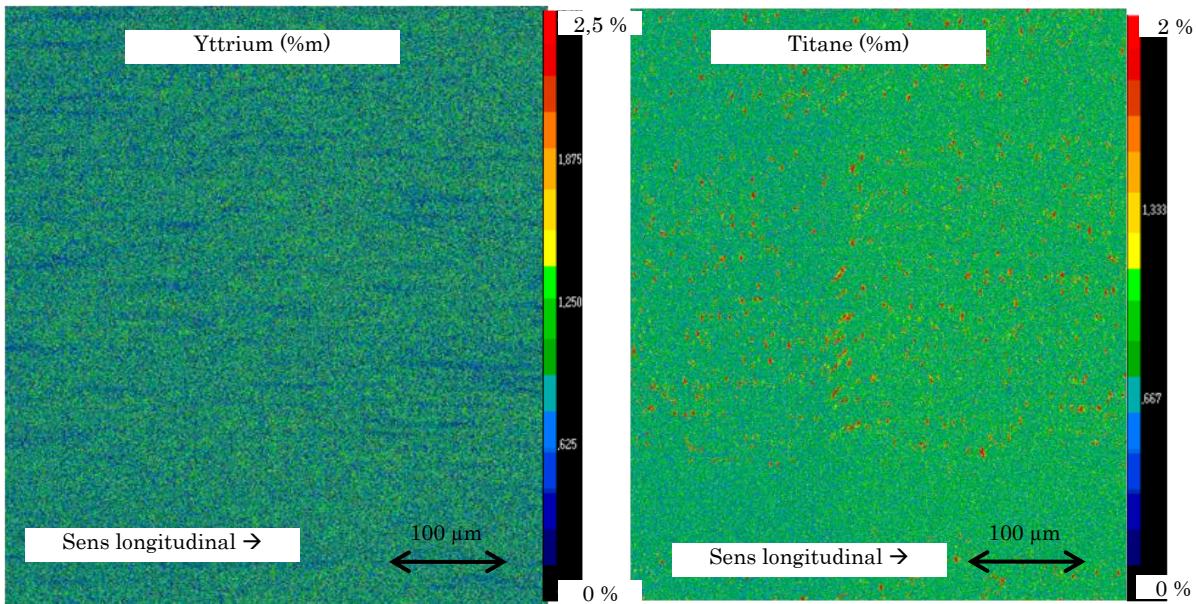


Figure 5.3 : Cartographies de la répartition des éléments yttrium (gauche) et titane (droite) du PM2000 à l'état de réception obtenues par WDS sur microsonde de Castaing (résolution : 0,5 µm)

La répartition en Yttrium avant soudage est globalement homogène même si des lignes de déplétion alignées dans le sens de l'extrusion (bande bleue sur la Figure 5.3 gauche) sont observées. La répartition en titane montre une dispersion homogène ainsi que la présence de points riches en titane d'une taille de 2 à 5 µm dans l'ensemble du matériau (point rouge sur la Figure 5.3 droite).

La Figure 5.4 présente une image en MET (champ clair) de l'alliage PM2000 à l'état de réception ainsi que l'analyse chimique par EDS-STEM correspondante.

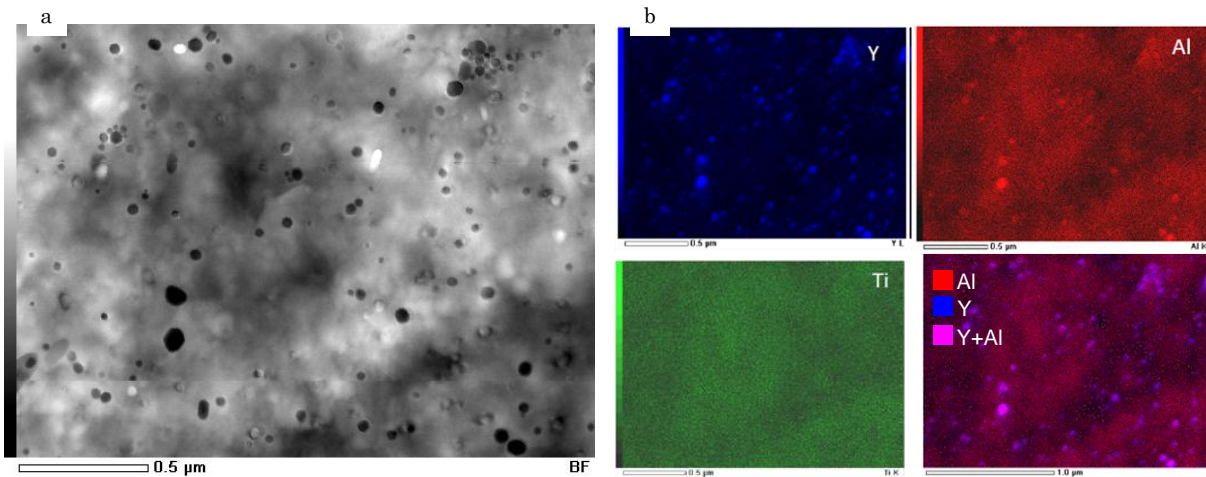


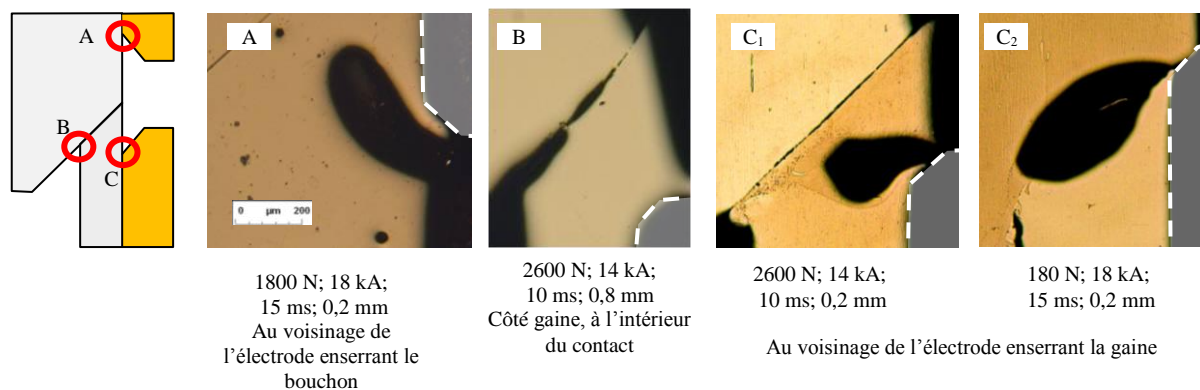
Figure 5.4 : a : Image réalisée en champ clair par MET du PM2000 à l'état de réception

b : Cartographies de la répartition des éléments Y, Al, Ti ainsi que la cartographie de superposition des éléments Y et Al obtenues par EDS-STEM

Des particules d'oxydes pouvant être classées en différentes familles selon leurs tailles sont observées. Les particules les plus petites (< 50 nm) sont essentiellement composées d'yttrium. Les particules de taille plus importante (entre 50 et 100 µm) sont des composés riches en aluminium et en yttrium. Les particules de titane sont de taille plus importante (> 100 nm et allant jusqu'à l'ordre du micromètre).

## 5.2. Ejections de matière

Nous avons observé pour certaines soudures la présence de cavité débouchant dans les pièces après soudage créant un défaut de compacité. Ces défauts sont apparus en trois localisations préférentielles comme illustrées sur la Figure 5.5 dans le cas du PM2000. Il est à noter que ces défauts ont aussi été observés sur Kanthal APM.



*Figure 5.5 : Exemple sur PM2000 d'éjections de matière observées en trois localisations préférentielles a : au voisinage de l'électrode enserrant le bouchon  
b : côté gaine, à l'intérieur du contact  
c : au voisinage de l'électrode enserrant la gaine*

La catégorie C regroupe des défauts de différentes morphologie et, comme l'illustre la Figure 5.5, pouvant affecter uniquement la gaine (macrographie C<sub>1</sub>) mais pouvant aussi affecter une très grande partie de l'interface et le bouchon (macrographie C<sub>2</sub>). Leur regroupement provient de leur localisation au regard de la position de l'électrode. En effet, on retrouve systématiquement une partie du défaut au voisinage de l'électrode enserrant la gaine. La position de ce défaut au regard de l'interface soudée est explicitée dans le paragraphe 5.2.2.

Ces défauts s'assimilent au défaut de type P522 (norme ISO 6520-2) dénommé « noyaux débouchant en surface ». Cette dénomination est particulièrement adaptée au soudage par point mais pas à notre cas de soudage. Nous parlerons ici d'éjection de matière.

Ces trois localisations préférentielles correspondent aux trois zones de macro-constrictions de courant observées par simulation numérique et confirmées lors des essais expérimentaux sur l'alliage X37CrMoV5-1 (chapitre 3).

Les éjections de matière sont fortement localisées d'un point de vue circonférentielle puisque, lorsqu'une éjection de matière est observée sur une face, la face en vis-à-vis située sur la seconde moitié de pièces n'est pas affectée dans deux tiers des cas. Cependant, on y observe majoritairement la présence de grains allongés typiques d'une structure de solidification et donc liée au passage local par un état liquide. Nous parlerons de façon plus simple de zones fondues ou ZF. Les ZF sont étudiées plus en détail au paragraphe 5.3.

En ce qui concerne la reproductibilité, l'analyse peut être réalisée sur les points centraux des plans d'expériences réalisés deux fois et présenté en Annexe 8. Dans PM2000-1 comme dans PM2000-2, seul un des deux essais laisse apparaître la présence d'une éjection de matière. On retiendra donc que l'éjection de matière est fortement localisée dans la circonférence, que sa reproductibilité n'est pas assurée et que son observation est de plus soumise au hasard de la localisation du découpage des pièces.

Ceci peut donc engendrer une variation importante des résultats. L'analyse qui suit sera donc réalisée avec précaution.

Le nombre d'éjections de matière observées lors des trois plans d'expériences et en fonction de la localisation est indiqué dans le Tableau 5.1 :

Plan	Côté bouchon, proche de l'électrode (A)	Côté gaine, à l'intérieur du contact (B)	Côté gaine, proche de l'électrode (C)	Nb d'essais observés
Kanthal APM	1	0	2	16
PM2000 - 1	1	1	9	18
PM2000 - 2	4	1	8	18

Tableau 5.1 : Nombre d'occurrences des éjections de matière en fonction de leur localisation et du plan d'expériences considéré

Les éjections de matière les plus courantes sont celles observées au voisinage des électrodes. L'éjection de matière à l'intérieur du contact est moins fréquente.

### 5.2.1. Ejection de matière au voisinage de l'électrode enserrant le bouchon

Les éjections de matière au voisinage de l'électrode enserrant le bouchon sont observées pour des énergies électriques dissipées élevées (majoritairement  $I_s$  et  $t_s$  au niveau haut). Leurs positions et leurs formes rappellent la zone chaude observée sur les cartographies de températures obtenues par simulation numérique comme montré sur la Figure 5.6.

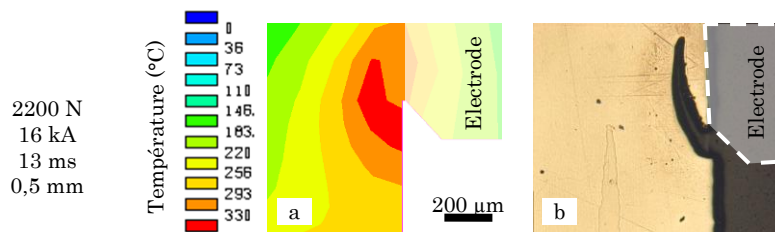


Figure 5.6 : Températures maximales obtenue dans le bouchon proche de l'électrode par simulation numérique (a) et comparaison avec la macrographie après attaque métallographique dans la même zone dans le cas du PM2000 (b)

Alors que la forme et la position de la zone qui atteint les plus hautes températures sont semblables aux formes et positions des éjections de matière, nous rappelons que les valeurs de températures atteintes au voisinage de l'électrode obtenues par simulation peuvent être fortement sous estimées par rapport aux températures obtenues lors des essais expérimentaux (Chapitre 3, paragraphe 3.3.4.1). Nous avons vu que cette différence pouvait s'expliquer par une mauvaise prise en compte des conditions interfaciales entre les pièces et les électrodes et notamment par la résistance de contact thermique qui influe très fortement sur la température obtenue en ce point. Cela peut expliquer le fait que, dans le cas d'une modification locale des propriétés interfaciales entre l'électrode et le bouchon (suite à une singularité), le point chaud formé proche de l'électrode atteigne localement une température suffisamment élevée pour engendrer une éjection de matière.

### 5.2.2. Ejection de matière au voisinage de l'électrode enserrant la gaine

Ce même type de défaut est observé au voisinage de l'électrode enserrant la gaine à l'exception que, du fait que l'électrode se trouve proche de l'interface soudée, l'éjection de

matière peut affecter l'interface et le bouchon lorsque l'affaissement est suffisant comme l'illustre la Figure 5.7 présentant les éjections de matière obtenue lors du plan PM2000-1 pour les essais réalisés pour  $I_s = 14$  kA et  $L_g = 0,2$  mm.

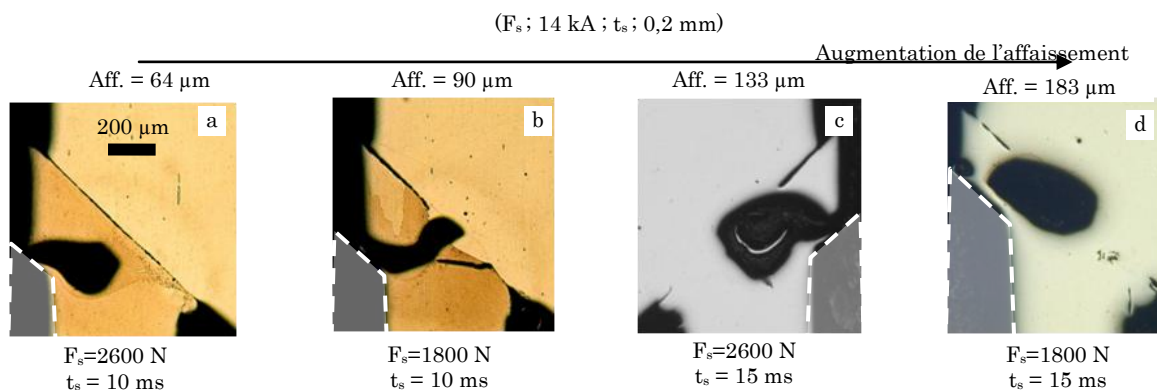


Figure 5.7 : Ejection de matière observée lors du plan PM2000-1 pour  $I_s = 14$  kA et  $L_g = 0,2$  mm en fonction de la valeur de l'affaissement

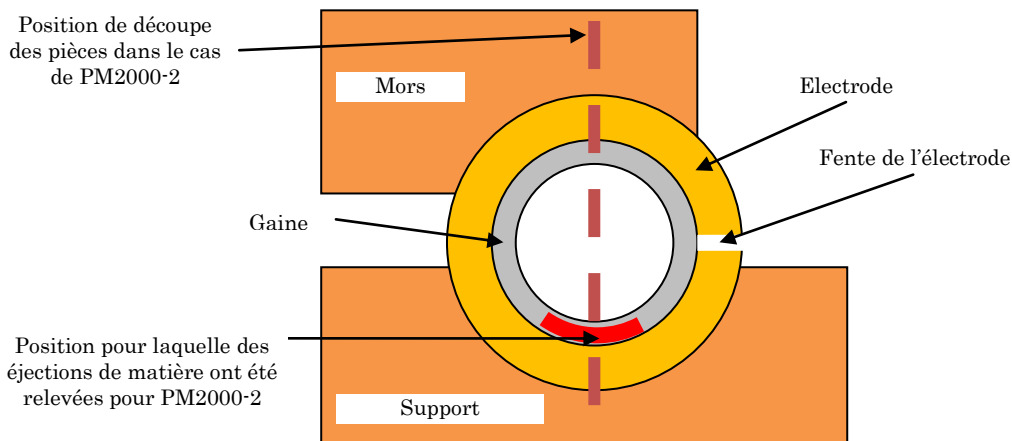
On observe donc que plus l'affaissement augmente, plus l'électrode est proche de l'interface et donc, plus l'éjection de matière affecte l'interface ainsi que le bouchon.

Sur PM2000, nous avons observé qu'une augmentation de la longueur de gaine permettait de limiter la présence d'éjection de matière (12 essais sur 16 présentent une éjection de matière pour un  $L_g$  au niveau bas contre 4 essais sur 16 pour un  $L_g$  au niveau haut).

Une force au niveau haut semble aussi permettre de limiter la présence d'éjection de matière puisque 10 essais présentent une éjection de matière pour un  $F_s$  au niveau bas contre 6 pour un  $F_s$  au niveau haut.

En revanche, nous n'avons pas observé d'effet de  $I_s$  ou de  $t_s$  dans les plages étudiées et nous avons observé des éjections de matière aussi bien pour les essais avec les plus hautes énergies que pour les essais réalisés avec les plus basses énergies.

Comme observé pour les éjections de matière au voisinage de l'électrode enserrant le bouchon, celles situées dans la gaine proche de l'électrode sont très localisées au niveau de la circonférence de la soudure. Pour une série d'essais réalisés avec un même jeu d'électrode (plan PM2000-2), les pièces ont été découpées systématiquement selon le même diamètre au regard de la position des pièces dans les électrodes comme le schématise la Figure 5.8. Nous avons alors observé que les éjections de matière sont très majoritairement observées dans une même zones au regard de la position des électrodes (7 des 8 éjections de matière sont observées du même côté de la soudure).



*Figure 5.8 : Localisation de la découpe des pièces réalisée lors du plan PM2000-2 au regard de la position des pièces dans les électrodes et dans le système de serrage avec mise en avant de la zone préférentielle pour laquelle des éjections de matière ont été observées*

Cette observation étaye le fait que même si le point chaud localisé au voisinage de l'électrode est lié à la constriction du courant, l'obtention de températures telles qu'une éjection de matière ait lieu est conditionnée par une inhomogénéité inhérente au système d'électrode ou au système de serrage et non à un défaut ou une inhomogénéité quelconque existant sur les pièces où apparaissant durant le soudage (défaut d'usinage au contact, inhomogénéité chimique...).

Il est à noter que seules deux soudures ont présenté une éjection de matière au voisinage de l'électrode enserrant la gaine lors du plan d'expérience sur Kanthal APM. La différence dans l'intensité du courant entre le plan réalisé sur Kanthal APM et le plan réalisé sur PM2000 ne suffit pas à expliquer la différence de comportement de ces deux matériaux. En effet, seule une éjection de matière sur huit essais est relevée pour  $I_s = 16$  kA sur Kanthal APM alors que pour PM2000-1 et pour une intensité du courant plus faible ( $I_s = 14$  kA), on observe que 4 essais sur 8 présentent une éjection de matière.

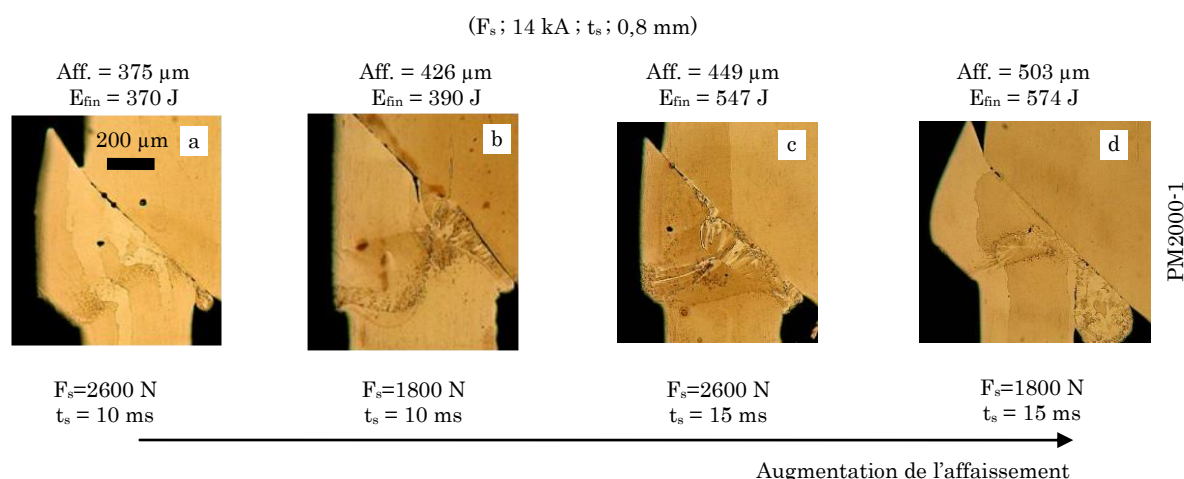
En revanche, nous n'avons pas observé de différences significatives dans le nombre d'occurrence d'éjection de matière entre le plan PM2000-1 et PM2000-2 à l'exception que les éjections de matière se situent plus proche de l'interface entre pièces dans le cas du plan PM2000-2 du fait que  $L_g$  effectif est plus faible. Cette différence est principalement observée pour  $L_g = 0,2$  mm.

### 5.2.3. Ejection de matière côté gaine, à l'intérieur du contact

Les éjections de matière côté gaine, vers l'intérieur, ont été observées exclusivement pour  $L_g = 0,8$  mm. Il est à noter que nous avons aussi observé des ZF à l'intérieur du contact là encore uniquement pour  $L_g = 0,8$  mm.

En effet, nous avons vu au chapitre 4 que la constriction de courant à l'interface entre pièces, vers l'intérieur, était plus importante pour  $L_g = 0,8$  mm ce qui entraîne des températures plus élevées en ce point. D'après la simulation numérique, plus l'intensité du courant est élevée plus la température de ce point chaud avant affaissement est élevée. Donc nous devrions observer plus d'éjection de matière. Cependant, nous avons observé que lorsque l'intensité du courant augmente, l'affaissement augmente entraînant une fermeture des trous créés par l'éjection de matière ainsi que l'expulsion

des ZF vers le bourrelet interne. Ce phénomène est illustré sur la Figure 5.9 pour un  $L_g$  de 0,8 mm et un  $I_s$  de 14 kA.



*Figure 5.9 : Macrographies réalisées lors du plan PM2000-1 pour  $I_s = 14$  kA et  $L_g = 0,8$  mm*

On observe bien qu'à partir d'une certaine énergie, un défaut de compacité associé à une ZF se forme à l'intérieur du contact (b). Lorsque l'affaissement augmente, le défaut de compacité se referme (c) puis la ZF est expulsée vers l'intérieur du gainage et peut former le bourrelet interne (d).

L'optimisation à mener pour éviter la formation de zone fondue ou d'éjection de matière à l'intérieur du contact est alors une diminution de la longueur de gaine. Ceci a pour effet la limitation de la constriction du courant à l'intérieur du contact ou une augmentation de l'affaissement. En effet, lorsque l'affaissement est plus important, il est possible de chasser les zones fondues et de fermer les éventuels trous laissés par l'éjection de matière. Les ZF sont étudiées plus en détail au paragraphe 5.3.

#### 5.2.4. Synthèse

Des défauts de compacité liés à une éjection de matière ont été observés pour certaines soudures au voisinage des électrodes entourant le bouchon ou entourant la gaine. Ces éjections de matière sont très localisées dans la circonférence de la soudure et sont de ce fait liées à une inhomogénéité inhérente aux électrodes ou au système de serrage.

Le PM2000 semble plus sensible aux phénomènes d'éjections de matière que le Kanthal APM. Cependant, il est important de rappeler que lors du plan PM2000-1, les électrodes avaient déjà servi et lors du plan PM2000-2, l'électrode ne possédant pas de chanfrein, le  $L_g$  effectif était plus faible. Nous avons vu qu'un  $L_g$  faible était une configuration défavorable au regard de la présence d'éjection de matière.

Les mécanismes associés à cette éjection de matière ainsi que les voies d'optimisation pour éviter de tels défauts seront discutés au chapitre 6.

De manière moins fréquente, des éjections de matière ont été observées dans la gaine vers l'intérieur du contact lorsque  $L_g = 0,8$  mm et que l'affaissement n'est pas suffisant pour écraser le point chaud qui se forme à l'intérieur du contact.

Enfin, il est à noter que nous n'avons pas réussi à mettre en évidence un critère lié aux mesures en cours de soudage permettant d'indiquer si une éjection de matière avait eu lieu ou non.

### 5.3. Présence d'une zone fondue

Pour certains essais, nous avons relevé sur les macrographies après attaque métallographique la présence de ZF. Elles ont été observées aussi bien sur Kanthal APM que sur PM2000. Un exemple de ZF typique pour chaque matériau est présenté sur la Figure 5.10.

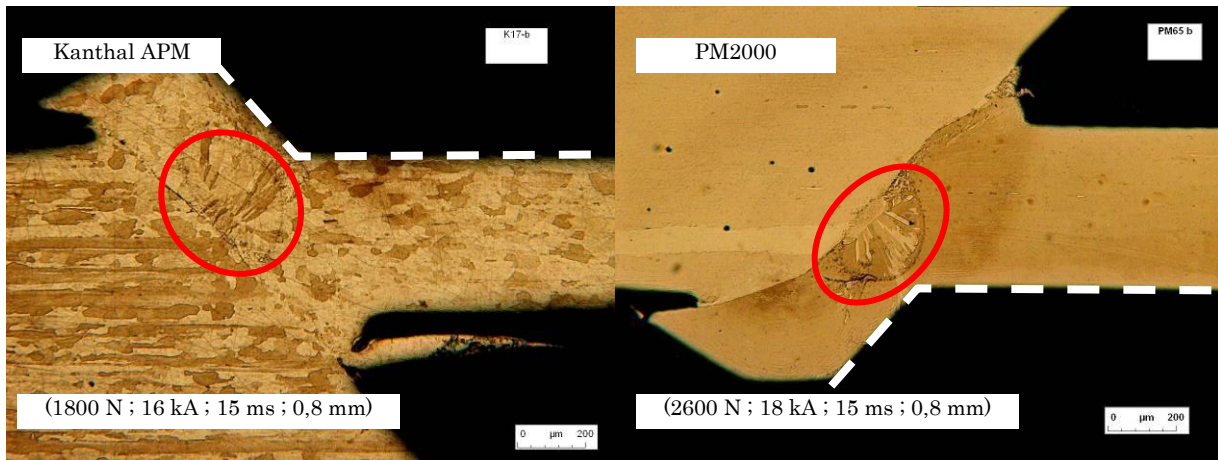


Figure 5.10 : Exemples de ZF observées sur Kanthal APM (gauche) et sur PM2000 (droite)

On observe sur ces exemples que les ZF se localisent dans la gaine au voisinage de l'électrode. De façon générale, les positions des ZF sont identiques à celles des éjections de matière (au voisinage des électrodes et vers l'intérieur du contact entre pièces). De plus, nous avons observé que lorsqu'une face était affectée par une éjection de matière, la face en vis-à-vis présente majoritairement la trace d'une ZF comme illustré sur la Figure 5.11.

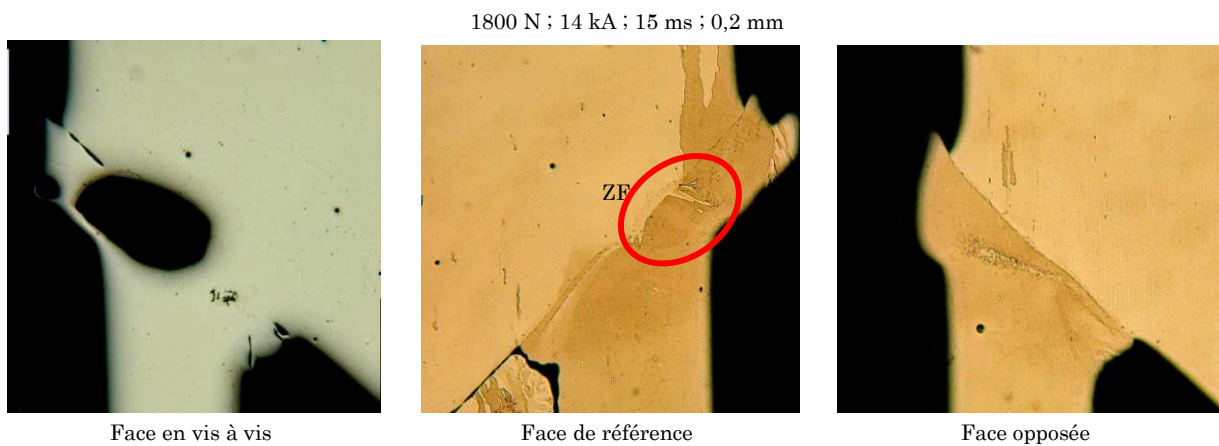


Figure 5.11 : Comparaison des différentes faces observées sur une même soudure en PM2000 présentant une ZF et une éjection de matière (1800 N ; 14 kA ; 15 ms ; 0,2 mm)

On observe bien sur cette figure que la ZF se trouve à la même localisation que l'éjection de matière et que la face en opposé ne présente ni ZF ni éjection de matière.

D'un point de vue de l'homogénéité circumférentielle et de façon générale, la ZF n'est observée que sur une face sur deux de la même soudure. Tout comme les éjections de matière, le phénomène est donc localisé en une zone de la circonférence de la soudure.

On note que 3 essais (hors point centraux) laissent apparaître une ZF aussi bien lors du plan PM2000-1 que PM2000-2. Sept essais ne font pas apparaître cette reproductibilité.

En ce qui concerne les points centraux des plans d'expériences, chaque essai a été réalisé deux fois comme présenté en Annexe 8. Dans PM2000-1 les deux essais laissent apparaître une zone fondue alors que seul un essai sur deux fait apparaître une ZF lors du plan PM2000-2.

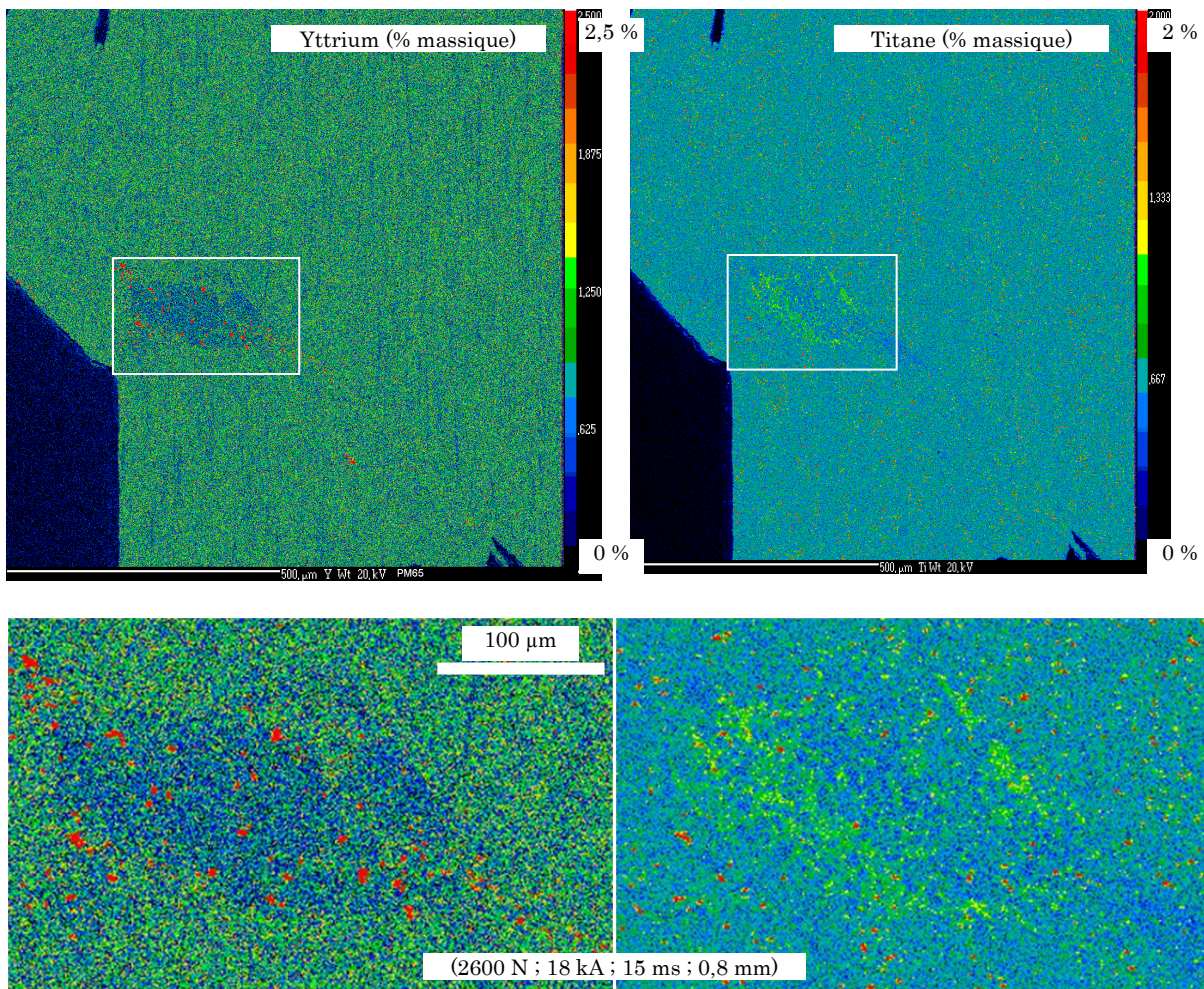
Enfin, on observe que lorsqu'une ZF est observée pour un temps de soudage court (6 essais), celle-ci peut ne pas être observée lorsque le temps de soudage est plus long (deux essais sur six). Ceci peut traduire un manque de reproductibilité ou le fait qu'un temps de soudage plus long permette de chasser la ZF vers les bourrelets en produisant un affaissement plus important.

Comme pour les éjections de matière, on retiendra donc que la ZF est fortement localisée dans la circonférence, que sa reproductibilité n'est pas assurée et que son observation est de plus soumise au hasard de la localisation des découpes des pièces. Ceci peut donc engendrer une variation importante des résultats.

### **5.3.1. Modification de la répartition des éléments de renfort**

Les cartographies de répartitions du titane et de l'yttrium obtenues par microsonde de Castaing sur la soudure réalisée sur PM2000 et présentée sur la Figure 5.10 (droite) sont exposées sur la Figure 5.12.





*Figure 5.12 : Répartition des éléments de renforts sur PM2000 lors de la présence d'une ZF sur l'ensemble de la soudure (haut) et localisé sur la ZF (bas) (2600 N ; 18 kA ; 15 ms ; 0,8 mm)*

On observe que la répartition des éléments de renfort est modifiée lorsqu'il y a passage par la fusion. Au niveau de la répartition en yttrium, on observe une zone de déplétion (en bleu) dont la taille, la forme et la position correspondent aux limites de la zone fondue observée sur la macrographie. Dans cette zone de déplétion, on observe des points enrichis en yttrium dont la taille varie entre 2  $\mu\text{m}$  et 12  $\mu\text{m}$ .

Au niveau de la répartition en titane, on observe un enrichissement sur la périphérie de la ZF (en vert). Au centre de la ZF, on observe une diminution de la densité de points enrichis en titane initialement présents dans le métal de base.

Enfin, nous avons relevé quelques points enrichis en aluminium d'une taille de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ . Ces points coïncident avec ceux d'yttrium ou de titane.

### 5.3.2. Effet des paramètres opératoires

La présence ou l'absence de zone fondue en fonction de l'énergie est présentée sur la Figure 5.13. L'ordonnée de chaque point est dépendante de la présence ou de l'absence de ZF et/ou d'éjection de matière (les points sont plus ou moins haut de façon à les distinguer les uns des autres).

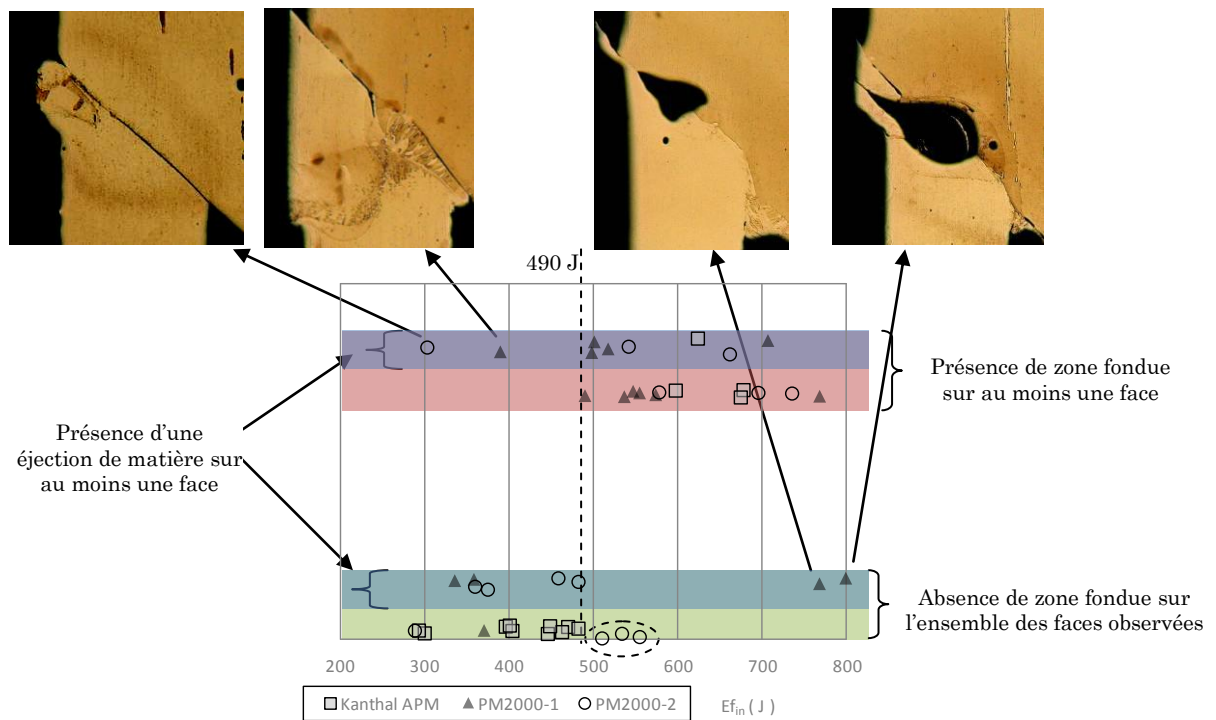


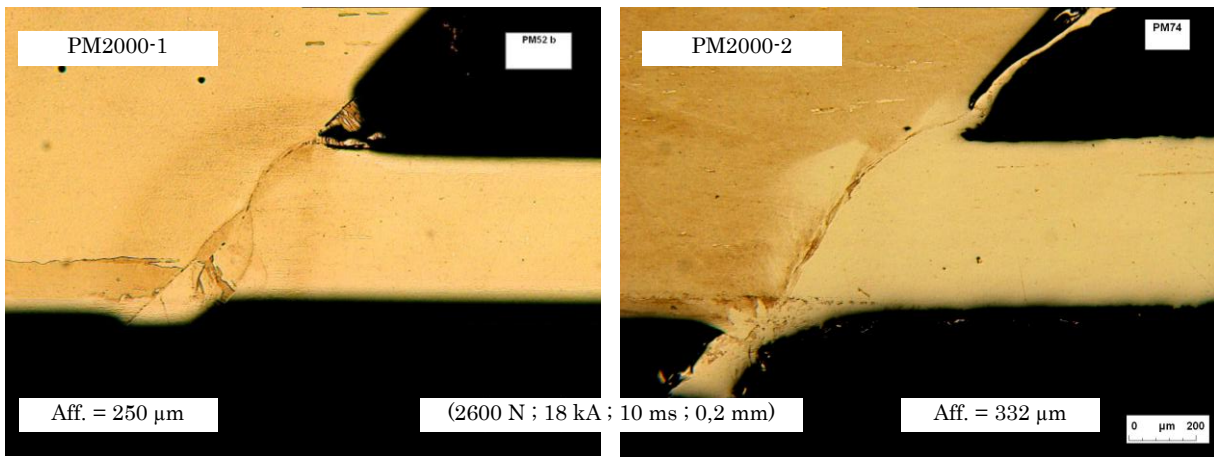
Figure 5.13 : Présence de ZF et/ou d'une éjection de matière en fonction de l'énergie finale et du matériau

On observe que la présence ou l'absence d'une zone fondue est fortement corrélée à l'énergie électrique dissipée dans les pièces ( $E_{fin}$ ) et ce notamment pour Kanthal APM. Sur PM2000, cette tendance est moins marquée, notamment du fait de la présence d'éjection de matière en grand nombre. L'augmentation de  $I_s$  et l'augmentation de  $t_s$  tendent donc à augmenter le risque de présence de ZF. En revanche, nous n'avons observé aucun effet de  $F_s$  ou de  $L_g$ .

On observe que, à l'exception de deux essais présentant une éjection de matière, l'ensemble des essais présentant une zone fondue sont observés pour une énergie supérieure à 490 J. La différence dans les plages de paramètres opératoires entre les plans d'expériences PM2000-1 et Kanthal APM peut donc expliquer le nombre de zones fondues plus faible observées sur Kanthal APM par rapport au PM2000. Il ne semble pas y avoir de différence entre le PM2000 et le Kanthal APM d'un point de vue de la présence de zone fondue.

En revanche, on observe une différence importante entre les deux plans d'expériences. Pour PM2000-2, on observe un nombre réduit de ZF par rapport au plan PM2000-1 (5 contre 11) et l'on observe que des soudures sans ZF ont été obtenues pour des énergies supérieures à 490 J (point entouré sur la Figure 5.13). Ces énergies sont valables dans le cadre de la configuration étudiée lors des différents plans d'expériences et sur le banc d'essai considéré.

Sur la Figure 5.14, on compare une des soudures entourées sur la Figure 5.13 et réalisées lors du plan PM2000-2 avec les essais réalisés avec les mêmes paramètres opératoires lors du plan PM2000-1.



*Figure 5.14 : Comparaison des macrographies des soudures obtenues pour le même jeu de paramètres opératoires (2600 N ; 18 kA ; 10 ms ; 0,2 mm) lors des plans PM2000-1 et PM2000-2*

On observe dans le cas du PM2000-1 une ZF localisée sur l'extérieur proche de l'électrode. Dans le cas du plan PM2000-2, cette zone fondue est observée dans le bourrelet extérieur et semble donc avoir été chassée vers l'extérieur du fait que la gaine pénètre plus dans le bouchon. L'affaissement est plus important lors du plan PM2000-2 alors même que la longueur de gaine dépassant effectivement de l'électrode est plus faible. On peut donc supposer qu'une augmentation de l'affaissement tend à chasser les zones fondues, phénomène que nous avons aussi observé dans le paragraphe 5.2.3. L'expulsion vers le bourrelet externe est favorisée par l'absence de chanfrein sur l'électrode.

Cependant, il est nécessaire de rappeler que ces observations doivent être prises avec précaution du fait qu'elles sont fortement dépendantes de la localisation de la découpe des pièces.

### 5.3.2.1. Synthèse

L'apparition d'une zone fondue est un phénomène localisé dont la répétabilité n'est pas assurée.

Les formes et les localisations des zones fondues sont similaires aux formes et aux localisations des éjections de matière observées dans le paragraphe 5.2.

Lorsqu'une ZF est observée, on note localement une modification de la répartition des renforts. Ce constat est cohérent avec les observations issues de la littérature sur le soudage par fusion des alliages ODS (Chapitre 1, paragraphe 1.3.1).

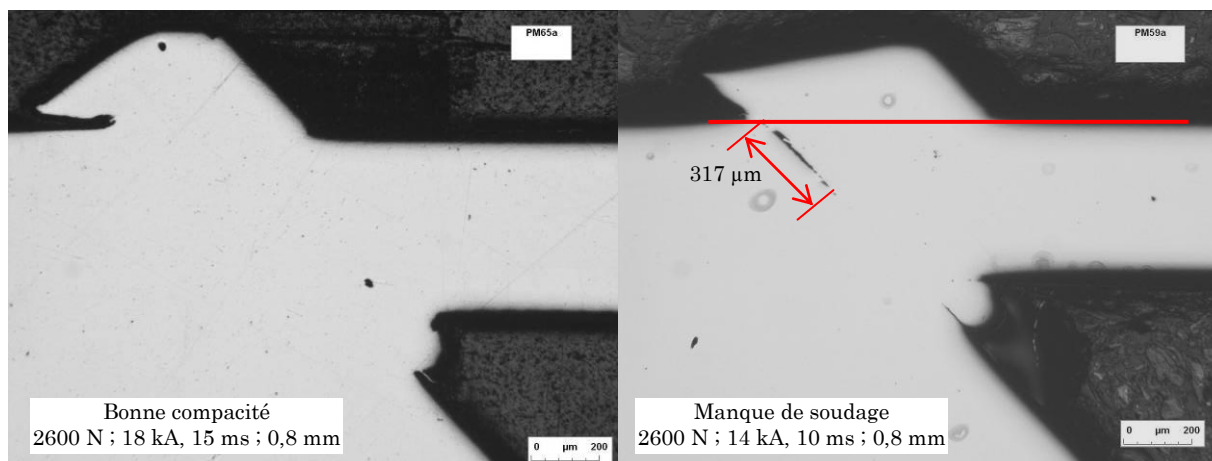
On observe que la présence d'une zone fondue est principalement liée à l'énergie électrique dissipée dans les pièces et que plus l'énergie est faible moins le nombre de zones fondues observées est important. Une énergie inférieure à 490 J est conseillée afin de limiter le risque de présence de ZF. Cependant l'utilisation d'électrodes sans chanfrein permet de faciliter l'expulsion des zones fondues ce qui permet d'augmenter cette énergie d'une centaine de Joules.

## 5.4. Compacité de la soudure au niveau de l'interface

Il est évident que la compacité de la soudure (absence de cavité au niveau du joint soudé) est le critère primordial de la réalisation d'une soudure de caractéristiques acceptables.

La macrographie avant attaque permet d'étudier la présence de défaut de compacité au niveau du joint soudé. Par cette méthode et au grandissement choisi, des défauts d'une taille supérieure à 4  $\mu\text{m}$  (selon le plan de coupe) peuvent être détectés. Cette dimension est inférieure à la taille des porosités présentes initialement dans le PM2000 (20  $\mu\text{m}$ ).

Une soudure typique sur PM2000 présentant une bonne compacité ne laisse pas apparaître la trace du joint soudé comme présenté sur la Figure 5.15 (a). Cependant, au cours des plans d'expériences, des défauts de compacité au niveau de l'interface peuvent apparaître comme présentés sur la Figure 5.15 (b).



*Figure 5.15 : Macrographie sans attaque métallographique pour une soudure présentant une bonne compacité (a) et une soudure présentant un manque de soudage (b) réalisées lors du plan PM2000-1*

Le défaut est lié à un manque de soudage entre les surfaces à souder. Ce défaut peut apparaître localement à l'extérieur du joint ou sur toute la longueur du joint soudé. Dans le cas extrême, les deux pièces sont trop faiblement soudées et rompent durant la découpe des pièces. Ce défaut s'assimile au défaut de type P4 (norme ISO 6520-2) dénommé défaut de manque de fusion. Nous parlerons ici de manque de soudage afin de ne pas créer de confusion du fait que notre procédé est défini comme un procédé en phase solide.

La localisation de ce défaut correspond donc au minimum de température au contact comme observé par simulation numérique précédemment (Chapitre 4, paragraphe 4.3.1.3). De plus, nous avons vu que durant le soudage, la gaine pouvait glisser le long du chanfrein du bouchon ce qui peut provoquer l'ouverture du contact dans cette même zone et donc limiter le soudage.

Sur chaque macrographie sans attaque, il est possible de mesurer la longueur de joint affectée par le manque de soudage (appelée longueur non soudée) comme indiqué sur la Figure 5.15. Pour chaque soudure, deux faces sont observées sur PM2000 et quatre sur Kanthal APM (pièces découpées en quart). La longueur non soudée est mesurée pour chaque face. La longueur non soudée de chaque soudure est alors la moyenne de ces mesures. On notera que lorsqu'un défaut lié à une éjection de matière est présent au niveau de l'interface, la longueur non soudée n'est pas mesurée sur cette face. Si l'ensemble des faces possède une éjection de matière, l'information de longueur non soudée n'est alors pas accessible pour cette soudure.

### 5.4.1. Homogénéité et reproductibilité

En moyenne la mesure de la longueur non soudée entre les deux faces opposées varie de 30  $\mu\text{m}$ . Pour les soudures dont une face ne présente pas de manque de soudage, la seconde face ne présente pas de manque de soudage non plus dans 65 % des cas et la longueur non soudée de la seconde face (face opposée) ne dépasse jamais les 100  $\mu\text{m}$ . L'homogénéité vis-à-vis de cet observable est donc satisfaisante.

La reproductibilité ne peut être étudiée que sur les points centraux des plans d'expériences. Pour les quatre essais réalisés sur le point central des plans PM2000-1 et PM2000-2, la longueur non soudée est nulle. Pour les deux essais réalisés sur le point central du plan Kanthal APM, la longueur non soudée est de 17  $\mu\text{m}$ . Le nombre de répétitions de ces essais est faible mais donne une première indication. La reproductibilité semble donc satisfaisante.

### 5.4.2. Effets des paramètres opératoires

Afin d'étudier l'influence des paramètres opératoires sur la longueur non soudée, on représente sur la Figure 5.16 la longueur non soudée en fonction de l'énergie électrique totale dissipée ( $E_{\text{fin}}$ ) pour deux longueurs de gaine dépassant de l'électrode ( $L_g = 0,2 \text{ mm}$  et  $L_g = 0,8 \text{ mm}$ ).

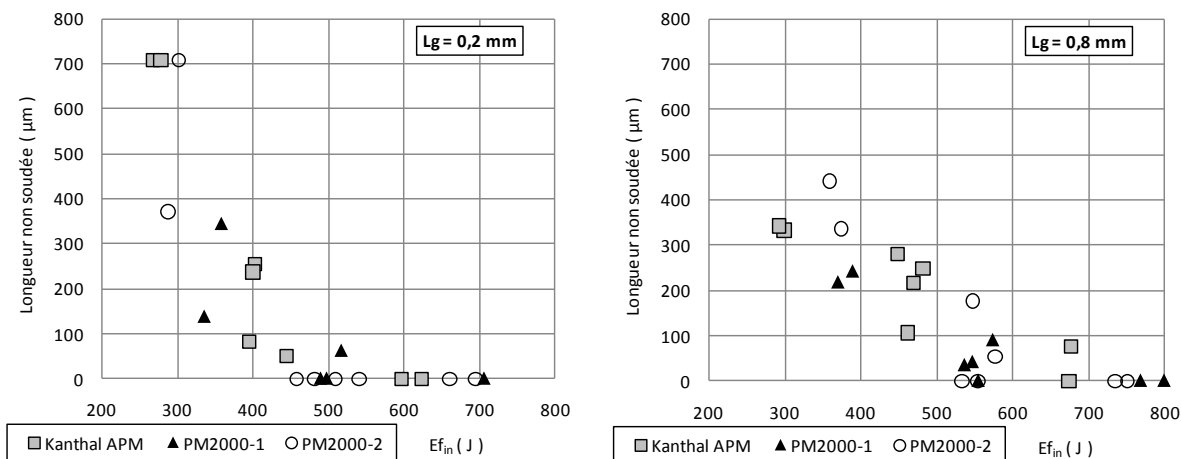


Figure 5.16 : Longueur non soudée observée lors des trois plans d'expériences en fonction de l'énergie électrique dissipée pour  $L_g = 0,2 \text{ mm}$  (gauche) et  $L_g = 0,8 \text{ mm}$  (droite)

Pour les deux valeurs de  $L_g$ , on observe qu'une augmentation de  $E_{\text{fin}}$  permet de diminuer la longueur non soudée. Pour un  $L_g$  de 0,2 mm, des soudures dont la longueur non soudée est nulle sont obtenues à partir d'une énergie de 450 J. Cette énergie est de 530 J lorsque  $L_g = 0,8 \text{ mm}$ . De plus, au dessus de ces valeurs, seule 1 soudure sur 12 présente une longueur non soudée non nulle pour  $L_g = 0,2 \text{ mm}$  alors que 6 soudures sur 14 présentent une longueur non soudée non nulle pour  $L_g = 0,8 \text{ mm}$ . Pour s'assurer de l'absence de ce défaut, une énergie supérieure à 540 J est nécessaire pour  $L_g = 0,2 \text{ mm}$ . Elle est de 730 J pour  $L_g = 0,8 \text{ mm}$ . Ces niveaux d'énergie sont trop importants pour s'affranchir du risque de ZF (voir paragraphe 5.3.2).

La force ne semble pas avoir d'influence significative sur la longueur non soudée.

#### 5.4.2.1. Synthèse

En cours de soudage, un défaut de compacité lié à un manque de soudage peut apparaître à l'extérieur du joint soudé. Ce défaut se localise dans la zone de température

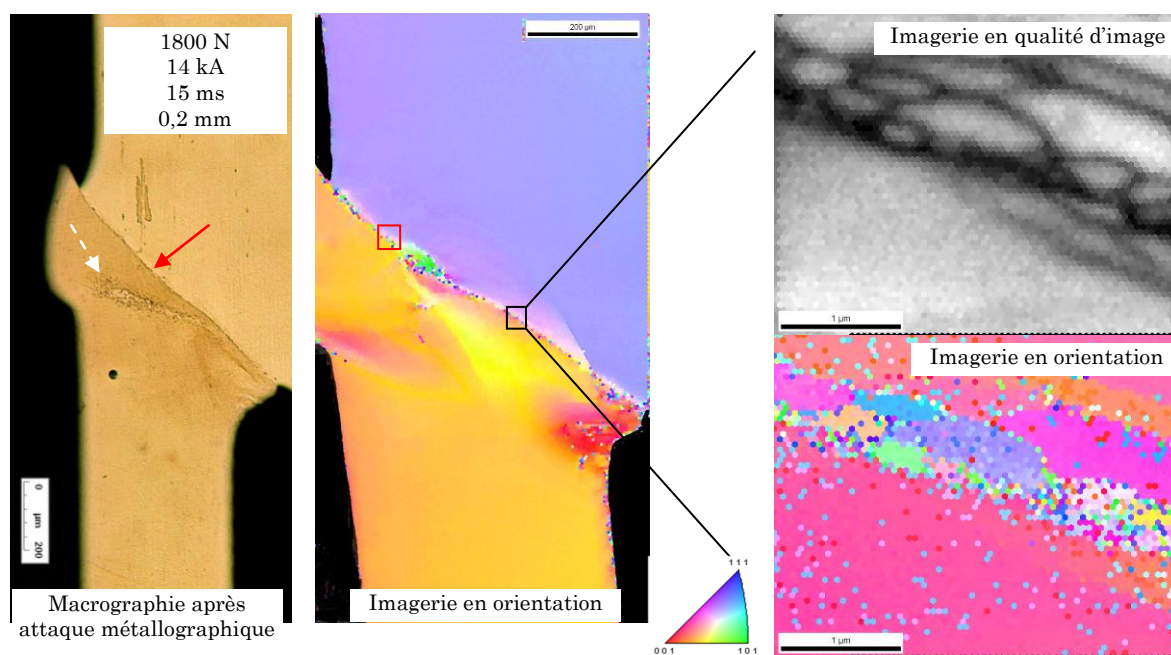
la plus basse ainsi que dans la zone où un possible décollement des surfaces peut apparaître suite au glissement de la gaine le long du chanfrein du bouchon.

Afin de limiter ce défaut, l'énergie de soudage doit être suffisante. La valeur de l'énergie nécessaire est plus faible lorsque  $L_g$  est au niveau bas. Cela provient soit d'un meilleur maintien mécanique de la gaine évitant son glissement soit de la présence du point chaud proche de l'électrode qui entraîne un apport de chaleur plus important sur l'extérieur du joint. De plus, nous avons vu au chapitre 4 que lorsque  $L_g$  augmente, la température minimale au contact diminue ce qui peut accentuer le manque de soudage et va donc là encore dans le sens qu'un  $L_g$  au niveau bas permet d'obtenir des soudures de meilleure compacité et ce pour une énergie plus faible.

Sur Kanthal APM, peu de soudures sans manque de soudage ont été réalisées (3 soudures seulement). Ceci provient de la plus faible intensité du courant qui diminue l'énergie électrique dissipée. Les résultats obtenus sur PM2000-1 et PM2000-2 ne laissent pas apparaître de différences importantes.

## 5.5. Microstructure à l'interface

Sur les macrographies réalisées sur PM2000 et en l'absence de manque de soudage, on observe de façon générale que le joint soudé est visible du fait d'une forte réactivité à l'attaque chimique au niveau de l'interface comme le montre la macrographie après attaque métallographique présentée sur la Figure 5.17 (flèche rouge pleine). Nous avons analysé l'interface d'une soudure par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Les résultats obtenus par cette technique en qualité d'image et en orientation cristalline sont présentés sur la Figure 5.17.



*Figure 5.17 : Caractérisation par EBSD et macrographie après attaque métallographique de la face en vis-à-vis d'une soudure réalisée lors du plan PM2000-1 pour (1800 N ; 14 kA ; 15 ms ; 0,2 mm)*

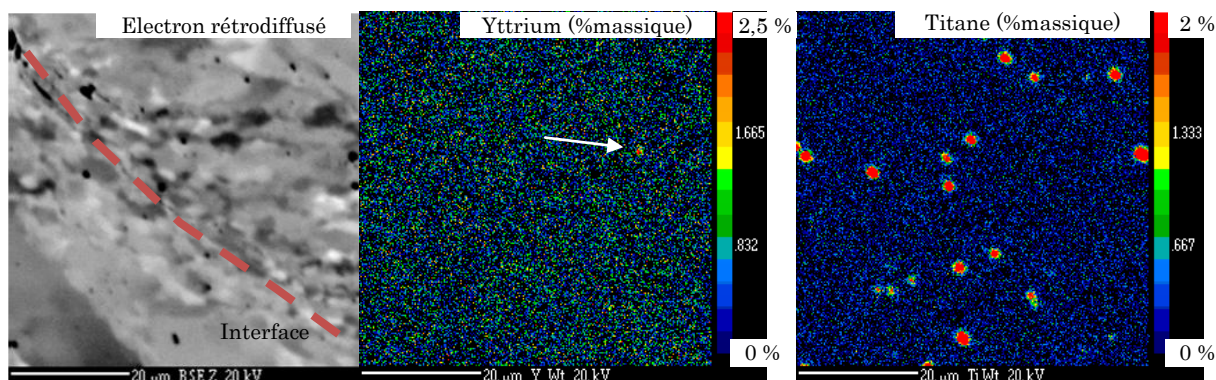
Dans un premier temps, on observe que le grain du bouchon se déforme légèrement (passage de violet à rose) au niveau de l'interface sous l'effet du forgeage. Le grain de la gaine se déforme de façon plus importante notamment au niveau des bourrelets interne et externe. Cela conduit localement à des changements d'orientation cristalline qui se font de manière continue sans formation de nouveaux grains ou de sous-joints.

Sur la macrographie avec attaque métallographique, on observe dans la gaine, hors de l'interface, une réactivité accrue à l'attaque métallographique (flèche blanche pointillée) qui n'est pas observée sur la caractérisation par EBSD et ce du fait que les deux faces observées sont les faces en vis-à-vis et sont donc séparées par l'épaisseur du trait de coupe et la profondeur de polissage. La caractérisation de ce type d'observation est réalisée au paragraphe 5.6.

A l'interface, on observe la présence de petits grains de tailles micrométriques et submicrométriques expliquant la forte réactivité du joint soudé à l'attaque chimique.

### 5.5.1. Répartition des éléments de renforts

La répartition des éléments de renforts a été caractérisée par microsonde avec une résolution de 0,2  $\mu\text{m}$  dans la zone de l'interface comme indiqué par le carré rouge sur la Figure 5.17. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 5.18.



*Figure 5.18 : Caractérisation de la répartition de l'yttrium et du titane obtenue par WDS sur une interface soudée lors du plan PM2000-1 (1800 N ; 14 kA ; 15 ms ; 0,2 mm)*

Les analyses présentent des points riches en titane dont la taille et la répartition sont identiques à celles observées dans le métal de base. La répartition de l'yttrium est elle aussi identique à celle du métal de base. On notera l'observation d'un point riche en yttrium (indiqué par une flèche) d'une taille de l'ordre de 800 nm.

A l'échelle observable à la microsonde, aucune modification de la répartition des éléments au niveau de l'interface n'apparaît lorsque de petits grains sont présents. Nous nous intéressons donc à la répartition des renforts à l'échelle de la microscopie en transmission. A l'aide d'un « dual beam », une lame mince est prélevée au niveau de l'interface d'une soudure présentant cette structure de petits grains (lame mince prélevée sur la soudure réalisée sur le point central du plan PM2000-1,  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 \text{ N} ; 16 \text{ kA} ; 13 \text{ ms} ; 0,5 \text{ mm})$ ). La vue générale de cette lame mince est présentée sur la Figure 5.19.

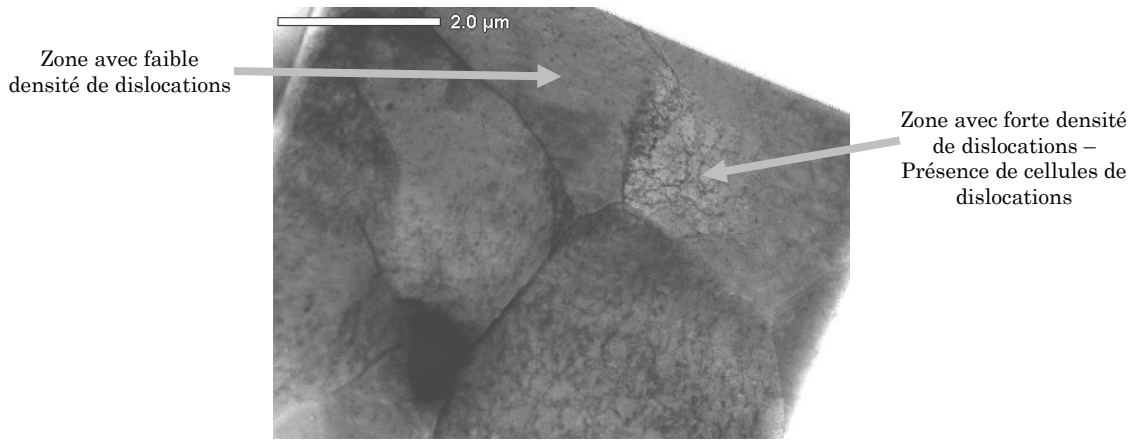


Figure 5.19 : Image MET en champ clair : Vue générale de la lame mince prélevée à une interface de la soudure réalisée avec  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2200 N ; 16 kA ; 13 ms ; 0,5 mm)$

Dans un premier temps, on observe la présence de plusieurs grains dont la taille est de l'ordre du micromètre ce qui correspond à la taille de grain observée par EBSD au niveau de l'interface.

On observe sur cette lame la présence de différentes zones avec des densités de dislocations différentes. Certains grains mettent en évidence la présence de cellules de dislocations.

Dans les zones possédant une faible densité de dislocations, on retrouve la présence de précipités d'yttrium d'une taille proche de celle observée dans le métal de base comme montré sur la Figure 5.20.

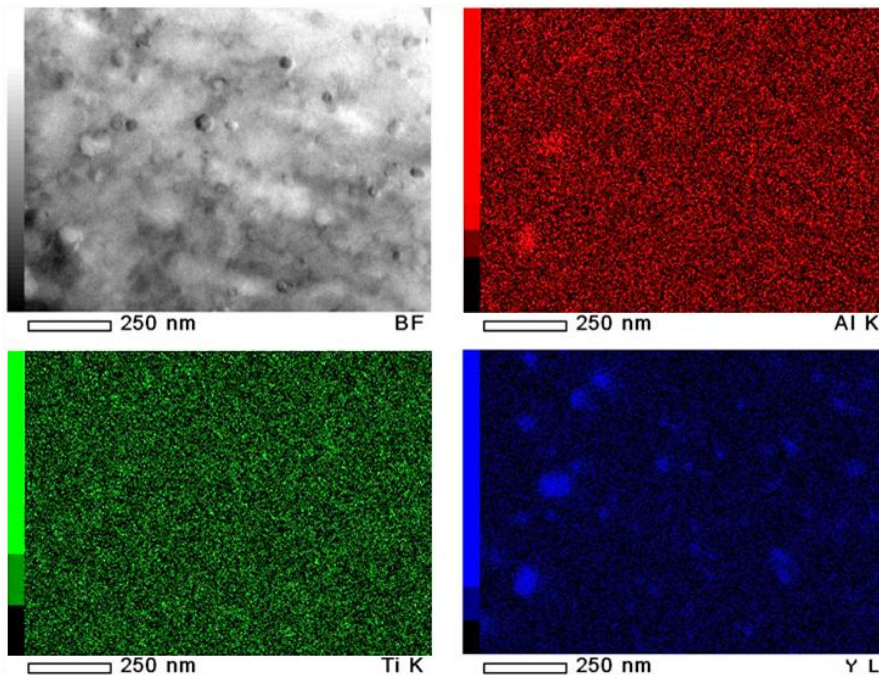


Figure 5.20 : Image MET en champ clair (BF) et cartographies de la répartition des éléments aluminium (Al), titane (Ti) et yttrium (Y) réalisées par EDS-STEM de la zone de l'interface ne présentant pas de cellule de dislocations

Comme pour le métal de base, la présence de particules riches en yttrium d'une taille inférieure à 50 nm est observée. Les particules de tailles plus importantes (entre 50 nm



et 200 nm) montrent la présence d'aluminium associé à de l'yttrium. Aucune particule riche en titane n'a été observée.

Dans les zones où des cellules de dislocation sont observables, les caractéristiques des renforts (taille, répartition, composition) sont différentes de celles du matériau de base. Un exemple typique des caractérisations réalisées dans cette zone sont présentées sur la Figure 5.21.

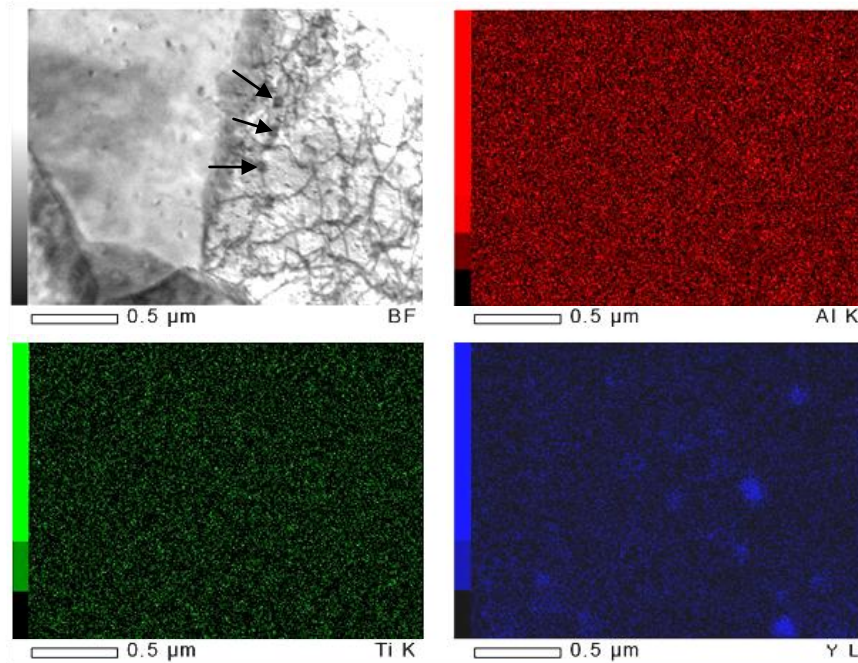


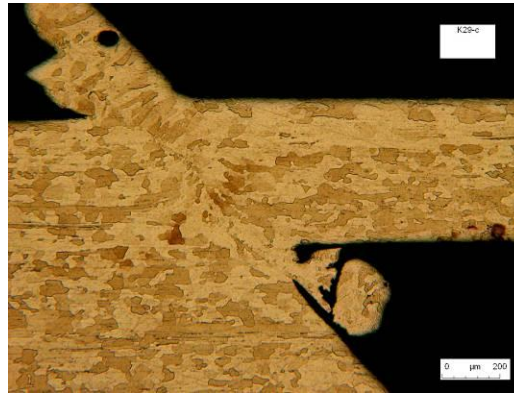
Figure 5.21 : Image MET en champ clair (BF) et cartographies de la répartition des éléments aluminium (Al), titane (Ti) et yttrium (Y) réalisées par EDS-STEM de la zone de l'interface présentant des cellules de dislocations

On détecte la présence de particules d'yttrium dont la taille est supérieure à 100 nm. Ces particules sont localisées sur les murs des cellules de dislocations (repérées par une flèche). Dans cette zone, nous n'avons pas observé de particules de taille inférieure à 50 nm. Les petites particules semblent s'être regroupées et avoir coalescé.

### 5.5.2. Synthèse

Sur l'alliage ODS PM2000, on observe systématiquement la présence de petits grains micrométrique au niveau de l'interface à partir du moment où aucun défaut de compacité n'est observé. A l'échelle d'observation de la microsonde, aucune modification de la répartition des éléments de renforts n'est visible. Cependant, on observe une modification de la dispersion des éléments de renforts au niveau nanométrique dans les zones à fortes densités de dislocation.

Comparé au Kanthal APM, l'interface soudée est très différente. En effet sur Kanthal APM, il est possible, pour des énergies élevées, « d'effacer » l'interface et d'obtenir des grains de tailles semblables à ceux du matériau de base comme le montre la macrographie présentée sur la Figure 5.22.



Kanthal APM  
 1800 N  
 16 kA  
 15 ms  
 0,2 mm

Figure 5.22 : Macrographie d'une soudure réalisée sur Kanthal APM pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (1800 \text{ N} ; 16 \text{ kA} ; 15 \text{ ms} ; 0,2 \text{ mm})$  et dont l'interface n'est plus visible

Nous rappelons que pour le Kanthal APM, la taille initiale des grains est petite ( $50 \mu\text{m}$ ) comparée à celle du PM2000 (millimétrique). De plus, la présence de renforts nanométriques dans le cas de l'alliage ODS peut bloquer le mouvement des dislocations et des joints de grains. Ces caractéristiques modifient alors les mécanismes de recristallisation et peuvent expliquer une telle différence.

## 5.6. Recristallisation dynamique et répartition des éléments

### 5.6.1. Modification de la microstructure

Pour certaines soudures, nous avons observé localement une réactivité accrue à l'attaque métallographique en dehors de l'interface. Cette structure a aussi bien été observée sur Kanthal APM que sur PM2000. Des exemples de soudures présentant cette caractéristique sont présentées sur la Figure 5.28.

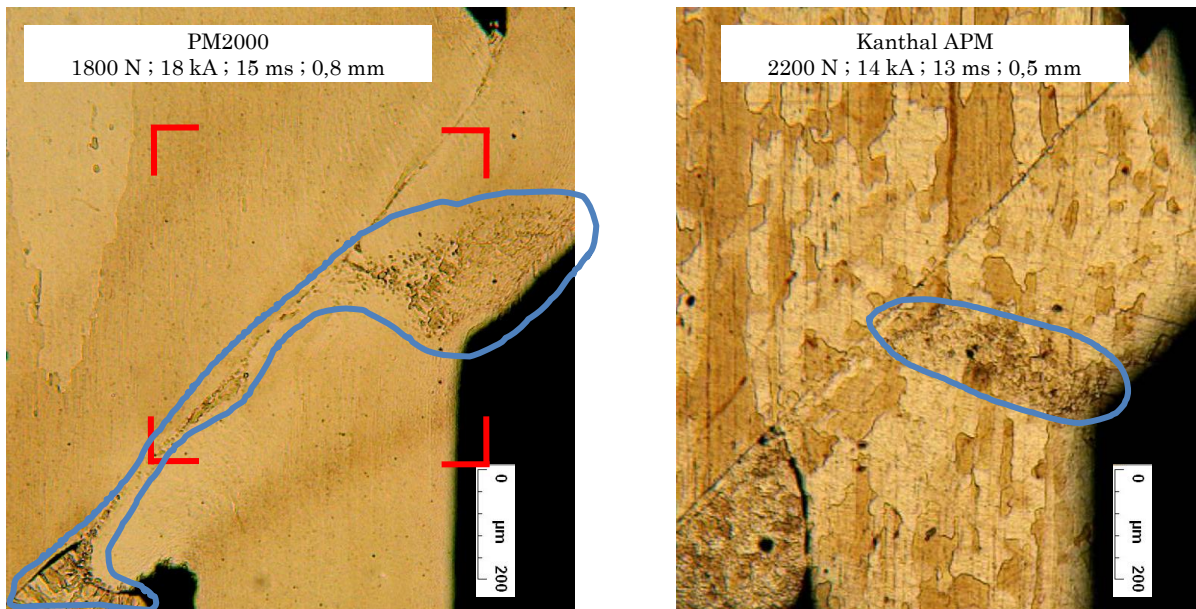


Figure 5.23 : Macrographies après attaque métallographique de soudure réalisée sur PM2000 (gauche) et Kanthal APM (droite) présentant localement une réactivité accrue à l'attaque métallographique (entourée en bleu)

Nous observons que la zone présentant une réactivité accrue (entouré en bleu) est située grossièrement à la même localisation, indépendamment de l'alliage soudé, à savoir

au voisinage de l'électrode et s'étendant jusqu'à l'interface. Dans certains cas, comme celui de la soudure sur PM2000 présentée sur la Figure 5.28, la modification s'étend jusqu'au bourrelet interne en passant par l'interface.

Pour une configuration géométrique donnée ( $L_g$  fixé et électrodes identiques), la zone de forte réactivité forme un angle spécifique avec la gaine comme mis en évidence par les pointillés rouges sur la Figure 5.24.

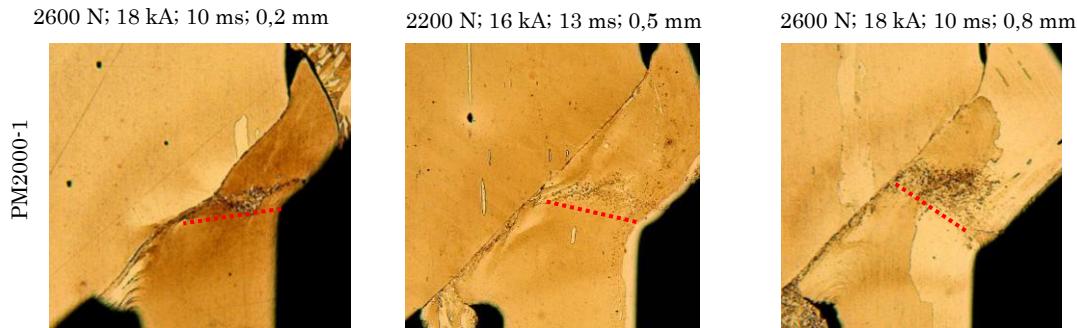


Figure 5.24 : Estimation qualitative de l'angle formé par la zone de forte réactivité hors de l'interface en fonction de  $L_g$  (0,2 mm ; 0,5 mm ; 0,8 mm)

La localisation de ces zones est schématisée sur la Figure 5.25 et comparée avec les déformations déjà relevées au chapitre 4 (Figure 4.3).

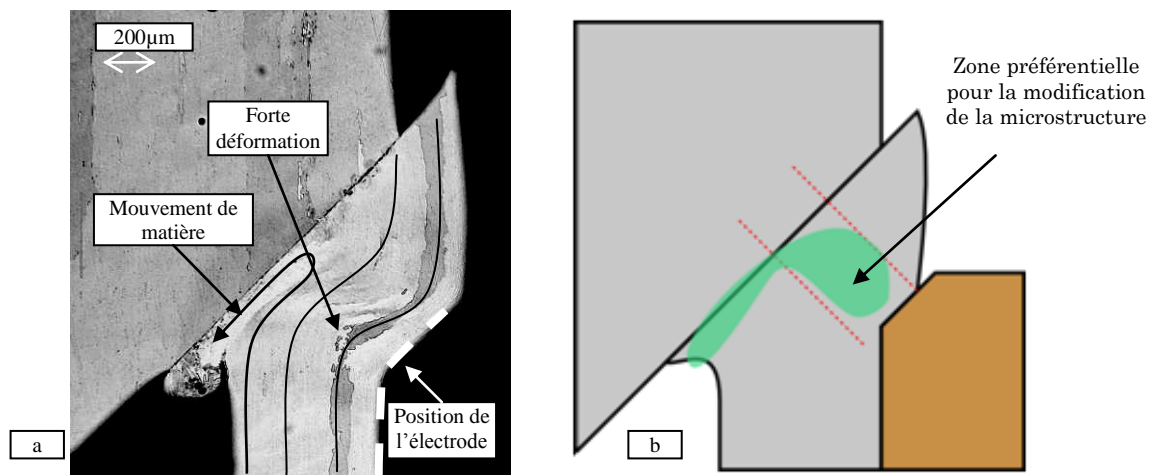


Figure 5.25 : a. Macrographie d'une soudure avec mise en évidence de la déformée (trait noir)

b. Schématisation de la zone préférentielle pour la modification de la microstructure

Dans le chapitre 4, nous avons vu que la zone proche de l'électrode correspondait à une zone où la déformation des pièces était importante du fait du déplacement de la gaine qui s'appuie sur le chanfrein de l'électrode (Chapitre 4, paragraphe 4.1.3). Dans cette zone, la température est particulièrement élevée du fait du point chaud qui se forme proche de l'électrode. Pour la zone proche du bourrelet interne, le même phénomène est observé mais du fait du mouvement de matière. Dans cette zone, un point chaud est aussi observé du fait de la macrocontraction du courant lors du passage du bouchon massif à la gaine plus étroite. Un phénomène associant déformation et température est donc responsable du changement d'aspect observé après attaque métallographique.

La soudure réalisée sur PM2000 présentée sur la Figure 5.23 a été analysée par EBSD dans la zone indiquée par le carré rouge. L'orientation cristalline observée pour cette soudure est présentée sur la Figure 5.26.

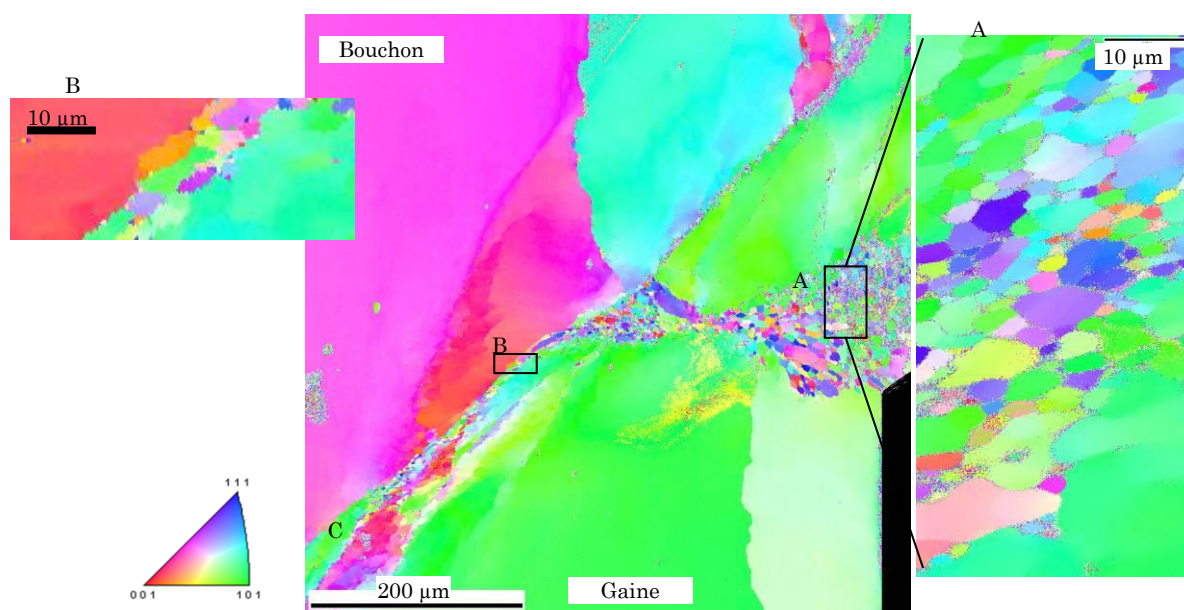


Figure 5.26 : Caractérisation par EBSD d'une soudure sur PM2000 présentant une indication de modification de la microstructure (1800 N ; 18 kA ; 15 ms ; 0,8 mm)

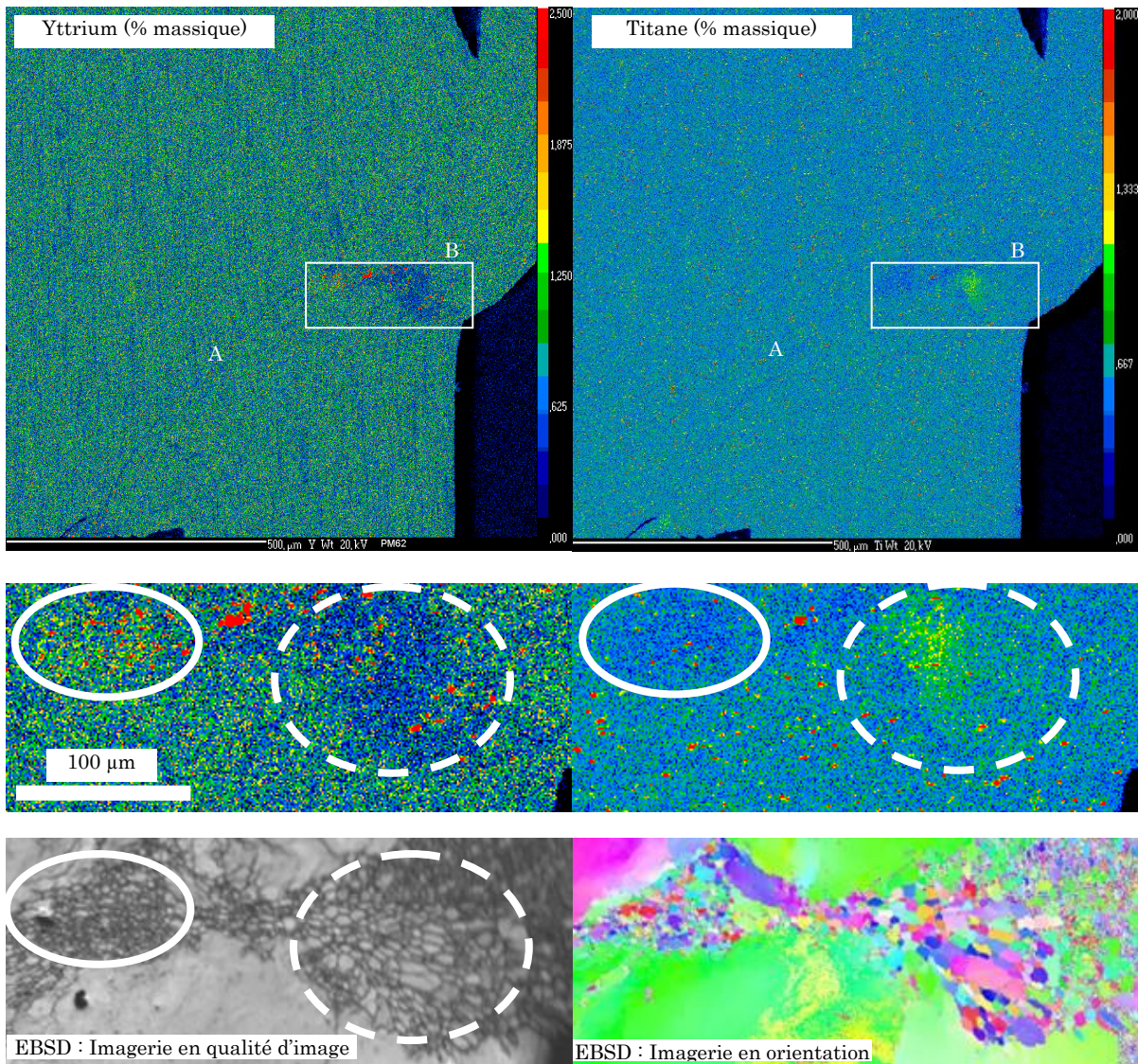
Nous observons sur ces images que la zone présentant une réactivité accrue (repère A) est composée de petits grains de l'ordre de 5 µm de diamètre. Les grains sont, dans l'ensemble, équiaxes et sans orientation spécifique.

Sur cette soudure, nous observons que la zone avec des petits grains s'étend jusqu'au bourrelet intérieur en passant par l'interface (repère B puis C). Au niveau du repère B et sur cet exemple, les grains sont aplatis le long du joint soudé et ont une taille de l'ordre de 5 µm ce qui est bien supérieur à celles observées à l'interface sur la Figure 5.17. La largeur de la zone affectée par la présence de ces petits grains est de 10 µm environ ce qui est là encore, bien supérieur à celle observée à l'interface sur la Figure 5.17. Plus on se rapproche du bourrelet interne plus les grains ont une taille importante. Au niveau du repère C, on observe la présence de grains d'une taille de la centaine de microns qui sont fortement déformés.

L'indication observée sur la macrographie optique après attaque est donc liée à une modification de la taille de grain. Ce phénomène apparaît dans les zones de haute température et de forte déformation. L'orientation des grains est aléatoire. Il semble donc légitime de supposer que cette modification de la microstructure est liée à un phénomène de recristallisation dynamique.

### 5.6.2. Répartition des éléments de renfort

L'analyse de la répartition des éléments de renforts réalisée par microsonde de Castaing de cette soudure est présentée sur la Figure 5.27.



La position et le cadre des images EBSD peuvent être légèrement différents de ceux de l'analyse microsonde

*Figure 5.27 : Cartographie de la répartition en yttrium et en titane obtenue par WDS d'une soudure présentant une modification de la microstructure et comparaison avec les cartographies obtenues par EBSD sur PM2000 (1800 N ; 18 kA ; 15 ms ; 0,8 mm)*

Il y a corrélation entre la position de la zone recristallisée et la position de la zone où il y a modification de la répartition des renforts.

Dans la partie la plus proche de l'électrode (cercle pointillé), on observe une déplétion en yttrium dans laquelle on trouve des points riches en yttrium (points rouges) d'une taille de l'ordre de 2 µm à 8 µm. Dans cette même zone, on observe la présence d'un enrichissement en titane avec la présence de quelques points de forte teneur en titane de tailles identiques à celles observées dans le métal de base. Cette zone correspond à la zone qui présente les grains de plus grande taille (10 µm environ).

Dans la partie modifiée la plus proche de l'interface (cercle plein), on observe une modification de la répartition en yttrium avec la présence de points riches en yttrium d'une taille de 2 µm à 5 µm environ. Dans cette même zone, on observe une légère déplétion en titane avec cependant toujours la présence des points riches en titane identiques à ceux observés dans le métal de base.

On a vu précédemment que la modification de la taille de grain s'étend jusqu'au bourrelet interne en passant par l'interface. On observe une très légère modification de la répartition des éléments au niveau de l'interface avec une déplétion en titane ainsi que la présence de quelques points riches en yttrium allant de 1  $\mu\text{m}$  à 3  $\mu\text{m}$ .

La recristallisation dynamique est corrélée à une modification de la répartition de l'yttrium et du titane. Ces deux éléments sont liés au renforcement par dispersion d'oxyde de l'alliage ODS PM2000. Une modification de la dispersion de l'yttrium ou du titane est donc liée directement à la modification de la dispersion des renforts ce qui peut donc entraîner une modification locale des propriétés mécaniques. L'influence des paramètres opératoires sur la localisation et la taille de ces modifications doit donc être analysée.

Il est important de noter que la recristallisation dynamique n'est pas liée à la présence de renforts puisque celle-ci est aussi observée sur Kanthal APM. Il est donc probable que ce soit la recristallisation dynamique qui entraîne la modification de la répartition des renforts et non l'inverse.

### 5.6.3. Influence des paramètres opératoires

Les zones recristallisées dynamiquement sont observées par microscopie optique après attaque métallographique. On distingue deux catégories en fonction de la localisation comme présentées sur la Figure 5.28.

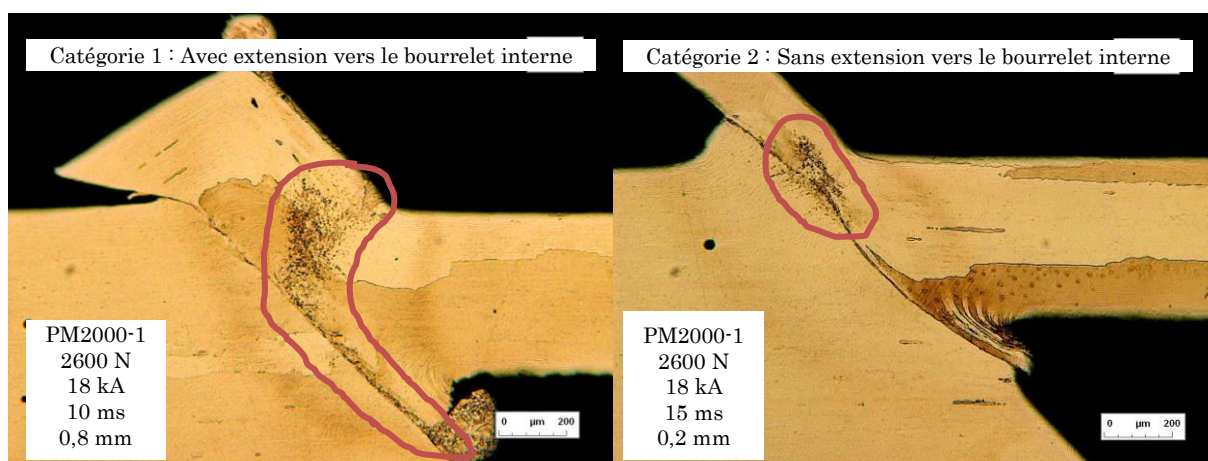


Figure 5.28 : Catégorisation des soudures en fonction de la forme et de la localisation des zones recristallisées dynamiquement

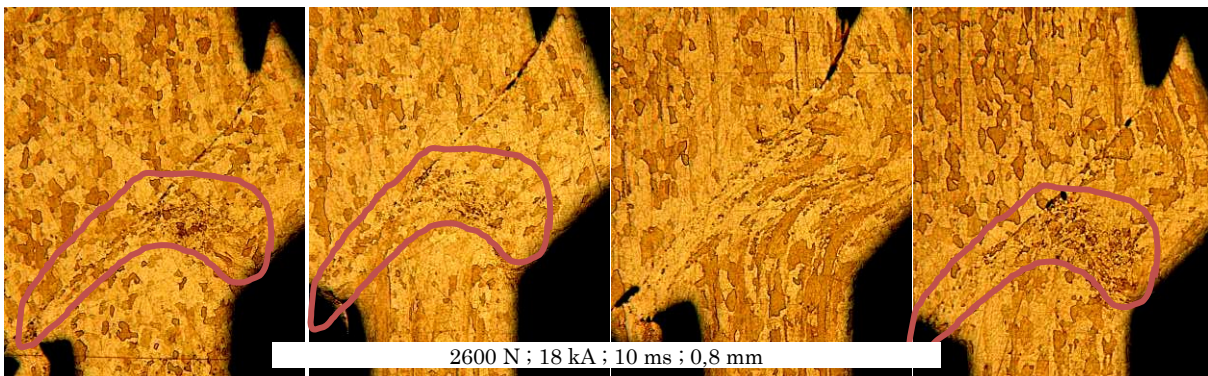
La catégorie 1 regroupe l'ensemble des soudures dont la zone recristallisée dynamiquement s'étend jusqu'au bourrelet interne. Pour la catégorie 2, l'extension jusqu'au bourrelet interne n'est pas observée. Les modifications sont alors principalement localisées en un point de l'interface proche de l'électrode comme présenté ci-dessus ou alors dans la partie de gaine qui dépasse de l'électrode (le trait noir observé sur l'interface est lui systématiquement visible et n'est pas pris en compte ici, voir paragraphe 5.5).

Sur PM2000, deux faces de chaque soudure sont observées (face opposée). Les faces pour lesquelles on observe une ZF ou une éjection de matière ne sont pas prises en compte. Lorsque les deux faces présentent cette caractéristique l'information sur la modification de la microstructure n'est alors pas accessible. Pour chaque face, on attribue une note en fonction de la catégorie (lorsqu'aucune modification n'est observée, une note de 0 est attribuée). Pour chaque soudure, la valeur de « modification de la microstructure » correspond à la moyenne des notes attribuées pour chaque face.

### 5.6.3.1. Homogénéité et reproductibilité

D'un point de vue de l'homogénéité, la présence de ZF et d'éjections de matière, phénomènes tous deux localisés limitent l'analyse de l'homogénéité puisque sur PM2000-1, seule une soudure ne présente ni ZF ni éjection de matière sur les deux faces. Sur Kanthal APM, nous avons observé un nombre plus faible de ZF et d'éjections de matière alors même que quatre faces sont observées par soudure. L'analyse de l'homogénéité est donc réalisée sur les soudures de ce matériau.

Parmi les 16 soudures observables, huit présentent le même caractère sur l'ensemble des faces et quatre ne possèdent qu'une seule face différente. L'homogénéité vis-à-vis de cet observable est donc satisfaisante. Un exemple de quatre macrographies obtenues sur une soudure réalisée sur Kanthal APM et découpée en quart est présenté sur la Figure 5.29:



*Figure 5.29 : Homogénéité circonférentielle d'une soudure réalisé sur Kanthal APM et présentant une zone recristallisée dynamiquement*

On observe sur ces macrographies la présence évidente de recristallisation dynamique sur trois des quatre faces. Une des faces laisse apparaître des traces plus légères de cette modification de la réactivité. La modification de la microstructure est de plus systématiquement localisée au même endroit ce qui montre une homogénéité circonférentielle satisfaisante.

La reproductibilité ne peut être observée que sur les point centraux des plans d'expériences et sont présentés en Annexe 8. La reproductibilité de cet observable n'est pas assurée sur PM2000 mais on peut supposer que cela provient des éjections de matière et des zones fondues qui ne sont que faiblement reproductibles et qui « parasitent » l'observation de ce phénomène.

### 5.6.3.2. Corrélation avec l'affaissement

Nous avons vu que la modification de la microstructure était localisée dans les zones présentant des déformations importantes. On étudie donc ce phénomène en fonction de l'affaissement mesuré. La Figure 5.30 présente la valeur de modification de la microstructure en fonction de l'affaissement pour  $L_g = 0,2$  mm et  $L_g = 0,8$  mm.

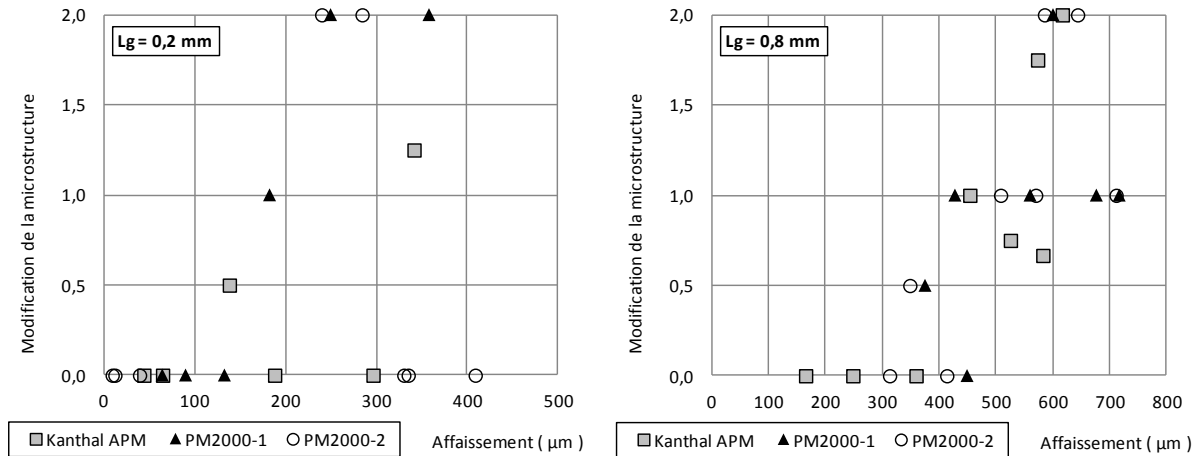


Figure 5.30 : Modification de la microstructure en fonction de l'affaissement, de  $L_g$  et des différents plans d'expériences

Pour les soudures réalisées avec un  $L_g$  de 0,8 mm, on observe clairement que l'augmentation de l'affaissement entraîne une augmentation de la valeur de modification de la microstructure. Pour les soudures réalisées avec un  $L_g$  de 0,2 mm, le lien entre affaissement et modification de la microstructure est moins apparent que dans le cas  $L_g = 0,8$  mm, notamment dans le cas du plan PM2000-2. Enfin, il est important de noter que nous avons obtenu un nombre plus important de soudures ne présentant pas de modification de la microstructure pour  $L_g = 0,2$  mm que pour  $L_g = 0,8$  mm, (14 contre 6).

Lorsque l'affaissement augmente, les déformations dans la gaine augmentent ce qui a pour conséquence l'apparition d'un phénomène de recristallisation dynamique dans la gaine. Pour des affaissements importants, la modification de la microstructure dans la zone proche du bourrelet interne n'est plus observée sur les macrographies du fait que la matière est très écrasée et chassée vers le bourrelet interne.

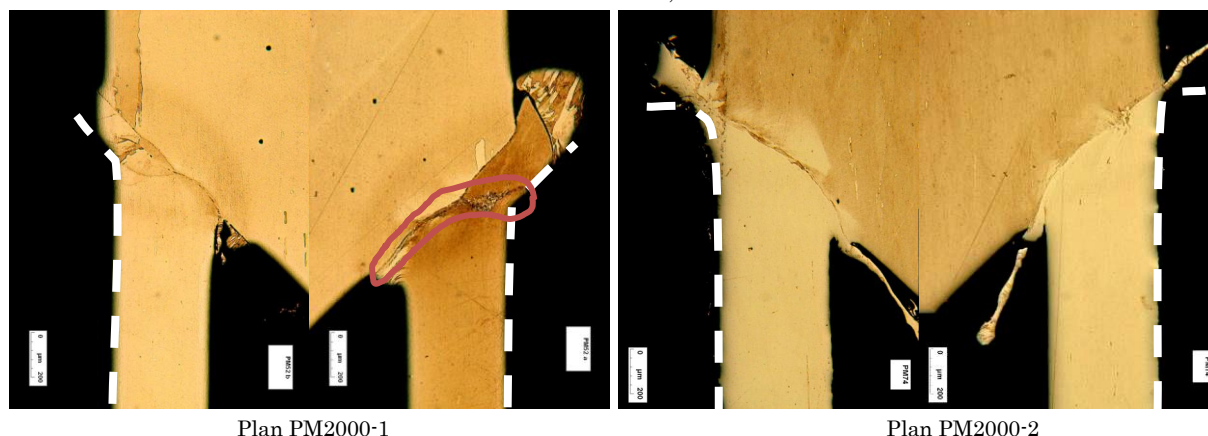
#### 5.6.4. Synthèse

Pour certaines conditions de déformation et de température, on peut observer dans la gaine des zones recristallisées dynamiquement et ce aussi bien sur PM2000 que sur Kanthal APM. Ces zones sont localisées proche de l'électrode et forment un angle préférentiel avec la direction de la gaine en fonction de la configuration géométrique.

Une modification de la répartition des éléments de renforts est observée dans les zones recristallisées dynamiquement. Ces résultats sont cohérents avec les conclusions issues de l'étude bibliographique concernant les modifications de la structure des renforts lors d'une recristallisation ou d'un changement de phase (Chapitre 1, paragraphe 1.2.2).

Pour limiter le phénomène de recristallisation dynamique dans la gaine, il est possible d'utiliser un  $L_g$  au niveau bas ainsi que de limiter l'affaissement des pièces, ce qui, selon la Figure 4.18, peut, pour une configuration géométrique donnée, être réalisé par une diminution de l'énergie électrique dissipée dans les pièces. Cependant, on observe aussi qu'une augmentation de l'affaissement permet de chasser des zones recristallisées dynamiquement vers les bourrelets et ce notamment dans le cas du plan PM2000-2 du fait de l'absence de chanfrein sur les électrodes. Un exemple typique de cette différence est présenté sur la Figure 5.31





*Figure 5.31 : Macrographies après attaque métallographique de deux soudures réalisées pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (2600 \text{ N} ; 18 \text{ kA} ; 10 \text{ ms} ; 0,2 \text{ mm})$  lors du plan PM2000-1 et PM2000-2 montrant l'effet de la géométrie des électrodes sur la position des zones recristallisées dynamiquement*

Dans cet exemple, les macrographies de la soudure réalisée lors du plan PM2000-2 ne montrent pas de recristallisation dynamique dans la gaine contrairement à la soudure réalisée lors du plan PM2000-1. On observe sur PM2000-1 la présence d'une zone recristallisée dynamiquement (entourée en rouge) dans la partie de gaine dépassant de l'électrode. Cette partie de gaine n'est pas observée dans le cas de l'essai réalisé lors du plan PM2000-2 et a été chassée vers le bourrelet interne ou externe. La partie de gaine restante est donc contrainte en déplacement par l'électrode et se déforme peu ce qui empêche la recristallisation dynamique dans la gaine.

## 5.7. Conclusions

La soudure est dans un premier temps définie par sa compacité (soudabilité opératoire). Une soudure dont la compacité n'est pas assurée peut engendrer une baisse importante des propriétés mécaniques de l'assemblage.

Deux types de défauts de compacité ont été observés sur les pièces.

Le premier défaut est lié à un phénomène d'éjection de matière qui apparaît proche de l'électrode enserrant le bouchon ou enserrant la gaine ainsi que vers l'intérieur de l'interface entre pièces. Ce défaut très localisé est faiblement reproductible. Côté bouchon au voisinage de l'électrode, plus l'énergie électrique dissipée est importante plus on observe d'éjection de matière. Côté gaine, au voisinage de l'électrode, des éjections de matière ont aussi été observées mais dès les énergies électrique les plus faibles du plan d'expérience. Plus  $L_g$  est faible plus on observe un nombre important d'éjections de matière et ce quelle que soit l'énergie électrique dissipée. Les mécanismes à l'origine de ces éjections de matière seront discutés au chapitre 6. Le défaut situé vers l'intérieur de l'interface entre pièces est observé pour un  $L_g$  au niveau haut et lorsque l'affaissement n'est pas suffisant.

Le second défaut de compacité est lié à un manque de soudage sur l'extérieur du joint. Ce défaut disparaît avec l'augmentation de l'énergie électrique dissipée et ce, d'autant plus rapidement que  $L_g$  est faible.

Dans un second temps, la soudure est définie par sa microstructure et par la dispersion des éléments de renforts (soudabilité métallurgique). Nous avons vu qu'une modification de la microstructure (fusion, recristallisation dynamique) entraînait une

modification de la dispersion macroscopique des renforts. Cette dernière peut conduire à une modification des propriétés mécaniques à haute température ou une diminution de la durée de vie de l'assemblage. Les zones fondues sont observées pour les énergies électriques les plus élevées.

Lorsque l'affaissement augmente, la déformation augmente ce qui entraîne un phénomène de recristallisation dynamique dans la partie de gaine subissant les déformations les plus importantes. Cet effet est particulièrement visible lorsque  $L_g$  est important. Une prolongation jusqu'au bourrelet interne en passant par l'interface est observée pour certains cas de soudage. Cette zone recristallisée peut être chassée vers le bourrelet interne ou externe lorsque l'affaissement augmente.

Enfin, on observe pour le PM2000, la formation de petits grains à l'interface soudée. Des modifications de la répartition des renforts à l'échelle nanométrique ont été observées dans les zones à forte densité de dislocations.

Il est possible de définir les différents observables sur une représentation de l'affaissement en fonction de l'énergie électrique dissipée pour les deux valeurs de  $L_g$ . Cette représentation est présentée sur la Figure 5.32.

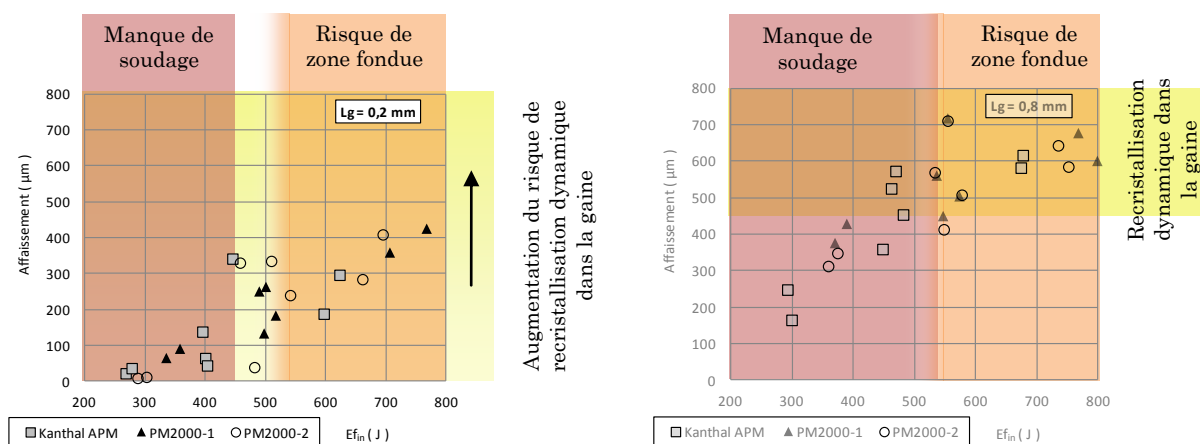


Figure 5.32 : Représentation des différents observables (manque de soudage, risque de zone fondue, risque de recristallisation dynamique dans la gaine) en fonction de l'énergie électrique dissipée et de l'affaissement pour les deux niveaux de  $L_g$  (0,2 mm et 0,8 mm)

Pour  $L_g = 0,8$  mm, nous observons que la zone où les soudures présentent systématiquement un manque de soudage et la zone pour laquelle un risque important de zone fondue existe se recoupent et il n'est pas possible de satisfaire les différents critères en même temps.

Pour  $L_g = 0,2$  mm, une plage entre 450 J et 490 J peut permettre d'éviter le manque de soudage ainsi que la formation d'une ZF.

Cependant, aucune des soudures réalisées sur PM2000 au cours des plans d'expériences n'a montré ni modification d'yttrium (liée à la présence de recristallisation dynamique dans la gaine ou liée à la présence de ZF) ni défaut de compacité à l'interface, ni éjection de matière sur l'ensemble des faces observées. Les voies d'optimisation seront discutées dans le chapitre 6.

### 5.7.1. Comparaison entre Kanthal APM et PM2000-1 : Effet du matériau

Le Kanthal APM et le PM2000 se comportent de manière analogue au regard du manque de soudage, de la formation de zone fondue ainsi que de la présence de recristallisation dynamique. En revanche, les deux matériaux présentent un

comportement très différent au regard de la sensibilité aux éjections de matière et de la microstructure à l'interface.

Le PM2000 est plus sensible au phénomène d'éjections de matière que le Kanthal APM alors que ces deux matériaux ne montrent pas de différence vis-à-vis de la présence de zone fondue. Les mécanismes possibles à l'origine de ces éjections de matière sont discutés au chapitre 6.

Sur Kanthal APM, lorsque l'énergie électrique est suffisamment élevée, il est possible d'effacer l'interface contrairement au PM2000. Il n'est cependant pas possible de présupposer de l'impact de cette différence sur les propriétés mécaniques de l'assemblage.

### **5.7.2. Comparaison entre PM2000-1 et PM2000-2 : Effet de l'électrode**

Nous n'avons pas observé d'effet de l'électrode sur le manque de soudage ainsi que sur la microstructure à l'interface.

En revanche, des différences de positions des éjections de matière, des zones fondues ainsi que des zones recristallisées dynamiquement ont été observées du fait de la différence dans la longueur de gaine dépassant effectivement de l'électrode. L'absence de chanfrein sur l'électrode permet plus facilement de chasser la matière vers l'extérieur ce qui peut limiter la présence de zone fondue au sein même de la gaine. L'absence de chanfrein entraîne aussi un meilleur maintien de la gaine ce qui limite sa déformation et limite ainsi la présence d'une zone recristallisée dynamiquement dans la gaine. Ces différences sont principalement visibles pour une faible longueur de gaine dépassant de l'électrode ( $L_g = 0,2 \text{ mm}$ ).

## Chapitre 6

# Discussions et perspectives

Dans ce chapitre, nous proposons de discuter des différents points rencontrés au cours de l'étude. Dans un premier temps, un mécanisme simplifié permettant de comprendre la formation de la soudure et des structures métallurgiques qui en résultent est proposé.

Les mécanismes de modification de la répartition des renforts en cours de soudage sont ensuite analysés. L'accent est mis sur les éléments de compréhension apportés par l'étude mais aussi les éléments nécessitant d'être approfondis.

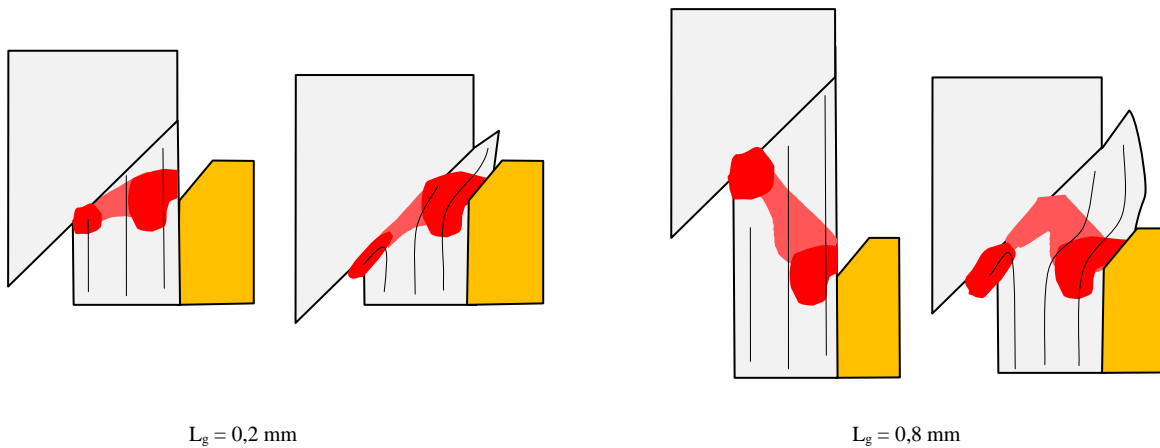
Une discussion concernant le phénomène d'éjections de matière est ensuite menée afin de tenter d'identifier les causes possibles et d'identifier les voies d'optimisation possibles.

L'étude sur le soudage des alliages 20Cr est alors finalisée par l'étude des voies d'optimisation hors des plans d'expériences avec des propositions visant à améliorer différents aspects de la soudure. Les voies les plus intéressantes et celles nécessitant des développements complémentaires sont identifiées.

Enfin, l'étude du soudage des alliages 20Cr est transposée à l'étude du soudage d'un alliage 9Cr-ODS pour lequel les caractéristiques des soudures typiques sont présentées avant de discuter les différences et les points communs entre le soudage des deux matériaux.

### 6.1. Mécanisme de formation de la soudure

Nous avons vu que, après quelques millisecondes, les phénomènes thermiques du procédé de soudage étaient gouvernés par les changements de sections et par les constriction du courant. Dans la zone au voisinage de la soudure, deux points chauds ont été relevés et semblent fondamentaux pour la compréhension de la formation de la soudure. Les positions des points chauds avant et après affaissement sont schématisés sur la Figure 6.1 pour  $L_g = 0,2$  mm et  $L_g = 0,8$  mm.



*Figure 6.1 : Schéma de la position et de l'interaction entre les deux points chauds (en rouge) avec mise en évidence de la déformation des pièces (trait noirs) lors de l'affaissement pour  $L_g = 0,2$  mm et  $L_g = 0,8$  mm*

Dans les deux cas, la génération de chaleur est réalisée de façon prépondérante au niveau des deux constriction. La chaleur diffuse ensuite depuis ces points vers le reste de la pièce. L'augmentation de la température dans cette zone entraîne une diminution locale des propriétés mécaniques. Lorsqu'une température suffisante est atteinte, la partie de gaine dépassant de l'électrode s'écrase. Plus spécifiquement, nous avons observé que le point chaud vers l'intérieur du joint est écrasé et forme une partie du bourrelet interne. La partie plus froide située vers l'extérieur est, elle, peu déformée et glisse vers l'extérieur le long du chanfrein du bouchon.

Nous avons vu que la présence de ces points chauds pouvait expliquer la présence des éjections de matière et des zones fondues (Chapitre 5, paragraphe 5.2). On observe aussi que la direction entre ces deux points chauds (zone à particulièrement haute température du fait de sa proximité aux deux points chauds et aussi particulièrement déformée) correspond à l'angle préférentiel formé par les zones de recristallisation dynamique en fonction de  $L_g$  comme précédemment présenté sur la Figure 5.24. On retrouve aussi que dans le cas de  $L_g = 0,8$  mm, la partie extérieure du joint est plus éloignée des points chauds ce qui peut entraîner, en partie, le manque de soudage observé pour certaines soudures sur l'extérieur de l'interface entre pièces.

En conclusion, les phénomènes thermiques et mécaniques apparaissant en cours du procédé sont principalement gouvernés par la géométrie des pièces à souder ainsi que par la position de l'électrode enserrant la gaine (paramètre  $L_g$ ). La géométrie de cette électrode est elle aussi importante du fait que lors de la déformation de la gaine, celle-ci s'appuie sur l'électrode. La déformée est alors en partie contrôlée par la forme de l'électrode ce qui peut entraîner un déplacement des zones recristallisées dynamiquement et donc des zones dont la dispersion des renforts est modifiée. Les facteurs géométriques sont donc fondamentaux dans la compréhension des caractéristiques métallurgiques de la soudure.

## **6.2. Modification de la répartition d'yttrium et méthodes de caractérisation**

La répartition d'yttrium a été caractérisée par deux techniques : la microscopie électronique en transmission et la microsonde de Castaing. A ces techniques de caractérisation s'ajoute la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) qui peut, sous certaines conditions, renseigner sur la microstructure de la zone observée (phase, structure cristalline, taille de grains, désorientation des grains...). Chaque technique

permet de caractériser le matériau à une échelle différente et avec une résolution différente liée à l'appareillage utilisé. Nous allons donc réaliser un parallèle entre les résultats obtenus à l'aide de ces trois techniques afin de mieux appréhender les mécanismes de modification de la répartition d'yttrium.

### 6.2.1. Limites et observables

On rappelle ici les principales caractéristiques des différentes techniques.

La microsonde de Castaing permet de quantifier la teneur en différents éléments dans un volume de  $1 \mu\text{m}^3$  (correspondant au volume de la poire d'interaction dans une matrice ferritique et pour une tension d'accélération de 20 kV). C'est une analyse chimique quantitative.

La microscopie en transmission permet d'imager le matériau à fort grandissement en s'affranchissant de la poire d'interaction ce qui permet la visualisation des renforts nanométriques, des dislocations et des joints de grains. Il est possible de coupler ce système à un système EDS (EDS – STEM), ce qui permet de déterminer les éléments chimiques présents. La résolution latérale est alors de l'ordre du nanomètre.

Enfin, l'imagerie par EBSD permet d'obtenir une information cristallographique qui, par comparaison avec des standards identifiés, permet de déterminer la phase présente et son orientation cristalline. Sa résolution est de l'ordre de plusieurs dizaines de nanomètres.

La répartition initiale des renforts dans le PM2000 est composée de particules d'une taille allant de la dizaine à la centaine de nanomètres. Celles-ci sont observables par microscopie électronique en transmission. Observé par microsonde, le métal de base ne présente que de légères fluctuations du pourcentage massique d'yttrium mais la nature nanométrique et discrète des renforts n'apparaît pas du fait de la taille de la poire d'interaction qui moyenne l'observation comme le représente la Figure 6.2.

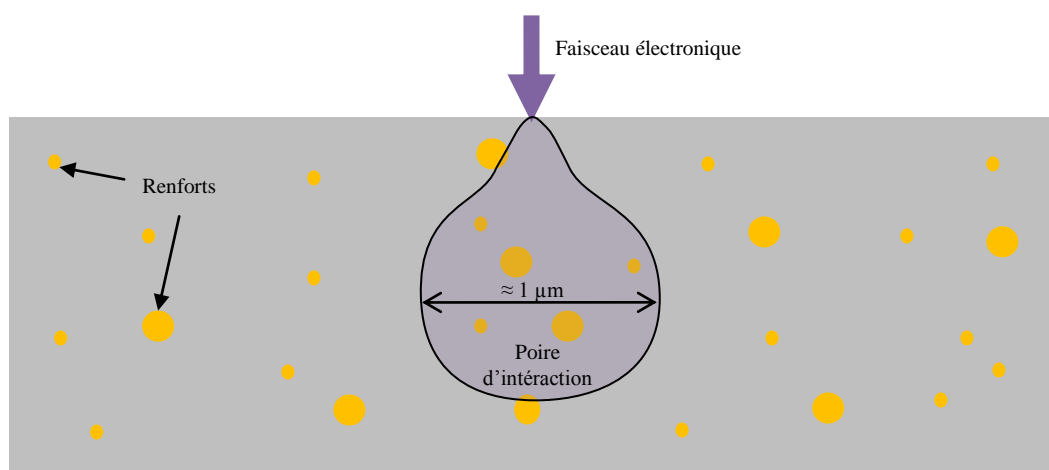


Figure 6.2 : Schéma de la zone d'interaction entre un alliage ODS et un faisceau électronique (vue simplifiée)

### 6.2.2. Modification de la dispersion d'yttrium observée par microsonde

Malgré le faible pouvoir de résolution de la microsonde compte tenu de la taille des renforts, nous avons noté dans le chapitre 4 des modifications de la répartition d'yttrium et de titane par rapport au métal de base lorsqu'une recristallisation ou un passage par la fusion avait eu lieu en cours de soudage.

L'observation d'une modification de la dispersion d'yttrium à l'échelle de la microsonde signifie que des déplacements de particules sur une distance de plusieurs microns ont eu lieu. En effet, une modification locale comme le regroupement de petites particules ou leur coalescence ne seraient pas observées par microsonde du fait du volume échantillonné comme le schématise la Figure 6.3.

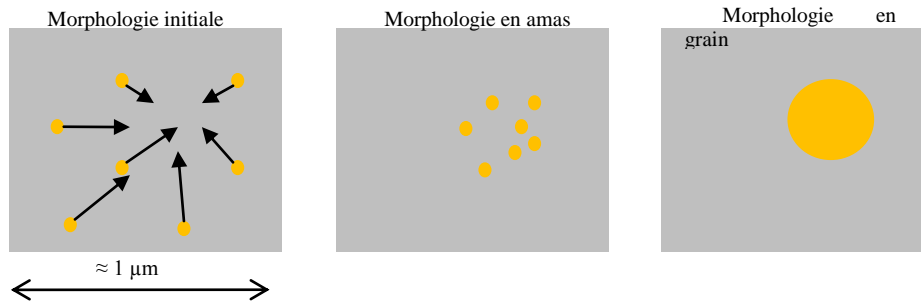


Figure 6.3 : Schéma de différentes morphologies de répartitions des renforts donnant le même résultat de quantification lors d'une analyse par microsonde de Castaing

En conclusion, la microsonde ne garantit pas qu'aucune modification de la dispersion des renforts n'a eu lieu à plus petite échelle. Ces modifications peuvent diminuer localement la densité volumique en renfort (paramètre essentiel au mécanisme de renforcement). L'analyse par microsonde ne permet pas non plus de statuer quant à la structure des renforts après modification. Toutefois cette technique permet de cartographier l'ensemble de la soudure, ce qui serait impossible actuellement par microscopie électronique en transmission, avec un seul échantillon.

### 6.2.3. Caractérisation par EBSD

Une caractérisation par EBSD a été réalisée sur une zone frontière de zone fondue afin de corréliser ces caractéristiques avec celles obtenues par microsonde. La Figure 6.4 présente la cartographie en orientation de la phase ferrite et, pour cette même zone, les répartitions en yttrium et en titane sur lesquels l'image EBSD en qualité d'image a été superposée afin de mettre en évidence les joints de grains et les zones non indexées.

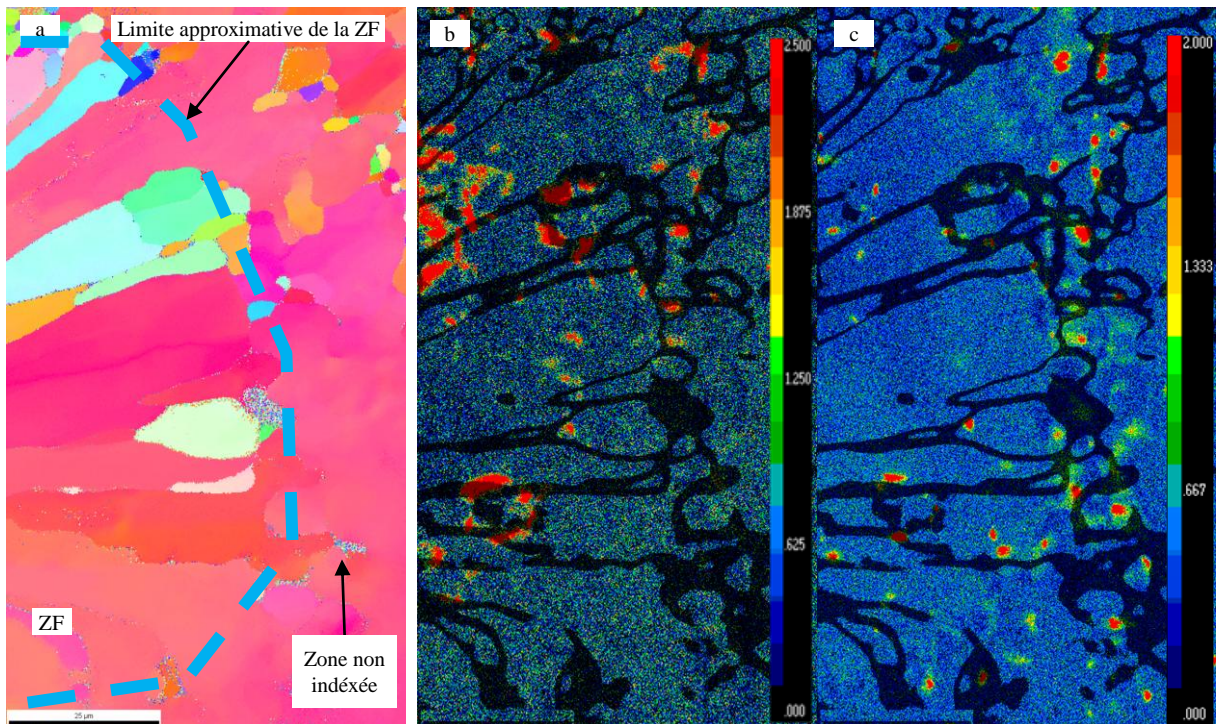


Figure 6.4 : Caractérisation par EBSD (a) et répartition en yttrium (b) et en titane (c) d'une zone frontière d'une zone fondue avec superposition de la cartographie obtenue en qualité d'image par EBSD afin de mettre en évidence la position des grains et des zones non indexées

D'un point de vue de la localisation, on observe que les zones enrichies en titane sont principalement regroupées en périphérie de ZF proches de joints de grains. Considérant la cartographie de l'yttrium, on note que des zones enrichies se trouvent dans la ZF sans localisation particulière par rapport aux joints de grains. Pour les zones où une recristallisation dynamique a eu lieu, la taille de grain est de l'ordre de  $5\ \mu\text{m}$  ce qui est trop petit pour pouvoir être précisément superposé avec les observations de la microsonde (nous n'avons donc pas pu distinguer si les zones de haute teneur en yttrium ou en titane étaient localisées sur un joint de grains ou non).

D'un point de vue de la corrélation entre les deux techniques, on observe deux situations :

- Des zones de plusieurs micromètres apparaissent comme fortement enrichies en yttrium ou en titane (teneur comprise entre 10 et 20 % en masse). Ces zones n'apparaissent pas comme des zones spécifiques sur la cartographie EBSD ;
- Des points ou des zones ne sont pas indexées comme une phase ferritique par EBSD (et ceux notamment aux joints de grains) mais n'apparaissent pas comme des zones spécifiques par microsonde.

Le fait de ne pas observer de zones spécifiques par EBSD signifie que la zone enrichie en un élément (yttrium ou titane principalement) observée par microsonde ne correspond pas à une morphologie en grain ou en amas de petits grains de même orientation cristallographique. Il peut alors s'agir d'une morphologie en amas de grains nanométriques sans orientation particulière et générant donc un bruit de fond. Seul le signal de la matrice ferritique est alors identifié et indexé. Cependant, cela peut aussi provenir de la méthode de détection des phases qui nécessite la connaissance des structures cristallographiques des entités recherchées. Deux types d'oxydes ont été recherchés :  $\text{Y}_2\text{O}_3$  et  $\text{TiO}_2$ . Seuls des points isolés (correspondant à quelques pixels) sont apparus aux joints de grains et dans les grains lors de l'indexation de l'oxyde d'yttrium.



Le  $\text{TiO}_2$  possède lui une structure trop proche de la ferrite pour le discriminer. De plus, il a été montré que la structure de ces oxydes pouvait être modifiée par des sollicitations thermomécaniques comme par exemple lors du soudage par FSW [63] ce qui rend très complexe cette méthode de détection.

En conclusion, les modifications de la répartition des renforts observées par microsonde dans les zones fondues et les zones recristallisées dynamiquement correspondent à des modifications liées à des déplacements de particules sur une distance supérieure à plusieurs microns. Les structures formées ne semblent pas être liées au regroupement et à la coalescence de ces particules formant alors des grains cristallisés de taille suffisamment importante pour être observés par EBSD. Afin d'affiner les caractérisations par EBSD, il est nécessaire de connaître la structure cristallographique et donc la nature chimique des entités présentes. L'utilisation de la microscopie électronique en transmission dans les zones modifiées devrait alors permettre, par couplage avec des analyses EDS-STEM ou haute résolution, de connaître la structure des renforts après modification et de statuer sur le type de modification obtenu lors du soudage. Pour prélever ces échantillons avec précision, l'utilisation d'un appareillage de type dual beam est conseillée.

#### 6.2.4. Caractérisation par MET

L'analyse d'une lame mince prélevée à l'interface soudée (Chapitre 5, paragraphe 5.5.1) a laissé apparaître des différences avec le métal de base (augmentation de la taille de certaines particules d'yttrium dans les zones à forte densité de dislocation) qui n'ont pas été détectées par microsonde, ni par EBSD.

Cependant, afin de confirmer ces observations, il est nécessaire de réaliser plus de caractérisations par cette méthode et notamment une analyse dans le métal de base afin de vérifier que la technique de préparation ne modifie pas la structure initiale. En effet, l'échantillon prélevé par dual beam possédait une épaisseur plus importante que celle de ceux utilisés pour l'analyse du métal de base et obtenue par méthode électrolytique. Les images en champ clair obtenues par MET suite à ces deux méthodes de préparation sont présentées sur la Figure 5.4.

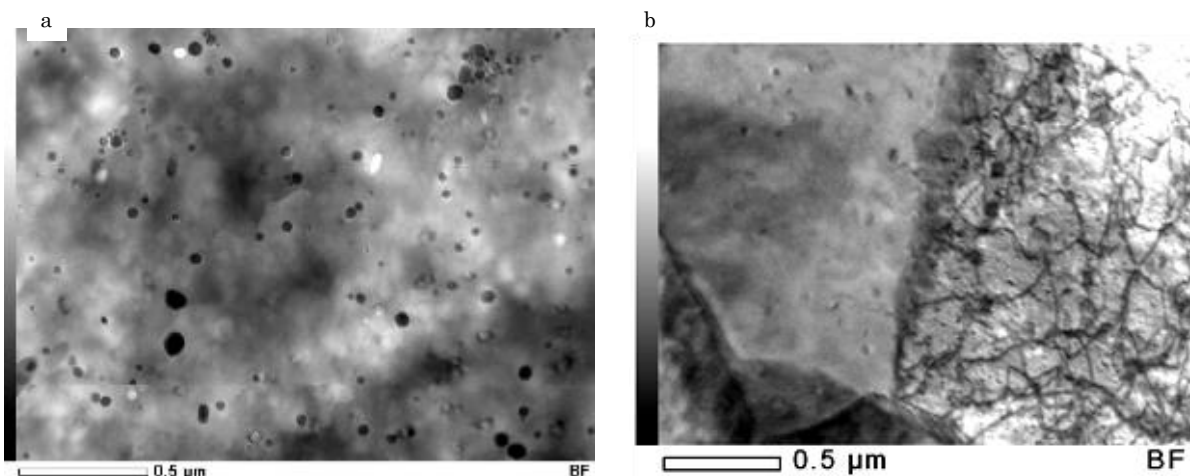


Figure 6.5 : Image réalisée en champ clair par MET du PM2000 à l'état de réception préparé par polissage électrolytique (a) et au niveau de l'interface soudée préparée par dual beam (b)

Il a donc été difficile de vérifier la présence d'aluminium dans les particules d'yttrium (comme observé dans le métal de base) du fait que la matrice renvoyait un signal important sur la présence d'aluminium. Enfin, cette méthode de prélèvement ne permet

d'observer des lames minces que d'une dizaine de microns de côté. Il est donc nécessaire de multiplier les prélèvements le long de l'interface afin d'être bien représentatifs.

### **6.2.5. Discussion et perspective autour du mécanisme de modification de la dispersion d'oxydes d'yttrium**

Des modifications de la dispersion d'yttrium ont été observées par microsonde dans les zones fondues et les zones recristallisées dynamiquement. Afin de mieux comprendre le phénomène, un essai spécifique appelé essai SABLIER a été mis en place afin de décorréler l'effet de la température et l'effet de la déformation. Cet essai est présenté en Annexe 8. Il montre qu'aucune modification de la répartition des renforts n'est observée par microsonde lorsque la température de 1300 °C était atteinte en cours de soudage et ce sans déformation. Malheureusement, avec notre installation expérimentale SOPRANO, il n'a pas été possible de reproduire les cycles mécaniques observés en cours de soudage sur cette éprouvette.

Les modifications de la dispersion d'yttrium sont alors imputables soit à l'obtention de températures supérieures à 1300 °C soit à la force appliquée qui engendre une déformation en cours de soudage.

Les modifications de la dispersion des renforts ont été observées dans des zones où la recristallisation dynamique a été observée et donc dans des zones où des déformations importantes existent (voir chapitre 5). De plus, nous avons observé au niveau de l'interface que des modifications de la structure des renforts pouvaient apparaître dans des zones de forte densité de dislocation, témoins d'un effet mécanique lié à une déformation importante. On observe alors des oxydes d'yttrium de taille plus importante que dans le matériau de base. Ces oxydes sont localisés sur des murs de dislocations ou sous joints.

Comme indiqué dans le Chapitre 1, des modifications de la dispersion des oxydes ont été observées sur d'autres alliages ODS lorsqu'une perte de cohérence avec la matrice était réalisée suite à une transformation de phase et/ou une recristallisation. Certains auteurs ont aussi proposé des mécanismes de regroupement d'oxydes dont le mouvement est facilité par l'accumulation de dislocations (Chapitre 1, paragraphe 1.2.2.2).

Dans notre étude, il semblerait que les mouvements de dislocations, de joints de grains ou de sous joints issus de la recristallisation modifient la nanostructure du matériau. En effet, les petites particules semblent se regrouper puis coalescer et former de particules de taille plus importante qui se localisent alors aux joints de grains ou sur les murs de dislocations (phénomène observé à l'interface). Lorsque les zones recristallisées sont de tailles plus importantes (zones localisées dans la gaine), des mouvements de particules sur plusieurs micromètres sont observés (modification observée par la microsonde). Cependant, les limites des techniques de caractérisation utilisées dans cette étude restreignent la compréhension du phénomène. Le prélèvement de lames minces dans différentes zones de la soudure où l'analyse d'éprouvettes ayant subi des cycles thermomécaniques représentatifs des cycles de soudage permettraient de mieux comprendre les mécanismes qui entraînent une modification de la répartition de l'yttrium.

Enfin, les phénomènes de recristallisation dynamique dans l'alliage PM2000 KKL6 pourraient être étudiés en profondeur afin de mieux comprendre et de modéliser les mécanismes à l'origine des modifications de la dispersion d'oxydes. La contribution de la recristallisation dynamique continue, de la recristallisation dynamique discontinue et des phénomènes de restauration dynamique [116] reste à étudier.

C'est pourquoi, afin d'identifier un critère lié à la température et à la déformation qui pourrait indiquer si un risque de modification des renforts existe, des tests spécifiques

pourraient être mis en place comme des essais sur machine « Gleeble » (machine permettant de reproduire des cycles thermomécaniques). Une autre solution pourrait être de compléter le modèle mécanique de la simulation numérique en caractérisant les propriétés des matériaux aux hautes températures et à grande vitesse de déformation ainsi que les propriétés tribologiques. Le modèle mécanique pourrait alors être indicatif des taux et des vitesses de déformation des différentes zones permettant ainsi d'établir un critère lié au risque de modification de la répartition des renforts.

### **6.3. Ejections de matière et mécanismes**

Rappelons que nous avons vu au Chapitre 5 (paragraphe 5.2) que l'éjection de matière semblait être liée à une inhomogénéité circonférentielle inhérente à l'électrode ou au système de serrage.

#### **6.3.1. Causes possibles d'une inhomogénéité sur l'électrode**

Par simulation numérique, nous avons montré qu'une modification des conditions interfaciales entre les pièces et les électrodes pouvait engendrer une température particulièrement élevée du point chaud proche de l'électrode (chapitre 3).

La modification des conditions interfaciales peut s'expliquer par une usure des électrodes, par la présence d'un défaut sur celles-ci ou bien par un serrage de l'électrode mal assuré ou inhomogène.

L'usure des électrodes entraînerait une modification générale des conditions interfaciales et on observe d'ailleurs que la résistance électrique initiale ( $R_{init}$ ) diminue lorsqu'on utilise des électrodes neuves. Or nous n'avons pas observé de diminution du nombre d'occurrence des éjections de matière au voisinage des électrodes lors de l'utilisation d'électrodes neuves (plan PM2000-2 comparé au plan PM2000-1). Cependant, la différence dans la profondeur du chanfrein des électrodes utilisées lors de ces deux plans (Figure 4.12) entraîne aussi une diminution de la longueur de gaine dépassant effectivement de l'électrode, configuration favorisant l'apparition d'une éjection de matière. L'usure générale des électrodes quoi que évidemment fondamentale dans les caractéristiques de l'interface pièces-électrode, ne semble pas pouvoir expliquer le phénomène.

Un serrage inhomogène ou un défaut sur l'électrode (encoche, défaut d'usinage, usure localisée, impuretés chimiques surfacique) semble donc pouvoir expliquer l'augmentation de température des points chauds proche de l'électrode. Cette théorie est étayée par le fait que pour une série d'essais réalisés avec un même jeu d'électrodes, les éjections de matière sont très majoritairement observée dans une même zone au regard de la position des électrodes.

Enfin, il serait nécessaire de s'assurer que la géométrie de la tête de soudage ne crée pas une zone préférentielle au passage du courant qui pourrait entraîner une inhomogénéité de la densité de courant le long de la circonférence. Des mesures de potentiel le long de la circonférence de l'électrode peuvent alors être mise en place afin d'évaluer les disparités de potentiel électrique et ensuite d'évaluer les disparités thermiques par simulation numérique. Cette méthodologie se rapproche alors de celle utilisée par Kerstens et Richardson en 2008 [110] (Chapitre 3, paragraphe 3.1.3).

#### **6.3.2. Explication des effets des paramètres opératoires**

Les éjections de matière situées dans le bouchon apparaissent principalement lorsque l'énergie électrique est élevée. Par simulation numérique, on observe aussi que la

température du point chaud est plus élevée lorsque l'énergie électrique dissipée ( $E_{fin}$ ) est grande.

L'effet de  $E_{fin}$  n'a pas été observé pour les éjections de matière localisées au voisinage de l'électrode enserrant la gaine. Elles ont été observées aussi bien pour des énergies électriques dissipées faibles qu'élevées. Cependant, nous avons vu qu'une dissymétrie thermique existait entre la gaine et le bouchon. La chaleur générée dans la gaine s'ajoute à la chaleur générée par la constriction du courant au niveau de l'électrode et le phénomène d'éjection de matière dans la gaine est donc observé pour de plus faibles énergies électriques dissipées que pour les éjections observées dans le bouchon. Ce phénomène est schématisé sur la Figure 6.6

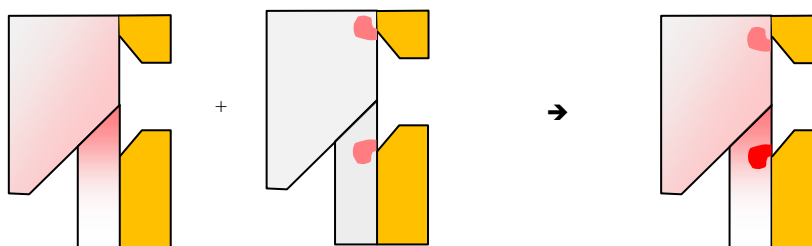


Figure 6.6 : Schéma d'addition des sources de chaleur menant à l'éjection de matière dans la gaine

Ce phénomène permet aussi d'expliquer qu'un nombre plus faible d'éjections de matière est observé pour  $L_g = 0,8$  mm. En effet, nous avons vu au chapitre 4 que lorsque  $L_g$  est au niveau bas, l'affaissement était retardé. De plus, la température dans la partie de gaine dépassant de l'électrode au moment de l'affaissement est plus élevée que pour  $L_g = 0,8$  mm. La chaleur générée proche de l'électrode s'ajoute alors avec la chaleur générée dans la gaine de manière plus importante lorsque  $L_g$  est au niveau bas ce qui engendre un échauffement plus important qui se traduit par un nombre plus élevé d'éjections de matière. Nous avons observé la même tendance sur l'effet de  $F_s$ .

$F_s$  et  $L_g$  sont les deux paramètres qui ont le plus d'effet sur la température de la gaine lors de l'affaissement (Chapitre 4, paragraphe 4.3.3.4). Ces deux paramètres sont aussi les deux seuls pour lesquels nous avons observé un effet sur les éjections de matière au voisinage de l'électrode enserrant la gaine. Il semble donc probable que, sans en être la cause principale, une température élevée dans la gaine au moment de l'affaissement, favorise l'apparition d'une éjection de matière au voisinage de l'électrode.

Cependant, même si pour  $L_g = 0,8$  mm, les éjections de matière sont moins nombreuses, des zones fondues sont observées proche des électrodes (Chapitre 5, paragraphe 5.3) ce qui montre bien que le point particulièrement chaud est toujours présent dans cette configuration mais que l'éjection de matière est majoritairement évitée. Ceci peut être lié au fait que la matière fondue est mieux confinée du fait d'un plus grand volume de matière solide qui l'entoure.

### 6.3.3. Voie d'optimisation

Dans un premier temps, nous avons essayé de réaliser une optimisation au sein de la plage de paramètres opératoires testés lors des plans d'expériences.

Dans le chapitre 5, nous avons vu que  $F_s$  et  $L_g$  au niveau haut semblait être une configuration favorable pour éviter la présence d'une éjection de matière sur PM2000. Nous n'avons pas observé d'influence de  $I_s$  ou de  $t_s$ . Afin de limiter le risque d'éjection de matière côté gaine, vers l'intérieur du contact,  $I_s$  est fixé au niveau haut.  $t_s$  est fixé au niveau bas afin de limiter  $E_{fin}$  et donc de limiter l'éjection de matière dans le bouchon. Le

jeu d'électrodes ne possédant pas de chanfrein (jeu d'électrodes utilisé lors du plan PM2000-2) est utilisé puisque cela permet de chasser les éventuelles zones fondues et zones recristallisées vers le bourrelet externe (Chapitre 5, paragraphe 5.7.2). Cet essai réalisé lors du plan PM2000-2 ( $F_s ; I_s ; t_s ; L_g$ ) = (2600 N ; 18 kA ; 10 ms ; 0,8 mm) n'avait montré ni zone fondue, ni défaut de compacité mais avait montré une modification de la répartition des renforts à l'échelle de la microsonde localisée proche du bourrelet extérieur.

Sur cinq essais réalisés avec ces paramètres, une éjection de matière au voisinage de l'électrode enserrant la gaine a été observée (cavité débouchante). Ce taux de défaut n'est évidemment pas acceptable.

Dans le plan d'expériences et avec le système d'électrodes utilisé, il semble donc particulièrement complexe de déterminer un point optimisé pour le PM2000 (ne présentant ni défaut de compacité ni modification de la répartition d'yttrium observée à l'échelle de la microsonde). Il est donc nécessaire d'évoquer des optimisations hors de la zone étudiée dans le plan d'expérience. Ces possibilités sont discutées au paragraphe 6.4. Cependant, il est très important de noter que la présence d'éjections de matière, phénomène très localisé, peuvent et semblent être principalement dus à une inhomogénéité sur le système d'électrodes ou sur le système de serrage. L'utilisation d'électrode ou d'un système de serrage optimisé pourrait alors permettre d'éviter ces phénomènes et alors d'achever une soudure sans défaut de compacité ni modification de la répartition d'yttrium au sein même de la plage considérée dans les plans d'expérience. Des voies d'optimisation du système d'électrodes sont proposées au paragraphe 6.4.3.

Enfin, nous avons observé que le Kanthal APM semblait moins sensible aux phénomènes d'éjections de matière que le PM2000. Il peut donc être intéressant de mieux comprendre cette différence afin peut être de réaliser des préconisations sur la gamme de fabrication des alliages ODS afin d'améliorer leur soudabilité par ce procédé.

## **6.4. Voie d'optimisation hors des plans d'expériences**

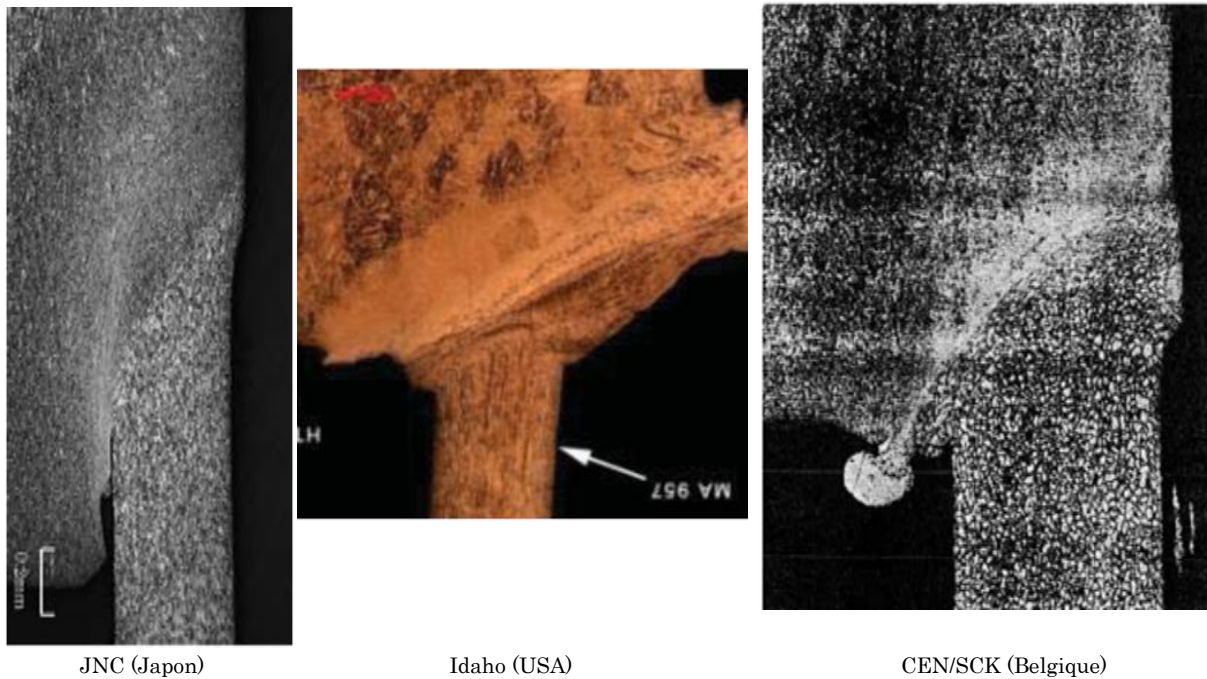
Nous avons vu que du fait de la présence d'éjections de matière proches des électrodes, nous n'avons pas pu déterminer un point dans la plage de paramètres étudiés lors des plans d'expériences. Nous avons au mieux trouvé des points préférentiels satisfaisant un certain nombre de critères.

Il est donc nécessaire d'évoquer des pistes pour l'optimisation hors de la plage de paramètres opératoires testés lors des plans d'expériences.

### **6.4.1. Optimisation des paramètres opératoires, comparaison à l'existant**

Dans un premier temps, il est nécessaire de réfléchir à une optimisation des paramètres opératoires en dehors de la plage testée lors des plans d'expériences (Tableau 2.3). Pour cela nous comparons nos résultats avec ceux obtenus dans d'autres études.

Nous rappelons sur la Figure 6.7 les macrographies de soudures sur alliages ODS présentées par trois équipes différentes [55, 56, 75-78] (Chapitre 1, paragraphe 1.5.3).



*Figure 6.7 : Macrographie de soudure sur alliage ODS réalisé par trois équipes différentes [56, 78, 80]*

Les paramètres opératoires  $I_s$  et  $t_s$  utilisés par l'équipe japonaise de JNC, pour le soudage d'alliage 9Cr-ODS ( $I_s = 16$  kA,  $t_s = 16$  ms), sont proches de ceux utilisés dans notre étude alors même que la section de leur gaine est deux fois plus faible. La force appliquée est elle bien plus importante (7000 N, environ un facteur 3). Cependant, la géométrie de la gaine et du bouchon ainsi que la longueur de gaine dépassant de l'électrode ne sont pas renseignées dans ces articles. On observe pour la macrographie communiquée une pénétration de la gaine dans le bouchon bien plus marquée que celle que nous observons. De plus, il est possible qu'un cycle de courant de pré-soudage ait été utilisé. Une augmentation de la force de soudage associée à une énergie électrique plus importante peut donc aussi être une voie intéressante. Nous avons pour notre part été limité en force par les limites de pression accessibles sur notre installation.

Comparée aux essais réalisés par l'équipe Belge du CEN/SCK, la plage opératoire utilisée est légèrement différente ( $F_s$ ;  $I_s$ ;  $t_s$ ;  $L_g$ ) = (900 N; 12 à 15 kA; 20 ms; 0,4 à 1 mm) mais là encore la section de la gaine est plus faible (6,75 mm<sup>2</sup> contre 16,5 mm<sup>2</sup>) et les teneurs en chrome des matériaux soudés sont différentes (alliage ODS à 13 % de chrome). Malgré tout, les déformations observées sur les macrographies sont proches et cela provient principalement du fait que les géométries utilisées dans les deux études sont semblables en termes de  $L_g$ , d'angle du chanfrein sur le bouchon et la gaine mais aussi de géométrie de l'électrode (électrode chanfreinée). Cette comparaison permet de montrer encore une fois la prédominance des facteurs géométriques dans les phénomènes thermiques et mécaniques observés en cours de soudage.

Comparé aux essais réalisés par l'équipe américaine du centre d'Idaho, la plage opératoire présente des temps de soudage plus long (33 ms), une force de soudage plus importante (environ 4500 N) ainsi qu'une longueur de gaine dépassant de l'électrode plus importante (1,27 mm). La section de la gaine est là encore plus faible (9,5 mm<sup>2</sup> contre 16,5 mm<sup>2</sup>) et les matériaux différents (alliage ODS à 14 % de chrome). Du fait de la longueur de gaine dépassant de l'électrode plus importante, on retrouve une déformation de la gaine plus importante notamment vers le bourrelet externe. Le bouchon semble

aussi plus affecté par la déformation ce qui peut provenir du temps de soudage plus long comme nous l'avons montré au chapitre 4.

Nous avons vu que lorsque l'affaissement augmentait, il était possible de chasser vers les bourrelets internes et externes les éventuelles zones fondues. Nous avons aussi évoqué la possibilité qu'un affaissement suffisamment important pourrait refermer les éventuelles éjections de matière. L'augmentation de l'affaissement peut être réalisé par une augmentation de l'énergie électrique qui cependant devra être compensée par une force plus importante afin d'éviter toute ouverture du contact électrique (formation d'un arc électrique). Cependant, de telles déformations pourraient conduire à une modification de la répartition des renforts du fait de la recristallisation dynamique qui a lieu. Un temps de soudage plus long (supérieur à 15 ms) peut aussi être utilisé ce qui peut cependant limiter la reproductibilité des soudures d'après l'étude du CEN/SCK.

Il est cependant difficile de comparer notre étude aux autres études du fait de la différence dans les géométries et les matériaux étudiés. De plus, ces études se sont principalement intéressées aux propriétés mécaniques des soudures alors que nous nous sommes principalement intéressé aux propriétés métallurgiques et la comparaison ne peut alors se faire que sur les déformées.

#### 6.4.2. Optimisation de la géométrie du chanfrein

Une solution pour limiter la température des points les plus chauds peut consister en une diminution importante de  $E_{fin}$ . Cependant, nous avons vu que lorsque  $E_{fin}$  était trop faible, nous n'avons pas pu achever le soudage sur l'ensemble du joint soudé. Le manque de soudage observé sur l'extérieur de la gaine est dû à l'ouverture du contact du fait du glissement de la gaine le long du chanfrein du bouchon ou du fait de températures plus faibles atteintes dans cette zone.

Afin de limiter le glissement de la gaine mais aussi limiter la différence de température le long du contact, l'angle du chanfrein entre pièces a été diminué à une valeur de  $20^\circ$ . Nous avons essayé d'aller plus loin dans l'optimisation du soudage sur l'extérieur du joint en réalisant une géométrie de chanfrein (appelée géométrie double chanfrein) qui augmente l'effet joule sur l'extérieur du joint en réduisant la surface de contact initial à l'aide d'un usinage particulier. Les différentes géométries testées sont illustrées sur la Figure 6.8.

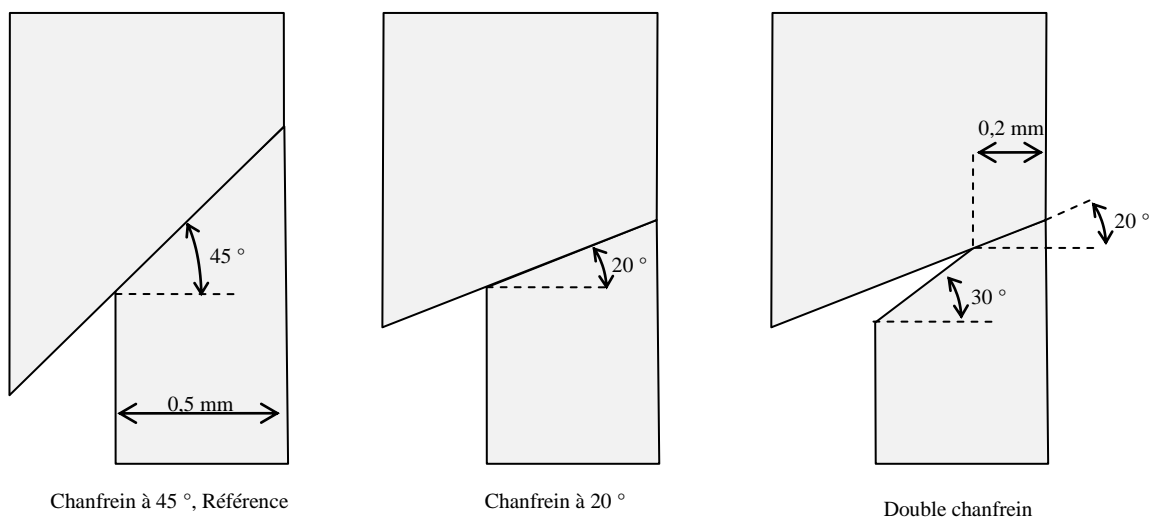


Figure 6.8 : Dimensions de différentes géométries de contact étudiées dans le but d'éviter le manque de soudage sur l'extérieur du joint

La Figure 6.9 présente pour deux jeux de paramètres opératoires, les macrographies obtenues avec un angle de 20 ° et avec un angle de 45 °.

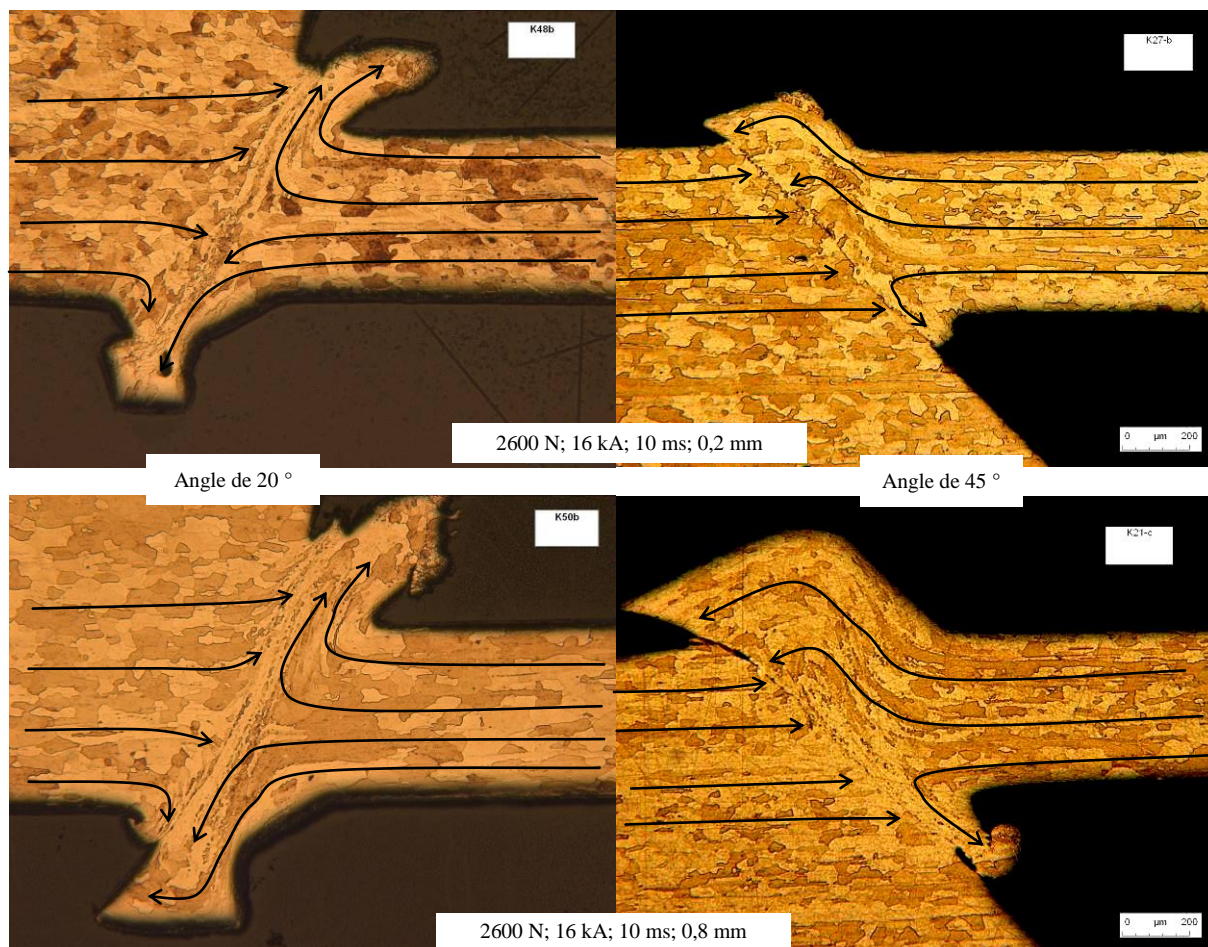


Figure 6.9 : Comparaison de macrographies réalisées sur Kanthal APM pour deux jeux de paramètres opératoires et pour deux angles de chanfrein différents

On observe pour l'angle de 45 ° une tendance plus importante à un glissement généralisé de la gaine vers l'extérieur. Pour un angle de 20 °, la répartition entre la déformation vers l'intérieur et vers l'extérieur est plus équilibrée. La matière semble aussi plus chassée vers les bourrelets dans le cas de l'angle de 20 °. Enfin, les soudures obtenues semblent aussi avoir des interfaces plus continues et le bouchon est déformé.

L'angle de 20 ° diminue donc bien le glissement de la gaine et semble aussi produire une température plus importante sur l'extérieur puisque le bouchon est déformé dans le cas de l'angle de 20 ° et non dans le cas de l'angle de 45 °. De plus, on observe sur l'extérieur du joint un manque de soudage pour l'angle de 45 ° qui n'est pas observé pour l'angle de 20 °.

L'angle de 20 ° semble donc favorable pour éviter le manque de soudage à l'extérieur du joint, phénomène qui était limitant pour diminuer  $E_{fin}$  dans le cas de l'angle à 45 °. La configuration avec un angle de 20 ° semble donc permettre de réaliser des soudures de bonne compacité avec une énergie plus faible.

Enfin il est à noter que, pour un  $L_g$  donné, l'angle de 20 ° augmente le  $L_g$  effectif de 320 μm par rapport à l'angle de 45 ° comme l'illustre la Figure 2.9. Cet écart peut aussi engendrer une partie des différences observées entre les deux configurations.



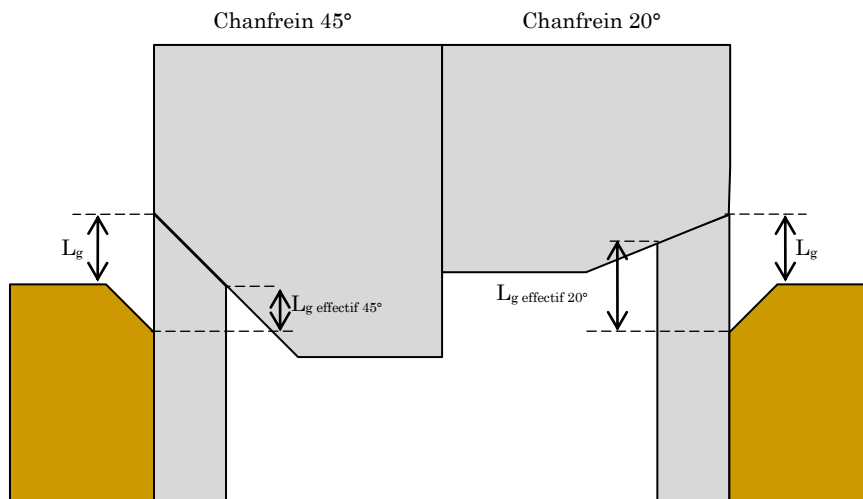


Figure 6.10 : Différence de  $L_g$  effectif pour deux valeurs d'angle de chanfrein

L'étude de la géométrie double chanfrein a fait l'objet d'un stage de fin d'étude d'école d'ingénieur (T LEPILLET - 2011). Les résultats ont montré que l'augmentation de constriction initiale permet effectivement de réaliser un chauffage accru sur l'extérieur du joint et de limiter les défauts de compacité. Cette tendance est en partie illustrée par la Figure 6.11 présentant des soudures réalisées avec ces différentes géométries mais aussi avec différents paramètres opératoires.

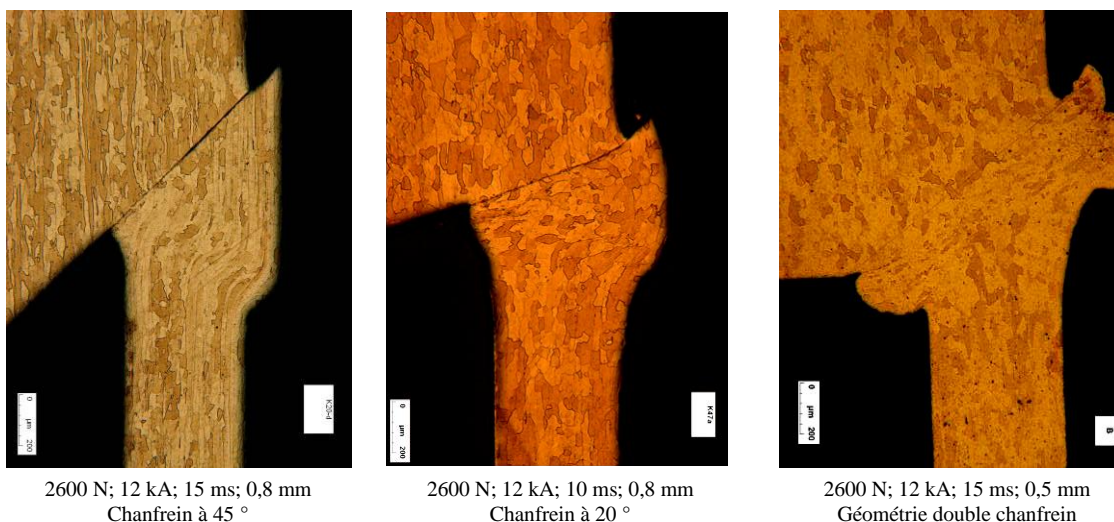


Figure 6.11 : Comparaison de macrographies réalisées après soudage sur Kanthal APM et pour les différentes géométries de contact (45 ° ; 20 ° ; double chanfrein)

Pour la géométrie double chanfrein, on observe que la gaine pénètre plus loin dans le bouchon et que l'interface n'est plus visible. La continuité de l'interface est comparable à celle observée pour l'angle à 20 ° sur Figure 6.9. Pour certains essais avec cette géométrie, il a été observé une perte d'alignement entre la gaine et le bouchon, phénomène qui n'a pas été observé sur les autres géométries. Cette géométrie peut cependant être intéressante mais nécessite de plus amples développements et notamment une optimisation de la longueur du contact initial afin d'éviter la perte d'alignement tout en conservant la bonne homogénéité de la soudure finale.

Ces différentes études ont été réalisées sur Kanthal APM (20Cr-non ODS). Il sera donc nécessaire de vérifier leurs transpositions aux cas des alliages ODS afin de contrôler les éventuelles modifications de la répartition des renforts.

Initialement, l'angle du chanfrein à 45 ° avait été choisi suite au retour d'expériences du CEN/SCK (voir chapitre 1). Cette géométrie peut cependant être optimisée et notamment avec la réduction de l'angle du chanfrein jusqu'à un angle de 20 ° comme nous l'avons montré dans cette étude. Le facteur géométrique étant le facteur pilotant le procédé (chapitre 4), l'optimisation de la géométrie du chanfrein est une voie d'optimisation prometteuse.

### 6.4.3. Optimisation du système d'électrode

Une optimisation de la géométrie des électrodes peut aussi être réalisée. Le CEN/SCK avait rapporté que la réalisation d'un chanfrein sur l'électrode permettait d'améliorer la qualité de la soudure, sans pour autant préciser son effet [75]. Nous avons trouvé qu'il valait mieux éviter la présence du chanfrein et ce dans le but de chasser les éventuelles ZF vers le bourrelet extérieur. Enfin, il est à noter que l'optimisation de la géométrie de l'électrode peut aussi être réalisée comme dans le cas du soudage USW (Upset Shape Welding) afin de conserver une taille de bourrelet externe acceptable sans nécessiter un usinage ultérieur [67] (Chapitre 1, paragraphe 1.4.2).

La température atteinte par le point chaud proche de l'électrode est, d'après la simulation numérique, fortement dépendante des conditions interfaciales entre la pièce et l'électrode. L'électrode peut donc aussi être optimisée dans le but de réduire la température du point chaud proche de l'électrode et d'éviter ainsi les zones fondues ou les éjections de matière.

Nous avons souhaité modifier l'état de l'interface entre les pièces et les électrodes. A cette fin, nous avons réalisé sur la face interne des électrodes un dépôt par PVD d'une couche de 100 nm de molybdène (conductivité électrique à 20 °C =  $18,7 \times 10^6 \text{ S.m}^{-1}$  ; conductivité thermique à 20 °C =  $138 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ).

La mesure de résistance entre les mors pour un des essais de caractérisation réalisés sur Kanthal APM est comparée sur la Figure 6.8 avec le même essai réalisé avec une électrode sans dépôt.

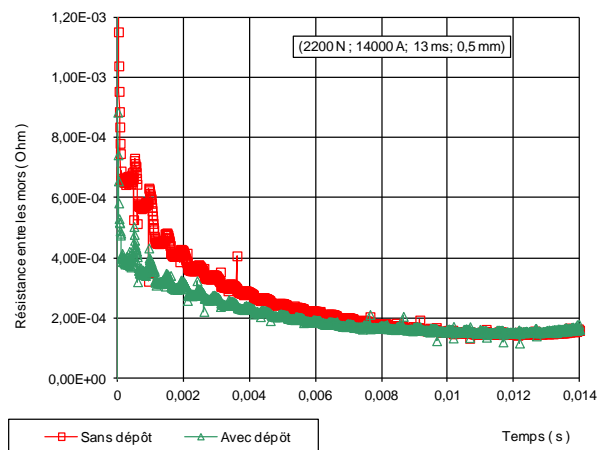


Figure 6.12 : Comparaison de la résistance électrique entre les mors en fonction du temps pour deux jeux d'électrodes différents (avec ou sans dépôt de Mo)

On observe une diminution de la résistance électrique mesurée traduisant bien une diminution de la RCE p-e initiale (diminution de 40 % environ) suite au dépôt réalisé. Au fur et à mesure du temps, la différence entre les deux configurations diminue probablement du fait du chauffage de l'interface qui lisse les différences.

La diminution de la RCE p-e traduit une modification de l'état de l'interface. Cependant, cela ne signifie pas pour autant que la RCT p-e (montrée comme influente sur le point chaud proche de l'électrode) a diminué. De plus, au cours des quelques essais réalisés avec ce système d'électrodes, nous avons observé visuellement une dégradation rapide du dépôt qui pourrait donc perdre ses propriétés. Cependant, le matériau de dépôt, son épaisseur, ainsi que la méthode de dépôt pourrait être grandement optimisés. De plus, cette étude devra être menée sur un plus grand nombre d'essais et transposer aux alliages ODS pour connaître l'effet de ce dépôt sur les éjections de matière ainsi que sur les modifications de la répartition des renforts.

Au lieu de limiter le point chaud proche de l'électrode, une autre solution consiste à éloigner plus encore l'électrode de la zone soudée. Cependant, nous avons vu que plus  $L_g$  était grand et plus la gaine se déformait et glissait du fait des températures importantes atteintes par la partie de gaine dépassant de l'électrode. Une solution pourrait consister en un découplage des fonctionnalités électriques (amenée du courant) et thermiques (refroidissement des pièces) des électrodes. L'amenée du courant pourrait se faire plus loin de la soudure tandis qu'un second système permettrait de refroidir la partie de gaine dépassant de l'électrode afin de conserver des  $L_g$  proches de ceux étudiés lors du plan d'expérience (entre 0,2 mm et 0,8 mm). Le schéma d'un tel système est proposé ci-dessous.

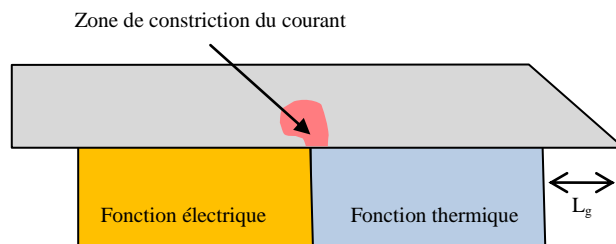


Figure 6.13 : Schéma de principe d'un système d'électrodes permettant de séparer la fonctionnalité thermique et la fonctionnalité électrique

L'avantage d'un tel système serait que le point chaud formé proche de l'électrode se trouverait a priori mieux refroidi. Cependant, ce système hypothétique nécessite un développement important notamment en ce qui concerne l'isolement électrique de la partie assurant la fonction thermique. La simulation numérique pourrait cependant aider dans le dimensionnement d'un tel système.

#### 6.4.4. Optimisation du cycle de courant

Les zones fondues ainsi que les éjections de matière sont deux phénomènes localisés dans la circonférence. Afin de tenter d'améliorer l'homogénéité circonférentielle mais aussi la reproductibilité des soudures, nous avons réalisé des soudures sur Kanthal APM avec différents cycles de courant afin d'avoir une étape de pré-soudage. Deux cycles de pré-soudage ont été testés :

- Impulsion de courant (5 kA pendant 5 ms) précédant le cycle de soudage (délai de 0,1 à 1 seconde) ;
- Cycle de préchauffage (3,8 kA pendant 100 ms) suivi immédiatement du cycle de soudage.

Pour chaque cycle, deux essais ont été réalisés. Les mesures du déplacement et de la résistance entre les mors (moyenne sur les deux essais) pour ces deux configurations et en l'absence de cycle de préchauffage (référence) sont montrées sur la Figure 6.14.

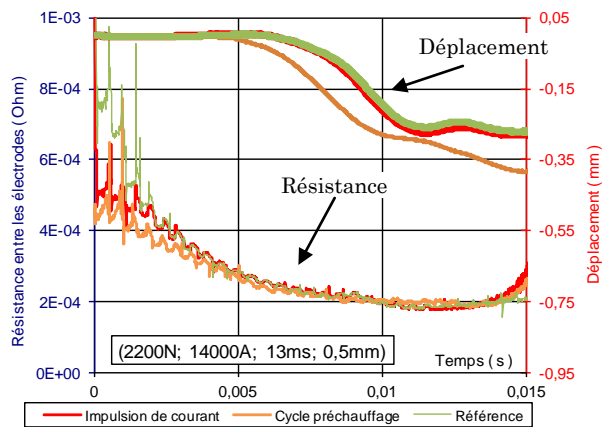


Figure 6.14 : Comparaison de la résistance électrique et du déplacement en fonction du temps pour différents cycles de courant de pré soudage

Au niveau des mesures en cours de soudage, nous avons montré qu’une impulsion de courant permettait de réduire la résistance électrique initiale entre les mors mais ne modifiait pas le déplacement mesuré au cours du temps. En revanche, un cycle de préchauffage permettait de réduire la résistance électrique initiale et de modifier le déplacement mesuré en fonction du temps.

En plus de la diminution de la résistance initiale, nous avons observé qu’un cycle de pré soudage semble permettre une meilleure reproductibilité de la mesure de résistance au cours du temps ce qui peut traduire une meilleure reproductibilité du procédé. Cependant, il sera nécessaire de vérifier ce phénomène sur un plus grand nombre d’essais et sur un plus grand nombre d’observables.

Pour chacune des configurations (impulsion de courant, cycle de préchauffage et référence) un des deux essais a laissé apparaître une éjection de matière localisée proche de l’électrode enserrant la gaine et ce au même point de la circonférence par rapport à l’électrode (phénomène observé aussi lors du plan PM2000-2, voir Chapitre 5, paragraphe 5.2.3). Ceci montre que le cycle de préchauffage n’améliore pas la situation d’un point de vue de cette observable.

Les analyses macrographiques de ces soudures n’ont pas montré l’effet de l’impulsion de courant. En revanche, la soudure obtenue avec le cycle de préchauffage montre un caractère particulier comme présenté sur la Figure 6.15

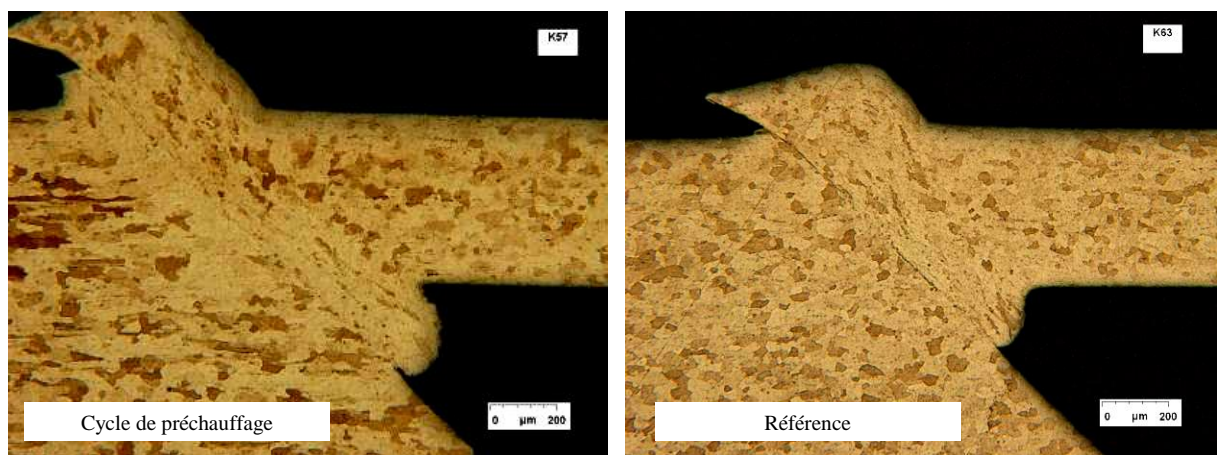


Figure 6.15 : Comparaison des macrographies des soudures avec et sans cycle de préchauffage pour  $(F_s; I_s; t_s; L_g) = (2200\text{ N}; 14\text{ kA}; 15\text{ ms}; 0,8\text{ mm})$

On observe que pour la soudure réalisée avec un cycle de préchauffage, l'interface est plus continue et on observe une déformation plus importante du bouchon (possible corrélation avec l'observation d'un second affaissement). Cette solution peut donc aussi être utilisée pour améliorer la continuité de l'interface soudée ainsi que le forgeage côté bouchon.

En conclusion, le cycle de pré-soudage semble permettre d'améliorer la reproductibilité mais pas l'homogénéité circonférentielle. Un cycle de pré-chauffage permet d'améliorer l'état de l'interface soudée et le forgeage du bouchon pour une énergie électrique dissipée au cours du cycle de soudage identique. Cependant, l'énergie totale dissipée est évidemment plus importante puisque 500 J sont dissipés au cours du cycle de pré-soudage puis 450 J lors du cycle de soudage. Ces résultats restent à vérifier sur un alliage ODS.

#### **6.4.5. Conclusion**

Une première voie d'optimisation pourrait consister en une augmentation de l'affaissement en augmentant par exemple l'énergie électrique de soudage ce qui permettrait de chasser les éventuelles ZF et zones de recristallisation vers les bourrelets externes comme nous l'avons montré aux chapitres 4 et 5.

Nous avons aussi vu qu'il était possible de diminuer la limite basse en énergie tout en évitant le manque de soudage à l'interface en optimisant la surface de contact et notamment par l'utilisation d'un chanfrein à 20 °. De plus, cette configuration modifie le mécanisme de déformation de la gaine. La matière semble chassée de façon plus équilibrée entre le bourrelet interne et externe ce qui, comme nous l'avons vu, permet de chasser les éventuelles zones fondues vers les bourrelets externes. L'utilisation d'un angle à 20 ° est donc préconisée.

L'optimisation du système d'électrodes et du système de serrage peut aussi être une voie d'optimisation intéressante au regard des problématiques liées à l'existence d'éjection de matière. Cependant, la mise en place de telles solutions nécessite un développement technologique important. Nous n'avons pas pu le mettre en place sur un nombre d'essais suffisamment important et surtout le tester sur l'alliage ODS.

L'optimisation du cycle du courant avec la réalisation d'un cycle de préchauffage est une voie intéressante pour l'amélioration de la continuité de l'interface soudée ainsi que pour la reproductibilité. Là encore, cette voie d'optimisation nécessite de plus amples caractérisations et notamment un nombre plus important d'essais afin de confirmer l'amélioration de la reproductibilité.

### **6.5. Application à l'alliage 9Cr-ODS.**

Les alliages 20Cr ont permis de mener une première étude de la soudabilité des alliages ODS par le procédé de soudage par résistance pour une géométrie représentative d'un gainage combustible d'un réacteur à neutron rapide de 4<sup>eme</sup> génération.

Or, les alliages à 20Cr-ODS ne font pas partie des candidats potentiels pour la fabrication des gainages combustibles en alliage ODS. Actuellement deux familles sont candidates : la famille des alliages 14Cr et la famille des alliages 9Cr. Cependant, ces deux familles de matériaux n'étant plus fabriquées au niveau industriel, nous n'avons pas pu mener une campagne de caractérisation aussi importante que sur l'alliage commercial PM2000.

Nous avons cependant pu mettre en place un nombre ciblé d'essais sur des éprouvettes représentatives d'un gainage combustible en alliage 9Cr-ODS. La gamme de fabrication de ce matériau ainsi que les dimensions géométriques de ces éprouvettes

peuvent être trouvées dans l'Annexe 1. 16 essais ont été réalisés selon la méthode d'un plan d'expérience complet. La plage de paramètres opératoires étudiée est reportée dans le Tableau 2.3.

Paramètres opératoires	$F_s$ (N)		$I_s$ (kA)		$t_s$ (ms)		$L_g$ (mm)	
	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1
Valeurs	Ces données sont confidentielles							

Tableau 6.1 : Plage de paramètres opératoires étudiée pour l'alliage 9Cr-ODS

En corrélation avec l'étude sur les voies d'optimisation, les éprouvettes sur 9Cr-ODS ont été réalisées avec un angle de chanfrein de 20 °.

Les macrographies typiques des soudures, la caractérisation de la répartition en éléments de renfort (yttrium et titane) ainsi que les éjections de matière rencontrées au cours de ce plan d'expérience sont reportées dans la suite. Un point de fonctionnement préférentiel est ensuite établi avant de discuter de la comparaison des caractéristiques métallurgiques des soudures entre l'alliage 9Cr-ODS et l'alliage 20Cr-ODS.

### 6.5.1. Macrographies des soudures

Sur la Figure 6.16, on illustre les macrographies typiques obtenues sur l'alliage 9Cr-ODS.

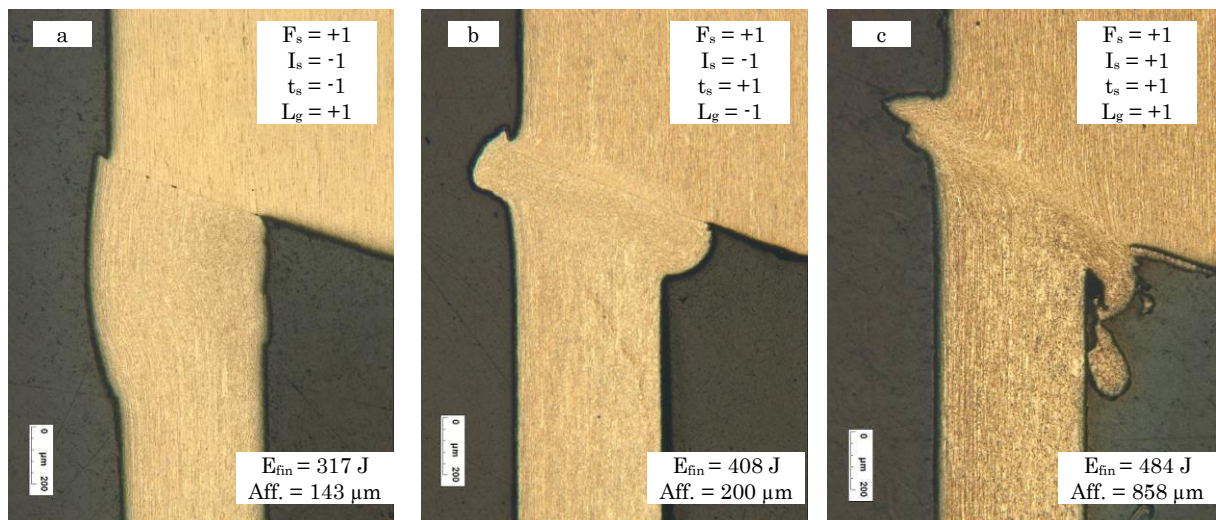


Figure 6.16 : Macrographies typiques obtenues après attaque métallographique sur soudures en 9Cr-ODS

Dans un premier temps, on observe que la taille de grains de l'alliage 9Cr-ODS est beaucoup plus faible (grains micrométriques) que celle du PM2000 KKL6 (grains millimétriques). Cette différence cruciale rend difficile la comparaison des microstructures après soudage de ces deux matériaux.

Sur la macrographie (a), on retrouve la présence d'un manque de soudage sur l'ensemble du joint soudé avec la présence de porosités à l'interface. Ce manque de soudage a été observé lorsque l'énergie électrique était faible et contrairement au PM2000, celui-ci est toujours observé sur l'ensemble du joint soudé et non sur la partie extérieure du joint uniquement. L'alliage 9Cr-ODS ainsi que l'utilisation d'un angle de chanfrein à 20 ° est donc bénéfique pour l'homogénéité le long du joint soudé puisque lorsque la soudure n'est pas réalisée, celle-ci n'est pas réalisée sur l'ensemble du joint et inversement.

Sur la macrographie (b), on n’observe pas la présence de porosités mais l’interface entre les deux pièces est toujours visible après soudage contrairement au cas de la macrographie présentée en (c) où elle est très atténuée. Cette trace peut, comme dans le cas du PM2000, être liée à la présence de très petits grains à l’interface. Des analyses par EBSD pourront être mises en place afin d’identifier la microstructure.

A l’échelle de la microscopie optique, nous n’avons pas identifié la présence de zones recristallisées dynamiquement en dehors de l’interface, sur aucune des soudures réalisées. Cependant, cela peut provenir du fait que la taille de grains étant initialement micrométrique, nous n’avons pas pu distinguer une zone recristallisée d’une zone dont les grains ont simplement été déformés. Par ailleurs, aucune microstructure témoignant du passage en zone fondue n’a été observée, même dans les bourrelets internes et externes.

Enfin, on observe que les déformées rappellent fortement les déformées obtenues sur l’alliage Kanthal APM pour un angle de 20 ° (Figure 6.9) avec un bon équilibre entre la matière chassée vers le bourrelet interne et le bourrelet externe. La comparaison des déformées obtenues sur Kanthal APM et sur 9Cr-ODS pour différents jeux de paramètres opératoires sont présentés en Annexe 10 et montrent que même si les mécanismes de déformations sont proches, les déformations sont plus importantes sur Kanthal APM que sur 9Cr-ODS malgré un courant inférieur de 1 kA pour le Kanthal APM.

On retiendra cependant que contrairement au PM2000, nous avons montré que, notamment pour des énergies élevées, il était possible de faire disparaître la trace de l’interface observée entre les deux pièces après soudage sur les macrographies après attaque. Cependant, nous ne pouvons connaître actuellement l’effet de cette différence sur les propriétés mécaniques finales de la soudure.

### 6.5.2. Modification de la répartition des renforts

Comme sur PM2000, nous avons observé des modifications de la répartition des renforts sur alliage 9Cr-ODS à l’échelle de la microsonde pour certaines soudures. La Figure 6.17 illustre une soudure typique présentant une modification de la répartition des renforts.

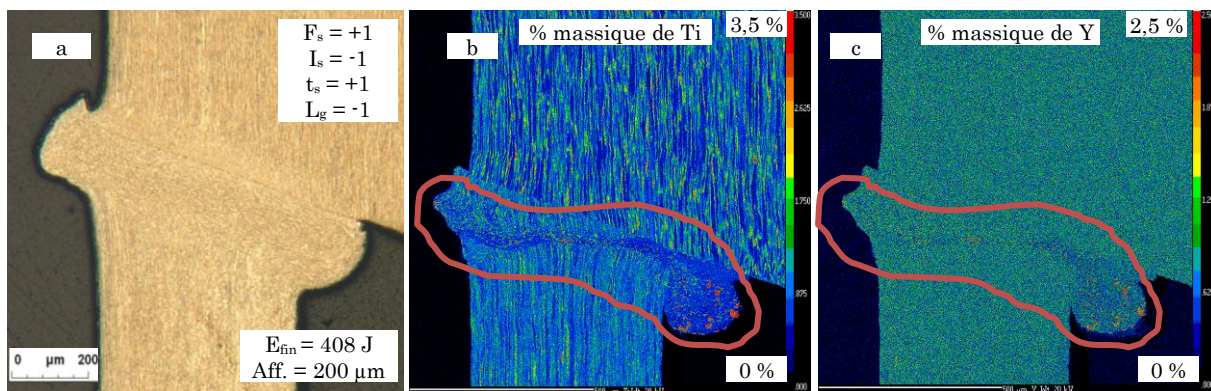


Figure 6.17 : Macrographie après attaque (a), répartitions du titane (b) et de l’yttrium (c) obtenues par microsonde de Castaing pour une soudure présentant une modification de la répartition des renforts (entouré en rouge)

On observe que la zone de modification de la répartition des renforts (entouré en rouge) s’étend depuis le contact entre la pièce et l’électrode jusqu’au bourrelet interne tout comme nous l’avons observé sur PM2000. Cependant, et contrairement au PM2000, la taille des grains ne semble pas modifiée dans les zones où une modification de la

répartition des renforts est visible et seule leur forme semble modifiée du fait de la déformation. Là encore, des caractérisations par EBSD devraient permettre de préciser la microstructure de ces zones.

La majorité des zones modifiées observées sont localisées comme illustré par la Figure 6.17. Cependant, certaines modifications ont été observées uniquement proches du contact avec l'électrode. Sur l'alliage 9Cr-ODS et pour un angle de 20°, on retrouve donc des modifications de la répartition des renforts dans les zones de macrostriction de courant comme représenté sur la Figure 6.1.

### 6.5.3. Ejection de matière

Des éjections de matière ont aussi été observées sur 9Cr-ODS (7 essais sur 16). Là encore, celles-ci sont localisées au niveau des macrorestrictions de courant comme l'illustre la Figure 6.18.

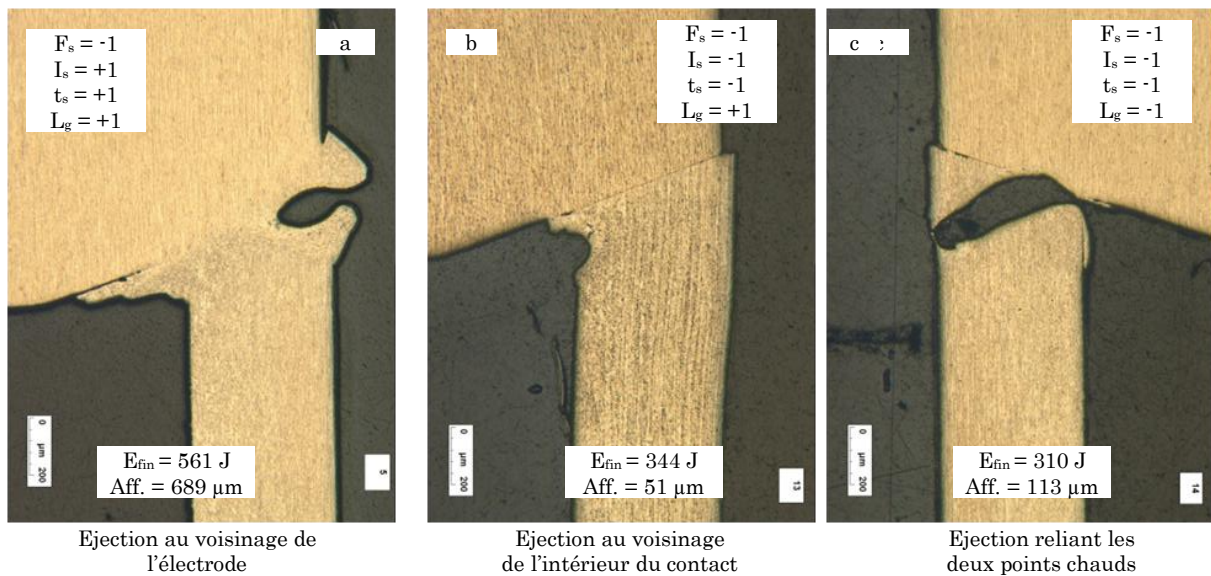


Figure 6.18 : Macrographies après attaque de soudures réalisées sur 9Cr-ODS présentant des éjections de matière typiques

Comme sur PM2000, on retrouve des éjections de matière localisées au niveau des points chauds créés par la constriction de courant. L'éjection de matière peut dans certains cas (comme le cas (c)) faire le lien entre ces deux points chauds.

Tout comme sur PM2000, lorsqu'une éjection de matière est observée, seule une des deux faces observées (face en opposée) est affectée. Montrant encore une fois l'inhomogénéité circonférentielle de cet observable.

### 6.5.4. Paramètres opératoires et point préférentiel

L'affaissement final mesuré en fonction de l'énergie finale pour l'ensemble des essais réalisés sur 9Cr-ODS est représenté sur la Figure 6.19. Les caractéristiques de ces soudures en termes de modifications de la répartition d'yttrium ou d'éjections de matière sont reportées sur ce graphique.



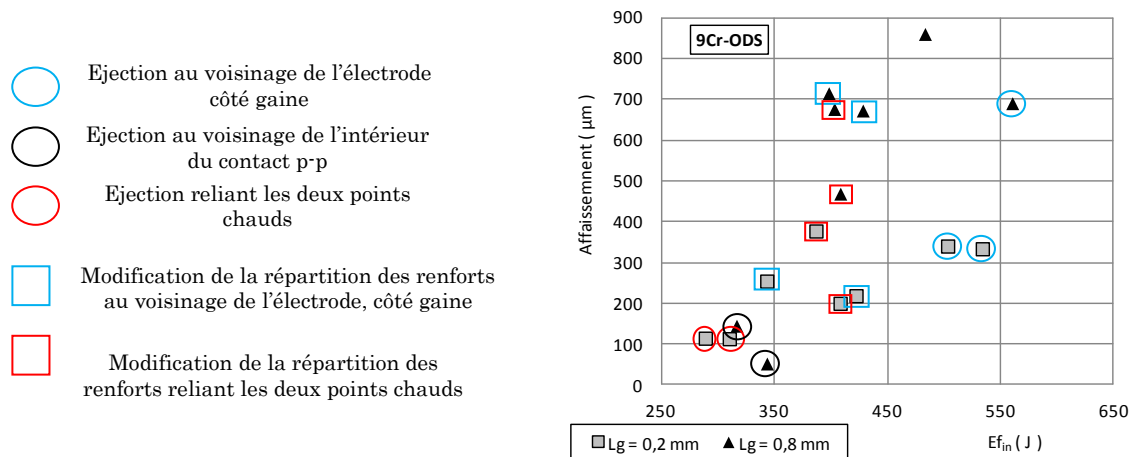


Figure 6.19 : Affaissement en fonction de l'énergie finale pour les essais réalisés sur 9Cr-ODS avec mise en évidence des caractéristiques des soudures

Sur 9Cr-ODS, les éjections de matière situées au voisinage de l'électrode sont observées pour les énergies électriques les plus élevées. Lorsque l'énergie est basse et que  $L_g$  est au niveau haut, on observe une éjection de matière à l'intérieur du fait d'une constriction de courant importante et d'un affaissement trop faible pour fermer l'éjection de matière. Enfin pour une énergie faible et un  $L_g$  au niveau bas, l'éjection traverse la gaine et relie les deux points chauds.

Une soudure présente une absence d'éjection de matière et une absence de modification d'yttrium sur les deux faces observées. Cette soudure présente l'affaissement le plus important et a été réalisée pour les paramètres opératoires  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (+1 ; +1 ; +1 ; +1)$ . Les caractérisations de cette soudure sont présentées sur la Figure 6.20

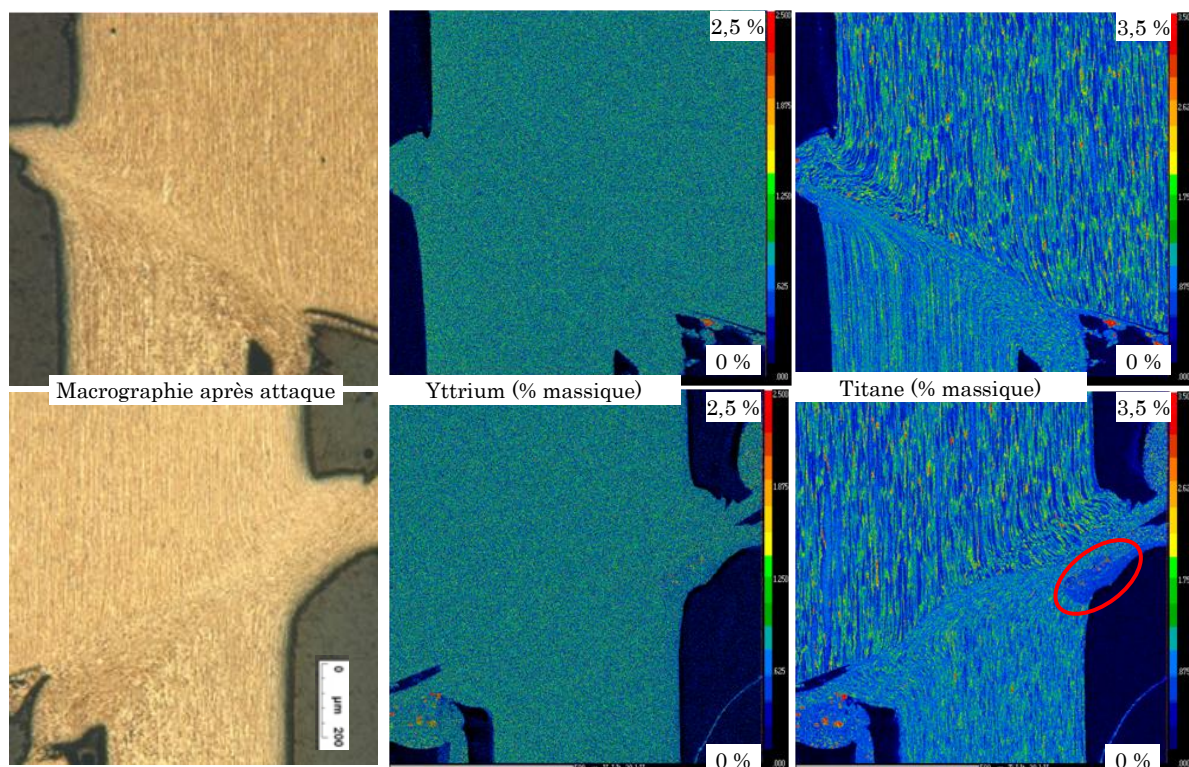


Figure 6.20 : Point préférentiel obtenu sur l'alliage 9Cr-ODS pour  $(F_s ; I_s ; t_s ; L_g) = (+1 ; +1 ; +1 ; +1)$

Malgré le fait que cette soudure ait été réalisée avec un  $L_g$  au niveau haut, on observe peu de matière dans la partie de gaine dépassant de l'électrode signifiant que celle-ci a dû être éjectée durant le procédé. Par ailleurs, une zone présentant une modification de la dispersion des renforts est située au voisinage de l'électrode (entouré en rouge) mais se trouve principalement dans le bourrelet externe. L'interface entre pièces est continue.

On notera que les trois autres soudures réalisées à une énergie élevée ( $I_s = +1$  et  $t_s = +1$ ) ont toutes présentés une éjection de matière au voisinage de l'électrode et un affaissement plus faible. Cela permet d'étayer l'une des voies d'optimisation proposées à savoir une augmentation importante de l'affaissement visant à fermer les éventuelles éjections de matière et visant à chasser les ZF vers les bourrelets internes et externes.

## **6.5.5. Discussion autour de l'effet du matériau et de l'effet des renforts**

### **6.5.5.1. L'effet des propriétés matériaux**

Les propriétés électrothermiques de l'alliage 9Cr-ODS n'ont pas été caractérisées comme celle du PM2000. Cependant, de façon générale, la conductivité électrique et la conductivité thermique diminuent avec l'augmentation de la teneur en chrome. Celles-ci sont estimées être 2 à 3 fois supérieures pour les alliages 9Cr par rapport aux alliages 20Cr utilisés dans cette étude. La masse volumique et la capacité calorifique entre ces deux alliages ne diffèrent que peu (différence estimée inférieure à 10 %, propriétés de l'alliage 9Cr estimées à partir du code RCC-MR2007). En conséquence, pour une même densité de courant (principalement dépendante de la géométrie des pièces traversées et de l'intensité de soudage), la quantité de chaleur générée par effet Joule sera moins importante et la chaleur sera plus rapidement diffusée depuis les points chauds (liés à la constriction du courant) pour l'alliage 9Cr. Cette différence peut expliquer en partie la meilleure homogénéité de la soudure réalisée sur l'alliage 9Cr-ODS ainsi que l'absence d'observation de zones fondues.

Les propriétés mécaniques des différents alliages n'ont pas été suffisamment caractérisées dans la littérature, notamment pour les hautes températures et les grandes vitesses de déformation. Il est donc particulièrement complexe de discuter de l'effet des propriétés mécaniques sur le procédé de soudage. Cependant, hormis les caractéristiques métallurgiques et la sensibilité aux éjections de matière, nous n'avons pas vu de différence entre le Kanthal APM et le PM2000. Cela laisse penser que l'effet de la modification des propriétés mécaniques suite à l'ajout des renforts a peu d'influence sur les observables macroscopiques analysés dans ce document à savoir les mesures en cours de soudage témoins des phénomènes électriques, thermiques et mécaniques ainsi que les déformées des pièces témoins des mécanismes de déformation. Toutefois, l'ajout des renforts n'est pas la seule différence entre ces deux matériaux (teneur en titane et taille de grains différente notamment).

### **6.5.5.2. L'effet de la composition chimique**

Hormis la modification des propriétés matériaux du fait de la modification de la composition, il est intéressant de noter que les oxydes d'yttrium dans le PM2000 étaient associés à l'aluminium. Or, l'alliage 9Cr-ODS ne contient pas d'aluminium ce qui signifie que les renforts nanométriques n'ont pas les mêmes compositions et structures initiales. De plus, lorsqu'une modification de la répartition des renforts apparaît, on observe que les zones enrichies en yttrium pour le 9Cr-ODS sont aussi enrichies en titane. Cette correspondance n'était pas systématique sur PM2000 ce qui peut signifier que les renforts n'ont pas les mêmes compositions et structures finales et le mécanisme de modification de la dispersion des renforts en cours de soudage peut être différent.

Malgré ces différences de structure et de composition, il semblerait que les mécanismes de modification de la répartition des renforts aient des similitudes puisque les modifications apparaissent dans les deux cas dans les zones de hautes températures et de fortes déformations. Là encore, la reproduction de cycles thermomécaniques représentatifs du soudage sur des éprouvettes spécifiques permettrait de comparer les deux alliages pour des cycles thermomécaniques identiques. L'analyse au MET de ces éprouvettes pourrait permettre de mieux comprendre les différences liées à la nature des oxydes.

Enfin, il est très important de noter que du fait de la teneur en titane de l'alliage 9Cr-ODS utilisé (0,3 % en masse), celui-ci ne présente pas de transformation de phase. Le passage en phase martensitique peut entraîner une perte de cohérence des renforts avec la matrice (Chapitre 1, paragraphe 1.2.2.2) ce qui peut par la suite faciliter leur modification (regroupement, croissance). Il faudra donc être particulièrement attentif à ce phénomène dans le cas de soudage de gainage combustible en alliages 9Cr-ODS avec une teneur en titane plus basse.

### **6.5.5.3. Recristallisation, taille de grains et effet des renforts**

Au cours de l'étude, nous avons réalisé des soudures sur trois différents matériaux possédant trois tailles de grains très différentes. Pour l'alliage PM2000, possédant la taille de grain la plus grande (millimétrique), nous avons observé la formation systématique de petits grains (micrométrique) à l'interface soudée. La présence de ces petits grains à l'interface soudée est une structure proche de celle observée sur ce même matériau en soudage par diffusion (Chapitre 1, paragraphe 1.3.2.5). A l'inverse, sur Kanthal APM (taille de grains de 50  $\mu\text{m}$ ), nous avons obtenu des soudures pour lesquelles l'interface n'était plus visible. Il se peut que cette différence soit liée à la présence de renforts qui bloquent la croissance des grains dans le PM2000 expliquant le fait que les grains recristallisent mais qu'aucune croissance ne soit observée. La différence de taille de grain initiale pourrait aussi influencer l'activation des systèmes de glissement. Là encore, une étude plus complète de la recristallisation dynamique des ces alliages est nécessaire pour mieux comprendre le phénomène.

L'alliage 9Cr-ODS possède la taille de grains la plus faible (micrométrique). La structure initialement très fine ne nous a pas permis de distinguer les grains initiaux potentiellement déformés et les grains éventuellement recristallisés. Il est donc nécessaire de mieux caractériser ce matériau, notamment par EBSD et MET afin d'évaluer la présence de recristallisation mais surtout afin d'observer quelle est la structure au niveau de l'interface puisque la présence de renforts peut là encore bloquer la croissance des grains.

### **6.5.6. Synthèse sur le soudage de l'alliage 9Cr-ODS**

Malgré les différences de propriétés matériaux entre l'alliage 9Cr-ODS et le PM2000 (20Cr-ODS), nous avons obtenu des soudures de bonne compacité pour une plage de paramètres opératoires incluse dans celle déterminée sur PM2000. On retrouve alors la faible variation des plages de soudabilité opératoires pour le soudage d'alliages ferritiques allant de 9% Cr à 22 % Cr et déjà constaté par l'équipe belge du CEN/SCK [75, 76]. Cependant, le passage d'un angle de chanfrein de 45 ° pour le 20Cr-ODS à un angle de 20 ° pour le 9Cr-ODS a pu déplacer la plage de soudabilité. Cette optimisation de l'angle du chanfrein est aussi un facteur important dans l'obtention de soudures de bonne compacité et cette voie d'optimisation est validée.

Comme sur PM2000, on observe que le procédé est piloté principalement par les facteurs géométriques puisque, pour le soudage sur 9Cr-ODS, on retrouve les points

chauds liés aux constriction du courant au niveau de l'interface vers l'intérieur ainsi que au niveau du contact avec l'électrode. Ces deux macro-constrictions ont comme pour le PM2000 conduit à des éjections de matière mais aussi à des zones de modification de la répartition des renforts. Cependant et contrairement au PM2000, celles-ci n'ont pas pu être corrélées à des zones de recristallisation dynamique du fait de la taille de grains initialement micrométrique du 9Cr-ODS ce qui rend difficile l'observation des soudures par microscopie optique.

Des paramètres opératoires préférentiels de soudage ont été identifiés sur 9Cr-ODS. Comme pour le PM2000, il sera nécessaire de tester la reproductibilité des caractéristiques métallurgiques des soudures obtenue pour ce jeu de paramètres opératoires.

Comme pour l'alliage 20Cr-ODS, il sera nécessaire d'approfondir les caractérisations métallurgiques aux échelles microscopique et nanométrique.

## 6.6. Conclusions

Au cours du soudage par résistance des gainages combustibles en alliage ODS, nous avons observé des modifications de la réparation des renforts à l'échelle d'analyse de la microsonde signifiant que « des déplacements » d'oxyde sur plusieurs microns ont eu lieu et ce sur 20Cr-ODS ainsi que sur 9Cr-ODS a priori. Ces modifications semblent liées à une association entre des phénomènes thermiques et mécaniques pouvant entraîner un phénomène métallurgique de recristallisation dynamique. Le déplacement des renforts serait alors aidé par le mouvement des dislocations, des joints de grains ou des sous joints.

Afin de mieux comprendre les phénomènes thermiques et mécaniques et métallurgiques incriminés ainsi qu'afin de pouvoir comparer différentes nuances d'alliages ODS, il peut être nécessaire de mettre en place des essais reproduisant de façon contrôlés les cycles thermomécaniques typiques du soudage par résistance à l'aide d'un simulateur thermomécanique de type « Gleeble » par exemple. Ces éprouvettes d'essais pourront être caractérisées par MET en s'affranchissant de la difficulté de prélèvement des lames minces dans des zones spécifiques de la soudure. Cela permettrait de mieux comprendre les phénomènes de modification de la répartition et notamment de mieux caractériser les structures finales des renforts.

Du fait de la présence d'éjections de matière liées à une inhomogénéité inhérente au système d'électrode ou au système de serrage, nous n'avons pas pu établir un point de fonctionnement optimisé (pour lequel aucune modification de la répartition des renforts à l'échelle de la microsonde, ni aucun défaut de compacité n'est observé) pour l'alliage PM2000 dans la plage des paramètres opératoires testée lors des plans d'expériences.

Des voies d'optimisation ont été alors proposées. Du fait que le procédé de soudage est principalement gouverné par la géométrie des pièces, l'optimisation de l'angle du chanfrein est l'une des voies les plus intéressantes et permet notamment de diminuer l'énergie électrique minimale nécessaire à la réalisation de soudures sans manque de soudage sur l'extérieur du joint.

Cette voie d'optimisation a été appliquée sur un alliage 9Cr-ODS et un premier point préférentiel a été établi. Cependant il est nécessaire de tester la reproductibilité et la robustesse du procédé autour de ce point de fonctionnement.

# Conclusion générale

Les alliages renforcés par dispersion d'oxydes (alliages ODS) sont des alliages candidats pour la réalisation des gainages combustibles des réacteurs à neutrons rapides à caloporteur sodium (RNR-Na). Ces alliages possèdent de bonnes propriétés mécaniques en fluage et à haute température du fait d'oxydes nanométriques dispersés de manière homogène dans la matrice. Or, cette dispersion d'oxydes peut être modifiée lors d'une étape de soudage et notamment lors de soudage par fusion.

Le soudage par résistance en bout est un procédé déjà employé industriellement dans la fabrication des gainages combustibles des réacteurs à eau pressurisée (alliage Zircaloy). Ce procédé est un procédé en phase solide et semble donc tout à fait adapté à la réalisation du soudage des gainages combustibles en alliage ODS. Des équipes belges, américaines et japonaises ont d'ores et déjà montré la capacité de ce procédé à réaliser des assemblages de gainage combustible ODS ferritique de différents teneurs en chrome. Ces soudures proposent des tenues mécaniques à hautes températures et des durées de vie satisfaisantes. Cependant, seul un lien direct entre les paramètres opératoires du procédé et les caractéristiques mécaniques de l'assemblage a été réalisé. Cette thèse propose de mieux comprendre ce lien en détaillant dans un premier temps la corrélation entre les paramètres opératoires du procédé et les phénomènes thermiques et mécaniques observés en cours de soudage. Dans un second temps, le lien entre ces phénomènes et les caractéristiques métallurgiques de la soudure a été réalisé.

L'influence des paramètres opératoires sur le soudage est étudiée à l'aide d'une double approche expérimentale et numérique. Les résultats sont ainsi issus d'une modélisation électrothermique-thermomécanique du procédé, développée spécifiquement pour cette application. En parallèle, des essais expérimentaux sont réalisés sur une installation expérimentale instrumentée.

Cette étude est principalement réalisée sur le PM2000 KKL6, alliage 20Cr-ODS commercial mais qui ne fait pas partie des nuances candidates pour la réalisation des gainages combustibles. Cette approche se justifie par la faible quantité d'alliages 9Cr-ODS (une des nuances candidates) disponible. En parallèle, des essais ont été réalisés sur un alliage 20Cr-non ODS (Kanthal APM) afin de mettre en évidence un éventuel effet du renforcement sur le soudage et la soudure.

Les résultats montrent que l'étape de soudage peut se découper en trois phases :

- **Echauffement de l'interface à souder** : Il est dû à la résistance de contact électrique (RCE) initiale. Au fur et à mesure du chauffage de l'interface, la RCE diminue entraînant à son tour une diminution de la génération de chaleur à l'interface. Le procédé passe alors après seulement quelques millisecondes d'un régime de chauffage aux interfaces à un régime de chauffage dans les volumes. Cette phase est principalement pilotée par l'intensité du courant traversant les pièces.
- **Chauffage dans les volumes** : Cette phase est pilotée par les changements de sections macroscopiques entre la gaine étroite et le bouchon massif. On observe alors un déséquilibre thermique avec un chauffage plus important dans la gaine (et plus particulièrement dans la partie de gaine dépassant de l'électrode) que dans le bouchon. On observe alors la formation de deux points particulièrement chauds, l'un localisé vers l'intérieur du contact entre pièces, l'autre, au niveau de la jonction entre la gaine et l'électrode. Lorsque la gaine

atteint une température suffisamment importante (au regard de la force appliquée) celle-ci s'écrase provoquant un affaissement général des pièces. C'est le début de la troisième et dernière phase. Cette phase de chauffage des volumes est principalement pilotée par la longueur de gaine dépassant de l'électrode ( $L_g$ ) qui permet d'influencer la taille et la position de la zone de plus haute température. L'intensité du courant a une influence uniquement sur la vitesse de chauffage et donc sur le temps pour lequel l'affaissement débute. La force permet d'influencer la température à partir de laquelle l'affaissement débute.

- Affaissement des pièces : Sous l'effet de la force et du chauffage dans la partie de gaine dépassant de l'électrode, cette dernière se déforme alors fortement. Plus spécifiquement, on observe qu'une partie de la gaine commence à se déformer pendant que la partie située sur l'extérieur glisse le long du chanfrein du bouchon. La gaine prend alors appui sur l'électrode enserrant la gaine. Cette étape est alors influencée par l'état thermique de la gaine au moment de l'affaissement et est donc influencée par la longueur de gaine dépassant de l'électrode et par la force. De plus l'énergie électrique dissipée durant la phase d'affaissement et donc le temps de soudage et l'intensité du courant, permettent d'influencer la cinétique de l'affaissement.

Dans une seconde partie, les caractéristiques des soudures sont reliées aux phénomènes observés en cours de soudage. Trois caractéristiques fondamentales de la soudure ont été évaluées : la compacité, la microstructure et la dispersion des oxydes.

L'étude de la compacité de la soudure permet de définir si la soudure a bien été réalisée sur l'ensemble du joint. Au niveau de l'interface entre pièces, un manque de soudage a été constaté sur l'extérieur des pièces pour les plus faibles énergies électriques dissipées. Ce phénomène peut être mis en relation avec la différence de température observée entre l'intérieur et l'extérieur de l'interface du fait de la constriction de courant formant un point plus chaud sur l'intérieur du contact que sur l'extérieur. Ce manque de soudage peut aussi être mis en relation avec le glissement de la gaine le long du chanfrein du bouchon qui tend à ouvrir le contact sur l'extérieur. Ce manque de soudage peut être évité en augmentant l'énergie électrique dissipée (en chauffant plus) ou en utilisant une longueur de gaine dépassant de l'électrode faible (et ainsi limite le glissement de la gaine). Nous avons aussi vu qu'une optimisation de la géométrie du chanfrein permet de limiter ce phénomène.

L'étude de la compacité de la soudure permet aussi de s'assurer que le procédé n'engendre pas de cavité dans la soudure. Pour certaines soudures, des cavités débouchantes qualifiées d'éjection de matière ont été observées en certains points de la circonférence. Ces défauts se forment principalement au voisinage des électrodes et semblent impliquer une inhomogénéité liée au système de serrage ou aux électrodes. L'optimisation du système d'électrode et l'utilisation d'une force plus importante ont été proposées comme voie d'optimisation mais reste à mettre en œuvre. Une meilleure compréhension de ce phénomène est toute fois nécessaire et notamment en ce qui concerne les différences de comportement entre les différents matériaux étudiés (Kanthal APM et PM2000).

L'étude de la microstructure des soudures a laissé apparaître deux types d'altération de la structure du métal de base. Nous avons observé des structures solidifiées témoins d'un passage à l'état liquide. Ce phénomène est principalement observé pour les énergies électriques élevées. Une voie d'optimisation consisterait à limiter cette énergie. Cette voie d'optimisation entre alors en contradiction avec l'utilisation d'une énergie électrique élevée nécessaire pour éviter le manque de soudage. Nous avons aussi observé la présence d'une modification de la microstructure dans des zones de hautes températures et de fortes déformations. Ces modifications ont été reliées au phénomène de

recristallisation dynamique. La valeur de l'affaissement est alors un paramètre essentiel dans le contrôle de la déformée et donc dans le contrôle du phénomène de recristallisation dynamique. Des voies d'optimisation ont alors été proposées visant à limiter l'affaissement ou visant à chasser les zones modifiées vers les bourrelets internes et externes de la soudure.

Enfin, l'étude de la dispersion des renforts a montré que lorsque la microstructure était modifiée (zone solidifiée ou zone recristallisée dynamiquement), des modifications de la dispersion des oxydes sont observées. Ce phénomène associant la recristallisation dynamique et la modification de la dispersion d'oxydes lors du soudage par résistance des gainages combustibles en alliage ODS n'avait jamais été montré dans littérature et est un élément de compréhension majeur de ces travaux. Ces modifications ont alors été reliées à des phénomènes d'interaction entre les oxydes nanométriques et le comportement des dislocations. Une meilleure compréhension de ce phénomène est toute fois nécessaire et notamment en ce qui concerne les phénomènes de recristallisation de ces alliages ODS. Des critères thermiques et mécaniques pourront alors être définis permettant d'évaluer le risque de modification de la dispersion d'oxyde en cours de soudage.

L'ensemble de cette étude d'influence a aussi été transposée sur un nombre réduit d'essais de soudage réalisés sur 9Cr-ODS. Un jeu de paramètres opératoires préférentiel a été défini mais doit cependant être validé sur un nombre plus important d'essais.

Les mécanismes microstructuraux impliqués dans ces modifications doivent maintenant être identifiés avec précision. Une approche plus conventionnelle et théorique sur des éprouvettes modèles et un simulateur thermomécanique pourra être mise en place. L'objectif final encore à atteindre sera l'expression d'un critère thermomécanique permettant de maîtriser la structure de la soudure. L'étude d'influence réalisée ici sur les phénomènes thermomécaniques en cours de soudage permettra, après implémentation du critère, d'optimiser pleinement les soudures.

Les conséquences sur les propriétés mécaniques des modifications de la dispersion des renforts restent à quantifier.

# Annexes



# Annexe 1 : Matériaux de l'étude

## 20Cr-non ODS : Kanthal APM

Dans le cadre de l'étude, l'alliage est utilisé comme alliage de composition chimique proche de celle du PM2000 mais non renforcé par dispersion d'oxydes. Il permet de compenser la faible quantité d'alliage PM2000 disponible et permet, par comparaison, d'évaluer l'influence du renforcement du matériau sur le soudage et la soudure.

L'alliage Kanthal APM est un alliage non-ODS fabriqué par Kanthal (groupe Sandvick, division Sandvik Materials Technology). C'est un alliage généralement destiné aux éléments résistifs chauffants pour les fours à haute température. Il est fabriqué par métallurgie des poudres puis extrudé. Sa méthode de fabrication n'est que peu renseignée par le fabricant [117].

## 9Cr-ODS

Les soudures en 9Cr-ODS sont composées d'un bouchon en alliage de dénomination J23 et d'une gaine en alliage de dénomination J26-M2. Par commodité, les deux matériaux sont regroupés sous le nom de 9Cr-ODS.

### Gaine : alliage J26-M2

L'alliage de dénomination J26-M2 est un alliage ODS fabriqué par le SRMA/LTMEX au CEA Saclay. Les poudres initiales sont fournies par Aubert&Duval puis renforcées (incorporation de l'oxyde d'yttrium) par Plansee. Elles sont ensuite filées à chaud sur aiguille à 1100 °C pour former un tube de diamètre 18,4 mm et de 1,275 mm d'épaisseur. Cette ébauche est ensuite amenée à un diamètre 10,73 mm et une épaisseur de 0,5 mm par 6 étapes de laminage à pas de pèlerin avec un traitement thermique (TT) toute les deux étapes (soit 2 TT) à 1050 °C pendant 1 h. Le tube final subit un TT à 1050 °C pendant 30 minutes avec un refroidissement rapide (70 °C.min<sup>-1</sup>) puis un revenu à 750 °C pendant 1 h. De par sa teneur en élément d'alliage, ce matériau est ferritique. La géométrie de la gaine en alliage 9Cr-ODS est présentée sur la Figure 1.

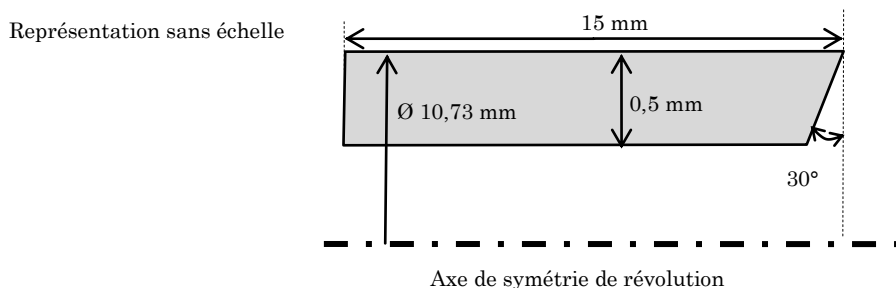
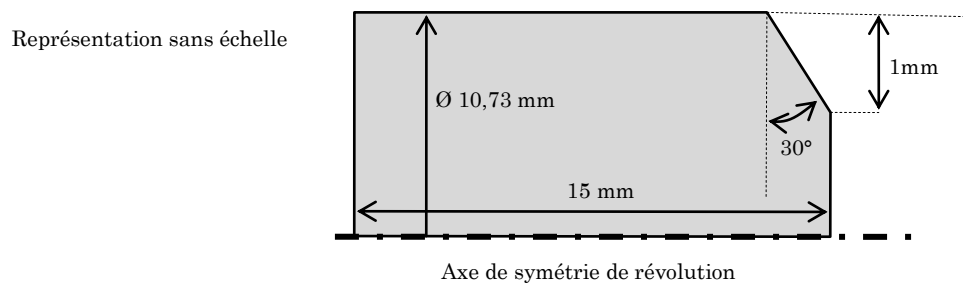


Figure 1 : Géométries utilisées pour la gaine en 9Cr-ODS

### Bouchon : Alliage J23

L'alliage de dénomination J23 est un alliage ODS fabriqué par le SRMA/LTMEX au CEA Saclay. Les poudres renforcées sont identiques à celles utilisées pour la fabrication de l'alliage J26-M2. Elles sont ensuite filées à 1100 °C (préchauffage d'1 heure) entourées d'une gaine en acier doux. Le barreau a un diamètre total de 20,7 mm et le cœur en acier

ODS à un diamètre de 16 mm. La géométrie du bouchon en alliage 9Cr-ODS est présentée sur la Figure 2.



*Figure 2 : Géométries utilisées pour le bouchon en 9Cr-ODS*

# Annexe 2 : Les plan d'expériences [118]

## Vocabulaire

La méthode des plans d'expériences fait appel à un vocabulaire précis :

- Facteurs : On appelle facteurs les paramètres d'entrée dont on souhaite connaître l'influence. Un domaine de variation est défini pour chaque facteur.
- Niveau d'un facteur : Le niveau du facteur est exprimé entre -1 et 1 et représente la valeur du facteur après que son domaine de variation ait été centré et réduit.
- Matrice d'essai : La matrice d'essai représente l'ensemble des essais à réaliser. Elle est composée de combinaisons des différents niveaux des facteurs.
- Réponses : On appelle réponses les grandeurs de sortie dont on souhaite connaître les variations en fonction des facteurs.
- Effets : L'effet d'un facteur sur une réponse représente son influence.
- Interaction : L'interaction entre deux facteurs représente la variation de l'effet d'un facteur du fait de la variation d'un second facteur.
- Modèle : Le modèle est la représentation mathématique qui permet d'approcher la réponse observée par une réponse calculée à l'aide du niveau des facteurs et de leurs effets.
- Résidu : Le résidu d'un plan d'expériences représente la différence entre la réponse calculée et la réponse observée.
- Contribution : La contribution représente la contribution des effets et des résidus à la variance de la réponse. La contribution d'un effet ou des résidus est exprimée en pourcentage.

## Définition des facteurs et choix de la matrice d'essais

La matrice d'essai définit l'ensemble des essais à réaliser. Elle dépend du nombre de facteurs à étudier, du nombre d'essai réalisables et du type d'analyse souhaitée.

Quatre paramètres opératoires ont été identifiés (Tableau 2.2) et sont donc considéré comme quatre facteurs. Pour chaque plan d'expériences, on définit la borne supérieure et la borne inférieure de variation de ce paramètres opératoires. Une fois défini, chaque facteur est centré réduit afin d'être exprimé par la valeur (ou niveau) -1 lorsqu'il prend sa valeur minimale et +1 lorsqu'il prend sa valeur maximale.

Afin de réaliser le calcul d'influence des facteurs mais aussi de leurs interactions, nous avons choisi de réaliser un plan d'expériences factoriel complet. Ce plan consiste à réaliser un essai pour chaque combinaison possible des bornes supérieure et inférieure de chaque facteur. On obtient ainsi  $2^4$  essais. Le Tableau 1 présente la matrice d'essai.

Réf	Fs	ls	ts	Lg
1	-1	-1	-1	-1
2	-1	-1	-1	1
3	-1	-1	1	-1
4	-1	-1	1	1
5	-1	1	-1	-1
6	-1	1	-1	1
7	-1	1	1	-1
8	-1	1	1	1
9	1	-1	-1	-1
10	1	-1	-1	1
11	1	-1	1	-1
12	1	-1	1	1
13	1	1	-1	-1
14	1	1	-1	1
15	1	1	1	-1
16	1	1	1	1

Tableau 1 : Matrice d'essai L16.

## Définition des réponses et calcul d'influence

Le plan d'expériences permet de calculer l'effet des facteurs sur des réponses choisies. Afin de permettre le calcul d'influence, une réponse numérique doit être définie et accessible pour chaque essai comme présenté dans le Tableau 2

Réf	Fs	ls	ts	Lg	Réponse
1	-1	-1	-1	-1	R <sub>1</sub>
2	-1	-1	-1	1	R <sub>2</sub>
i					R <sub>i</sub>
16	1	1	1	1	R <sub>16</sub>

Tableau 2 : Réponses obtenue lors d'un plan d'expériences.

Il est alors possible de définir l'effet de chaque facteur sur la réponse. L'effet d'un facteur représente son influence. L'effet d'un facteur X (E<sub>x</sub>) est calculé par l'équation suivante où  $\bar{R}_{X=1}$  représente la moyenne des réponses pour laquelle X est au niveau 1 :

$$E_X = (\bar{R}_{X=1} - \bar{R}_{X=-1}) / 2 \quad \text{eq. 1}$$

Il est aussi possible de calculer l'interaction d'ordre 2 d'un facteur X avec un facteur Y par l'équation suivante

$$I_{XY} = (\bar{R}_{XY=1} - \bar{R}_{XY=-1}) / 2 \quad \text{eq. 2}$$

Ce qui correspond à la demi-variation de l'effet de X lorsque Y passe du niveau -1 au niveau 1.

$$I_{XY} = (E_{X \text{ sachant } Y=1} - E_{X \text{ sachant } Y=-1}) / 2 \quad \text{eq. 3}$$

On peut alors estimer la réponse théorique du plan d'expérience par

$$R_{th} = \bar{R} + \sum_{N\text{facteurs}} E_{X_n} \times X_n + \sum_{N\text{interactions}} I_{XY} \times X \times Y \quad \text{eq. 4}$$

Le résidu représente alors l'erreur commise dans l'estimation théorique de la réponse.

$$\text{résidu} = R_{th} - R \quad \text{eq. 5}$$

# Annexe 3 : Propriétés du matériau PM2000 utilisées dans le modèle numérique

## Propriétés ET

Les propriétés matériaux utilisées dans le modèle ET sont exposées ci-dessous. Ces propriétés sont celles du PM2000 KKL6.

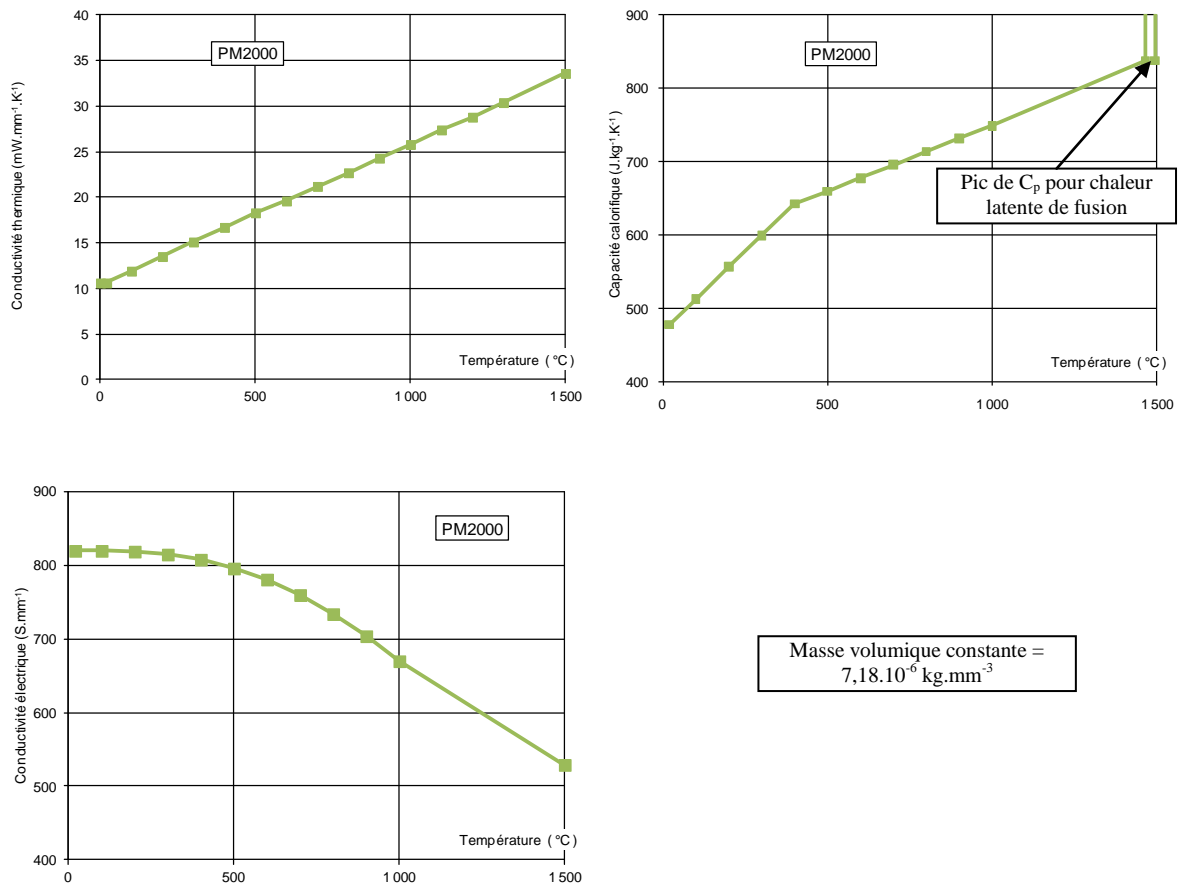


Figure 3 : Propriétés ET du matériau utilisées dans le modèle numérique pour le PM2000

Les valeurs sont issues de la littérature [119, 120] ou de mesures réalisées par nos soins. Les valeurs sont ensuite extrapolées pour les températures supérieures à celles trouvées dans la littérature ou accessibles par nos mesures. Ces limites sont récapitulées dans le Tableau 0.3.

Nom	Notation	Unités	Source principale	Limite mesure	Limite biblio
Conductivité électrique	$\sigma_{\text{élec}}$	$\text{S} \cdot \text{mm}^{-1}$	Mesure	600 °C	1000 °C
Conductivité thermique	$\lambda$	$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	Mesure	1000 °C	1200 °C
Masse volumique	$m_v$	$\text{kg} \cdot \text{mm}^{-3}$	Biblio	/	20 °C
Capacité calorifique massique	$C_p$	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	Mesure	700 °C	1000 °C

Tableau 0.3 : Limites en température des données obtenues par mesure expérimentales et dans la littérature pour les propriétés ET du PM2000

# Propriété TM

Les propriétés matériaux utilisées dans le modèle TM sont exposées ci-dessous.

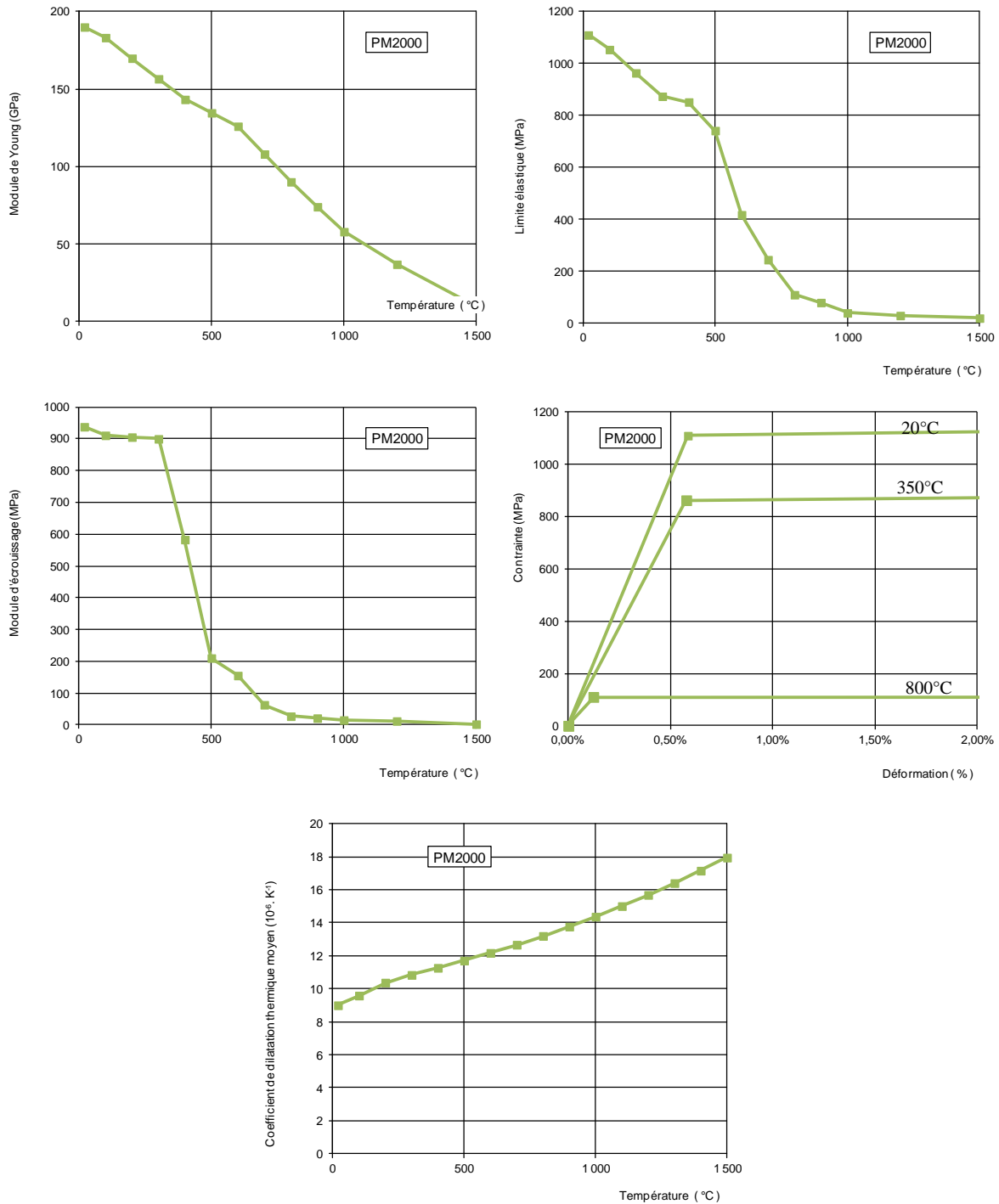


Figure 4 : Propriétés TM du matériau utilisées dans le modèle numérique pour le PM2000

Les valeurs sont issues de la littérature [9, 119, 120]. Les valeurs au-dessus de 1000°C sont extrapolées. Ces valeurs sont issues des données fournies par le fabricant et semblent provenir de caractérisations sur le PM2000 KKL4 (nuance petits grains).

# Annexe 4 : Détermination des RCE

## Résistance de contact électrique entre pièces

Dans un premier temps, la RCE a été mesurée sur une machine spécifique du LIMATB de l'université de Lorient [72]. La RCE p-p a été mesurée en fonction de la pression (jusqu'à 160 MPa) et de la température (jusqu'à 550 °C). Des exemples de mesure en fonction de la pression et en fonction de la température sont présentés sur la Figure 5.

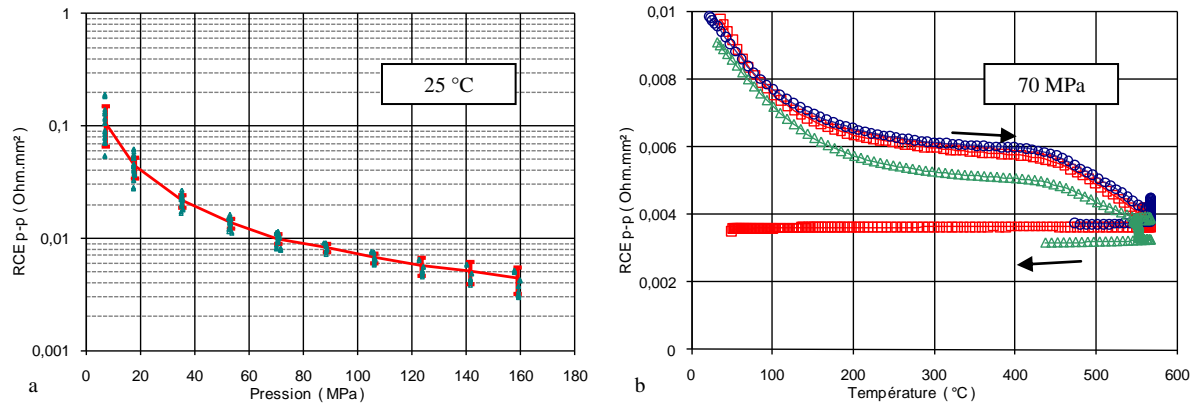


Figure 5 : Evolution de la RCE entre deux cylindres en PM2000 : a. en fonction de la pression à 25 °C ; b. en fonction de la température à 70 MPa (3 mesures)

La valeur de la RCE diminue avec la pression et la température. On observe un palier entre 250 °C et 450 °C suivi d'une nouvelle chute vers 450 °C. Par ailleurs, on observe que le retour à la température ambiante se fait à une valeur de RCE constante puisque les aspérités se sont écrasées plastiquement et que la surface de contact microscopique n'évolue plus.

Introduites dans le modèle numérique, ces mesures ont engendré des valeurs de potentiel proche du contact (entre A et B comme indiqué sur la Figure 6 a.) deux fois supérieures à celles mesurées expérimentalement (voir Figure 7). Les valeurs de mesures ont donc été réajustées tout en gardant la forme de l'évolution avec la température.

Des essais ont été réalisés avec des fils de mesure de potentiel sertis en deux points (A et B) sur les pièces à souder. La résistance électrique entre ces points calculée à l'aide des mesures a été comparée à une mesure réalisée dans les mêmes conditions mais sur une pièce monobloc de même géométrie (équivalent à un essai double épaisseur en soudage par point). Un exemple de mesure est montré sur la Figure 6.



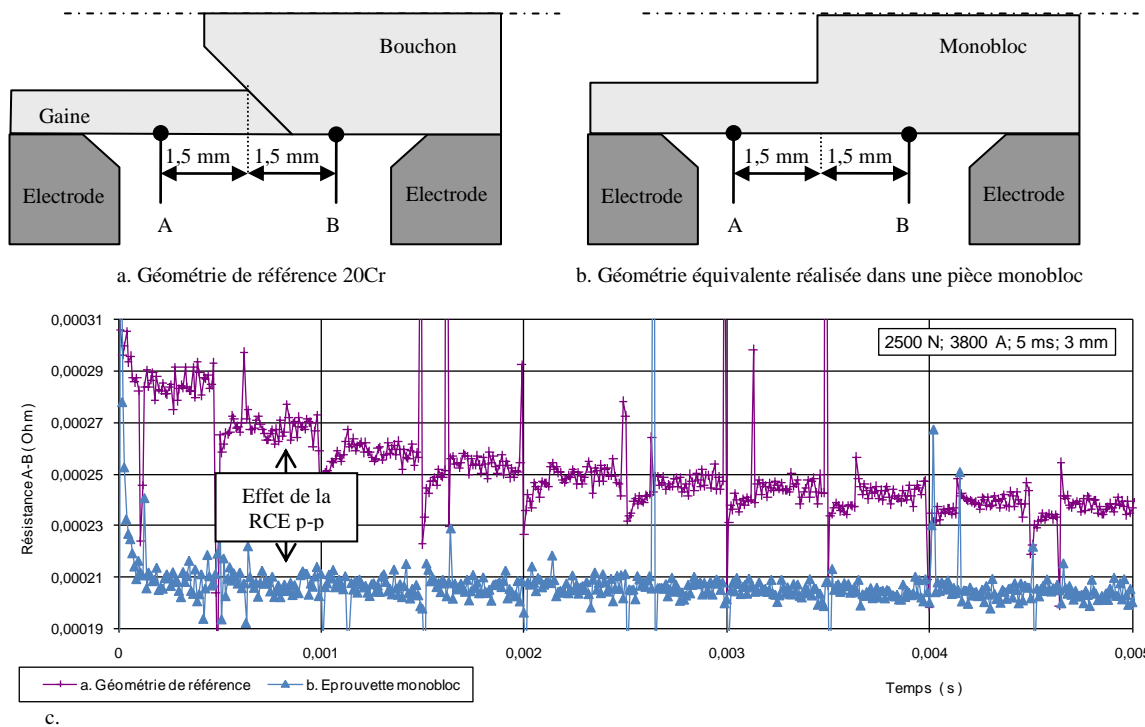


Figure 6 : Positions des mesures de potentiel sur les pièces mises en place pour la détermination de la RCE p-p (a et b) et évolution de la résistance entre ces points de mesure en fonction du temps pour les deux configurations avec mise en évidence de l'effet de la RCE p-p (c)

La RCE p-p génère une augmentation de la résistance de 35 mΩ à  $t = 5$  ms. Ces mesures expérimentales n'ont pas permis d'établir une différence significative en fonction de la force de soudage appliquée (testée à 1500 N et 2500 N). La dépendance de la RCE p-p avec la force n'est donc pas prise en compte dans la simulation numérique développée ici.

A l'aide de ces mesures et de la simulation numérique, la RCE p-p mesurée au LIMATB a donc été réajustée. La RCE p-p ajustée et utilisée dans la simulation est présentée sur la Figure 7. La résistance électrique entre A et B obtenue par mesure expérimentale ainsi que par simulation numérique avec la valeur de RCE p-p avant et après ajustement sont présentées aussi sur la Figure 7.

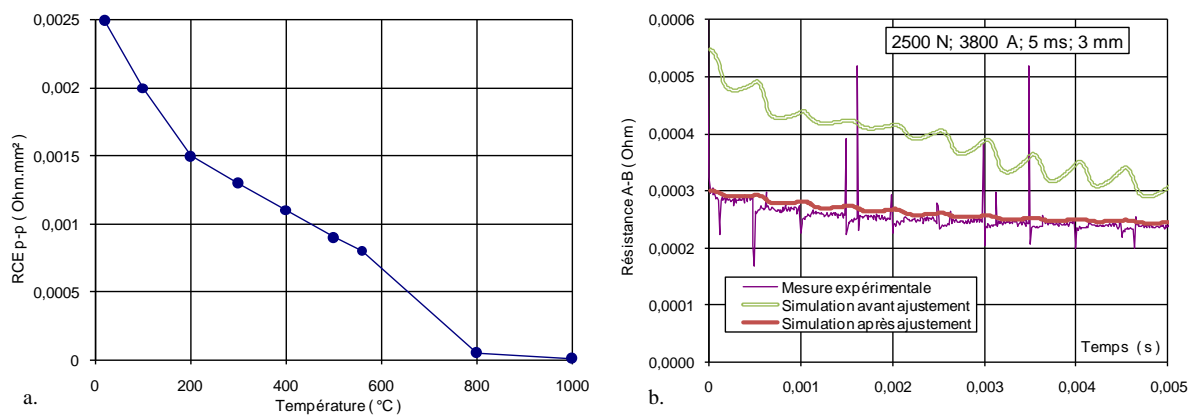


Figure 7 : RCE p-p utilisée dans la simulation numérique (a) et comparaison des résistances obtenues par simulation numérique pour deux valeurs de RCE p-p avec la mesure expérimentale (c)

## Résistance de contact électrique entre pièce et électrode

Comme indiqué dans le Chapitre 2 (paragraphe 2.4.1.4) la différence de potentiel entre les mors est mesurée systématiquement. Des mesures complémentaires ont montré que la valeur du potentiel mesuré sur les mors était très proche de celle mesurée sur les électrodes. La valeur de potentiel au niveau de l'électrode obtenue par simulation numérique peut donc être comparée aux valeurs de potentiel mesurées au niveau des mors. Nous avons ainsi pu obtenir une estimation de la valeur de la RCE p-e en fonction de la température en procédant par méthodes inverses à partir de mesures expérimentales de la résistance entre les mors.

La valeur de RCE p-e identifiée à l'aide de ces mesures est présentée sur la Figure 8.

La résistance électrique entre les mors obtenue par mesure expérimentale ainsi que par simulation numérique avec une valeur de RCE p-e indépendante de la température et la valeur de RCE p-e ajustée sont présentées aussi sur la Figure 8.

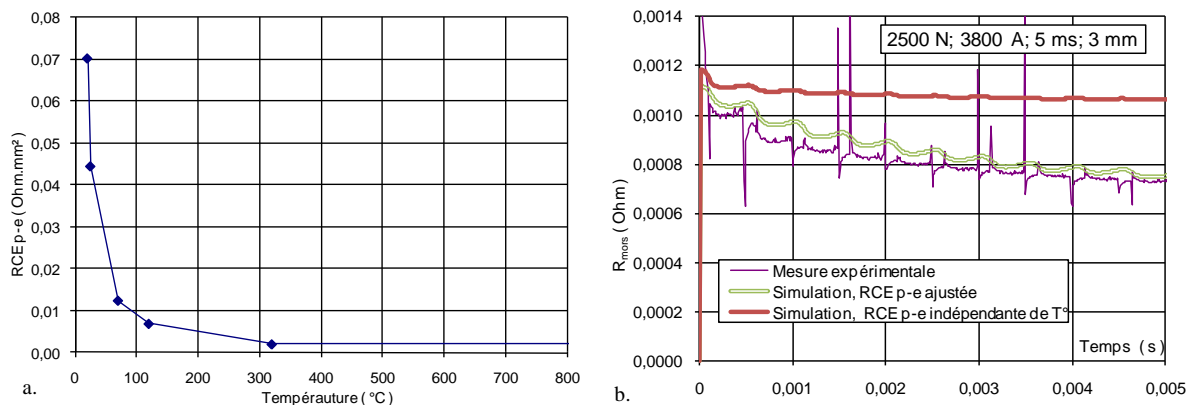


Figure 8 : RCE p-e utilisée dans la simulation numérique (a) et comparaison des résistances obtenues par simulation numérique pour deux valeurs de RCE p-e avec la mesure expérimentale (c)

On obtient une valeur de RCE p-e plus élevée que la RCE p-p mais qui décroît aussi plus rapidement avec la température.

Par ailleurs, on observe que la résistance entre pièces (entre A et B) sur la Figure 7 contribue à moins de 30 % de la résistance mesurée entre les mors (Figure 8). La résistance entre les mors est de 750 mΩ à t = 5 ms alors que le contact p-p génère une résistance de 35 mΩ soit 5 % de la mesure de résistance entre les mors.

## Annexe 5 : Couplage des calculs

Le schéma complet du couplage séquentiel réalisé pour la simulation numérique est présenté sur la figure ci-dessous.

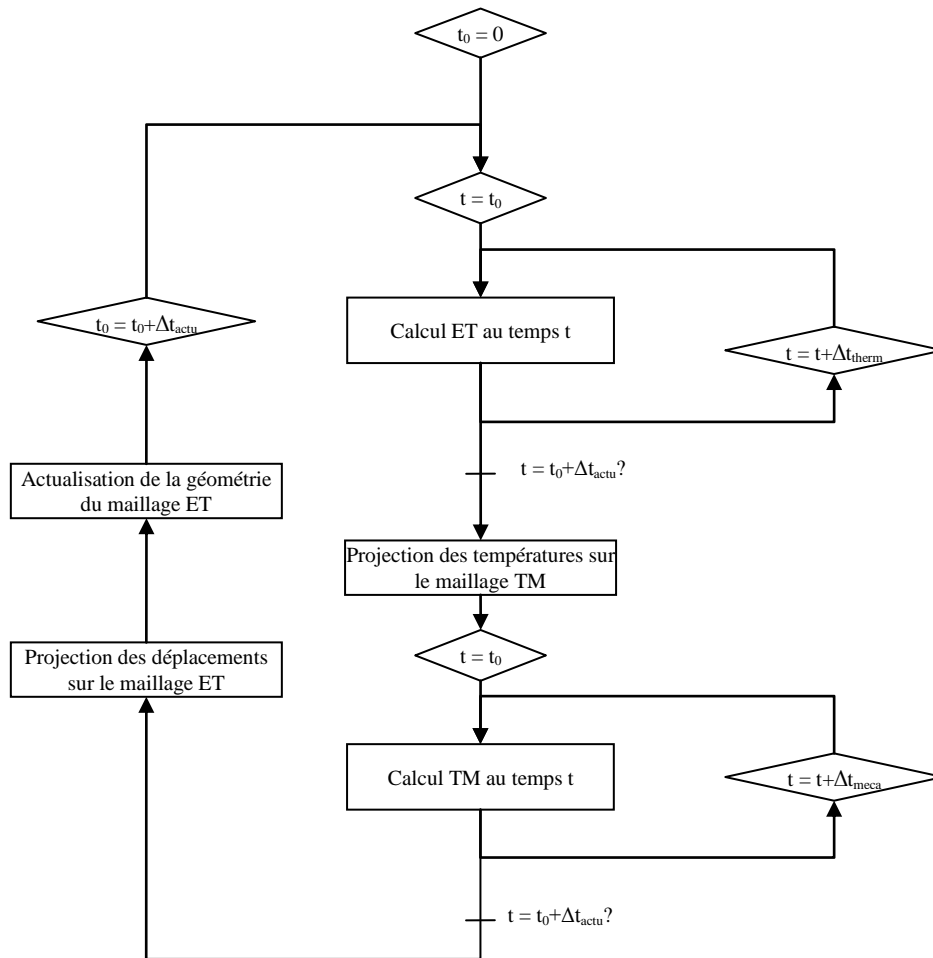


Figure 9 : Schéma de la procédure de couplage des calculs ET et TM

$t$  représente le temps courant du calcul.  $t_0$  est le temps de début du macro pas de temps ET – TM. Ce macro pas de temps a une durée  $\Delta t_{actu}$ . Le calcul ET est réalisé avec un pas de temps  $\Delta t_{therm}$  alors que le calcul TM est réalisé avec un pas  $\Delta t_{méca}$ .

# Annexe 6 : Acier X37CrMoV5-1 [121]

## Composition

La composition normalisée du X37CrMoV5-1 est donnée dans le Tableau 4.

Eléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
% massique	0.35	0.30	0.40	<0.010	<0.003	5.00	1.35	0.50

Tableau 4 : Composition chimique du X37CrMoV5-1 [122]

Dans son état de livraison, cet acier présente une structure de martensite revenue. Il est composé de ferrite et de carbures.

## Transformations à l'échauffement

Chauffé à partir de la température ambiante, l'acier X37CrMoV5-1 commence une transformation d'austénitisation à partir d'une température  $Ac_1$  et termine cette transformation à une température  $Ac_3$ . Dans l'intervalle de température d' $Ac_1$  à  $Ac_3$ , les phases ferritique et austénitique coexistent. Au-delà de  $Ac_3$  et jusqu'au solidus, seule subsiste la phase austénitique.

Les températures de début et de fin de transformation austénitique, respectivement  $Ac_1$  et  $Ac_3$ , dépendent de la vitesse d'échauffement du matériau. La Figure 10 est un diagramme TTV (Temps-Température-Vitesse) de l'acier X37CrMoV5-1.

L'évolution des températures  $Ac_1$  et  $Ac_3$  de l'acier X37CrMoV5-1 est renseigné pour des vitesses d'échauffement lente ( $0.05 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ ) jusqu'à des vitesses d'échauffement rapide ( $2400 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ ).

Dans le sens des vitesses d'échauffement croissantes,  $Ac_1$  reste constante à la valeur  $910 \text{ }^\circ\text{C}$  à partir de vitesses d'environ  $300 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  ; de même pour  $Ac_3$  à la valeur  $990 \text{ }^\circ\text{C}$  à partir de vitesses d'échauffement d'environ  $100 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ .

Lorsque la température passe au dessus de  $Ac_3$ , il y a dissolution des carbures et augmentation de la dureté du matériau après refroidissement brutal (cas du soudage par résistance). Cette augmentation de la dureté permettra d'évaluer la température atteinte lors de l'opération de soudage.

## Transformations au refroidissement

La Figure 11 présente le diagramme TRC (Transformations en Refroidissement Continu) de l'acier X37CrMoV5-1.

Il apparait que pour des durées de refroidissement inférieures à 1000 secondes, la phase austénitique se transforme entièrement en martensite et la température de début de transformation martensitique  $M_s$  est constante et vaut  $265^\circ\text{C}$ .

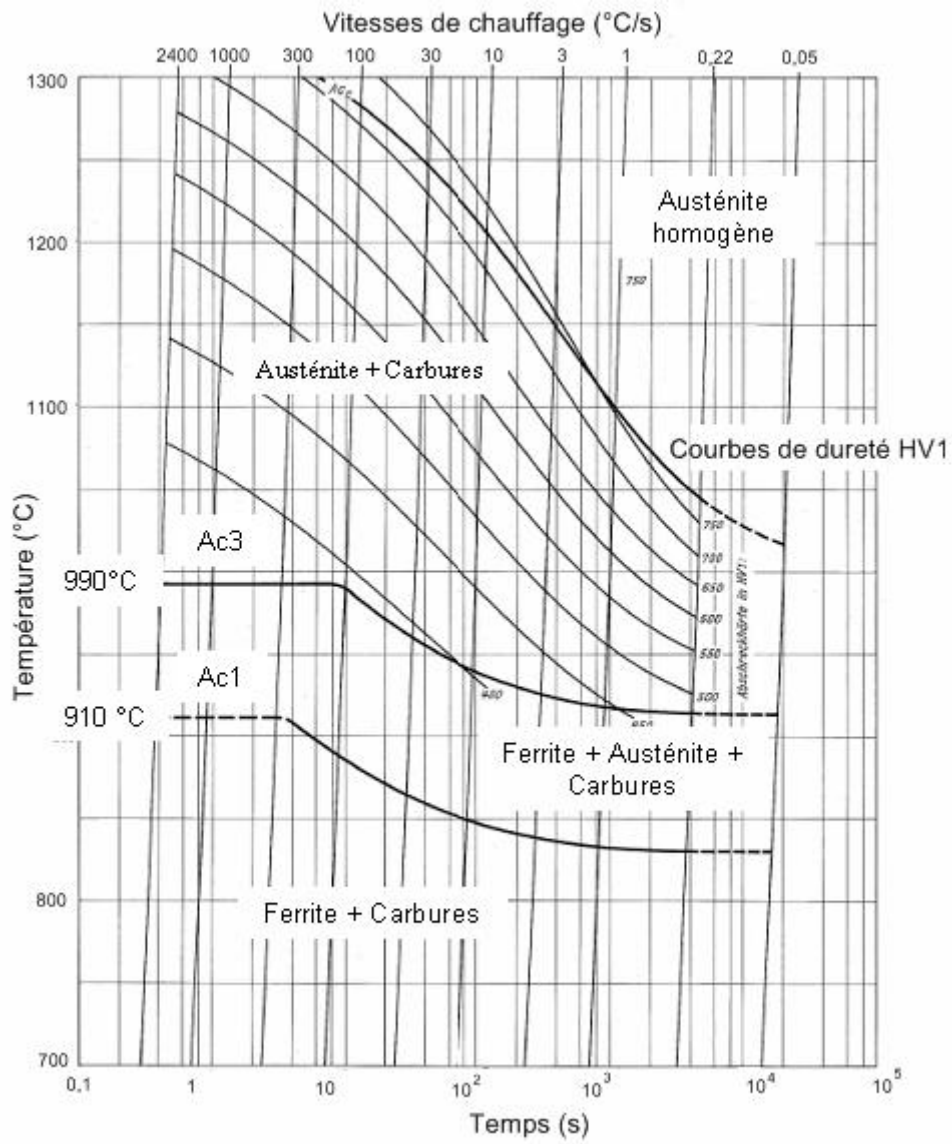


Figure 10: Diagramme TTV (Temps, Température, Vitesse) de l'acier X37CrMoV5-1

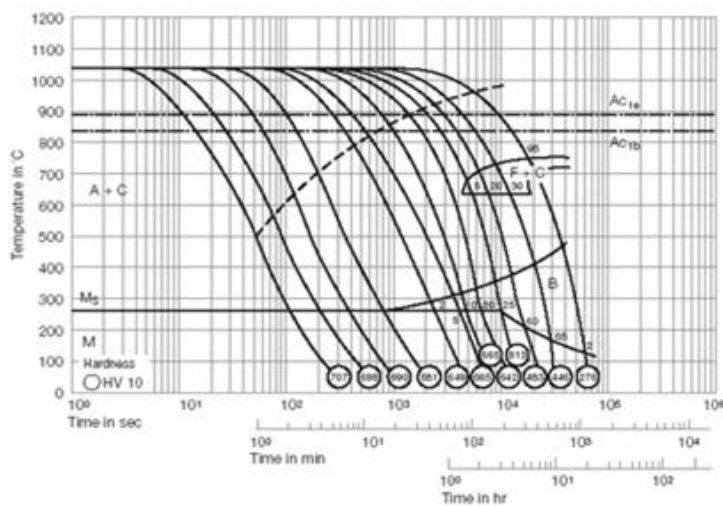


Figure 11: Diagramme TRC de l'acier X37CrMoV5-1

## Annexe 7 : Singularité sur les mesures de résistance électrique entre les mors

Pour certaines mesures, la courbe de la résistance électrique entre les mors en fonction du temps présente une singularité. Cette singularité peut être de trois types distincts :

- Chute soudaine de la résistance ;
- Hausse soudaine de la résistance ;
- Hausse soudaine de la résistance suivie d'une chute.

Un exemple de chaque type est présenté sur la Figure 12.

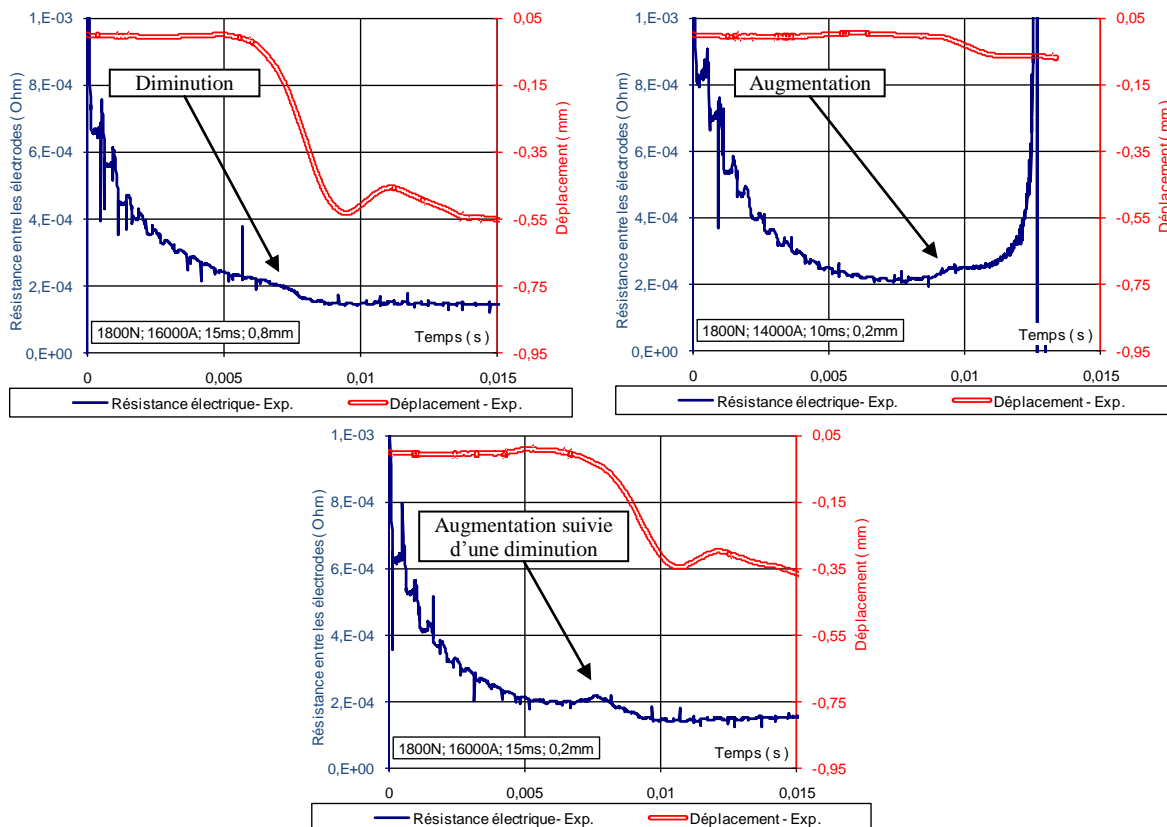


Figure 12 : Exemple de singularités typiques dans la mesure de la résistance électrique en cours de soudage pour trois essais différents

On observe que les singularités apparaissent durant l'affaissement des pièces. Ces singularités sont observées aussi bien sur PM2000 que sur Kanthal APM. Ces variations de résistance sont de l'ordre de 50  $\mu\text{Ohm}$ . L'apparition de cette singularité est très majoritairement reproductible.

Un  $F_s$  faible ainsi qu'un  $I_s$  élevé favorise l'apparition d'une singularité. Lorsque la longueur de gaine est faible, la singularité présente majoritairement une phase d'augmentation de la résistance avant la diminution ce qui n'est pas majoritairement le cas lorsque  $L_g$  est élevé.

La singularité semble engendrer une variation dans le comportement des pièces lors de l'affaissement. L'affaissement est plus rapide lorsque la singularité apparaît. Cependant, aucune modification de la déformée finale n'a été observée lors de la présence ou de l'absence de singularité.

Plusieurs phénomènes peuvent expliquer ces variations de résistance électrique :

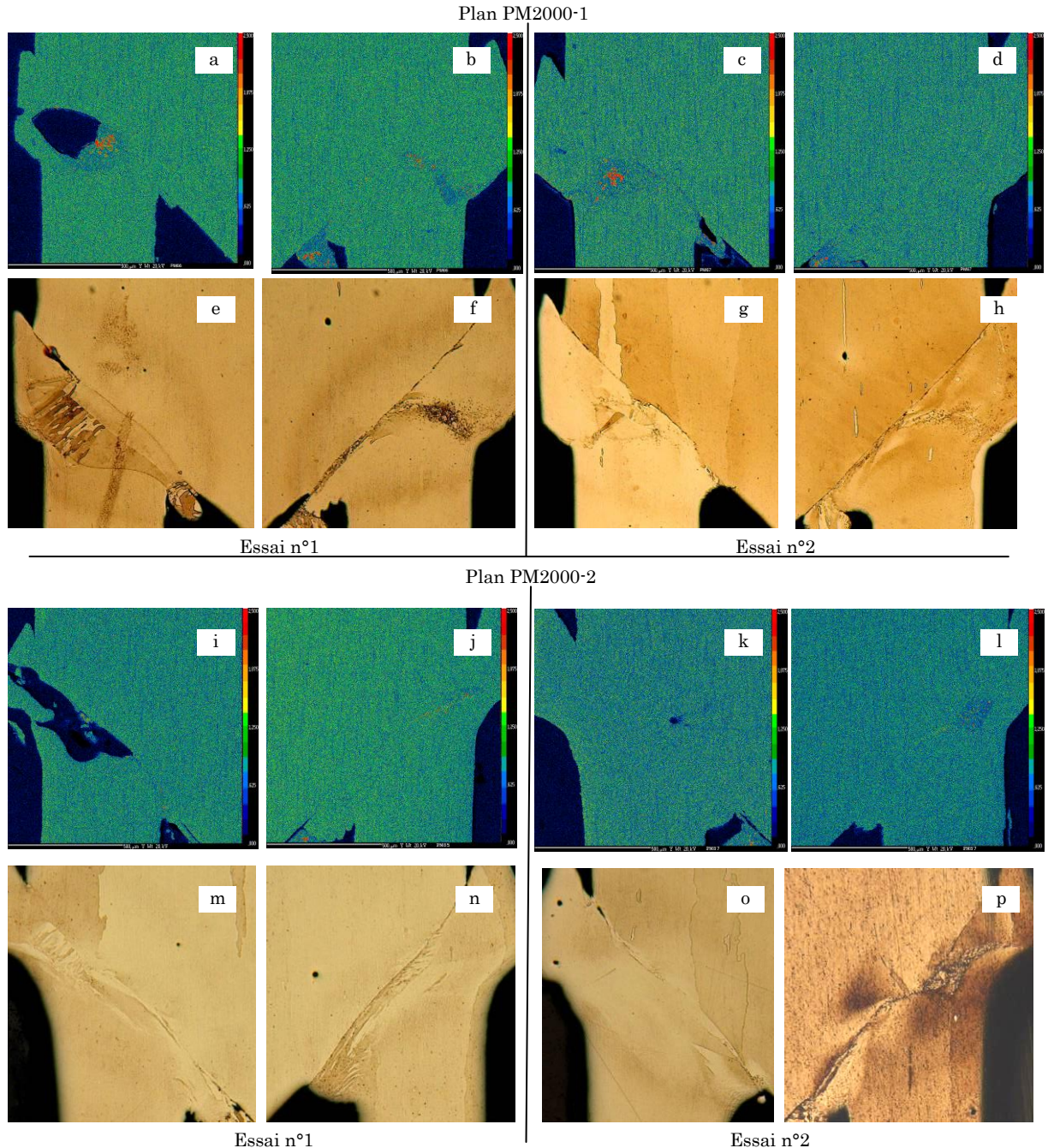
- Diminution soudaine de la longueur de gaine suite à l'affaissement → chute de résistance ;
- Augmentation soudaine de la résistivité du matériau (augmentation soudaine de températures), passage à l'état liquide → augmentation de la résistance ;
- Diminution de la taille du contact entre pièces (suite à des glissements au contact) → augmentation de la résistance ;

Cependant, l'analyse actuelle ne permet pas de désigner quelle est la cause de cette singularité ni même sa conséquence sur l'état métallurgique de la soudure.

# Annexe 8 : Reproductibilité

## Point centraux des plans d'expériences sur PM2000

Afin d'étudier la reproductibilité du soudage vis-à-vis des différents observables et dans les bornes des plans d'expériences, la Figure 13 présente les caractérisations réalisées sur les points centraux des plans PM2000-1 et PM2000-2 ( $F_s$ ;  $I_s$ ;  $t_s$ ;  $L_g$ ) = (2200 N ; 16 kA ; 13 ms ; 0,5 mm). La macrographie après attaque métallographique et les répartitions en yttrium sont présentées sur la Figure 13.



*Figure 13 : Caractérisation de la dispersion d'yttrium pour les 4 soudures réalisées sur les points centraux des plans PM2000*



D'un point de vue de l'homogénéité circonférentielle, on observe que les deux côtés d'une même soudure présentent des disparités importantes avec la présence de zone fondue ou d'éjection de matière sur une seule des faces.

Considérant ce manque d'homogénéité, il est complexe d'analyser la reproductibilité surtout sur un nombre si réduit d'essais.

On note qu'aucune des soudures ne présente de manque de soudage localisé sur l'extérieur du joint ce qui peut signifier que cette caractéristique est bien reproductible et homogène.

Pour le plan PM2000-1 et pour les côtés ne présentant ni ZF ni éjection de matière (f et h), on observe une modification de la microstructure dont la taille et la forme sont semblables pour les deux soudures. Pour l'essai n°2 (h), la modification de la microstructure est cependant moins marquée mais ceci peut provenir d'une différence dans le protocole d'attaque. Au niveau de la caractérisation de la répartition d'yttrium, on n'observe pas de modification de la dispersion d'yttrium sur l'une des faces (d) malgré la présence d'une modification de la microstructure sur la face en vis-à-vis (h) (ceci provient du fait que les deux caractérisations sont réalisées sur les faces en vis-à-vis). Cependant, la répartition en titane est très légèrement modifiée sur cette face.

Pour le plan PM2000-2, on observe une ZF sur l'une des macrographies (m). La face en vis-à-vis (i) présente une expulsion de matière, comme pour l'essai n°1 du plan PM2000-1 (a). La face opposée (n) ne présente pas de modification de la microstructure mais présente une légère modification de la distribution d'yttrium (j) localisée proche de l'électrode. L'essai n°2 présente une face sans modification de la microstructure (o) ni modification d'yttrium (k) et une face présentant une modification de microstructure (p) et une modification de la répartition d'yttrium (l).

Dans l'ensemble, la reproductibilité des observations macroscopiques de modification de la microstructure et de l'analyse de la répartition des éléments n'est pas satisfaisante mais cela provient du manque d'homogénéité circonférentielle des zones fondues ainsi que des éjections de matière (différence d'observation importante entre les deux faces opposées d'une même soudure).

## Annexe 9 : Essais SABLIER

L'éprouvette SABLIER est conçue de façon à créer un gradient thermique. Dans un premier temps, on utilise des éprouvettes instrumentées pour optimiser le cycle de courant et pour vérifier la cohérence de la simulation numérique. Cette mise en place du protocole est réalisée sur acier non ODS (Kanthal APM). Dans un second temps, on réalise les essais sur acier ODS PM2000. Ces éprouvettes ne sont pas instrumentées de façon à éviter l'endommagement de l'éprouvette par les perçages nécessaires à l'instrumentation.

### L'éprouvette SABLIER

La géométrie de l'éprouvette sablier est présentée sur la Figure 14.

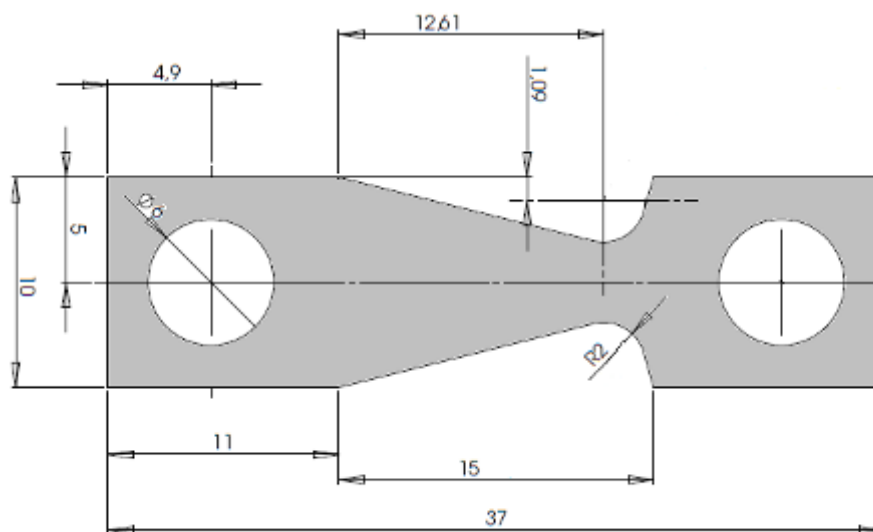


Figure 14 : Dimension de l'éprouvette SABLIER

La partie utile de l'éprouvette est de 15 mm. Les deux parties extrêmes sont percées afin de mettre en place l'éprouvette dans des mors en CuCrZr.

### Méthode expérimentale

Sur certaines éprouvettes et afin de mesurer la température sur l'éprouvette SABLIER en cours d'essai, cinq perçages ( $\text{Ø}400\mu\text{m}$ ,  $h300\mu\text{m}$ ) sont réalisés sur l'éprouvette et un thermocouple de type K est serti dans chaque perçage afin de mesurer la température

Le potentiel au niveau des mors, la force, l'intensité du courant et le déplacement de la pièce sont mesurés pour chaque essai. Une caméra haute vitesse enregistre l'essai.

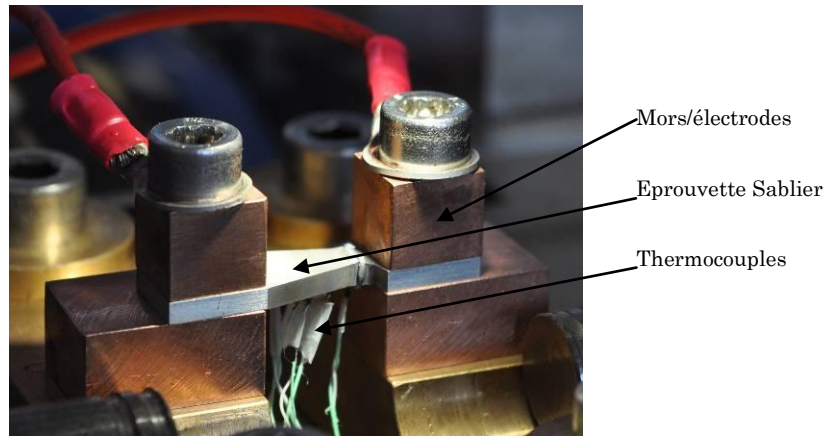


Figure 15 : Eprouvette SABLER instrumentée (après essai)

Les paramètres opératoires sont choisis de façon à obtenir un échauffement maximal et de cinétique comparable à ceux du soudage par résistance tout en limitant les déformations de l'éprouvette. Du fait de la configuration spécifique de cette éprouvette, l'installation SOPRANO ne permet pas une régulation correcte du courant. Pour chaque essai, le courant est donc mesuré afin de réaliser, par la suite, la simulation numérique en fonction du courant réel mesuré.

Les paramètres opératoires consigne pour les différents essais sont les suivants :

Référence	Force	Courant	temps	Matériau	Instrumentation en T°
S3	380 N	8000 A	20 ms	Kanthal	Oui
S4	380 N	8000 A	20 ms	PM2000	Non

Les paramètres communs à l'ensemble des essais sont :

Le temps de montée du courant est de 5 ms et le temps de descente de 1 ms.

La force est relâchée 5 secondes après l'arrêt du courant.

## Simulation numérique

Une simulation numérique de l'essai est réalisée à l'aide du logiciel SYSWELD. Elle comprend un calcul électrothermique réalisé sur un quart d'éprouvette sablier du fait des symétries.

## Evaluation des données simulées sur l'éprouvette S3

La comparaison entre les mesures et les résultats numériques est réalisée sur l'éprouvette instrumenté S3. L'emplacement des mesures est illustré sur la Figure 16 :

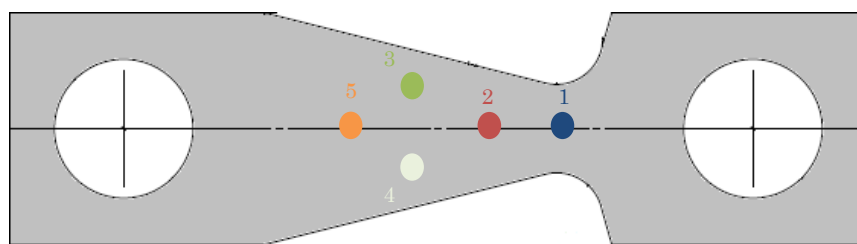


Figure 16 : Emplacement schématique des points de mesure

Pour les essais instrumentés, la position des perçages est relevée avec précision. Les valeurs issues de la simulation sont les valeurs moyennes de la grandeur mesurée sur l'ensemble des nœuds compris dans le volume du perçage.

On compare les températures mesurées sur l'éprouvette S3.

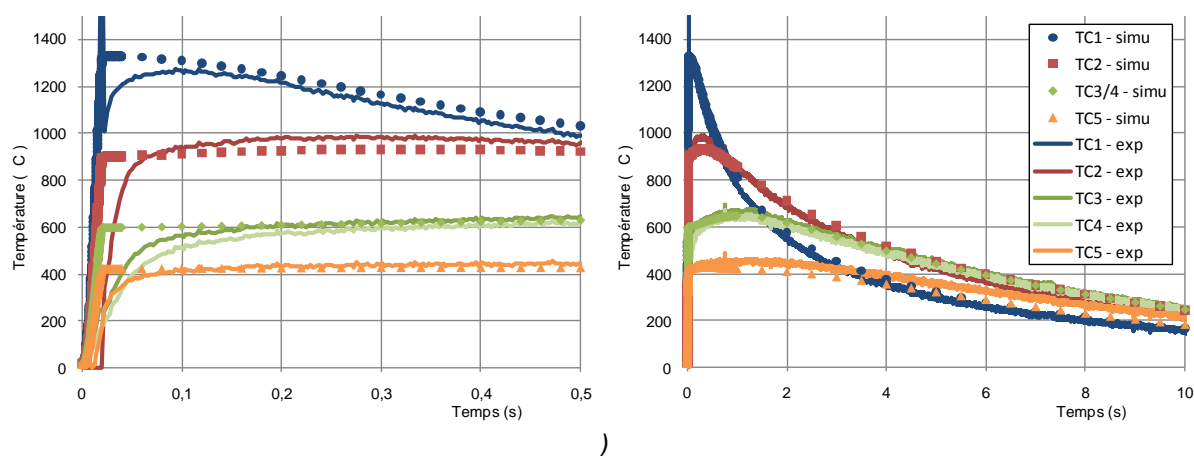


Figure 17 : Comparaison des températures mesurées et simulées pour l'éprouvette S3

Les températures simulées sont en bon accord avec les mesures (différence inférieure à 50 °C) pour les temps supérieurs à 100ms.

Les différences observées pour des temps inférieurs à 100 ms sont dues à deux phénomènes :

- Le temps de réponse du thermocouple ;
- La perturbation électromagnétique lors du passage du courant.

La simulation est en bon accord avec les mesures. La simulation permet donc de connaître les températures en tout point de l'éprouvette. L'observation des macrographies et des quantifications d'éléments par microsonde peut donc être corrélée aux données issues de la simulation.

Les images clés issues de la vidéo de l'essai sont exposées sur la Figure 18.



Figure 18 : Vidéo de l'essai S4

On observe que le chauffage commence au niveau de l'étranglement de l'éprouvette sur les bords de celle-ci. La température augmente alors au centre de l'éprouvette, puis on observe un affaissement avec mouvement de matière sur les bords de l'éprouvette et de légères expulsions.

## Macrographies

La macrographie de l'éprouvette S4 est présentée sur la Figure 19.



Figure 19 : Macrographie de l'éprouvette S4

On observe dans un premier temps que le centre de l'éprouvette ne semble pas modifié. En se rapprochant des bords, on traverse dans un premier temps une zone marquée de point noir (zone 1). Sur les bords, on observe une zone solidifiée traduisant le passage en phase liquide (zone 2). Ces deux zones sont déformées et ne sont pas étudiées ici.

## Analyse microsonde

La quantification de l'yttrium sur l'éprouvette S4 est présentée sur la Figure 20 et superposé avec les tailles de zone observé sur la Figure 19.

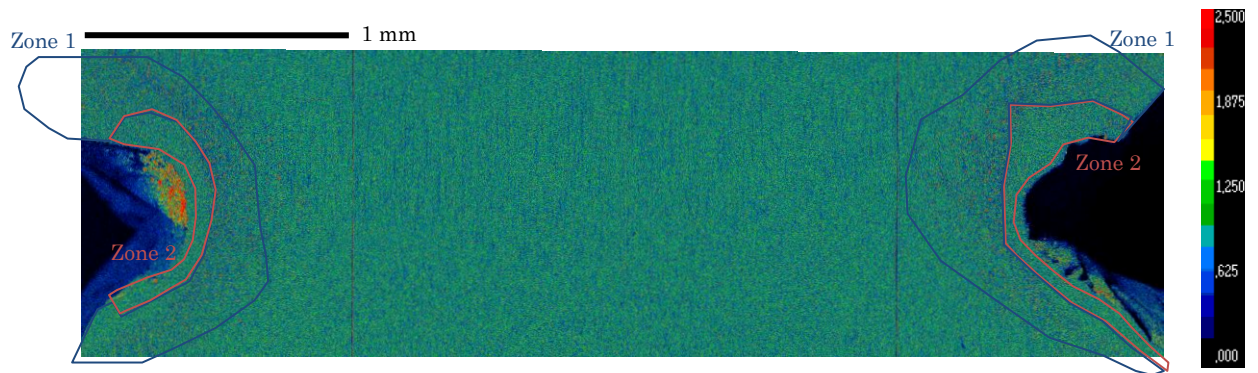


Figure 20 : Quantification de l'Yttrium sur l'éprouvette S4

On n'observe pas de modification de la dispersion d'yttrium au centre de l'éprouvette. La modification de la dispersion d'yttrium est uniquement localisée sur les bords de l'éprouvette, au niveau de l'étranglement, et plus spécifiquement dans les zones 1 et 2.

La quantification du titane sur l'éprouvette S4 est présentée sur la Figure 21 et superposé avec les tailles de zone observé sur la Figure 19.

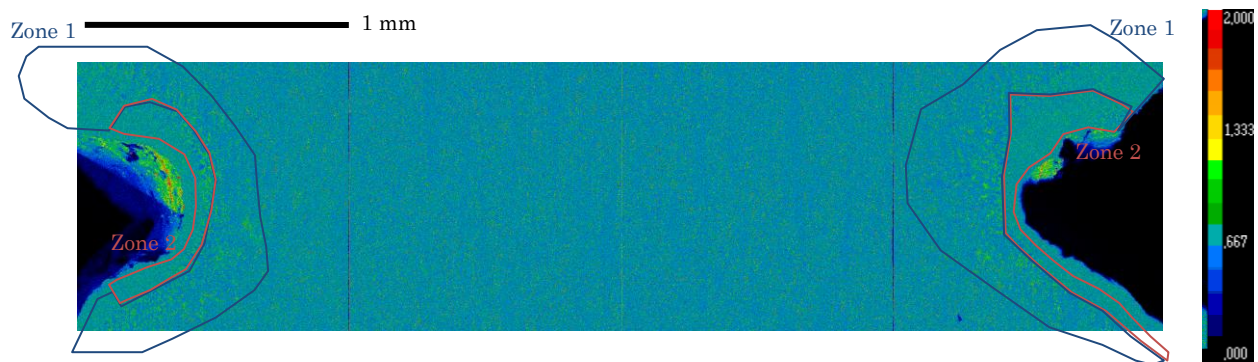


Figure 21 : Quantification du titane sur l'éprouvette S4

On n'observe pas de modification de la dispersion du titane dans le centre de l'éprouvette. On observe une modification de la répartition dans les zones 1 et 2.

## Corrélation avec la simulation numérique

La simulation numérique est purement électrothermique, nous ne comparerons donc pas les zones déformées en cours d'essais. Cela exclue donc les zones 1 et 2. En revanche, la simulation indique au centre de l'éprouvette au niveau de la zone la plus fine une température atteinte de 1300 °C. A cette température et sans déformation, nous n'observons donc pas de modification de la répartition d'yttrium et de titane à l'échelle de la microsonde.

## Conclusion

Atteindre 1300 °C au cours d'un cycle de soudage n'engendre pas de modification de la microstructure en l'absence de déformation. Les modifications observées à l'échelle de la microsonde sont localisées sur les bords de l'éprouvette, là où les températures les plus importantes sont relevées mais aussi là où des mouvements de matières apparaissent.

# Annexe 10 : Comparaison des déformées entre le 9Cr-ODS et le Kanthal APM

La figure suivante présente les macrographies obtenues sur 9Cr-ODS et sur Kanthal APM (20Cr – non ODS) avec un angle de chanfrein de 20 ° (représenté par un trait rouge) afin de comparer les déformées de ces deux matériaux pour des paramètres opératoires identiques à l'exception de  $I_s$ .

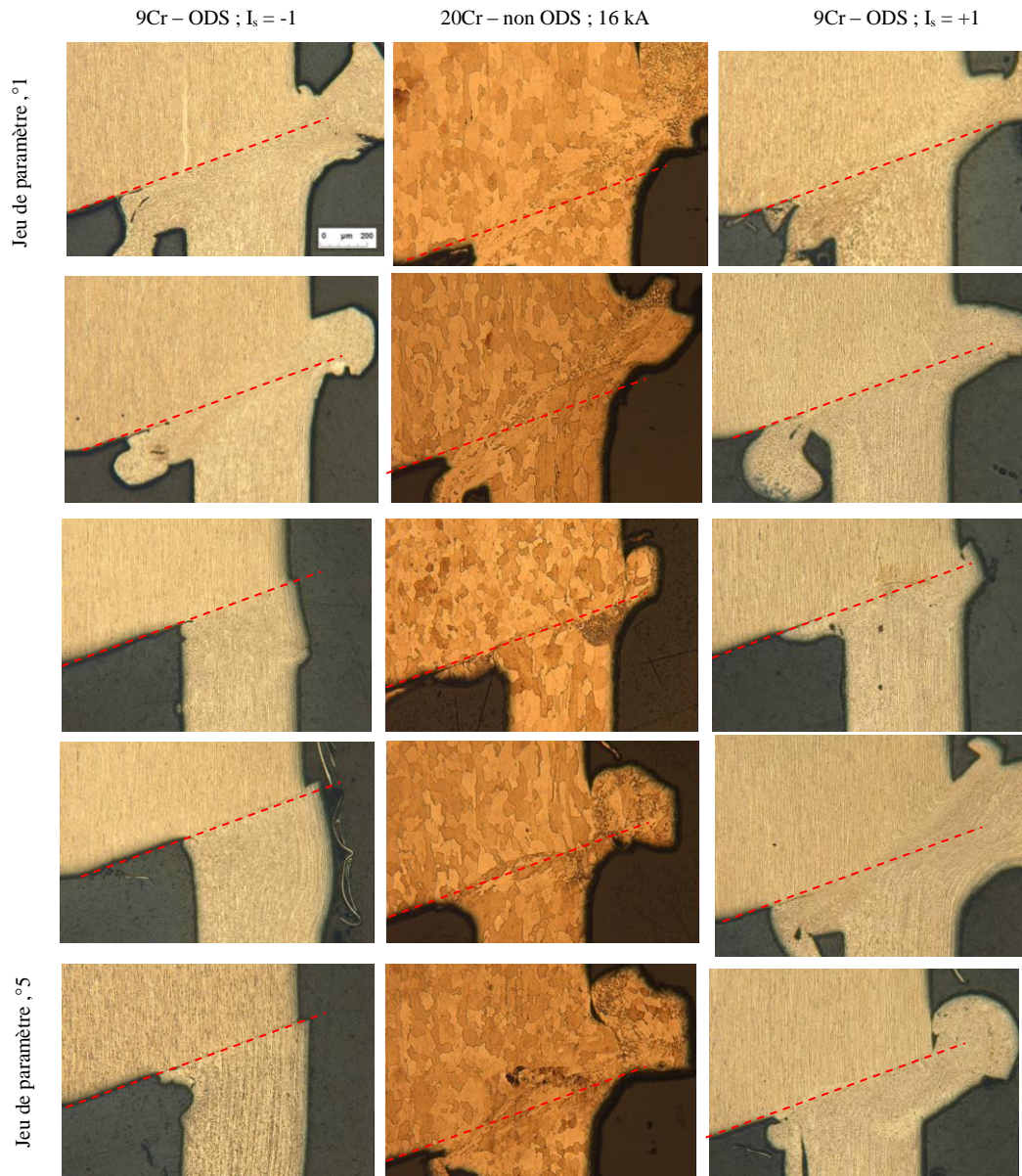


Figure 22 : Comparaison 9Cr-ODS, 20-Cr non ODS

On note que les déformées observées sur Kanthal APM sont plus importantes que sur 9Cr-ODS et ce même lorsque  $I_s$  est inférieur de 1 kA pour le Kanthal APM. En effet, sur Kanthal APM on observe que la gaine pénètre plus dans le bouchon.

# Références

- [1] GIF Symposium. Paris, France, 9-10 September 2009.
- [2] Dubuisson P. ODS Ferritic / Martensitic alloys for Sodium Fast Reactor fuel pin cladding. DIANA I. Aussois, France, 2011.
- [3] Systèmes nucléaires du futur, Génération IV. In: CEA C, editor, vol. 55, 2007.
- [4] Wright I, Tatlock G, Badairy H, Chen C. Summary of Prior Work on Joining of Oxide Dispersion-Strengthened Alloys. Oak Ridge National Laboratory (ORNL), 2009.
- [5] Bose S, Sheffler KD. Design, fabrication and evaluation of an oxide dispersion strengthened sheet alloy combustor liner. vol. MATE (Materials for Advanced Turbine Engines) Program, Project 3. Volume 2:, 1988.
- [6] Ukai S, Fujiwara M. Perspective of ODS alloys application in nuclear environments. *Journal of Nuclear Materials* 2002;307:749.
- [7] Lindau R, Moslang A, Rieth M, Klimiankou M, Materna-Morris E, Alamo A, Tavassoli AAF, Cayron C, Lancha AM, Fernandez P, Baluc N, Schaublin R, Diegele E, Filacchioni G, Rensman JW, van der Schaaf B, Lucon E, Dietz W. Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. *Fusion Engineering and Design* 2005;75-9:989.
- [8] de Castro V, Leguey T, Munoz A, Monge MA, Fernandez P, Lancha AM, Pareja R. Mechanical and microstructural behaviour of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ODS EUROFER 97. *Journal of Nuclear Materials* 2007;367:196.
- [9] Klueh RL, Shingledecker JP, Swindeman RW, Hoelzer DT. Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys. *Journal of Nuclear Materials* 2005;341:103.
- [10] Fink CG. Ductile Tungsten and Molybdenum. *The Chemical News and Journal of Physical Science* 1911;CIV.
- [11] Jeffries Z. Metallography of Tungsten. Colorado Meeting, 1918.
- [12] Smith CS. Mining and metallurgy 1930;11.
- [13] Irman R. SAP: Ein Neuer Werkstoff der Pulvermetallurgie aus AI. *Teschnische Rundschau (Bern)* 1949;36:19.
- [14] Benjamin J. Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. *Metallurgical and Materials Transactions B* 1970;1:2943.
- [15] Schneibel JH, Shim S. Nano-scale oxide dispersoids by internal oxidation of Fe-Ti-Y intermetallics. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 2008;488:134.
- [16] Srinivasan D, Corderman R, Subramanian R. Strengthening mechanisms (via hardness analysis) in nanocrystalline NiCr with nanoscaled Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dispersoids. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 2006;416:211.
- [17] Zakine C. Plasticité des alliages ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes. Commissariat à l'Energie Atomique, 1994.
- [18] Regle H. Alliages ferritiques 14/20% de chrome renforcés par dispersion d'oxydes. Effets des procédés de mise en forme sur les textures de déformation, la recristallisation et les propriétés de traction., 1994.
- [19] Monnier A. Etude bibliographique de la soudabilité des aciers ODS et premiers essais de soudage de l'acier ferritique ODS PM2000. vol. SEMT/LTA/RT/07-010/A: Interne CEA, 2007.
- [20] Toualbi-Bénévise L, Koloskitna E, André G, Menut D, Béchade JL, Radiguet B, Pareige P, de Carlan Y. Mécanismes mis en jeu lors de la mécanosynthèse des ODS :



- apport de la SAT et de la diffraction de rayons X et de neutrons. *Materiaux* 2010. Nantes, 2010.
- [21] Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science* 2001;46:1.
- [22] Iwata NY, Kasada R, Kimura A, Okuda T, Inoue M, Abe F, Ukai S, Ohnuki S, Fujisawa T. Characterization of Mechanically Alloyed Powders for High-Cr Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steel. *Isij International* 2009;49:1914.
- [23] Couvrat M, Chaffron L, Nunes D. Influence de la température de filage sur les aciers ODS ferritiques. *Matériaux* 2010. Nantes, 2010.
- [24] Rahmanifard R, Farhangi H, Novinrooz AJ, Afshari N. Investigation of microstructural characteristics of nanocrystalline 12YWT steel during milling and subsequent annealing by X-ray diffraction line profile analysis. *Journal of Materials Science* 2010;45:6498.
- [25] Olier P, Bougault A, Alamo A, de Carlan Y. Effects of the forming processes and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content on ODS-Eurofer mechanical properties. *Journal of Nuclear Materials* 2009;386:561.
- [26] Turker M, Hughes T. Oxidation behavior of three commercial ODS alloys at 1200° C. *Oxidation of Metals* 1995;44:505.
- [27] Chen CL, Tatlock GJ, Jones AR. Effect of annealing temperatures on the secondary re-crystallization of extruded PM2000 steel bar. *Journal of Microscopy-Oxford* 2009;233:474.
- [28] Dryepontd S. ODS alloys development for fossil energy applications. DIANA I. Aussois, France, 2011.
- [29] Lindau R, Moslang A, Schirra M, Schlossmacher P, Klimenkov M. Mechanical and microstructural properties of a hipped RAFM ODS-steel. *Journal of Nuclear Materials* 2002;307:769.
- [30] Chen JC, Hoffelner W. Irradiation creep of oxide dispersion strengthened (ODS) steels for advanced nuclear applications. *Journal of Nuclear Materials* 2009;392:360.
- [31] Klimiankou M, Lindau R, Moslang A. TEM characterization of structure and composition of nanosized ODS particles in reduced activation ferritic-martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials* 2004;329-33:347.
- [32] Czyrska-Filemonowicz A, Szot K, Wasilkowska A, Gil A, Quadackers WJ. Microscopy (AFM, TEM, SEM) studies of oxide scale formation on FeCrAl based ODS alloys. *Solid State Ionics* 1999;117:13.
- [33] Sakasegawa H, Chaffron L, Legendre F, Boulanger L, Cozzika T, Brocq M, de Carlan Y. Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy. *Journal of Nuclear Materials* 2009;384:115.
- [34] Klimenkov M, Moslang A, Lindau R. EELS analysis of complex precipitates in PM 2000 steel. *European Physical Journal-Applied Physics* 2008;42:293.
- [35] Heilmaier M, Saage H, Mirpuri KJ, Eckert J, Schultz L, Singh P. Superposition of grain size and dispersion strengthening in ODS L1(2)-(Al,Cr)(3)Ti. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 2002;329:106.
- [36] Nganbe M, Heilmaier M. Modelling of particle strengthening in the gamma' and oxide dispersion strengthened nickel-base superalloy PM3030. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 2004;387-89:609.
- [37] Reppich B. On the dispersion strengthening mechanisms in ODS materials. *Zeitschrift Fur Metallkunde* 2002;93:605.
- [38] Steckmeyer A, Praud M, Fournier B, Malaplate J, Garnier J, Bechade JL, Tournie I, Tancray A, Bougault A, Bonnaille P. Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials* 2010;405:95.
- [39] Arzt E. Creep of dispersion strengthened materials: a critical assessment. *Res. Mechanica* 1991;31:399.

- [40] Miao P, Odette GR, Yamamoto T, Alinger M, Klingensmith D. Thermal stability of nano-structured ferritic alloy. *Journal of Nuclear Materials* 2008;377:59.
- [41] Miller MK, Russell KF, Hoelzer DT. Characterization of precipitates in MA/ODS ferritic alloys. *Journal of Nuclear Materials* 2006;351:261.
- [42] Krautwasser P, Czysrkafilemonowicz A, Widera M, Carsughi F. Thermal-stability of dispersoids in ferritic oxide dispersion-strengthened alloys. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 1994;177:199.
- [43] Metals ASf. *Metals handbook*, 1948: the Soc., 1956.
- [44] Philibert J, Vignes A, Bréchet Y. *Métallurgie*, 2002.
- [45] Capdevila Montes C, Bhadeshia HKDH. Influence of Deformation on Recrystallization of an Yttrium Oxide Dispersion-Strengthened Iron Alloy (PM2000). *Advanced Engineering Materials* 2003;5:232.
- [46] Toda-Caraballo I, Chao J, Lindgren LE, Capdevila C. Effect of residual stress on recrystallization behavior of mechanically alloyed steels. *Scripta Materialia* 2010;62:41.
- [47] Korb G, Sporer D. Recrystallization behaviour of PM 2000 oxide dispersion strengthened iron-base superalloy. *High temperature materials for power engineering*. Liège, 1990.
- [48] Yamamoto M, Ukai S, Hayashi S, Kaito T, Ohtsuka S. Reverse phase transformation from [alpha] to [gamma] in 9Cr-ODS ferritic steels. In Press, Corrected Proof.
- [49] Yazawa Y, Furuhashi T, Maki T. Effect of matrix recrystallization on morphology, crystallography and coarsening behavior of vanadium carbide in austenite. *Acta Materialia* 2004;52:3727.
- [50] Zhang G, Chandel RS, Seow HP, Hng HH. Microstructural features of solid-state diffusion bonded incoloy MA 956. *Materials and Manufacturing Processes* 2003;18:599.
- [51] Richard A. *Le soudage des alliages ODS base fer - Étude bibliographique*. CEA, 1996.
- [52] Gessinger G. *Joining techniques for P/M superalloys*. Powder metallurgy of superalloys. 1984.
- [53] Tabakin E, Kuz'min S, Ivanovich Y, Ukai S, Kaito T, Seki M. Investigation of the Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> distribution in the weld joints of dispersion-hardened steel cladding of fast-reactor fuel elements. *Atomic Energy* 2007;102:430.
- [54] Kelly T. *Welding of Mechanically Alloyed ODS Materials*. Trends in Welding Research in the United States 1981:471.
- [55] Ukai S, Kaito T, Seki M, Mayorshin AA, Shishalov OV. Oxide Dispersion Strengthened (ODS) fuel pins fabrication for BOR-60 irradiation test. *Journal of Nuclear Science and Technology* 2005;42:109.
- [56] Zirker L, Tyler C. *Pressure Resistance Welding of High Temperature Metallic Materials*. Idaho National Laboratory (INL), 2010.
- [57] Inoue M, Kaito T, Ohtsuka S. Research and Development of Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels for Sodium Cooled Fast Breeder Reactor Fuels. *Materials Issues for Generation IV Systems* 2008:311.
- [58] Shinozaki K, Kang CY, Kim YC, Aritoshi M, North TH, Nakao Y. The metallurgical and mechanical properties of ODS alloy MA 956 friction welds. *Welding Journal* 1997;76:S289.
- [59] Inkson BJ, Threadgill PL. Friction welding of FeAl40 Grade 3 ODS alloy. *Materials Science and Engineering: A* 1998;258:313.
- [60] Mathia A. *Soudabilité d'alliages ODS pour le gainage combustible*. CEA, 2008.
- [61] Mathon MH, Klosek V, de Carlan Y, Forest L. Study of PM2000 microstructure evolution following FSW process. *Journal of Nuclear Materials* 2009;386:475.
- [62] Legendre F, Poissonnet S, Bonnaille P, Boulanger L, Forest L. Some microstructural characterisations in a friction stir welded oxide dispersion strengthened ferritic steel alloy. *Journal of Nuclear Materials* 2009;386:537.

- [63] Chen CL, Wang P, Tatlock GJ. Phase transformations in yttrium-aluminium oxides in friction stir welded and recrystallised PM2000 alloys. *Materials at High Temperatures* 2009;26:299.
- [64] De Prunelle D, Gevrey F. RNR/Combustibles: Soudage des matériaux de gainage - Synthèse des études CEA (1980-1988). CEA, 1994.
- [65] Duthoo D, Vauglin C. Le soudage dans la fabrication des assemblages de combustible pour réacteurs à eau pressurisée (REP). *Matériaux* 2010. Nantes, 2010.
- [66] Introduction d'un nouveau matériau de gainage du combustible. IRSN, 2008.
- [67] Rudling P, Strasser A, Garzarolli F, van Swam L. *Welding of Zirconium Alloys*. 2007.
- [68] Monnier A. Synthèse sur l'avancement 2009 et perspectives 2009-2012 de l'action concernant le soudage par résistance des gaines combustibles ODS pour RNR-Na. CEA, 2009.
- [69] Cazes R. Soudage par résistance. *Techniques de l'Ingénieur* 1993;B7720:1.
- [70] Kim BK, Hsieh KT, Bostick FX. A three-dimensional finite element model for thermal effect of imperfect electric contacts. *Ieee Transactions on Magnetics* 1999;35:170.
- [71] Bahrami M, Culham J, Yovanovich M. Modeling thermal contact resistance: a scale analysis approach. *Journal of heat transfer* 2004;126:896.
- [72] Rogeon P, Carre P, Costa J, Sibilgia G, Saindrenan G. Characterization of electrical contact conditions in spot welding assemblies. *Journal of Materials Processing Technology* 2008;195:117.
- [73] Bowden FP, Williamson JBP. Electrical conduction in solids .1. Influence of the passage of current on the contact between solids. *Proceedings of the Royal Society of London Series a-Mathematical and Physical Sciences* 1958;246:1.
- [74] Nikitina AA. R&D of ferritic-martensitic steel EP450 ODS for fuel pin claddings of prospective fast reactors. DIANA I. Aussois, France, 2011.
- [75] de Burbure S. Resistance butt welding of dispersion-hardened ferritic steels. *Advances in Welding Processes 3rd International Conference*. vol.I. Harrogate, Yorks., UK: Welding Inst, 1974. p.216.
- [76] de Burbure S. Resistance welding of pressurized capsules for in-pile creep experiments. *Welding Journal* 1978;57:23.
- [77] Zirker L, Bottcher J, Shikakura S, Tsai C, Hamilton M. Fabrication of oxide dispersion strengthened ferritic clad fuel pins. Argonne National Lab., IL (United States), 1991.
- [78] Seki M, Hirako K, Kono S, Kihara Y, Kaito T, Ukai S. Pressurized resistance welding technology development in 9Cr-ODS martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials* 2004;329:1534.
- [79] De Bremaecker A. Contrôle des soudures des bouchons supérieurs - Certificat. C.E.N/S.C.K., 1984.
- [80] Delbrassine A. Soudure par résistance - Qualification du procédé. C.E.N/S.C.K., 1983.
- [81] Dispersion-Strengthened High-Temperature materials. In: Plansee, editor.
- [82] Monnier A, Corpace F. Avancement 2009 de l'étude de soudabilité des gainages combustibles ODS par soudage par résistance. 2009.
- [83] Sibilgia G. Modélisation du soudage par point: Influence des conditions interfaciales du procédé.: Ecole polytechnique de Nantes, 2003.
- [84] Monnier A. Etude et simulation du soudage par résistance de matériaux de contact.
- [85] Tsai CL, Dai WL, Dickinson DW, Papritan JC. Analysis and development of a real-time control methodology in resistance spot-welding. *Welding Journal* 1991;70:S339.
- [86] Greenwood JA, Williamson JBP. Electrical Conduction in Solids. II. Theory of Temperature-Dependent Conductors. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 1958;246:13.

- [87] Greenwood J. Temperatures in spot welding. *Brit. Weld. J* 1961;8:316.
- [88] Bentley KP, Greenwood JA, Knowison PM, Baker RG. Temperature distributions in spot welds. BWRA report. p.613.
- [89] Rice W, Funk EJ. An analytical investigation of temperature distributions during resistance welding. *Welding Journal* 1967;46:S175.
- [90] Chakalev AA. Evaluation of thermal state of metal in spot welding with help of a computer. *Welding Production* 1973;20:9.
- [91] Nied HA. The finite-element modeling of the resistance spot-welding process. *Welding Journal* 1984;63:S123.
- [92] Gould JE. An examination of nugget development during spot-welding, using both experimental and analytical techniques. *Welding Journal* 1987;66:S1.
- [93] Dickinson D, Tsai CL, Jammal O. Modeling of resistance spot weld nugget growth: applications for the automotive industry: Society of Automotive Engineers, 1990.
- [94] Thieblemont E. Modélisation du soudage par résistance par point. Institut national polytechnique de Lorraine, 1992.
- [95] Khan JA, Xu L, Chao YJ. Prediction of nugget development during resistance spot welding using coupled thermal-electrical-mechanical model. *Science and Technology of Welding and Joining* 1999;4:201.
- [96] Robin V, Sanchez A, Dupuy T, Soigneux J, Bergheau JM. Numerical simulation of spot welding with special attention to contact conditions. *Mathematical Modelling of Weld Phenomena 6* 2002:997.
- [97] Feng Z, Babu S, Riemer B, Santella M, GROULD J, Kimchi M. Modeling of resistance spot welds: Process and performance. *Welding in the world* 2001;45:18.
- [98] Li YB, Lin ZQ, Hu SJ, Chen GL. Numerical analysis of magnetic fluid dynamics behaviors during resistance spot welding. *Journal of Applied Physics* 2007;101:10.
- [99] Dupuy T. *Simulation numérique du soudage par résistance*. vol. BM 7760.
- [100] Feulvarch É, Rogeon P, Carré P, Sibilis G, Bergheau J-M. Modélisation du soudage par point : définition des conditions interfaciales et validation expérimentale. *Mécanique & Industries* 2006;7:251.
- [101] Trinh NT. Modélisation du Comportement Thermomécanique et Métallurgique des Aciers. Ecole polytechnique, 2008.
- [102] Bergheau JM. Apports de la modélisation numérique pour l'optimisation des procédés de soudage. 2003.
- [103] Lai XM, Luo AH, Zhang YS, Chen GL. Optimal design of electrode cooling system for resistance spot welding with the response surface method. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 2009;41:226.
- [104] Yeung KS, Thornton PH. Transient thermal analysis of spot welding electrodes. *Welding Journal* 1999;78:1S.
- [105] Xu L, Khan JA. Nugget growth model for aluminum alloys during resistance spot welding. *Welding Journal* 1999;78:367S.
- [106] De A, Thaddeus MP, Dorn L. Numerical modelling of resistance spot welding of aluminium alloy. *Isij International* 2003;43:238.
- [107] Pennec F. Modélisation du contact métal-métal: application aux micro-commutateurs MEMS RF. 2009.
- [108] Wang SC, S. WP. Modeling dynamic electrical resistance during resistance spot welding. New York, NY, ETATS-UNIS: American Society of Mechanical Engineers, 2001.
- [109] Feulvarch E, Robin V, Bergheau JM. Resistance spot welding simulation: a general finite element formulation of electrothermal contact conditions. *Integration, The VLSI Journal* 2004;38:436.
- [110] Kerstens N, Richardson I. Heat distribution in resistance upset butt welding. *Journal of Materials Processing Technology* 2009;209:2715.
- [111] Monnier A, Froidurot B, Jarrige C, Meyer R, Teste P. A coupled-field simulation of an electrical contact during resistance welding. *Electrical Contacts - 2006. Proceedings of the 52nd IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*. Ieee, 2006. p.95.

- [112] Hamedi M, Eisazadeh H, Esmailzadeh M. Numerical simulation of tensile strength of upset welded joints with experimental verification. *Materials & Design* 2010;31:2296.
- [113] SYSWELD 2009 - Guide des fonctionnalités techniques. p.15.
- [114] Srikunwong C. Modélisation du procédé de soudage par points. 2005.
- [115] Rogeon P, Laraqi N. Modélisation du contact dissipatif. SFT 2009. Vannes, 2009.
- [116] Schmitt J, Fabregue P, Thomas B. Recristallisation Dynamique dans les aciers. *Le Journal de Physique IV* 1995;5:3.
- [117] Kanthal APM Datasheet.
- [118] Linder R. Les plans d'expériences: un outil indispensable à l'expérimentateur: Presses des Ponts, 2005.
- [119] MatWeb.
- [120] Bachelet E. High temperature materials for power engineering, 1990: proceedings of a conference held in Liège, Belgium, 24-27 September 1990: Kluwer Academic Publishers, 1990.
- [121] Orlich J, Rose A, Wever F, Eisenforschung M-P-If. Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle: Verl. Stahleisen, 1972.
- [122] Tool Steels for the Plastics Industry Buderus -Edelstahl.