HAL
open science

# Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600

Lionel Bouffier

## To cite this version:

Lionel Bouffier. Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600. Matériaux. Université de Grenoble, 2013. Français. NNT : 2013GRENI073 . tel-01202620

**HAL Id: tel-01202620**

**https://theses.hal.science/tel-01202620**

Submitted on 27 Mar 2018

**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.

UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

# THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par


## Lionel BOUFFIER


Thèse dirigée par **Yves BRECHET** et
codirigée par **Michel SUERY**

préparée au sein du **Laboratoire SIMAP groupe GPM2**
dans **l'École Doctorale Ingénierie – Matériau, Mécanique, Energétique, Environnement, Procédés et Production**

# Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600

Thèse soutenue publiquement le **04 Novembre 2013**,
devant le jury composé de :

**M . Michel BELLET**
Professeur, CEMEF, Sophia Antiplois, Rapporteur

**M . Frédéric DESCHAUX-BEAUME**
Maitre de Conférences (HDR), LMGC, Montpellier, Rapporteur

**M. Michel RAPPAZ**
Professeur, EPFL, Lausanne, Président

**M. Hervé COMBEAU**
Professeur, IJL, Nancy, Examinateur

**M. Yves BRECHET**
Professeur, SIMaP, Saint-Martin d'Hères, Directeur de thèse

**M. Michel SUERY**
Directeur de recherche CNRS, SIMaP, Saint-Martin d'Hères, co-Directeur de thèse

**M. Jean-Michel CARPREAU**
Docteur, LaMSID (UMR EDF-CNRS-CEA), Examinateur

*A mes proches et à ma famille qui m'ont toujours soutenu,*

*En mémoire de mes grands-parents*

*et de mon cousin Nicolas,*

"Science sans conscience n'est que ruine de l'âme."

[Rabelais]

"J'ai des questions à toutes vos réponses."

[Woody Allen]

# Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma reconnaissance à l'ensemble des membres du jury qui m'ont fait l'honneur de m'accorder un peu de leur temps et de leur attention. Merci à Michel Bellet, Professeur à l'Ecole des Mines Paritech, et à Frédéric Deschaux-Beaume, Maître de Conférence à l'Université de Montpellier II d'avoir accepté d'endosser la lourde tâche de rapporteur. Merci à Michel Rappaz, Professeur à l'EPFL (Lausanne, Suisse) pour la présidence du jury ainsi qu'aux examinateurs pour avoir pris le temps d'étudier mon travail.

Ce travail de thèse n'aurait pu être réalisé sans la collaboration entre le département MRI (Management des Risques Industriels) d'EDF R&D de Chatou (78) et le groupe GPM2 du laboratoire SIMaP (Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés) de l'Institut Polytechnique de Grenoble (38). Je tiens à remercier l'ensemble des responsables de ces deux entités qui m'ont fait confiance et ont permis la réalisation de mes travaux de thèse au sein de leurs laboratoires : Philippe Klein puis Didier Larrauri (EDF R&D, département MRI), Michel Pons (directeur du SIMaP), ainsi que les chefs de groupe EDF Frédéric Hasnaoui, Stéphane Fortier, François Billy, Sylvie Jahan et enfin Jean-Jacques Blandin (GPM2).

J'exprime ma profonde gratitude envers mes directeurs de thèse : Yves Bréchet et Michel Suery, deux piliers du monde de la métallurgie qui m'ont accordé leur confiance et m'ont fait bénéficier de leur savoir au cours de ces trois années. Merci Yves pour ces réunions souvent atypiques et généralement accompagnées d'un copieux repas. Merci Michel pour ta patience, ton écoute et le temps que tu m'as accordé. J'espère que le fait d'avoir retardé officieusement ton départ aura permis d'adoucir la transition entre ta vie active de chercheur et ta vie, active elle aussi, de "retraité". Cette thèse et moi-même te devons beaucoup.

Je remercie Jean-Michel Carpreau et Jean Anglès qui m'ont encadré côté EDF, respectivement sur les parties soudage et modélisation et sans qui la thèse n'aurait jamais eu lieu. Je suis également reconnaissant envers les différents stagiaires qui ont contribué à la partie modélisation de ma thèse : Gonghao, Qianqiang et pour finir Yi que j'ai beaucoup sollicité sur la fin de ma thèse.

Je tiens à associer à mes travaux de thèse Eric Maire et Jérôme Adrien du laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon pour leurs analyses en microtomographie X; Julien Zollinger de l'Ecole des Mines de Nancy ainsi que Catherine Tassin et Fanny Mas du SIMAP pour m'avoir aidé dans l'utilisation du logiciel Thermocalc. Je n'oublie pas non plus les membres de

l'équipe du CMTC, et plus particulièrement Frédéric Charlot, qui m'ont permis de réaliser quelques beaux clichés MEB de dendrites.

Un chaleureux merci à toute l'équipe du GPM2, permanents comme non permanents. Aux "anciens" qui m'ont bien dépanné : Franck et Matilde ("Quand on ne sait pas utiliser la polisseuse, on demande avant de s'en servir!!"), ainsi que Charles, Eliane et Bastien pour la transmission de leur savoir-faire sur les essais de traction à chaud d'alliages pâteux (alliages d'alu certes, mais pâteux quand même!), sans vous une bonne partie de mes essais n'aurait pu voir le jour. Marc pour ses conversations, Pierre pour l'installation (laborieuse, et foireuse) de linux sur mon pc et les explications sur les fondamentaux de la mécanique du solide, Gilles pour tout ce platine qui te vaudra peut-être une deuxième tasse TC-Direct, Claude Ghiotti et Claire Thomasson qui m'ont aiguillé dans le dédale des formalités administratives que j'affectionne tant, Luc, Georges etc...

Un merci sincère à tous les nouveaux arrivés avec et après moi, je pense en particulier à Achraf avec qui j'ai partagé les bons et les mauvais moments d'une dernière année de thèse, à Jérémy pour sa bonne humeur et son entrain communicatif, à Mathieu et ses décap's dédicacés, à Tungky (Good Luck my friend! You have never been that close to the end!), à Zilin, Damien, Anthony, Greg, Edouard, Pavel, etc... Merci aussi aux gens des autres groupes du SIMaP et du LEPMI avec qui j'ai eu la chance de sympathiser, à Manue qui a toujours boudé son bureau de la salle bleue, et à la team orga des week-end ski. Merci aussi Marie de m'avoir soutenu pendant une grosse partie de ces 3 années de thèse même si nos chemins ont été amenés à se séparer, je te souhaite tout le meilleur pour la suite.

Un grand merci également à l'équipe de Chatou (EDF) que j'ai pu côtoyer principalement au cours de ma première année de thèse. Je pense plus particulièrement à mes deux anciens collègues thésards Koffi (sacré Koffi!) et Damien, aux techniciens David et Alexandre à qui j'ai imposé un pénible polissage d'éprouvettes et qui ont mené une grosse partie des mes expériences de soudage, à Vincent Delalande pour ses conseils, à Françoise Massot, Françoise Talbot et Marianne Sleurs que j'ai sollicitées à de nombreuses reprises, y compris après ma thèse, à David A., à Leïla pour m'avoir initié aux fondamentaux de la pratique du soudage, à Jun et tous ceux que j'oublie...

Je ne saurais oublier La ba*ardz'Co (Colas, Antonin, Mel, Cha, les Sophies, Aurélie, les nouvelles recrues de Corenc, etc.. vous-mêmes vous savez!). Vous m'avez aidé à m'évader par moments, le Monténégro, l'Ardèche, Porto... prochaine escale à Disney ou à Pierrelatte! Une petite pensée pour la fine équipe des 400g relocalisée massivement en région parisienne, et la Famille qui s'agrandit d'année en année!

Enfin je remercie ma famille qui m'a toujours soutenu, et plus particulièrement ma mère qui a relu l'intégralité du manuscrit à la recherche de fautes d'orthographes qui auraient échapper à l'œil aiguisé de Michel, et l'ensemble de ceux qui se sont déplacés pour ma soutenance (et mon pot de thèse!), Christian, Patrick, Romain, ma grand-mère, Yves etc...

# Résumé

La fissuration à chaud de solidification qui est l'un des problèmes majeurs rencontrés dans le cadre du soudage pourrait être préjudiciable à la tenue en service de structures mécano-soudées. Ce phénomène correspond à la formation de fissures en fin de solidification sous l'effet des déformations induites par les contraintes thermiques et le retrait de solidification.

Ces travaux de thèse portent sur la modélisation de la fissuration à chaud dans un alliage base nickel en soudage TIG. L'objectif est de proposer une méthodologie permettant d'estimer le risque de fissuration dans l'Inconel 600. Pour cela des essais de soudage instrumentés en température ont été développés de manière à déterminer les conditions d'apparition et de propagation du défaut. Ces essais ont ensuite été modélisés dans l'optique d'établir un critère de fissuration fondé sur la déformation de l'alliage en fin de solidification, déformation qui ne peut être mesurée expérimentalement. La principale valeur ajoutée de cette étude réside dans le fait que le comportement viscoplastique du matériau utilisé lors de la modélisation a été déterminé expérimentalement de la température ambiante à la zone de transition pâteuse au moyen d'essais de caractérisation mécanique spécifiques. Les essais réalisés à l'état semi-solide pour des températures avoisinant 1400 °C ont notamment alimenté un modèle de zone cohésive permettant de modéliser la propagation des fissures.
Cette approche couplant expériences et modélisation a ainsi conduit à l'identification d'un critère de fissuration à chaud intrinsèque à l'Inconel 600.

# Table des matières

**INTRODUCTION** **1**

**CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE** **7**

**I.1 GENERALITES SUR LE SOUDAGE DES ALLIAGES BASE NICKEL** **7**
I.1.1 Les alliages base Nickel 7
I.1.2 Soudage des alliages base nickel 10
I.1.3 Propriétés des soudures 11
**I.2 PHENOMENE DE FISSURATION A CHAUD** **12**
I.2.1 Types de fissurations à chaud 12
I.2.2 Processus de solidification 13
I.2.3 Fissuration à chaud de solidification en soudage 14
**I.3 PARAMETRES INFLUENTS** **16**
I.3.1 Rôle des éléments chimiques 16
I.3.2 Influence de la structure cristalline (ferrite/austénite) 22
I.3.3 Répartition de liquide aux joints de grains 23
I.3.4 Redistribution de soluté dans le liquide 24
I.3.5 Microstructure 26
**I.4 CRITERES DE FISSURATION A CHAUD** **27**
I.4.1 Critères « phénoménologiques » 27
I.4.2 Critères « mécaniques » 34
I.4.3 Analyses et critiques des critères de fissuration 38
I.4.4 Bilan sur les critères 41
**I.5 ESSAIS DE FISSURATION A CHAUD EN SOUDAGE** **43**
I.5.1 Essais à chargement extérieur 43
I.5.2 Essais auto-contraints 48
I.5.3 Essais de criquabilité 55
I.5.4 Discussion sur les essais 56
**I.6 INTRODUCTION AUX MODELES DE COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX** **58**
I.6.1 Comportement mécanique de la phase solide 58
I.6.2 Modèles élasto-viscoplastiques 61
I.6.3 Modèles de comportement rhéologique à l'état pâteux 64
**I.7 SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE** **68**

**CHAPITRE II. ESSAIS DE FISSURATION EN SOUDAGE TIG 71**

**II.1 CHOIX DU TYPE D'ESSAI 72**
II.1.1 Rappel sur l'état de l'art 72
**II.2 EXPERIENCE 73**
II.2.1 Dispositif et protocole expérimental 73
II.2.2 Plan d'expériences 76
**II.3 RESULTATS ET DISCUSSION 78**
II.3.1 Comportement des fissures à chaud 78
II.3.2 Instrumentation thermique 86
II.3.3 Analyses métallurgiques 88
**II.4 CONCLUSION 98**

**CHAPITRE III. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE L'ALLIAGE A HAUTE TEMPERATURE ET EN ZONE DE TRANSITION PATEUSE 101**

**III.1 PRESENTATION DES ESSAIS 102**
III.1.1 Essais en phase solide 102
III.1.2 Essais en phase semi-solide 103
**III.2 DEVELOPPEMENT D'ESSAIS DE TRACTION EN ZONE PATEUSE A HAUTE TEMPERATURE 105**
III.2.1 Instrumentation en température 105
III.2.2 Géométrie de l'éprouvette 106
III.2.3 Dispositif de chauffage par induction 107
**III.3 ESSAIS DE TRACTION EN ZONE PATEUSE SUR L'INCONEL 600 108**
III.3.1 Chemin de solidification 109
III.3.2 Incertitudes de mesure (température - fraction de solide) 110
III.3.3 Démarche employée pour l'exploitation des résultats 111
III.3.4 Comportement en solidification 113
III.3.5 Comportement en refusion 120
III.3.6 Comparaison des essais en refusion et en solidification 129
III.3.7 Comparaison des microstructures obtenues en soudage et en traction à l'état semi-solide 130
III.3.8 Synthèse partielle sur les essais de traction à l'état semi-solide 132
**III.4 DEVELOPPEMENT D'ESSAI DE TRACTION A HAUTE TEMPERATURE EN PHASE SOLIDE 133**
III.4.1 Essais Gleeble 133
III.4.2 Essais de traction à chaud 135
**III.5 CONCLUSION 138**

**CHAPITRE IV. MODELISATION THERMOMECANIQUE ET CRITERE DE FISSURATION A CHAUD 141**

**IV.1 LOI DE COMPORTEMENT DE L'INCONEL 600 142**
IV.1.1 Choix du type de loi de comportement mécanique 142
IV.1.2 Identification des paramètres de la loi de comportement 146
**IV.2 MODELE THERMOMECANIQUE 155**
IV.2.2 Modélisation thermique 157
IV.2.3 Modélisation thermomécanique 164
**IV.3 CRITERE DE FISSURATION A CHAUD 170**
IV.3.1 Définition du critère choisi 170
IV.3.2 Résultats et analyse 172
**IV.4 CONCLUSION 179**

**CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 181**

**GLOSSAIRE ET NOTATIONS 185**

Glossaire 185
Notation 185

**RÉFÉRENCES : 189**

**ANNEXES : 201**

**1. COMPOSITION DES ALLIAGES 201**

**2. CALCULS THERMODYNAMIQUES 204**

**3. ESSAIS AUTO-BRIDES PRELIMINAIRES 209**

**4. DONNEES THERMOPHYSIQUES 214**

**5. RAPPORT SYNTHETIQUE DES ESSAIS GLEEBLE 216**

# Introduction

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet SPAR (Simuler Pour Anticiper les Réparations) développé au sein du département du Management des Risques Industriels (MRI), EDF R&D Chatou. Dans le cadre des études sur la maîtrise de la durée de fonctionnement des centrales, EDF instruit les conséquences mécaniques et métallurgiques des procédés susceptibles d'être utilisés sur le parc en exploitation. Ce projet propose notamment une approche multiphysique du soudage avec pour objectif de développer des modèles numériques répondant aux besoins spécifiques du soudage. Les outils de simulation développés permettront d'anticiper les conséquences du soudage (contraintes résiduelles, sensibilité à la fissuration, etc.) et donc d'identifier les zones potentiellement sensibles à l'apparition de défauts lors du procédé ou ultérieurement en service. La modélisation numérique vient en appui à la phase de qualification en permettant son optimisation et une meilleure compréhension des phénomènes physiques.

Dans le cadre du projet SPAR, deux autres thèses ont été menées parallèlement à celle-ci dans l'optique de proposer une modélisation multiphysique du procédé de soudage à l'arc. La première thèse porte sur la modélisation du plasma d'arc (D. Borel, partenariat EDF R&D / CORIA, Université de Rouen). L'objectif est d'identifier les échanges thermiques du plasma vers la pièce à souder en s'appuyant sur une étude approfondie des interfaces plasma/solide. La seconde thèse traite la modélisation du bain de fusion (K. Koudadje, partenariat EDF R&D / IUSTI, Université de Marseille). Elle considère de nombreux phénomènes physiques qui entraînent des mouvements de convection au sein de l'alliage fondu comme l'effet Marangoni (lié au gradient de tensions de surface), ou les forces de Lorentz (de type électromagnétique), ce qui permet d'obtenir des informations précises sur la forme du bain et les champs thermiques induits par le procédé de soudage. Ces deux approches complémentaires qui intègrent la prise en compte des principaux phénomènes physiques rencontrés en soudage relèvent de la mécanique des fluides.

Les présents travaux s'inscrivent dans un autre module du projet SPAR qui vise à prédire la formation de défauts susceptibles d'apparaître lors du procédé (fissuration à chaud et fissuration à froid). Ce module comprend deux thèses qui considèrent dans leur approche numérique le procédé de soudage comme une source thermique équivalente induisant des chargements mécaniques (déformations, contraintes résiduelles etc…) susceptibles de provoquer l'apparition des défauts. Les phénomènes physiques mis en œuvre lors du soudage (entraînant des mouvements de matière convectifs dans le bain de fusion) ne sont pas directement pris en compte. Les calculs thermomécaniques effectués dans ce cadre sont

réalisés au moyen de *Code_Aster*, code libre de mécanique du solide développé par EDF.

Nous nous intéressons ici à un problème largement étudié dans la littérature concernant le soudage d'alliages de type austénitique (aciers inoxydables et alliages base Nickel): la fissuration à chaud de solidification. Ce phénomène correspond à la formation de fissures en fin de solidification sous l'effet des déformations induites par les contraintes d'origine thermique et le retrait de solidification.

Le soudage TIG (Tungsten Inert Gas), présenté Figure 1, est un procédé de soudage à l'arc largement utilisé dans l'industrie en général, et plus particulièrement dans l'industrie nucléaire. Cette technique permet d'obtenir des cordons de soudure de bonne qualité et peut être rapidement mis en œuvre. Il n'y a pas de transfert de métal dans l'arc ce qui contribue à l'obtention d'un bain de fusion calme et à l'absence de projections, contrairement à ce qui peut être observé avec d'autres procédés (ex : le soudage MIG-MAG). Le principe est le suivant : une différence de potentiel est appliquée par un générateur entre la pièce à souder (anode) et une électrode non fusible (cathode), généralement en Tungstène. Un arc électrique peut alors être créé (amorçage par contact électrode-pièce ou à haute fréquence), provoquant localement la fusion de la pièce. La protection de la pièce soudée est généralement assurée par un flux d'argon (on peut également utiliser d'autres gaz inertes comme l'hélium) qui permet également de canaliser le plasma de l'arc vers la pièce.

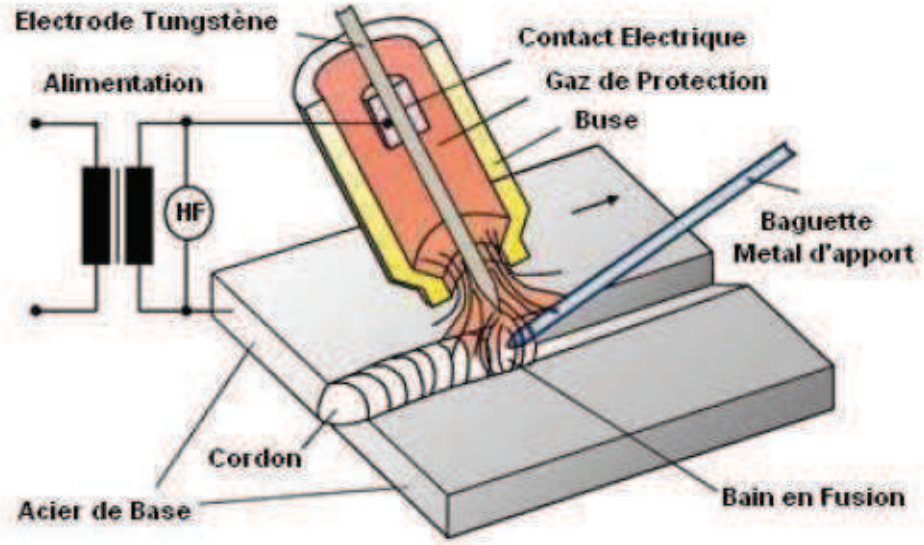



*Figure 1: Schéma du principe du soudage TIG avec métal d'apport*

Le matériau qui sera étudié dans le cadre de cette thèse est un alliage de Nickel : l'Inconel 600. Ce matériau a été largement utilisé dans l'industrie nucléaire jusqu'aux années 80 du fait de sa forte résistance à la corrosion dans des milieux contraignants (notamment à haute température et en milieu aqueux) et de ses bonnes caractéristiques mécaniques. C'est un alliage Ni-Cr-Fe purement austénitique qui ne subit aucun changement de phase lors de son refroidissement mais qui est sensible au risque de fissuration à chaud en soudage TIG (Figure 2).

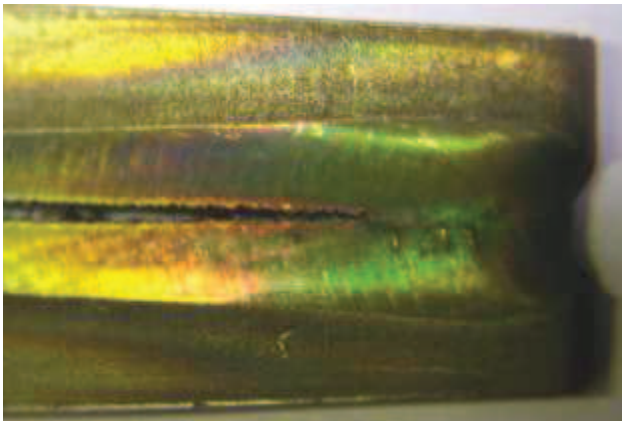


*Figure 2: Image de fissuration à chaud apparue en soudage TIG sur une tôle fine d'Inconel 600*

L'objectif de cette thèse est de proposer une méthodologie permettant d'estimer le risque d'apparition de fissuration de solidification dans l'Inconel 600. Pour cela, des essais de soudage permettant de déterminer les conditions d'initiation et de propagation du défaut ont été développés. Ces essais sont ensuite modélisés dans l'optique d'établir un critère de fissuration fondé sur la déformation transversale de l'alliage (perpendiculaire à l'axe de soudage) en fin de solidification, déformation qui ne peut être mesurée expérimentalement.

La principale valeur ajoutée de ces travaux est que le comportement thermomécanique du matériau a été déterminé expérimentalement de la température ambiante à la zone de transition pâteuse puis intégré au modèle numérique. Les études précédentes visant à prédire l'apparition de fissuration à chaud en couplant des essais de soudage à de la modélisation thermomécanique utilisent généralement une loi de comportement extrapolée à partir d'essais réalisés à moyenne et haute températures. Ces essais excèdent rarement 1150 °C et n'incluent jamais la zone pâteuse pour des alliages à haut point de fusion (>1300 °C).

Le premier chapitre est une étude bibliographique présentant tout d'abord les alliages de nickel, puis le phénomène de fissuration à chaud. Une fois exposés les mécanismes mis en œuvre lors de l'apparition de fissures à chaud de solidification, nous aborderons les paramètres influents puis les principaux critères de fissuration issus de la littérature. Les

essais permettant l'établissement des critères seront ensuite présentés avant d'introduire les bases de différents modèles de loi de comportement.

Le chapitre II portera sur le dispositif de soudage expérimental instrumenté en température développé dans l'optique de provoquer et d'étudier les fissures à chaud de solidification. L'objectif est d'aboutir à un essai de soudage simple à mettre en œuvre tout en permettant d'identifier l'influence des paramètres de soudage. L'idée est également de pouvoir facilement modéliser l'essai en vue de déterminer un critère de fissuration résultant de calculs thermomécaniques. La présentation des résultats obtenus appuyée par une analyse métallurgique, mettra en évidence l'influence de certains paramètres de soudage sur l'évolution du défaut au sein du matériau étudié.

Le troisième chapitre sera consacré aux essais mécaniques visant à identifier le comportement de l'Inconel 600 de la température ambiante à des températures allant au-delà du solidus de l'alliage. Des essais Gleeble (menés parallèlement à l'Université de Bretagne Sud) permettront d'établir une loi de comportement jusqu'à 1250°C. Ces essais seront complétés par des essais de traction à chaud jusqu'à la zone pâteuse afin de caractériser l'alliage dans le domaine où il est sensible à la FAC.

Le quatrième et dernier chapitre abordera la modélisation du phénomène de fissuration à chaud en se basant sur les résultats expérimentaux obtenus. Les essais de caractérisation présentés dans le chapitre III conduiront à l'identification des paramètres des modèles de comportement mécanique choisis (loi de comportement élasto-viscoplastique, modèle d'éléments cohésifs). Le modèle thermique sera établi sur les résultats de l'instrumentation en température des essais de soudage. Enfin, la modélisation thermomécanique des essais de soudage conduira à l'établissement d'un critère de fissuration en déformation plastique transversale.

# Chapitre I. Etude bibliographique

Ce chapitre présentera dans un premier temps les alliages de nickel et les mécanismes mis en jeu lors du phénomène de fissuration à chaud. Les principaux critères de fissuration qui ont été développés dans la littérature seront ensuite exposés dans l'optique de poser les bases de notre étude portant sur la modélisation du défaut. La détermination de ces critères se fonde généralement sur des essais expérimentaux visant à caractériser la soudabilité des alliages. Divers essais seront alors présentés en mettant l'accent sur des essais de type auto-bridés. Enfin, un état de l'art sur des modèles de comportement mécanique des matériaux à chaud et en zone de transition pâteuse sera présenté.

## *I.1 Généralités sur le soudage des alliages base Nickel*

### I.1.1 Les alliages base Nickel

Les alliages base Nickel constituent une des plus importantes classes de matériaux métalliques utilisés dans l'industrie nucléaire, aéronautique et chimique. On les retrouve principalement dans des milieux très contraignants. Ce sont des alliages qui possèdent une excellente résistance à la corrosion en milieu aqueux et à haute température tout en offrant des caractéristiques mécaniques élevées comparables à celles des aciers inoxydables. Ils ont une structure austénitique de la température de solidus au zéro absolu, ce qui leur confère des caractéristiques matériaux intéressantes dans une large gamme de température. De plus, les éléments d'alliages tels que le Cr, le Mo et le Cu permettent d'obtenir une augmentation de leur température de fluage ce qui fait que certains alliages peuvent être utilisés à des températures de plus de 800 °C là où les aciers inoxydables austénitique atteignent difficilement 600 °C et les aciers au carbone 400 °C [1].

On distingue plusieurs grandes familles d'alliages dont les deux principales sont présentées Figure 3 (a). Parmi elles, les solutions solides de Nickel (ou alliages à durcissement par effet de soluté [2]) concernent les alliages tels que le Ni-Cu où les éléments sont isomorphes ce qui induit une « solubilité complète à l'état solide » entre eux, il n'existe donc qu'une seule phase

dans l'alliage. L'ajout d'éléments (comme par exemple le molybdène) augmente la résistance mécanique du matériau. Ces alliages offrent généralement une très bonne résistance à la corrosion, une bonne soudabilité et des caractéristiques mécaniques très correctes.

Les alliages à durcissement structural tels que l'Inconel 718 présentent de meilleures propriétés mécaniques tout en gardant leur caractère inoxydable. Ils entrent ainsi dans la gamme des super-alliages. Ils contiennent des éléments d'addition comme le Ti, l'Al et/ou le Nb qui permettent d'obtenir des précipités durcissants cohérents avec la matrice austénitique suite à un traitement thermique spécifique. Les précipités les plus communs sont γ' ($Ni_3Al$, $Ni_3Ti$ et $Ni_3(Ti,Al)$) et γ'' ($Ni_3Al$) [3]. Ils permettent d'assurer au matériau une meilleure tenue au fluage en s'opposant au déplacement des dislocations.

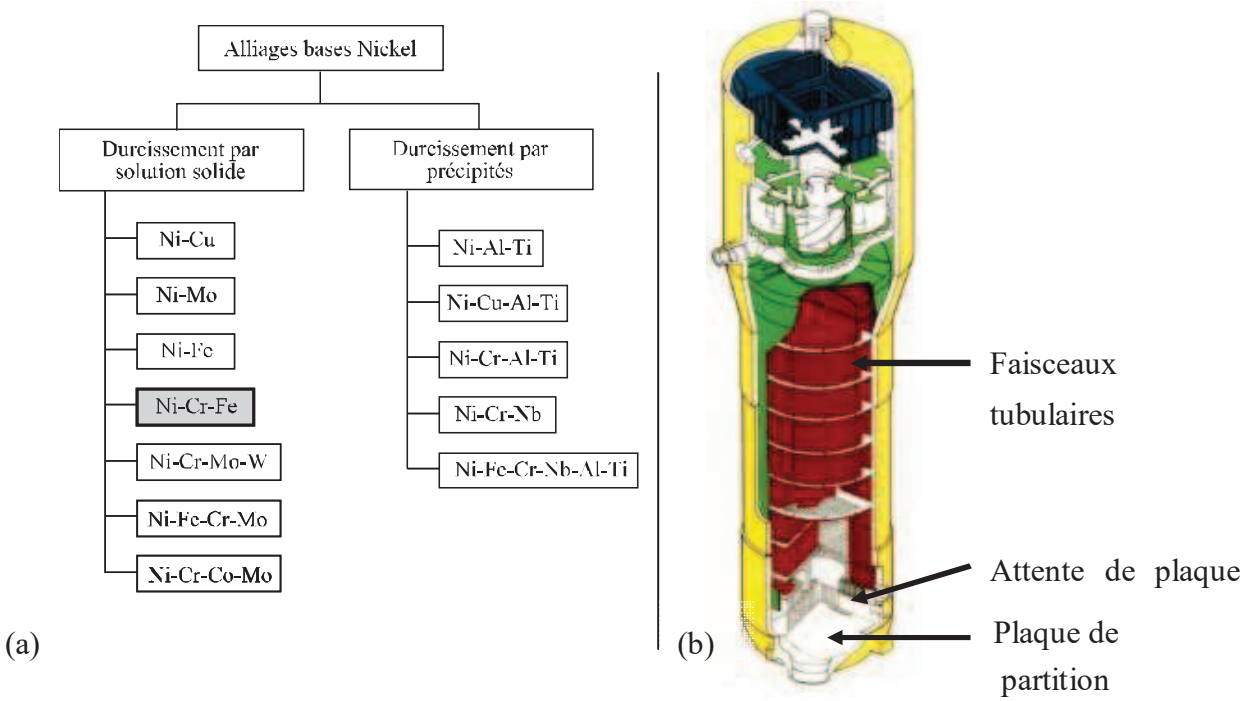



*Figure 3: (a) Classification des principaux alliages base Nickel* [3] *, (b) Schéma d'un générateur de vapeur et de ses pièces en Inconel 600* [4]

Les deux principales marques déposées pour les alliages base Nickel sont INCO et HASTELLOY. L'alliage que nous allons étudier ici est l'INCONEL 600, un alliage Ni-Cr-Fe (Figure 3 (a)) purement austénitique qui contient environ 15%pds de chrome et 8%pds de fer. On y trouve également d'autres éléments d'addition en faibles teneurs (inférieures à 0.5 %pds) tels que le manganèse, le silicium, le titane ou encore l'aluminium. Ces deux derniers sont utilisés pour désoxyder et dénitrurer les alliages lors des procédés d'élaboration [2]. Cet alliage peut contenir des carbures de type $M_7C_3$ et $M_{23}C_6$ qui précipitent à la fois dans les grains et dans les joints de grains. Au dessus de 600°C la formation de carbures de chrome

peut jouer un rôle dans le blocage des dislocations. Au-delà de 950 °C, ces précipités sont remis en solution.

L'INCONEL 600 a notamment connu une très forte hausse de la demande de la fin des années 50 jusqu'à la fin des années 70 dans le cadre de l'important développement des réacteurs nucléaires durant cette période [4]. Il a été utilisé par exemple pour les pénétrations des couvercles et des fonds de cuve de réacteurs à eau pressurisée (REP), ainsi que dans les générateurs de vapeur : plaque de partition, faisceaux tubulaires, attentes de plaques (Figure 3 (b)). Dans l'industrie nucléaire, l'Inconel 690 plus chargé en chrome (30%pds au lieu de 15% pds) est actuellement utilisé en remplacement de l'Inconel 600 du fait de sa plus grande résistance à la corrosion sous contrainte [5]. Le choix du matériau d'étude de cette thèse s'est porté sur l'Inconel 600 qui présente l'avantage de ne pas avoir d'importantes quantités de carbures de chrome. Par conséquent il est peu exposé à une potentielle chute de ductilité lors du procédé de soudage et l'on peut étudier son mécanisme de solidification sans que les informations (microstructures) qui en découlent ne soient perturbées au cours du refroidissement (absence de transformation de phase à l'état solide).

La Figure 4 représente le diagramme de projection du liquidus pour le ternaire Ni-Cr-Fe. Les alliages base nickel industriels à effet de soluté de type Ni-Cr-Fe comme ici l'Inconel 600 se situent généralement dans la zone entourée en pointillés (fortes teneurs en Ni et entre 10 et 30 % pds de Cr).

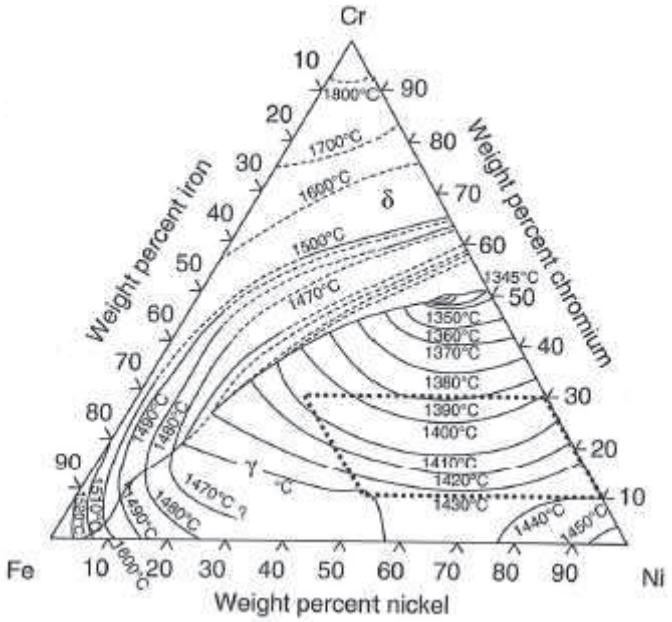



*Figure 4: Projection des surfaces de liquidus du ternaire Ni-Cr-Fe* [3]

### I.1.2 Soudage des alliages base nickel

Le Nickel est un métal à structure cubique à faces centrées qui ne subit pas de changement allotropique à l'état solide au cours de son refroidissement. Cette structure cristallographique est conservée par les alliages base nickel, ce qui leur confère une grande ductilité à toutes températures (excepté au niveau des « lacunes de ductilité » à haute températures). La métallurgie des alliages base nickel a de nombreux points communs avec celle des aciers inoxydables austénitiques du fait de leur structure cristalline voisine. Tous les procédés conventionnels de soudage à l'arc peuvent être utilisés avec le nickel même si cela requiert parfois des précautions particulières, notamment avec les alliages à durcissement structural [1–3].

Les problèmes les plus fréquemment observés lors du soudage des bases nickel sont la fissuration à chaud en zone fondue (ZF) et dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) dont la principale origine réside dans la présence d'impuretés telles que le soufre, le phosphore ou le plomb. Il a également été observé des problèmes de porosité qui seraient dus à la présence d'azote [1] et à l'oxydation. Par conséquent il est important d'assurer une bonne protection gazeuse de la zone soudée. L'utilisation d'un métal d'apport contenant du Mn, de l'Al et du Ti réduit généralement ce genre de désagréments. Une autre caractéristique notable du soudage de l'Inconel est la faible pénétration du bain de fusion, inférieure à ce qui est observé dans les aciers inoxydables [6]. Il est recommandé de ne pas avoir de tôle de plus de 2mm d'épaisseur pour un soudage bout à bout sans préparation préalable de type entaille en V ou en U [1]. De plus, les bains liquides des alliages de nickel sont connus pour être visqueux et s'étaler difficilement, contrairement à ce qui est observé lors du soudage des aciers. Cette caractéristique ne peut pas être compensée par un apport thermique plus important qui conduirait à des pertes importantes en éléments désoxydants [1]. Préchauffer la pièce n'est pas nécessaire pour le soudage si la température ambiante est supérieure à 5°C. En cas de températures inférieures, un préchauffage modéré est conseillé afin d'éviter une éventuelle condensation pouvant conduire à l'apparition de porosité en zone fondue [1].

Certains alliages de nickel sont utilisés en tant que métal d'apport pour souder des métaux différents entre eux. Le coefficient de dilatation thermique de ces alliages est compris entre celui des aciers austénitiques et celui des aciers ferritiques, ce qui les rend moins sensibles aux cycles thermiques. Les métaux d'apport associés à l'Inconel 600 sont les Inconel 82 et 182 qui correspondent respectivement au soudage TIG en fil plein et au soudage à l'électrode enrobée. Leurs compositions sont définies dans le Tableau 1.

*Tableau 1 : Compositions chimiques spécifiées pour les alliages de nickel de type 600 et les métaux d'apport associés (82 et 182)* [3]

| *Eléments (%pds)* | *Alliage 600* | *Alliage 82 (fil massif)* | *Alliage 182 (électrode enrobée)* |
|---|---|---|---|
| C | 0.10 | 0.10 | 0.10 |
| Si max | 0.50 | 0.50 | 1.00 |
| Mn max | 1.00 | 2.50 à 3.50 | 5.0 à 9.5 |
| P max | 0.025 | 0.03 | 0.03 |
| S max | 0.015 | 0.015 | 0.015 |
| Cr | 14.00 à 17.00 | 18.00 à 22.00 | 13.00 à 17.00 |
| Ni | 72.00 min | 67.00 min | 59.00 min |
| Cu max | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| Ti max | 0.50 | 0.75 | 1.00 |
| Fe | 6.00 à 10.00 | 3.00 max | 6.00 à 1.00 |

### I.1.3 Propriétés des soudures

Contrairement aux alliages base nickel à durcissement structural qui doivent subir des traitements thermiques pour améliorer leurs propriétés, les solutions solides de nickel comme l'Inconel 600 ne sont pas dégradées de façon significative lors du soudage. Cependant les ségrégations observées lors de la solidification dans une phase austénitique sont loin d'être négligeables et peuvent amener à des variations locales de composition à l'échelle des grains. En effet, les impuretés et le soluté sont généralement mesurés en forte concentration au niveau des joints de grains ce qui peut conduire à la formation de films intergranulaires à bas point de fusion. Ce type de phénomène favorise grandement l'apparition de défauts comme la fissuration à chaud. Les alliages de type Ni-Cr-Fe comme l'Inconel 600 et le métal d'apport 82 sont susceptibles de présenter ce type de défauts [7–10].

## *I.2 Phénomène de fissuration à chaud*

Lors du soudage TIG (Tungsten Inert Gas), les microségrégations et les chargements thermiques induits par le procédé peuvent conduire à l'apparition de fissurations à chaud. Nous allons nous intéresser aux différentes natures de ces défauts ainsi qu'aux mécanismes mis en jeu.

### I.2.1 Types de fissurations à chaud

On distingue 3 types de fissuration à chaud, classés selon leurs mécanismes d'apparition [11] :

- **La fissuration de solidification** qui constitue le cas de notre étude. Les fissures apparaissent en fin de zone pâteuse pour des fractions de solide élevées dans le cordon de soudure. Ce défaut correspond à l'ouverture irréversible, sous l'effet des contraintes induites par le soudage, d'espaces interdendritiques encore non solidifiés que le liquide ne peut combler.

- **La fissuration de liquation** qui apparaît dans la ZAT. Ce phénomène est fréquemment observé lors de réaffectations thermiques comme dans le cas du soudage multi-passes. Les fissures sont dues à la fusion de phases à bas point de fusion à une température inférieure à la température de solidus macroscopique de l'alliage considéré. Le liquide va alors pénétrer les joints de grains entraînant leur liquation et leur fissuration sous l'effet du retrait au cours du refroidissement. Ce mécanisme est comparable à celui du phénomène de « fragilisation par les métaux liquides » [12–14]. La présence de ces phases eutectiques est due à la microségrégation d'éléments à bas point de fusion dans la ZAT, conséquence de l'apport thermique du soudage.

- **La fissuration par chute de ductilité** (« Ductility-Dip Cracking » en anglais) susceptible de survenir dans des alliages hautement chargés, tels que l'Inconel 690 (30% pds de chrome). Ce phénomène qui se produit à l'état solide se traduit par la chute de ductilité après soudage d'un alliage à l'état solide pour un intervalle de température généralement étroit, compris entre la moitié de sa température de fusion et le solidus. Le métal se retrouve alors dans l'incapacité de supporter une déformation significative, ce qui peut conduire à la formation de fissures. Les mécanismes menant à l'apparition de cette chute de ductilité sont aujourd'hui encore peu connus et les explications divergent suivant les auteurs [15–17].

### I.2.2 Processus de solidification

La présente étude porte sur la **fissuration à chaud de solidification** lors du soudage à l'arc de l'Inconel 600. Afin de mieux cerner le phénomène, nous allons détailler les différentes étapes observées lors de la solidification. Au cours du soudage TIG avec des paramètres de soudage classiques (par exemple : intensité ~130 A, tension ~10V, vitesse de soudage ~ 4 mm/s), nous sommes dans le cas de croissance de dendrites colonnaires. Le processus de solidification à l'arrière du bain de fusion peut se décomposer en quatre étapes (Figure 5) présentant des comportements différents vis-à-vis des sollicitations thermomécaniques :

- **Le premier stade** correspond au domaine de formation de dendrites primaires entre lesquelles le liquide circule facilement (Région 1). La phase solide est dispersée et la phase liquide est continue.

- Au cours de l'avancée de la solidification, les dendrites primaires croissent jusqu'à entrer en contact les unes avec les autres et former un réseau solide cohérent. On arrive au **stade 2** (région 2). On définit la température du début de formation de ce squelette solide comme la température de cohérence [18]. Elle correspond à une **fraction de solide dite de cohérence** qui est de l'ordre de 0.6 (Figure 5). Les phases solide et liquide sont continues mais la perméabilité reste suffisante pour que le liquide puisse encore circuler librement dans le réseau solide en cours de formation et ainsi accommoder les déformations.

- La solidification se poursuit avec la croissance des dendrites primaires et secondaires qui vont jusqu'à réduire fortement voire fermer les canaux interdendritiques (région 3) faisant chuter la perméabilité du réseau solide (Figure 6). Le liquide résiduel ne peut donc plus circuler et accommoder les déformations. La fraction de solide associée est comprise entre 0.80 et 0.90 suivant les cas de figure et les auteurs [19], [20].

- Au dernier stade de la solidification, il y a formation de ponts solides interdendritiques qui confèrent au squelette solide les propriétés mécaniques suffisantes pour supporter les déformations engendrées par le soudage. On atteint la **fraction de coalescence** qui, suivant les alliages et les sources, est estimée entre 0.94 et 0.99 [19–21]. L'alliage continue ensuite à se solidifier et se renforcer jusqu'à atteindre 100% de phase solide.

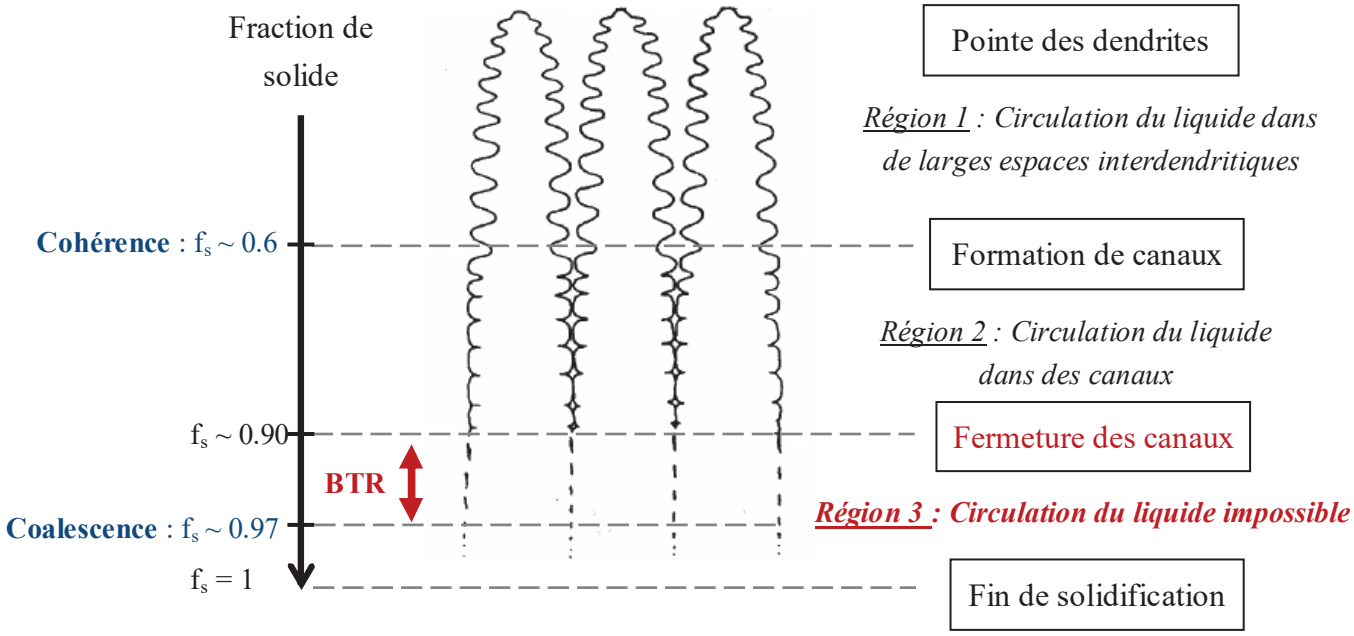



*Figure 5: Schéma illustrant les différentes étapes de la solidification sous forme de dendrites colonnaires*

### I.2.3 Fissuration à chaud de solidification en soudage

Dans la première région (Figure 5), il n'y a pas de cohésion ou de réseau solide continu du fait de la forte fraction de liquide, il ne peut donc pas se déformer. Dans la région 2, les sollicitations thermomécaniques engendrées par le soudage commencent à s'exercer sur la structure solide devenue continue qui peut donc transmettre les efforts. A ce stade, elles sont accommodées par le déplacement du liquide qui circule librement.

**La région 3 inclut la zone sensible à la fissuration à chaud** : la perméabilité de la zone pâteuse chute (Figure 6), bloquant alors la circulation de liquide dans les canaux. Il ne peut donc plus y avoir accommodation des déformations par mouvement de liquide. Le réseau solide n'a pas encore coalescé et ne possède pas les caractéristiques mécaniques suffisantes pour résister convenablement à de fortes sollicitations comme celles occasionnées lors du soudage, ce qui peut conduire à l'apparition de fissures. On appelle ce domaine de température correspondant à l'intervalle de fragilité de l'alliage le **BTR** (« Brittle Temperature Range »[22], Figure 5). Cet intervalle de fragilité se termine au niveau de la fraction solide de coalescence à partir de laquelle le matériau devient suffisamment résistant aux déformations imposées par le procédé de soudage.

Les températures (ou fractions de solide) de cohérence et de coalescence restent difficiles à déterminer. Elles varient de façon non négligeable suivant les auteurs et les alliages. De nombreux facteurs interviennent que ce soit au niveau du mode de solidification ou de la répartition du liquide dans le milieu interdendritique (I.3). Une approche expérimentale implique de devoir réaliser des essais sur un alliage à l'état pâteux et d'estimer un

changement de comportement mécanique pouvant marquer une transition de type cohérence ou coalescence. Ce type d'expérience sur des alliages semi-solides reste complexe à mettre en œuvre, car il faut contenir le matériau pâteux (voire liquide s'il y a fusion complète de l'alliage avant l'essai) sur lequel on exerce un chargement mécanique (contrainte ou déformation). Giraud [18] a étudié le comportement d'alliages d'aluminium en cours de solidification ce qui a conduit à la détermination d'une fraction solide de cohérence de 0.90 et d'une fraction solide de coalescence de 0.97 (Figure 6 (b)).

Ces expériences sont plus complexes (et plus rares) pour les alliages à haut point de fusion (~1400 °C) qui excluent l'utilisation d'alliages « classiques » (comme les aciers) au contact direct avec le milieu pâteux voire liquide. Comme nous le verrons par la suite (I.4), le choix de ces valeurs de températures ou de fraction solide peut avoir un impact non négligeable sur de nombreux modèles destinés à évaluer le risque de fissuration à chaud.

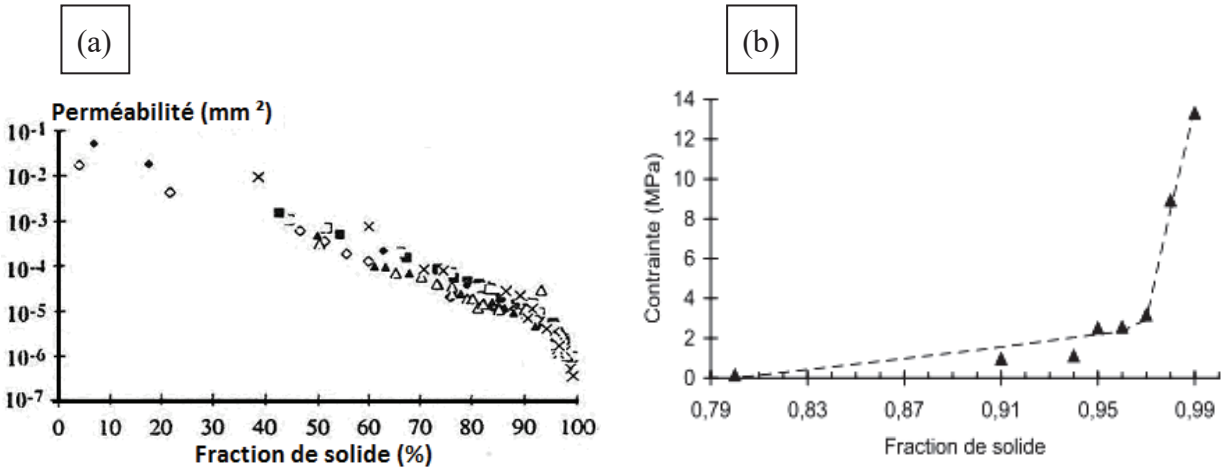



*Figure 6 : (a) Evolution de la perméabilité en fonction de la fraction de solide pour des aciers* [23], *(b) Evolution de la contrainte maximale mesurée en traction sur un alliage d'aluminium 6061 en cours de solidification (essais isotherme)* [18]

Les principales contraintes observées au cours du procédé de soudage sont celles dues au retrait de solidification (conséquence de la différence de densité entre le liquide et le solide) et aux contraintes thermiques (contractions et dilatations de la pièce). Ce sont ces contraintes qui engendrent les déformations en traction sur l'alliage en fin de solidification et qui provoquent l'apparition de fissuration à chaud. Dans le cadre du retrait, on définit le facteur de contraction ainsi :

$$\beta = \frac{\rho_S}{\rho_L} - 1 \qquad I.1$$

Avec $\rho_S$ et $\rho_L$ respectivement les masses volumiques du solide et du liquide. Les contraintes et les déformations thermiques sont fonction des paramètres de soudage et de la géométrie de la pièce.

## *I.3 Paramètres influents*

Le comportement d'un alliage vis-à-vis de la Fissuration à Chaud (FAC) est contrôlé par l'ensemble des paramètres influant sur la répartition de la phase liquide lors de la solidification ainsi que sur la résistance mécanique du réseau solide en construction. Il existe de nombreux facteurs interdépendants intervenant dans ce phénomène :

- **La composition** du matériau qui influe directement sur son intervalle de solidification, la redistribution de soluté dans le liquide (microségrégation, rétrodiffusion), la formation de précipités et d'eutectiques à bas point de fusion en milieu interdendritique, la taille des grains (éléments inoculants favorisant la nucléation des grains), la mouillabilité du solide par le liquide, la viscosité du liquide résiduel …

- **Les paramètres de soudage** (intensité, tension, vitesse, bridage) qui ont une conséquence directe sur les champs de déformations et de températures du milieu pâteux et affectent fortement les conditions de solidification. La quantité de chaleur apportée ou la vitesse de solidification agissent non seulement sur le chargement mécanique de la zone pâteuse mais également sur des aspects plus métallurgiques comme l'intervalle de solidification ou la redistribution de soluté dans le liquide. C'est sur l'impact de ces paramètres « extérieurs » que porteront les essais de soudage réalisés dans le cadre de cette thèse.

➔ **La combinaison de ces deux types de paramètres conditionne l'évolution de microstructure** développée au cours de la solidification, microstructure qui elle aussi influe sur la sensibilité d'un alliage à la fissuration à chaud (grains équiaxes qui facilitent l'écoulement, taille des dendrites/grains …).

Nous nous focaliserons dans cette partie principalement sur le rôle des différents éléments d'addition dans le comportement du matériau puis nous aborderons l'impact de la répartition du liquide aux joints de grains, de la redistribution du soluté et enfin de la microstructure.

### I.3.1 Rôle des éléments chimiques

L'ensemble des auteurs s'accorde sur le fait que le phénomène de fissuration à chaud est intimement lié à la présence des éléments d'addition qui ont tendance à augmenter l'intervalle de solidification et donc la zone de fragilité de l'alliage en fin de zone pâteuse [3], [22], [24–26]. Un métal pur, qui passe donc directement d'un état complètement liquide à un état complètement solide présente moins de risque de fissuration à chaud. L'exemple du métal « Ni-270 » illustre bien ce cas (Figure 9) : il s'agit de nickel quasiment pur sur lequel un essai Varestaint classique n'entraîne l'apparition d'aucune fissure [27]. Ceci est observé malgré le

fait que l'essai Varestraint est connu pour être un essai très contraignant sensé provoquer systématiquement des fissures au sein du matériau étudié ; il sera présenté par la suite (I.5.1.1).

Il faut mentionner que l'influence de chacun des éléments d'addition est fortement dépendante de la teneur de l'élément en question et de la présence d'autres éléments avec lesquels il pourrait former une autre phase ou des précipités. Un exemple portant sur des alliages d'aluminium illustre cette dépendance avec ses courbes de sensibilité en lambda (Figure 7). L'effet du Mg et du Si dépend fortement de leur concentration, ainsi que de celles des autres éléments présents. Il est donc difficile de considérer les éléments indépendamment les uns des autres. De plus certains éléments comme le Nb, peuvent à la fois avoir un effet positif (cf I.3.1.3 : mécanisme d'auto guérison [28]) et négatif (augmentation de l'intervalle de solidification) dans les alliages base nickel. Les mécanismes mis en jeux sont interconnectés, complexes et peu maîtrisés. Il est donc important d'avoir un point de vue critique sur les rôles des éléments et les mécanismes mis en jeu. Après avoir étudié l'impact potentiel des principaux éléments d'addition de l'Inconel 600 (Fe, Cr), nous étudierons les éléments qui favorisent la fissuration à chaud et enfin ceux dont les effets sont moins marqués dans les alliages de type Ni-Cr-Fe et certains aciers inoxydables, dont le comportement est comparable.

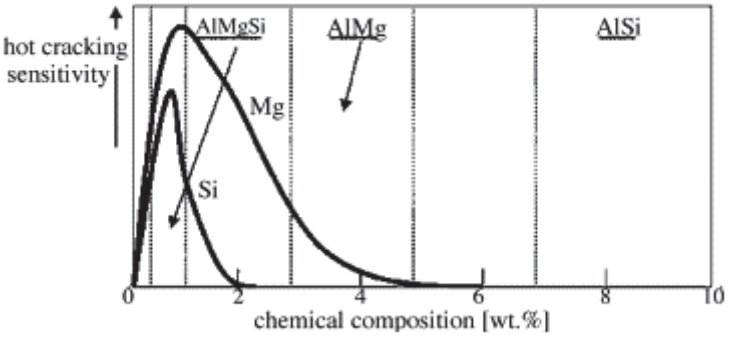



*Figure 7 : « Courbes en lambda » : sensibilité à la fissuration à chaud d'alliages d'aluminium en fonction de la teneur en Mg et Si* [29]

### I.3.1.1 Principaux éléments d'addition

La teneur en **fer** n'a pas d'influence majeure sur les phénomènes de fissuration à chaud dans les alliages austénitiques. Certains auteurs ([28], [30]) considèrent qu'il favorise la formation de phases de Laves dans les régions interdendritiques des alliages base nickel et a donc un effet plutôt négatif sur les alliages. Maroef [30] affirme que le fer réduit la déformation critique à laquelle apparaît la fissuration à chaud et donc fragilise l'alliage. Cependant cet élément ségrége vers la phase solide ce qui signifie qu'il tend à diminuer l'intervalle de

solidification et donc à réduire la zone sensible à la fissuration à chaud.

Le **chrome** est considéré comme un élément ségrégeant très faiblement vers l'espace interdendritique. Cependant la littérature ne lui attribue pas une influence néfaste favorisant l'apparition de fissuration à chaud [31].

### I.3.1.2 Le rôle du soufre, du phosphore et du bore et autres éléments minoritaires favorisant fortement la FAC

Les éléments S, P et B sont en général présents en infimes quantités (quelques dizaines de ppm) dans les alliages de type austénitique. Ils sont souvent associés dans leur rôle néfaste vis-à-vis de la sensibilité à la FAC et des critères empiriques dépendant de la somme de leurs concentrations ont été définis. Par exemple pour les aciers, Kujanpaa [32] affirme que pour qu'il n'y ait pas de risque d'apparition de fissure, il faut que la somme des teneurs en soufre et en phosphore soit inférieure à 0.01% pds. En 1978, s'inspirant des travaux de Delong et Lundin [33], Brooks et al. [34], [35] ont conçu un diagramme qui permet de classer les effets de la somme des teneurs en phosphore et en soufre sur la sensibilité à la fissuration des aciers inoxydables (Figure 8). Nous verrons par la suite que le type de structure cristalline (ferrite δ et/ou austénite) joue un grand rôle dans la fissuration à chaud). Suutala [36] a ensuite proposé un diagramme s'inspirant des travaux de Brook en ajoutant la teneur en bore à celles du phosphore et du soufre sur l'axe des ordonnées.

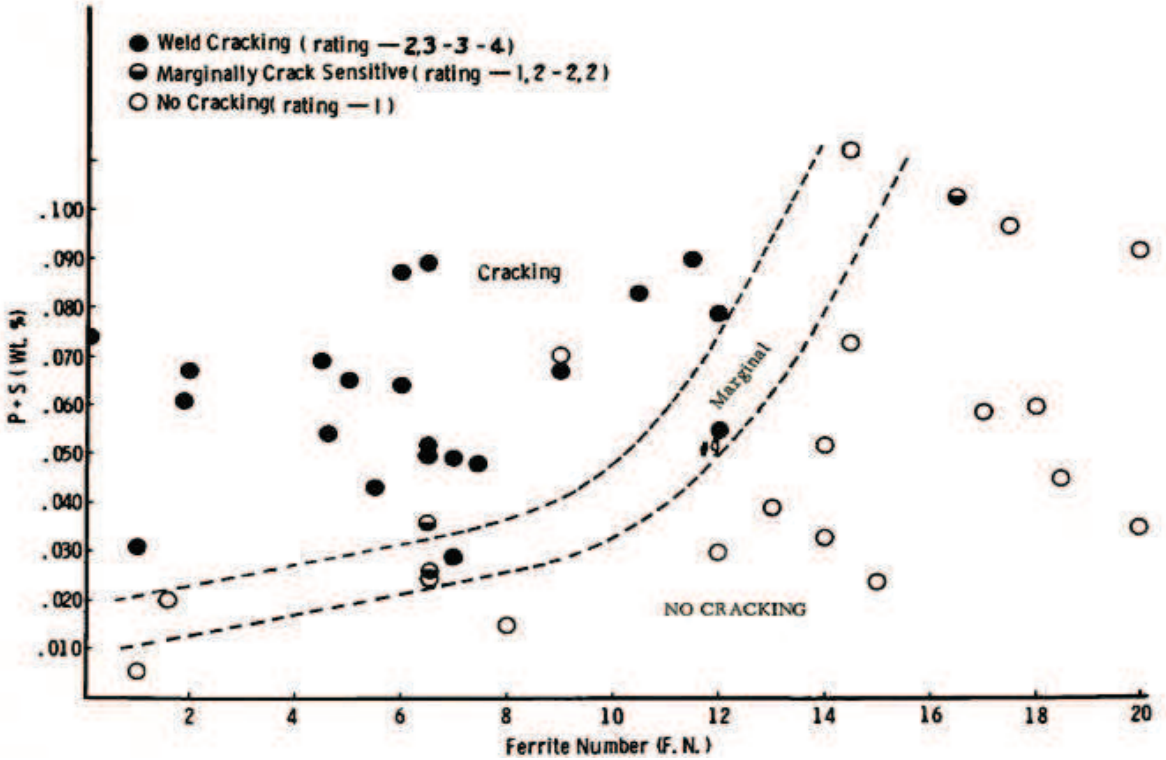



*Figure 8 : Evolution de la sensibilité à la fissuration à chaud en fonction de la teneur en P + S et de la quantité de ferrite dans des aciers inoxydables de type 309* [34]

**Le soufre :**

Kujanpaa [32] a effectué des travaux sur de nombreux aciers différents. Il en ressort que le soufre est un élément très ségrégeant qui abaisse significativement la température de solidus des alliages austénitiques. Il a été montré que certains faciès de fissure montraient des teneurs locales en soufre environ 2000 fois supérieures à la teneur nominale de l'alliage sur des spectres Auger (couche surfacique de 2 nm d'épaisseur [32] ). Des études de soudabilité effectuées sur des aciers et des alliages base nickel réalisées par de nombreux auteurs arrivent à des conclusions similaires [2], [3], [34], [37–40]. Ces études ont notamment montré que l'effet nocif du soufre ne s'aggrave pas significativement au delà de 0.02% pds.

Il est également considéré comme un élément tensioactif du fait qu'il abaisse sensiblement l'énergie interfaciale du liquide. Il augmente donc considérablement la mouillabilité du solide par le liquide. Nous verrons par la suite que le fait que le soufre améliore le mouillage aux joints de grains contribue à favoriser grandement la fissuration à chaud.

**Le phosphore :**

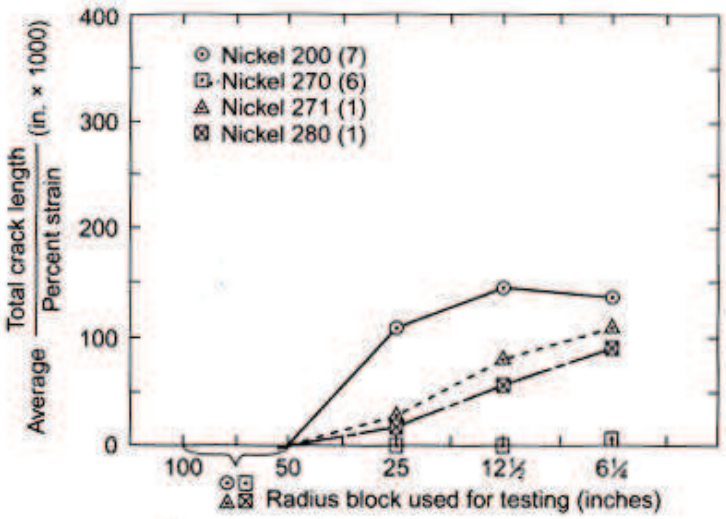
L'effet négatif de cet élément est difficile à quantifier précisément. Il est connu pour être un fragilisant intrinsèque des joints de grains et souvent associé au soufre pour sa contribution à la fissuration à chaud dans les alliages base nickel [1], [2], [5], [41]. Brooks a observé que le phosphore influe différemment du soufre dans sa contribution à la fissuration à chaud au sein des aciers inoxydables [34]. Il privilégie la formation de films liquides à celles de gouttelettes. Il a également une forte tendance à ségréger.

**Le bore :**

Le rôle du bore est plus controversé et si les auteurs s'accordent sur le fait qu'il favorise la FAC, il présente également des avantages non négligeables pour l'alliage. Cet élément abaisse fortement le point de fusion du film eutectique dans les aciers et contribue ainsi fortement au phénomène de FAC [42]. Il est également connu pour être un élément tensioactif qui contribuerait à la présence de films à bas point de fusion le long des joints de grains. Le bore est rarement présent dans les solutions solides d'alliages base nickel, mais il peut être rajouté dans les "super-alliages" dans le but d'améliorer le fluage et la contrainte à la rupture du matériau [3]. Il est également volontairement présent (en faible quantité) dans l'Inconel 52 et 152 (métaux d'apport associés à l'Inconel 690) pour diminuer la sensibilité de l'alliage à la fissuration par chute de ductilité [9], [15].

Tout comme les 3 éléments mentionnés ci-dessus, le **Zr** et le **Pb** sont également peu solubles et contribuent à faire baisser la température de fusion des eutectiques, ce qui favorise l'apparition de la FAC[2].

Le rôle du **Si** est considéré par certains auteurs comme ayant un effet similaire à celui de soufre [2], [30]. Il ségrége et favorise l'apparition de phases de Laves dans les régions interdendritiques des alliages base nickel [28], augmentant ainsi l'intervalle de solidification avec notamment la formation de composants Ni-Si (« siliciures ») à bas point de fusion. A très faible concentration son effet est cependant loin d'être aussi néfaste que celui du soufre. La Figure 9 illustre bien les influences des éléments S et Si pour des alliages base nickel. En effet, pour les 4 nuances étudiées, plus leur teneur augmente, plus la longueur des fissures provoquées, à contraintes égales, augmente.




| Alloy | C | Mn | Fe | S | Si | Cu | Ni |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 200 | 0.08 | 0.18 | 0.200 | 0.005 | 0.18 | 0.13 | Bal. |
| 270 | 0.01 | <0.001 | 0.003 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | Bal. |
| 271 | 0.11 | --- | 0.001 | <0.001 | 0.023 | --- | Bal. |
| 280 | 0.12 | --- | 0.002 | <0.001 | --- | <0.001 | Bal. |

*Figure 9 : Résultats d'essais Varestraint sur des alliages base nickel ayant différentes teneurs en S et Si.*

Les faibles valeurs de solubilité dans des alliages base nickel des éléments néfastes mentionnés précédemment sont présentées dans le Tableau 2. On notera que le coefficient de partition k est nettement inférieur à 1 ce qui signifie que ces éléments ségrégent massivement vers le liquide interdendritique au cours de la solidification (I.3.4). Les faibles valeurs de températures eutectiques comparées à la température de solidus d'un alliage de nickel comme par exemple l'Inconel 600 (1354°C) expliquent pourquoi ces éléments présents dans le milieu interdendritique ont tendance à abaisser sa température de solidus.

*Tableau 2 : Limites de solubilité, coefficients de partition et températures des eutectiques dans les systèmes binaires Ni-P, Ni-S, Ni-B, Ni-Si et Ni-Ti* [3], [43]

| *Système* | *k (coefficient de partition)* | *Solubilité maximale (%pds)* | *Température d'eutectique final (°C)* |
|---|---|---|---|
| Ni-P | 0.02 | 0.32 P | 870 |
| Ni-S | ~ 0 | ~ 0 S | 637 |
| Ni-B | 0.04 | 0.7 B | 1093 |
| Ni-Si | 0.70 | 8.2 Si | 1143 |
| Ni-Ti | 0.57 | 12.5 Ti | 1320 |

Concernant l'effet du **carbone**, les auteurs le considèrent généralement comme favorisant la fissuration à chaud. Il contribue à augmenter l'intervalle de solidification en ségrégeant et en formant de nombreux carbures à bas point de fusion [2], [3].

#### I.3.1.3 Autres éléments mineurs à effets variables

La présence de certains de ces éléments minoritaires, tels que le manganèse, le niobium, ou encore le titane peut s'avérer nécessaire pour des raisons métallurgiques. Le Ti et le Nb permettent par exemple de stabiliser certains éléments comme le carbone en formant les carbures TiC et NbC. Ils contribuent ainsi à renforcer les propriétés mécaniques de l'alliage.

Le **titane** ségrége vers le liquide interdendritique (coefficient de partition k<1 Tableau 2) et contribue ainsi à augmenter l'intervalle de solidification et donc le BTR. Il tend donc à diminuer la résistance à la FAC de l'alliage dans lequel il se trouve. Il a néanmoins un impact inférieur à celui du Si et les précipités qu'il forme ont des points de fusion plus élevés [2], [30].

L'influence du **niobium** est variable suivant sa teneur et celle des autres éléments. Il est communément admis qu'il contribue à l'apparition de fissures dans les alliages base nickel. Il est souvent décrit comme un élément très ségrégeant participant activement à la formation des phases interdendritiques (phases de Laves, carbures NbC) où il est présent en teneurs importantes [3], [7], [28]. Il permet ainsi l'augmentation du BTR de l'alliage et donc joue en faveur de l'apparition du défaut.

Cependant, il apparaît que le Nb joue un grand rôle dans le phénomène d'auto-guérison du matériau [24]. Il a été montré dans la thèse de De Vito que le Nb [28], en jouant en faveur d'une présence importante de liquide interdendritique résiduel, contribuait grandement à la réalimentation des fissures en liquide et paradoxalement pouvait permettre au matériau

d'éviter la fissuration en rebouchant complètement les fissures amorcées. C'est ce que l'on appelle le phénomène d'auto-guérison. Ce phénomène est en particulier observé dans l'Inconel 625 qui contient environ 3.5 % pds de niobium (Figure 10).

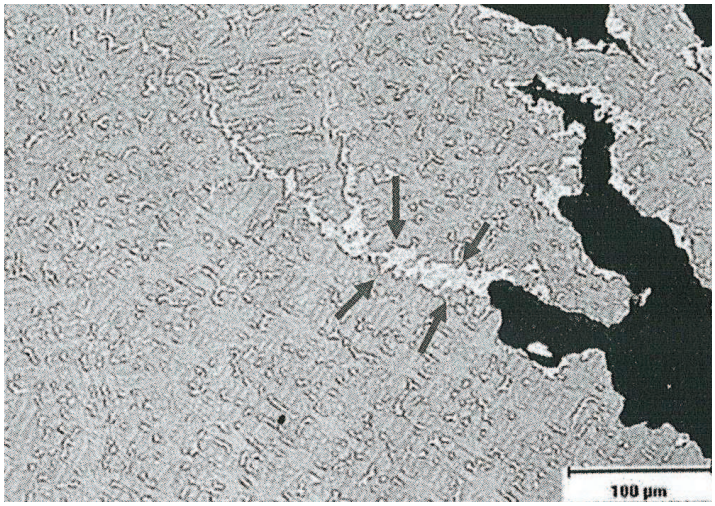



*Figure 10 : Micrographie du phénomène d'auto-guérison sur l'Inconel 625 par un eutectique riche en Nb* [24]

Le **manganèse** a une influence positive sur l'alliage en diminuant l'influence néfaste du soufre grâce à la formation de sulfures de manganèse dont le point de fusion est supérieur aux sulfures de fer ou de chrome. Il est donc important de considérer le rapport Mn/S lorsque l'on essaye de quantifier l'effet néfaste du soufre [3], [34], [43]. C'est également un élément qui tout comme le Nb ségrége dans le liquide interdendritique et contribue à l'auto-guérison par son action rebouchante [28].

### I.3.2 Influence de la structure cristalline (ferrite/austénite)

La structure cristallographique des alliages est également très importante. Certaines études ont montré que des alliages contenant de la ferrite offrent une bien meilleure résistance à la fissuration à chaud que les alliages purement austénitiques [33], [34], [44]. La solubilité des impuretés telles que le souffre ou le phosphore y est nettement meilleure, ce qui a pour conséquence de réduire leur ségrégation dans le liquide interdendritique et donc leur capacité de nuisance. Dans le cas des aciers inoxydables, des diagrammes comme celui de Schaeffler (**Figure 11**) ou de Delong basés sur un chrome et un nickel équivalent permettent d'estimer le pourcentage de ferrite dans l'alliage considéré. L'augmentation du rapport $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ aura tendance à favoriser l'apparition de ferrite et donc à diminuer le risque de FAC.

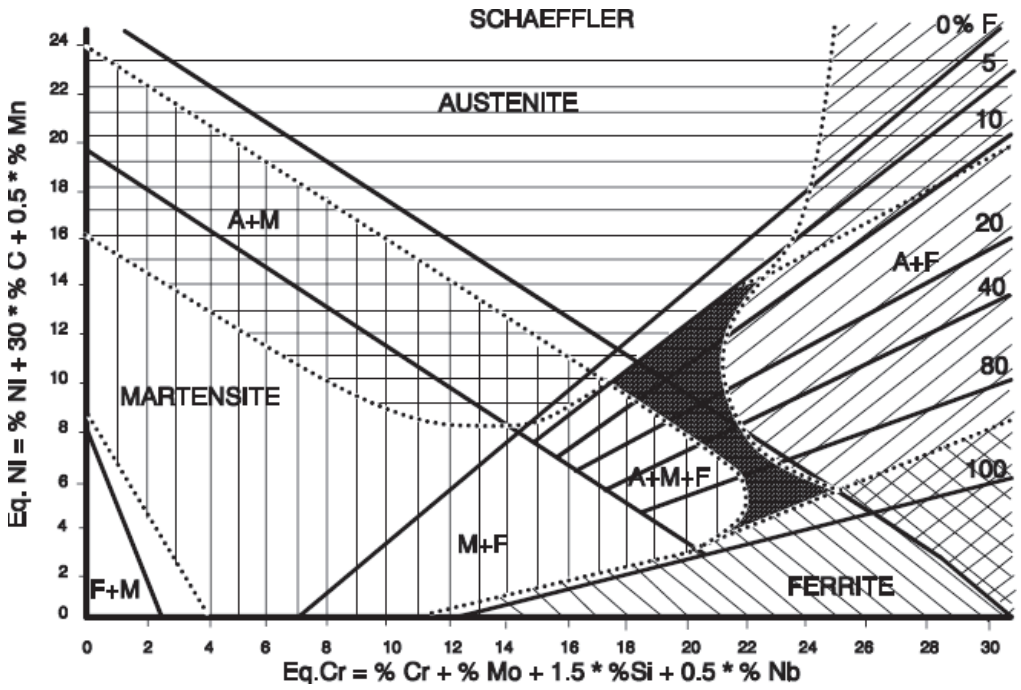



*Figure 11 : Diagramme de Schaeffler : évolution des structures cristallographiques en fonction du « chrome équivalent » et du « nickel équivalent »* [45]

Les fissures cheminent plus difficilement dans une structure mixte que dans une structure qui serait totalement austénitique ou totalement ferritique. Le **C** et **N** sont des éléments gammagènes, ce qui veut dire qu'ils favorisent l'apparition d'austénite. Ils contribueraient donc indirectement à rendre le matériau vulnérable à la FAC. Le **Ti** conduit plutôt à la formation de ferrite du fait de son caractère alphagène.

Dans le cadre de notre étude, nous nous focalisons sur l'Inconel 600 qui est un alliage purement austénitique et par conséquent sensible au risque de fissuration de solidification.

### I.3.3 Répartition de liquide aux joints de grains

Il est important de connaître les mécanismes de répartition du liquide dans la région 3 (Figure 5) sensible aux déformations induites par le soudage. Borland et al. [46] basent leurs études concernant la fissuration à chaud sur le comportement du liquide dans l'intervalle de température où l'alliage est fragile. La distribution du liquide entre les grains est gouvernée par l'énergie interfaciale solide/liquide et les énergies de joints de grains (Figure 12).

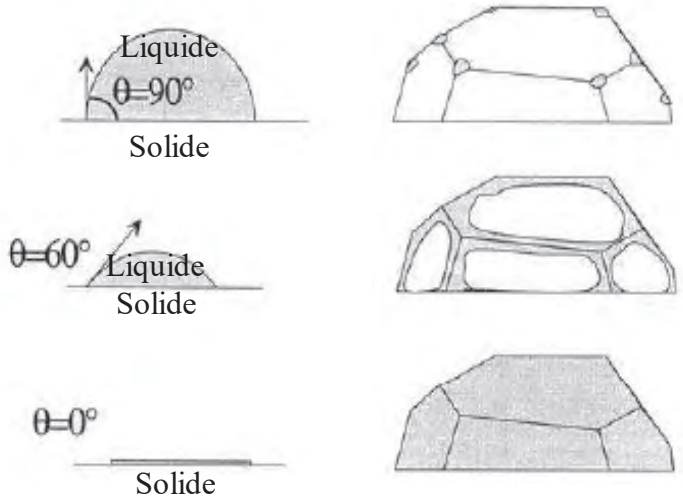



*Figure 12 : Répartition du liquide aux joints de grains en fonction de l'angle dihédral Θ* [47]

Les énergies interfaciales solide/liquide sont directement liées à la tension de surface des éléments du liquide. On définit l'angle dièdre (Figure 12) comme étant l'angle de contact formé entre le liquide et le solide. Un angle dièdre de θ=0° signifiera que des films liquides s'étaleront le long de joints de grains. La présence d'éléments tensioactifs tels que le soufre dans le liquide conduit à cette forme de répartition de liquide, qui offre peu de résistance à la FAC. En effet, cela réduit la cohérence du réseau dendritique et fragilise la zone pâteuse [48]. La répartition du liquide est contrôlée par les énergies libres relatives des joints de grains (solide/solide) et des joints entre phases (solide/liquide), qui sont données par la relation suivante :

$$\frac{\delta_{SL}}{\delta_{SS}} = \frac{1}{2\cos(\theta/2)} \qquad I.2$$

où $\delta_{SL}$ désigne l'énergie entre phases ou énergie interfaciale liquide/solide, $\delta_{SS}$ est l'énergie des joints de grains et $\theta$ est l'angle au sommet du dièdre. Lors d'une étude sur l'influence du baryum sur le comportement d'un alliage d'aluminium en cours de solidification, Fallet [49] a montré que l'ajout de cet élément tensio-actif dans un alliage d'Al-Cu pouvait retarder la coalescence des dendrites, et par conséquent fragiliser l'alliage. Pour des énergies interfaciales relativement élevées, il peut se former un réseau de ponts solides réguliers entre les grains ou dendrites adjacents à partir de fractions de solide de 0.90. Ces ponts solides présentent une meilleure résistance à la propagation d'une fissure et renforcent ainsi le réseau solide [50].

### I.3.4 Redistribution de soluté dans le liquide

De Vito [28] a mis en évidence au cours de sa thèse que dans les alliages base nickel (de type 52 et 152), la redistribution de soluté à l'interface solide/liquide joue sur les conditions de

solidification.

Lorsque la solubilité du soluté est plus faible dans le solide que dans le liquide, ce qui est généralement le cas, on observe un rejet de soluté à l'interface solide/liquide. On constate par exemple sur la Figure 13 qu'à l'interface solide/liquide, pour une même température $T_2$ le liquide à une concentration en B : $C_{2L}$ nettement supérieure à celle du solide : $C_{2S}$.

A l'équilibre, la concentration du solide en l'élément i : $X_i^{s*}$ est liée à la concentration de ce même élément dans le liquide : $X_i^{L*}$ par le coefficient de partage $k_i$. $X_i^{s*} = k_i \bullet X_i^{L*}$. Plus le coefficient de partage est différent de 1, plus les éléments ségrégeront au centre des dendrites ( $k_i>1$ ) ou vers le liquide résiduel ($k_i < 1$). Ces ségrégations ont une influence directe sur l'intervalle de solidification et donc la FAC. En effet, si des éléments à bas point de fusion ségrégent dans l'espace interdendritique, la température de solidus du liquide résiduel sera inférieure à la température de solidus globale du matériau et on observera une exposition plus importante de l'alliage au risque de fissuration (BTR plus important).

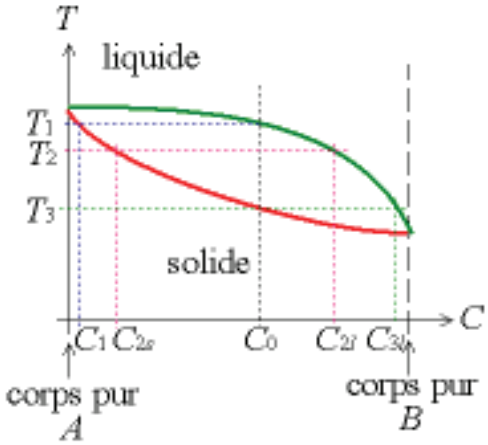



*Figure 13 : Transition liquide solide dans un alliage binaire présentant un diagramme à fuseau*

Le phénomène de microségrégation est observé lors de la solidification à l'interface solide/liquide. On se retrouve alors avec des variations locales de concentration qui peuvent être importantes (Figure 14). Il existe différents modèles de redistribution des éléments du soluté pendant la solidification, prenant en compte au non leur diffusion dans le liquide et/ou le solide. Un des plus utilisés est celui de Scheil-Gulliver qui considère que les éléments rejetés dans le liquide diffusent de façon instantanée dans le liquide, et ne diffusent pas dans le solide. Ces hypothèses sont intéressantes dans le cadre du soudage notamment. En effet, les vitesses de refroidissement rencontrées en soudage sont très rapides et on peut donc supposer que les éléments n'ont pas le temps de diffuser dans le solide.

De nombreux auteurs soulèvent cependant la question d'une éventuelle rétrodiffusion [51]. Il s'agit de la diffusion dans le solide des éléments des zones à forte concentration en soluté vers le cœur des dendrites. Ce phénomène qui a lieu au cours du refroidissement peut être considéré comme négligeable ou non, suivant les coefficients de diffusion des éléments

étudiés. Le carbone diffuse par exemple très vite dans le fer, le chrome et le nickel (diffusion entre sites interstitiels). Il est par contre très difficile pour le fer et le chrome de rétrodiffuser dans un ternaire Ni-Cr-Fe étant donné leurs tailles très voisines (la différence de rayon atomique de ces éléments est inférieure au pourcent [3], [28]).

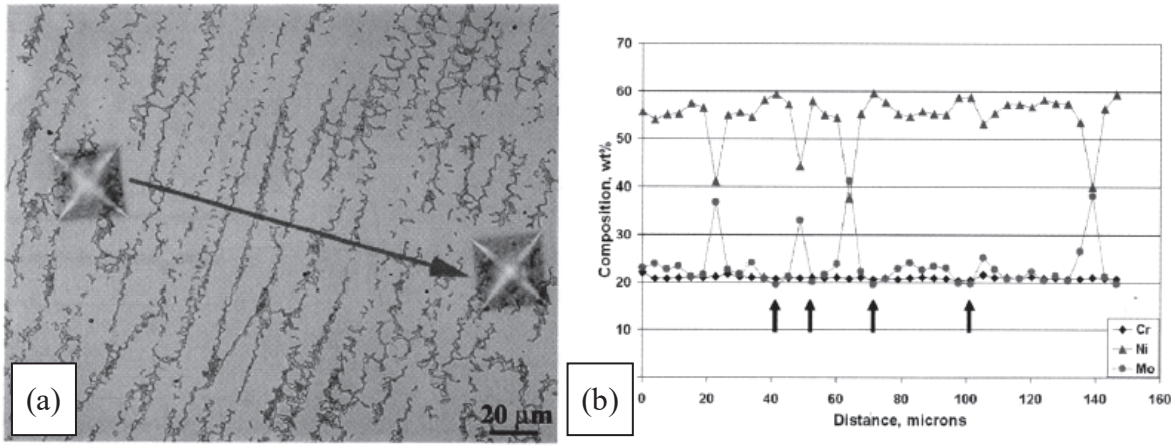



*Figure 14 : Exemple de microségrégation de Ni, Cr et Mo dans un alliage Ni-Cr-Mo. a) Ligne d'analyse, b) résultats d'analyse de concentrations des éléments* [3]

## I.3.5 Microstructure

La microstructure dépend de la composition du matériau étudié et des conditions de solidification. Elle a une influence directe sur la répartition et la circulation du liquide dans la zone pâteuse. En effet, une structure dendritique équiaxe facilite l'écoulement de liquide dans les espaces interdendritiques et donc diminue le risque de fissuration [52]. L'échelle de la microstructure joue aussi un rôle dans l'apparition de ce défaut. Des grains affinés augmentent le nombre de films liquides participant à l'accommodation des déformations [53]. Les dimensions des films liquides dont la résistance est inversement proportionnelle à l'épaisseur sont conditionnées par les espacements interdendritiques. De petits espaces interdendritiques contribuent à une meilleure résistance des films de liquide. Cependant cela diminue la perméabilité de la zone pâteuse ce qui complique l'écoulement de liquide visant à combler les fissures.

Aux cours de leurs travaux, Wang et al. [54] ont mis en évidence que la fraction dite de coalescence peut varier significativement suivant l'orientation des grains dans des alliages base nickel. Si $f_{coal}$ diminue, cela signifie que l'alliage est exposé moins longtemps à la zone dans laquelle il est susceptible de fissurer (BTR) et donc qu'il est plus résistant à la fissuration. La coalescence interdendritique au sein d'un même grain (dendrites de même orientation cristalline) se fait aux environs de 94% de fraction de solide alors que pour deux grains voisins d'orientations différentes, il a été observé qu'elle pouvait atteindre 99%. Ceci peut avoir des conséquences notables sur les modèles de FAC utilisés, en particulier pour les critères de fissuration à chaud basés sur le BTR.

## *I.4 Critères de fissuration à chaud*

L'approche adoptée dans cette thèse dans l'optique de prédire l'apparition de fissuration à chaud se fonde tout d'abord sur le choix d'un critère. Nous avons vu précédemment que la fissuration à chaud résulte d'un ensemble de mécanismes complexes dépendant de nombreux paramètres (composition, chargement thermomécanique, microstructure). Il est aujourd'hui impossible de tous les considérer dans un modèle unique dans l'optique de prédire l'apparition du défaut. Nous allons ici étudier les principaux modèles de fissuration à chaud disponibles dans la littérature puis nous sélectionnerons celui qui nous semble le plus à même de répondre à notre besoin. Nombre de ces critères ont été définis dans le cadre de la fonderie, mais ils peuvent s'étendre aux procédés de soudage, les phénomènes liés à l'apparition de fissures de solidification étant identiques.

On distingue essentiellement deux grandes familles de critères :

- **Les critères « phénoménologiques »** à base physique, gravitant généralement autour des limites de l'écoulement de la phase liquide au sein de la phase solide (temps de vulnérabilité, intervalles de température/fraction de solide, alimentation en liquide…).
- **Les critères « mécaniques »,** souvent empiriques, qui considèrent le chargement mécanique exercé sur l'alliage en cours de solidification (déformation, contraintes …).

Les critères choisis ne permettent pas toujours d'identifier quantitativement l'apparition du défaut et peuvent présenter des difficultés à être intégrés à des codes de calculs dans le cadre de la simulation numérique du soudage. A terme, notre objectif est de disposer d'un critère à base physique qui puisse être intégré à des calculs de thermomécanique, et qui de ce fait pourrait guider le choix des paramètres du procédé de soudage.

### I.4.1 Critères « phénoménologiques »

Comme leur nom l'indique, ces critères s'intéressent aux phénomènes liés à l'apparition de fissuration à chaud, tels que l'alimentation en liquide de zones où des cavités sont susceptibles d'apparaître (espace interdendritique), ou encore l'étendue de l'intervalle de solidification, et non aux propriétés mécaniques du matériau. Ils ne sont donc pas toujours faciles à intégrer dans un calcul thermomécanique de soudage.

### I.4.1.1 Clyne et Davies

A la fin des années 70, Clyne et Davies [55] ont proposé un critère très simple fondé sur la comparaison entre le temps $t_r$ où l'accommodation des déformations par le liquide se déroule sans encombre (fraction de solide comprise entre 0.4 et 0.9) et le temps $t_v$ où l'alliage est vulnérable du fait de la chute de perméabilité du réseau dendritique (fraction de solide comprise entre 0.9 et 0.99). Leur rapport définit un indice de criquabilité (Hot Cracking Sensitivity) :

$$HCS = \frac{t_v}{t_r} = \frac{t_{99} - t_{90}}{t_{90} - t_{40}} \qquad I.3$$

Les valeurs caractéristiques de fractions de solide (0.4 ; 0.9 et 0.99) sont fixées arbitrairement dans ce modèle qui ne dépend donc ni des déformations subies par la zone pâteuse, ni de la composition du matériau étudié. De plus il nécessite une bonne connaissance du chemin de solidification de l'alliage.

Quelques années après, Katgerman [56] a apporté une évolution au modèle issu des travaux de Clyne et al. en considérant une fraction de solide critique $f_s^{cr}$ à partir de laquelle l'alimentation en liquide de la zone pâteuse n'est plus possible. La valeur de fraction de solide n'est donc plus fixée à 0.9 de façon arbitraire mais est intrinsèque au matériau étudié (Figure 15).

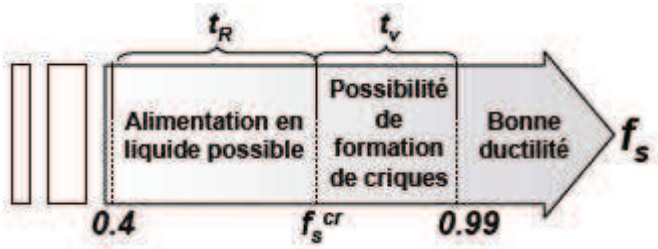



*Figure 15 : Considérations du critère de Katgerman* [57]

Le critère reste néanmoins relativement approximatif et les résultats obtenus sont loin de concorder systématiquement avec l'expérience.

### I.4.1.2 Feurer

A la même époque, Feurer [58] a proposé une approche différente et plus physique du phénomène. Il part du principe que le retrait de solidification et l'alimentation en liquide du volume « libéré » sont les deux leviers intervenant dans l'apparition du défaut. Pour éviter que la fissuration n'ait lieu, il faut que le second compense systématiquement le premier. On atteint donc le seuil critique menant à la fissuration quand la vitesse de variation de volume

résultant de l'alimentation en liquide (SPV) est égale à la vitesse de contraction due à la solidification (SRG). Pour éviter le défaut, cela revient à poser comme conditions :

$$SPV > SRG \quad \text{I.4}$$

Le principal inconvénient de ce critère est qu'il ne prend pas en compte la déformation du réseau dendritique résultant de sollicitations extérieures (procédé de soudage/fonderie).

Par la suite Rappaz et al. se sont inspirés de ce modèle en y intégrant notamment la déformation du réseau dendritique.

### I.4.1.3 Le critère R.D.G (Rappaz, Drezet, Gremaud)

Rappaz et al. [59] supposent que si le liquide interdendritique ne parvient plus à compenser la déformation en traction du squelette solide ($\varepsilon$ : perpendiculaire aux dendrites : Figure 16), il y aura formation d'un pore qui pourra alors conduire à l'apparition d'une fissure à chaud de solidification. Ce modèle prend en compte non seulement les déformations dues au retrait de solidification, mais également les déformations qui peuvent être générées par le procédé de soudage.

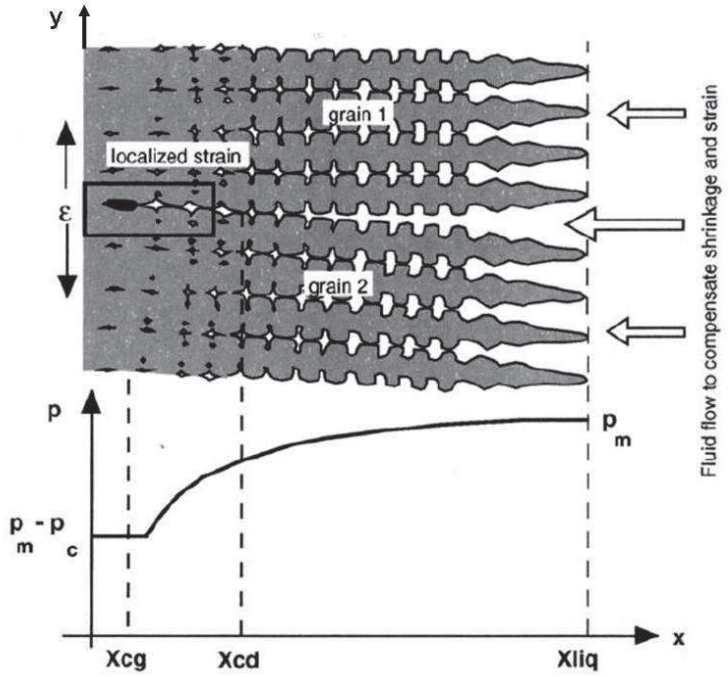



*Figure 16 : Schéma de la formation de fissure à chaud basé sur un critère de dépression entre la pointe et la base des dendrites (modèle RDG* [59]*)*

Nous présenterons ici les principales étapes de développement du modèle. Pour plus de détails, se reporter à la référence [59] . Ce critère est fondé sur l'établissement d'un bilan de masse sur les phases solide et liquide dans un système à l'échelle de la dendrite. Il débouche sur la détermination d'une pression de cavitation $\Delta P_C$ qui correspond à la dépression

nécessaire à l'alimentation en liquide du milieu interdendritique pour compenser les déformations du squelette solide et le retrait de solidification. Ainsi, lorsque la différence de pression entre la pointe $P_m$ et le pied $P_C$ des dendrites atteint cette pression de cavitation, un pore apparaît dans la zone de faible pression (en noir, Figure 16). En considérant l'écoulement du liquide régi par l'équation de Darcy [59], on obtient :

$$\Delta P_C = P_m - P_C = (1+\beta).\eta_L \int_{T_S}^{T_L} \frac{E(T)}{K(T)} dT + V_T \beta.\eta_L \int_{T_S}^{T_L} \frac{f_L(T)}{K(T).G} dT \qquad \text{I.5}$$

Avec :

$$E(T) = \int_{T_S}^{T_L} \frac{f_S.\dot{\varepsilon}}{G}.dT \qquad \text{I.6}$$

Et $\beta$ le retrait de solidification, $\eta_L$ la viscosité du liquide, $K$ la perméabilité du squelette solide, $V_T$ la vitesse du front de solidification et $f_L$ la fraction de liquide.

En exprimant la perméabilité suivant la relation de Karman-Kozeny on arrive à :

$$p_m - \frac{180.\eta_L}{\lambda_2^2.G}\left[A.\beta.V_T.\Delta T + \frac{B(1+\beta)}{G}\dot{\varepsilon}.\Delta T^2\right] = \Delta P_C \qquad \text{I.7}$$

Avec :

$$A = \frac{1}{\Delta T}\int_{T_{Coal}}^{T_{coh}} \frac{f_S{}^2}{(1-f_S)^2} dT \qquad \text{I.8}$$

$$B = \frac{1}{\Delta T}\int_{T_{Coal}}^{T_{coh}} \frac{f_S{}^2.F_S(T)}{(1-f_S)^3} dT \qquad \text{I.9}$$

$$F_S(T) = \frac{1}{\Delta T}\int_{T_{Coal}}^{T_{Coh}} f_S.dT \qquad \text{I.10}$$

$\lambda_2$ correspondant à l'espacement interdendritique secondaire, $T_{coal}$ la température de coalescence et $T_{coh}$ la température de cohérence.

A partir de cette dernière formulation, nous pouvons exprimer un critère en vitesse de déformation limite supportable par la zone pâteuse dans son BTR (Brittle Temperature Range) :

$$\dot{\varepsilon}_{local}^{\max} = \frac{G}{\Delta T^2 B}\left[\frac{\Delta P_C.\lambda_2^2.G}{180.(1+\beta).\eta} - V_T.A.\Delta T.\frac{\beta}{\beta+1}\right] \qquad \text{I.11}$$

Cette approche phénoménologique débouche donc sur un critère d'ordre mécanique (vitesse de déformation).

Ce modèle permet une analyse précise des conditions menant à l'apparition d'une fissuration à chaud en prenant en compte la géométrie des dendrites et la vitesse de déformation imposée au réseau dendritique. En partant de l'équation de conservation de la masse en zone de transition pâteuse (milieu diphasique) et en l'intégrant entre les températures de coalescence et de cohérence, il permet de relier une déformation critique à des caractéristiques du matériau étudié et au chargement thermique. Les intégrales $A$ et $B$ ne dépendent que du chemin de solidification (et des bornes d'intégration), c'est-à-dire principalement de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. Cette méthode peut donc permettre, en théorie, de réaliser des études de sensibilité en fonction de la composition.

Cependant, de telles études nécessiteraient de connaître précisément de nombreux paramètres qui sont rarement maîtrisés à haute température (propriétés thermophysiques et thermomécaniques de l'alliage en cours de solidification). Un calcul thermique associé à un chemin de solidification permettrait d'identifier $G$, $A$, $B$ et $V_T$ . La valeur de $\lambda_2$ peut être estimée à partir de la vitesse de solidification sous réserve de connaître les paramètres de la loi suivante [60]:

$$\lambda_2 = a.t_f^{1/3} \qquad \text{I.12}$$

Avec $t_f$ le temps local de solidification et a un paramètre du matériau étudié (à déterminer de façon expérimentale). Il est également nécessaire d'avoir identifié au préalable la pression de cavitation de l'alliage $\Delta P_C$, ce qui requiert des essais provoquant la fissuration à chaud.

De plus, ce modèle est très dépendant de la valeur choisie pour la fraction de solide de coalescence, en fin de solidification (fraction à partir de laquelle le solide est apte à résister à la fissuration). En effet, si celle-ci est fixée à 0.95 (grains de même orientation) ou à 0.99 (grains d'orientation sensiblement différente [20]), la valeur des intégrales A et B varie de deux ordres de grandeur.

Il est également important de noter que ce critère prédit l'apparition d'une cavité pouvant mener à une fissuration à chaud et non directement la formation d'une fissure. Des modèles s'inspirant de celui-ci ont été développés [47] en considérant distinctement une phase de création de porosité/cavité, et une phase de propagation qui conduit à la formation d'une fissure.

#### I.4.1.4 Extension du modèle

S'inspirant du modèle RDG, Braccini [47] a proposé un modèle prenant en compte la rhéologie de la zone pâteuse et différenciant les étapes d'amorçage et de propagation du défaut. De plus ce modèle permet la distinction entre deux types de microstructures :

colonnaires et équiaxes. Pour cela, elle a choisi une approche dite de « milieu équivalent ». Cela consiste à considérer des propriétés mécaniques homogènes dans un élément de volume pouvant contenir plusieurs phases ayant des comportements très différents, en tenant compte des propriétés de chacune des phases. L'auteure a pour cela utilisé un modèle série entre les phases liquides et pâteuse :

$$\dot{\varepsilon}_{MilieuEq} = \dot{\varepsilon}_{ZonePateuse}\left(1-\frac{e}{h}\right) + \dot{\varepsilon}_{liquide}\left(\frac{e}{h}\right) \qquad \text{I.13}$$

Où $\dot{\varepsilon}_i$ correspond à la vitesse de déformation en traction du milieu i.

Braccini suppose que les éléments volumiques qui constituent la zone pâteuse (ZP) obéissent à une loi rhéologique fonction de la fraction de solide $f_S$ et d'un coefficient $m$ de sensibilité à la vitesse :

$$\sigma_{ZP} = K(T, f_S)\dot{\varepsilon}_{ZP}^{m} \qquad \text{I.14}$$

Les paramètres de cette loi de comportement peuvent être identifiés à l'aide d'essais de traction et de cisaillement en zone de transition pâteuse.

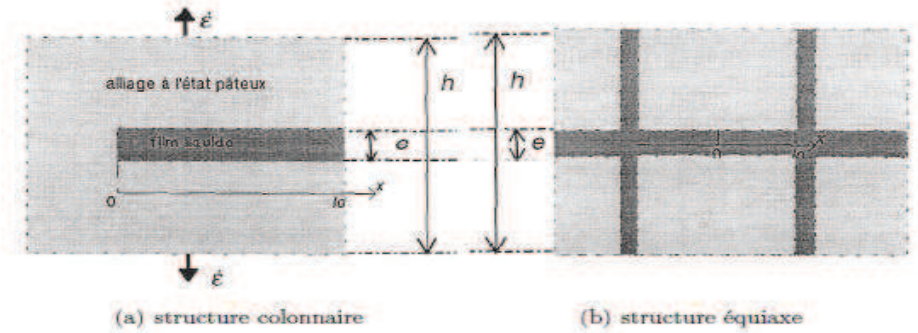



*Figure 17 : Schématisation de la zone pâteuse suivant le type de morphologie* [47]*: (a) structure colonnaire ; b) structure équiaxe*

Tout comme le critère RDG, l'étude est fondée sur un bilan de masse et l'équation de Darcy puis débouche sur une déformation critique $\dot{\varepsilon}^{C}_{germination}$ à partir de laquelle les premières cavités apparaissent. De la même façon, en considérant une cavité de rayon a, il est possible d'établir une vitesse de déformation critique $\dot{\varepsilon}^{C}_{propagation}$ $(> \dot{\varepsilon}^{C}_{germination})$ à partir de laquelle les cavités croissent et la fissure se propage.

Ce modèle met clairement en évidence que des porosités peuvent se développer sans dégénérer en fissure (Figure 18).

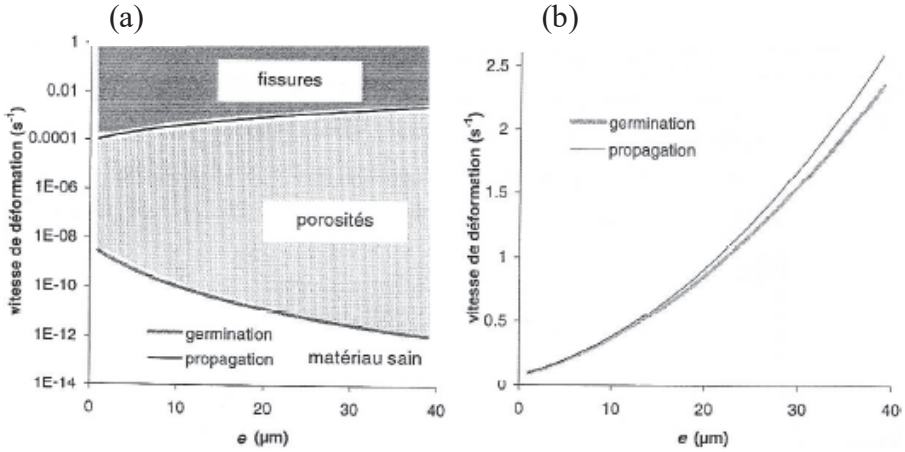



*Figure 18 : Vitesses de déformations critiques suivant les morphologies*[47] *: (a) structure colonnaire ; b) structure équiaxe*

Ce modèle présente une approche fine des mécanismes du phénomène de fissuration à chaud. Cependant l'identification du comportement rhéologique de l'alliage à l'état pâteux reste difficile à mettre en œuvre et plus particulièrement en ce qui concerne les essais de cisaillement pour des alliages à haut point de fusion comme les Inconel et les aciers.

En 2002 Suyitno et al. [22] ont établi un autre critère s'appuyant lui aussi sur un bilan de masse et la possibilité de développer une cavité si l'alimentation en liquide est insuffisante. Les auteurs partent du principe que le matériau possède initialement une certaine fraction de porosité, qu'ils intègrent dans le bilan de masse. En utilisant les travaux de Feurer sur la modélisation du flux de liquide interdendritique et une dimension de cavité critique suivant le modèle de Griffith, ils sont en mesure de prévoir si une porosité qui se développe restera une porosité ou pourra conduire à l'apparition d'une fissure.

Plus récemment, Giraud [61] a proposé un modèle partant du principe qu'au cours de la déformation d'un milieu semi-solide, le liquide soumis à un gradient de pression se déplace entre des grains solides supposés indéformables. Le liquide est initialement réparti de façon homogène autour des grains (modèle valable pour des fractions de solide inférieures à 0.97). Sous l'effet de la déformation appliquée, les grains s'éloignent dans la direction de l'effort et se rapprochent dans la direction perpendiculaire (Figure 19). Ce rapprochement a lieu jusqu'à que la distance qui sépare les grains, $e_v$, atteigne une valeur critique à partir de laquelle le liquide ne peut plus circuler pour compenser l'éloignement des grains (suivant la direction de sollicitation) ce qui conduit à l'apparition du défaut. Cette épaisseur critique est fonction des paramètres choisis pour la géométrie du milieu pâteux ($L$, $l$), de la viscosité du liquide, de la vitesse de déplacement, de la pression métallostatique et de la pression de cavitation.

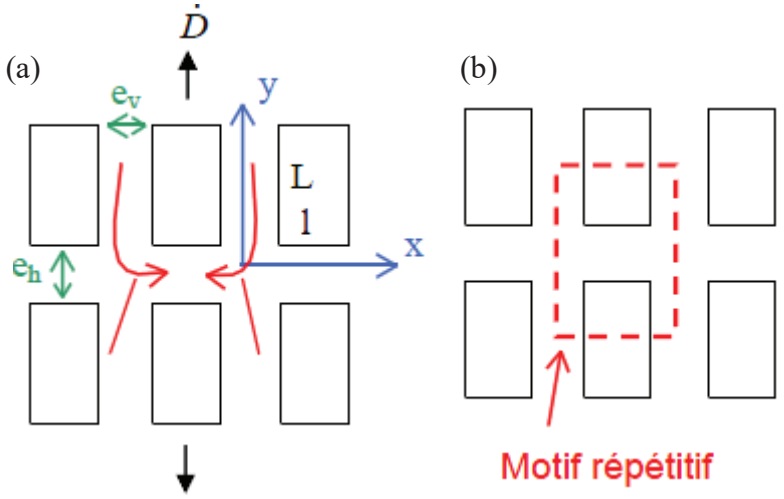



*Figure 19 : Modèle géométrique 2D utilisé par Giraud : (a) définition des différentes épaisseurs ; (b) définition du motif répété caractérisant le matériau [61]*

## I.4.2 Critères « mécaniques »

Contrairement aux critères qui ont été vus précédemment, ceux que nous allons aborder dans cette partie traitent plus particulièrement des chargements mécaniques qui s'exercent sur la zone pâteuse en fin de solidification. Les modèles sont généralement fondés sur des modélisations de champs de contrainte et de déformations. La fissuration est supposée s'amorcer lorsqu'une de ces grandeurs « macroscopiques » dépasse une valeur critique.

### I.4.2.1 Modèles basés sur une contrainte limite

On compare ici les contraintes subies par la zone pâteuse $\sigma_{ZP}$ à une contrainte critique $\sigma_c$ au-delà de laquelle la fissuration s'amorcerait, cette dernière variant suivant les auteurs.

Certains auteurs considèrent que la fissure est la conséquence d'une décohésion de film liquide sous une contrainte appliquée. Le paramètre clef de ces modèles est l'énergie d'interface solide-liquide, qui fixe la répartition du liquide interdendritique et donc pilote les caractéristiques mécaniques du film. Rogberg [62] propose un modèle impliquant l'épaisseur des films liquides $b$ et la tension de surface liquide/gaz $\gamma_{LG}$ :

$$\sigma_C = \frac{2.\gamma_{LG}}{b} \qquad I.15$$

La principale difficulté de mise en œuvre de ce type de critère est la connaissance des tensions de surface qui ne sont pas faciles à mesurer précisément.

Certains auteurs comme Dye et al. [63] partent du principe que dès que le matériau est soumis à une contrainte en traction positive dans son intervalle de fragilité (pour Dye : une fraction de solide comprise entre 0.7 et 0.98), le défaut s'amorce. Dans ce cas :

$$\sigma_c = 0 \qquad \text{I.16}$$

Dye et al. ont mis en application numériquement ce critère sur le soudage TIG d'éprouvettes planes d'Inconel 718 de largeurs variables. Cette approche via la modélisation thermomécanique leur a permis de définir une carte de soudabilité de l'Inconel 718 fonction de l'énergie de soudage et de la vitesse d'avance de la torche (Figure 20). Les résultats obtenus prédisent l'augmentation du risque d'apparition de fissuration de solidification pour de faibles vitesses et de hautes énergies de soudage. Cependant ils ne présentent qu'une approche numérique du phénomène qui n'a pas été directement validée par l'expérience.

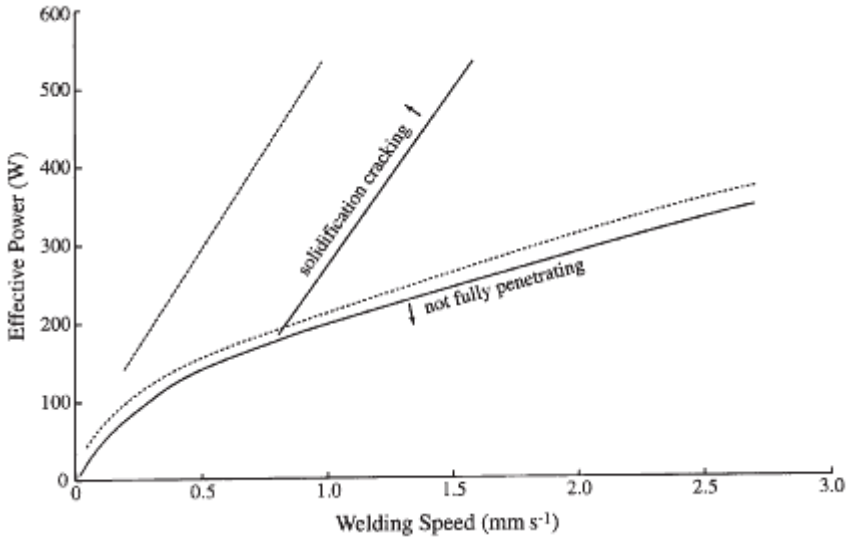



*Figure 20 : Carte de soudabilité d'un Inconel 718 sur une éprouvette rectangulaire plane de demie-largeur 25 mm et 50 mm (pointillés)* [63]

### I.4.2.2 Modèles basés sur une déformation limite

Ces modèles considèrent la chute de ductilité qui a lieu dans le BTR. L'apparition du défaut serait la conséquence d'une déformation atteinte dans l'intervalle de fragilité qui excèderait la déformation à la rupture du matériau :

$$\varepsilon_{ATTEINTE}^{BTR} \geq \varepsilon_{CRITIQUE}^{BTR} \qquad \text{I.17}$$

Un des avantages principaux de ce type de critère est la facilité de mise en œuvre dans un code de calcul.

En 1965, Novikov [22] établit une réserve de plasticité $p_r$ qui définit un chargement mécanique admissible dans le BTR :

$$p_r = \frac{\int_{BTR} (\varepsilon_{CRITIQUE}(T) - \varepsilon^{Th}(T)).dT}{BTR} \qquad \text{I.18}$$

où $\varepsilon^{Th}$ représente la déformation thermique.

Prokhorov [64] fonde son étude sur le BTR dans lequel il définit une courbe de ductilité qu'il suppose capable de décrire le comportement intrinsèque d'un alliage donné. Il considère que le défaut s'amorce lorsque le liquide interdendritique ne peut plus circuler suffisamment vite pour compenser la déformation. Prokhorov a ainsi été le premier à proposer une valeur de vitesse de déformation critique à partir de laquelle la circulation de liquide est insuffisante pour éviter la fissuration. Il la calcule en considérant une ductilité minimum $D_{min}$ :

$$\dot{\varepsilon}_{CRITIQUE} = \frac{D_{\min}}{BTR}.\dot{T} \qquad I.19$$

Ce critère dépendant de la vitesse de refroidissement, il a été défini un paramètre CST (Critical Strain rate for Temperature drop) :

$$CST = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial T}.\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial T}{\partial t} \qquad I.20$$

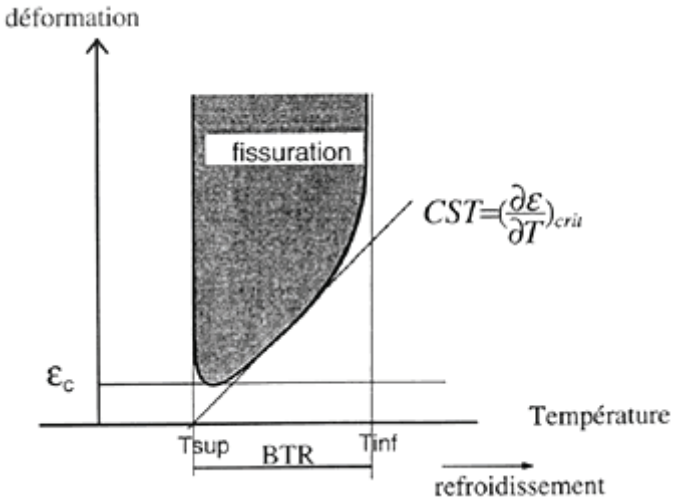



*Figure 21 : Critère de Prokhorov* [64]

Magnin [65] a défini un critère où il considère la déformation plastique principale maximale évaluée sur l'ensemble de l'intervalle de solidification. Il y a fissuration lorsque $\varepsilon^{ii}_{CUMULE_\max} \geq \varepsilon_{CRITIQUE}$. Il affirme dans son étude qui porte sur les alliages d'aluminium que la courbe de ductilité de l'alliage dans le BTR n'est pas dépendante de la vitesse de déformation (Figure 22).

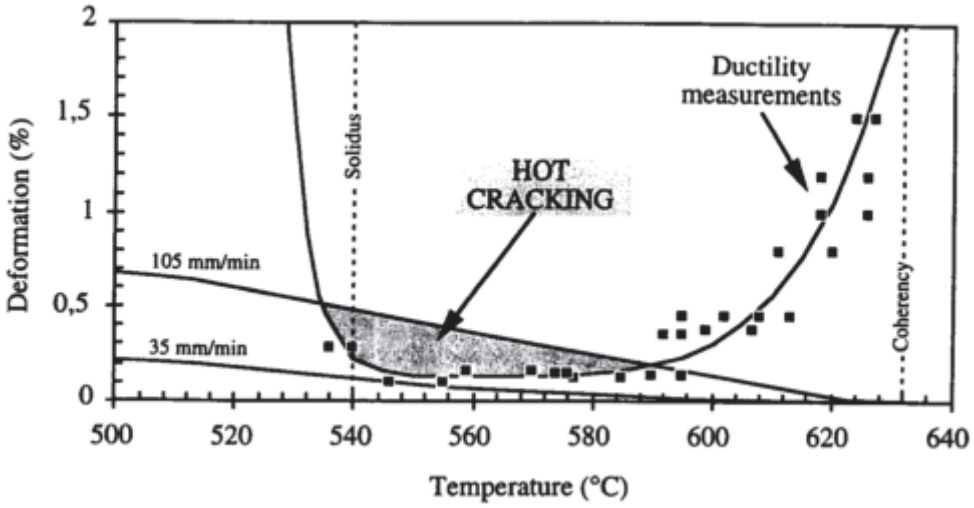



*Figure 22 : Prédiction du risque de FAC en comparant la ductilité de l'alliage à l'état semi-solide pour différentes vitesses d'avancée du front de solidification en coulée* [65]

Yamanaka et al. [66] ont utilisé un critère comparant la déformation cumulée du matériau dans le BTR à une déformation limite. Ce critère a été repris et amélioré par Won [67] plus récemment, en incluant l'influence de la vitesse de déformation. Il peut être exprimé suivant cette équation empirique pour les aciers :

$$\varepsilon_{CRITIQUE} = \frac{0.02821}{\dot{\varepsilon}^{0.3131} BTR^{0.8638}} \qquad I.21$$

Kerrouault [68] s'est positionné sur un critère en déformation plastique cumulée anisotrope $\varepsilon_{vp}^{*}$, orientée perpendiculairement au gradient thermique. En effet, les efforts en traction sur la zone pâteuse dus aux déformations thermiques s'exercent suivant cette direction (perpendiculairement à l'axe des dendrites : Figure 23). Les résultats qu'il a obtenus en appliquant son modèle au soudage d'un acier inoxydable austénitique (AISI type 321) sont cohérents à la fois pour un essai de type JWRI et pour un essai Varestraint.

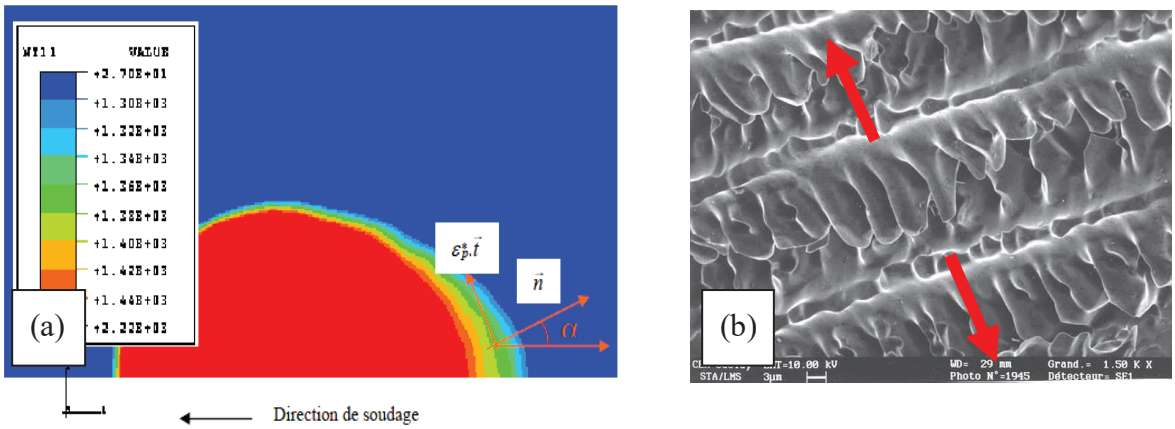



*Figure 23 : (a) Simulation thermomécanique d'un essai de soudage, (b) orientation de la déformation plastique cumulée perpendiculairement au gradient thermique* [68]

### I.4.3 Analyses et critiques des critères de fissuration

Le critère RDG se distingue parce qu'il donne la possibilité de réaliser des études de sensibilité d'un critère en vitesse de déformation, à partir d'un calcul thermique et du chemin de solidification de l'alliage. Il nécessite cependant de bien connaître les caractéristiques du matériau semi-solide et de disposer de la pression de cavitation du matériau étudié.

Une étude bibliographique menée en 2007 par Eskin et Katgermann [48] recense l'ensemble des critères de fissuration à chaud établi au cours de ces soixante dernières années. Il en ressort que les critères développés dernièrement sont principalement fondés sur une vitesse de déformation mésoscopique et permettent d'avoir des résultats acceptables. Cependant, Eskin et al. suggèrent que la fissuration à chaud doit, comme tout autre mécanisme de rupture de matériau, être abordée sous un angle de « mécanique de la rupture ». Ceci sous-entend de définir une phase de germination du défaut, ainsi qu'une phase de propagation. Parmi les rares modèles prenant en compte l'aspect « mécanique de la rupture », ils citent les travaux de Suyitno et al. en 2002 [69] qui incluent dans leur critère l'utilisation du modèle de Griffith.

Deux ans plus tard, Bellet et al. [70] ont également passé en revue quelques-uns des principaux critères de la littérature qu'ils ont confrontés à deux situations expérimentales en fonderie afin de les comparer entre eux et de tester leur fiabilité. Ils ont sélectionné quatre des critères présentés précédemment : Clyne et Davies (I.4.1.1), Prokhorov (I.4.2.2), Won (I.4.2.2) et le critère RDG (I.4.1.3).

Nous décrirons ici brièvement la démarche qu'ils ont suivie en présentant les deux essais développés puis les principaux résultats obtenus.

Le premier essai nommé « Crikacier » consiste à effectuer une solidification contrariée. Ils disposent pour ceci d'un moule refroidi à ses deux extrémités sur des points d'ancrage générant ainsi des contraintes en traction sur la partie centrale du métal liquide (Figure 24 (a)). Le second test consiste à effectuer une flexion 3 points sur un lingot d'environ 300kg en cours de solidification (Figure 24 (b)).

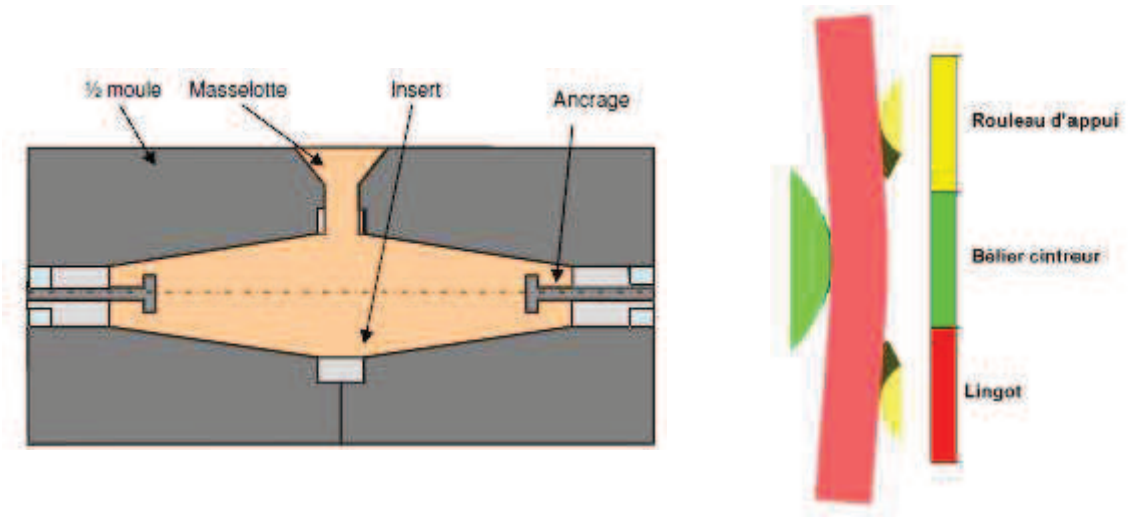



*Figure 24 : Schémas simplifiés des montages expérimentaux : (a) Essais « Crikacier » ; b) Essai de cintrage de lingot*

Dans les deux cas expérimentaux, il s'est avéré que le critère de Clyne et Davies ne concordait pas avec les résultats observés. Le critère RDG présente des différences notables en ce qui concerne la prédiction de localisation des plus grands risques de fissuration dans le cas du test Crikacier. Ceci est principalement dû au fait que ce critère est plutôt un « critère de porosité » que de fissuration à chaud. Les modèles de Prokhorov et de Won sont ceux qui offrent les meilleures réponses en matière de prédiction d'apparition du défaut pour le premier volet expérimental. Pour ce qui est du cintrage de lingot, Bellet et al. ont noté que la fissuration ne s'initiait qu'à partir d'une certaine valeur de déplacement (et donc de déformation), ce qui est en désaccord avec les critères de Rappaz et de Prokhorov, basés uniquement sur une vitesse de déformation. Cependant ces expériences ont aussi montré l'influence de la vitesse de déformation. En effet, il s'avère dans ce test que plus la vitesse de déformation appliquée est importante, plus petite sera la déformation critique. Ceci exclut donc également des critères tels que celui de Magnin ou de Yamanaka fondés uniquement sur une déformation limite indépendante de la vitesse de déformation.

En se focalisant sur le seul critère restant, celui de Won, Bellet et al. se sont ensuite intéressés à son caractère quantitatif. Il s'est avéré que les déformations limites prédites excédaient systématiquement les valeurs expérimentales. Il en a été déduit que ce critère tel qu'il était conçu ne pouvait pas prendre en compte l'influence de paramètres tels que la concentration des impuretés (le soufre notamment). Ces impuretés jouent un rôle important dans l'apparition du défaut, même pour de très faibles teneurs.

Après avoir étudié diverses nuances d'aciers, Bellet et al. ont alors proposé une amélioration du critère prenant en compte l'influence des principales impuretés : le soufre (en tenant compte de sa réaction avec le manganèse qui réduit sa nocivité en formant du MnS), le carbone et le phosphore :

$$\varepsilon_{CRITIQUE} = \frac{0.02821}{\dot{\varepsilon}^{0.3131} BTR^{0.8638}} \times \frac{1}{a.\exp(b_0.wt\%C).\left(\frac{wt\%Mn}{wt\%S}\right)^{C_0}.(wt\%P)^d} \qquad I.22$$

Ils obtiennent ainsi un modèle relativement complet conduisant à de bons résultats comme en témoigne la Figure 25. Ce critère a nécessité un travail expérimental conséquent qui sera de nouveau nécessaire si l'on veut l'appliquer à d'autres types d'alliages.

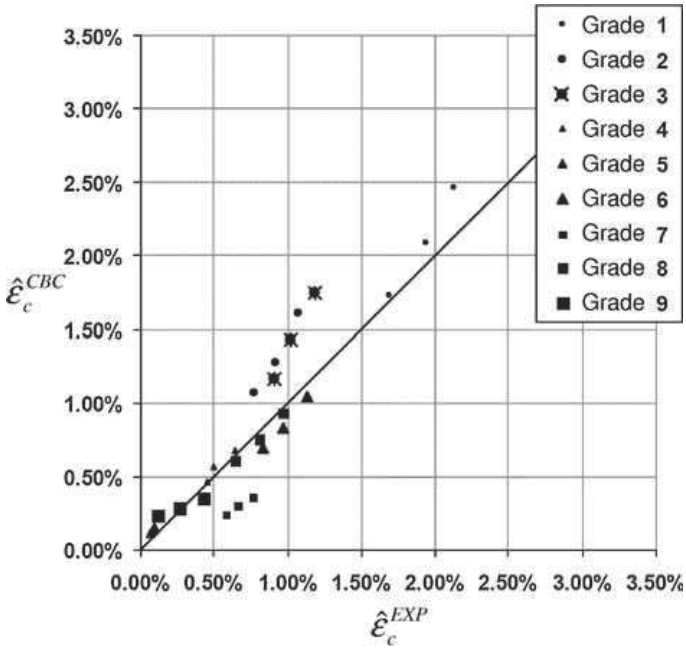



*Figure 25 : Comparaison entre les déformations limites expérimentales à partir desquelles apparaissent les fissures à chaud et les déformations limites calculées pour 9 aciers différents et 3 vitesses de déformation nominales (0.0005, 0.001 et 0.002s$^{-1}$)* [70]

### I.4.4 Bilan sur les critères

De nombreuses études de critères de fissuration à chaud ont été menées dans l'optique de prédire l'apparition du défaut. Il en ressort qu'il demeure difficile de reproduire correctement et quantitativement ce que l'on observe industriellement et que les modèles les plus pertinents nécessitent une bonne connaissance des données thermophysiques et thermomécaniques du matériau à haute température et en zone pâteuse.

**Les critères phénoménologiques** les plus récents qui considèrent l'alimentation en liquide, comme le modèle RDG, de Suyitno ou encore de Braccini offrent une bonne vision des phénomènes physiques mis en jeu et conduisent à des résultats encourageants. Ils présentent l'avantage de prendre en compte des aspects microstructuraux des alliages (de type taille de dendrites, épaisseur de films liquides …). Cependant, leur mise en œuvre implique la connaissance de nombreuses propriétés matériaux en zone pâteuse, comme par exemple la viscosité de la phase liquide, qui restent difficiles à déterminer. De plus, ils ne sont pas toujours très adaptés pour être couplés à une approche de modélisation par éléments finis (même si certains critères débouchant sur des grandeurs « mécaniques » comme le critère RDG (vitesse de déformation critique) peuvent très bien s'intégrer à un modèle numérique).

**Les critères mécaniques** peuvent également conduire à des résultats tout à fait convenables, plus particulièrement en ce qui concerne les critères en déformation et vitesse de déformation. Ils ne prennent toutefois pas en compte l'alimentation en liquide des fissures naissantes et présentent le gros inconvénient de ne pas être directement liés à la microstructure de l'alliage. On peut supposer que les effets qui en découlent sont « inclus » dans les courbes de ductilité des alliages étudiés. L'un des gros points faibles de ces critères est qu'ils induisent généralement l'utilisation d'une loi de comportement pour déterminer les déformations au sein des éprouvettes, or ces lois ne pas toujours bien maîtrisées, plus particulièrement à haute température. L'identification expérimentale des paramètres de ces lois dans la zone pâteuse reste délicate. Les critères mécaniques présentent néanmoins un avantage notable, ils peuvent facilement être introduits dans un code de simulation numérique. Le critère proposé par Bellet et al. [70] présente les avantages d'un modèle mécanique performant facilement implantable dans un code de calcul et prenant en compte l'influence des éléments influents les plus nocifs. Il reste cependant difficile de « quantifier » d'un point de vue métallurgique l'impact des éléments influents sur d'autres types d'alliages.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous focaliserons sur un critère de type mécanique facilement implantable dans un code de calcul. Un critère considérant une déformation plastique transversale atteinte dans le BTR s'inspirant de ceux utilisés lors des travaux de Kerrouault et de Yamanaka [66], [68] est envisagé. Le critère choisi sera identifié à partir d'essais de soudage permettant d'observer l'apparition du défaut. Lors de la détermination d'une déformation critique, il faudra tenir compte du fait qu'elle sera probablement très localisée et ne pas considérer de déformation macroscopique.

# *I.5 Essais de fissuration à chaud en soudage*

La détermination d'un critère de fissuration à chaud implique de réaliser des expériences menant à l'apparition du défaut pour pouvoir identifier les conditions d'apparition de fissuration à chaud. De nombreux essais ont été développés en vue de classer les matériaux suivant leur sensibilité à la fissuration à chaud. Ces essais peuvent servir à la détermination de critères de fissuration à chaud de type mécanique dans la mesure où il est possible d'identifier les déformations qui s'exercent sur le milieu pâteux lors de l'apparition du défaut. Ils sont classés suivant deux grandes catégories :

- **les essais à chargement extérieur** qui incluent l'application d'une contrainte mécanique sur l'éprouvette en vue de provoquer les fissures.
- **les essais auto-bridés** n'impliquant aucune sollicitation mécanique extérieure. Les efforts appliqués sur l'alliage en cours de solidification sont simplement dus au retrait de solidification, aux contraintes thermiques du soudage et aux conditions de bridage des pièces.

Nous allons ici considérer les principaux essais de fissuration à chaud en soudage, en nous focalisant plus particulièrement sur ceux qui ont motivé le choix de notre étude expérimentale pour l'identification, à terme, d'un critère de fissuration à chaud. Ces travaux de thèse s'orienteront sur les essais de type auto-bridés qui présentent l'avantage d'être relativement simples à mettre en œuvre et à modéliser.

## I.5.1 Essais à chargement extérieur

### I.5.1.1 L'essai Varestraint

L'expérience est réalisée sur une éprouvette parallélépipédique maintenue sur un sabot de pliage de rayon variable (en anglais « Variable strain » qui a donné le terme Varestraint [10]). Une ligne de fusion TIG est effectuée au centre de l'éprouvette de la gauche vers la droite (Figure 26). Lorsque l'arc atteint le point A, une force est appliquée par un vérin sur l'extrémité libre de l'éprouvette qui est alors pliée sur l'arrondi du sabot. La durée du pliage est ajustable et le rayon de courbure du sabot est choisi en fonction de la déformation visée. Cet essai permet en théorie de provoquer la fissuration à chaud d'un matériau quelle que soit son aptitude à fissurer étant donné que l'on peut appliquer des déformations très importantes (liées au rayon du sabot) sur l'alliage en cours de solidification. D'après la géométrie du

système, la déformation imposée sur la face en tension vaut :

$$\varepsilon_{MAX} = \frac{E_p}{2R + E_p} \qquad I.23$$

Avec $E_p$ l'épaisseur de l'éprouvette et $R$ le rayon de courbure du sabot.

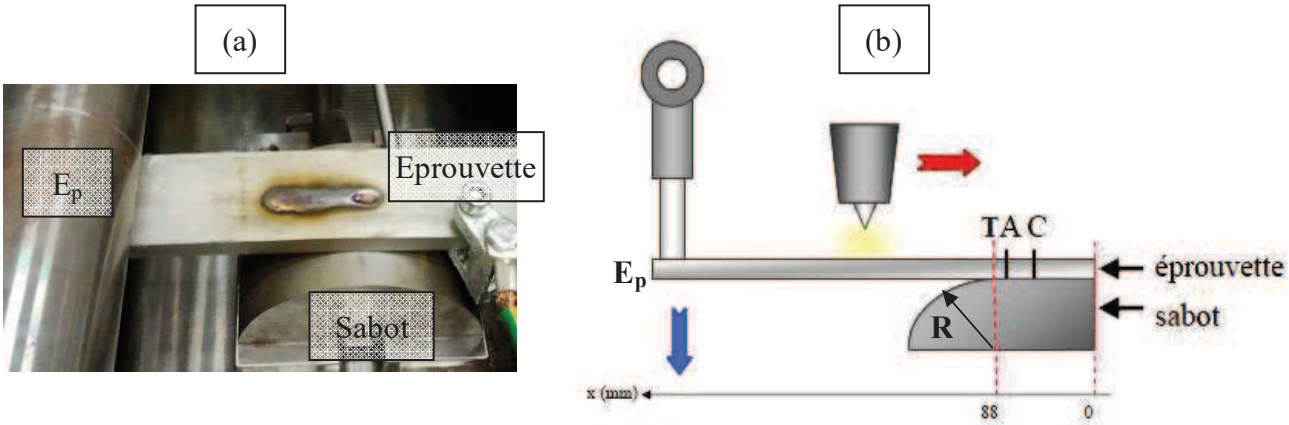



*Figure 26 : Essai Varestraint : (a) photo (Cambridge University) ; (b) schéma*

Cet essai est principalement utilisé pour des études qualitatives visant à classer des matériaux vis-à-vis de leur sensibilité à la fissuration à chaud [27], [43]. Le classement est établi suivant le nombre de fissures, leur longueur cumulée et/ou la longueur maximale des fissures.

Dans le cadre de sa thèse, Kerrouault [68] a effectué des essais Varestraint sur de l'acier inoxydable austénitique (AISI type 321) dans l'optique de déterminer un critère de déformation à chaud pour cet alliage. Il a rencontré des difficultés à évaluer précisément les déformations qui ont eu lieu au niveau du cordon de soudure ce qui limite fortement l'obtention d'un critère valable avec cet essai.

L'inconvénient de l'essai Varestraint dans l'étude de la fissuration à chaud de solidification est qu'il est susceptible de générer des fissures dans la ZF mais également dans la ZAT et qu'il est difficile de les différencier post-mortem. Dans l'optique de séparer ces deux types de fissuration deux variantes ont été développées : l'essai Spot Varestraint qui génère des fissures dans la ZAT [3] et l'essai Trans-Varestraint (ou « tranverse test ») [71] qui génère des fissures uniquement dans la ZF (Figure 27).

L'essai Spot Varestraint consiste à effectuer un simple point de soudure sur une éprouvette qui est déformée mécaniquement en ce point sur un sabot de courbure variable (Figure 27 (b)). Pour l'essai Trans-Varestraint, on plie l'éprouvette le long d'une ligne de fusion sur un sabot (Figure 27 (a)) ce qui conduit à l'apparition de fissures uniquement en zone fondue, la ZAT n'étant soumise qu'à une très faible déformation. Ce dernier permet d'évaluer la

ductilité de l'alliage en cours de solidification mais reste assez imprécis pour la détermination de très faibles valeurs de ductilité comme celles que l'on peut avoir avec des alliages de type inoxydables austénitiques [72].

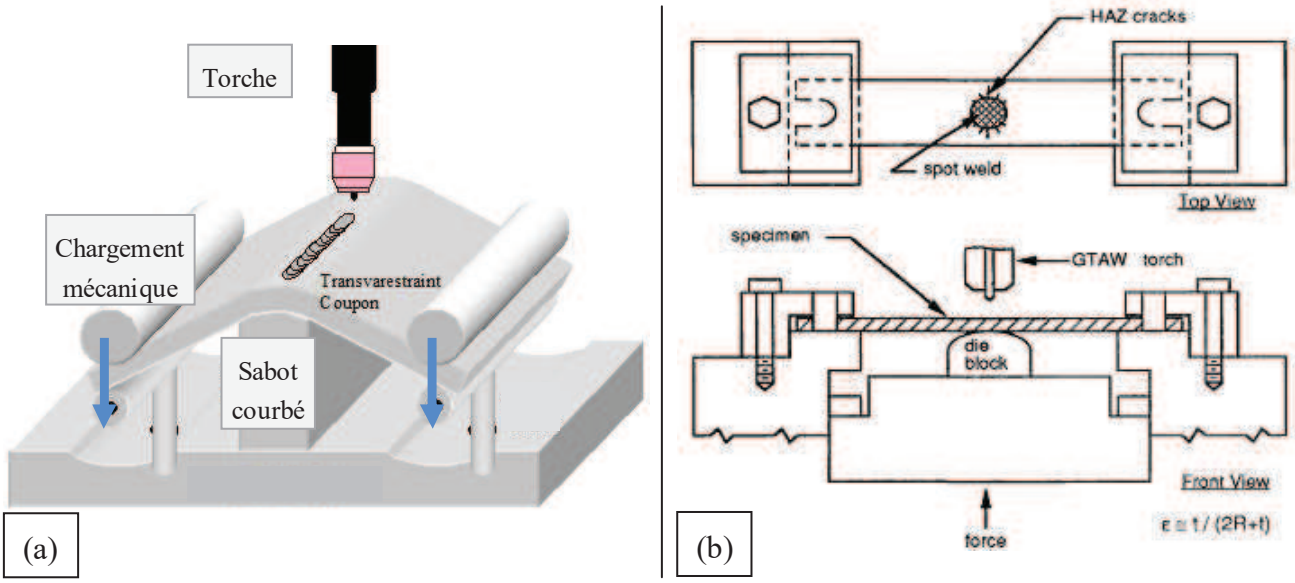



*Figure 27 : Schéma des essais : (a) Trans-Varestraint [71] ; (b) Spot Varestraint [73]*

Matsuda et al. [41] ont appliqué l'essai Trans-Varestraint sur de nombreux aciers inoxydables ainsi que sur l'Inconel 600, ce qui leur a permis d'évaluer la ductilité de ces alliages à haute température et dans leur BTR (Figure 28).

On peut voir sur ces courbes que l'Inconel 600 est nettement moins ductile que l'acier inoxydable 304L et donc plus sensible à la fissuration à chaud. Les valeurs de déformation affichées (« Strain ε(%) »Figure 28) sont élevées, et à relativiser. En effet, elles sont établies à partir de déformations macroscopiques liées au rayon de courbure du sabot mais ne permettent pas de rendre directement compte des déformations de l'alliage en cours de solidification.

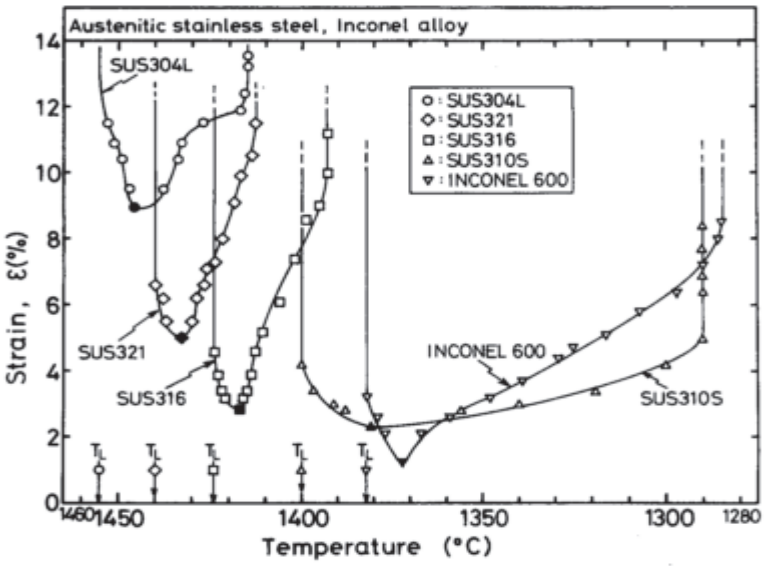



*Figure 28 : Courbes de ductilité de différents aciers inoxydables austénitiques et de l'Inconel 600* [41]

### I.5.1.2 L'essai Murex

Cet essai consiste à réaliser une soudure d'angle entre deux petites plaques bridées [74]. Au cours du soudage, l'une des plaques est mise en rotation autour de l'axe de la soudure. La rotation se poursuit à vitesse constante jusqu'à ce que la plaque ait parcouru un angle de 30°. Le paramètre de cet essai est la vitesse de rotation. Elle influe directement sur l'obtention de fissures qui s'amorcent de façon longitudinale. La sensibilité de l'alliage étudié sera caractérisée par la longueur des fissures observées.

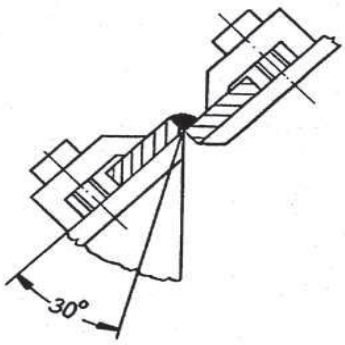



*Figure 29 : Principe de l'essai Murex* [74]

### I.5.1.3 L'essai Sigmajig

Développé par Goodwin [75] , il permet de déterminer le niveau de contrainte nécessaire à la formation d'une fissure à l'arrière d'un bain de fusion débouchant, sur une éprouvette plane. Cet essai consiste à appliquer un effort en traction sur l'éprouvette avant d'effectuer une ligne de fusion. L'opérateur incrémente la contrainte à chaque essai jusqu'à atteindre la contrainte limite, au-delà de laquelle la fissure s'amorce.

### I.5.1.4 L'essai MISO

Un effort en traction est appliqué perpendiculairement à l'éprouvette lorsque le cordon de soudure est à mi-chemin des bords de l'éprouvette (Figure 30). Matsuda et al. [41] étudient alors le phénomène de fissuration à chaud in-situ à l'aide d'une caméra rapide montée sur un microscope. Ce montage est appelé MISO (« Measurement by means of In-Situ Observation »).

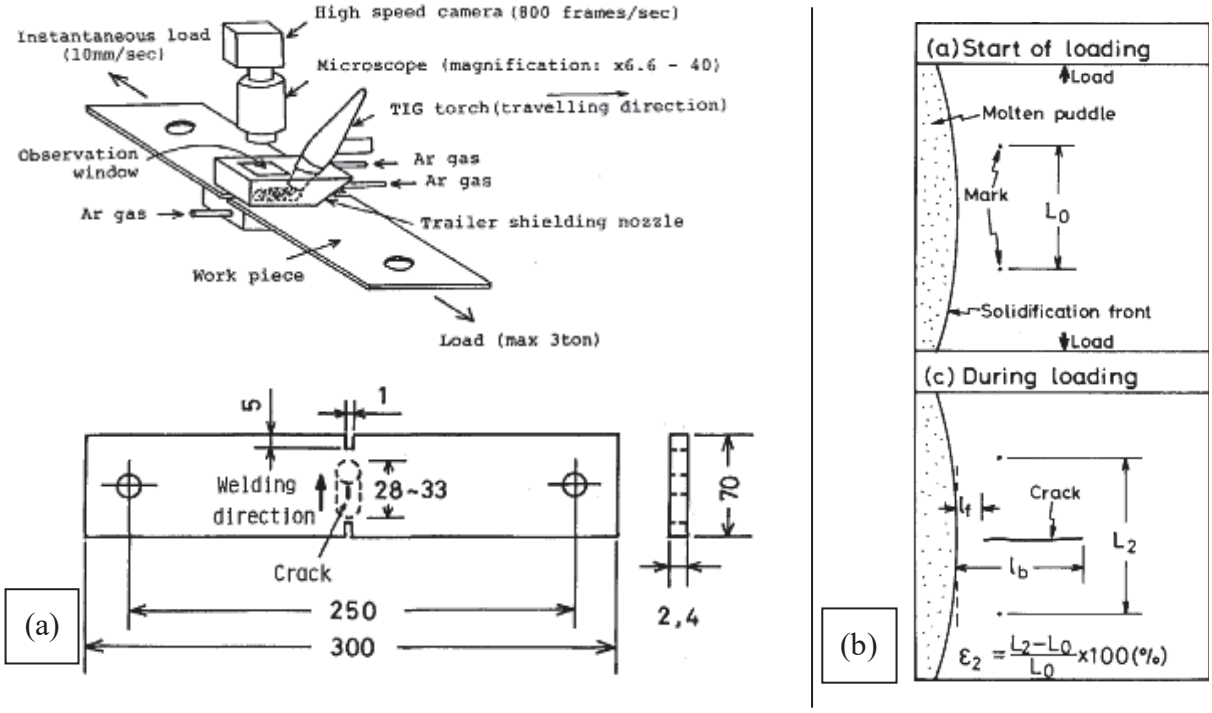



*Figure 30 : Représentation de l'essai MISO* [72] *: (a) dispositif expérimental ; (b) méthode de mesure de déformation*

Ce dispositif permet de mesurer les déplacements observés sur le semi-solide à l'arrière du bain de fusion en suivant l'évolution de la position de petites marques au microscope (Figure 30 (b)). Ainsi, tout comme l'essai Trans-Varestraint, cet essai permet de déterminer la ductilité d'alliages en cours de solidification, tout en offrant l'avantage de présenter une bonne reproductibilité. Cependant, les courbes de ductilité obtenues montrent des valeurs de déformation nettement plus élevées que celles obtenues par d'autres techniques (Trans-Varestraint) [72]. Ceci est notamment dû au fait que les valeurs de déformation annoncées sont dépendantes de la longueur de référence (Lo : Figure 30 (b)). Il est particulièrement délicat d'estimer une déformation en soudage du fait de l'importance des gradients thermiques qui font que la déformation n'est pas homogène et les gradients de déformation sont très élevés.

Ce dispositif est intéressant mais le montage reste complexe à réaliser et il faut garder un œil critique sur les résultats obtenus qui sont fonction du choix de Lo.

## I.5.2 Essais auto-contraints

Comme mentionné précédemment, à la différence des essais à chargement extérieur les essais auto-contraints n'impliquent aucune sollicitation mécanique extérieure et le défaut est généré uniquement par les déformations induites par le procédé de soudage et les conditions de bridage.

### I.5.2.1 L'essai Houldcroft

En 1955, Houldcroft [76] propose un des premiers essais auto-bridés simples permettant d'évaluer la sensibilité à la FAC de différents alliages, accessoirement en fonction du métal d'apport. Il a été observé que les fissures s'amorcent facilement lorsque l'on commence le cordon de soudure en bord de plaque. Le but de l'essai est donc d'initier une fissure à l'extrémité d'une éprouvette de faible épaisseur à section non constante afin d'en observer la propagation puis l'arrêt. Le fait d'utiliser une section non constante conduit à une diminution des déformations s'exerçant sur l'arrière du bain liquide, ce qui conduit à la fin de la propagation de la fissure. Houldcroft a eu l'idée de concevoir des variations de section d'éprouvette en réalisant des traits de scie de part et d'autre du cordon dans l'optique de ne pas affecter le champ thermique de l'éprouvette (Figure 31).

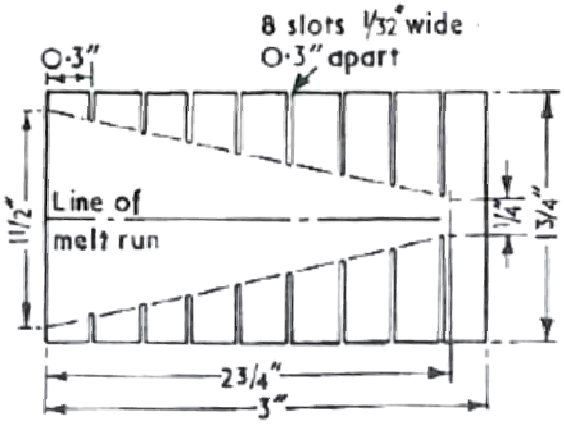



*Figure 31 : Eprouvette pour les essais type Houldcroft*

Houldcroft a utilisé cet essai afin de classer des alliages Al-Si en fonction de leur sensibilité à la FAC. Ce test s'est avéré peu reproductible et a généré de nombreuses incertitudes quant aux résultats obtenus.

Garland [77] a repris et amélioré ce test en 1969 dans l'optique d'augmenter significativement sa reproductibilité. L'objectif était de mettre au point un montage qui assure un champ thermique identique d'un essai à l'autre afin d'avoir les mêmes conditions expérimentales de propagation. Il a donc identifié les principales sources de non reproductibilité, ce qui l'a conduit à redéfinir le dispositif expérimental notamment au niveau des échanges thermiques éprouvette/support. La géométrie de l'éprouvette a également été modifiée avec la création

d'une encoche sur la face d'amorçage de l'arc afin de faciliter l'amorçage de la fissure. Les dimensions et l'espacement des rainures ont été aussi revus. Les résultats obtenus permettent d'obtenir des champs de température ayant une reproductibilité plus acceptable.

#### I.5.2.2 Essai éventail ou « trapézoïdal »

L'essai Houldcroft est difficilement applicable au procédé de soudage par faisceau d'électrons. Du fait de sa haute densité d'énergie, le faisceau d'électrons crée un cordon de soudure plus pénétrant mais présentant une ZF et une ZAT plus étroites que celles rencontrées dans les procédés de soudage à l'arc. Cela a pour conséquence de rendre plus difficile l'amorçage du défaut lors de la réalisation d'essais auto-bridés avec ce procédé. Matsuda et al. [78] ont donc développé un nouvel essai en 1982 en s'inspirant des travaux d'Houldcroft et al. [76].

Pour effectuer des essais auto-bridés adaptés au soudage par faisceau d'électrons, Matsuda et al. ont constaté qu'il était nécessaire de réduire considérablement la largeur de l'éprouvette dans la zone d'amorçage du cordon. Ils ont également préféré abandonner le principe des rainures, mais garder l'idée de variation de section au cours du soudage. Ils ont choisi d'effectuer des cordons sur des éprouvettes avec une largeur croissante dans l'optique d'observer l'arrêt de propagation de la fissure.

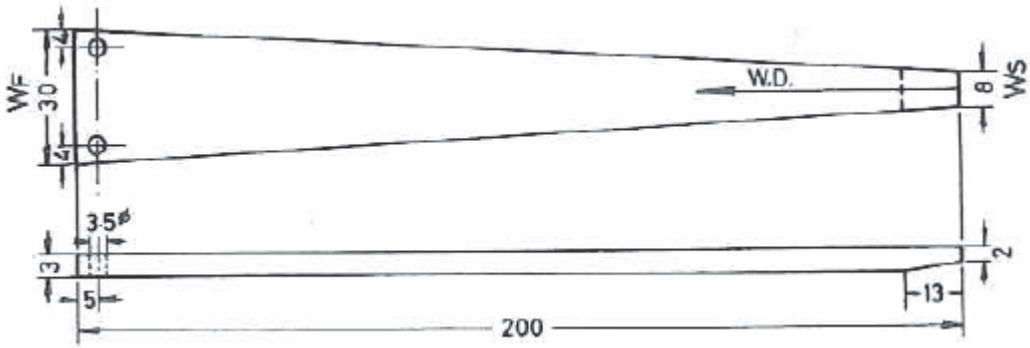



*Figure 32 : Eprouvette pour les essais type trapézoïdaux ou « éventail », dimensions utilisées pour des aciers inoxydables* [78]

Les dimensions (épaisseur, longueur, largeur minimum (WS) et maximum (WF)) ont été choisies expérimentalement de façon à ce que le défaut de FAC arrête de se propager pour une largeur critique WC donnée telle que WF > WC > WS (Figure 32). Les valeurs trouvées nécessitent la réalisation d'essais dédiés [12]. Il a été remarqué que la diminution de l'épaisseur de l'éprouvette dans la zone d'amorçage permettait d'amorcer plus facilement les fissures, d'où la diminution de celle-ci sur la partie de faible section dans la zone d'amorçage de l'arc (épaisseur passant de 3 à 2mm, à droite, Figure 32).

Matsuda a mis en application ces essais sur des éprouvettes en alliages d'aluminium et sur certains aciers dont l'acier austénitique inoxydable stabilisé Ti (AISI type 321) [78]. Les résultats obtenus sont satisfaisants et montrent une bonne reproductibilité de l'essai. La Figure 33 représente la sensibilité à la FAC (« crack susceptibility » : longueur de la fissure comparée à la longueur totale de l'éprouvette, ici 200mm) en fonction des alliages étudiés. Les essais ont été réalisés avec deux types d'éprouvettes (WF = 30mm ou WF = 50mm). On peut constater que pour les éprouvettes plus larges (WF = 50 mm, rectangles hachurés sur la figure), le défaut se propage moins loin. En revanche, si l'on considère les largeurs d'éprouvettes pour lesquelles s'arrêtent les fissures, on remarque qu'elles sont équivalentes pour les deux géométries (par exemple : ~ 20mm de large pour l'acier 310S).

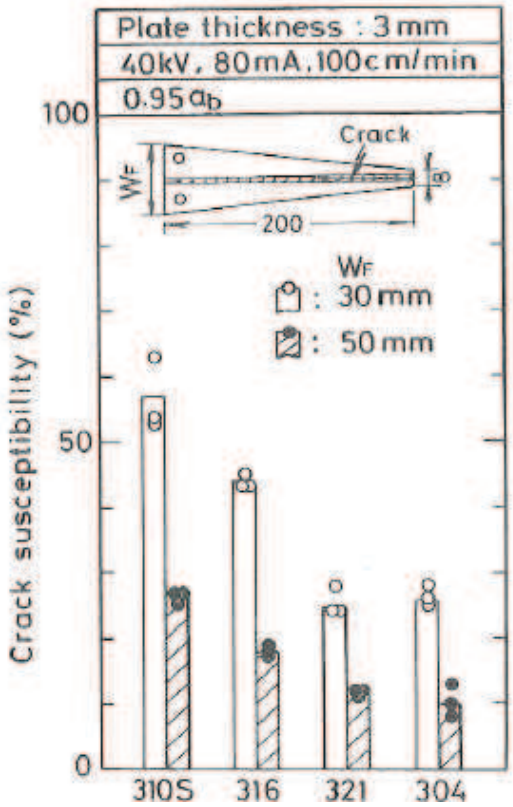



*Figure 33 : Comparaison de la sensibilité à la FAC de différents aciers* [78]

Ce type d'essai a été repris dans la thèse de Wisniewski [79] dans l'optique de valider des critères identifiés sur des essais de type JWRI (I.5.2.4).

### I.5.2.3 Test de soudage oblique

Ce test a été mis en place par Ploshinkhin et al. [80] dans le but de classer des alliages en fonction de leur sensibilité à la FAC. Il consiste à brider une tôle fine rectangulaire sur une de ses longueurs et à effectuer une ligne de fusion rectiligne le long de l'éprouvette suivant un angle α avec sa longueur libre (Figure 34(a)). Plus l'angle α est important, moins la fissure amorcée en bordure de plaque se propage. Ceci est dû au fait que les conditions de bridage varient lorsque le cordon de soudure avance. Plus le cordon s'éloigne du bord libre, plus les déformations qui s'exercent en traction à l'arrière du bain seront faibles, avec pour conséquence l'arrêt de propagation de fissure pour une distance au bord libre donnée.

Ploshinkhin a tiré les mêmes conclusions en effectuant le même type d'essai mais en gardant la distance du cordon au bord libre « a » constante (α=0). La fissure ne s'amorce que si cette longueur est inférieure à une distance critique (Figure 34 (b),(c)).

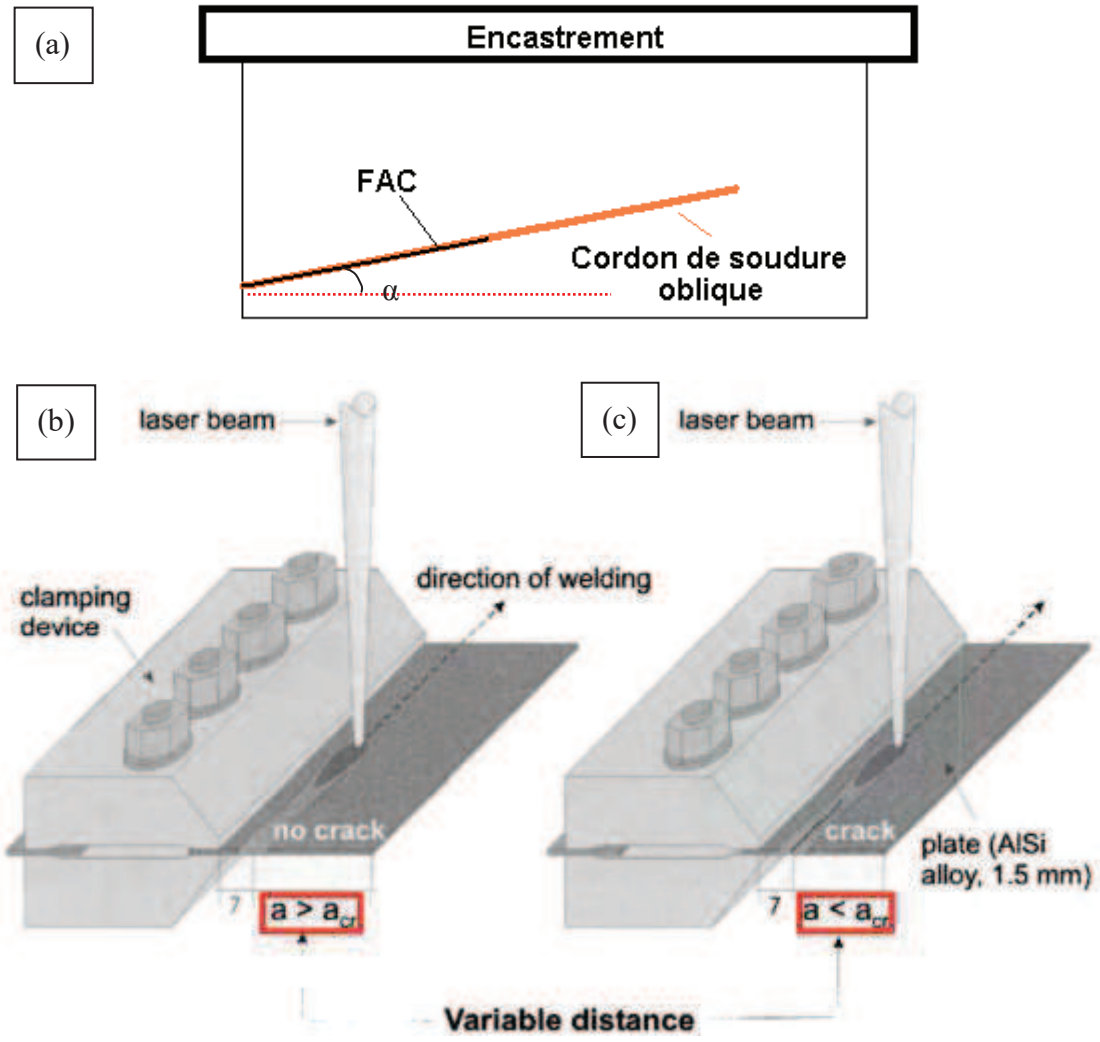



*Figure 34 : (a) Schéma d'essais de soudage oblique ; (b) Schéma d'essai de soudage avec un cordon à distance constante du bord libre (b) cas non fissurant $a>a_{cr}$ ; (c) cas fissurant $a<a_{cr}$* [80]

#### I.5.2.4 Essai JWRI

Cet essai a été développé au Japon par le Joining and Welding Research Institute (JWRI) dans l'optique de déterminer un critère de fissuration plus facilement qu'avec l'essai Varestraint [68]. Cet essai présente le double avantage d'être simple à mettre en œuvre et de pouvoir être simulé numériquement de manière bidimensionnelle.

Il consiste à réaliser une ligne de fusion débouchante sur une éprouvette plane encastrée à une extrémité. Le cordon de soudure est amorcé au niveau de l'extrémité libre de l'éprouvette (Figure 35). L'éprouvette est entaillée à une vingtaine de millimètres de cette extrémité de façon à faciliter l'initiation d'une fissure à chaud. La largeur du ligament entre les deux entailles est légèrement inférieure à la largeur du cordon de soudure.

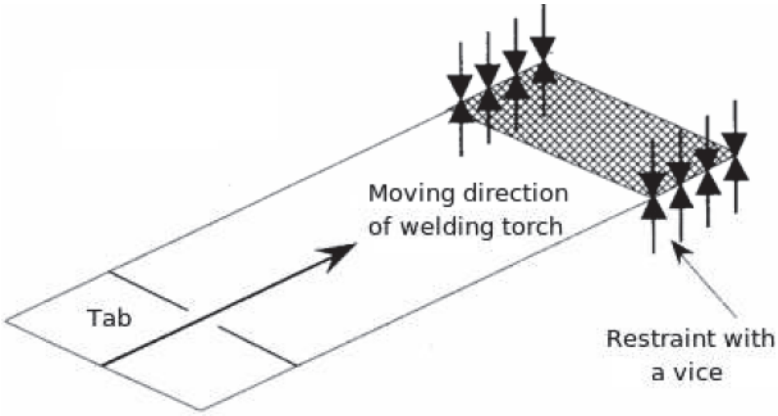



*Figure 35 : Schéma de l'essai JWRI* [81]

Au cours de l'essai, la partie entaillée de l'éprouvette chute, ce qui conduit à l'apparition de fissuration à chaud. En effet, lorsque le ligament chute, l'arrière du bain liquide présente un bord libre (n'ayant pas ou peu de résistance mécanique) sur lequel s'exercent les déformations (retrait de solidification, contraction thermique) ce qui peut conduire à l'ouverture de l'éprouvette. On observe alors l'initiation d'une fissuration de solidification longitudinale au centre du cordon qui se propage à l'arrière du bain de fusion.

*Figure 36 : Exemple de propagation de fissure au sein d'une éprouvette JWRI, vue face du dessous*[82]

La présence de fissuration de solidification dépend des paramètres de soudage et de la géométrie de l'éprouvette. Ils mettent en évidence qu'une largeur d'éprouvette plus importante réduit la probabilité d'apparition du défaut et qu'une forte intensité de soudage l'augmente. La vitesse de soudage a également une influence : son augmentation favorise la fissuration.

Cependant quelques doutes subsistent sur une éventuelle perturbation du bain lors de la chute du ligament. Cette chute n'est pas observée systématiquement, ce qui a généralement pour conséquence l'absence de fissure dans l'éprouvette. En supposant que le bain est parfaitement débouchant et que l'éprouvette reste plane, cet essai offre la possibilité d'effectuer des modélisations bidimensionnelles simples, pouvant ainsi rapidement conduire à un critère de fissuration via un calcul thermomécanique.

### I.5.2.5 Essai CPT

L'essai CPT (« Circular Patch Test ») consiste à faire une soudure circulaire entre deux pièces bridées : un disque (ou « inner piece ») au sein d'une plaque (« outer piece ») présentant un trou de la forme du disque (Figure 37).

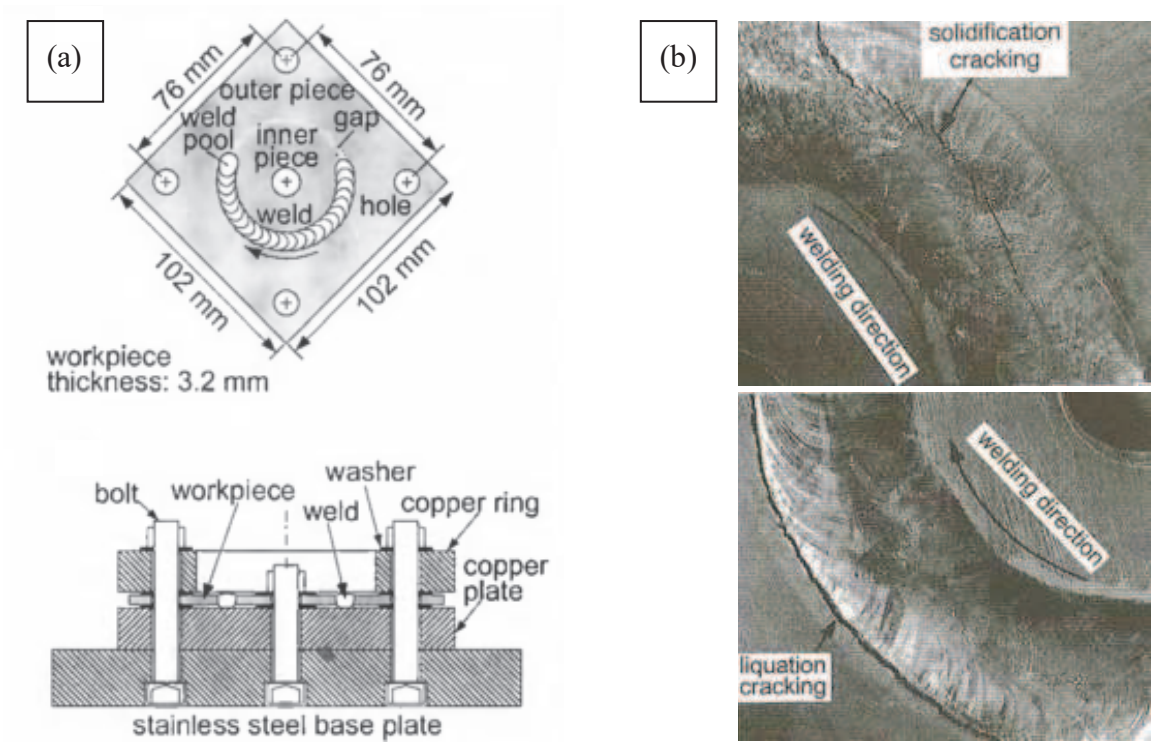



*Figure 37 : (a) Schéma d'un essai CPT* [83] *; (b) fissures de solidification et de liquation*

Au cours du refroidissement du cordon, le retrait de solidification et la dilatation thermique génèrent d'importantes contraintes en traction au niveau de la soudure. En effet, les deux pièces étant bridées, elles ne peuvent pas accommoder les déformations, ce qui peut donc

entraîner l'apparition de FAC de solidification voire parfois de liquation (Figure 37 (b)).

Les dimensions des éprouvettes varient grandement selon les auteurs. Teng et al. [84]ont utilisé des « circular patchs » de 300 à 600 mm de diamètre pour 5 mm d'épaisseur alors que les travaux de Huang et al. [83] ont été effectués avec des disques de seulement quelques dizaines de millimètres de diamètre et 3.2 mm d'épaisseur. Il ressort de ces études que les conditions de bridages varient avec le diamètre du disque central. Plus celui-ci est faible, plus le bridage est important et les contraintes élevées et donc le défaut susceptible d'apparaître.

Plus récemment, David et al. [85] ont développé cet essai pour l'adapter aux tôles fines. Ils proposent de partir d'un seul et unique disque fin qui serait bridé en son centre et sur ses bords (Figure 38). L'idée est d'effectuer deux cordons de soudure concentriques de diamètres différents, puis de retourner le disque, le brider de nouveau et effectuer les mêmes soudures sur l'autre face. La susceptibilité du matériau à fissurer est évaluée par l'étape à laquelle apparaît la fissure. Il est possible que le matériau étudié ne fissure pas du tout.

Les résultats obtenus pour ce nouvel essai sont qualitatifs et permettent de classer différents alliages suivant leur sensibilité à la FAC. La procédure est cependant relativement complexe à mettre en œuvre et peu compatible avec une étude visant l'établissement d'un critère de fissuration.

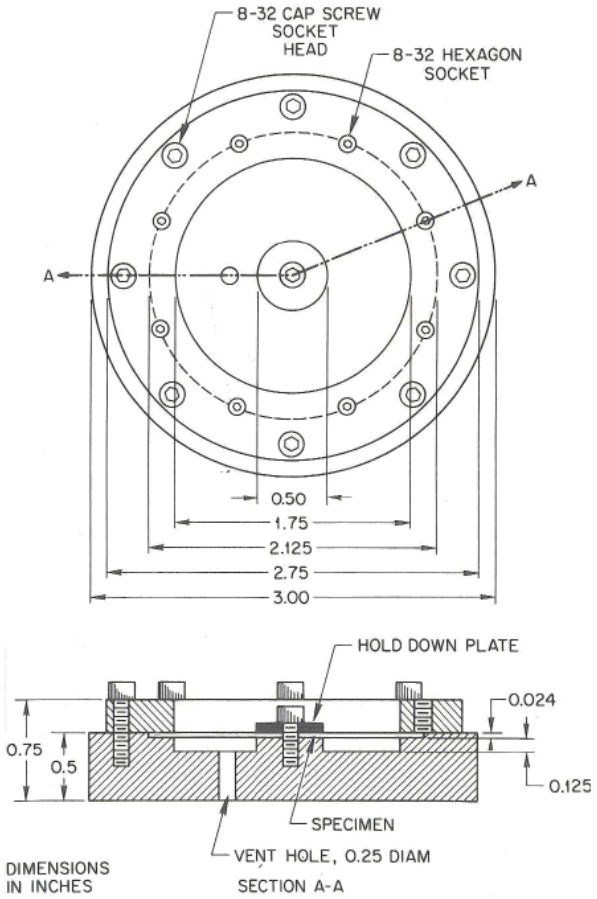



*Figure 38 : Schéma du montage CPT développé pour les tôles fines* [85]

### I.5.3 Essais de criquabilité

Ce type d'essais a été développé principalement afin d'étudier l'apparition de criques à chaud dans des coulées de métal. Dans le cadre de notre étude nous nous focalisons plus sur l'apparition des défauts au cours du soudage TIG, de sorte que nous nous contenterons ici d'illustrer ce type d'essai par un seul exemple qui peut s'inscrire dans la catégorie des tests auto-bridés. Les essais de criquabilité sont des essais réalisés à partir d'un matériau à l'état liquide. Ils consistent à faire solidifier l'alliage étudié dans un moule dont la géométrie contraint fortement le métal au cours de sa solidification et son refroidissement, provoquant ainsi l'apparition de criques à chaud.

Parmi les essais le plus souvent cités, on retrouve le test de l'anneau (ou « ring mould test » : Figure 39). Il consiste à couler un métal liquide dans un moule dont la forme est définie par 2 cylindres emboîtés (Figure 39). Le refroidissement est assuré par une circulation d'eau dans le cylindre central. Le matériau se contracte ainsi de façon non homogène et le cylindre intérieur s'oppose aux retraits de solidification et aux déformations thermiques. Il y a alors des efforts en traction qui s'exercent sur le matériau en cours de solidification, pouvant mener à l'apparition de criques à chaud. Suivant les diamètres des cylindres intérieur et extérieur, le test sera plus ou moins contraignant. La susceptibilité du matériau à fissurer est évaluée par la longueur des fissures.

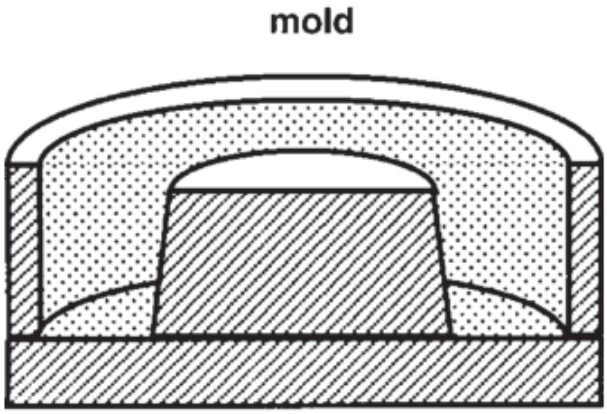



*Figure 39 : Plan en coupe d'un moule du test de l'anneau* [22]

### I.5.4 Discussion sur les essais

Le but de nos travaux est de mettre au point un essai de soudage simple, permettant d'établir un critère de fissuration de type mécanique. Le critère vers lequel nous nous orienterons est fondé sur une valeur de déformation critique en fin de solidification, or il s'avère que ce type de donnée est très difficile à obtenir expérimentalement. Il est donc nécessaire que l'essai utilisé soit facilement modélisable afin de pouvoir obtenir numériquement les champs de déformation de l'alliage en fin de solidification.

Les essais à chargement extérieur comme l'essai Varestraint présentent le désavantage de ne pas pouvoir séparer distinctement les déformations dues à la force appliquée et celles résultant du soudage. Or dans un cas industriel, on observe généralement une configuration qui se rapproche plus des essais auto-bridés où les déformations ne sont (si possible) pas provoquées sur la soudure mais intrinsèques au procédé lui-même. En outre, les déformations identifiées sont généralement des déformations macroscopiques qui peuvent grandement différer des déformations locales conduisant à la fissuration à chaud. De plus, la modélisation de ce type d'essai peut s'avérer complexe à mettre en œuvre tout comme les montages expérimentaux à concevoir. Dans le cadre de l'essai Varestraint, Kerrouault [68] a mis en évidence la difficulté de modéliser les échanges thermiques entre l'éprouvette et le sabot de pliage ainsi que le contact d'un point de vue mécanique. C'est pourquoi nous nous sommes penchés sur des essais auto-bridés de type JWRI qui présentent généralement une grande facilité de mise en œuvre et une possibilité de modélisation bidimensionnelle (éprouvettes planes).

A travers ce type d'essai, on comprend que les paramètres de bridage jouent un grand rôle dans la formation des fissures. Ces variables peuvent être contrôlées en faisant varier les paramètres de soudage (intensité, tension, vitesse de soudage) ainsi que la géométrie de l'éprouvette. Cette étude bibliographique montre que la distance séparant la ligne de fusion d'un bord libre (à paramètres de soudage constants) a une influence directe sur les déformations qui s'exercent à l'arrière du bain et donc sur sa susceptibilité à se fissurer. En effet pour les essais JWRI, plus l'éprouvette est large, plus les bords libres sont éloignés du cordon de soudure et moins les éprouvettes fissurent. Les travaux de Ploshinkhin [80] vont également dans ce sens. L'essai JWRI offre l'avantage pour la modélisation thermique d'être symétrique suivant l'axe de la soudure contrairement aux essais de soudage oblique. Cependant les paramètres de bridage restent en théorie constants tout au long de l'essai, ce qui signifie qu'il faut faire toute une gamme d'essais pour balayer différentes largeurs d'éprouvettes en vue de déterminer la transition entre les éprouvettes fissurées/non fissurées.

Ceci nous a conduit à nous intéresser plus particulièrement aux essais développés par

Matsuda [78] qui suivent le même principe que l'essai JWRI mais en offrant des conditions de bridage variables pour un seul et même essai via la variation de largeur des éprouvettes trapézoïdales. L'essai CPT précédemment évoqué pourrait être également intéressant dans l'optique de valider un critère déterminé via un essai auto-bridé de type Matsuda.

## *I.6 Introduction aux modèles de comportement mécanique des matériaux*

Dans le cadre de l'étude de la fissuration à chaud d'un alliage, il est important de connaître son comportement mécanique depuis la température ambiante jusqu'à la température à laquelle s'amorce la fissure à chaud de solidification ($f_S \sim 0.90$). En effet, suivant ses propriétés, le matériau sera plus à même de supporter ou non les déformations qui se produisent lors du soudage. Ces données sont d'autant plus importantes lorsque l'étude porte sur l'établissement de critères de fissuration issus de calculs thermomécaniques. Si la loi de comportement utilisée dans le calcul ne correspond pas aux propriétés mécaniques du matériau aux températures données, les déformations et les contraintes déterminées par la simulation ne correspondront pas à ce qui sera observé expérimentalement. Il est cependant difficile de déterminer ce type de données expérimentalement, c'est pourquoi il n'est pas inhabituel dans la littérature que des propriétés mécaniques de matériaux soient extrapolées à haute température et en zone pâteuse pour la simulation numérique du soudage [68].

Il existe des moyens expérimentaux qui ont été développés dans l'optique de déterminer le comportement d'alliages à très haute température et à l'état semi-solide. La pratique actuelle la plus courante pour les essais en phase solide à haute température est l'utilisation de machines de type Gleeble. Ces machines permettent de chauffer très rapidement des éprouvettes par effet Joule et de leur appliquer des efforts en traction ou en compression [68], [86]. En ce qui concerne la caractérisation mécanique du milieu pâteux, diverses études portent sur des essais de traction, de compression et de cisaillement [18], [87], [88] mais elles restent rares pour les alliages à haut point de fusion comme les aciers où les alliages base nickel. Ces points seront plus largement abordés dans le Chapitre III. Nous allons maintenant nous intéresser aux principaux modèles de comportement mécanique des matériaux susceptibles de nous intéresser dans notre étude.

### I.6.1 Comportement mécanique de la phase solide

Lors de la déformation uniaxiale d'un alliage métallique à température ambiante, on observe généralement deux domaines de comportement. Pour de faibles déformations, le comportement du métal est dit élastique. La contrainte varie linéairement avec la déformation qui est alors réversible. Dans ce domaine, la déformation est due à l'étirement des liaisons atomiques.

A partir d'une contrainte seuil, on atteint le domaine de déformation plastique (déformation irréversible). Les dislocations commencent à se multiplier et à glisser dans des plans atomiques particuliers nommés plans de glissement. La densité des dislocations augmente, ce qui les conduit à se gêner dans leurs déplacements. On observe alors un durcissement du matériau, c'est ce que l'on nomme l'**écrouissage**. Ce phénomène de plasticité entraîne différents mécanismes d'écrouissage, notamment les **écrouissages cinématique et isotrope**.

La principale manifestation de l'écrouissage cinématique est l'effet BAUSCHINGER. A la suite d'une déformation plastique en traction, il se traduit par un décalage de la surface d'écoulement (Figure 42): une diminution de la limite d'élasticité en compression (et une augmentation de la limite d'élasticité en traction : Figure 40).

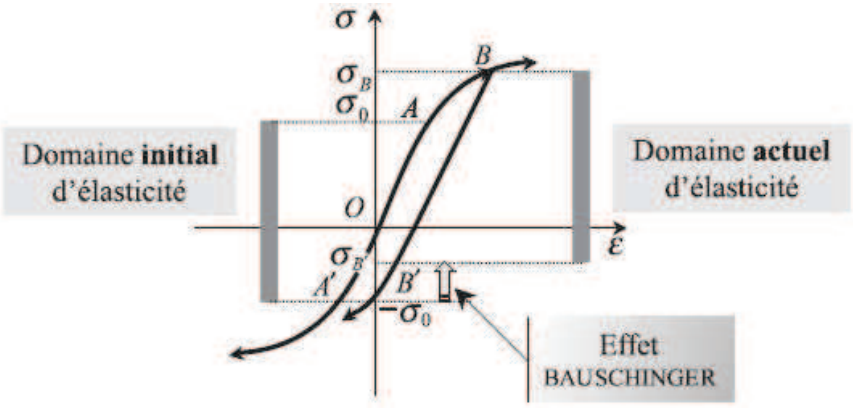



*Figure 40 : Expérience de traction-compression : effet BAUSCHINGER* [89]

L'écrouissage isotrope est caractérisé par une augmentation (ou une diminution) de l'amplitude de la contrainte au cours d'un chargement cyclique. Il y a alors durcissement (ou adoucissement) du matériau.

Lorsque la température augmente au-delà de la moitié de la température de fusion du matériau [90], on observe l'apparition d'un effet visqueux. En effet, la vitesse de déformation commence à avoir une influence sur la contrainte associée. Certains mécanismes sont thermiquement activés et contribuent à la diminution de la contrainte par annihilation des dislocations. On parle alors de restauration. Les dislocations gagnent un degré de liberté et peuvent ainsi monter et se réarranger ce qui produit le fluage « par dislocations » (Figure 41). Avec l'élévation de la température apparaît un nouveau mécanisme de déformation grâce à l'augmentation sensible de la mobilité des atomes. Sous l'effet de la contrainte, la déformation peut donc également résulter d'un transport de matière par diffusion aux joints de grains, voire de diffusion au sein même des grains pour les plus hautes températures.

La compétition entre écrouissage et restauration conduit à un équilibre où la contrainte reste constante au cours de la déformation (plateau viscoplastique). La valeur en contrainte du plateau viscoplastique dépend de la vitesse de déformation.

En 1982, Frost et Ashby établissent des cartes regroupant les principaux mécanismes de déformation de fluage [91]. Elles sont construites pour un matériau et une taille de grains donnés. Les domaines de prédominance de chaque mécanisme sont tracés en fonction des axes normalisés : [contrainte de cisaillement ($\sigma_s$) / module de cisaillement ($\tau$)] et [température / température de fusion ($T_f$)]. A forte contrainte on observe le domaine de fluage-dislocation appelé également loi-puissance ("power-law creep"). Comme mentionné précédemment, le fluage par diffusion prédomine à forte température et basse contrainte (Figure 41).

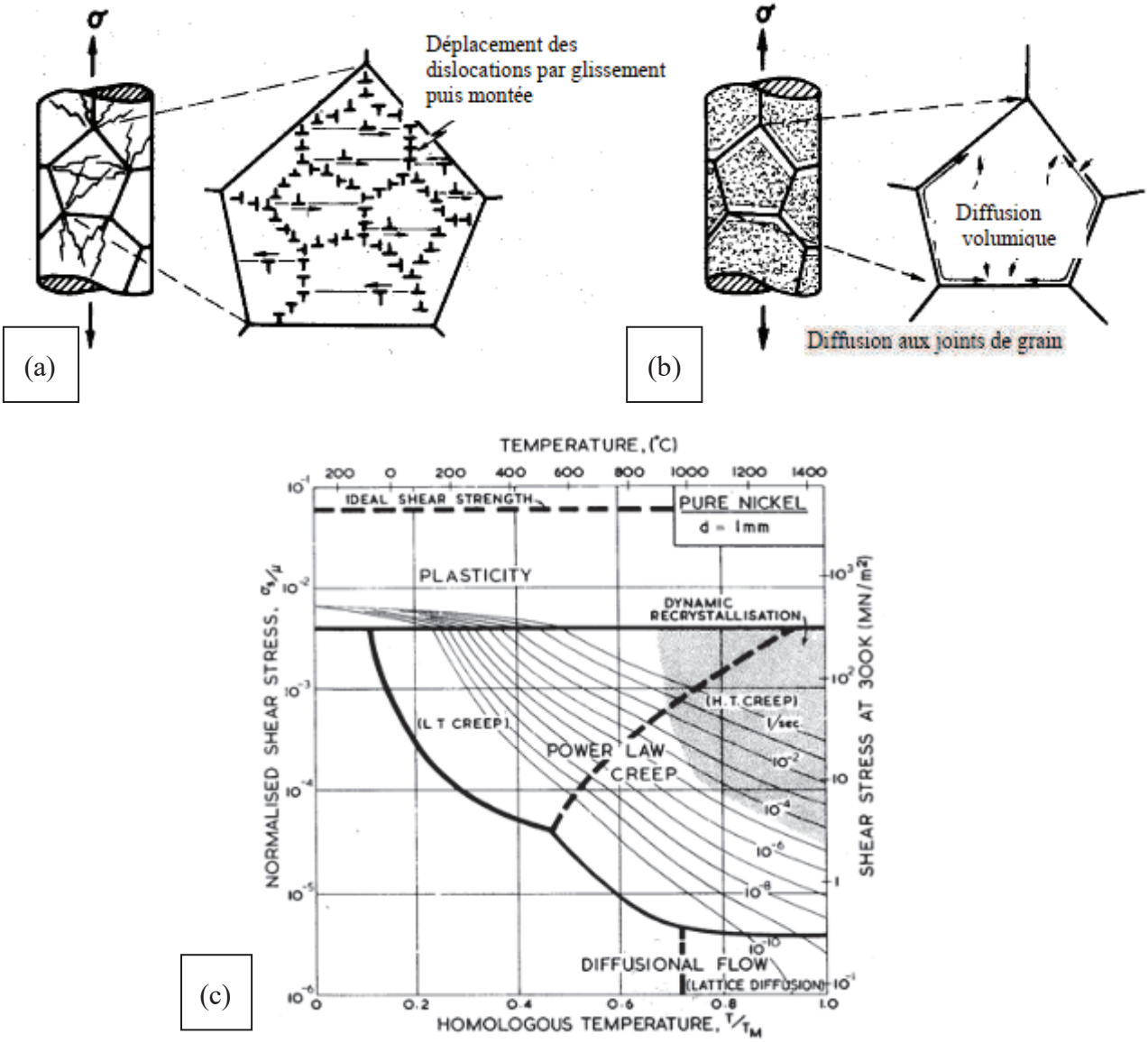



*Figure 41 : Mécanismes de fluages : (a) par dislocation, (b) par diffusion. (c) Diagramme d'Ashby : Mécanismes de déformations pour du nickel pur (grains 1mm)* [91]

### I.6.2 Modèles élasto-viscoplastiques

Afin de quantifier les états de contrainte et de déformation liés au procédé de soudage, il est nécessaire de décrire le comportement du matériau par un modèle. Le soudage à l'arc nécessite une loi qui reproduit bien le comportement de matériau métallique de la température ambiante aux hautes températures. Les modèles que l'on retrouve fréquemment dans les travaux récents pour caractériser des alliages à haute température (à l'état solide) sont des lois de comportement de type élasto-viscoplastique. Dans ces modèles, on considère en général que la déformation totale peut être partitionnée ainsi :

$$\varepsilon = \varepsilon^{el} + \varepsilon^{th} + \varepsilon^{vp} \qquad \text{I.24}$$

Où :

- $\varepsilon^{el}$ est la déformation élastique telle que $\varepsilon^{el} = S : \sigma$ où $S$ est le tenseur des compliances (ou tenseur de souplesse : Loi de Hooke généralisée)
- $\varepsilon^{th}$ est la dilatation thermique telle que $\varepsilon^{th} = \alpha(T).(T - T_0)$ (où $\alpha$ est le coefficient de dilatation thermique qui dépend de la température)
- $\varepsilon^{vp}$ est la déformation viscoplastique qui varie suivant les modèles (Lemaitre, Chaboche, Delobelle [68])

Dans sa thèse, Kerrouault [68] a utilisé une version simplifiée du modèle de comportement élasto-viscoplastique sans seuil développée par de Delobelle, en considérant qu'en traction simple, la composante viscoplastique peut être exprimée ainsi :

$$\left|\underline{\dot{\varepsilon}_{vp}}\right| = \dot{\varepsilon}_0 . \left[ \sinh\left(\frac{F}{N}\right)\right]^n \qquad \text{I.25}$$

avec :

$$F = \left| \ \sigma - X \ \right| \qquad \text{I.26}$$

Et $\dot{\varepsilon}_0$, $n$, $N$ des paramètres viscoplastiques du matériau, et *sinh* correspondant à la fonction sinus hyperbolique.

On retrouve généralement un **critère de plasticité** dans l'établissement de ces modèles, critère qui définit l'état de contrainte « limite » à partir duquel le matériau rentre en plasticité. Les critères de plasticité de Tresca ou de Von Mises sont les plus classiques. Le critère de Von Mises est isotrope et défini sous la forme :

$$\bar{\sigma}_{VM} = \sqrt{\frac{3}{2}.S_{ij}S_{ij}} \qquad \text{I.27}$$

Avec :

$$S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3}\sigma_{kk}\delta_{ij} \qquad \text{I.28}$$

On parle aussi de contrainte équivalente de Von Mises. Elle est proportionnelle au second invariant du tenseur des contraintes *S*. La contrainte de Tresca est définie dans l'espace des contraintes principales ainsi :

$$\bar{\sigma}_T = Max\left[\left|\sigma_I - \sigma_{II}\right|,\left|\sigma_{II} - \sigma_{III}\right|,\left|\sigma_{III} - \sigma_I\right|\right] \qquad \text{I.29}$$

Il existe de nombreuses autres contraintes équivalentes dont certaines comme la contrainte équivalente de Hill qui permettent de rendre compte de l'anisotropie d'un matériau. Ces critères définissent la forme d'une **surface d'écoulement** dans l'espace des contraintes (Figure 42). Tant que l'état de contrainte reste à l'intérieur de cette surface d'écoulement, le matériau reste élastique. Dans le cas de la prise en compte de l'écrouissage, la surface d'écoulement peut être amenée à évoluer au cours de la déformation plastique. Ces modifications concerneront la position du centre de la surface, sa taille. On retrouve alors les deux variables qui caractérisent l'écrouissage :

- $R$ associée à l'écrouissage isotrope, influe sur la taille de la surface d'écoulement ($R=\sigma_0$ à l'état initial). R correspond à la variation de la limite d'élasticité au cours de l'écrouissage et est directement lié à l'augmentation de la densité de dislocations.

- $\underline{X}$ qui est une variable tensorielle (composantes homogènes à des contraintes) associée à l'écrouissage cinématique (Figure 40), donne la position du centre de la surface d'écoulement au cours de la déformation.

Ces deux variables permettent la modélisation macroscopique du comportement du matériau. La contrainte équivalente s'applique non plus sur le tenseur $\underline{\sigma}$ mais sur $\underline{\sigma}$-$\underline{X}$. La surface d'écoulement est définie de la manière suivante :

$$f(\underline{\sigma} - \underline{X}, R) = \overline{(\underline{\sigma} - \underline{X})} - R = 0 \qquad \text{I.30}$$

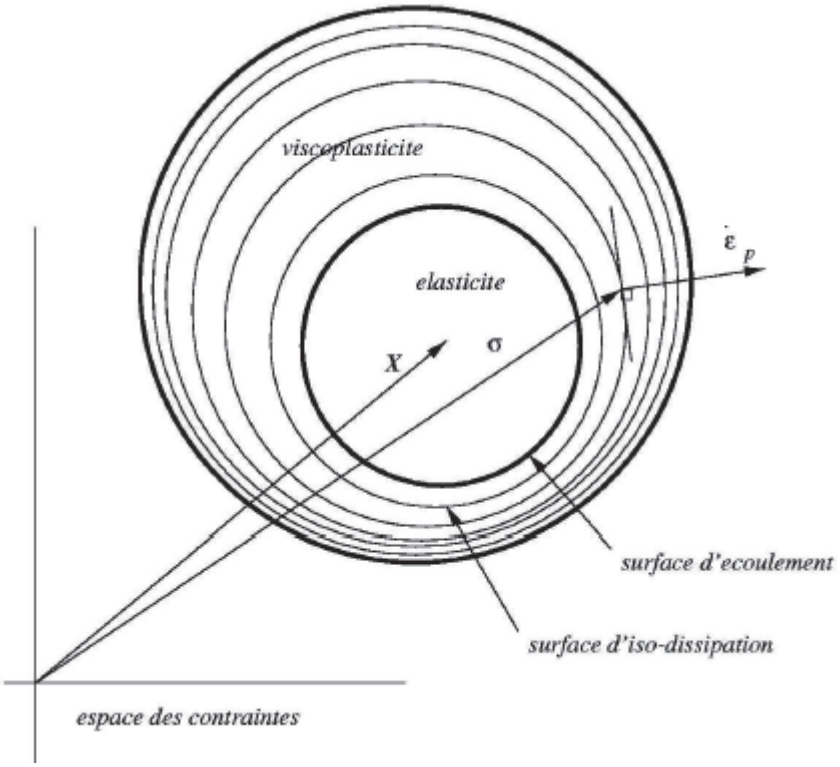



*Figure 42 : Schématisation du comportement élasto-visco-plastique dans l'espace des contraintes* [92]

Un modèle élasto-viscoplastique est également fondé sur une sensibilité à la vitesse de déformation dans le domaine de plasticité. Cette sensibilité sera ici décrite par une fonction de dissipation $\varphi^*$ [92]. On peut écrire les équations suivantes pour décrire l'évolution du matériau en cours de déformation plastique :

$$\begin{cases} \underline{\dot{\varepsilon}}^{vp} = \dfrac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{\sigma}} \\ \underline{\dot{\alpha}} = -\dfrac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{X}} \\ \dot{p} = \dfrac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{R}} \end{cases} \qquad \text{I.31}$$

Avec $\underline{\dot{\alpha}}$ et $\dot{p}$ sont les variables internes associées respectivement à $\underline{X}$ et $R$.

La Figure 42 représente la surface d'écoulement ($f=0$) et les surfaces d'iso-dissipation ($\varphi^*=constante$) et permet ainsi de rendre compte de la sensibilité d'un matériau à la vitesse de déformation. Pour une sollicitation à vitesse nulle, la surface $\varphi^*=0$ coïncide avec la surface d'écoulement (limite d'élasticité).

La principale difficulté du choix d'un modèle pour la composante viscoplastique réside dans le fait que le modèle se doit d'être suffisamment complexe pour rendre compte des différents mécanismes de déformation d'un matériau, tout en restant suffisamment « simple » pour permettre des calculs mécaniques qui ne soient pas trop lourds.

Dans nos travaux, nous nous focaliserons sur un modèle issu de celui de Lemaitre et Chaboche qui sera présenté dans le dernier chapitre de ce manuscrit. Ce modèle intègrera des composantes d'écrouissage cinématique et isotrope ainsi qu'une composante visqueuse.

### I.6.3 Modèles de comportement rhéologique à l'état pâteux

Le défaut de fissuration à chaud apparaissant aux alentours d'une fraction de solide de 0.90, dans le cadre de cette étude il est important de prendre en compte non seulement le comportement de l'alliage solide à haute température, mais également celui de la zone pâteuse en fin de solidification. Des modèles rhéologiques visant à décrire le comportement des alliages en zone de transition pâteuse ont été développés, en vue d'intégrer ces données dans des modèles de fissuration à chaud ou de procédés de mise en forme.

Dans cette partie nous nous intéresserons au cas où la phase solide est continue (au-delà de la température de cohérence). On suppose qu'elle gouverne la déformation, le liquide n'intervenant que par son écoulement à travers le réseau solide. On distingue principalement trois types de modèles :

- **les modèles scalaires** qui établissent une relation entre une contrainte et une déformation (ou vitesse de déformation) suivant un état de contrainte donné
- **les modèles tensoriels** plus complexes qui intègrent les composantes hydrostatiques et déviatoriques
- **les modèles granulaires** qui considèrent le matériau constitué d'un assemblage de grains en interaction au sein duquel le liquide peut (ou non) circuler. Contrairement aux deux précédents, il ne s'agit pas de modèles de loi de comportement au sens propre du terme basés sur une approche de mécanique du solide (ils ne seront abordés ici que très succinctement)

Ces types de modèles ne seront pas directement utilisés dans cette thèse mais sont importants dans le cadre de l'étude de la fissuration à chaud. C'est pourquoi ils seront présentés de façon succincte, les démonstrations et détails complémentaires pouvant être trouvés dans les documents de référence.

### I.6.3.1 Modèles scalaires

Ces modèles relient la contrainte à une déformation ou à une vitesse de déformation. Ils dérivent généralement de lois classiques de fluage qui ont été adaptées pour tenir compte de la présence de la phase liquide. En supposant que la phase solide supporte toute la charge apportée au matériau, on divise la contrainte appliquée au matériau par la fraction de solide :

$$\dot{\varepsilon} = A\left(\frac{\sigma}{f_S}\right)^{1/m}.\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \text{I.32}$$

Avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation, $\sigma$ la contrainte, $m$ la sensibilité à la vitesse de déformation ($m = 1/n$ où $n$ est le coefficient de sensibilité à la contrainte, souvent utilisé dans les modèles), $A$ une constante fonction du matériau, $f_s$ la fraction de solide, $Q$ l'énergie d'activation thermique, $R$ la constante des gaz parfaits et $T$ la température. Pour déterminer l'ensemble de ces paramètres, il faut effectuer à différentes températures des essais mécaniques isothermes avec des sauts de vitesses de déformation. Il est également nécessaire de maîtriser le chemin de solidification de l'alliage étudié en vue de connaître précisément les fractions de solide considérées.

Une variante a été proposée en 2002 par Van Haaften et al. [93] et reprise par Fabregue [87] lors de sa thèse. Elle consiste à considérer la répartition du liquide plutôt que sa quantité. La charge est donc appliquée à la surface associée à la fraction de joints de grains mouillés par le liquide $f_{LGB}$ et non à la fraction de solide :

$$\dot{\varepsilon} = A\left(\frac{\sigma}{1-f_{LGB}}\right)^{1/m}.\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \text{I.33}$$

Cette fraction de joints de grains mouillés est difficilement mesurable expérimentalement mais elle peut être calculée de façon théorique en faisant des hypothèses sur la forme de la phase liquide et la mouillabilité du solide par le liquide. En considérant une bonne mouillabilité du liquide ($\theta$ faible Figure 12), les résultats obtenus pour des alliages d'aluminium des séries 3XXX et 5XXX concordent bien avec des expériences de traction semi-solide sur une machine Gleeble [93].

Ce type de modèle a l'avantage d'offrir une bonne continuité du comportement du matériau lors du passage à l'état solide. En effet, à l'état solide nous avons : $f_s$=1 ($F_{LGB}$ = 0) ce qui nous conduit à l'expression d'une loi de fluage classique. Cependant ces lois ne donnent pas d'information sur l'évolution de la courbe contrainte – déformation (elles ne donnent que la contrainte maximum) et ne sont valables que pour l'état de contrainte pour lequel elles ont été établies.

### I.6.3.2 Modèles tensoriels

Comme leur nom l'indique, ces modèles sont écrits sous forme tensorielle et permettent donc de prendre en compte les composantes hydrostatiques (qui traduisent l'effet du liquide) et déviatoriques. Ils sont basés sur la déformation à chaud de solides poreux et prennent en compte la présence de la phase liquide.

Nous allons illustrer ce type de modèle avec l'exemple du modèle de NFS (Nguyen, Favier, Suery [94]). Afin d'établir la loi constitutive reliant le tenseur des vitesses de déformation plastique de la phase solide au tenseur des contraintes effectives, Nguyen et al. ont défini un potentiel viscoplastique Ω qui est fonction du tenseur de contrainte effectives, de la fraction de solide et de la température : $\Omega = \Omega(\underline{\hat{\sigma}}_S, f_S, T)$. Le potentiel viscoplastique suit la loi de normalité :

$$\dot{\varepsilon}_S^P = \frac{\partial \Omega}{\partial \underline{\hat{\sigma}}_S} \qquad \text{I.34}$$

Ils ont également supposé que le matériau pouvait être assimilé à un solide dense purement viscoplastique dont le comportement est gouverné par une loi de fluage en loi puissance classique. Ceci leur a permis d'obtenir les expressions suivantes pour le potentiel viscoplastique et le tenseur des vitesses de déformation plastique en fonction du tenseur des contraintes effectives sur le squelette solide :

$$\Omega = \frac{1}{n+1}\left(\frac{A}{s_0^n}.\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)\right).\sigma_{eq}^{n+1} \qquad \text{I.35}$$

$$\dot{\varepsilon}_S^P = \frac{A}{s_0^n}.\sigma_{eq}^{n-1}.\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right).\left[\frac{A_1}{2}\underline{\sigma_S} + \frac{6B_1 - A_1}{6} tr(\sigma_S).I\right] \qquad \text{I.36}$$

Où $A_1$ et $B_1$ sont fonction de la fraction de solide et déterminés expérimentalement, $A$ et $s_0$ sont des constantes, qui, avec $Q$ (énergie d'activation) et $n$ (coefficient de sensibilité à la contrainte), caractérisent le comportement de la phase solide.

D'autres modèles inspirés de celui-ci permettent de différencier la traction de la compression, notamment le modèle MFS [95] (Martin, Favier, Suery). Les changements sont généralement apportés principalement sur l'expression du potentiel viscoplastique. Les modèles de Zavaliangos et al. [96] et MLS (Martin, Ludwig, Suery) y incluent par exemple la notion de porosité [18]. Dans tous ces modèles, le potentiel viscoplastique dépend de variables internes liées au comportement du milieu semi-solide. Ces variables doivent être déterminées expérimentalement ce qui reste très difficile étant donné qu'il faut travailler sur des matériaux semi-solides et les solliciter sous des états de contrainte complexes.

#### I.6.3.3 Modèles granulaires

Un des principaux inconvénients des modèles présentés précédemment est qu'ils ne permettent pas de prendre directement en compte la localisation des contraintes aux joints de grains lors de la formation de ponts solides intergranulaires en fin de solidification. Les modèles granulaires permettent de détecter ce type de phénomènes à l'échelle locale comme l'illustrent par exemple les travaux de Vernède et al. [21]. Ils ont développé un modèle granulaire 2D qui porte sur l'évolution des films liquides intergranulaires en fin de solidification, ce qui permet de détecter des phénomènes comme la percolation des grains ou encore l'enrichissement en liquide.

## *I.7 Synthèse bibliographique*

Nous avons vu dans ce chapitre que la fissuration à chaud est un phénomène complexe susceptible d'apparaître en fin de solidification sous l'effet de déformations en traction que l'alliage semi-solide ne peut supporter. Les auteurs s'accordent sur le fait que ce défaut s'initie dans un intervalle de température spécifique à chaque alliage communément connu sous le nom de **BTR** (Brittle Temperature Range). Les fractions de solide correspondant aux limites de cet intervalle de fragilité varient selon les études. Nous considèrerons dans cette thèse que le BTR d'un alliage est délimité par la fraction de solide à partir de laquelle le liquide ne peut plus circuler dans les canaux interdendritiques ($f_S \sim 0.90$) et la fraction de solide de coalescence ($f_S \sim 0.97$).

De nombreux paramètres influent sur la susceptibilité d'un alliage à fissurer en soudage. La présence d'éléments susceptibles d'augmenter le BTR de l'alliage et l'étalement du liquide résiduel aux joints de grains (éléments ségrégeant dans le liquide interdendritique et/ou tensio-actifs comme le soufre et le phosphore) favorisent grandement la fissuration à chaud. Les conditions thermo-mécaniques résultant du procédé de soudage ont également un rôle à jouer dans la susceptibilité d'un alliage à fissurer. Pour éviter la fissuration, il faut privilégier un apport thermique aussi faible que possible afin de diminuer le temps pendant lequel l'alliage est exposé au risque de FAC ainsi que le volume de matériau concerné.

Afin d'anticiper et de mieux comprendre la fissuration à chaud, divers critères de fissuration et essais de soudage ont été développés. Dans le Chapitre II, nous nous focaliserons sur les essais de type auto-bridés et plus particulièrement sur l'essai « trapézoïdal » (Matsuda [78]) qui permet d'étudier l'initiation et la propagation de la fissuration à chaud. Parmi les nombreux cas présents dans la littérature, un critère basé sur une déformation plastique cumulée dans le BTR peut s'avérer être un compromis judicieux entre la complexité du critère, son intégration dans un modèle thermomécanique et sa fiabilité. Ce point sera abordé dans le dernier chapitre.

Cet état de l'art a également souligné l'importance de la connaissance du comportement mécanique de l'alliage de la température ambiante à sa zone pâteuse, en particulier pour les critères de type mécanique. Les études les plus récentes montrent que dans le cas de la simulation numérique du soudage, une loi de comportement de type élasto-viscoplastique est un modèle intéressant pour décrire le comportement d'un alliage, plus particulièrement à haute température. La fiabilité de la loi dépend évidemment de ses paramètres qui doivent être déterminés expérimentalement. L'étude du comportement mécanique de l'alliage choisi, l'Inconel 600, sera réalisée à haute température et en zone pâteuse dans les chapitres III et IV.

# Chapitre II. Essais de fissuration en soudage TIG

Dans l'optique d'établir un modèle prédictif du risque de fissuration à chaud, des essais de soudage visant à provoquer l'apparition du défaut ont été réalisés. Ces expériences permettent de déterminer l'influence des différents paramètres de soudage (et des chargements thermomécaniques associés) sur l'apparition et la propagation de fissures de solidification. Cette étude s'inspire des essais auto-bridés présentés précédemment (Chapitre I), l'objectif étant d'avoir un dispositif simple à mettre en œuvre et à modéliser.

La modélisation thermomécanique de cet essai permettra ensuite de déterminer l'évolution des champs de déformations à l'arrière du bain et d'établir un critère de fissuration.

Après avoir opté pour des essais de fissuration en soudage de type auto-bridé, nous présenterons le dispositif expérimental puis les paramètres opératoires choisis. Nous détaillerons ensuite les résultats obtenus en nous appuyant notamment sur des analyses métallurgiques afin de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu.

# *II.1 Choix du type d'essai*

## II.1.1 Rappel sur l'état de l'art

Comme nous l'avons vu dans le Chapitre I, il existe deux principales catégories d'essais de fissuration en soudage : les essais à chargement extérieur et les essais auto-bridés. Nous nous orientons ici vers des essais auto-bridés qui présentent l'avantage d'être simples à mettre en œuvre. Parmi eux, il existe de nombreux dispositifs expérimentaux impliquant des éprouvettes planes fines, géométries qui facilitent l'approche numérique du problème. L'attention a été portée sur des essais réalisés sur des éprouvettes trapézoïdales en 1982 par Matsuda [78] qui découlent des essais élaborés par Houldcroft dans les années 50 [76]. L'idée est d'utiliser la forme de l'éprouvette pour faire varier le chargement mécanique qui s'exerce sur le bain de fusion en cours de solidification. Nous appellerons ces essais les « essais trapézoïdaux » par la suite. On peut ainsi au cours d'un seul essai balayer un intervalle relativement large de déformations s'exerçant en traction à l'arrière du bain contrairement à des essais de type JWRI où l'éprouvette est rectangulaire et la variation de chargement mécanique en fin de solidification supposée négligeable [82]. En effet, pour ces derniers essais, Gonghao et al. [82] ont montré que pour étudier le risque d'apparition du défaut de FAC, il était nécessaire de réaliser un grand nombre d'essais sur des éprouvettes rectangulaires de différentes largeurs.

L'essai sur des éprouvettes trapézoïdales a été initialement conçu pour adapter les essais Houldcroft au procédé de soudage par faisceau d'électrons [78]. Cette expérience consiste à réaliser une ligne de fusion sur une éprouvette trapézoïdale encastrée à une extrémité (la plus large) en amorçant le faisceau à l'extrémité opposée (la plus étroite : cf Chapitre I). Les résultats obtenus ont montré que l'essai est reproductible et que pour un matériau et un jeu de paramètres de soudage fixés, les fissures s'arrêtent pour une largeur d'éprouvette donnée.

Ce type d'essai a été repris en 2012 par Safari [97] avec le procédé de soudage TIG sur l'acier inoxydable 310s. La géométrie de l'éprouvette a été modifiée en intégrant le concept que l'on retrouve sur les essais JWRI qui consiste à entailler l'éprouvette pour faciliter l'initiation de la fissuration à chaud (Figure 43 (a)). La ligne de fusion est initiée dans la partie droite et va vers la gauche (Figure 43(a) : largeur d'éprouvette croissante). Lorsque l'arc arrive au niveau du ligament (à 20 mm du bord droit), le bain de fusion occupe toute la largeur du ligament entre les deux entailles ce qui entraîne la chute de la portion droite de l'éprouvette et permet d'initier l'apparition du défaut. Le défaut se propage ensuite jusqu'à une largeur d'éprouvette donnée, fonction du chargement thermomécanique à l'arrière du bain. Dans cette configuration, l'éprouvette plane a une épaisseur de 3 mm, tout comme dans les essais de Matsuda sur des aciers inoxydables austénitiques.

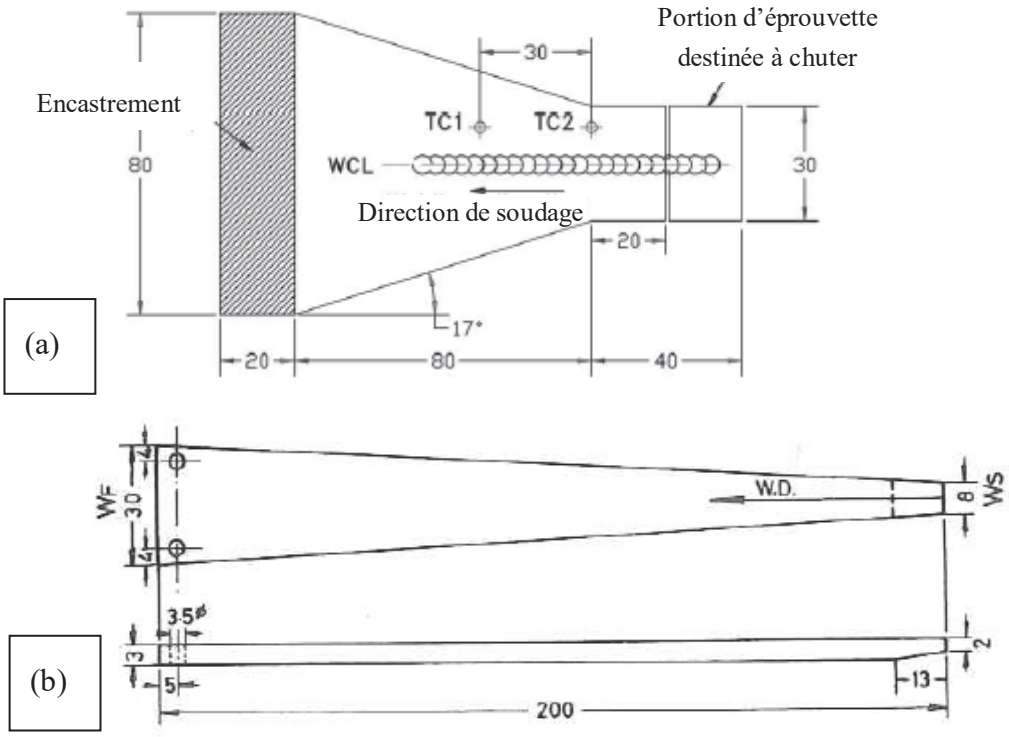



*Figure 43 : Géométries d'éprouvette d'essais trapézoïdaux : (a) adapté par Safari pour l'étude de la fissuration à chaud de l'acier inoxydable 310s en soudage TIG* [97] *; (b) adapté par Matsuda en soudage par faisceau d'électrons* [78]

Dans le cadre du projet dans lequel s'inscrit cette thèse, des essais de type JWRI présentant le dispositif d'amorçage de fissuration décrit ci-dessus ont été effectués par Gonghao et al. [82] sur des éprouvettes en acier inoxydable austénitique (type AISI 321). Il en ressort que la fissuration à chaud ne s'initie pas forcément parce que la chute de la portion d'éprouvette n'a pas systématiquement lieu. De plus, lorsque celle-ci a lieu, elle peut perturber le chargement mécanique à l'arrière du bain. C'est pourquoi nous avons choisi de nous orienter vers d'autres méthodes visant à amorcer le défaut dans la section la plus étroite de l'éprouvette.

# *II.2 Expérience*

## II.2.1 Dispositif et protocole expérimental

### II.2.1.1 Géométrie de l'éprouvette

Les essais auto-bridés développés au cours de cette thèse sont fondés sur la géométrie d'éprouvette proposée par Matsuda (Figure 43(b)) qui a été adaptée à nos besoins. La première modification porte sur l'épaisseur de l'éprouvette qui a été réduite de 3 à 2 mm. Il est en effet nécessaire d'avoir un bain de fusion débouchant ; or celui-ci est nettement moins

pénétrant dans les alliages de nickel que dans les aciers inoxydables. Pour des épaisseurs supérieures à 2 mm, il est recommandé dans la littérature de réaliser une préparation préalable de type entaille en V ou U en soudage bout à bout pour les alliages de nickel.

La tension d'arc pouvant être difficile à réguler dans les premières secondes, l'arc est initié dans une section constante (Figure 44 (b)). La section constante la plus large (Figure 44 (b)) est bridée pour maintenir l'éprouvette pendant le soudage. La mise en plan de l'éprouvette « standard » (géométrie 1) est présentée Figure 44 (a). Afin de mesurer l'impact potentiel d'une variation de section plus marquée (donc d'une vitesse de variation du chargement mécanique à l'arrière du bain plus importante), des essais ont également été effectués sur une seconde géométrie d'éprouvette, plus large (Figure 45 : géométrie 2).

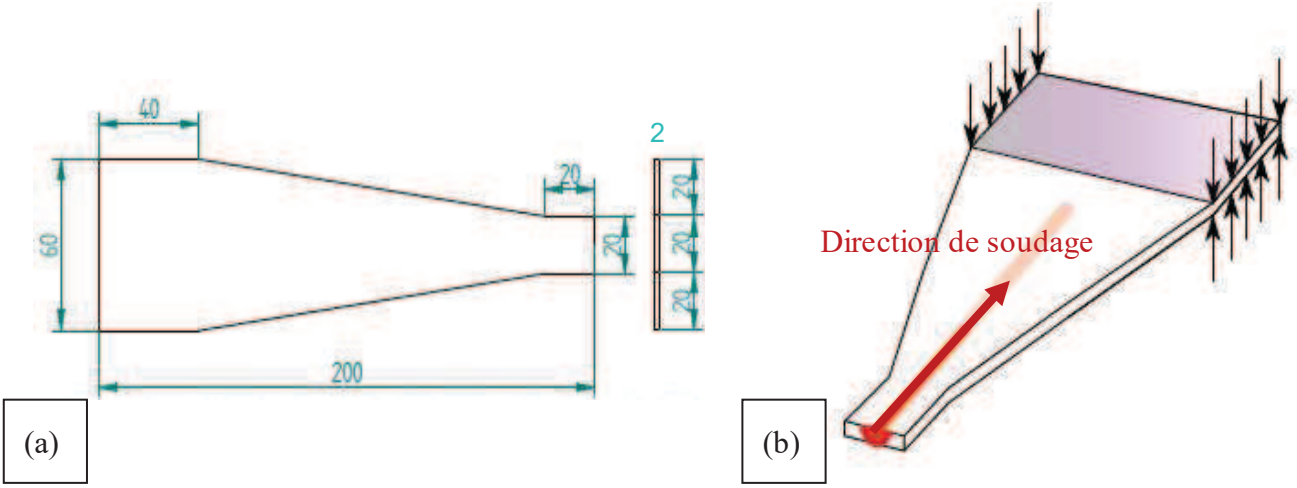



*Figure 44 : (a) Géométrie de l'éprouvette standard des essais trapézoïdaux adaptés à l'Inconel 600 (géométrie 1) ; (b) schéma illustrant le principe de l'essai trapézoïdal*

### II.2.1.2 Dispositif expérimental

La cellule de soudage est équipée d'un robot de soudage à 6 axes de marque PANASONIC (modèle TA-1400WG), de caméras d'ambiance et d'une table XY sur laquelle est fixé un dispositif de bridage. L'éprouvette est placée dans le dispositif de bridage spécialement conçu à cet effet qui maintient sa section constante la plus large (en violet Figure 44 (b)). L'ensemble reste fixe lors de l'essai, le robot assurant les déplacements. Les paramètres de soudage (I, U ainsi que la position de la torche) sont enregistrés pour chaque essai. Les essais sont également filmés de façon à pouvoir suivre les essais en direct ou les observer post mortem.

L'instrumentation en température des essais permettra de recaler la source thermique équivalente qui sera utilisée lors de la modélisation thermomécanique. Les températures ont été mesurées en différents points situés sur les faces inférieure et supérieure de l'éprouvette au moyen de thermocouples chemisés de type K (chromel/Alumel) de classe 2 et de diamètre 0.5

mm (plage de mesure de -100°C à 800°C, précision +/-0.75% de 333°C à 800°C). Ils sont soudés par point sur l'éprouvette (décharge capacitive à l'aide d'une micro-soudeuse). Des protections en alumine adaptées ont été placées sur les thermocouples de la face supérieure pour protéger leur signal du rayonnement émis par l'arc (Figure 46 (a)). En effet, au cours d'essais préliminaires, il a été observé que le rayonnement de l'arc à proximité immédiate d'un thermocouple sans protection pouvait conduire à une surestimation de la température supérieure à 100°C. La fréquence d'acquisition est fixée à 20 Hz, ce qui permet d'avoir suffisamment de points pour suivre correctement les variations de température. Les signaux sont traités par des modules thermocouples 16 voies (référence NI9213) montés sur un boitier d'acquisition (CompactDAQ USB, référence NI-CDAQ-9172) avant d'être enregistrés sur ordinateur.

Quatre thermocouples ont étés fixés en moyenne sur chaque éprouvette pendant les essais (2 par face), à des distances comprises entre 8 et 18 mm de l'axe de symétrie de l'éprouvette. La position des thermocouples est définie avant l'essai par un pointage effectué à l'aide d'un poinçon sur l'éprouvette. On évalue l'incertitude de leur position à +/- 1 mm (le diamètre du thermocouple étant déjà de 0.5 mm) dans le système de coordonnées XY défini ci-dessous (Figure 45). On considère la demi-éprouvette supérieure (en traits verts pleins) étant donné que toutes les mesures ont été effectuées sur une même moitié d'éprouvette (hypothèse de symétrie axiale le long de l'axe X).

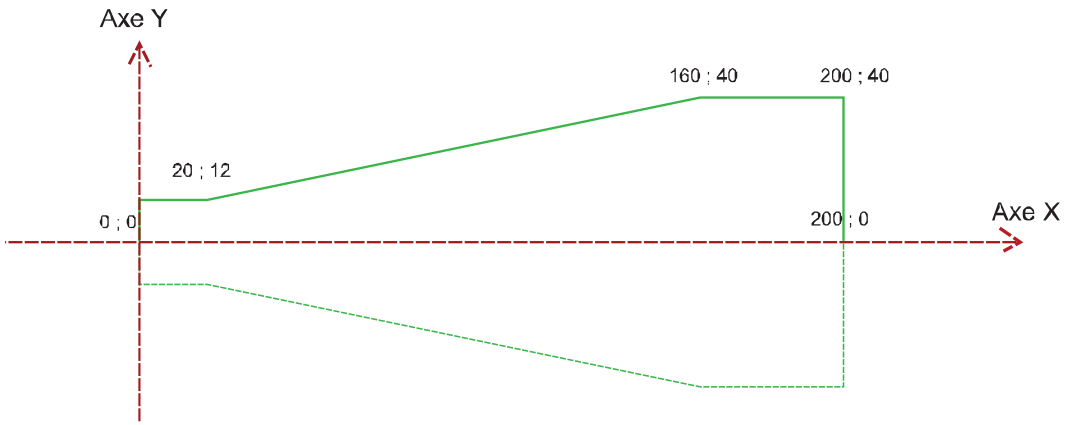



*Figure 45 : Système de coordonnées XY défini pour l'emplacement des thermocouples (illustration pour la géométrie 2)*

### II.2.1.3 Protocole

Avant chaque essai les éprouvettes sont brossées à la brosse métallique puis dégraissées (dégraissant N120 de la société BABBCO) de façon à limiter la présence d'impuretés comme le soufre ou le phosphore qui pourraient favoriser la fissuration à chaud.

L'essai consiste à effectuer une ligne de fusion débouchante le long de l'axe central de l'éprouvette, de sa section la plus étroite vers sa section la plus large (Figure 44 (b)).

L'amorçage de l'arc se fait par contact et non à haute fréquence pour éviter de perturber les mesures de température.

Pour les raisons évoquées précédemment (II.1.1), le dispositif d'amorçage de fissuration par chute de portion d'éprouvette (utilisé pour les essais JWRI) n'a pas été retenu. Ce dispositif met néanmoins en évidence que pour initier une fissure à chaud, il faut avoir un bain de fusion avec un bord libre (ce qui arrive lorsque la portion d'éprouvette tombe). Etant donné qu'il n'y a pas de matière solide à l'arrière du bain pouvant opposer une résistance mécanique aux chargements imposés par le soudage, ceci permet l'apparition du défaut.

En partant de ce principe, l'arc est amorcé au bord de l'éprouvette de façon à ce que l'on ait un bord de bain de fusion libre. Il faut pour cela connaître la demi-largeur du bain de fusion qui est fonction du matériau et des paramètres de soudage utilisés puis amorcer l'arc à une distance inférieure à celle-ci. Cependant, il est fortement déconseillé d'initier directement l'arc sur l'arête de l'éprouvette pour éviter d'avoir un arc baladeur, un plasma d'argon très perturbé et/ou un effondrement de bain.

Dans le cadre de nos essais, la demi-largeur du bain de fusion varie entre 2.5 et 3.5 mm suivant l'énergie linéique appliquée à l'éprouvette. L'arc est amorcé à environ 1.5 mm du bord de l'éprouvette permettant l'initiation de la fissuration à chaud de façon quasi-systématique (lorsque les paramètres de soudage permettent d'avoir un cordon débouchant) sans perturber significativement le bain.

## II.2.2 Plan d'expériences

### II.2.2.1 Composition des nuances d'Inconels 600 utilisés

Les éprouvettes ont été usinées à partir de tôles en Inconel 600 de 2 mm d'épaisseur provenant de coulées dont les compositions ont été analysées en plusieurs points via différentes techniques (détails disponibles en Annexe 1). Les teneurs des éléments « traces » (< 100 ppm) comme le soufre, le bore et le phosphore qui ont une grande influence sur l'aptitude du matériau à fissurer ont été mesurées par GDMS (Glow Discharge Mass Spectroscopy, dans les laboratoires du groupe EAG situés à Toulouse). Il s'agit d'une technique permettant de mesurer des teneurs inférieures au ppm. La synthèse des résultats est présentée Tableau 2. La coulée 1 correspond aux essais qui ont été réalisés avec une large gamme de paramètres de soudage. Des essais complémentaires ont été effectués pour une étude comparative sur une autre coulée plus chargée en fer et en titane (Tableau 2, coulée 2). On notera la faible valeur des teneurs en soufre et en bore (<10 ppm), deux éléments connus pour favoriser la FAC (Chapitre I).

*Tableau 3 : Compositions chimiques (%pds-ppm pds) des coulées dans lesquelles ont été usinées les éprouvettes trapézoïdales (Ni : balance)*

| *Eprouvettes* | *Fe* | *Cr* | *Ti* | *Si* | *Mn* | *Al* | *P* | *B* | *S* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Coulée 1 | 6.70 | 15.75 | 0.24 | 0.12 | 0.25 | 0.18 | 72 ppm | 6 ppm | 1 ppm |
| Coulée 2 | 9.18 | 15.46 | 0.38 | 0.08 | 0.20 | 0.18 | 20 ppm | 7 ppm | 6 ppm |

#### II.2.2.2 Paramètres expérimentaux

Les paramètres opératoires pouvant potentiellement avoir une influence sur la fissuration à chaud sont l'intensité, la tension et la vitesse d'avance de la torche qui contrôlent l'énergie linéique apportée à la pièce.

Les essais ont tous été effectués à une même tension (10V) et une énergie linéique constante au cours d'un même essai. Les expériences ont été réalisées avec une intensité variant de 100 à 150 A et une vitesse de soudage de 3.33 à 5.00 mm/s. Le débit d'argon utilisé est d'environ 15 L/min et l'angle d'affûtage de l'électrode en tungstène est de 30°.

Les essais portent sur deux coulées différentes (Tableau 2) et deux géométries différentes en vue d'évaluer la sensibilité du défaut à la composition et à la vitesse de variation du chargement mécanique à l'arrière du bain. Des essais de reproductibilité ont été réalisés pour chaque coulée sur la géométrie 1 (Figure 44 (a)).

# *II.3 Résultats et discussion*

## II.3.1 Comportement des fissures à chaud

Lors des essais, les fissures apparaissent et se propagent le long de l'axe de soudage à l'arrière du bain de fusion (Figure 46 (b)) là où les déformations induites par le soudage sur la zone pâteuse sont les plus élevées. Les analyses métallurgiques (II.3.3) montrent des faciès dendritiques typiques du phénomène de fissuration de solidification. Conformément à ce qui est observé dans la littérature, les résultats des essais montrent que la propagation des fissures dépend de la largeur des éprouvettes et des paramètres de soudage. Le défaut se propage plus difficilement pour des largeurs d'éprouvettes croissantes. Par conséquent, la grandeur choisie pour caractériser la propagation du défaut est la largeur d'éprouvette à laquelle il s'arrête, nous l'appellerons « ***largeur d'arrêt***». Cette largeur est déterminée post mortem à l'aide d'un pied à coulisse, l'erreur de mesure associée est estimée à +/- 1 mm.

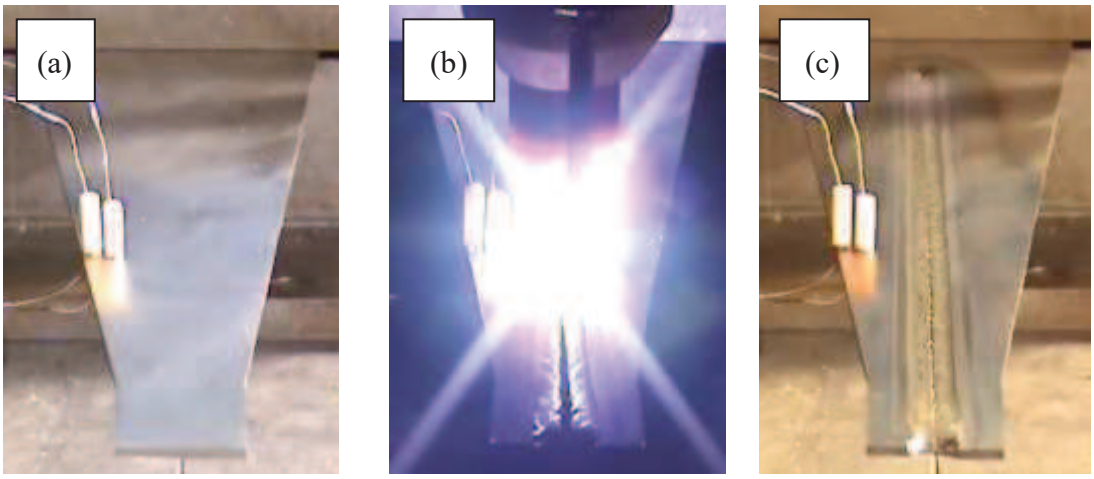



*Figure 46 : images d'un essai sur éprouvette trapézoïdale en soudage TIG sur Inconel 600 (géométrie 1, 110A, 3.67 mm/s) : (a) avant essai, (b) environ 15 secondes après l'amorçage de l'arc ; (c) après extinction de l'arc*

Les résultats obtenus (largeur d'arrêt de fissure en fonction des paramètres de soudage) sont présentés dans le Tableau 4. La notation des éprouvettes est définie ainsi : **G*i*E*j*** où « ***i*** » désigne la géométrie (1 étant la géométrie 1 (Figure 44 (a)), 2 la géométrie de 2 (Figure 45)), et « ***j*** » le numéro associé à l'essai sur une géométrie donnée. Les essais en italique souligné correspondent aux essais qui serviront de référence pour la modélisation thermomécanique dans le dernier chapitre.

La reproductibilité de l'essai a été estimée sur la géométrie 1 en considérant les valeurs de *largeur d'arrêt* mesurées à partir des résultats de plusieurs essais réalisés avec les mêmes paramètres de soudage (sur une même coulée). La valeur obtenue pour un écart type est évaluée à environ 1.1 mm. Cette valeur n'est pas négligeable dans le cas de notre étude (mais

à considérer avec précaution étant donné le peu d'échantillons disponibles pour la calculer). En effet, si l'on considère un intervalle de confiance de 95 % (soit +/- deux écart-types) et une distribution gaussienne des mesures autour d'une valeur moyenne, on obtient un intervalle de +/-2.2 mm autour de la valeur moyenne. Or la totalité des résultats observés présentent une *largeur d'arrêt* comprise entre 36 et 46 mm (soit 10 mm d'écart entre les valeurs maximum et minimum). Il faut donc garder un œil critique sur les résultats obtenus.

*Tableau 4 : Résultats obtenus lors des essais de fissuration en soudage pour différents paramètres opératoires sur les géométries 1 puis 2 (Rappel, tension d'arc fixée à 10V)*

| *Eprouvette* | *I (A)* | *V (mm/s)* | *Energie linéique (J/mm)* | *Largeur d'arrêt (mm)* | *Coulée* |
|---|---|---|---|---|---|
| G1E1 | 100 | 3.67 | 273 | 36 | 1 |
| *G1E2* | *110* | *3.33* | *330* | *46* | *1* |
| *G1E3* | *110* | *3.33* | *330* | *44* | *1* |
| *G1E4* | *110* | *3.67* | *300* | *38* | *1* |
| *G1E5* | *110* | *3.67* | *300* | *39* | *1* |
| G1E6 | 110 | 3.67 | 300 | 40 | 1 |
| G1E7 | 110 | 4.00 | 275 | 37 | 1 |
| G1E8 | 120 | 3.67 | 328 | 45 | 1 |
| G1E9 | 130 | 4.33 | 300 | 46 | 1 |
| G1E10 | 150 | 5.00 | 300 | 45 | 1 |
| G1E11 | 100 | 4.00 | 250 | 32 | 1 |
| G1E12 | 100 | 5.00 | 200 | <20 | 1 |
| G1E13 | 100 | 3.33 | 300 | 37 | 2 |
| G1E14 | 110 | 3.33 | 330 | 39 | 2 |
| *G1E15* | *110* | *3.67* | *300* | *38* | *2* |
| *G1E16* | *110* | *3.67* | *300* | *39* | *2* |
| G2E1 | 100 | 3.67 | 273 | 36 | 1 |
| G2E2 | 110 | 3.67 | 300 | 39 | 1 |
| G2E3 | 100 | 3.33 | 300 | 39 | 1 |
| *G2E4* | *110* | *3.33* | *330* | *44* | *1* |
| G2E5 | 130 | 4.33 | 300 | 42 | 1 |
| G2E6 | 110 | 3.67 | 300 | 40 | 2 |
| G2E7 | 110 | 4.00 | 275 | 36 | 2 |
| G2E8 | 130 | 3.67 | 355 | 37 | 2 |

#### II.3.1.1 Influence des paramètres de soudage

Les expériences ont montré que pour des énergies linéiques relativement faibles (~275 J/mm), les cordons de soudure ne sont pas toujours complètement débouchants. Pour les cas présentant une énergie linéique plus faible (< 270 J/mm), le cordon n'est pas débouchant, ce qui n'empêche pas pour autant l'apparition et la propagation de fissures à chaud débouchantes. Les essais correspondants ne seront cependant pas retenus pour la modélisation thermomécanique pour laquelle on considère un bain débouchant. En ce qui concerne l'essai G1E12 (200 J/mm), la fissure ne parvient pas à s'initier totalement et s'arrête après quelques millimètres au niveau de la section constante de largeur 20 mm.

A l'inverse, pour les plus grandes valeurs d'énergie linéique (>325 J/ mm), le bain est largement débouchant et un phénomène d'autoguérison peut être observé. En effet, pour les plus grandes énergies de soudage, on suppose que la quantité de liquide disponible pour combler une fissure à chaud en cours de formation est plus élevée (bain plus large). Ce liquide est alors susceptible de pouvoir combler une fissure naissante et guérir le défaut ou limiter sa propagation en refermant le bain semi-solide fissuré (ce qui limite les déformations à l'arrière du bain) comme on peut le constater Figure 47. Ce phénomène a été observé à plusieurs reprises sur les coulées 1 et 2 pour des énergies linéiques comprises entre 320J/mm et 380 J/mm. Ces résultats ne figurent pas dans le Tableau 4, la propagation du défaut ayant été significativement biaisée. Ce phénomène a déjà été observé dans la littérature dans le cadre du soudage d'alliages de nickel [28].

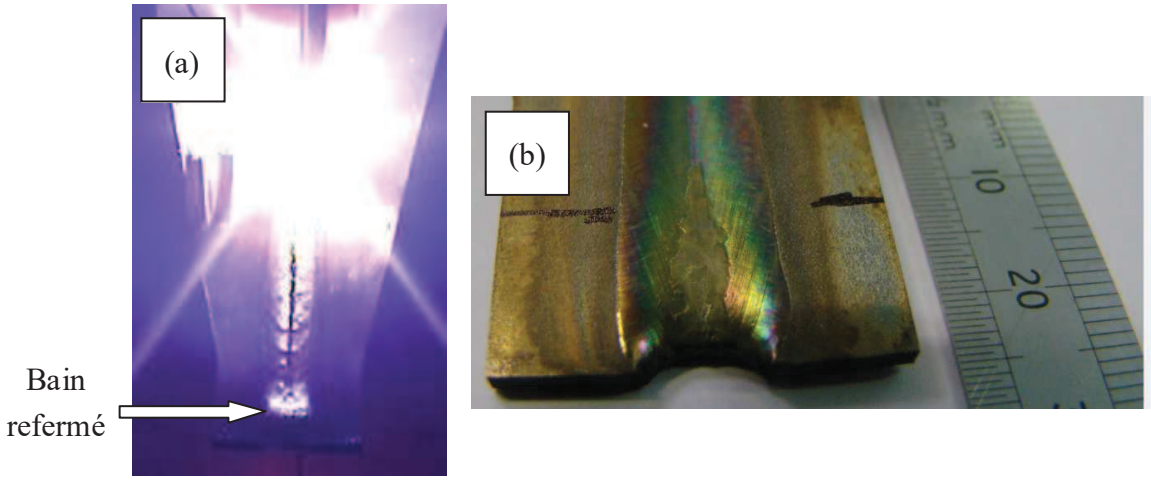



*Figure 47 : (a) image d'un essai trapézoïdal en soudage TIG sur Inconel 600 (géométrie 1) pour une énergie linéique de 330 J/mm (110 A, 3.33 mm/s) présentant le phénomène d'autoguérison limitant la propagation de fissure ; (b) Image illustrant le phénomène d'auto-guérison post-mortem*

Afin de déterminer plus précisément l'influence des paramètres de soudage, on trace dans un premier temps l'évolution des *largeurs d'arrêt* en fonction de l'énergie linéique pour la géométrie 1 (Figure 48). Les barres d'erreurs verticales correspondent à un intervalle de confiance à 95% sur la *largeur d'arrêt* tel qu'il a été défini précédemment (+/- 2.2 mm). La courbe de tendance a été tracée uniquement en considérant les résultats issus de la Coulée 1.

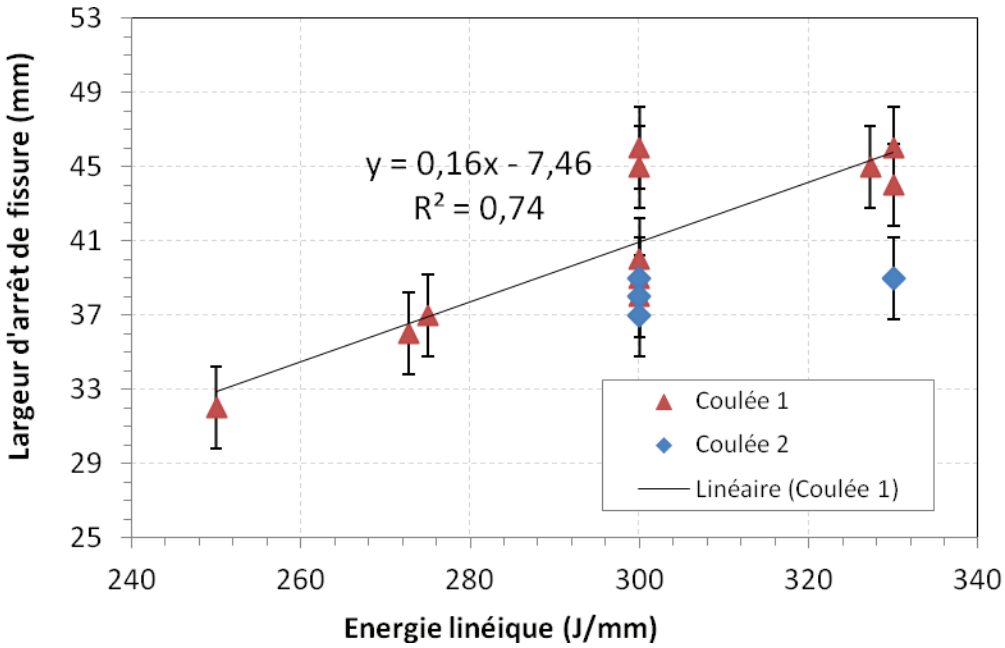



*Figure 48 : Evolution des largeurs d'arrêt de fissure en fonction de l'énergie linéique apportée à l'éprouvette pendant l'essai de soudage (géométrie 1)*

On observe sur la Figure 48 que les fissures ont tendance à se propager davantage pour des énergies linéiques de soudage plus importantes (pente de la courbe de tendance positive pour la coulée 1). On constate cependant que suivant la configuration, on peut avoir une propagation de fissure plus importante pour une énergie linéique plus faible (exemple avec les essais G1E8 et G1E9).

Ceci pourrait être dû au fait que l'énergie linéique n'est pas le seul paramètre opératoire à considérer, l'intensité de soudage (malgré le fait qu'elle soit « incluse » dans l'énergie linéique) ayant également son importance indépendamment de la vitesse de soudage. En effet, on a remarqué que pour des essais à forte intensité de soudage mais de faible énergie linéique (forte vitesse d'avance de torche : G1E10), la fissure avait tendance à plus se propager que pour un essai de même énergie linéique impliquant une intensité plus faible (G1E5). Comme le montre la Figure 49 (a), une forte intensité de soudage tend à augmenter la longueur du défaut (courbe de tendance avec une pente positive) mais cette corrélation reste faible (coefficient de corrélation affiché : $R^2 = 0.44$). En ce qui concerne l'influence de la vitesse de soudage, les essais réalisés ne dégagent pas de tendance significative sur la propagation du défaut (Figure 49 (b) : coefficient de corrélation quasi nul).

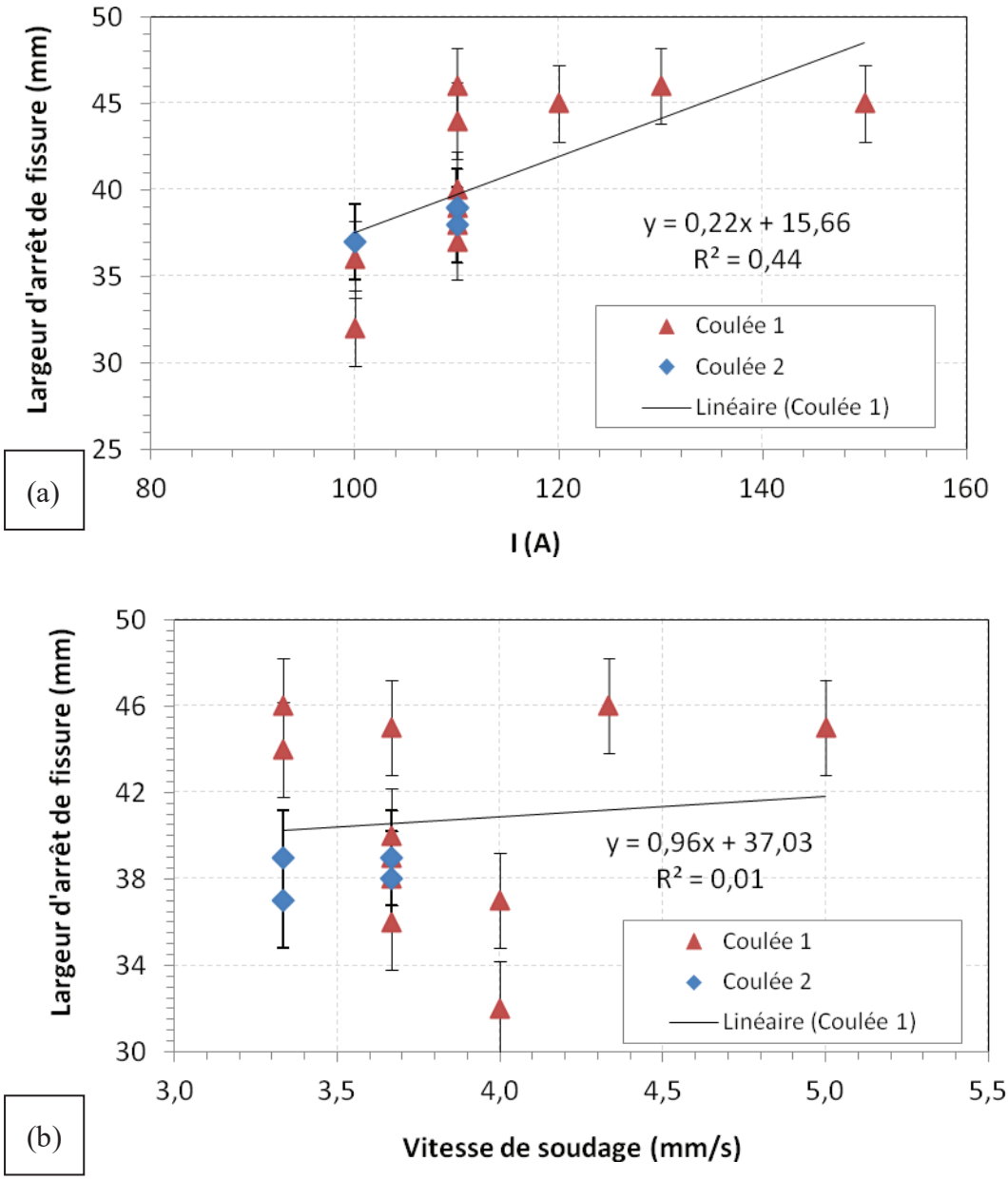



*Figure 49 : Evolution des largeurs d'arrêt de fissure pour la géométrie 1 en fonction : (a) de l'intensité de soudage, (b) de la vitesse de soudage*

### II.3.1.2 Influence de la géométrie d'éprouvette

Les essais ci-dessus ont montré que l'évolution d'une fissure à chaud était sensible à la variation de section de l'éprouvette. Des essais complémentaires ont été réalisés sur une autre géométrie d'éprouvette (géométrie 2) visant à voir si le gradient de variation de section (liée à la vitesse de variation du chargement mécanique à l'arrière du bain) avait une influence sur la fissuration à chaud. La géométrie 2 présente une variation de section environ 30% plus importante que celle de géométrie 1 (pour une longueur d'éprouvette égale).

La Figure 50 présente les résultats obtenus en montrant l'évolution des *largeurs d'arrêt* en fonction de l'énergie linéique et de l'intensité. Les conclusions sont identiques à celles établies sur la géométrie 1 : une énergie linéique (et/ou une intensité) plus élevée conduira à une propagation plus importante du défaut.

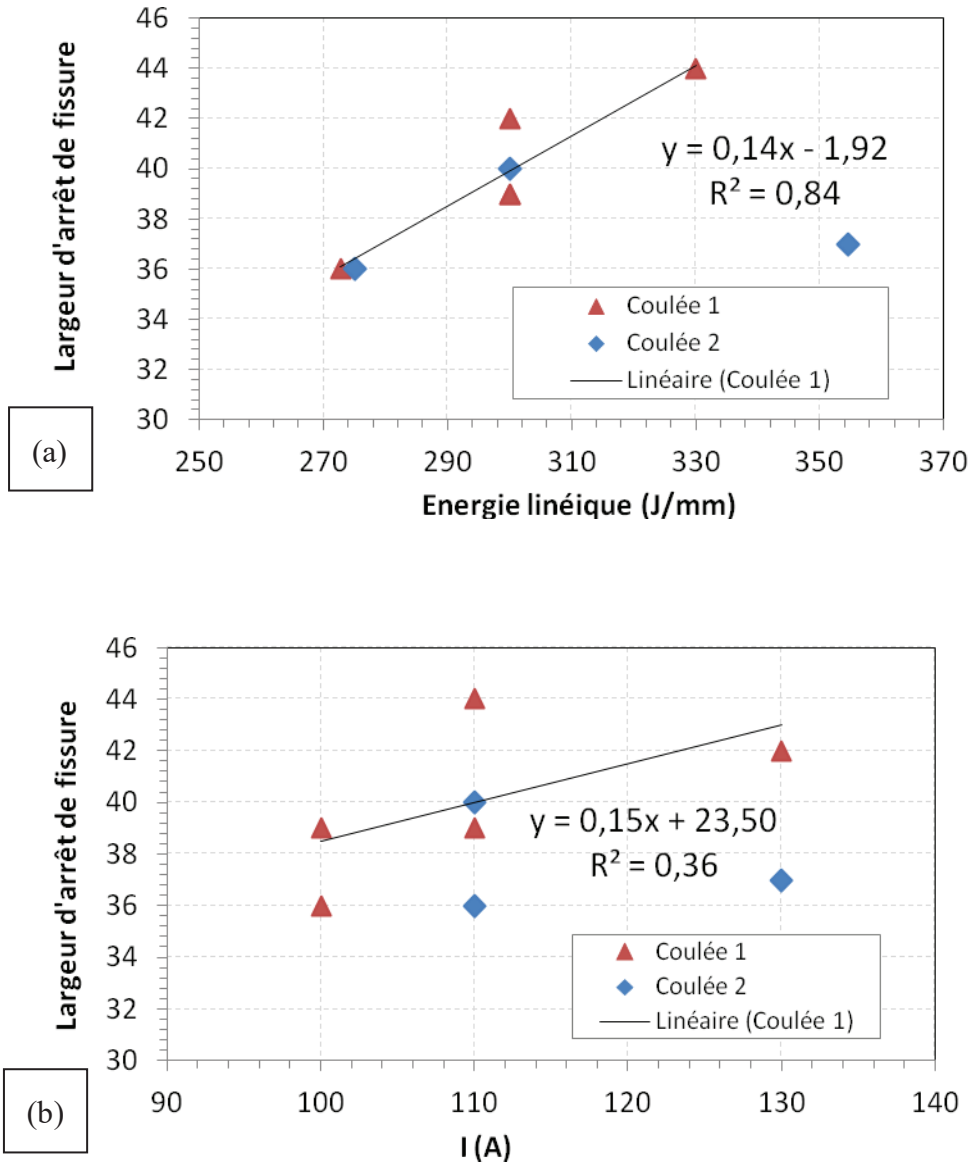



*Figure 50 : Evolution des largeurs d'arrêt de fissure pour la géométrie 2 en fonction : (a) de l'énergie linéique ; (b) de l'intensité de soudage*

L'élément marquant qui ressort de cette étude complémentaire est qu'à paramètres de soudage identiques, les *largeurs d'arrêts* sont les mêmes pour les deux géométries. En effet, si l'on considère le jeu de paramètre 110 A - 3.67 mm/s, les fissures s'arrêtent à une largeur voisine de 39 mm pour les deux géométries, de même pour le jeu de paramètres 110 A – 3.33 mm/s (44 mm). On peut donc supposer que la vitesse de variation de section n'a qu'une influence limitée voire nulle sur la fissuration à chaud. Il convient néanmoins de connaître la variation

de chargement mécanique associée à la variation de section, (information qui peut être obtenue au moyen de la modélisation thermomécanique comme nous le verrons dans le dernier chapitre de ce manuscrit). Si celle-ci est faible, cela pourrait expliquer l'absence d'influence du passage de la géométrie 1 à la géométrie 2.

#### II.3.1.3 Influence de la coulée

Les essais réalisés pour une énergie linéique et une intensité moyenne présentent un bon accord entre les deux coulées (Figure 48, Figure 49 et Figure 50). Cependant, pour la coulée 2, on observe pour les plus hautes énergies linéiques (G1E13 : 330 J/mm et G2E8 : 355 J/mm) que les valeurs de largeur d'arrêt sont relativement faibles et qu'elles ne montrent qu'une faible dépendance à l'énergie linéique. On peut supposer que ces observations peuvent être liées au phénomène d'autoguérison évoqué précédemment. Même si celui-ci n'a pas été observé visuellement pour ces deux essais (bain qui ne s'est pas refermé), il a pu contribuer à limiter la propagation de fissure. La Coulée 2 présente une teneur plus élevée en Ti et Fe (Tableau 2), éléments qui ségrégent dans les espaces interdendritiques et par conséquent pourraient contribuer à augmenter la quantité de liquide à paramètres de soudage identiques par rapport à la Coulée 1. Cependant la différence de composition entre les deux coulées reste relativement faible. Les chemins de solidifications associés aux deux coulées ont été déterminés à partir d'analyses thermiques et de calculs thermodynamiques avec Thermocalc ® (Annexe 2). Ils sont présentés Figure 51.

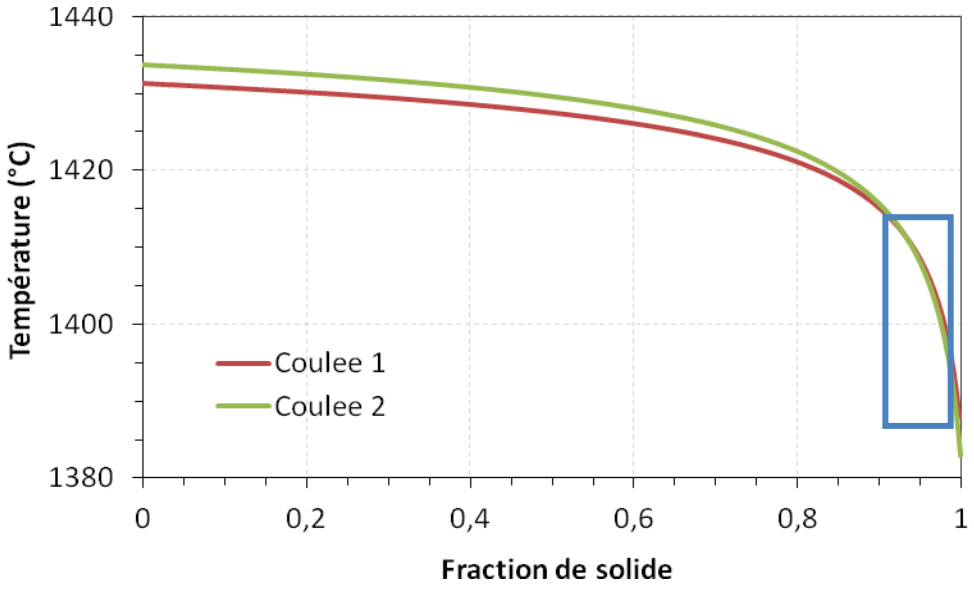



*Figure 51 : Chemin de solidification des coulées 1 et 2 (intervalle de fraction de solide concerné par la FAC encadré)*

On remarque que les chemins de solidification sont quasiment identiques sur l'intervalle de fraction de solide où l'alliage est d'ordinaire sensible à la fissuration (rectangle bleu), il est donc difficile d'expliquer la différence observée entre les deux coulées sur ces deux (seuls) essais.

#### II.3.1.4 Influence du dispositif expérimental

Des essais similaires ont été effectués dans une autre cellule de soudage, ne disposant pas d'instrumentation permettant de mesurer la tension et l'intensité du soudage. Les principaux résultats sont présentés en Annexe 3. Cette seconde cellule dispose d'un robot industriel à 6 axes de marque Stäubli (modèle TX90) sur lequel a été montée une torche de soudage TIG. Il en ressort qu'à consignes de soudage identiques, les résultats diffèrent sensiblement de ceux présentés précédemment. En effet, à titre d'exemple, pour des énergies linéiques de l'ordre de 275 J/mm sur la Coulée 2, la *largeur d'arrêt* oscille autour de 45 mm (au lieu de 36 mm Tableau 4). De plus, ces autres essais n'ont pas permis d'établir de relation entre les paramètres de soudage (intensité de soudage, énergie linéique) et les différentes propagation de fissure.

Un examen plus attentif des bains de fusion post mortem laisse à penser que les paramètres de soudage de cette autre cellule de soudage ne sont pas parfaitement maîtrisés. En effet, pour une énergie linéique de 275 J/mm, les éprouvettes présentent un bain très clairement débouchant et une largeur de bain plus importante que ce qui est mesuré sur les essais précédents. On suppose donc que dans cette autre cellule de soudage, les paramètres de soudage ont été sous-estimés, étant donné que l'apport thermique semble plus important. Nous considérons donc les résultats associés comme inexploitables pour notre étude. Ces travaux montrent qu'il est fondamental de bien maîtriser les paramètres de soudage dans le cadre de ces essais, d'autant plus s'ils servent de base à l'établissement d'un critère.

#### II.3.1.5 Conclusion sur les résultats observés

Les essais trapézoïdaux ont mis en évidence que la fissuration à chaud est liée au chargement thermomécanique qui s'exerce à l'arrière du bain (largeur d'éprouvette) et aux paramètres de soudage. Une énergie linéique (et/ou une intensité) plus importante apportée à l'éprouvette favorise l'apparition et la propagation du défaut, dans la mesure où celle-ci ne conduit pas à un phénomène d'autoguérison. Pour des valeurs comprises entre 3 et 5 mm/s, la vitesse de soudage (indépendamment de l'énergie linéique) n'a a priori pas ou peu d'influence directe sur le comportement du défaut. Il faut cependant garder un œil critique sur les résultats, étant donné l'observation de phénomènes non recherchés comme l'autoguérison, et la reproductibilité des essais (incertitude sur les largeurs d'arrêt de l'ordre de +/- 2 mm pour une variation de largeur d'arrêt comprise entre 32 et 46 mm).

## II.3.2 Instrumentation thermique

Nous illustrons ici les résultats obtenus lors de l'instrumentation en température de 2 essais. Ce type de mesures nous permettra de définir ultérieurement les différents paramètres d'une source thermique équivalente pour la modélisation thermomécanique.

Les essais sont instrumentés avec 4 thermocouples : deux sur la face supérieure et deux sur la face inférieure. Deux types de configurations ont été adoptés :

- Essais permettant d'évaluer les gradients de température dans l'épaisseur de l'éprouvette : 2 points XY distincts avec un thermocouple sur chaque face (inférieure et supérieure : Figure 52 (a))
- Essais où les coordonnées des 4 points de mesures ont différentes coordonnées XY (Figure 52 (b))

Les coordonnées des thermocouples des deux essais étudiés (G1E4 et G1E10) sont illustrées sur la Figure 52 (géométrie 1), avec les signaux en température correspondants. L'axe en pointillé est l'axe de symétrie de l'éprouvette (le long duquel la ligne de fusion est réalisée).

Nous observons Figure 52 (a) que les thermocouples des faces supérieures et inférieures donnent approximativement les mêmes valeurs pour des positions X et Y identiques (DT < 30°C), mais que les valeurs de la face inférieure présentent un léger décalage temporel (retard). Ceci est dû au fait que la chaleur se propage relativement lentement dans un alliage de nickel (faible coefficient de conduction thermique si l'on compare à d'autres métaux comme les alliages d'aluminium par exemple). Le signal est également légèrement perturbé lors de l'extinction de l'arc (perturbation d'ordre électromagnétique). Au cours du refroidissement, les températures sont plus homogènes dans la partie où sont positionnés les thermocouples (on peut voir que les courbes de température se resserrent).

Les mesures effectuées pendant l'essai G1E10 permettent d'avoir un aperçu plus général des champs thermiques présents au sein de l'éprouvette en fonction du temps.

A titre informatif, nous rappelons que les thermocouples utilisés ont une erreur de mesure estimée par le fournisseur à 0.75 % de la température mesurée au-delà de 333°C (type K de classe 2). Ainsi, à 500°C, l'erreur pouvant être imputée au thermocouple lui-même est inférieure à 4 °C. L'incertitude sur la température liée à la position du thermocouple est plus importante étant donné les gradients de température présents au sein de l'éprouvette lors du passage de l'arc (> 100 °C/mm dans les zones les plus proches du bain, ~30°C/mm à 12 mm du bain). Par conséquent, une erreur de positionnement de thermocouple de 1 mm peut conduire à des erreurs de mesures de plusieurs dizaines de degrés dans la zone située entre 12 et 16 mm du centre de la ligne de fusion (Figure 52).

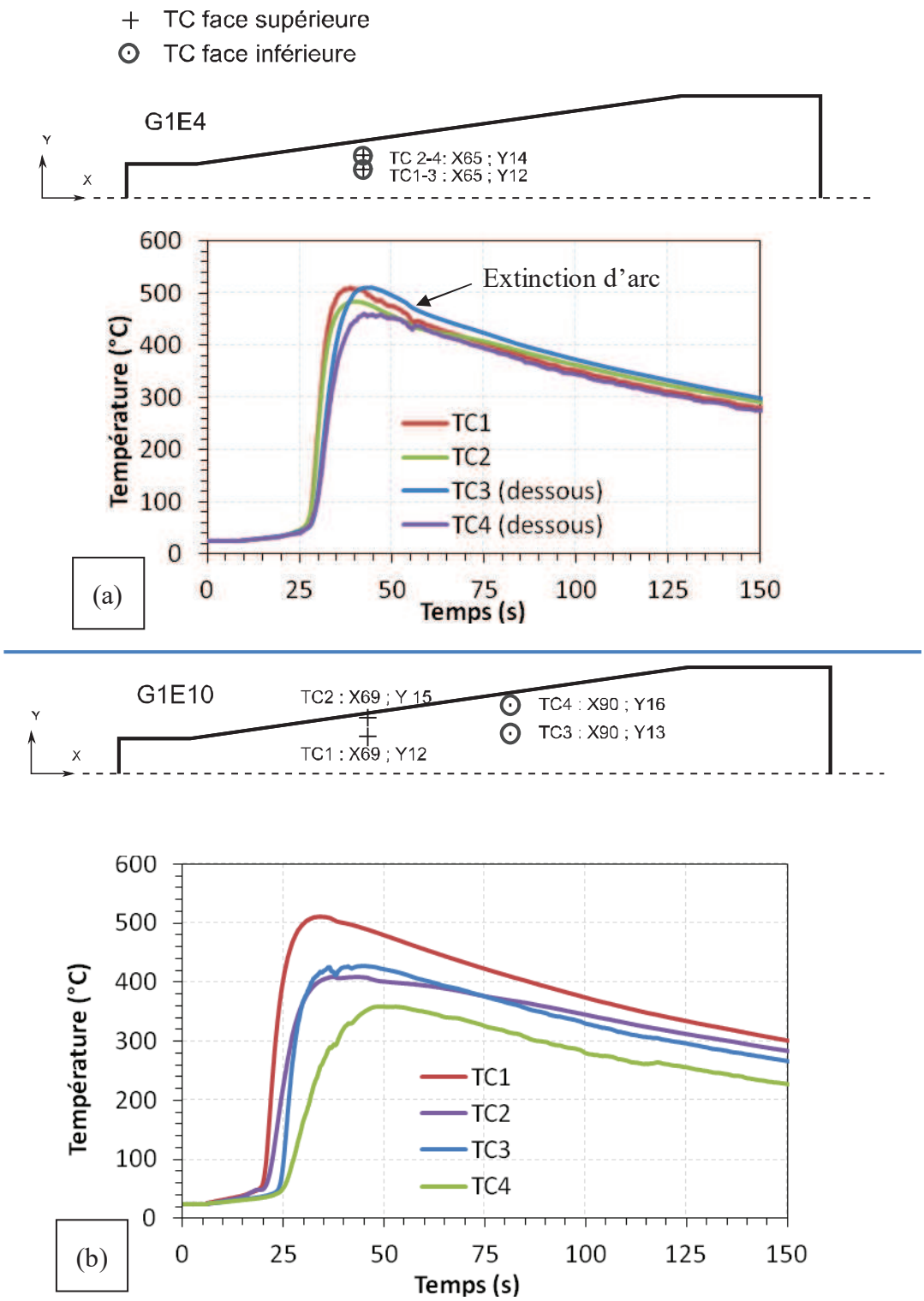



*Figure 52 : Positions et signaux mesurés par les thermocouples pour les essais : (a) G1E4 (110 A, 3.67 mm/s) ; (b) G1E10 (150 A, 5 mm/s)*

L'ensemble de ces données permettront d'optimiser la source thermique équivalente utilisée pour la modélisation thermomécanique.

## II.3.3 Analyses métallurgiques

Les analyses métallurgiques portant essentiellement sur la Zone Fondue (ZF) et la Zone de Transition Pâteuse (ZTP) ont permis une meilleure compréhension des mécanismes liés à la fissuration à chaud. Nous aborderons ici différentes méthodes qui nous ont permis d'étudier le type de structure dans lequel les fissures de solidification évoluent dans le cadre de ces essais de fissuration (microscopie optique et électronique, microsonde de Castaing, et micro tomographie X).

### II.3.3.1 Microscopie optique

Les Figure 53 et Figure 54 illustrent bien le type d'observations qui ont été faites en microscopie optique. Des échantillons ont été prélevés sur les éprouvettes aux environs des fissures à chaud de solidification. Les analyses en microscopie optique ont permis de mettre en évidence une croissance dendritique colonnaire suivant les gradients thermiques dans la zone fondue (ZF Figure 53 et Figure 54). Les fissures de solidification apparaissent au centre de la ZF au niveau de la jonction des pointes de dendrites, ce qui concorde avec les descriptions du phénomène de fissuration à chaud dans la littérature.

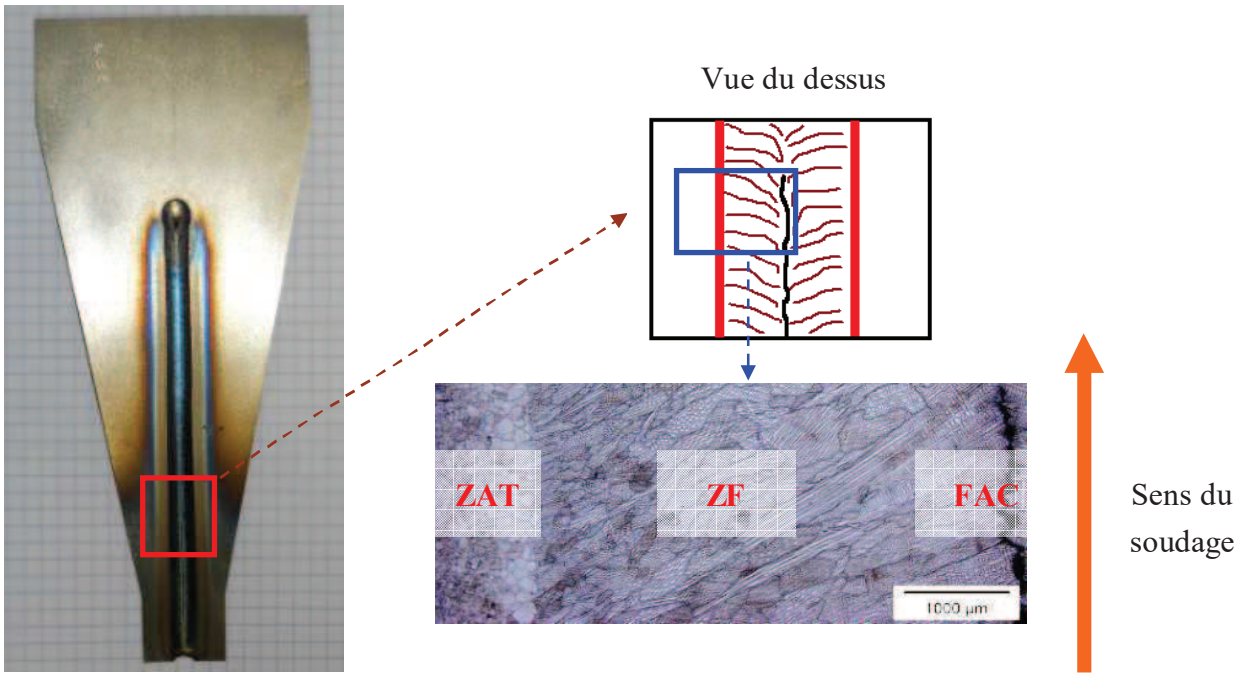



*Figure 53 : Vue de dessus du cordon de soudure d'une éprouvette (géométrie 2) : image au microscope optique après une attaque à l'eau régale (20 mL $HNO_3$, 60 mL HCl) ; ZAT : zone affectée Thermiquement ; ZF : Zone Fondue ; FAC : Fissuration à Chaud de solidification.*

Les bains de fusion ont une largeur comprise entre 5 et 7 mm sur la face supérieure des éprouvettes suivant l'énergie linéique de soudage. La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) fait environ un millimètre de large en périphérie de la ZF et présente des grains dont la taille a sensiblement augmenté sous l'effet de la chaleur apportée par la torche. Ils peuvent atteindre 250 µm suite à une exposition à haute température très brève (> 1200°C pendant une durée inférieure à 10s) alors que dans le Métal de Base (MB), leur taille oscille autour de 30 µm (Figure 54 (a)). Ceci pourrait être lié à la rapide mise en solution de précipités ou d'intermétallique à ces températures, dont la présence limiterait la croissance des grains à plus basse température. L'espacement interdendritique primaire est évalué entre 40 et 80 µm (Figure 54 (b)). Il est plus difficile de considérer l'espacement interdendritique secondaire étant donné les limites du grossissement du microscope optique. Cette longueur caractéristique a été estimée à 5 µm. Ce type d'informations est très utile dans le cas de l'utilisation de certains critères phénoménologiques de fissuration qui prennent en compte des paramètres de la microstructure (ex : modèle RDG, Chapitre I).

Les analyses au microscope optique sur des vues en coupes transversales (perpendiculaires aux cordons de soudure) permettent également de mettre en évidence l'aspect débouchant ou non d'un bain de fusion. La Figure 54 (a) montre un bain clairement débouchant obtenu suite à un essai présentant une énergie linéique de 300 J/mm. D'autres analyses similaires soulignent le fait que les bains ne sont pas complètement débouchants pour les énergies linéiques avoisinant 275 J/mm, ce qui confirme les premières observations visuelles des éprouvettes post-mortem.

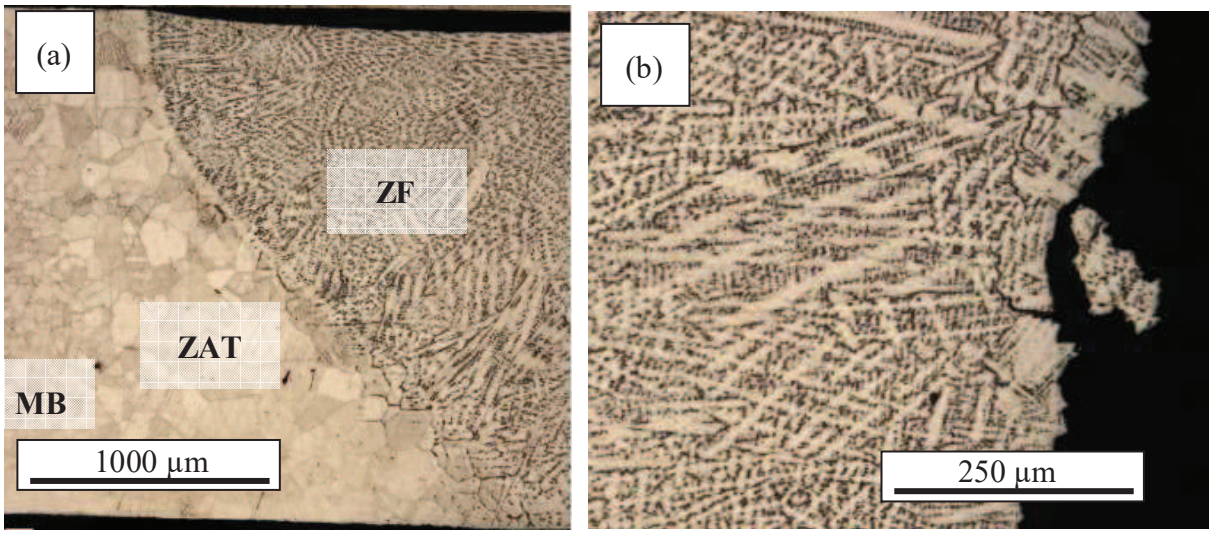



*Figure 54 : Images au microscope optique de l'éprouvette G1E9 (130 A, 4.33 mm/s : 300 J/mm) après une attaque au réactif de Kalling (1.5 g $CuCl_2$, 33 mL ethanol, 33 mL $H_2O$, 33 mL HCl) : (a) vue transversale du bain débouchant (b) zoom sur la zone fondue à proximité immédiate d'une fissure de solidification (vue du dessus)*

### II.3.3.2 Microscopie électronique à balayage

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) permet d'observer des faciès de rupture en offrant une grande profondeur de champ tout en pouvant aisément atteindre une résolution inférieure au micron. Il permet généralement de faire également des analyses élémentaires qualitatives grâce à un spectromètre X (dans notre cas EDS : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy).

Des fissures de solidification provenant d'essais réalisés avec divers paramètres de soudage ont été analysées au MEB. Nous nous focaliserons principalement ici sur deux types de faciès de fissures observés (Figure 55): mise en forme

- une fissure d'un essai à haute énergie linéique présentant un bain débouchant (< 320 J/mm, Figure 55 (b))
- une fissure d'un essai à faible énergie linéique présentant un bain non débouchant (>275 J/mm, Figure 55 (c))

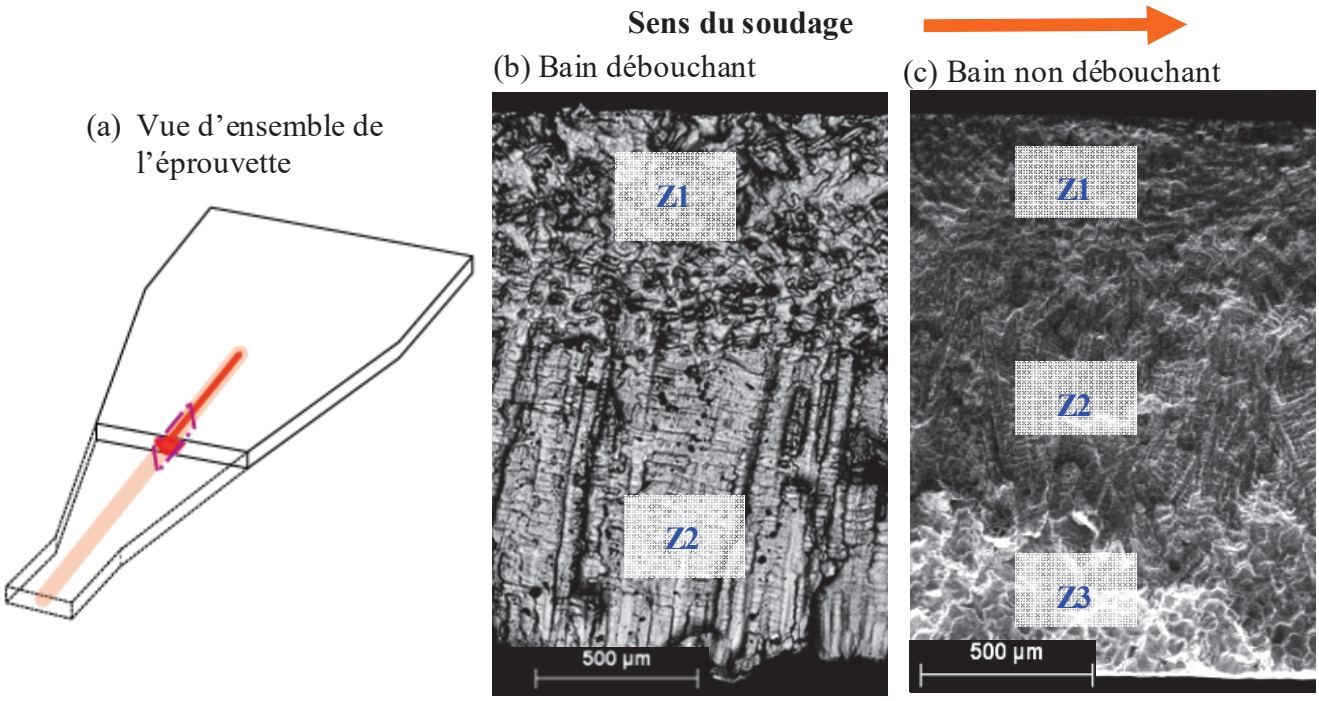



*Figure 55 : (a) schéma de l'éprouvette et de la zone d'analyse (coupe longitudinale : rectangle violet) ; Images MEB de faciès de fissures à chaud d'un cordon : (b) débouchant, haute énergie linéique (>320 J/mm) en électrons rétro diffusés ; (c) non débouchant : faible énergie linéique (< 275J/mm) en électrons secondaires*

Conformément à ce qui est observé en microscopie optique, les faciès de fissure observés sont dendritiques, ce qui est l'une des caractéristiques du phénomène de fissuration à chaud. Il y a eu décohésion interdendritique en fin de solidification. On distingue plusieurs zones sur ces faciès de rupture qui sont directement liées à l'histoire thermique de l'échantillon.

Les dendrites croissent suivant les gradients thermiques. Dans les deux cas extrêmes évoqués ci-dessus (hautes et basses énergie linéiques), sur la face supérieure de l'éprouvette, les gradients sont dans le plan horizontal, du bord du cordon de soudure vers le centre de celui-ci comme l'indique l'orientation des dendrites (Z1 : zone 1 Figure 56 (a) et (b)). On ne voit sur ces images que les dendrites qui vont vers l'autre surface de la fissure. Avant que la fissure ne s'ouvre, elles formaient un réseau dendritique interpénétré avec les dendrites provenant du faciès de fissure opposé qui occupaient probablement les « vides » que l'on observe (Z1 : cercles en pointillés rouges). Cette première zone est plus importante pour l'éprouvette ayant subi un plus fort apport thermique lors du soudage (Figure 55 (b)).

Par contre, au sein de l'épaisseur de l'éprouvette, étant donné que celle-ci est plus froide sur la face inférieure, les gradients (et donc les dendrites) sont orientés du bas vers le haut (du froid vers le chaud : Z2 Figure 57 (a)). On retrouve dans cette Zone 2 des traces de ductilité qui s'avèrent plus nombreuses que celles observées dans la Zone 1. Ces marques montrent que la propagation de fissure de solidification se déroule à haute fraction de solide et nécessite de déformer en partie le réseau solide en construction.

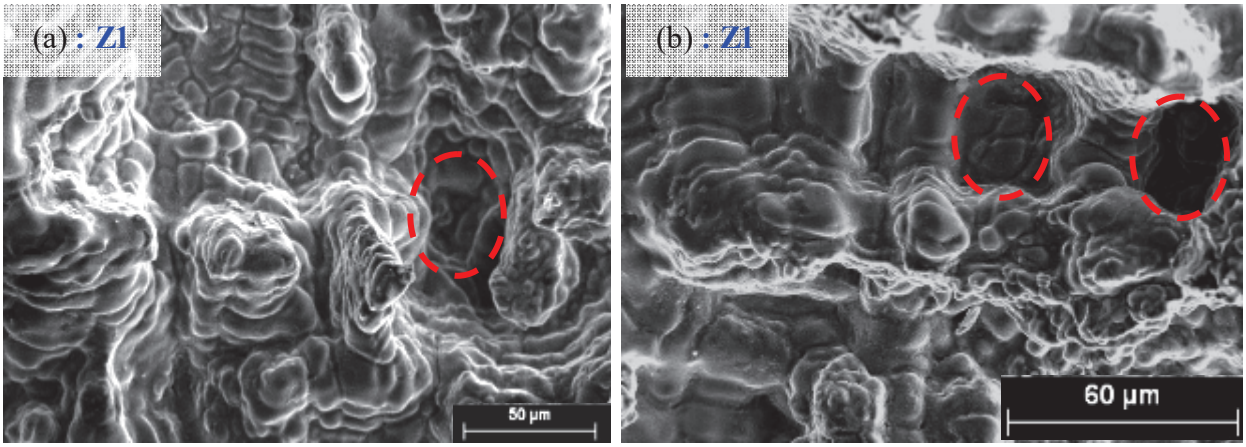



*Figure 56 : images MEB de faciès de fissures de solidification (électrons secondaires : échantillon à haute énergie linéique): (a) Z1 : réseau de pointes de dendrites interpénétrés ; (b) Z1 : réseau de pointes de dendrites interpénétrés*

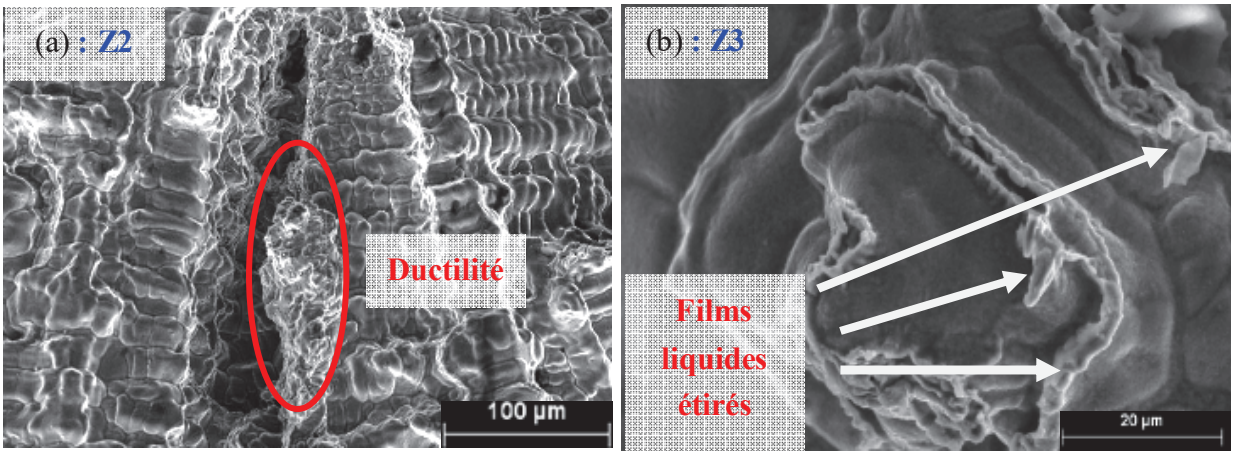



*Figure 57 : images MEB de faciès de fissures de solidification (électrons secondaires : échantillon à basse énergie linéique): (a) Z2 : dendrites colonnaires suivant les gradients thermiques ; (b) Z3 : zoom sur Zone Partiellement Fondue (ZPF)*

Dans les cas où l'énergie linéique est faible (>275 J/mm), il apparaît une troisième zone (Z3 Figure 55 (c)), qui n'a été que partiellement fondue. On observe dans cette partie qui est la plus « froide » du faciès de rupture (en périphérie de la surface inférieure), la présence de grains d'une centaine de microns de diamètre (Figure 57 (b) Z3). Un examen attentif de cette microstructure nous montre que ces grains étaient entourés de films de liquide lors du passage de la torche ce qui signifie que l'alliage de cette zone se situait dans la zone de transition pâteuse. Ces films de liquide ont été étirés puis ont rompu sous l'effet des déformations engendrées par le soudage. Leur présence a probablement conduit à un phénomène de décohésion intergranulaire n'opposant qu'une faible résistance mécanique face à l'avancée du défaut de fissuration à chaud. Cette hypothèse peut-être confirmée par le fait qu'au sein de la Zone 3, mis à part les signes de ductilité constatés sur les films liquides, les grains ne semblent pas déformés. Ceci expliquerait aussi pourquoi la fissure a pu se propager de façon débouchante dans un bain non débouchant. En effet, la ZPF n'oppose pas forcément plus de résistance que le réseau dendritique en construction dans la ZF.

L'analyse MEB des faciès de fissure à chaud a également permis d'observer à la base de dendrites des débuts de décohésion interdendritique (Figure 58 (a)). Ce phénomène est typique de la façon dont le défaut de fissuration à chaud apparaît et se propage. La présence de traces de films de liquide résiduel interdendritique a aussi été constatée Figure 58 (b). C'est au sein de ces films de liquide que se propagent les fissurations à chaud.

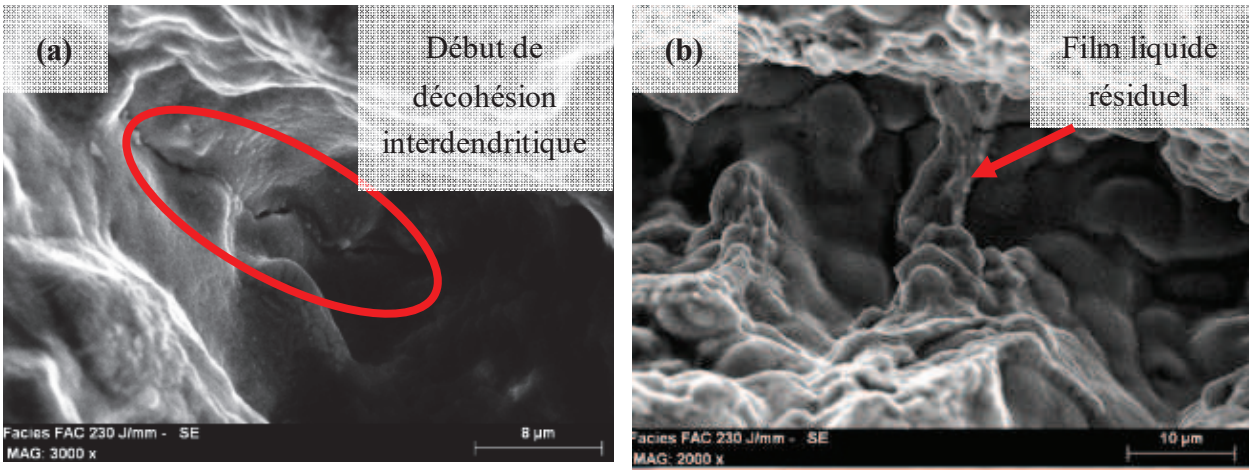



*Figure 58 : images MEB de faciès de fissures de solidification (électrons secondaires): (a) début de décohésion interdendritique en Z2 (Echantillon basse énergie linéique) ; (b) présence de films de liquide résiduel interdendritique en Z2 (Echantillon basse énergie linéique)*

### II.3.3.3 Microsonde de Castaing

Diverses traversées à la microsonde de Castaing ont été réalisées sur des échantillons prélevés sur des éprouvettes fissurées dans la ZF de la Coulée 2. C'est une méthode d'analyse élémentaire qui consiste à bombarder un échantillon avec des électrons puis à analyser le spectre des rayons X émis par l'échantillon sous cette sollicitation. Elle permet en théorie des analyses quantitatives. Le fait de réaliser des traversées microsonde permet de voir l'éventuelle ségrégation d'éléments à l'échelle des dendrites ou à une échelle plus macroscopique (bain de fusion). La ségrégation des éléments dans le liquide interdendritique ou intergranulaire, comme le soufre ou le phosphore joue un rôle important dans l'apparition du phénomène de fissuration à chaud. Elle a pour conséquence un abaissement de la température de fusion du liquide résiduel, ce qui augmente sensiblement le domaine de vulnérabilité du matériau.

Les résultats montrent à la Figure 59 qu'il y a effectivement des microségrégations à l'échelle des dendrites surtout en ce qui concerne le titane et le silicium, présents à des teneurs nominales respectivement égales à 0.38%pds et 0.08%pds dans l'Inconel 600 étudié ici (Coulée 2). Les points d'analyse sont situés tous les 2 µm le long de la ligne jaune présentée Figure 59 (a). Le soufre et le phosphore qui font partie des principaux éléments néfastes contribuant à l'apparition de fissures à chaud sont sous les seuils de détection de l'instrument utilisé (la centaine de ppm). Les autres éléments analysés (Cr, Fe) ségrégent de façon peu marquée et ne contribuent pas de façon significative à l'apparition de fissures. Même si la courbe associée au chrome présente de nombreuses variations, celles-ci restent (en relatif) très faibles.

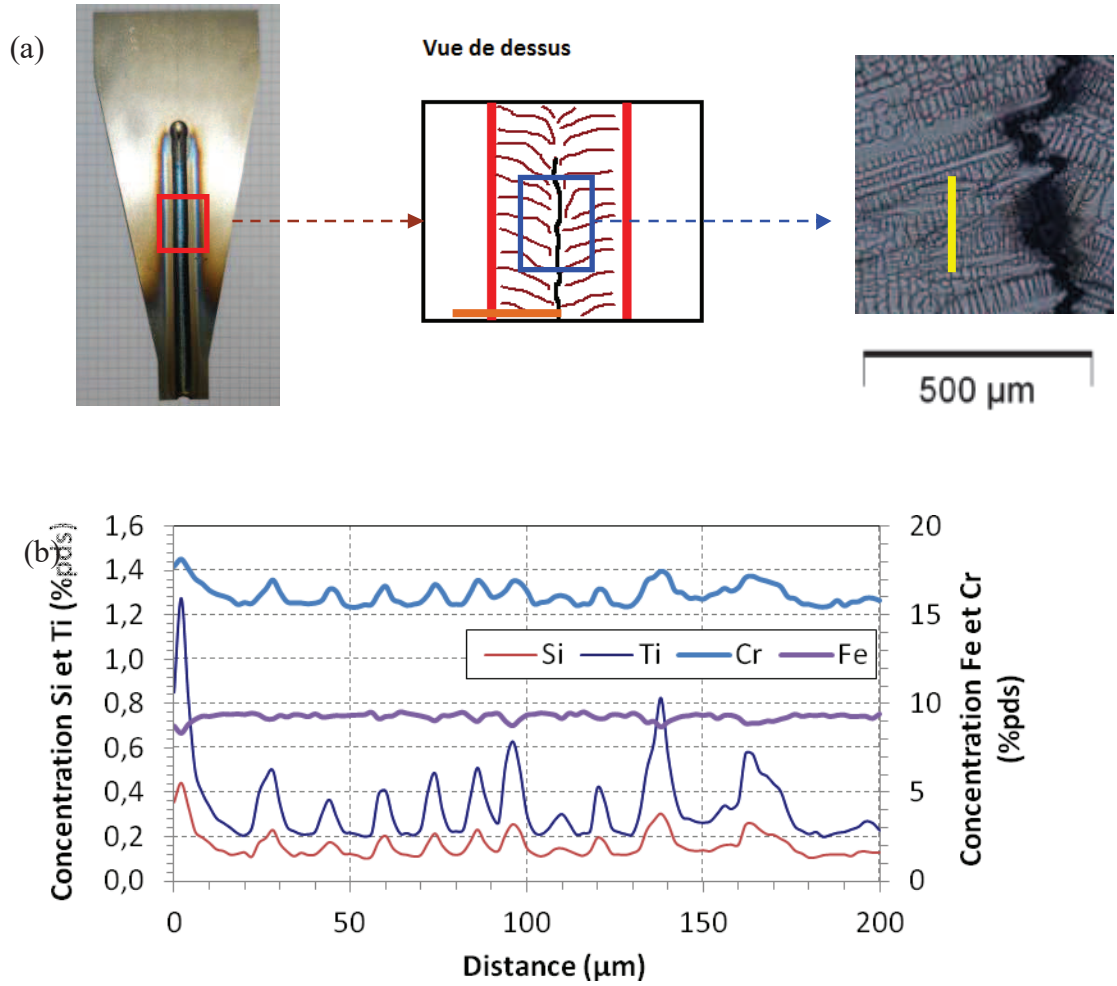



*Figure 59 : Traversée microsonde parallèle à la fissure mettant en évidence la ségrégation interdendritique du Ti et du Si : (a) position de la ligne d'analyse, (b) résultats des analyses pour Fe, Cr, Si et Ti*

Ces observations sont en accord avec ce qui est mentionné dans la littérature. Des calculs thermodynamiques ont été effectués avec Thermocalc ® (base de données nickel TTNI8). Les résultats obtenus (Figure 60) concordent également avec ce qui est observé à la microsonde. On constate que le Si et le Ti ségrégent effectivement vers la phase liquide, tandis que le fer ségrége vers la phase solide. Les calculs ont montré que le manganèse était également un élément très ségrégeant ce qui justifie que nous l'ayons présenté sur la figure, bien qu'il n'ait pas été mesuré lors des précédentes analyses microsonde. Nous verrons par la suite (Chapitre III) que sa présence peut contribuer à diminuer la température de solidus de l'alliage de façon non négligeable. Les calculs étant réalisés en suivant l'approximation du modèle de Scheil (diffusion infinie et instantanée des éléments dans le liquide, nulle dans le solide), les valeurs obtenues pour les très hautes fractions de solide (> 0.98) sont à considérer avec précaution (aspect asymptotique).

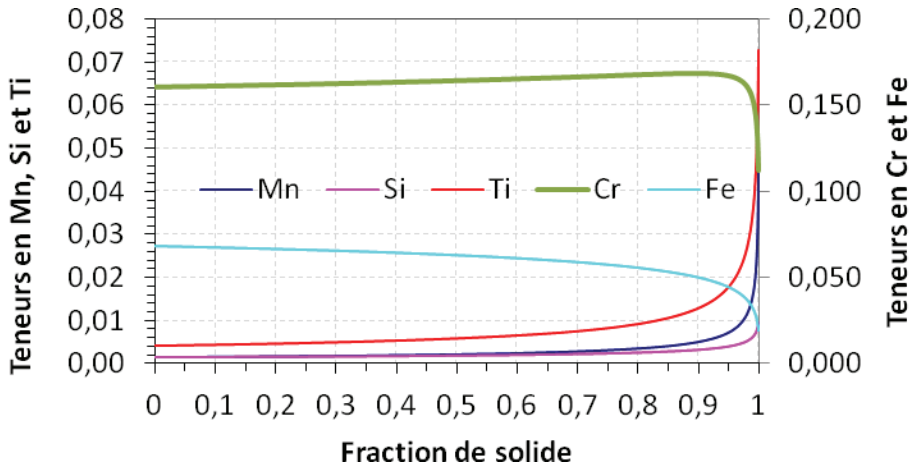



*Figure 60 : Evolution des concentrations de divers éléments dans la phase solide en fonction de l'avancée de la solidification*

Les analyses portant sur des traversées microsonde de 5 à 10 mm de long montrent qu'il n'y a pas de ségrégation à l'échelle du bain de fusion. La Figure 61 montre que sur une longueur de 6 mm perpendiculaire à l'axe de soudage : 2 mm dans le métal de base, 4 dans la zone fondue (trait orange dans la vue du dessus Figure 59 (a)), il n'y a pas de ségrégation à cette échelle dans l'éprouvette lors du soudage. La ségrégation se produit donc à l'échelle micrométrique, au niveau des dendrites et des espacements interdendritiques.

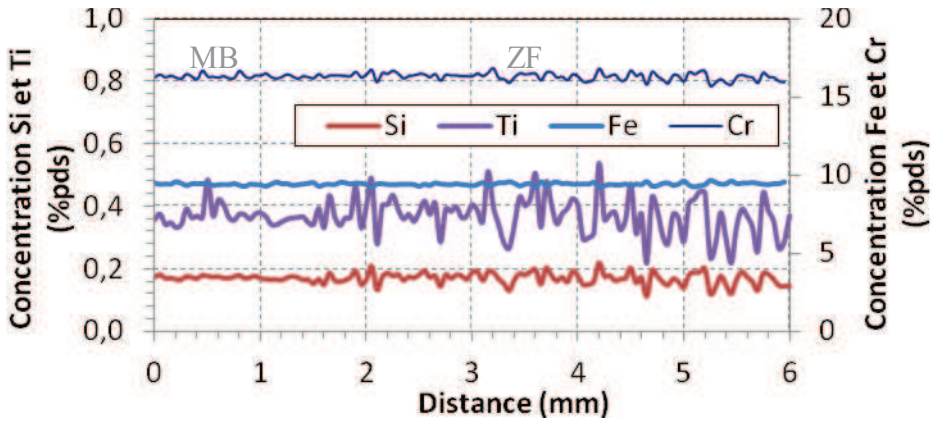



*Figure 61 : Traversée microsonde perpendiculaire à la fissure mettant en évidence l'absence de ségrégation mésoscopique : résultats des analyses pour Fe, Cr, Si et Ti (trait orange dans la vue du dessus Figure 59 (a) : 2 mm dans le MB, 4 mm dans la ZF)*

Le Ti a été utilisé comme élément marqueur pour repérer les coordonnées des espaces interdendritiques et pour essayer d'y détecter la présence d'éléments néfastes très ségrégeants comme le soufre. En effet, si cet élément a une teneur nominale très en deçà des seuils de détection de l'appareil (~6 ppm), le fait qu'il ségrége beaucoup pourrait l'amener à se trouver à des concentrations détectables à la microsonde dans les zones vers lesquelles il migre. Le scan des raies d'émission caractéristiques du souffre et du phosphore (raies Kα) dans les zones ségrégées ont ainsi montré leur présence dans les espaces interdendritiques. Le signal obtenu reste cependant très faible et il n'est pas possible d'évaluer précisément la teneur mesurée. Celle-ci peut être évaluée dans ces zones à une centaine de ppm.

#### II.3.3.4 Micro tomographie X

Afin de pouvoir observer post-mortem la zone d'arrêt de propagation des fissures à chaud en détails, des analyses en micro tomographie X ont été effectuées à l'INSA de Lyon au laboratoire MATEIS.

C'est une technique d'analyse non-destructrive utilisée pour obtenir une image en 3D d'un échantillon qui permet notamment d'observer la présence de porosités ou de fissures fermées. Il est ainsi possible de suivre l'évolution d'une fissure, débouchante ou non, au sein d'un matériau ainsi que la présence d'autres fissures non détectées lors des autres analyses métallurgiques. Ces analyses nous indiqueront si la fissure suit bien le centre du bain de fusion ou s'il existe des ramifications qui suivent la direction des gradients thermiques (et donc la direction de croissance des dendrites).

Comme pour les observations MEB, les analyses ont été effectuées sur un cordon fissuré réalisé avec une faible énergie linéique présentant un bain non débouchant (Figure 62 (b)), et sur un cordon fissuré réalisé avec une forte énergie linéique (Figure 62 (c)) présentant un bain débouchant. L'étude s'est focalisée sur la zone s'arrêt des fissures de solidification (volume d'environ 2*2*8 $mm^3$).

On observe sur la Figure 62 que la fissure se propage dans un plan vertical suivant la direction de soudage dans les deux cas. Il n'y a pas de ramification notable perpendiculairement à l'axe de la soudure, ni de fissure qui évoluerait parallèlement et qui serait non débouchante. Ceci permet de supposer que l'ensemble de la déformation ayant conduit à l'apparition du défaut s'est concentrée sur un seul espace interdendritique.

Dans les deux cas de figure, la fissure s'arrête d'abord sur la face inférieure qui correspond à la zone qui est la plus froide lors de la solidification. On reconnaît également les zones 1 et 2 qui correspondent à des orientations différentes de dendrites qui suivent les gradients thermiques (II.3.3.2).

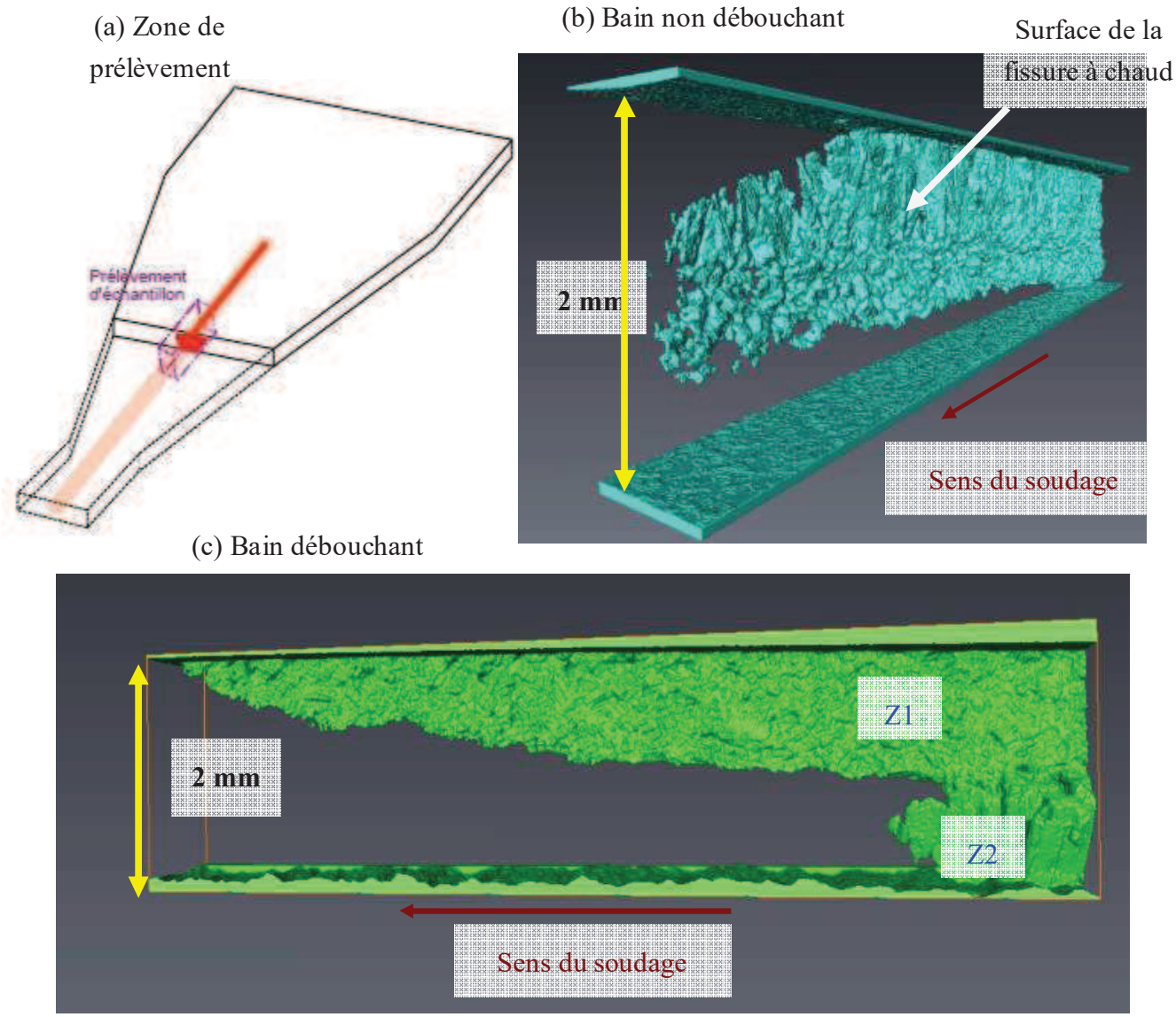



*Figure 62 : Micro tomographie X : images 3D de la surface de fissures à chaud dans la zone d'arrêt de fissure : (a) schéma de la zone de prélèvement ; (b) éprouvette présentant un bain non débouchant (250 J/mm) ; (c) éprouvette présentant un bain débouchant (300 J/mm)*

## *II.4 Conclusion*

Au cours de ce chapitre, nous avons mis en place un nouveau dispositif expérimental relativement simple instrumenté en température, permettant l'amorçage et la propagation d'une fissure à chaud pour différentes conditions de soudage. Cet essai de type auto-bridé utilise une éprouvette trapézoïdale qui permet d'étudier l'impact (sur la fissuration à chaud) de différents chargements mécaniques à l'arrière du bain de fusion au cours d'un seul essai.

Les résultats montrent que les fissures à chaud sont débouchantes et évoluent au centre de la zone fondue à l'arrière du bain de fusion sans présenter de ramification. Le défaut a tendance à se propager davantage pour des intensités et des énergies linéiques de soudage plus élevées. Les analyses métallurgiques réalisées sur les faciès de fissure montrent, plus particulièrement dans le cas des essais à faible énergie linéique, l'existence d'un gradient thermique dans l'épaisseur de l'éprouvette. Cette observation peut constituer une limitation de l'analyse thermomécanique bidimensionnelle de l'essai. Par conséquent, dans le cadre de la modélisation des essais, nous nous focaliserons sur les essais à haute énergie linéique présentant un bain pleinement débouchant. Le gradient de variation du chargement mécanique sur le bain (lié au gradient de variation de section de l'éprouvette) n'a pas montré d'influence significative au cours de cette étude. Il faut cependant nuancer les résultats obtenus, compte tenu de la reproductibilité des essais. En effet, on observe un écart-type supérieur à 2 mm sur les valeurs de largeur d'arrêt pour des valeurs de largeur d'arrêt variant entre 32 et 46 mm (amplitude de variation des largeurs d'arrêt : 14 mm).

Ces campagnes d'essais donnent néanmoins les conditions nécessaires à l'établissement d'un critère : différentes valeurs de propagation de fissures pour différents jeux de paramètre opératoires. Ce critère sera basé sur la modélisation thermomécanique de plusieurs des essais présentés. Les mesures de températures réalisées en différents points sur chaque éprouvette permettront le recalage d'une source thermique équivalente. Des essais visant à identifier le comportement mécanique de l'Inconel 600 de la température ambiante à la zone de transition pâteuse seront présentés dans le chapitre suivant (Chapitre III). Ils permettront d'alimenter en données expérimentales la partie mécanique de la modélisation des essais trapézoïdaux.

# Chapitre III. Caractérisation du comportement mécanique de l'alliage à haute température et en zone de transition pâteuse

Afin de pouvoir modéliser les essais de soudage, il est nécessaire de connaître les propriétés mécaniques de l'alliage étudié de la température ambiante à son état pâteux. Les caractéristiques mécaniques de l'Inconel 600 ont été récemment identifiées grâce aux travaux de Wu [98] jusqu'à des températures avoisinant les 1150 °C. On peut voir sur la Figure 63 l'évolution de la réponse en traction d'un Inconel 600 à des températures comprises entre 850°C et 1150 °C. On observe que pour une augmentation de 300 °C, la contrainte maximale mesurée est divisée par cinq, ce qui montre l'importance de la connaissance des propriétés du matériau étudié jusqu'à sa température de fusion.

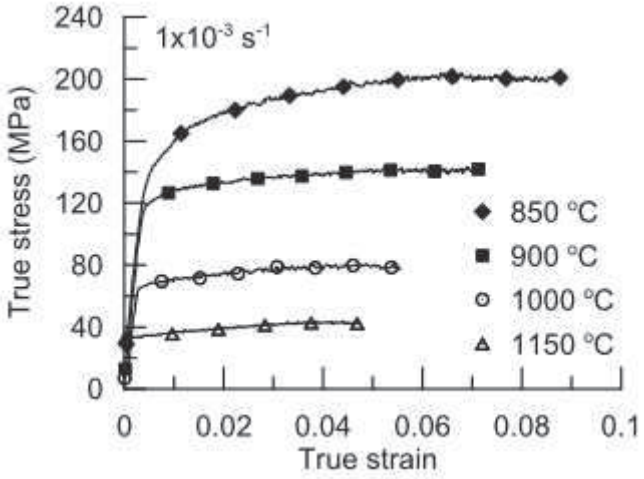



*Figure 63 : Courbes contrainte-déformation de l'Inconel 600 pour une vitesse de déformation de 0.001 $s^{-1}$ à différentes températures* [98]

Dans le cadre de l'étude de la fissuration de solidification sur l'Inconel 600, le phénomène apparaît en fin de solidification pour des températures avoisinant 1400°C. Il a donc été nécessaire de développer des essais visant à pouvoir étudier le comportement de l'Inconel dans des gammes de températures notamment comprises entre 1150°C et 1400°C. Après avoir présenté les types d'essais destinés à caractériser le comportement mécanique d'alliages à haute température et en zone de transition pâteuse, nous détaillerons la façon dont un dispositif utilisé pour des alliages d'aluminium (~700°C) a été adapté à l'étude de l'Inconel 600 à l'état semi-solide (~1400°C).

# *III.1 Présentation des essais*

## III.1.1 Essais en phase solide

Nous allons dans un premier temps évoquer les essais de caractérisation à haute température en phase solide. Une des méthodes connues actuellement pour effectuer ce type de caractérisation est basée sur l'utilisation d'une machine Gleeble [68], [86], [98], [99]. Cet appareil permet de réaliser des essais de traction et/ou de compression à haute température et à différentes vitesses de déformation. Un courant de forte intensité parcourt l'échantillon, conduisant à son échauffement par effet Joule du fait de sa résistance électrique interne. On peut ainsi obtenir des vitesses de chauffage très élevées de plusieurs centaines de Kelvin par seconde qui permettent de se rapprocher des conditions rencontrées lors du procédé de soudage.

Dans le cadre du projet SPAR dans lequel s'inscrit cette thèse, une campagne d'essais Gleeble a été menée à l'Université de Bretagne Sud (UBS) au sein du laboratoire LIMatB afin de déterminer le comportement de l'Inconel 600 de 20 °C à 1250 °C. Les résultats expérimentaux (courbes contraintes-déformation) sont présentés en Annexe 5. Les essais ont été effectués en traction et/ou en compression uniaxiale à différentes vitesses de déformation. La mise au point d'essais cycliques a également été nécessaire pour caractériser une éventuelle composante d'écrouissage cinématique du matériau. Ces essais ont permis d'étendre et d'approfondir la connaissance du matériau jusqu'à 1250 °C afin de déterminer les paramètres d'une loi de comportement élasto-visco-plastique comme nous le verrons dans le Chapitre IV.

Cependant, pour une étude approfondie du phénomène de fissuration à chaud, il est nécessaire de connaître le comportement mécanique du matériau jusqu'à sa zone pâteuse où ce phénomène apparaît. Or les essais Gleeble développés à l'UBS peuvent difficilement être effectués à des températures dépassant 1250 °C, de surcroît en zone de transition pâteuse (le solidus de l'Inconel 600 est estimé à 1355 °C). Nous allons donc nous focaliser maintenant sur les essais développés sur des alliages à l'état semi-solide, notamment au laboratoire SIMAP de l'Université de Grenoble (UdG).

### III.1.2 Essais en phase semi-solide

Différents types d'essais ont été développés au cours des dernières décennies pour caractériser le comportement des alliages en zone de transition pâteuse. Ils portent principalement sur les comportements d'alliages dont les points de fusion sont relativement bas (<700 °C). Nous trouvons principalement des travaux sur des alliages de type Sn-Pb [100], [101], des alliages d'aluminium [22], [61], [102–104] et des alliages de magnésium [93], [102], [105]. Les tests ont été développés pour différents états de contrainte, comme le cisaillement, la compression et la traction. Les essais concernant le comportement des alliages à haut point de fusion à l'état semi-solide sont plus rares et portent principalement sur les aciers [106–108] même si quelques travaux ont été effectués sur des bases Nickel [109]. Il n'existe cependant pas d'étude portant sur le comportement à l'état semi-solide de l'Inconel 600. La fissuration à chaud résultant de déformations en traction sur un matériau semi-solide, nous nous inspirerons du dispositif qui a été développé au SIMAP pour réaliser des essais de traction à chaud en zone de transition pâteuse sur des alliages à bas point de fusion, afin de l'adapter à l'Inconel 600.

Le dispositif expérimental de traction développé notamment au cours des thèses de Fabrègue [87] et de Giraud [18] est présenté sur la Figure 64 (a). Il leur a permis de réaliser des essais de traction à chaud à l'état pâteux sur des alliages d'aluminium. Les essais consistent à chauffer la partie centrale d'une éprouvette cylindrique à une température correspondant à une fraction de solide donnée via un cycle thermique prédéfini, puis à exercer un effort en traction tout en mesurant les forces et les déplacements. Ils ont pour cela utilisé une machine de traction/compression de type ADAMEL DY34 et des éprouvettes cylindriques de 9.5 mm de diamètre et 120 mm de long. La force est appliquée par l'intermédiaire d'une vitesse de déplacement donnée de la traverse supérieure de la machine de traction, la partie inférieure étant fixe. Les efforts à mesurer étant relativement faibles en zone pâteuse, la machine de traction a été équipée d'une cellule de force de 2kN (précision +/- 0.2%). Un thermocouple de type K de diamètre 0.5 mm plongeant au cœur de l'éprouvette a été utilisé pour mesurer et piloter le chauffage de la partie centrale de l'éprouvette par induction. Un régulateur PID (Proportionnel Intégral Dérivé) couplé au système de chauffage à induction permet ainsi de programmer les cycles thermiques appliqués à l'échantillon.

Afin de contenir le matériau semi-solide (ou liquide), un creuset en alumine est placé autour de la partie centrale de l'échantillon. Dans l'optique d'atteindre des vitesses de solidification élevées, un système de refroidissement à eau a été conçu au sein même de l'éprouvette, permettant d'atteindre des vitesses de 80 K/s.

**Déroulement des essais :**

Deux types d'essais ont été effectués sur le montage présenté :

- des essais **en <u>solidification partielle</u>** (Figure 64 (b)) : la partie centrale de l'échantillon est portée à l'état liquide pendant 30 s avant d'être refroidie à une vitesse maîtrisée jusqu'à la température correspondant à la fraction de solide visée, l'essai est alors lancé après 30 s d'attente

- des essais en **<u>refusion partielle</u>** (Figure 64 (c)) : l'éprouvette est directement chauffée (à 2K/s) jusqu'à la température d'essai et y est maintenue pendant 30 s avant le lancement de la traction.

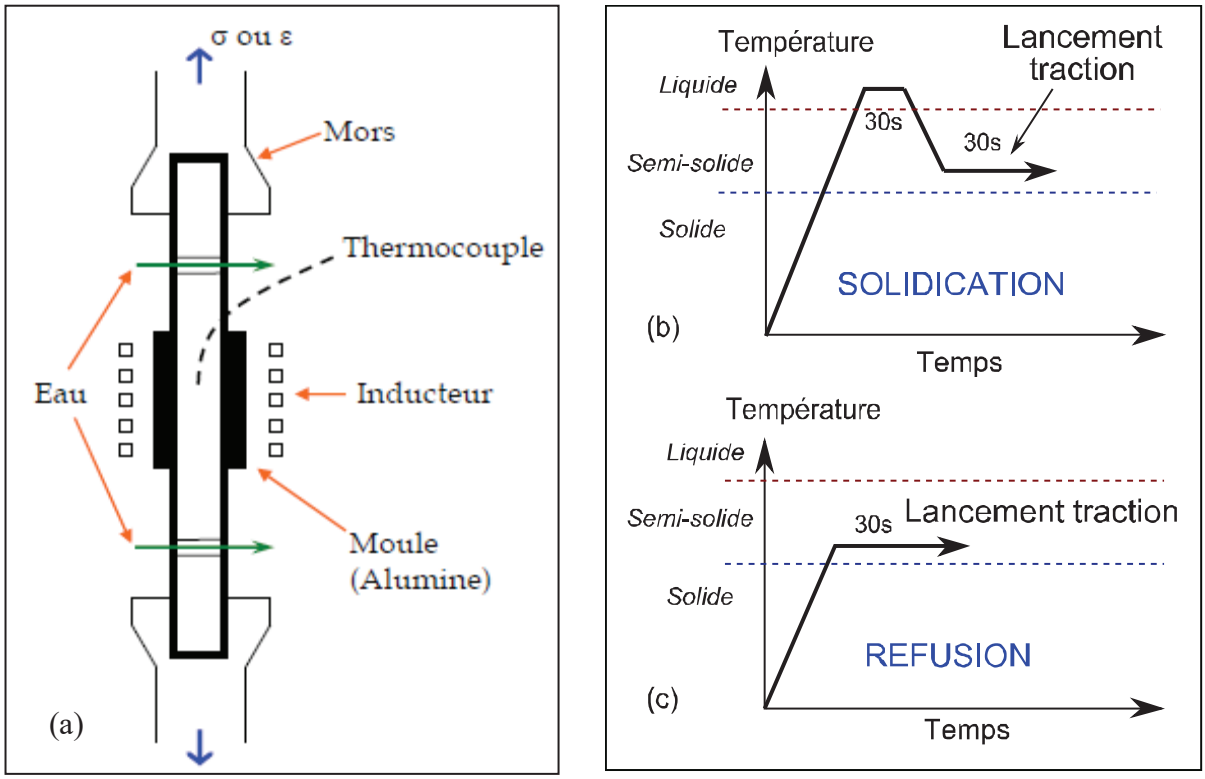



*Figure 64 : (a) Croquis du dispositif expérimental utilisé lors de la traction à chaud* [18] *; Chemin thermique suivi par l'éprouvette avant un essai de traction : (b) en solidification, (c) en refusion*

Le temps d'attente de 30 s avant les essais permet l'homogénéisation et la stabilisation des champs de température. Dans tous les cas de figure, la température du centre de l'échantillon, le déplacement et la force sont mesurés au cours de l'essai. Les essais ont été effectués sur les alliages d'aluminium pour des vitesses de déplacement comprises entre 0.01 mm/s et 1 mm/s.

Les essais en solidification, plus délicats à mettre en œuvre, sont les plus représentatifs des procédés de soudage et de fonderie du fait du passage du matériau par un état liquide.

## *III.2 Développement d'essais de traction en zone pâteuse à haute température*

Le dispositif a été repris en modifiant les éléments qu'il fallait impérativement changer du fait des températures plus élevées mises en jeu avec l'alliage base nickel. En effet, les essais sur les alliages d'aluminium impliquaient des températures n'excédant pas 700 °C alors que l'étude de la zone pâteuse de l'Inconel 600 nécessite de monter à plus de 1430 °C.

### III.2.1 Instrumentation en température

Il a fallu tout d'abord changer le type de thermocouple utilisé. En effet, les thermocouples de type K (Chromel / Alumel) choisis pour les essais sur les alliages d'aluminium ne permettent pas de faire de mesures au-delà de 1270 °C. Pour atteindre des températures de l'ordre de 1430 °C, il est nécessaire d'utiliser des thermocouples de type S, R ou B (platine / platine rhodié). Le choix s'est porté sur des thermocouples chemisés de type S, de classe 1 et de diamètre 1mm (fournisseur TC Direct, précision +/- 1 °C à 1100 °C, gamme de température : de 0 °C à 1550 °C). Afin de le protéger de l'Inconel liquide lors des essais en solidification, le thermocouple est recouvert d'une fine couche de ciment de zircone adhésive (marque COTRONIC, 904 Zirconia) capable de tenir jusqu'à 2200 °C.

Nous nous sommes également intéressés à des mesures de températures sans contact en faisant appel à la thermométrie infrarouge. L'usage de cette technologie présenterait l'avantage de ne pas avoir à usiner de trou oblique plongeant au centre de l'éprouvette et d'éviter d'utiliser des thermocouples de type S, qui malgré leur protection en zircone ne permettent pas de réaliser en moyenne plus de 5 essais. Un pyromètre bichromatique avec fibre optique (modèle de type IMPAC de la marque LumaSense) a été utilisé pour mesurer la température à la surface de l'échantillon dans le cadre d'essais d'étalonnage en température. Le pyromètre exploite la luminance de deux bandes quasi monochromatiques dont les longueurs d'onde sont voisines, de manière à supposer que l'émissivité est constante, ce qui permet alors de s'en affranchir (principe du rapport). On peut donc en théorie mesurer la température indépendamment de l'émissivité (qui est fonction de la température de l'échantillon observé et difficilement identifiable).

Le pyromètre a été étalonné sur plusieurs essais à l'état solide de 450 °C à 1300 °C en considérant comme référence la température indiquée par un thermocouple de type S plongé au cœur de l'échantillon. On fait l'hypothèse que la température est homogène dans

l'épaisseur. On peut voir sur la Figure 65 que le point de référence pour la mesure du pyromètre est de l'ordre du millimètre ce qui permet de viser la surface de l'échantillon entre les spires de la bobine d'induction. Les étalonnages ont montré que sur la partie du chauffage comprise entre 600 °C et 1200 °C, l'oxydation en surface compliquait l'obtention d'une mesure de température stable et cohérente par pyrométrie infrarouge (malgré l'utilisation de deux longueurs d'onde permettant de s'affranchir de l'émissivité). De 1200 °C à 1300 °C, puis au cours du refroidissement, le signal obtenu par le pyromètre (étalonné à 1200 °C) est en accord avec celui du thermocouple. Néanmoins les valeurs des paramètres d'étalonnage du pyromètre à 1200 °C, bien que proches, ne sont pas identiques d'un essai à l'autre. Il n'est donc pas possible d'utiliser uniquement la thermométrie infrarouge et de s'affranchir de l'utilisation d'un thermocouple de type S plongeant au centre de l'échantillon.

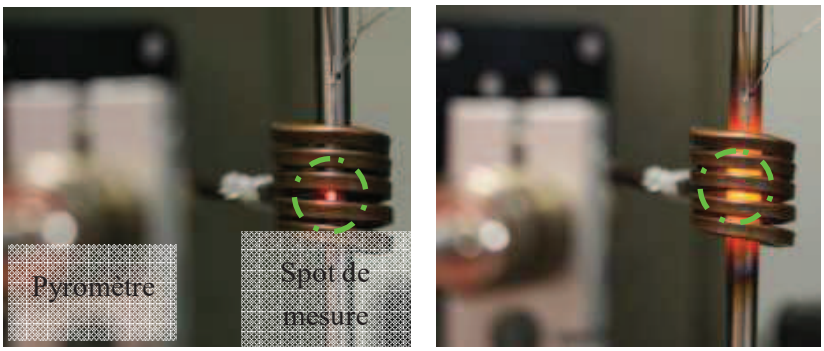



*Figure 65 : Images des expériences d'étalonnage du pyromètre laser avant et pendant le chauffage*

## III.2.2 Géométrie de l'éprouvette

La géométrie des éprouvettes a été modifiée, la longueur passant de 120 mm à 180 mm afin d'éviter d'avoir une température trop élevée au niveau des mors de la machine, ce qui pourrait potentiellement endommager la cellule de force de 2kN. Le trou oblique permettant d'insérer un thermocouple dans le centre de l'éprouvette a été légèrement élargi (de 1.5 à 1.6 mm) de façon à pouvoir y insérer un thermocouple de diamètre 1 mm recouvert d'une fine couche de zircone protectrice. On supposera pour la suite que ce trou oblique n'a pas d'impact sur les propriétés de l'échantillon. En effet, dans une section de l'éprouvette, la surface du trou pour le thermocouple est inférieure à 3% de la surface de la section elle-même. En outre, le dispositif de refroidissement à eau intégré à l'éprouvette pour atteindre de grandes vitesses de solidification (Figure 64 (a)) n'a pas été retenu. La mise en plan des éprouvettes cylindriques pour l'Inconel 600 est présentée Figure 66.

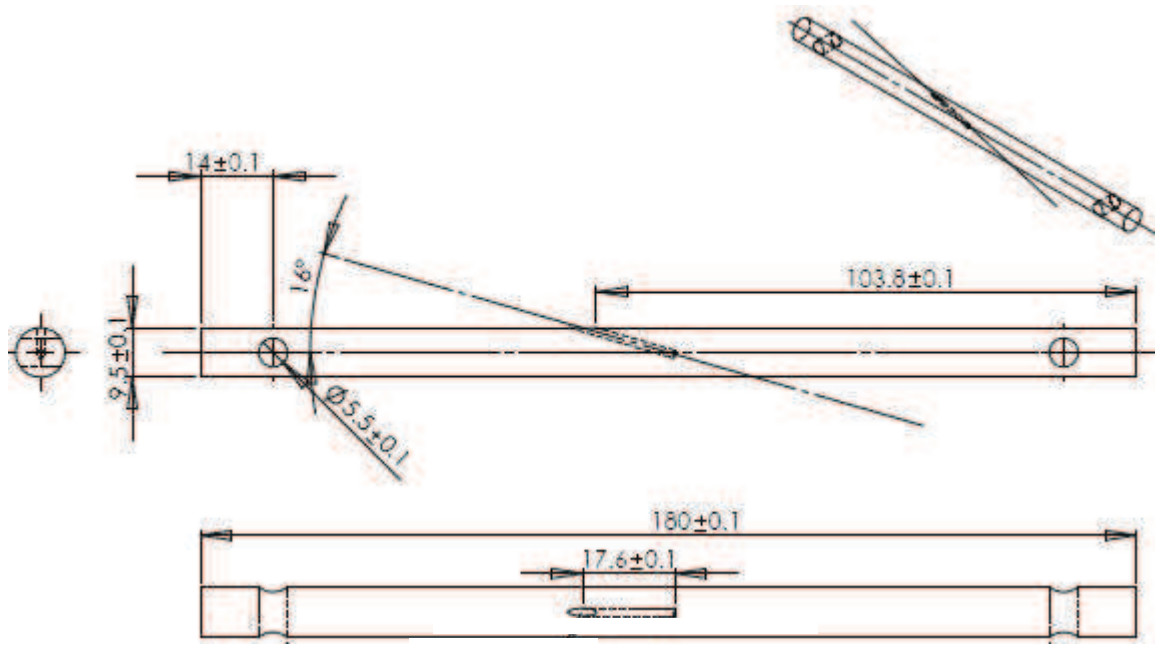



*Figure 66 : Mise en plan des éprouvettes de traction à chaud en Inconel 600*

Les creusets en alumine permettant de contenir l'Inconel liquide lors des campagnes d'essais ont un diamètre extérieur de 15 mm, un diamètre intérieur de 10 mm et une hauteur de 58 mm. Une fente latérale de 15 mm partant d'un bord et suivant l'axe du tube est usinée de façon à guider le thermocouple jusqu'au trou oblique. Le jeu de 0.5 mm entre le creuset et l'échantillon permet de tenir compte de la dilatation thermique de l'échantillon (estimée à environ 0.3 mm à 1350 °C).

### III.2.3 Dispositif de chauffage par induction

Le générateur et la bobine d'induction ont été dans un premier temps les mêmes que ceux utilisés lors des travaux de Giraud [18]. Il d'agit d'un générateur MF, série TIG/BIG de la marque Hüttinger et d'une puissance de 5kW. La bobine est constituée de 5 spires en face avant de rayon extérieur 30 mm élaborées dans un tube en cuivre de section carrée de 5 mm de côté (Figure 65).

Les premiers essais de traction à chaud ont été réalisés en refusion de façon à prendre en main le dispositif expérimental et identifier les éventuels problèmes expérimentaux. Ces essais ont été réalisés sans moule en alumine (état pâteux atteint sans passer par un état liquide), instrumentés en température avec plusieurs thermocouples et par pyrométrie infrarouge. Il a été constaté qu'il existait des gradients de température très élevés dans l'éprouvette (Figure 67 (a)), notamment en son centre dans la zone où se trouve le thermocouple de régulation. En effet, l'espace interspire étant d'environ 7 mm, les mesures montrent que l'on observe des gradients de température pouvant être supérieurs à 10 K/mm dans la zone centrale chauffée

par induction.

Ces gradients élevés peuvent être source d'une mauvaise évaluation de la température et donc d'une mauvaise estimation de la fraction de solide si le thermocouple n'est pas parfaitement situé au centre de la zone chauffée. Ceci est dû au fait que l'Inconel conduit mal la chaleur contrairement aux alliages d'aluminium qui ne présentaient pas ce problème. Une nouvelle bobine d'induction a été conçue dans le but d'avoir des champs de température plus homogènes au centre de l'échantillon. Le nouveau solénoïde présentant 6 spires face avant et un espacement entre spires d'environ 2 mm a été élaboré à partir d'un tube en cuivre de diamètre extérieur 6 mm (Figure 67 (b)). Une gaine isolante ainsi que des cales interspires isolantes ont été rajoutées de façon à maintenir l'espacement entre les spires constant et permettre d'y insérer directement des thermocouples. Les résultats de l'instrumentation thermique d'essais réalisés avec la nouvelle bobine (Figure 67 (b)) montrent que le gradient thermique mesuré est nettement moins important qu'avec l'ancien dispositif. En effet, les gradients thermiques mesurés sont inférieurs à 2K/mm dans la zone la plus chaude de l'éprouvette.

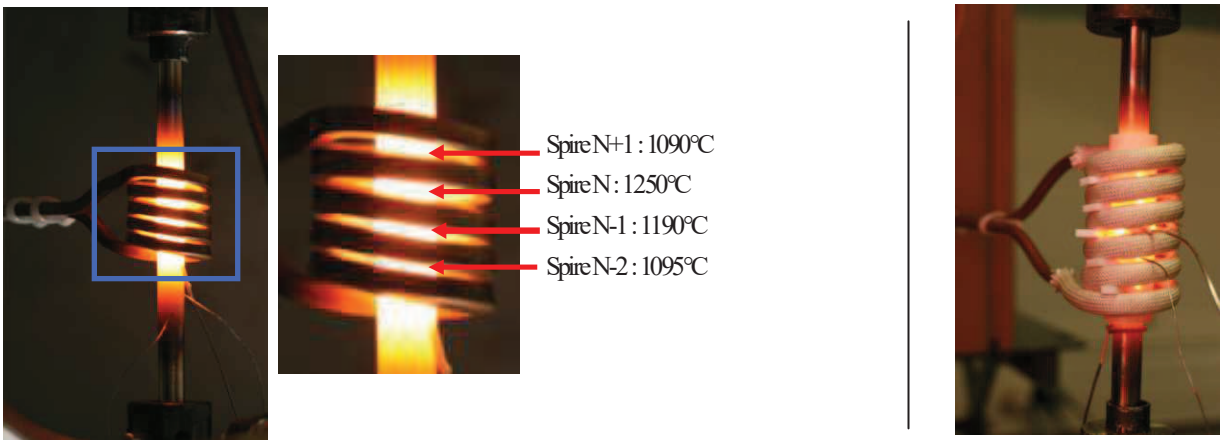



*Figure 67 : Images d'essais de chauffage par induction (a) avec la bobine utilisée dans la thèse de Giraud* [18] *; (b) avec le nouveau solénoïde*

## *III.3 Essais de traction en zone pâteuse sur l'Inconel 600*

Le dispositif expérimental de traction à chaud en zone pâteuse ayant été adapté à l'étude de l'Inconel 600, deux campagnes d'essais isothermes ont été réalisées :

- essais de traction en solidification partielle pour des vitesses de déplacement comprises entre 0.01 mm/s et 0.2 mm/s
- essais de traction en refusion partielle pour des vitesses de déplacement comprises entre 0.005 mm/s et 0.1 mm/s

Les cycles thermiques associés sont similaires à ceux présentés Figure 64 (b) et (c). Les éprouvettes sont chauffées dans tous les cas à 2K/s de la température ambiante jusqu'à 1250 °C, puis à 1K/s pour permettre une meilleure homogénéisation et stabilité thermique.

### III.3.1 Chemin de solidification

Avant de pouvoir commencer les essais de traction en zone de transition pâteuse, il a fallu également déterminer le chemin de solidification de l'alliage étudié, à savoir l'évolution de la fraction de solide en fonction de la température. Ceci permet d'identifier les gammes de températures à étudier lors des expériences et de se comparer aux études menées dans la littérature sur d'autres alliages dont les intervalles de solidification sont différents. Le fournisseur du matériau (Special Metals) indique des températures de solidus et de liquidus respectivement égales à 1354 °C et 1413 °C. La réalisation d'analyses thermiques simples et différentielles (DSC : Differential Scanning Calorimetry) a montré que ces températures de transus peuvent varier significativement d'une coulée d'Inconel 600 à une autre (de plus de 20K). Une étude complémentaire menée au sein de l'école des Mines de Nancy (Institut Jean Lamour) avec la base de données TTNI8 du logiciel de calcul thermodynamique Thermocalc™ confirme les observations tirées des analyses thermiques. Ceci est dû au fait que de petites variations en concentration de certains éléments (quelques dixièmes de pourcent poids) comme le silicium, le titane ou encore le manganèse peuvent avoir des effets notables sur l'intervalle de solidification (Annexe 2). Nous proposons ici un chemin de solidification obtenu à partir de calculs thermodynamiques et d'analyses thermiques (détails en Annexe 2) de la coulée d'Inconel ayant servi aux essais de traction à chaud. La composition mesurée moyenne de cette dernière que nous appellerons *Coulée 3* est la suivante (en % pds)*: **75.88%Ni-14.7%Cr-8.29%Fe-0.59%Mn-0.27%Si-0.27%Ti.***

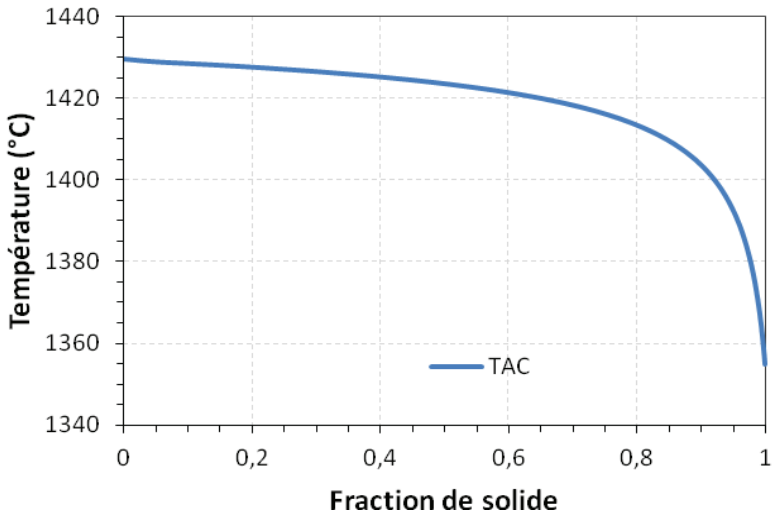



*Figure 68 : Chemin de solidification de l'alliage utilisé pour les essais de traction à chaud*

*(TAC)*

Ce chemin de solidification nous permet de déterminer les températures de solidus et de liquidus qui délimitent l'intervalle de solidification. Elles sont respectivement estimées à 1355 et 1429 °C pour l'alliage étudié lors de la traction à chaud, ce qui est cohérent avec les températures indiquées par le fournisseur (même si le liquidus est un peu plus élevé).

### III.3.2 Incertitudes de mesure (température - fraction de solide)

Les deux principales sources d'incertitude pour la mesure de température sont l'incertitude sur la position de la soudure chaude du thermocouple dans le trou oblique au centre de l'éprouvette ($DT_{position}$), et l'incertitude associée à la mesure même (précision du thermocouple : $DT_{Thermocouple}$). Nous estimons respectivement ces deux valeurs à +/1 mm et à +/-1 K (donnée fournisseur à 1100 °C) pour un essai de traction en zone pâteuse. Ayant un gradient de température évalué inférieur à 2 K/mm dans la zone centrale à 1300 °C, nous considérons l'incertitude liée à la position du thermocouple égale à +/- 2 °C.

Ainsi, on arrive à l'incertitude totale sur la mesure en température en considérant la somme quadratique de ces deux sources d'incertitude :

$$DT_{Totale} = \sqrt{DT_{Position}^2 + DT_{Thermocouple}^2} = 2.23K \qquad \textit{Équation III.1}$$

En supposant que les incertitudes de mesures sont les mêmes sur l'intervalle de température 1100 °C – 1400 °C, nous avons donc une incertitude de mesure évaluée à +/- 2.2 °C pour les mesures de températures lors d'essais à l'état semi-solide.

Cette incertitude sur la mesure de température est à prendre en compte lors de la présentation de résultats en fonction de la fraction de solide. Nous allons considérer (Figure 68) deux valeurs de fraction de solide importantes dans le cadre de ces travaux. Une valeur très proche du solidus et donc de la fraction de solide de coalescence : 0.99 ; et un autre plus représentative de l'étape de fermeture des canaux de circulation de liquide interdendritique : 0.90. Le chemin de solidification présentant une courbe asymptotique au niveau du solidus, l'impact de l'incertitude sur la mesure de température sera plus élevé à faible fraction de solide comme on peut le voir sur le tableau ci-dessous. Il reste cependant assez faible à $f_S \sim 0.90$ (+/- ~ 0.015 en fraction de solide).

*Tableau 5 : Evaluation des incertitudes de mesures sur la température et les fractions de solide*

| *Fraction de solide* | $T_{Mesuré}$ *(°C)* | *DT (°C)* | $f_{S(min)}$ | $f_{S(min)}$ |
|---|---|---|---|---|
| **0.90** | 1403 | +/- 2.2 | 0.882 | 0.915 |
| **0.99** | 1366 | +/- 2.2 | 0.988 | 0.992 |

### III.3.3 Démarche employée pour l'exploitation des résultats

Les courbes de l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement obtenues au cours des deux campagnes d'essais montrent globalement la même allure. La contrainte croît jusqu'à une valeur maximale avant de redescendre plus ou moins rapidement selon une exponentielle décroissante (Figure 69). Les courbes obtenues ne présentant qu'un pic ne permettent pas de déterminer les composantes d'écrouissage ou visqueuses du comportement de l'Inconel semi-solide. En effet, la rupture de l'éprouvette est trop « précoce » pour permettre d'observer un écrouissage ou un palier viscoplastique. Cependant ces résultats serviront à l'identification des paramètres d'un modèle de zone cohésive comme nous le verrons dans le Chapitre IV.

Les résultats sont dans un premier temps exploités en considérant la contrainte maximale mesurée au cours de l'essai (ou contrainte au pic). Cette valeur correspond à la force nécessaire pour initier la fissuration du milieu semi-solide en traction. Excepté pour les très fortes fractions de solide (fs>0.99), les courbes se présentent sous la forme d'un pic plus ou moins large dont la largeur à la base est difficile à estimer. La notion de ductilité après pic sera également abordée. Elle peut être assimilée à la capacité qu'a le matériau à se déformer jusqu'à rupture. On la mesure en considérant le déplacement entre la valeur de la contrainte maximale et le moment où la contrainte atteint 5 % de ce maximum. Nous ne considérons pas une valeur de contrainte nulle car pour certains essais la contrainte se stabilise à des valeurs très faibles (~0.2 MPa) sur de longs déplacements avant de s'annuler. Ceci est peut-être dû à la friction du creuset sur l'éprouvette une fois celle-ci rompue.

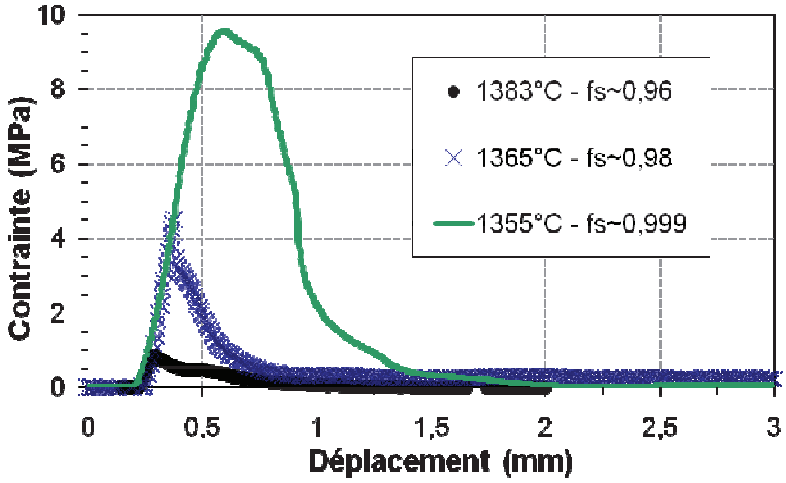



*Figure 69 : Evolution de la contrainte en fonction du déplacement pour des essais en solidification*

Dans le cadre d'essais mécaniques en zone de transition pâteuse, il est très difficile d'estimer la zone déformée de l'éprouvette et par conséquent la déformation. C'est pourquoi le déplacement, et non la déformation, est utilisé en abscisse. En effet, le fait de ne plus être dans une phase complètement solide et à haute température exclut d'office de nombreuses techniques de mesures de déformation couramment utilisées. Les méthodes basées sur le dépôt de réseau de grilles ou de motifs en surface afin de suivre leur déformation [110] ne sont plus applicables au même titre que les techniques basées sur des corrélations d'images. De plus, en dehors des problèmes pouvant être causés par l'oxydation [99] ou le changement d'état, la partie centrale des éprouvettes est placée dans un creuset en alumine visant à contenir l'alliage liquide, rendant impossible toute mesure directe de la zone déformée.

Giraud [18] a fait le choix de considérer une portion centrale d'éprouvette de 10 mm de haut pour laquelle la température était relativement homogène. Nous ferons la même approximation dans le cadre de cette thèse en considérant la zone soumise aux températures comprises entre la température maximale et 5 °C en-dessous de celle-ci. Le gradient de température longitudinal étant estimé à 1 K/mm dans le centre de la zone chauffée, cela revient à considérer une zone de 10 mm de haut également (5 mm de chaque coté du centre). Etant donné l'incertitude sur l'homogénéité de la déformation, celle-ci n'est à considérer qu'à titre indicatif.

### III.3.4 Comportement en solidification

Le comportement en traction de l'alliage en cours de solidification est représentatif de celui de l'arrière du bain de fusion en soudage.

A 1370 °C (fs ~.985), l'écart-type est de 0.6MPa pour une contrainte maximale moyenne de 4.7 MPa, soit moins de 13 %. Pour des conditions expérimentales identiques, les résultats montrent donc une reproductibilité acceptable.

La Figure 69 présentée précédemment illustre le comportement observé en solidification sur l'Inconel pour trois températures différentes. Ces trois essais ont été effectués à une vitesse de déplacement de 0.05 mm/s (soit une vitesse de déformation de 0.005 $s^{-1}$ si on considère une longueur déformée de 10 mm). On note une baisse significative de la contrainte maximale mesurée lorsque la température augmente et donc lorsque la fraction de solide diminue. Au voisinage de la température de solidus (1355 °C), le comportement du matériau se rapproche du comportement typique d'un matériau solide, en présentant une contrainte maximale d'environ 10 MPa suivie d'un palier de déformation viscoplastique et d'un léger adoucissement avant qu'une striction n'entraîne la rupture de l'échantillon. Le comportement en traction change complètement pour de plus hautes températures. Comme on peut s'y attendre, la résistance de l'alliage diminue significativement, mais la forme de la courbe de traction change également et se rapproche de celle que l'on observe lors de ruptures fragiles. En effet, au-dessus de 1360 °C (fs ~0.995), dès que la contrainte maximale est atteinte, les efforts mesurés chutent brutalement, formant un pic à la base plus ou moins large. Le plateau viscoplastique disparaît et la ductilité après pic diminue très fortement jusqu'à devenir quasiment impossible à mesurer.

La Figure 70 présente l'ensemble des contraintes maximales moyennes obtenues en fonction de la fraction de solide pour des essais réalisés à des vitesses de déplacement de 0.05 mm/s et 0.01 mm/s. De 1355 °C à 1365 °C, la contrainte au pic mesurée est divisée par deux et la ductilité après pic par trois (Figure 69). Au-dessus de 1380 °C ($f_s$~0.97) , la contrainte au pic devient presque négligeable (<1 MPa) et le déplacement à rupture devient difficile à estimer du fait de la faible hauteur du pic.

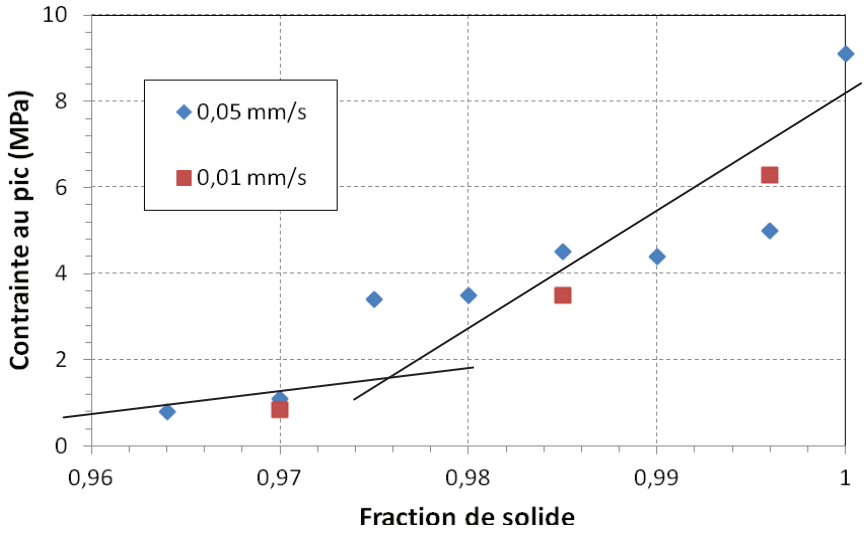



*Figure 70 : Evolution de la contrainte maximale en fonction de la fraction de solide en solidification*

Les analyses MEB des faciès de rupture obtenus montrent des décohésions interdendritiques typiques du phénomène de fissuration à chaud (Figure 71). En effet, les fissures de solidification se propagent le long de films liquides interdendritiques résiduels. On observe également des traces de ductilité qui résultent de la déformation du réseau solide au cours de l'essai. Au fur et à mesure que la température diminue (et que la fraction de solide augmente), le réseau dendritique se fait plus dense (Figure 71) et les jonctions entre dendrites plus fortes. Le matériau devient plus solide et plus apte à accommoder les déformations. A 1355 °C, la fraction de solide quasiment égale à 1, on observe un faciès avec d'importantes traces de ductilité et des dendrites fortement coalescées. Ce résultat est cohérent avec la Figure 69 où l'on voit que la tenue à la traction de l'alliage à 1355 °C augmente sensiblement (10 MPa). Le palier observé sur la courbe correspond à une aptitude accrue du matériau à pouvoir se déformer avant rupture.

Au cours de la solidification, l'alliage se renforce sensiblement aux alentours d'une fraction de solide de 0.975 où la contrainte au pic passe de moins de 1 MPa à plus de 3 MPa. On peut donc considérer que la fraction de solide égale à 0.975 correspond à la fraction de solide dite de coalescence, à partir de laquelle l'alliage devient suffisamment résistant pour supporter les déformations en traction susceptibles d'être générées lors du soudage. On retrouve un comportement similaire à celui observé au cours des travaux de Giraud [18] et Fabrègue [87] sur des alliages d'aluminium en solidification où la fraction de solide de coalescence est estimée à 0.97. Cependant, les résultats observés sur l'Inconel ne permettent pas de mettre en évidence une chute de ductilité comme ce qui a été observé sur l'aluminium. La ductilité après pic est en effet trop faible pour pouvoir estimer une évolution significative.

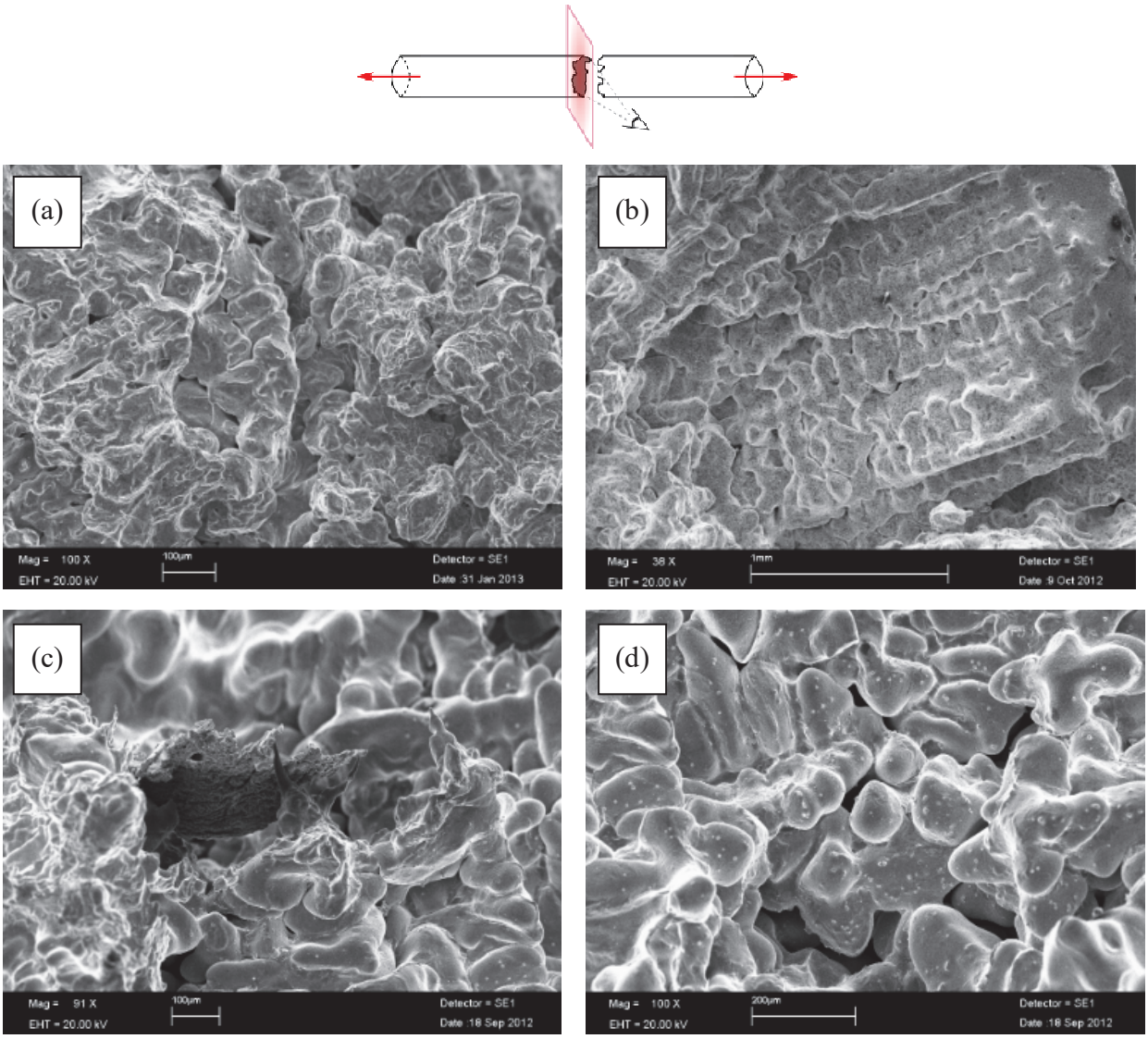



*Figure 71 : Analyses MEB de faciès de rupture pour des essais en solidification à 0.05 mm/s : (a) 1355 °C (fs~0.999); (b) 1365 °C (fs~0.99); (c) 1370 °C (fs~0.98); (d) 1370 °C (fs~0.98)*

### III.3.4.1 Influence de la vitesse de déformation

D'après la Figure 70, les essais réalisés en solidification ne présentent pas de dépendance marquée à la vitesse de déformation en ce qui concerne la contrainte au pic. Afin de confirmer cette observation, des essais complémentaires ont été effectués à des vitesses plus importantes pour étudier sur une plus large gamme l'effet de la vitesse. L'essai le plus rapide (0.2 mm/s soit 0.02 $s^{-1}$ pour une zone déformée de 10 mm) a été réalisé à 1375 °C (fs~0.98). Le matériau n'a pas eu le temps de se déformer et n'a quasiment pas opposé de résistance à la traction avec une contrainte au pic de 0.7 MPa (au lieu de 3.4 MPa à 0.05 mm/s) en présentant une rupture fragile. L'analyse MEB du faciès de rupture montre effectivement (Figure 73(a)) que

l'alliage en cours de solidification s'est rompu perpendiculairement à l'axe traction et ne présente pas de traces de ductilité.

Des essais ont été effectués à une vitesse de déplacement de 0.1 mm/s pour différentes températures. Ils présentent tous des contraintes au pic similaires à celles observées précédemment à 0.01 et 0.05 mm/s (Figure 70).

La Figure 72 illustre le comportement en traction de l'Inconel en solidification à 1370 °C pour trois valeurs de vitesse de déplacement différentes. Les contraintes au pic obtenues sont différentes d'un essai à l'autre (variation d'environ 30% entre les valeurs minimum et maximum). On observe donc un potentiel effet de la vitesse mais celui-ci n'est pas cohérent (maximum obtenu pour la vitesse intermédiaire 0.05 mm/s). Ceci pourrait être lié à la rupture des échantillons après un déplacement très faible qui ne permet pas de prendre en compte une éventuelle composante viscoplastique du matériau semi-solide à cette température.

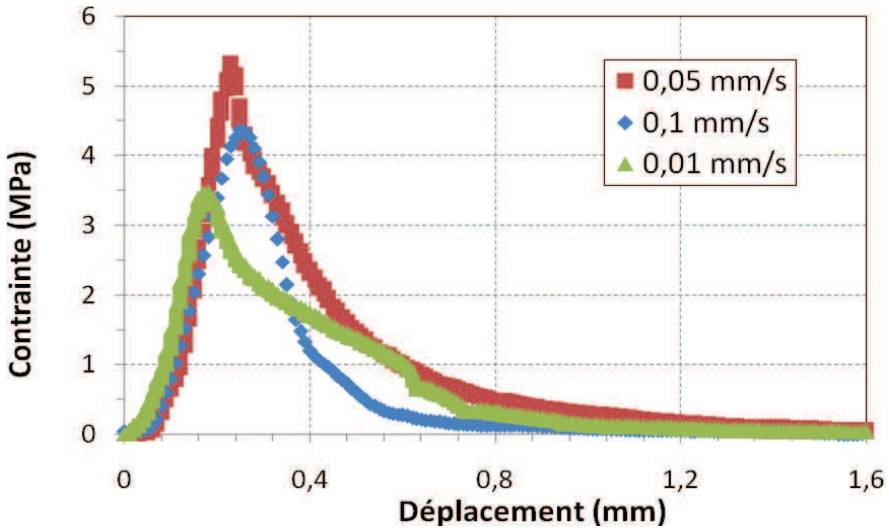



*Figure 72 : Courbes contrainte – déplacement en solidification à 1370 °C (fs~0.985) pour trois vitesses de déplacement données*

L'examen des faciès de rupture n'a pas montré de différence notable entre des faciès obtenus à forte vitesse de déplacement (0.1 mm/s) et ceux obtenus à 0.05 mm/s. Cependant, l'analyse des éprouvettes correspondant aux faibles vitesses (0.01 mm/s) met en évidence la présence de films étirés (Figure 73 (b)). Il s'agit probablement de films liquides résiduels qui ont été étirés et rompus au cours des essais.

En examinant de plus près les courbes à faible vitesse de déplacement (0.01 mm/s, Figure 72), on constate un élargissement de la base des pics en fin d'essai pour les faibles contraintes. Ce phénomène est probablement lié à l'étirement des films liquides résiduels observés Figure 73 (b).

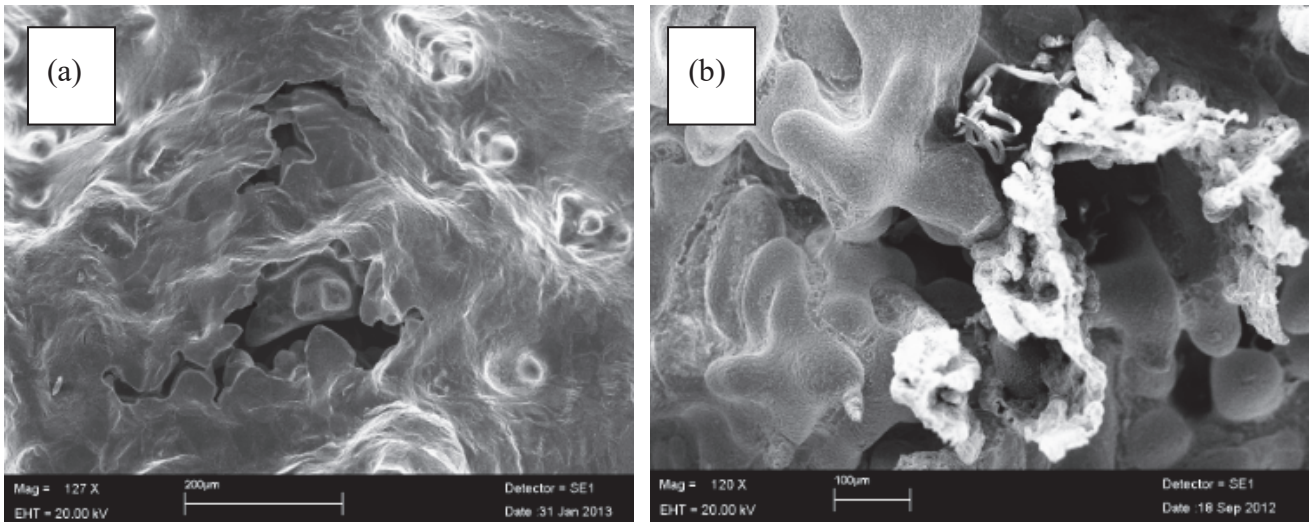



*Figure 73 : Analyses MEB de faciès de rupture pour des essais en solidification à différentes vitesses de déplacement : (a) 1375 °C – 0.2 mm/s ; (b) 1380 °C – 0.01 mm/s*

### III.3.4.2 Influence de la vitesse de refroidissement

L'ensemble des essais en solidification présentés précédemment ont été réalisés avec une vitesse de refroidissement d'environ 1 K/s. Des essais similaires ont été réalisés à d'autres vitesses de refroidissement : 0.15 K/s et 4 K/s. Il a été difficile d'obtenir une solidification rapide du fait de la difficulté de stabiliser la température d'essai sans avoir d'oscillations autour de la température d'essai, c'est pourquoi un seul essai a pu être réalisé correctement. Ces oscillations de températures avant stabilisation ont pour conséquences d'effacer partiellement l'histoire thermique de l'échantillon (refusion partielle de jonctions entre dendrites etc…). Un essai ayant subi ces oscillations ne peut alors pas directement rendre compte du comportement réel de l'alliage en solidification rapide.

La courbe de traction obtenue à forte vitesse de refroidissement ne présente pas de différence notable avec les courbes classiques obtenues à la même température pour des vitesses de l'ordre de 1 K/s. En effet, la contrainte au pic vaut 4.5 MPa à 4 K/s (1360 °C, 0.05 mm/s) et 5MPa en moyenne pour des paramètres identiques et une vitesse de refroidissement de 1 K/s.

En revanche, il a été constaté que pour de faibles vitesses de refroidissement, la contrainte maximale avait tendance à diminuer comme on peut le noter sur la Figure 74. A 1365 °C, l'essai effectué suite à une solidification à 0.15 K/s affiche une contrainte au pic qui est deux fois plus faible que pour une solidification à 1 K/s. Les mêmes tendances ont été observées

sur l'alliage d'aluminium 6061 [18] pour les faibles vitesses de refroidissement.

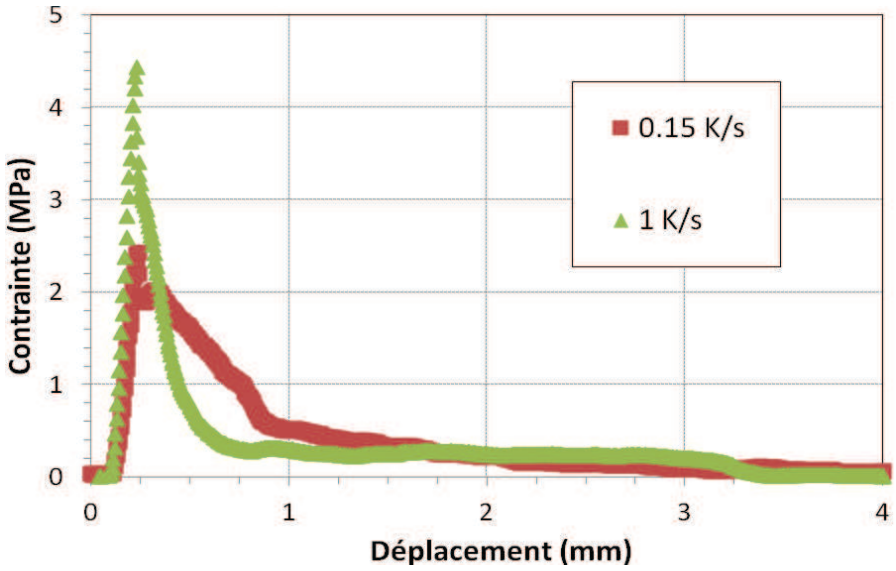



*Figure 74 : Courbes contrainte – déplacement en solidification à 1365 °C (fs~0.99) pour deux vitesses de refroidissement données*

Les images MEB de la Figure 75 illustrent les faciès de rupture obtenus à différentes vitesses de refroidissement. Pour un refroidissement très lent (0.15K/s, Figure 75 (a)) la structure ressemble à celle obtenue pour les essais classiques à 1K/s mais est plus grossière et présente des espacements interdendritiques primaire et secondaire plus importants, ce qui est cohérent avec la littérature [60]. L'endommagement pourrait alors se localiser plus facilement dans les films liquides qui sont plus épais (dont la résistance à la traction est moindre) et conduire à une diminution de la résistance du semi-solide, à fraction de solide égale.

Toujours en accord avec Fleming [60], on remarque à l'inverse, que pour des vitesses de refroidissement nettement plus élevées, la taille des microstructures diminue sensiblement (Figure 75 (d)). Néanmoins, il reste difficile d'interpréter les images MEB de l'échantillon qui s'est solidifié rapidement (4K/s, 1360 °C). En effet, celle-ci présente deux types de microstructure sur le faciès de rupture :

- Une zone périphérique (Figure 75(c)) qui a un aspect proche de ce qui est observé pour un essai à 1355 °C (Figure 71(a)) avec une phase solide très coalescée et présentant des signes de ductilité
- Une zone centrale qui montre un réseau de dendrites peu cohérent (Figure 75 (d)), i.e. où les dendrites ne sont pas ou peu en contact entre elles et ne peuvent donc pas transmettre les efforts ou déformations.

Dans le cas de la solidification rapide, on peut supposer que l'échantillon ne s'est pas refroidi de façon homogène dans la section de l'éprouvette. La partie extérieure étant plus exposée aux pertes thermiques par rayonnement et convection, il est normal qu'elle refroidisse plus

rapidement. On peut également faire l'hypothèse que le refroidissement a été trop rapide pour permettre au liquide de circuler correctement dans la zone pâteuse et l'on observe un fort retrait de solidification dans la zone centrale, d'où la présence de dendrites faiblement interconnectées.

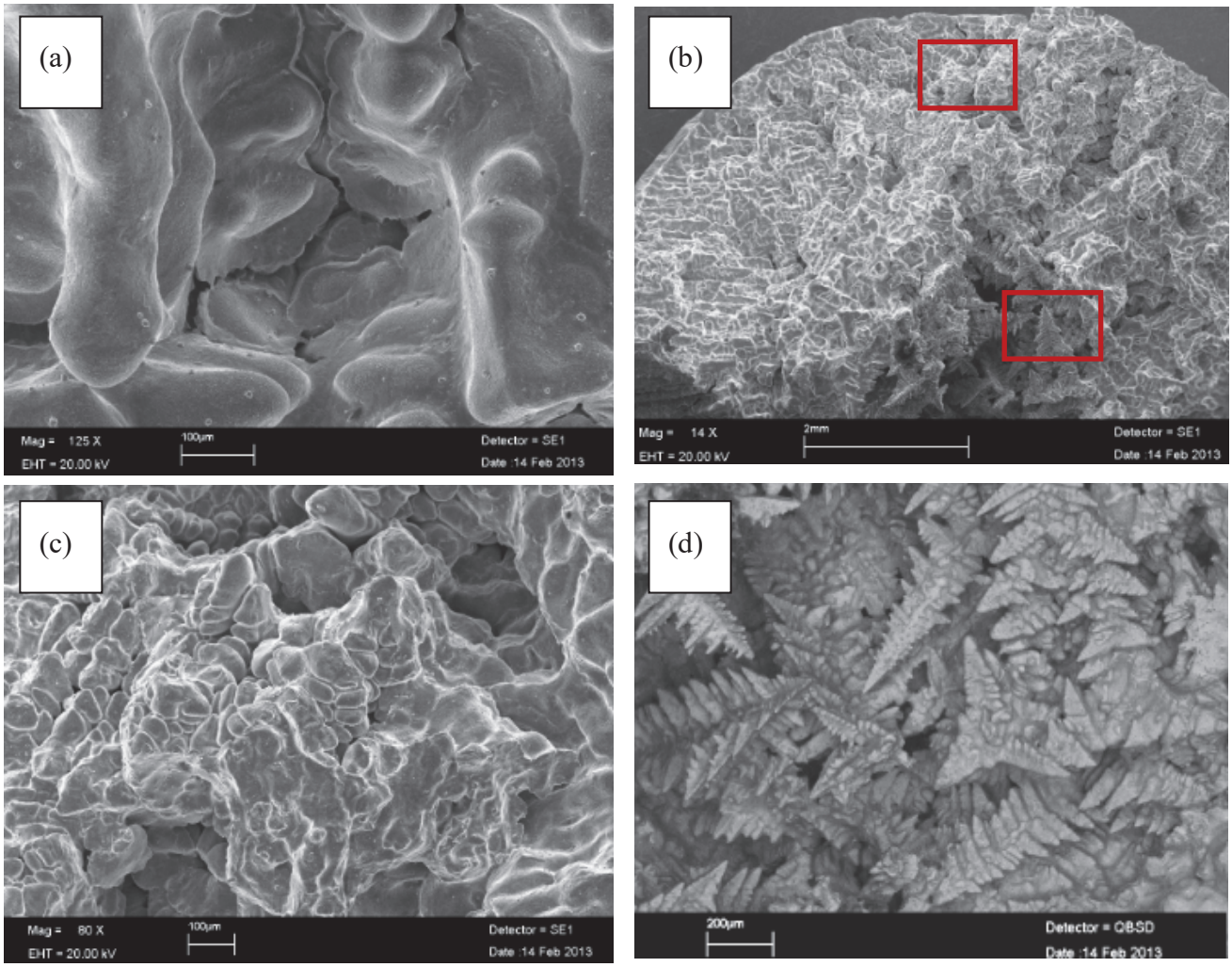



*Figure 75 : Analyses MEB de faciès de rupture pour des essais en solidification à différentes vitesses de refroidissement : (a) 1365 °C – 0.05 mm/s – 0.15 K/s; (b) 1360 °C – 0.05 mm/s- 4K/s ; (c) 1360 °C – 0.05 mm/s- 4K/s zoom sur la zone périphérique ; (b) 1360 °C – 0.05 mm/s- 4K/s zoom sur la zone centrale*

En supposant que l'essai réalisé à 4 K/s est représentatif du comportement de l'alliage pour des vitesses de refroidissement élevées, nous ferons l'hypothèse que le comportement mécanique n'est plus dépendant de la vitesse de refroidissement au-delà de 1K/s (les résultats étant identiques à 1 et 4 K/s). Par conséquent, on considèrera que les résultats obtenus lors des essais de traction à chaud à une vitesse de refroidissement de 1K/s peuvent s'appliquer à l'alliage en cours de solidification à l'arrière du bain de fusion en soudage.

## III.3.5 Comportement en refusion

Les essais en refusion permettent de caractériser l'alliage dans la zone partiellement fondue entourant le bain de fusion lors du soudage. Cette zone pâteuse est également fragilisée et susceptible de présenter des fissures à chaud.

### III.3.5.1 Evolution de la contrainte au pic en fonction de la fraction de solide

Les courbes de traction obtenues en refusion présentent des pics fins ayant la même allure que celle issue des essais en solidification mais avec des ductilités après pic encore plus faibles. On peut suivre l'évolution de la contrainte maximale en fonction de la fraction de solide sur la Figure 76 pour deux vitesses de déplacement différentes (0.01 mm/s et 0.05 mm/s). La contrainte au pic diminue fortement lorsque la fraction de solide commence à diminuer en début de la refusion partielle. Dès qu'une fraction de solide strictement inférieure à 0.99 est atteinte (1365 °C), la contrainte maximale mesurée passe en dessous de 2 MPa. On observe ensuite un changement de pente dans la variation de la contrainte au pic en fonction de la fraction de solide aux alentours d'une fraction de solide de 0.98.

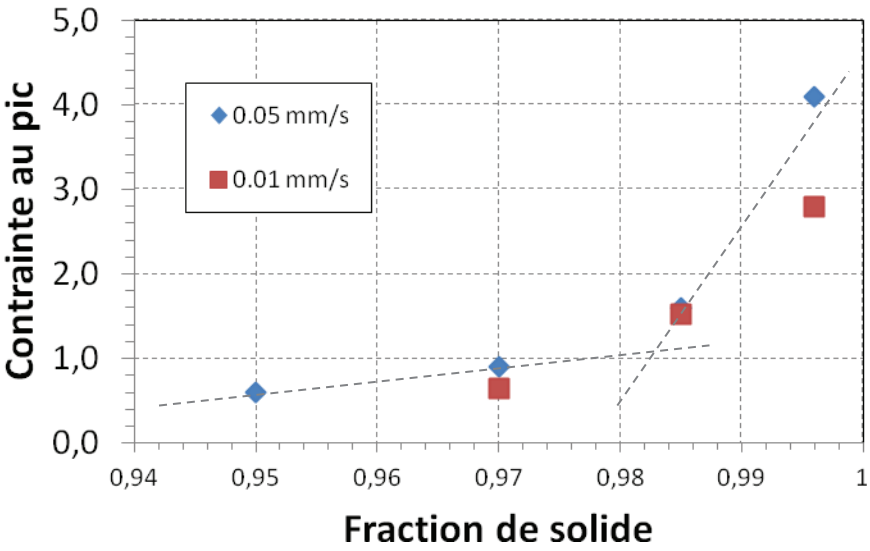



*Figure 76 : Evolution de la contrainte maximale en fonction de la fraction de solide en refusion*

Ces observations sont cohérentes avec les résultats de la littérature [18], [111], excepté sur la valeur de fraction de solide observée lors du changement de pente. En refusion, le liquide apparaît aux joints de grains triples puis s'étale le long de ceux-ci jusqu'à former un film liquide continu [112]. Des études effectuées en micro tomographie in situ sur des échantillons

semi-solides d'alliages d'aluminium lors d'essais de traction corroborent ce mécanisme d'apparition d'une phase liquide sous forme de films aux joints de grains [88], [113]. Ces travaux mettent également en évidence le fait que l'application d'un chargement mécanique influe directement sur la répartition de la phase liquide.

Sans force appliquée, le liquide apparaît de façon homogène au niveau des joints de grains sous forme de poches puis de films qui finissent par être continus lorsque la fraction de solide diminue. Sous l'effet d'une force en traction, le liquide circule pour s'accumuler dans la zone déformée. Lorsque la circulation de liquide n'est plus suffisante pour accommoder la déformation, il y a formation de porosités au sein des films liquides qui croissent et coalescent, finissant par entraîner la rupture de l'échantillon [18], [88], [113]. La viscosité de la phase liquide pourrait expliquer la différence marquée observée entre les alliages d'aluminium et les alliages de nickel. La viscosité de l'aluminium liquide pur vaut 1.39 mPa.s contre 4.35 mPa.s pour le Nickel liquide pur [114]. On peut en déduire que l'écoulement de la phase liquide dans un alliage de nickel semi-solide sera plus difficile que celui de la phase liquide dans un alliage d'aluminium en cours de solidification. Ceci pourrait contribuer à expliquer les différences observées entre la capacité de l'Inconel 600 semi-solide à accommoder les déformations (par circulation du liquide résiduel), et celle d'un alliage d'aluminium de type 6061 à fraction de solide donnée.

On peut considérer que la fraction de solide critique correspond au passage à un film intergranulaire continu. Cependant cette transition a été déterminée pour une fraction de solide de 0.93 dans la thèse de Giraud, ce qui diffère sensiblement de la valeur que l'on observe ici sur la Figure 76 : supérieure à 0.98. Les résultats obtenus sur l'Inconel 600 peuvent laisser penser que l'intervalle de solidification a été mal estimé en refusion et que le solidus pourrait être en réalité à une température inférieure à celle déterminée précédemment. En effet, le chemin de solidification (Figure 68) résulte de l'approximation du modèle de solidification de Scheil (diffusion infinie et instantanée des éléments dans la phase liquide et nulle dans la phase solide). Or nous sommes en refusion et non en solidification. On peut donc considérer une hypothèse susceptible d'influer sur les limites de la zone de transition pâteuse dans le cadre de la refusion partielle, à savoir qu'il existe des hétérogénéités chimiques au sein du matériau réchauffé qui conduisent localement à des températures de fusion inférieures au solidus macroscopique de l'alliage.

Des essais ont été réalisés à 1350 °C pour estimer si l'alliage présente le comportement d'une phase entièrement solide à cette température (la température de solidus étant estimée à 1355°C (Figure 68)). La Figure 77 permet de comparer les courbes de traction obtenues à 1350°C (état supposé 100% solide) et 1360 °C en refusion. On observe une nette différence

de comportement entre les deux situations qui laisse supposer que l'alliage est bien à l'état solide à 1350 °C (contrainte nettement plus importante, plateau de déformation viscoplastique, striction puis rupture) mais présente un comportement fragile 10K au-dessus.

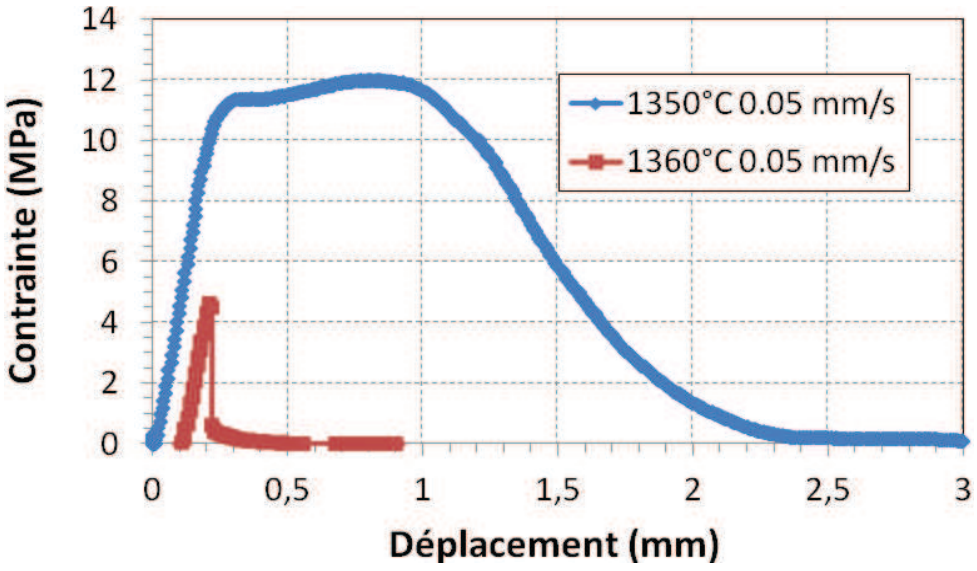



*Figure 77 : Courbes contrainte – déplacement en traction à chaud au réchauffage*

### III.3.5.2 Décohésion intergranulaire

Afin de mieux comprendre cette transition de comportement ductile/fragile, les faciès de rupture ont été analysés (Figure 78). On constate tout d'abord dans les deux cas des images typiques de phénomènes de décohésion intergranulaire marquée, ce qui diffère de ce qui peut être observé dans la littérature notamment sur les alliages d'aluminium [18]. Sur la Figure 78(a), à l'état supposé solide (1350 °C), les grains présentent des signes de rupture ductile en surface. A l'inverse, l'échantillon en refusion partielle (Figure 78 (c) et (d)) ne montre pas de traces de ductilité mais une décohésion intergranulaire très nette. La force à fournir lors de la traction a donc été moindre et la rupture quasi immédiate comme on peut le noter sur la courbe contrainte – déplacement (Figure 77).

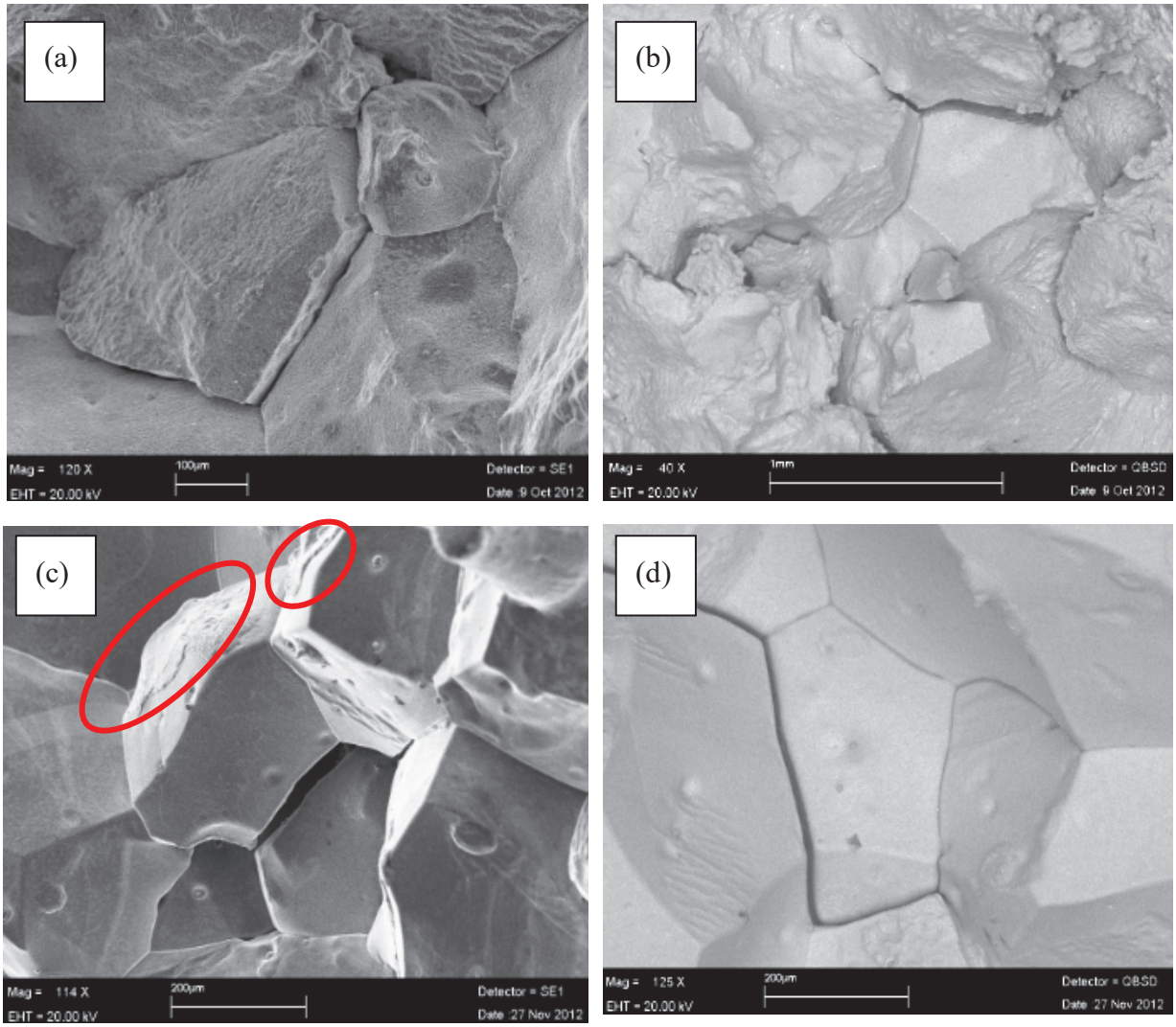



*Figure 78 : Analyses MEB de faciès de rupture d'essais de traction à chaud. Etat supposé solide à 1350 °C : images (a) en électrons secondaire, (b) en électrons rétrodiffusés. Etat partiellement refondu à 1360 °C (fs~0.99) : images (c) en électrons secondaires, (d) en électrons rétrodiffusés.*

Les analyses MEB en électrons rétrodiffusés (Figure 78 (b) et (d)) ne mettent pas évidence de contraste de phase qui pourraient témoigner de la présence de films liquides chargés en éléments à bas point de fusion. Ceci pourrait être expliqué par la présence d'une fine couche d'oxyde de chrome ($Cr_2O_3$) répartie uniformément sur toute la surface qui cache les hétérogénéités comme nous le verrons ultérieurement sur des analyses EDS (Energy Dispersive Spectroscopy présentées sur la Figure 83 : analyse chimique locale semi-quantitative). Cependant, sur l'image de l'échantillon de refusion partielle (Figure 78 (c), ellipses rouges) on peut distinguer une fine couche recouvrant certains grains qui pourrait résulter de la présence d'un film liquide mouillant aux joints de grains. Ce type de liquide

est favorisé par la présence d'éléments tensio-actifs et à bas point de fusion comme le souffre. Ces éléments abaissent l'énergie d'interface solide-liquide, favorisant la formation de films liquides continus aux joints de grains. Les propriétés mécaniques de l'alliage sont alors dégradées et la décohésion interganulaire favorisée. On pourrait ainsi atteindre plus rapidement la fraction de solide critique qui correspond à la formation d'un film liquide continu, expliquant alors les différences observées avec les alliages d'aluminium où cette fraction de solide critique était sensiblement plus basse (0.93).

Des analyses chimiques poussées de la coulée ayant servi pour les essais de traction à chaud ont été réalisées par GDMS (Glow Discharge Mass Spectrometry). Les concentrations mesurées pour le souffre, le bore et le phosphore sont respectivement égales à 8 ppm, 18 ppm et 85 ppm. Ces trois éléments sont connus pour favoriser l'étalement de films liquides aux joints de grains et/ou pour les fragiliser. Leur présence pourrait expliquer le phénomène observé. Cependant les concentrations mesurées sont relativement faibles et n'expliquent pas complètement le phénomène de décohésion intergranulaire.

Afin de mieux comprendre ce qui a pu se passer, des échantillons prélevés dans le métal de base de la coulée et au niveau des faciès de rupture d'essais en refusion ont été analysés au microscope optique et à la microsonde de Castaing. On constate tout d'abord un fort grossissement de grains lors du réchauffement de l'échantillon. Dans le métal de base des barres d'Inconel 600 dans lesquelles ont été usinées les éprouvettes, les grains ont une taille d'environ 40 µm (Figure 79 (a)) alors qu'au niveau des faciès de rupture, les grains atteignent des dimensions millimétriques (soit plus de 20 fois supérieures).

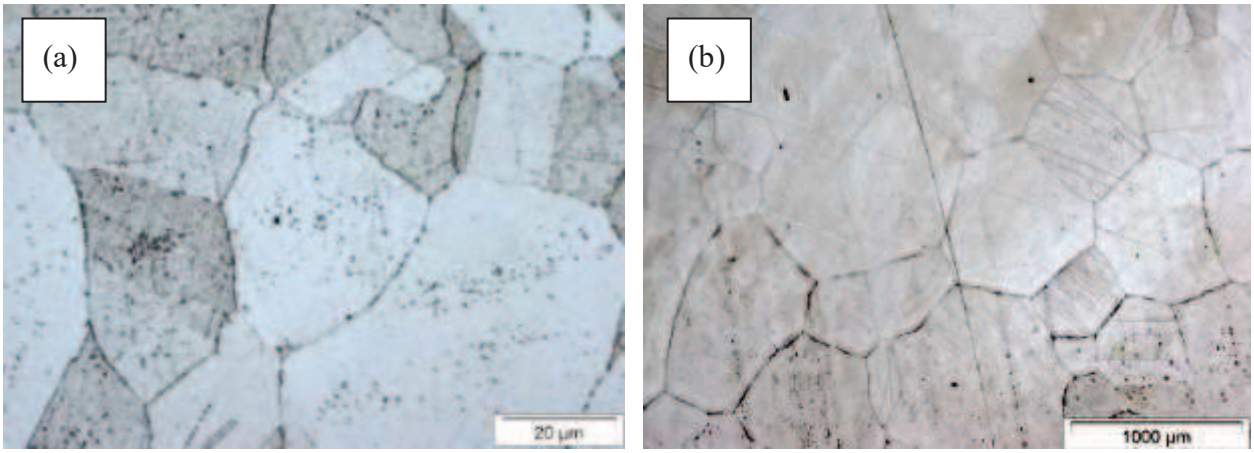



*Figure 79 : Analyses des microstructures de la coulée d'Inconel 600 au microscope optique : (a) échantillon brut, (b) échantillon prélevé à proximité d'un faciès de rupture (refusion partielle)*

Des analyses complémentaires d'échantillons exposés à des températures variant de 20 °C à 1200 °C ont permis d'évaluer la température de grossissement des grains à environ 1100 °C. Ceci concorde avec la température de disparition de précipités intra et intergranulaires visibles notamment sur la Figure 79 (a). De plus, la littérature indique que les carbures de type $M_7C3$ et $M_{23}C_6$ susceptibles d'être présents dans l'Inconel 600 peuvent être remis en solution aux alentours de 1050 °C [3]. La mise en solution de ces précipités a ainsi permis de s'affranchir des freins au grossissement de grains, ce qui explique leur croissance importante aux alentours de 1100 °C.

Les analyses réalisées à la microsonde de Castaing ont permis d'établir des profils de concentration d'éléments susceptibles de ségréger comme le Si, le Ti et le Mn. Les résultats obtenus sur un échantillon brut et sur un échantillon prélevé à la limite de la refusion sont présentés sur la Figure 80. Les courbes en traits épais correspondent aux concentrations en fer et en chrome associées à l'axe d'ordonnée situé à droite des graphiques. Leurs concentrations varient relativement peu autour de leurs valeurs nominales dans les deux cas même si l'on peut remarquer des pics de chrome (non expliqués) sur l'alliage brut.

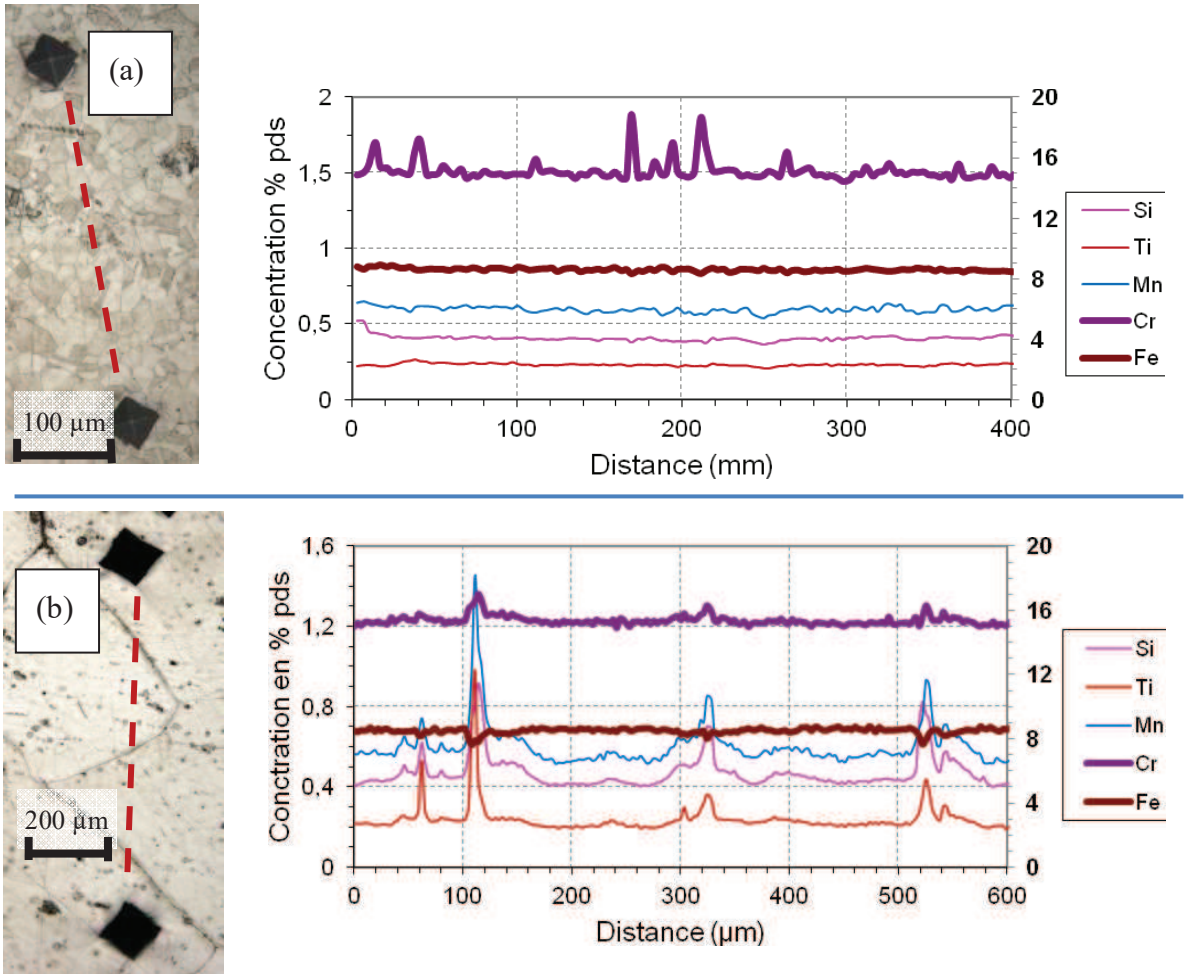



*Figure 80 : Analyses à la microsonde de Castaing : (a) échantillon brut ; (b) échantillon après refusion*

On constate que l'échantillon brut Figure 80 (a) ne présente pas d'hétérogénéité chimique significative à l'échelle des grains concernant les éléments Si, Ti et Mn contrairement à l'échantillon qui a été soumis à de fortes températures et qui a subi une croissance de grains importante. On peut supposer que lors du grossissement des grains, les joints de grains ont entraînés avec eux une partie des éléments, concentrant alors les impuretés.

D'après le logiciel de calcul thermodynamique Thermocalc™, le fait de doubler la concentration des éléments Si, Ti et Mn (comme ce que l'on peut voir sur les mesures réalisés aux joints de grains) abaisse sensiblement la température de solidus de l'alliage de plusieurs dizaines de degrés. Il y a donc au niveau des joints de grains une température de solidus localement inférieure à celle de l'alliage nominal. De plus, ces zones sont probablement enrichies en soufre, ce qui permet aux poches de liquide formées de s'étaler sous forme de films liquides très fins aux joints de grains qui deviendraient rapidement continus, même à forte fraction de solide. Des analyses chimiques au niveau des joints de grains (microsonde de Castaing) ont mis en évidence la présence de soufre à des teneurs légèrement supérieures au seuil de détection (~100 ppm) sur les échantillons réchauffés alors que rien n'est détecté dans l'échantillon brut. Ceci permet d'expliquer le phénomène de décohésion intergranulaire observé lors des essais de traction à chaud en refusion partielle.

Au fur et à mesure que la température augmente, les films liquides deviennent plus épais et leur résistance diminue, expliquant les valeurs de plus en plus faibles des contraintes au pic. L'évolution de ces films est directement observable au MEB (Figure 81). A 1370 °C ils subsistent clairement au niveau des joints de grains (Figure 81 (a)) et à 1390 °C, ils recouvrent entièrement la surface des grains (Figure 81 (b)).

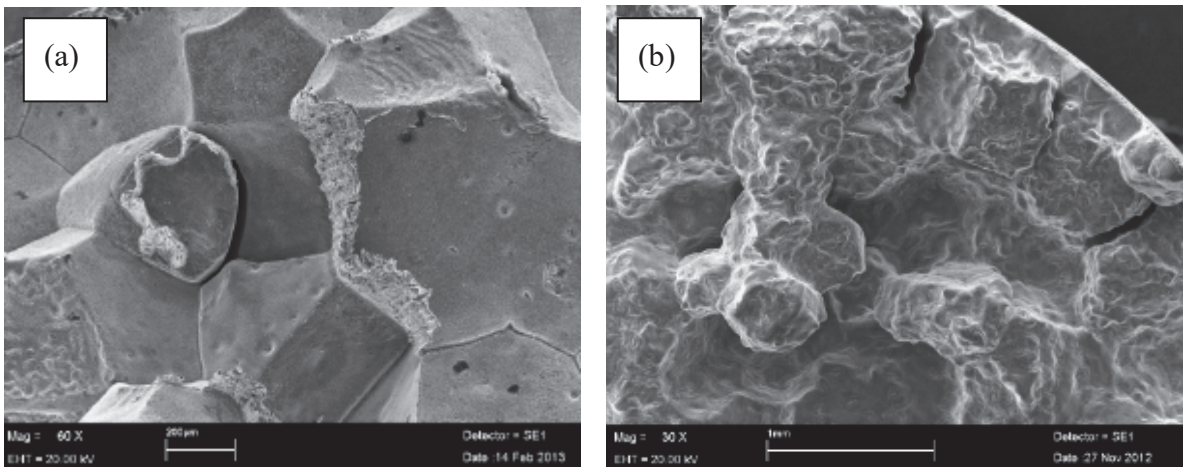



*Figure 81 : Images MEB de faciès de rupture d'échantillons issus d'essais en refusion : (a) 1370 °C (fs~0.985) , (b) 1390 °C (fs~0.95)*

### III.3.5.3 Influence de la vitesse de déformation en refusion partielle

La Figure 76 montre une tendance à la diminution de la contrainte au pic avec la diminution de la vitesse de sollicitation. Afin de confirmer ou d'infirmer cette tendance, des essais complémentaires ont été réalisés à d'autres vitesses de déplacement.

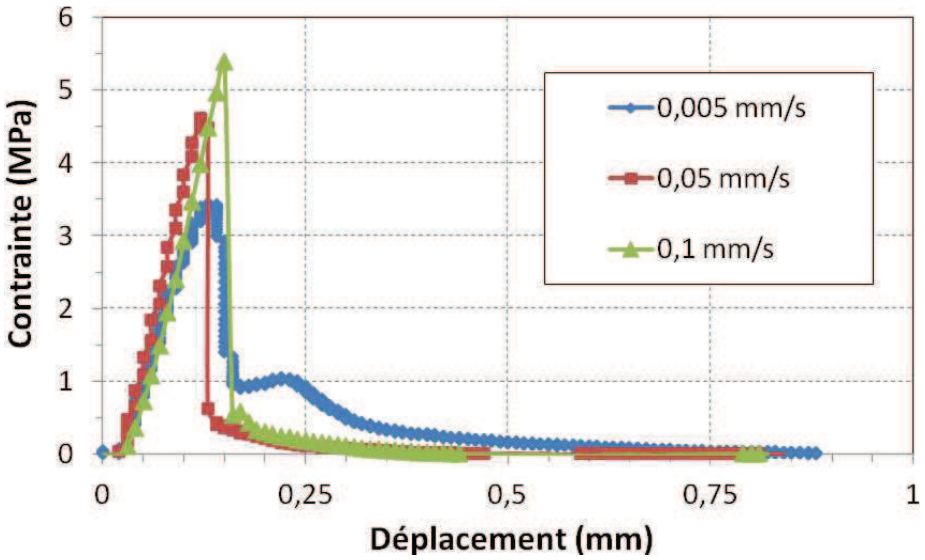
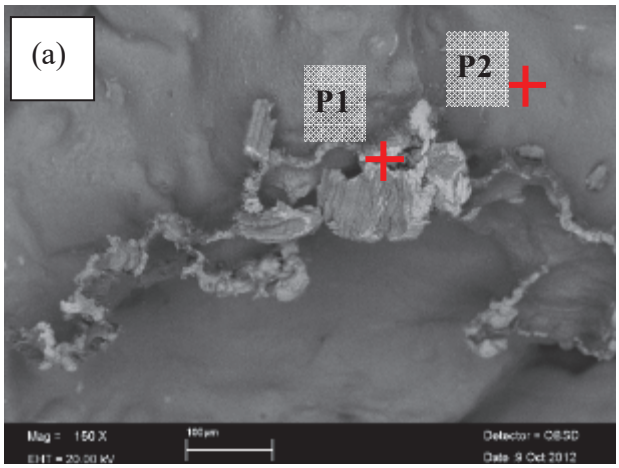



*Figure 82 : Courbes contrainte – déplacement de traction à chaud au réchauffage d'essais à 1360 °C (fs~0.99), pour différentes vitesses de déplacement*

Les courbes obtenues pour des vitesses de déplacement plus faibles ou plus élevées confirment la tendance générale observée lors des essais précédents à 0.01 mm/s et 0.05mm/s. Plus l'éprouvette est sollicitée rapidement, plus la contrainte nécessaire pour sa déformation jusqu'à rupture (pic) est élevée (Figure 82). Il y a donc une composante visqueuse potentiellement non négligeable dans le comportement de l'Inconel 600 en refusion partielle.

On note également la présence à faible vitesse de déplacement d'une ductilité après pic plus grande que pour les autres essais (courbe bleue Figure 82). Ceci est dû à l'étirement jusqu'à rupture des films liquides comme on peut le voir Figure 83(a).




(b)

| *Elément* | *P1 (blanc)* | *P2 (gris)* |
|---|---|---|
| % pds O | 6,5 | 20,6 |
| % pdsSi | 1,2 | 0,5 |
| % pdsTi | 0,8 | 1,8 |
| % pdsMn | 0,9 | 4,2 |
| % pdsCr | 14,9 | 60,9 |
| % pdsFe | 6,4 | 1,6 |
| % pds Ni | Balance | Balance |

*Figure 83 : (a) Image MEB en électrons rétrodiffusés du faciès de rupture d'un échantillon d'Inconel 600 (essais en refusion à 1380 °C) ; (b) analyse chimique EDS semi-quantitative*

Des analyses EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) montrent que la phase grise visible sur l'ensemble des surfaces des échantillons analysés au MEB correspond à un oxyde de chrome (P2 : Figure 83). Il s'agit probablement de chromine ($Cr_2O_3$ ), oxyde couramment observé sur l'Inconel 600 [115]. Les résultats de l'analyse semi-quantitative indiquent ici environ 20 %pds d'oxygène et 60 %pds de chrome sur la phase analysée, ce qui correspond à un rapport d'environ deux tiers (oxygène / chrome) en pourcentage atomique (en accord avec les proportions stœchiométriques de la chromine).

Le point P1 Figure 83 est situé sur une phase plus claire au centre d'un film liquide qui a été étiré avant de rompre, révélant une surface peu oxydée. Les analyses semi-quantitatives mettent en évidence que la composition des films liquides est proche de celle de l'alliage de base. Cette technique n'est cependant pas suffisamment précise pour que l'on puisse tirer des conclusions sur des teneurs aussi faibles que celle des éléments Ti, Si et Mn.

### III.3.6 Comparaison des essais en refusion et en solidification

La Figure 84 permet de mesurer l'influence du chemin thermique sur le comportement mécanique de l'état semi-solide.

Il ressort clairement que les propriétés mécaniques de l'Inconel 600 sont plus faibles en refusion qu'en solidification, contrairement à ce que l'on trouve dans la littérature pour l'aluminium [18]. La contrainte au pic ainsi que la ductilité après pic (Figure 84 (a) et (b)) sont inférieures lors des essais en refusion pour une température donnée. Ceci est la conséquence du phénomène de décohésion intergranulaire observé en refusion partielle.

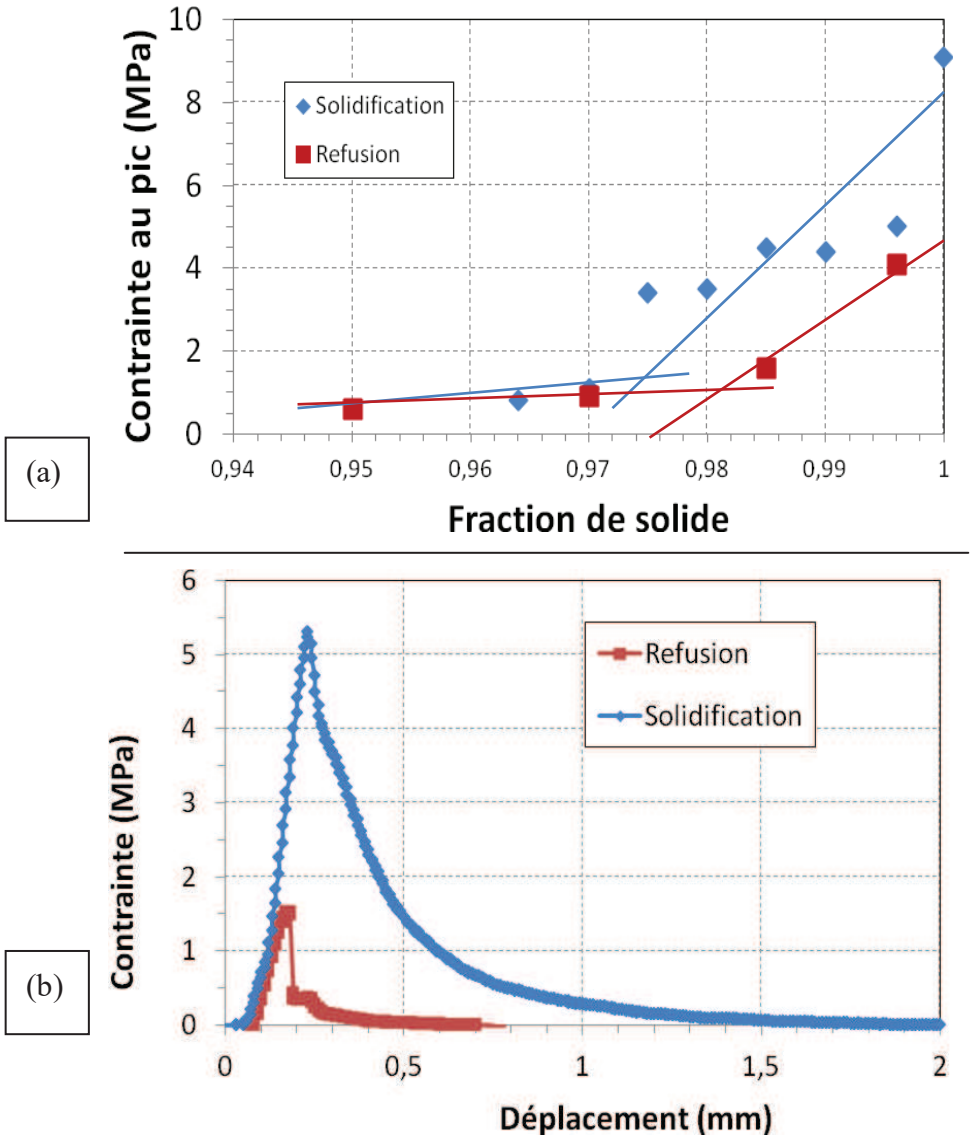



*Figure 84 : (a) Courbes d'évolution des contraintes au pic en fonction de la fraction de solide; (b) Courbes contrainte – déplacement à 1370 °C (fs~0.985) en refusion et en solidification*

Les fractions de solide de transition qui marquent un changement de comportement du matériau (coalescence) correspondent toutes les deux à environ 0.98.

### III.3.7 Comparaison des microstructures obtenues en soudage et en traction à l'état semi-solide

Les essais de traction à chaud en zone pâteuse ont permis de caractériser le comportement de l'Inconel en zone de transition pâteuse à haute fraction de solide. La Figure 85 montre le type de faciès de fissures à chaud obtenues en soudage TIG avec un bain non débouchant (Chapitre II). Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, ces fissures présentent deux types de microstructures. Une microstructure de zone fondue (dendritique : Z1 et Z2) et une microstructure de zone en refusion partielle (grains et résidus de films liquides étirés : Z3).

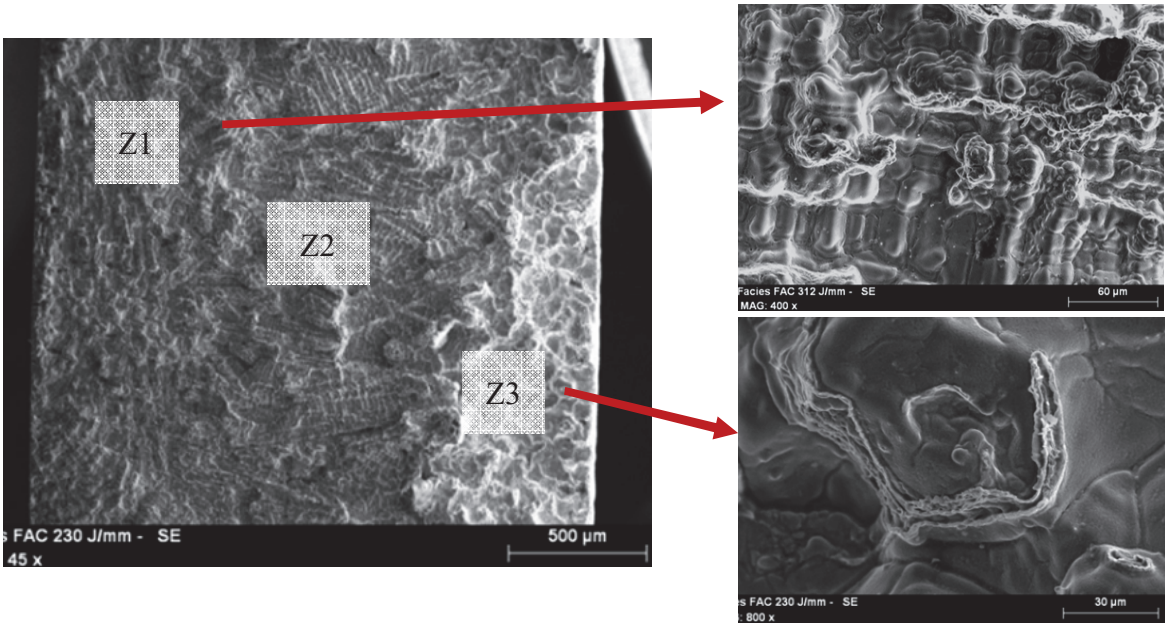



*Figure 85 : Observation MEB des faciès obtenus lors de fissuration à chaud en soudage TIG avec un bain non débouchant*

La comparaison avec les microstructures obtenues lors des essais en zone de transition pâteuse en solidification et en refusion partielle montre qu'il y a un bon accord entre les faciès obtenus (Figure 86). On en déduit que les mécanismes de décohésions interdendritique et intergranulaire mis en jeu sont les mêmes et que les essais reproduisent les conditions qui en soudage mènent à la fissuration à chaud, le seul paramètre modifié étant la taille des microstructures. En effet, les vitesses de refroidissement mises en jeu en soudage étant nettement plus importantes que lors des essais en solidification, les microstrucures observées sont beaucoup plus fines.

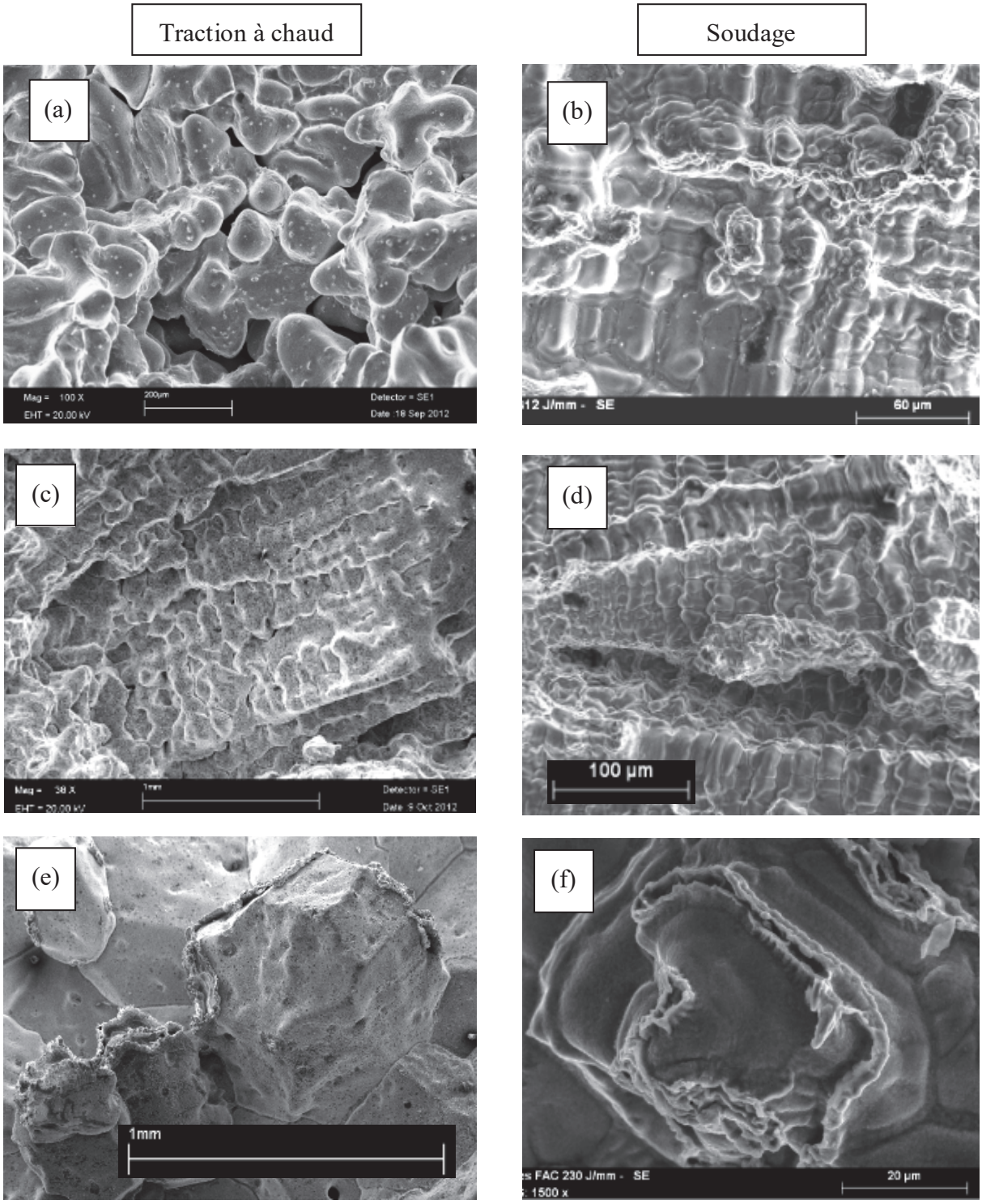



*Figure 86 : Observation MEB de faciès de fissuration à chaud : (a) solidification 1370 °C ; (b) soudage zone fondue Z1 ; (c) solidification 1365 °C ; (d) zone fondue Z2 ; (e) refusion 1380 °C ; (f) soudage zone partiellement fondue (Z3)*

### III.3.8 Synthèse partielle sur les essais de traction à l'état semi-solide

Au cours de cette étude, nous avons adapté un dispositif de traction à chaud en zone pâteuse pour alliages d'aluminium à l'étude du comportement de l'Inconel 600 à l'état semi-solide. Des essais de traction isothermes ont ainsi été réalisés sur l'alliage en refusion partielle et en solidification partielle à différentes vitesses de sollicitation.

Les résultats montrent tout d'abord que lors d'un essai de traction, la contrainte atteint rapidement un maximum avant de chuter brutalement, ce qui se traduit par une très faible capacité de l'état pâteux de l'alliage étudié à se déformer. La ductilité après pic atteint à peine un millimètre en solidification, et quelques dixièmes de millimètre en refusion. Des analyses métallurgiques nous ont permis de mettre en évidence un phénomène de décohésion intergranulaire en refusion qui explique le comportement observé. Une conséquence de ce phénomène est que l'alliage semi-solide obtenu en solidification partielle est plus résistant que l'alliage semi-solide issu d'une refusion partielle, ce qui n'est pas observé dans la littérature pour le même type d'essais concernant d'autres alliages.

Il a ensuite été constaté que la contrainte au pic diminue fortement avec la diminution de fraction de solide. L'évolution de la contrainte au pic en fonction de la fraction de solide nous a permis de proposer une valeur de fraction de solide de coalescence de 0.975, ce qui est en accord avec la littérature.

Une étude a été menée sur la sensibilité du milieu pâteux à la vitesse de déformation et la vitesse de refroidissement. Les résultats montrent qu'il est difficile d'établir précisément le comportement du matériau du fait de la rupture précoce des éprouvettes, mais que la contrainte à pic tendrait à diminuer avec la diminution de la vitesse de sollicitation. De même, il semblerait qu'une vitesse de refroidissement sensiblement plus lente conduise à une tenue mécanique plus faible de l'alliage pâteux.

Des analyses métallurgiques au MEB ont montré que les microstructures obtenues lors des essais de traction à chaud présentaient de nombreuses similitudes avec celles obtenues lors de la fissuration à chaud en soudage. Cela confirme que les mécanismes qui ont conduit à l'ouverture du milieu semi-solide sont les mêmes (état de traction sur un alliage semi-solide à forte fraction de solide). A noter cependant la différence d'échelle entre les microstructures observées résultant d'une vitesse de refroidissement sensiblement inférieure à celle du soudage lors des essais de traction.

Il serait intéressant de tester d'autres nuances d'Inconel 600 afin de voir si l'on observe le même type de comportement en zone pâteuse (notamment le phénomène de décohésion intergranulaire) et la même fraction de solide de coalescence. Une étude complémentaire pourrait montrer l'influence des différents éléments d'addition (comme le Ti, le Si, ou encore le Mn).

# *III.4 Développement d'essai de traction à haute température en phase solide*

## III.4.1 Essais Gleeble

Les essais de traction en zone pâteuse ont permis d'identifier le comportement de l'Inconel en zone de transition pâteuse, là où apparaît le défaut de fissuration à chaud. Cependant, dans le but de modéliser les essais de soudage auto-bridés, il est nécessaire de connaître les caractéristiques mécaniques du matériau à haute température en phase solide.

Comme mentionné précédemment, des essais de caractérisation ont été réalisés à l'UBS de 20°C à 1250 °C. Ces essais permettront d'identifier les paramètres d'une loi de comportement de type élastoviscoplastique. Nous présenteront ici quelques résultats avant de présenter les essais de traction à chaud réalisés au SIMAP de 1200 °C à 1340 °C.

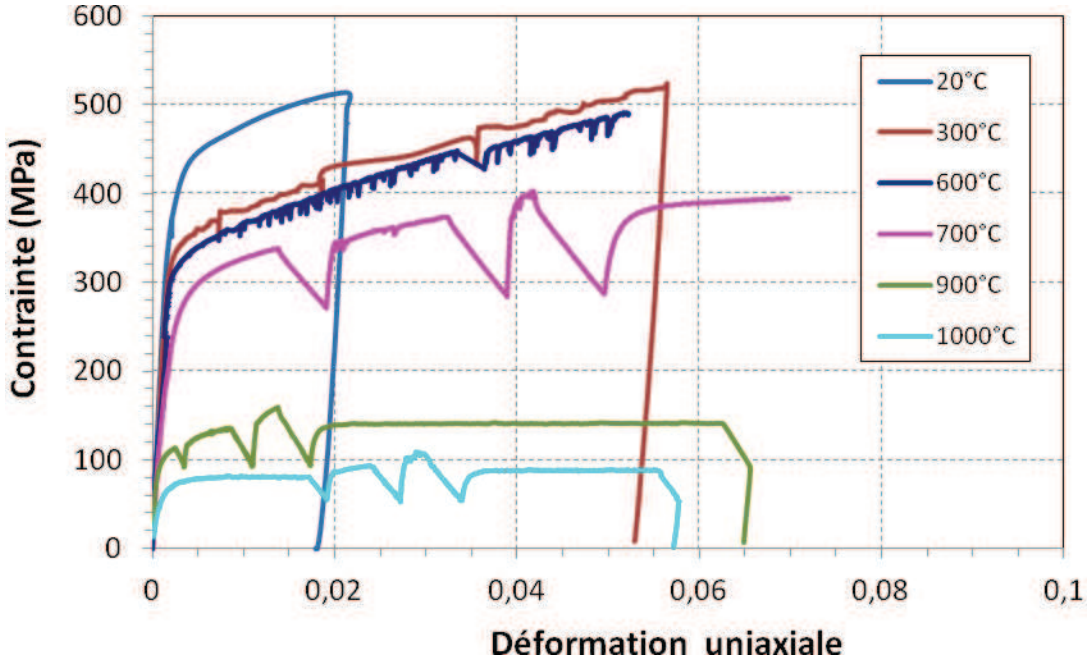



*Figure 87 : Courbes contrainte – déformation d'essais de traction réalisés sur machine Gleeble à différentes températures de 20 °C à 1000 °C*

La Figure 43 montre que les contraintes mesurées sont fortement dépendantes de la température. Les essais comportent différentes vitesses de déformation en traction séparées par des phases de relaxation entre chaque saut de vitesse (variant suivant les essais de $2.10^{-5}$ $s^{-1}$ à $5.10^{-3}$ $s^{-1}$). Cela permet de mettre en évidence le comportement viscoplastique du matériau, clairement visible pour les températures dépassant 800 °C. On remarque effectivement que la valeur et la pente des paliers de contrainte varie avec la vitesse de déformation. Les résultats sont en accord avec les travaux de Wu [98]. A 900 °C et à 1000 °C, les valeurs de contraintes affichées sont les mêmes pour des vitesses de déformation du même ordre de grandeur. On

observe également un écrouissage de moins en moins marqué au fur et à mesure que la température augmente. L'écrouissage semble s'atténuer fortement pour de petites vitesses de déformation à partir de 900 °C où l'on observe un palier viscoplastique pour une vitesse de $8.10^{-4}$ $s^{-1}$.

La courbe à 600 °C présente les signes caractéristiques de l'effet Portevin-Le Chatelier qui correspond à une instabilité du mécanisme de déformation[90]. Du fait d'une augmentation de la température, la mobilité de certains atomes (par exemple le carbone) devient suffisante pour qu'ils migrent au cœur des dislocations, gênant ainsi leur déplacement et donc perturbant la déformation. On le reconnaît aux crochets de traction sur la courbe d'écrouissage. Les essais Gleeble ont été effectués sur des éprouvettes usinées dans trois plaques différentes de 12.5 mm d'épaisseur. Les résultats n'ont montré aucune dépendance des propriétés du matériau à la plaque d'origine des éprouvettes. Les résultats expérimentaux des essais Gleeble sont détaillés en Annexe 5.

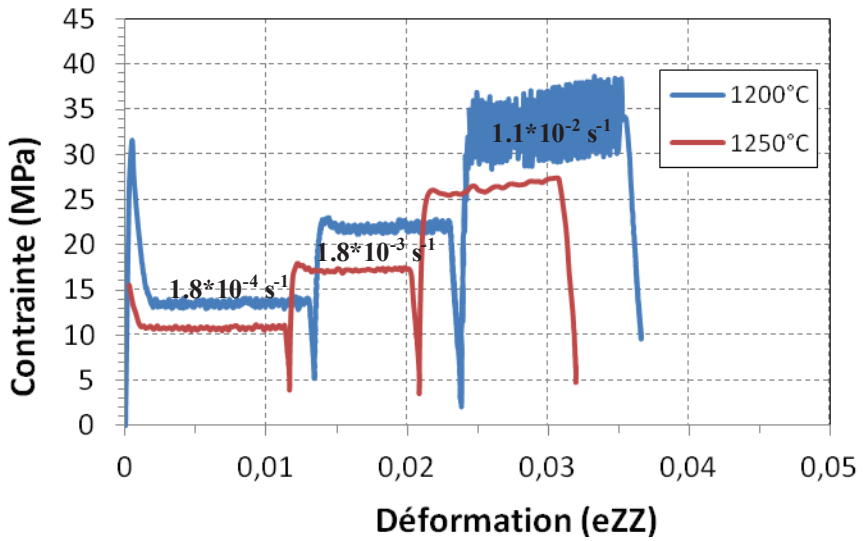



*Figure 88 : Courbes contrainte – déformation d'essais de traction réalisés sur machine Gleeble à 1200°C et 1250°C*

La Figure 88 représente plus en détails les courbes obtenues en traction simple à 1200 °C et 1250 °C. On observe clairement le caractère visqueux de la déformation du fait de la variation de contrainte en fonction de la vitesse de déformation. Des essais de traction ont été effectués aux mêmes températures sur le système de traction à chaud en zone pâteuse défini précédemment. Le fait de réaliser des essais aux mêmes températures nous permet de comparer directement les deux types de montages expérimentaux.

### III.4.2 Essais de traction à chaud

Le dispositif développé pour les essais de traction à chaud en zone pâteuse a été utilisé pour compléter les essais Gleeble en phase solide. Il a permis de réaliser des essais de 1200°C jusqu'aux limites de l'intervalle de solidification à 1340°C. Il n'a pas été possible de descendre à des températures plus basses du fait de la force limite acceptable par la cellule de force (2 kN). En dessous de 1200 °C, les propriétés mécaniques de l'Inconel 600 sont trop élevées pour permettre de réaliser des essais avec sauts de vitesse.

Dans un premier temps, nous nous focalisons sur les essais effectués à 1200 °C et 1250 °C pour pouvoir comparer les résultats obtenus avec les deux dispositifs expérimentaux.

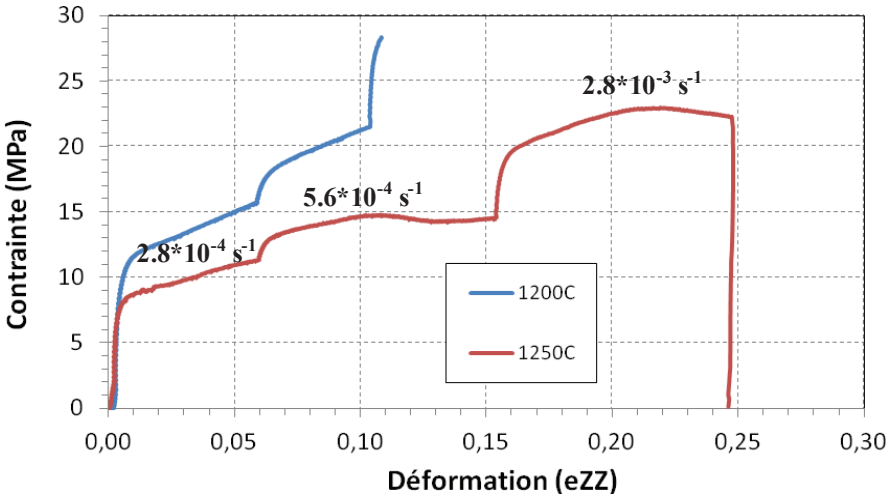



*Figure 89 : Courbes contrainte – déformation d'essais de traction réalisés à 1200°C et 1250°C sur le dispositif de traction à chaud en zone pâteuse*

Les déformations ont été calculées à partir de la mesure du diamètre post mortem de la partie déformée de l'éprouvette. L'élasticité du dispositif de traction (mors, jeux au niveau des goupilles etc…) a été évaluée à partir d'essais à température ambiante, en supposant les éprouvettes indéformables pour cette gamme de contraintes (inférieures à 30 MPa). Les courbes présentées tiennent compte de la correction apportée pour annuler l'effet de la mise en traction du dispositif.

On note que pour des vitesses de déformation équivalentes à celles des essais Gleeble, les niveaux de contraintes sont les mêmes à température égale. On constate cependant un écrouissage non négligeable du fait que la contrainte continue d'augmenter avec la déformation, ce qui n'avait pas été remarqué dans les mêmes conditions sur les essais Gleeble (à part pour les fortes vitesses de déformation (Figure 88)). Néanmoins les déformations mises en jeu sont nettement plus importantes sur ces essais de traction, ce qui peut expliquer le fait que cet écrouissage n'ait pas été remarqué pour des déformations de l'ordre du pourcent. L'essai de traction réalisé à 1250 °C montre un début d'endommagement sur le deuxième et le troisième plateau viscoplastique car l'échantillon a été trop déformé. C'est

pourquoi les essais réalisés par la suite (par exemple à 1200 °C) présentent des plateaux plus courts en déformation.

La Figure 90 illustre les essais de traction à chaud en phase solide qui caractérisent le comportement de l'Inconel 600 jusqu'aux bornes de son intervalle de solidification (solidus ~1355 °C). L'essai à 1200 °C a été rajouté à titre de comparaison avec de plus hautes températures.

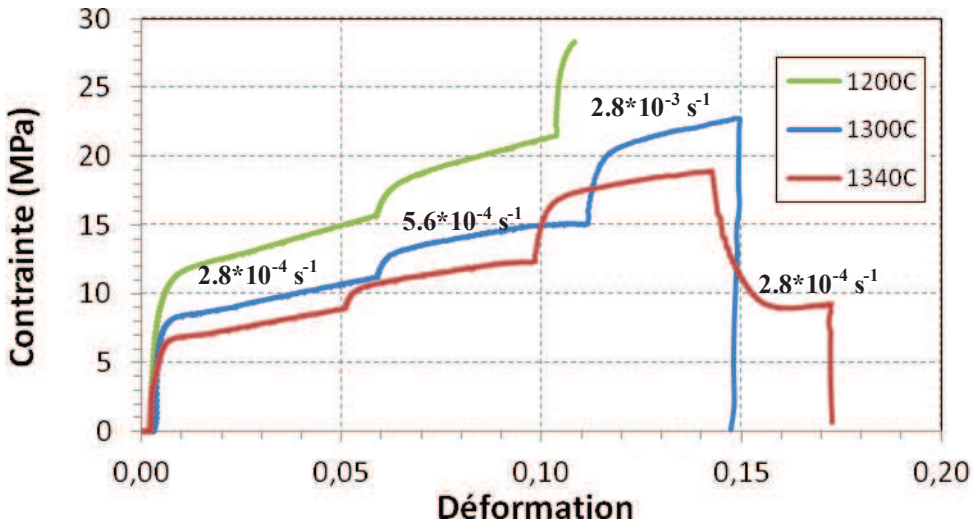



*Figure 90 : Courbes contrainte – déformation d'essais de traction réalisés à 1200 °C, 1300°C et 1340 °C sur le dispositif de traction à chaud en zone pâteuse*

On constate logiquement que le matériau oppose de moins en moins de résistance à la déformation au fur et à mesure que la température augmente (Figure 90). En effet, pour une vitesse de déformation de 5.6x10-4 $s^{-1}$ la contrainte est d'environ 12 MPa à 1340 °C alors qu'à une température de 140 K en-dessous, celle-ci vaut 20 MPa.

A proximité du solidus (1340 °C), l'alliage a un comportement encore clairement viscoplastique et présente un écrouissage non négligeable à relativement fortes déformations. Le comportement observé est typique de celui d'un matériau à l'état solide et ne présente aucun signe de décohésion intergranulaire. De plus, le matériau retrouve à peu près son niveau de contrainte du premier plateau lorsqu'il est de nouveau soumis à une vitesse de déformation de 2.8x10-4 $s^{-1}$, il n'a donc pas été endommagé de façon trop importante au cours de l'essai. Les analyses de la microstructure des éprouvettes soumises aux essais de traction à chaud en phase solide (T>1200°C) montrent des grains ayant considérablement grossi par rapport à ceux de métal de base, passant environ de 40 µm à 1mm de diamètre. Ces observations sont similaires à celles des microstructures des éprouvettes ayant subit des essais de traction en refusion partielle.

Les essais en zone pâteuse avaient mis en évidence une différence notable entre les essais réalisés en refusion partielle et en solidification partielle. En effet, il a été observé que l'alliage était plus résistant à la traction en solidification partielle qu'en refusion partielle pour une fraction de solide donnée. Les analyses au MEB ont montré que cela était dû à un phénomène de décohésion integranulaire dans le cadre de la refusion partielle fragilisant l'alliage.

Ceci peut soulever la question d'une éventuelle différence entre le comportement de l'alliage solide à haute température au chauffage et celui après solidification, pour une même température. La Figure 91 y répond en illustrant les résultats obtenus à 1300 °C pour un essai effectué au chauffage et un essai après fusion puis solidification de l'éprouvette. Les sauts de vitesses sont les mêmes que ceux présentés Figure 90, mais la longueur des paliers a été choisie volontairement différente en solidification dans le but de faire un dernier palier viscoplastique à la vitesse de déformation initiale.

Le comportement est globalement le même dans les deux configurations d'essai à 1300 °C. Les valeurs en contrainte des plateaux viscoplastiques sont très proches pour des vitesses de déformation identiques. On peut néanmoins remarquer pour l'essai en solidification une diminution de l'écrouissage à haute vitesse de déformation qui pourrait traduire un endommagement. L'examen visuel de l'éprouvette post mortem tend à confirmer cette hypothèse car on observe un début de fissuration perpendiculaire à l'axe de traction sur l'un des côtés. Cependant, il est tout a fait raisonnable de considérer dans notre étude que les deux comportements sont identiques, étant donné que dans le cadre des essais de soudage, des déformations de l'ordre de 15% ne sont jamais atteintes dans la zone fondue, même après solidification.

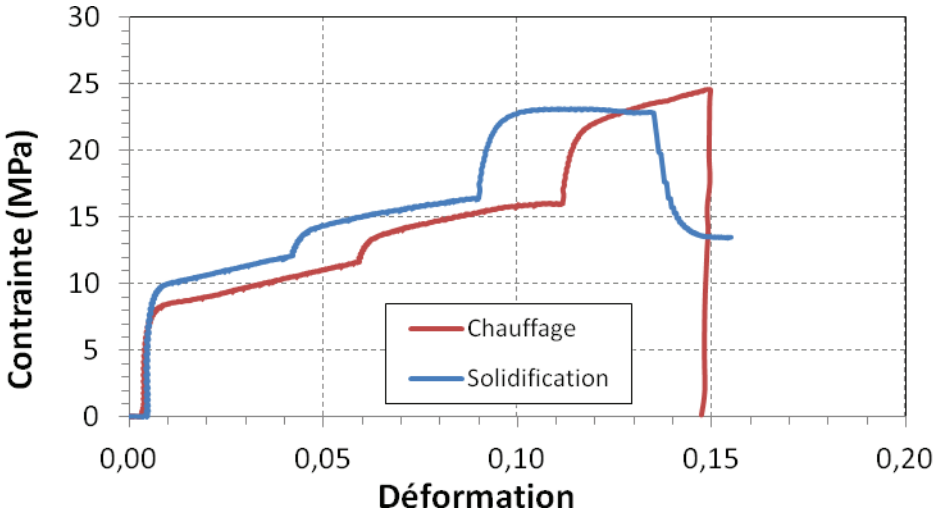



*Figure 91 : Courbes contrainte – déformation d'essais de traction réalisés à 1300 °C au chauffage et après solidification*

## *III.5 Conclusion*

L'ensemble des essais mécaniques présentés dans ce chapitre permettent d'identifier le comportement de l'Inconel 600 de la température ambiante jusqu'à sa zone de transition pâteuse.

Nous avons vu que les essais à l'état semi-solide mettent en évidence une très faible ductilité du milieu pâteux, plus particulièrement pour les essais en refusion où l'on a observé un phénomène de décohésion intergranulaire. Ces expériences ont permis d'identifier une température (ou fraction de solide) de coalescence qui concorde avec ce que l'on trouve dans la littérature. Les essais réalisés à l'état solide ont souligné le comportement viscoplastique de l'alliage pour des températures supérieures à 600 °C. Ils ont également montré que l'Inconel présentait des propriétés mécaniques similaires à l'état solide (1300 °C) au réchauffement et après solidification.

Les résultats obtenus seront utilisés pour identifier les paramètres d'une loi de comportement de type élastoviscoplastique qui servira ensuite à modéliser les essais de soudage auto-contraints. Les essais réalisés à l'état pâteux permettront également de paramétrer l'utilisation d'éléments cohésifs visant à modéliser l'avance de la fissure lors de la modélisation.

# Chapitre IV. Modélisation thermomécanique et critère de fissuration à chaud

Ce chapitre est dédié à la simulation numérique des essais de soudage sur les éprouvettes trapézoïdales présentés dans le Chapitre II. L'objectif est de proposer un modèle thermomécanique permettant de dégager un critère de fissuration à chaud fondé sur l'évolution du chargement mécanique qui s'exerce sur l'alliage en fin de solidification. Ce critère considère une déformation plastique transversale cumulée dans un intervalle de fragilité de la zone pâteuse.

Dans un premier temps, nous nous focaliserons sur le choix d'une loi de comportement, loi dont les paramètres pour l'Inconel 600 seront déterminés de la température ambiante à la zone de transition pâteuse grâce aux résultats des essais de caractérisation mécanique (Chapitre III). La modélisation thermique sera ensuite abordée. Les paramètres d'une source thermique équivalente seront déterminés par méthode inverse en s'appuyant sur les mesures de températures effectuées lors des essais trapézoïdaux.

Enfin, la modélisation thermomécanique de plusieurs essais auto-bridés permettra de proposer un critère de fissuration à chaud en soudage TIG. Le choix portera sur une modélisation bidimensionnelle des essais, dans l'optique d'avoir des temps de calcul acceptables. Une étude de sensibilité sur les bornes d'intégration du critère en déformation et des perspectives d'application du critère seront également présentées.

# *IV.1 Loi de comportement de l'Inconel 600*

## IV.1.1 Choix du type de loi de comportement mécanique

### IV.1.1.1 Introduction du code de calcul et du type de loi choisi

La modélisation des essais de soudage est réalisée avec le code de calcul thermomécanique *code_Aster* [116]. Il s'agit d'un code de calcul par éléments finis développé par EDF R&D dans lequel sont notamment implantés des opérateurs non-linéaires permettant de modéliser des chargements complexes (thermiques et/ou mécaniques) comme ceux rencontrés lors du procédé de soudage.

Dans le chapitre précédent (Chapitre III), nous avons mis en évidence le caractère visqueux de l'Inconel 600 pour des températures supérieures à la moitié de sa température de fusion (~600°C). De nombreux modèles sont proposés pour décrire le comportement élasto-viscoplastique d'un matériau à haute température. Dans le cadre de notre étude, nous utilisons un modèle qui découle des travaux de Lemaître et Chaboche [117], comportant un écrouissage avec des composantes isotrope et cinématique pour la partie plastique et une loi de Norton pour la partie visqueuse. Ce modèle est implanté dans *code_Aster* sous le nom VISC_CIN1_CHAB [116]. Les paramètres de cette loi sont identifiés grâce aux essais de caractérisation mécanique réalisés sur l'Inconel 600 de la température ambiante aux bornes de la zone de transition pâteuse.

### IV.1.1.2 Description du modèle

Les modèles élasto-viscoplastiques ont été abordés à la fin du Chapitre I où sont introduites les notions d'élasticité, de plasticité, d'écrouissage (isotrope et cinématique) et de viscosité. Ce type de loi est couramment choisi dans le cadre de l'étude de matériaux métalliques à haute température. Nous allons ici approfondir les notions d'écrouissage et de viscosité qui nous permettront de décrire le modèle utilisé.

On suppose que la déformation peut se décomposer suivant trois composantes (élastique, thermique et plastique (ou viscoplastique à haute température)) :

$$\varepsilon = \varepsilon^{el} + \varepsilon^{th} + \varepsilon^{p} \qquad \textit{Équation IV.2}$$

Avec $\varepsilon^{el}$ la déformation élastique (loi de Hooke pour un milieu élastique linéaire isotrope), $\varepsilon^{th}$ la déformation thermique et $\varepsilon^{p}$ la déformation (visco)plastique.

Le critère de plasticité est décrit par un modèle de Chaboche (à une seule variable

d'écrouissage cinématique). L'évolution de la déformation plastique est gouvernée par une loi d'écoulement normale à un critère de plasticité de Von Mises :

$$F(\underline{\sigma},\underline{X},R) = (\underline{\tilde{\sigma}} - \underline{X})_{eq} - R = \sqrt{\frac{2}{3}(\underline{\tilde{\sigma}} - \underline{X}):(\underline{\tilde{\sigma}} - \underline{X})} - R \qquad \textit{Équation IV.3}$$

Où $R$ représente l'écrouissage isotrope, $\underline{X}$ l'écrouissage cinématique et $\underline{\tilde{\sigma}}$ le déviateur des contraintes.

On exprime la vitesse de déformation viscoplastique $\dot{\varepsilon}^p$ de la façon suivante :

$$\dot{\varepsilon}^p = \frac{2}{3}\dot{p}\frac{(\underline{\tilde{\sigma}} - \underline{X})}{(\underline{\tilde{\sigma}} - \underline{X})_{eq}} \qquad \textit{Équation IV.4}$$

Et la vitesse de déformation viscoplastique cumulée $\dot{p}$ ainsi :

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\varepsilon}^p : \dot{\varepsilon}^p} = \left\langle \frac{(\underline{\tilde{\sigma}} - \underline{X})_{eq} - R}{K} \right\rangle^N = \left\langle \frac{F}{K} \right\rangle^N \qquad \textit{Équation IV.5}$$

$$\begin{cases} R(p) = R_\infty + (R_0 - R_\infty).e^{-bp} \\ X = \frac{2}{3}C.\alpha \\ \dot{\alpha} = \dot{\varepsilon}^p - \gamma.\alpha.\dot{p} \end{cases} \qquad \textit{Équation IV.6}$$

Avec $K$ et $N$ caractéristiques de viscosité du matériau (Norton), $R_0$, $R_\infty$ et $b$ trois paramètres de l'écrouissage isotrope et $C$ et $\gamma$ deux paramètres de l'écrouissage cinématique.

Lors d'un essai de traction uniaxial suivant l'axe Z, on a $\dot{\varepsilon}^p_{zz} = \dot{p}$. En réintroduisant cette égalité dans les équations précédentes on obtient finalement :

$$\sigma_{zz} = R_0 + R_\infty(1 - \exp(-bp)) + \frac{2C}{3\gamma}(1 - \exp(-\gamma p)) + K(\dot{p})^{1/N} \qquad \textit{Équation IV.7}$$

Les paramètres de la loi de comportement présentée sont déterminés à partir des essais mécaniques réalisés à l'état solide, puis extrapolés dans la zone pâteuse jusqu'à l'état liquide. En effet, lors des essais de traction en zone pâteuse, les courbes obtenues n'ont pas mis en évidence de plateau viscoplastique qui aurait permis d'identifier les paramètres associés à la loi présentée. Cependant, via l'identification du BTR, ces derniers essais nous permettent de paramétrer les éléments cohésifs qui sont utilisés dans la simulation. La Figure 92 résume la façon dont sont déterminés les différents paramètres du comportement de l'Inconel 600 en fonction des différents domaines (température, phase solide / zone pâteuse).

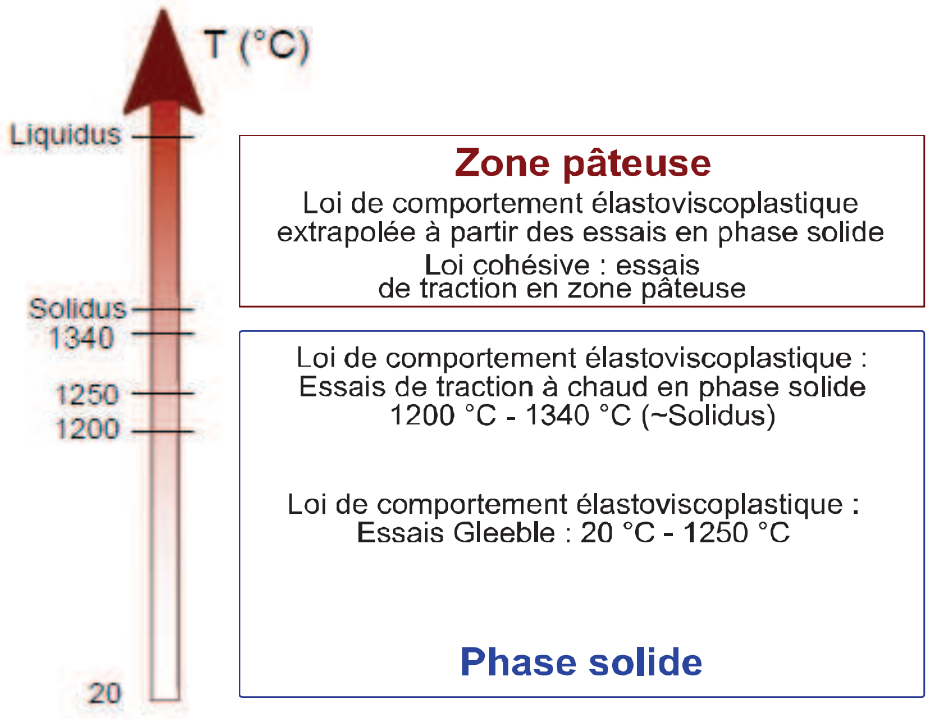



*Figure 92 : Schéma résumant les différentes zones d'identification du comportement mécanique de l'alliage étudié en fonction de la température*

### IV.1.1.3 Eléments cohésifs

Des éléments cohésifs ont été utilisés le long du centre de la ligne de fusion (là où les déformations en traction sont maximales sur l'alliage en cours de solidification), afin de modéliser au mieux l'état de contrainte et de déformation à l'arrière du bain. Ces éléments, associés à une loi de comportement cohésive, permettent de modéliser l'ouverture d'une fissure après le passage de la torche, tout en tenant compte d'une force de cohésion entre les lèvres de celle-ci. Une énergie de surface permet de prendre en compte le coût énergétique de l'ouverture de la fissure. Cette ouverture du maillage conduit à la relaxation des contraintes à la pointe de la fissure et par conséquent permet de lever le problème de contraintes infinies en fond de fissure. Une absence d'ouverture du maillage ne permettrait pas d'obtenir un état de contrainte relaxé et fausserait les déformations calculées à l'arrière du bain.

Le modèle de zone cohésive utilisé ici est implanté dans *code_Aster* sous l'appellation CZM_LIN_REG [116]. La Figure 93 décrit la relation entre la contrainte cohésive et le saut de déplacement δ. Le matériau commence à s'endommager et à dissiper de l'énergie dans la surface de rupture potentielle lorsque la contrainte locale dépasse la valeur $\sigma_c$. A cette contrainte seuil correspond l'ouverture seuil $k$ en dessous de laquelle l'élément se comporte de manière élastique (Figure 93). Lorsque la contrainte $\sigma_c$ est atteinte, si l'énergie apportée

par le chargement mécanique conduit à un déplacement supérieur à une valeur critique, $2G_c/\sigma_c$ ($G_c$ pouvant être assimilé à une ténacité ou une densité d'énergie de surface critique), la fissure se propagera.

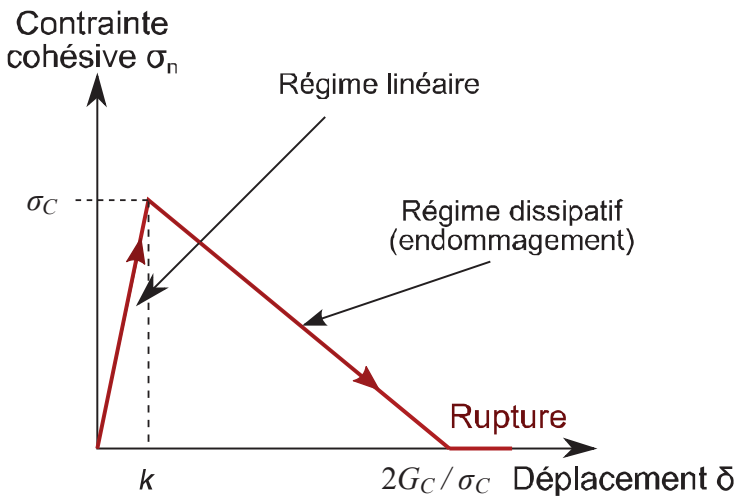



*Figure 93 : Relation entre la contrainte cohésive et le saut de déplacement*

Les nœuds de maillage de la zone cohésive (ou éléments joints) sont positionnés le long de l'axe de symétrie de l'éprouvette trapézoïdale. Ils sont initialement bloqués (dy = 0) puis libérés après le passage de la source thermique. Les valeurs de contraintes maximales obtenues lors des essais de traction en zone pâteuse en solidification sont utilisées pour déterminer les valeurs de $\sigma_c$ en fonction de la température (Tableau 6). L'énergie nécessaire à la propagation de fissure une fois $\sigma_c$ atteint est fixée à une valeur très faible pour les températures comprises dans le BTR de façon à garantir la propagation de la fissure à l'arrière du bain.

*Tableau 6 : Evolution de la contrainte seuil du modèle d'éléments cohésifs choisi (Coulée 3 ayant servi aux essais de traction en zone pâteuse)*

| *Température (°C)* | *20* | *500* | *1000* | *1200* | *1340* | *1360* | *1380* | *1403* | *1430* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Contrainte seuil (MPa)* | 1000 | 400 | 150 | 100 | 20 | 6 | 2 | 1 | 1 |

Les contraintes seuils ont été fixées de façon à observer une propagation de fissure dans le BTR (et non avant au cours de la solidification). Nous verrons par la suite que les contraintes calculées à ces températures (~1430 °C) sont négligeables du fait des propriétés mécaniques quasi nulles du matériau à cette température. C'est pourquoi le matériau n'est susceptible de fissurer en solidification que lorsqu'il commence à développer des contraintes (du fait de propriétés mécaniques qui augmentent), donc pour des températures plus faibles, vers 1400°C.

## IV.1.2 Identification des paramètres de la loi de comportement

Nous allons dans un premier temps identifier les paramètres de la loi de comportement VISC_CIN1_CHAB de la phase solide. Nous aborderons ensuite la façon dont ils sont extrapolés dans la zone pâteuse puis dans la phase liquide. Enfin, nous traiterons de l'influence que peut avoir la composition des différentes nuances d'alliage de l'Inconel 600.

### IV.1.2.1 A l'état solide

Le Chapitre III a présenté les essais Gleeble effectués sur l'Inconel 600 à l'état solide. Les essais ont été réalisés de 20 °C à 1250 °C pour des vitesses de déformation variant de $2.10^{-5}s^{-1}$ à $5.10^{-3}$ $s^{-1}$. La majorité des essais effectués sont des essais de traction avec des sauts de vitesse permettant d'identifier les composantes élastiques, visqueuses et d'écrouissage du comportement de l'Inconel 600 à haute température. La réalisation d'essais cycliques complémentaires (traction-compression) conduit à l'identification plus précise des composantes cinématique et isotrope de l'écrouissage (Annexe 5).

Des essais de traction à chaud ont également été effectués à l'état solide pour diverses vitesses de déformation, de 1200 °C à 1340 °C, avec le dispositif développé pour les essais à l'état pâteux. L'objectif de ces essais était de compléter l'identification des paramètres de la loi de comportement de la phase solide jusqu'aux bornes de l'intervalle de solidification. Les résultats obtenus aux alentours de 1250 °C sont cohérents avec ceux des essais Gleeble, mais soulignent l'existence d'une composante d'écrouissage non négligeable au-delà de 1000 °C pour des déformations de l'ordre de 5 à 10 %, non observables lors des essais Gleeble (sauf pour les vitesses de déformation les plus élevées, cf Chapitre III).

L'identification des paramètres de la loi de comportement a été réalisée par méthode inverse. A l'aide de la commande SIMU_POINT_MAT [116] de *Code_Aster,* il est possible de calculer l'évolution du tenseur de contraintes dans le cas de déformations imposées pour une loi de comportement donnée (et un jeu de paramètres associés). Dans le cas des essais Gleeble et des essais de traction, la déformation $\varepsilon_{zz}(t)$ est imposée et la contrainte $\sigma_{zz}(t)$ résultante mesurée. Par conséquent, $\varepsilon_{zz}(t)$ est utilisé comme donnée d'entrée dans la commande SIMU_POINT_MAT et les paramètres de la loi de comportement VISC_CIN1_CHAB sont optimisés dans l'optique de minimiser l'écart entre les valeurs $\sigma_{zz}(t)$ calculées et celles mesurées expérimentalement.

La difficulté est de garder un sens physique pour les valeurs des différentes composantes tout en ajustant au mieux les courbes calculées par rapport aux courbes expérimentales. Ainsi, une composante d'écrouissage a été maintenue au-delà de 1000 °C du fait de l'écrouissage constaté sur les essais de traction à chaud. A noter que le paramètre N (composante

visqueuse) n'a pas de réelle signification physique en-dessous de 1000 °C, il a été optimisé numériquement avec le paramètre K de façon à faire concorder les courbes calculées et expérimentales. Au-delà de 1000 °C, N correspond aux valeurs de coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées expérimentalement à partir des essais de traction présentant des sauts de vitesses pour les températures considérées (~4).

Les paramètres de la loi de comportement élasto-viscoplastique ainsi identifiés sont présentés dans le Tableau 7.

*Tableau 7 : Evolution des paramètres de la loi de comportement VISC_CIN1_CHAB de l'Inconel 600 en fonction de la température à l'état solide*

| *Température (°C)* | *E (GPa)* | $R_0$ | $R_\infty$ | *b* | *C (MPa)* | *γ* | *K (MPa.s$^n$)* | *N* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 20 | 185 | 375 | 500 | 54 | 123000 | 2068 | 16 | 2 |
| 300 | 177 | 230 | 430 | 27 | 177000 | 1595 | 24 | 2 |
| 600 | 160 | 150 | 360 | 23 | 359000 | 2108 | 60 | 5 |
| 800 | 122 | 75 | 195 | 12 | 181000 | 1404 | 139 | 5.8 |
| 1000 | 84 | 0 | 30 | 2 | 3300 | 700 | 218 | 6.5 |
| 1200 | 60 | 0 | 30 | 2 | 900 | 700 | 75 | 4.05 |
| 1250 | 50 | 0 | 28 | 2 | 500 | 700 | 64 | 4.02 |
| 1300 | 20 | 0 | 26 | 2 | 150 | 700 | 52 | 4.42 |
| 1340 | 10 | 0 | 22 | 2 | 100 | 700 | 44 | 4.22 |

On illustre ces résultats en comparant les courbes obtenues lors des calculs à celles des expériences de caractérisation mécanique pour 700 °C, 1000 °C et 1200 °C sur les figures suivantes.

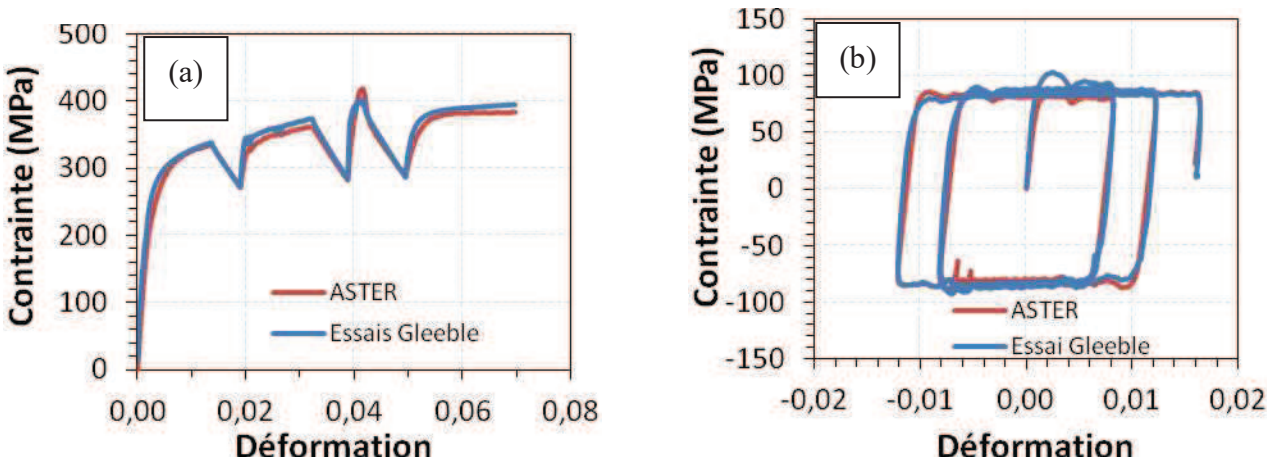



*Figure 94 : Comparaison de résultats de calculs et d'essais Gleeble à : (a) 700 °C (essai monotone) ; (b) 1000 °C (essai cyclique)*

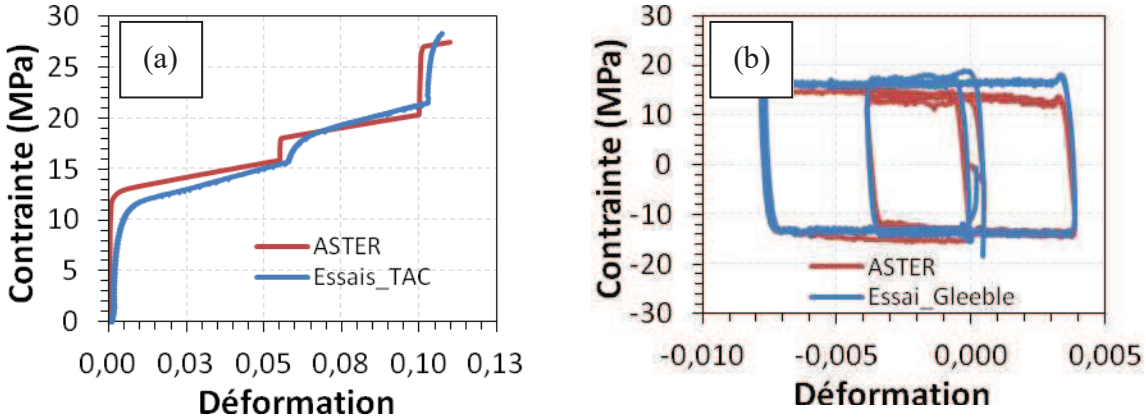



*Figure 95 : Comparaison de résultats de calculs et d'essais mécaniques à 1200 °C : (a) essais de traction à chaud (essai monotone) ; (b) essais Gleeble (essai cyclique)*

On remarque que les calculs présentent un bon accord avec les résultats expérimentaux, et que les paramètres optimisés pour 1200 °C conviennent aussi bien aux essais Gleeble qu'aux essais de traction à chaud.

### IV.1.2.2 Identification et extrapolation des paramètres en zone pâteuse

Les paramètres décrits précédemment ont été identifiés jusqu'à 1340 °C, température proche de celle du solidus de l'alliage. Pour l'alliage étudié lors des essais de traction à chaud et en zone pâteuse (Coulée 3), le début de l'intervalle de solidification est estimé à 1355 °C.

A l'état pâteux, il n'est pas possible d'identifier les paramètres de la loi de comportement élasto-viscoplastique choisie de la même façon que précédemment, du fait de la forme des courbes obtenues (Figure 96). En effet, dans notre cas en milieu pâteux les éprouvettes rompent avant d'atteindre un éventuel plateau viscoplastique (ou d'observer un écrouissage). Cette rupture « précoce » conduit à la formation de pics sur les courbes contraintes-déformations (Figure 96). Ces observations sont prises en compte dans les paramètres de la loi cohésive utilisée, en permettant l'identification des contraintes seuils $\sigma_c$ (IV.1.1.3) correspondant aux « contraintes à rupture » (Tableau 6).

Afin de déterminer les paramètres de la loi de comportement VISC_CIN1_CHAB de la même manière qu'à l'état solide, il aurait fallu des courbes présentant de l'écrouissage ou des plateaux (comme celle représentée en pointillés rouges Figure 96).

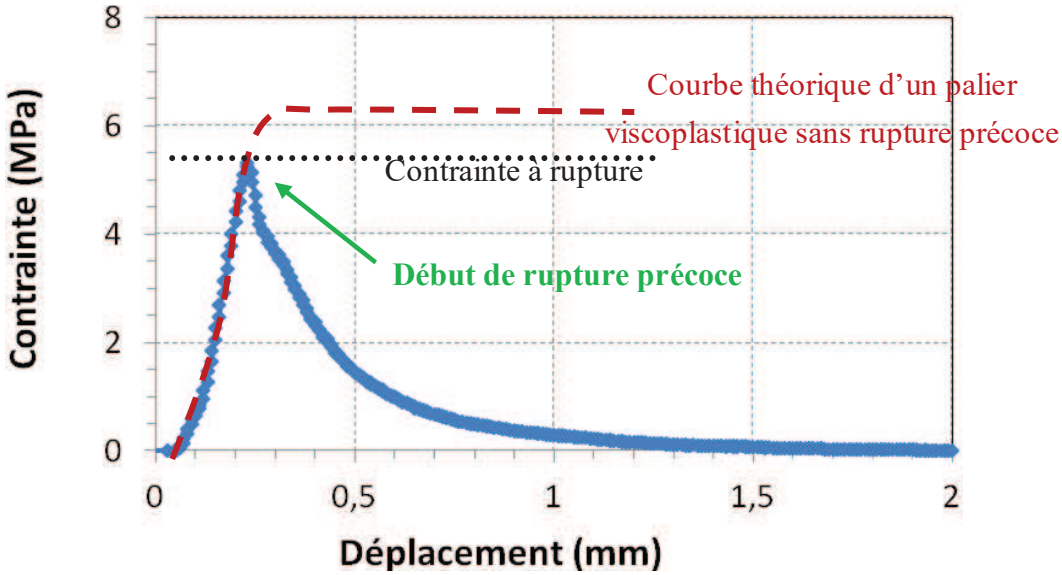



*Figure 96 : Courbe de traction à chaud contrainte – déplacement en zone pâteuse (solidification : 1370 °C)*

Par conséquent, les paramètres de la loi élasto-viscoplastique déterminés à l'état solide ont été extrapolés jusqu'à la phase liquide en considérant qu'au-delà de la température de cohérence (1420 °C pour la Coulée 3, soit $f_s$=0.6), le comportement mécanique du semi-solide est très proche de celui de l'état liquide. Pour l'état liquide (1430 °C pour la Coulée 3), les valeurs des paramètres sont réduites au minimum de façon à ce que les éléments du maillage ayant une température supérieure à celle du liquidus n'opposent quasiment aucune résistance mécanique (étant dans un code de mécanique du solide, il n'est pas possible de modéliser le réel comportement du milieu liquide). Certains paramètres ont été maintenus à des valeurs positives (mais faibles) pour permettre au code de converger correctement. Le coefficient de Poisson est supposé constant et fixé à 0.3.

*Tableau 8 : Evolution des paramètres de la loi de comportement VISC_CIN1_CHAB de l'Inconel 600 (Coulée 3) dans la zone pâteuse jusqu'à l'état liquide*

| *Température (°C)* | *E (GPa)* | $R_0$ | $R_\infty$ | *b* | *C (MPa)* | *γ* | *K (MPa.s$^n$)* | *n* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1340 (solide) | 10 | 0 | 22 | 2 | 100 | 700 | 44 | 4.22 |
| 1360 | 2 | 0 | 0 | 2 | 20 | 700 | 20 | 3 |
| 1380 | 0.100 | 0 | 0 | 1 | 10 | 700 | 2 | 2 |
| 1420(cohérence) | 0.01 | 0 | 0 | 1 | 10 | 700 | 0.2 | 1.5 |
| 1430 (liquide) | 0.005 | 0 | 0 | 1 | 10 | 700 | 0.1 | 1 |

### IV.1.2.3 Effet de composition sur les propriétés de l'Inconel 600 en fonction de la température

Les différents essais abordés au cours de cette thèse ont été réalisés avec des éprouvettes provenant de quatre coulées différentes (Coulées 1 et 2 pour les essais de soudage, Coulée 3 pour les essais de traction en zone pâteuse et Coulée 4 pour les essais Gleeble jusqu'à 1250°C). L'ensemble des compositions associées estprésenté en Annexe 1.

A l'état solide, nous supposons que les différences de composition n'ont pas d'impact sur les propriétés mécaniques. Les résultats des essais réalisés à 1200 °C et 1250 °C avec la Coulée 3 (dispositif de traction à chaud en zone pâteuse) et la Coulée 4 (essais Gleeble) concordent bien entre eux (Chapitre III), ce qui va dans le sens de l'hypothèse formulée. Afin d'évaluer l'impact que pourrait avoir la composition sur l'intervalle de solidification, nous avons étudié les chemins de solidification des différentes coulées en considérant des analyses DSC (Differential Scanning Calorimetry, Figure 97) et des calculs thermodynamiques (logiciel Thermocalc®, base de données Nickel TTNI8, Ecole des Mines de Nancy, Figure 98).

L'analyse DSC est une technique d'analyse thermique qui permet d'étudier les changements de phase d'un matériau. L'analyse consiste à mesurer les différences d'échange de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence lors de cycles thermiques imposés. Lorsque l'échantillon étudié subit une transition de phase, il absorbe (ex : fusion → transformation endothermique) ou émet (ex : solidification → transformation exothermique) une certaine quantité de chaleur. La différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence, qui elle, ne subit aucune transformation de phase, se présente alors sous la forme d'un pic qui permet d'identifier, entre autres, les températures de transition de phase. Cette technique peut être utilisée pour l'étude d'un intervalle de solidification, comme le montrent les travaux de Lindemann sur des alliages de magnésium [118].

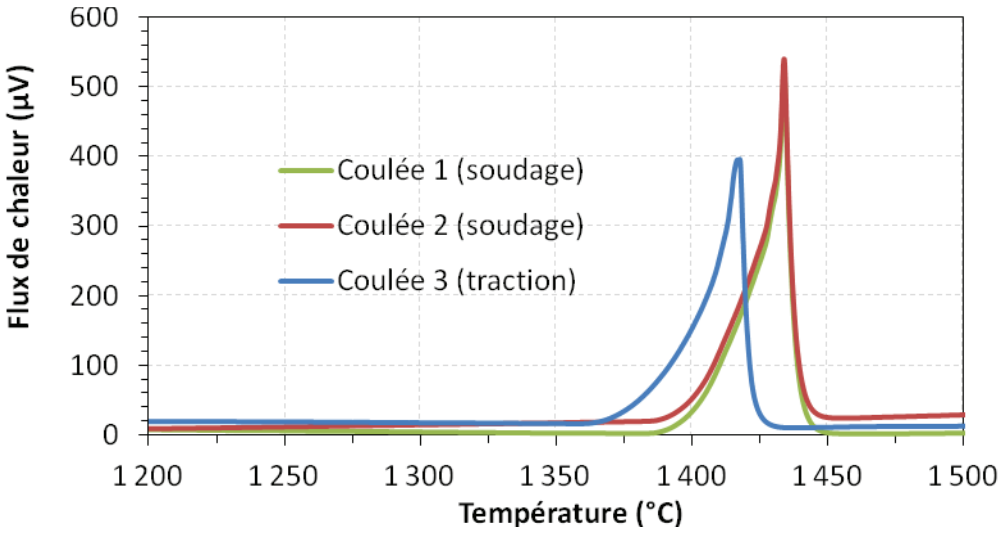



*Figure 97 : Courbes DSC (Differential Scanning Calorimetry) obtenues lors du chauffage des différentes coulées d'Inconel 600 utilisées*

L'intervalle de solidification de la Coulée 4 n'a pas été analysé étant donné que cet alliage n'a pas servi dans des essais impliquant un état semi-solide ou liquide.L'intensité des pics est proportionnelle à l'enthalpie de changement de phase et donc à la masse de l'échantillon, ce qui explique les différences observées sur les intensités des pics (Figure 97). La grandeur qui nous intéresse dans l'exploitation de ces résultats est la température correspondant au début du changement de pente sur les courbes tracées, cette température étant la température du solidus des alliages étudiés. On observe que les températures de solidus sont sensiblement différentes entre les coulées d'Inconel 600 utilisées dans le cadre du soudage (~1386 °C) et celle utilisée dans le cadre des essais de traction en zone pâteuse (~1355 °C).

La Figure 98 représente les résultats des calculs de chemins de solidification des Coulées 1, 2, et 3 en considérant les teneurs mesurées sur les différentes coulées en Ni, Cr, Fe, Ti, Si, Mn et Al.

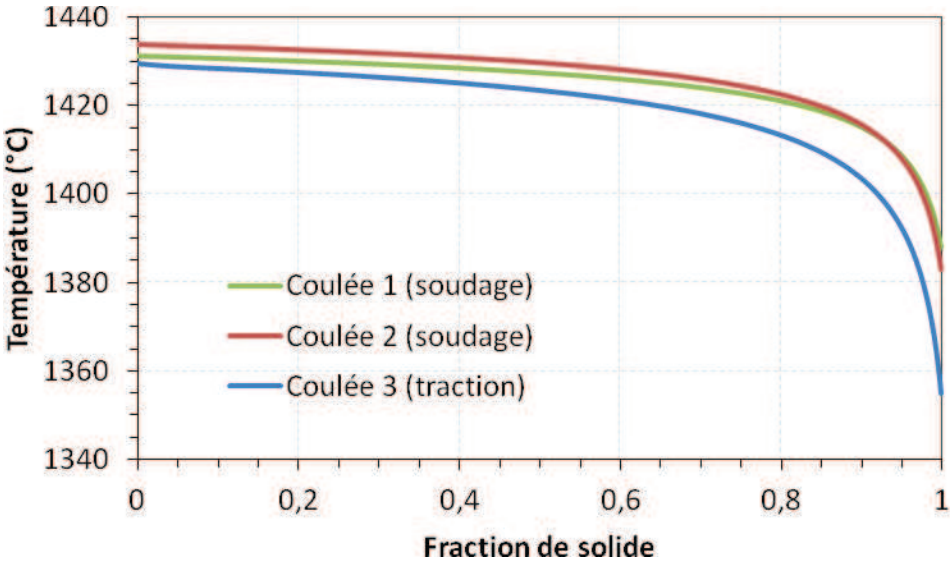



*Figure 98 : Chemins de solidification des différentes coulées d'Inconel 600 utilisées (obtenus à partir de calculs thermodynamiques (Thermocalc®))*

Les résultats obtenus à l'issue des calculs thermodynamiques confirment les différences notables observées entre les coulées au cours des analyses DSC. En effet, si les Coulées 1 et 2 ayant servi pour les essais de soudage ont des chemins de solidification relativement similaires, la Coulée 3 (essais de traction à l'état semi-solide) montre une différence notable pour les plus hautes fractions de solide (Figure 97 et Figure 98), zone d'amorçage du défaut de fissuration à chaud. Les calculs thermodynamiques permettent également d'évaluer les températures de liquidus pour les divers alliages qui sont elles plus homogènes : 1433 °C pour la Coulée 1, 1436 °C pour la Coulée 2 et 1430 °C pour la Coulée 3.

Nous venons donc de mettre en évidence que la composition de l'alliage joue un rôle très important sur les bornes de l'intervalle du chemin de solidification de l'alliage et par

conséquent sur le comportement en fonction de la température (notamment aux environs du solidus). Pour illustrer l'importance des changements qu'il peut y avoir, considérons la température 1380 °C. Dans le cas des Coulées 1 et 2 utilisées lors des essais de soudage, le matériau est toujours à l'état solide (Figure 98). Pour cette même température, la Coulée 3 (qui a servi à identifier le comportement de l'alliage à cette température), la fraction de solide est d'environ 0.97 mais les propriétés mécaniques associées sont déjà très faibles (module d'Young inférieur à 1 GPa, contrainte seuil du modèle cohésif égale à 2 MPa etc…). Il est donc aberrant d'utiliser les données obtenues sur la Coulée 3 pour modéliser les essais de soudage réalisés sur les coulées 1 et 2.

Afin d'adapter les résultats obtenus sur la Coulée 3 à d'autres nuance d'Inconel 600, nous supposons que les propriétés mécaniques de l'Inconel 600 sont identiques à fraction de solide donnée, quelle que soit la coulée. Cette hypothèse est raisonnable dans la mesure où les teneurs en impuretés comme le soufre sont similaires pour les différentes coulées considérées. En effet, une teneur en soufre nettement plus élevée dans une coulée pourrait grandement impacter la répartition de la phase liquide dans le milieu pâteux (élément tensio-actif) et aurait un effet significatif sur ses propriétés mécaniques, à fraction de solide donnée.

Dans le cadre de notre étude, pour les coulées 1, 2 et 3, la teneur mesurée en soufre est inférieure à 10 ppm. On considère que l'on peut ainsi adapter les paramètres de la loi de comportement déterminés à l'état semi-solide en se référant à des propriétés du milieu pâteux associées non plus à une température mais à une fraction de solide. Ainsi, il est possible de transposer les caractéristiques obtenues pour la Coulée 3 aux Coulées 1 et 2 (Tableau 9).

*Tableau 9 : Correspondance fraction de solide – température entre différentes coulées d'Inconel 600*

| *Fraction de solide* | *Coulée 3* | ***Coulée 1*** | *Coulée 2* |
|---|---|---|---|
| 1 | 1355 | **1386** | 1384 |
| 0.995 | 1360 | **1390** | 1389 |
| 0.975 | 1380 | **1401** | 1400 |
| 0.900 | 1403 | **1415** | 1415 |
| 0.600 | 1420 | **1429** | 1428 |
| 0 | 1430 | **1435** | 1432 |

Les nuances 1 et 2 présentant un chemin de solidification très proche, nous les considérons comme identiques et correspondant à la Coulée 1 (sur laquelle ont été effectués la majorité des essais de soudage).

Les paramètres de la loi de comportement définie Tableau 8 dans l'intervalle de solidification de l'Inconel 600 (Coulée 3) sont attribués à une fraction de solide grâce à la table de correspondance du Tableau 9, puis à une température pour la coulée qui nous intéresse. Par exemple, si l'on considère la valeur de E (module d'Young) à 1380 °C pour la Coulée 3, nous avons une valeur de 100 MPa. Cette valeur correspond à une fraction de solide d'environ 0.975. Pour la Coulée 1, l'alliage semi-solide aura pour une fraction de solide identique, (0.975), le même module d'Young (100 MPa). La température correspondante sera alors 1401°C.

Nous pouvons ainsi définir les paramètres des lois de comportement pour la modélisation thermomécanique des essais de soudage dans le tableau suivant.

*Tableau 10 : Evolution des paramètres de la loi de comportement VISC_CIN1_CHAB de l'Inconel 600 en fonction de la température pour les coulées utilisées lors des essais de soudage*

| *Température (°C)* | *E (GPa)* | $R_0$ | $R_\infty$ | *b* | *C (MPa)* | *γ* | *K (MPa.s$^n$)* | *n* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 20 | 185 | 375 | 500 | 54 | 123000 | 2068 | 16 | 2 |
| 300 | 177 | 230 | 430 | 27 | 177000 | 1595 | 24 | 2 |
| 600 | 160 | 150 | 360 | 23 | 359000 | 2108 | 60 | 5 |
| 800 | 122 | 75 | 195 | 12 | 181000 | 1404 | 139 | 5.8 |
| 1000 | 84 | 0 | 30 | 2 | 3300 | 700 | 218 | 6.5 |
| 1200 | 60 | 0 | 30 | 2 | 900 | 700 | 75 | 4.05 |
| 1250 | 50 | 0 | 28 | 2 | 500 | 700 | 64 | 4.02 |
| 1300 | 20 | 0 | 26 | 2 | 150 | 700 | 52 | 4.42 |
| 1340 | 10 | 0 | 22 | 2 | 100 | 700 | 44 | 4.22 |
| 1386 | 2 | 0 | 0 | 2 | 20 | 700 | 20 | 3 |
| 1401 | 0.100 | 0 | 0 | 1 | 10 | 700 | 2 | 2 |
| 1429(cohérence) | 0.01 | 0 | 0 | 1 | 10 | 700 | 0.2 | 1.5 |
| 1435 (liquide) | 0.005 | 0 | 0 | 1 | 10 | 700 | 0.1 | 1 |

De même, les valeurs des contraintes $\sigma_c(t)$ en fonction de la température (éléments cohésifs) ont été ajustées aux coulées sur lesquelles ont été réalisés les essais de soudage (Tableau 11).

*Tableau 11 : Evolution de la contrainte seuil du modèle d'éléments cohésifs choisi (coulées soudage)*

| *Température (°C)* | *20* | *500* | *1000* | *1200* | *1340* | *1390* | *1401* | *1429* | *1435* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Contrainte seuil (MPa)* | 1000 | 400 | 150 | 100 | 20 | 6 | 2 | 1 | 1 |

Les essais expérimentaux nous ont ainsi permis d'identifier des paramètres pour le modèle de comportement mécanique utilisé dans le cadre de la modélisation des essais de soudage. Les paramètres proposés résultent de plusieurs hypothèses, la principale étant que l'on suppose que les propriétés de différentes nuances d'Inconel 600 à l'état semi-solide sont identiques à fraction de solide donnée. Il serait intéressant de réaliser une étude complémentaire en réalisant des essais de traction à chaud en zone pâteuse sur la Coulée 1 (et/ou 2) pour valider cette hypothèse.

## *IV.2 Modèle thermomécanique*

### IV.2.1.1 Introduction

L'objectif de la présente thèse est de déterminer un critère de fissuration à chaud en s'appuyant sur la modélisation par éléments finis d'essais de soudage dans un code de mécanique du solide. L'accent est mis sur les chargements mécaniques induits par le procédé et non sur les phénomènes physiques qui ont lieu au niveau de l'arc ou du bain liquide. Par conséquent, l'ensemble des phénomènes physiques liés au procédé de soudage n'est pas directement pris en compte dans le modèle proposé ici. Le soudage est assimilé à un chargement thermique équivalent appliqué à l'éprouvette, entraînant des chargements mécaniques (principalement sous l'effet de la dilatation thermique). On considère un couplage faible entre les phénomènes thermiques et mécaniques (l'influence de la mécanique sur la thermique n'est pas prise en compte) :

- les calculs thermiques sont effectués et permettent de connaître le champ de température de l'éprouvette pour chaque pas de temps
- les calculs mécaniques sont ensuite réalisés à partir de la loi de comportement de l'alliage et des chargements appliqués à la pièce (chargement thermique résultant des premiers calculs, chargement mécanique induit par la géométrie de l'éprouvette et son bridage).

Dans le cadre du projet SPAR (Simuler Pour Anticiper les Réparations) dans lequel s'inscrit cette thèse, des travaux portant sur une modélisation fine du procédé de soudage sont en cours (modélisation du plasma d'arc et du bain de fusion). Ils prennent directement en compte les phénomènes physiques observés lors du procédé, ce qui ne sera pas le cas ici où nous réalisons simplement des calculs en mécanique du solide en assimilant le procédé de soudage à une source de chaleur équivalente en mouvement.

### IV.2.1.2 Maillage d'éprouvette

Le choix du maillage s'est porté sur un modèle en 2D dans l'optique de pouvoir réaliser des calculs thermomécaniques d'une durée acceptable (de quelques heures à quelques jours). En effet, une étude complémentaire [119] a montré que la réalisation d'un calcul thermomécanique avec une loi de comportement du même type que celle choisie dans notre étude, sur un maillage 3D de l'éprouvette trapézoïdale (suffisamment raffiné pour étudier précisément les chargements thermiques à l'arrière du bain) durait plus de 3 semaines et pouvait présenter de nombreux problèmes de convergence.

L'approche bidimensionnelle proposée est raisonnable dans le cadre de notre étude qui implique une ligne de fusion sur des éprouvettes planes fines (épaisseur 2 mm). Lors des essais auto-bridés, des mesures de températures réalisées sur les deux faces de l'éprouvette ont montré que les champs de température pouvaient être considérés comme homogènes dans

l'épaisseur de l'éprouvette. Par ailleurs, cette approche justifie le fait que l'on ne retienne pour la modélisation que les essais ayant présenté un bain de fusion complètement débouchant (Chapitre II : énergie linéique > 280 J/mm).

Les maillages des deux géométries d'éprouvettes des essais auto-bridés sont présentés Figure 99. Ils ont été raffinés dans la zone fondue ainsi que dans les zones adjacentes qui sont exposées à des gradients de champs thermique et mécanique importants. Ceci permet aux calculs de converger correctement et de minimiser les erreurs de calculs du chargement thermomécanique. Dans la zone raffinée (Figure 99 (c)), les mailles atteignent 400 µm de côté, ce qui permet d'obtenir un compromis acceptable entre le temps de calcul et sa précision. Une étude préliminaire [119] a montré qu'avec des mailles en ZF de taille inférieure à 500 µm, le raffinement plus poussé du maillage n'apportait plus de modification significative sur les résultats de calculs des chargements thermomécaniques. Les maillages proposés avec la géométrie 1 (Figure 99 (b)) et la géométrie 2 (Figure 99 (a)) contiennent respectivement (environ) 9500 et 10500 éléments. Comme le montre la Figure 99 (c), des éléments cohésifs sont utilisés le long de l'axe de symétrie de l'éprouvette.

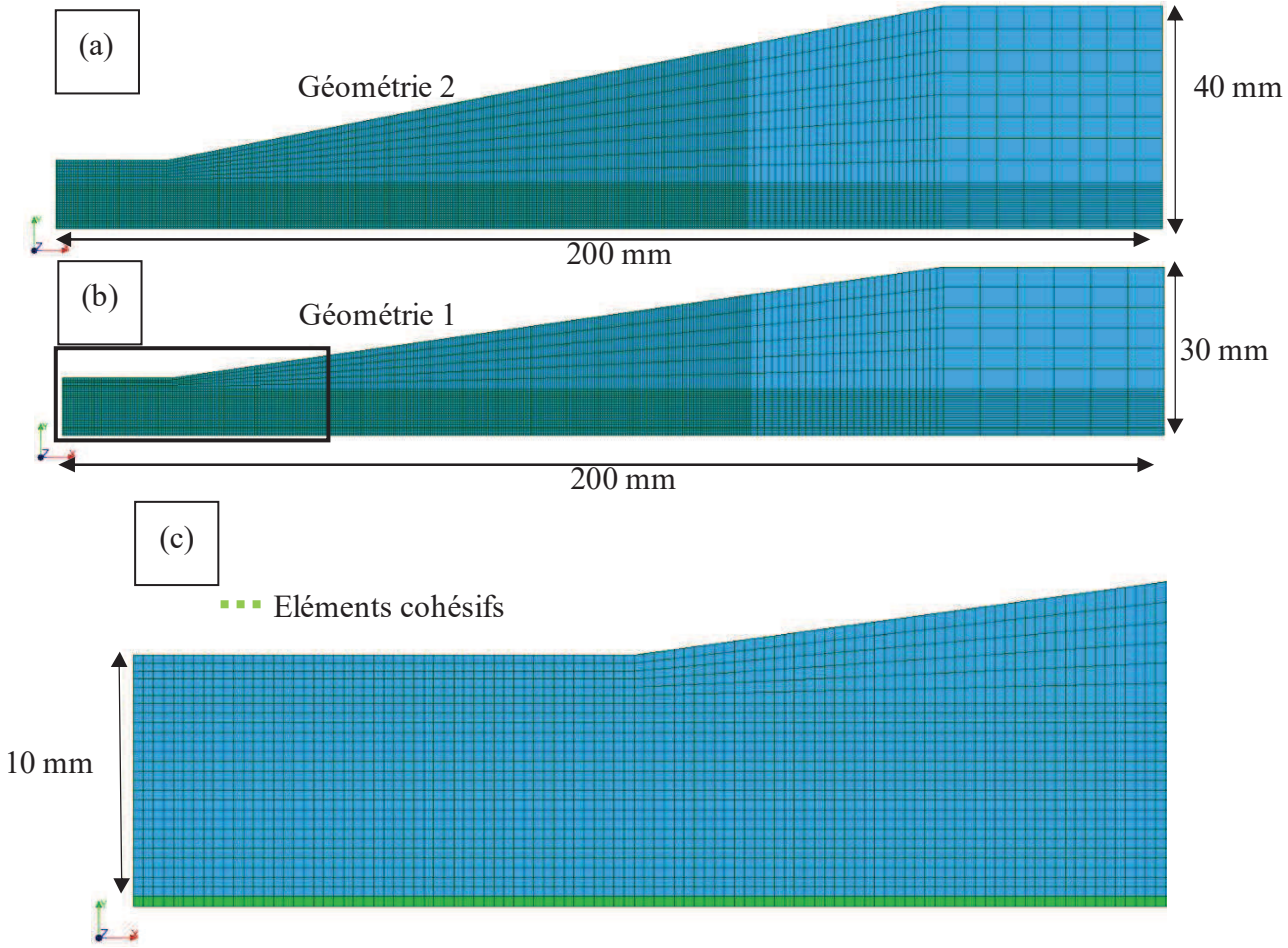



*Figure 99 : Maillage de demi-éprouvettes trapézoïdales : (a) géométrie 2 ; (b) géométrie 1 ; (c) zoom sur la zone d'amorçage de l'arc (géométrie 1) : identification des éléments cohésifs le long de l'axe de symétrie de l'éprouvette (en vert)*

## IV.2.2 Modélisation thermique

La fiabilité du modèle thermomécanique dépend très fortement des champs de température introduits dans le calcul mécanique. Nous avons vu précédemment que dans le cadre de cette thèse, nous n'intégrons pas directement les phénomènes physiques impliqués dans le procédé de soudage à l'arc (entraînant des mouvements convectifs dans le bain de fusion) mais nous considérons une source thermique équivalente. Les paramètres de forme et de répartition de la source de chaleur seront identifiés par méthode inverse de façon à concorder au mieux avec les mesures de température réalisées lors des essais de soudage (Chapitre II).

### IV.2.2.1 Mise en équation

On considère une source de chaleur mobile translatée à vitesse constante le long de l'axe de symétrie de l'éprouvette. Dans un repère lié à la pièce soudée, en négligeant les termes convectifs, l'équation de la chaleur qui traduit le bilan énergétique s'écrit :

$$\rho.C_p.\frac{\partial T}{\partial t} - div(\lambda.gradT) = q \qquad \textit{Équation IV.8}$$

Avec $\rho$ la masse volumique du matériau ($Kg.m^{-3}$) , $C_p$ la capacité calorifique massique ($J.Kg^{-1}.K^{-1}$) , $\lambda$ la conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$) et $q$ la source de chaleur volumique interne ($W.m^{-3}$).

En faisant intervenir l'enthalpie $H$ du matériau, on obtient :

$$\frac{\partial H}{\partial t} - div(\lambda.gradT) = q \qquad \textit{Équation IV.9}$$

Les différents coefficients qui interviennent dans ces équations (enthalpie ($\rho.C_p$) et $\lambda$) dépendent fortement de la température. Nous utilisons les informations disponibles dans les bases de données matériaux de *code_ASTER* (source interne EDF), qui sont en accord avec les données du fournisseur Special Metals [120]. Ces données sont présentées en Annexe 4. Les phénomènes de convection présents dans le bain de fusion ne peuvent être représentés directement dans le code de mécanique du solide utilisé, mais pour tenir compte de l'augmentation des transferts de chaleur dus au déplacement de matière, le coefficient de transfert thermique est numériquement augmenté au-delà de la température du liquidus de l'alliage.

Lors du calcul, l'équation différentielle ci-dessus est discrétisée en utilisant un théta-schéma et résolue avec la méthode de Newton. Pratiquement, l'utilisateur fait appel à l'opérateur THER_NON_LIN de *Code_Aster* [1] pour résoudre l'équation de chaleur formulée en enthalpie.

### IV.2.2.2 Modélisation et identification de la source de chaleur

De nombreuses études récentes portant sur la simulation numérique du soudage [97], [121] utilisent comme source thermique équivalente le modèle proposé par Goldak en 1984 [122]. Il propose une distribution gaussienne volumique du flux de chaleur pour des cas tridimensionnels qui permet de rendre compte du mouvement de la torche (double ellipsoïde) et de reproduire la forme du bain de fusion en considérant notamment sa profondeur (Figure 100 (a)). L'expression de cette source peut être formulée de la façon suivante :

$$q(X,Y,Z,t) = \frac{6\sqrt{3}\cdot\eta UI\cdot f_\xi}{a_\xi bc}\cdot\exp\left[-\frac{3(X-Vt)^2}{a_\xi^2}-\frac{3Y^2}{b^2}-\frac{3(e-Z)^2}{c^2}\right] \qquad \textit{Équation IV.10}$$

Avec $\xi = f$ ou $r$ ; $a_f$ et $a_r$ étant respectivement les distances en avant et en arrière de la source (Figure 100 : double ellipsoïde). $\eta$ est le rendement de l'arc, généralement compris entre 0.5 et 0.8 dans la littérature. $b$ et $c$ sont des paramètres qui permettent de dimensionner les composantes Y et Z de la forme de la source de chaleur (Figure 100).

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes positionnés précédemment sur une modélisation bidimensionnelle de sorte que nous avons adapté le modèle proposé par Goldak à notre cas en considérant uniquement 2 dimensions (X et Y qui définissent le plan de l'éprouvette) :

$$q(X,Y,t) = \frac{3\cdot\eta UI\cdot f_\xi}{a_\xi b}\cdot\exp\left[-\frac{3(X-Vt)^2}{a_\xi^2}-\frac{3Y^2}{b^2}\right] \qquad \textit{Équation IV.11}$$

La source correspondante est illustrée Figure 100 (b).

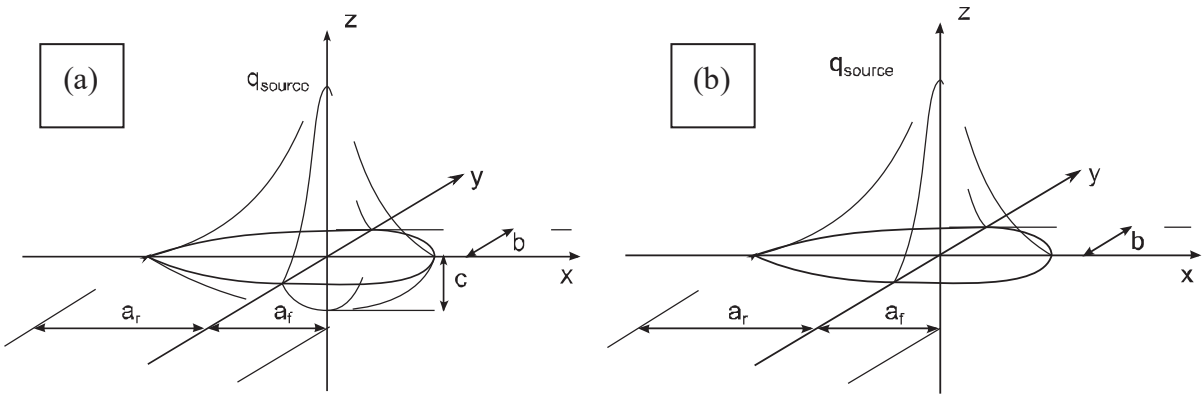



*Figure 100 : Source thermique équivalente : (a) Goldak (3D) ; (b) Goldak adaptée à notre cas (2D)*

### IV.2.2.3 Conditions aux limites

Les surfaces de l'éprouvette en contact avec l'air ambiant sont soumises à des pertes thermiques par convection et par rayonnement. Ces deux phénomènes sont généralement représentés par une formule du type :

$$q_{pertes} = \underbrace{\sigma \cdot e \cdot (T^4 - T_{ambiante}^4)}_{Rayonnement} - \underbrace{h \cdot (T - T_{ambiante})}_{Convection} \qquad \textit{Équation IV.12}$$

Où $\sigma$ représente la constante de Stefan-Boltzmann, $e$ l'émissivité du matériau (qui est dépendante de la température et comprise entre 0 et 1), $T_{ambiante}$ la température de la pièce avant amorçage de l'arc (293K), et $h$ le coefficient d'échange convectif avec l'air. L'éventuel pompage thermique lié au système de bridage n'est pas à considérer dans le cadre de nos essais. En effet, lors d'un essai auto-bridé qui dure approximativement 40s, la chaleur n'a pas le temps de diffuser suffisamment rapidement dans l'Inconel 600 pour atteindre le dispositif de bridage, le matériau conduisant très mal la chaleur (conductivité thermique égale à 14.9 $W.m^{-1}.K^{-1}$ à température ambiante alors qu'à titre indicatif, pour un alliage d'aluminium les valeurs sont de l'ordre de 200 $W.m^{-1}.K^{-1}$). Il n'y a donc pas d'échange thermique entre le système de bridage et la pièce au niveau du bridage qui sont toujours à température ambiante au cours de l'essai.

Les flux de convection et de radiation sont directement appliqués aux bords de l'éprouvette. Afin de pouvoir appliquer les pertes thermiques sur la « surface » de l'éprouvette dans notre approche bidimensionnelle, nous avons ajouté un terme source de refroidissement dans la source thermique équivalente. Ce terme est fonction de la température et vise à reproduire les effets de la convection et du rayonnement.

On propose l'équation suivante pour la source thermique équivalente :

$$\begin{aligned} q(X,Y,t) &= \frac{3 \cdot \eta UI \cdot f_\xi}{a_\xi b} \cdot \exp\left[ -\frac{3(X - Vt)^2}{a_\xi^2} - \frac{3Y^2}{b^2} \right] - q_{pertes}(T) \\ q_{pertes}(T) &= \underbrace{A \cdot \sigma \cdot e(T)(T^4 - T_{ambiante}^4)}_{Rayonnement} + \underbrace{B \cdot h \cdot (T - T_{ambiante})}_{Convection} \end{aligned} \qquad \textit{Équation IV.13}$$

Avec $q_{pertes}$ représentant le terme des pertes thermiques sur la surface de l'éprouvette, $A$ et $B$ des coefficients à identifier numériquement, respectivement associés aux pertes par rayonnement et par convection.

Les différents paramètres de cette source ont été identifiés de façon à minimiser l'écart entre les températures mesurées en différents points des éprouvettes lors des essais et les modélisations thermiques associées. Plusieurs essais ont été considérés pour le recalage thermique, l'objectif étant d'avoir une source thermique équivalente uniquement fonction des paramètres de soudage et que cette source puisse ensuite être utilisée pour chaque essai sans qu'il n'y ait de recalage complémentaire à effectuer.

Nous étudions ici deux essais présentant des paramètres de soudage et des positions de thermocouples sensiblement différents. Ces essais ont servi pour l'identification des paramètres de la source thermique :

- l'essai G1E10 avec pour paramètres de soudage : 150 A ; 5mm/s ; 10 V
- l'essai G1E15 avec pour paramètres de soudage : 110 A ; 3.67 mm/s ; 10 V

Pour chacun de ces deux essais, les signaux de deux thermocouples sont comparés Figure 101 aux résultats du calcul thermique après recalage des paramètres de la source équivalente. Les positions des thermocouples sont référencées sur la Figure 101 (a) et les comparaisons expérience – modélisation sur les Figure 101 (b) et (c).

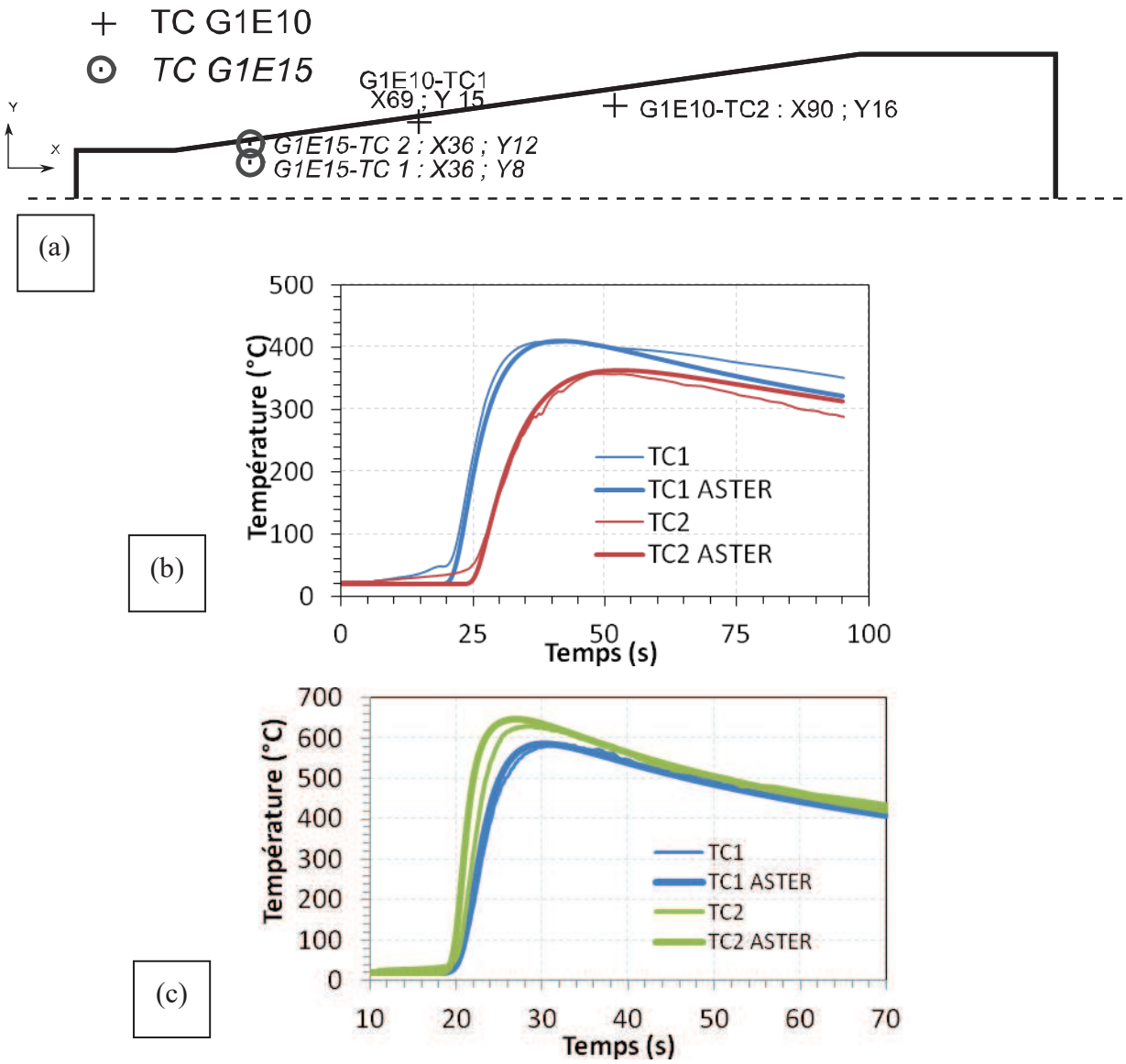



*Figure 101 : Comparaisons entre températures mesurées et températures calculées : (a) position des thermocouples pour les deux essais (géométrie 1) ; (b) résultats pour l'essai G1E10 : 150 A ; 5 mm/s ; 10 V ; (c) résultats pour l'essai G1E15 : 110 A ; 3.67 mm/s ; 10 V*

Nous voyons que les résultats des calculs thermiques présentent un bon accord avec les mesures des thermocouples pour des positions et des paramètres de soudage relativement différents.

Le paramètre *b* (Figure 100) est directement lié à la demi-largeur du bain. Afin de faire correspondre la modélisation (éléments délimitant le bain de fusion atteignant pour température maximum la température de liquidus) et les observations post mortem de largeur de bain des éprouvettes, il est fixé à 4.5. Le rendement est évalué égal à 0.6 en accord avec la littérature. Les paramètres *A* et le produit *B.h* ont été respectivement estimés numériquement à 2.9E-12 et 1.1E-5.

### IV.2.2.4 Résultats et analyses des calculs thermiques

La Figure 102 illustre le type de résultats obtenus à différents instants lors des calculs thermiques pour un essai de soudage (G1E10 : 150 A, 5 mm/s, 10 V). L'échelle de température a été fixée de manière à ce que la zone fondue soit totalement rouge (maximum fixé à 1435 °C), ce qui permet d'avoir un aperçu visuel de la largeur du bain (zone fondue) par rapport aux dimensions de l'éprouvette lors des essais (la température maximale obtenue au cours des calculs est d'environ 1800 °C au cœur de la zone fondue).

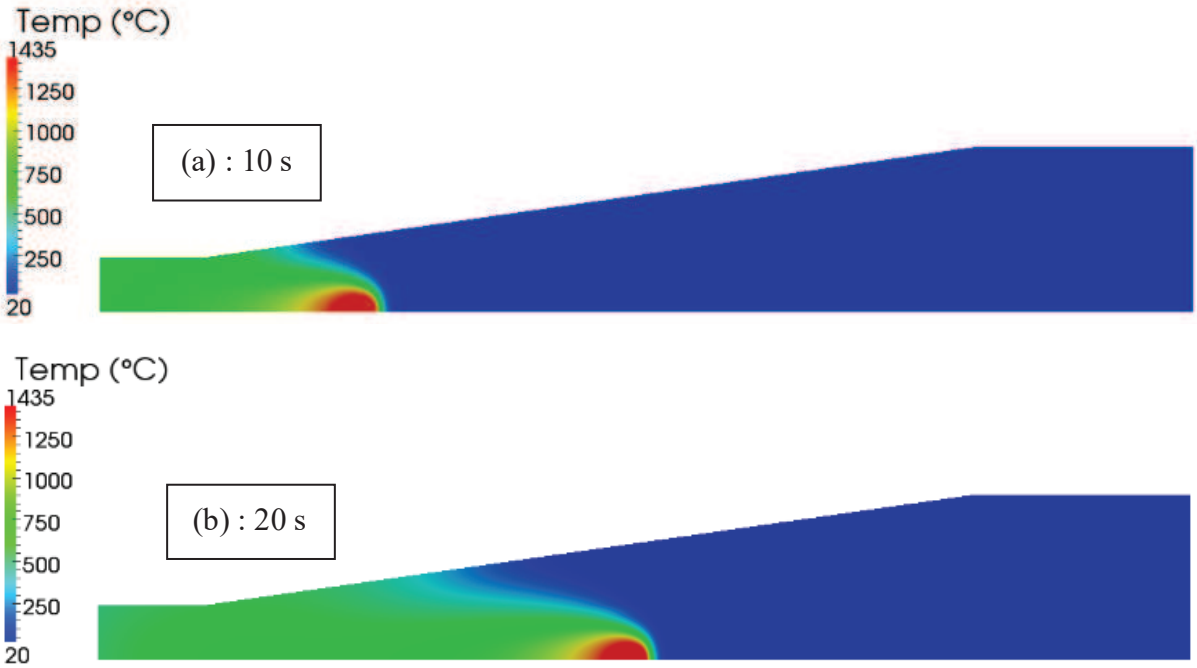


*Figure 102 : Résultats d'un calcul thermique pour différents pas de temps (essai G1E10 : 150 A ; 5 mm/s ; 10V) : (a) t=10 s, (b) t=20 s ; (c) t=30 s*

La Figure 102 montre que la chaleur se propage relativement lentement au sein de l'éprouvette et que la partie en amont de la torche est toujours à température ambiante. Ceci confirme le fait qu'il n'est pas nécessaire de modéliser les échanges thermiques entre le système de bridage et l'éprouvette dans le cadre de la modélisation thermomécanique des essais.

Les calculs thermiques nous permettent d'évaluer la taille de la zone pâteuse si l'on s'intéresse au profil thermique à l'arrière du bain le long de l'axe de soudage (Figure 103 (b)). On voit que la longueur de la zone pâteuse (températures comprises dans l'intervalle de température 1435 °C – 1386 °C au refroidissement) est estimée à 1.2 mm. La zone correspondant à l'intervalle de fragilité (BTR entre 1415 °C et 1401 °C au refroidissement) peut être évaluée à environ 400 µm de longueur, soit la taille d'un élément raffiné. Il aurait été intéressant d'avoir un maillage permettant d'avoir plusieurs éléments dans le BTR, mais cela aurait conduit à augmenter de façon conséquente le temps de calcul (facteur 10 si l'on divise par 3 la taille des mailles raffinée).

La Figure 103(c) montre l'évolution du gradient thermique le long d'une ligne transversale qui part de la zone fondue jusqu'au bord de l'éprouvette (Figure 103 (a) : Ligne 2) pour l'essai G1E10. On note que si l'on considère une valeur de température de liquidus de 1435 °C, le bain a une largeur de 3 mm, ce qui correspond à la valeur de largeur de bain mesurée sur l'éprouvette G1E10 post mortem (~3.25 mm). On remarque également la forte valeur du gradient thermique dans la zone immédiatement adjacente au bain fondu, qui est de l'ordre de 300 °C/mm. Si des thermocouples avaient été placés dans cette zone, ils auraient non seulement été perturbés par le plasma d'arc (et réciproquement, ils auraient pu perturber le plasma), mais l'incertitude sur leur mesure de température aurait été énorme. En effet, pour une erreur de positionnement de 0.5 mm, la mesure aurait varié d'environ 150 °C. A noter que ce gradient est maximum lors du passage de la torche, les champs de températures deviennent ensuite beaucoup plus homogènes, avec des gradients de l'ordre de 10 °C/mm (Figure 102 (c)).

Pour la zone dans laquelle sont situés les thermocouples lors de nos expériences (entre 8 et 16 mm de l'axe de symétrie de l'éprouvette), les gradients thermiques varient entre 10 °C/mm et 70 °C/mm au passage de la torche suivant l'axe Y.

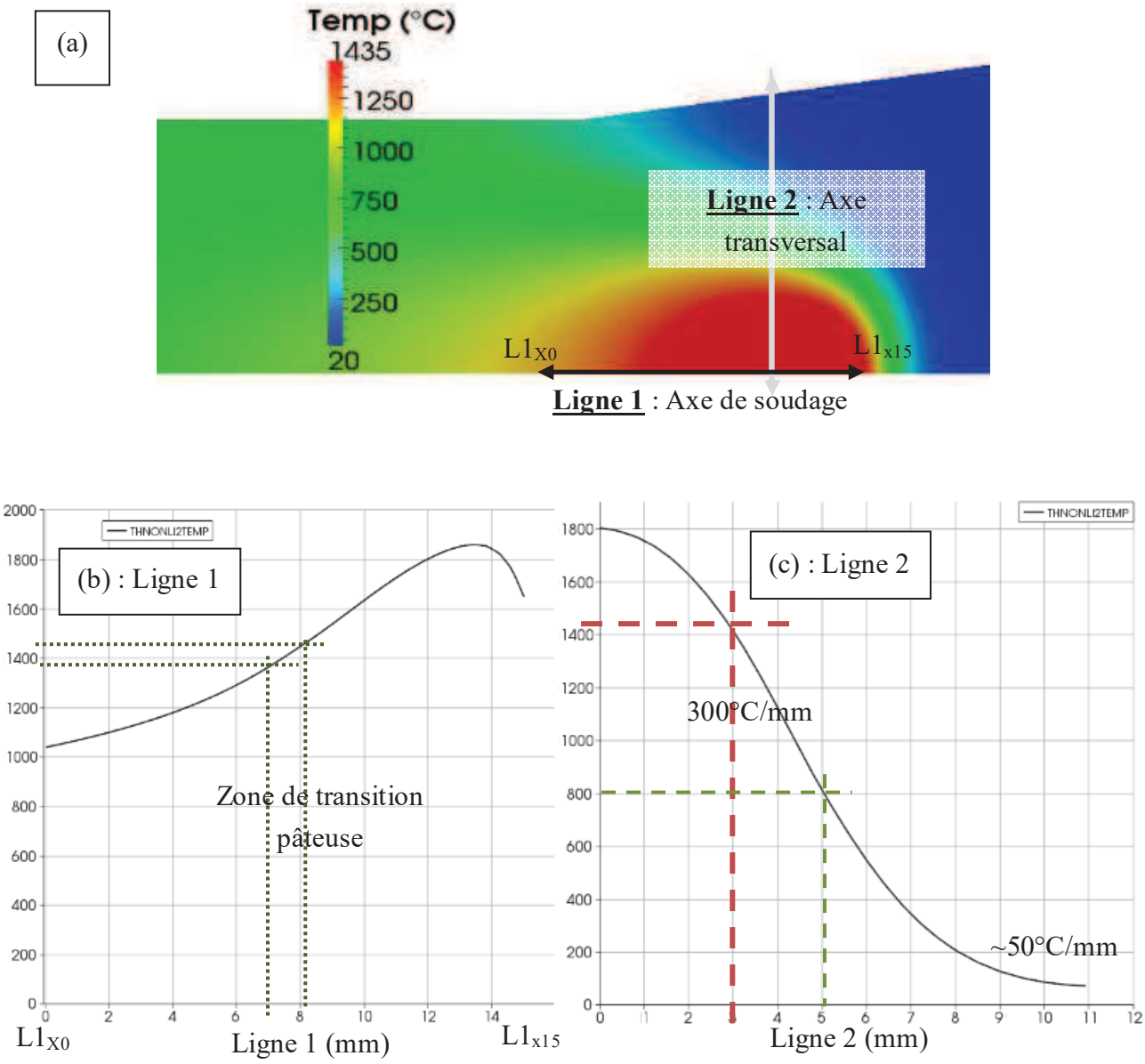



*Figure 103 : Essai G1E10 (150 A ; 5 mm/s ; 10V) : (a) champ thermique à t=6 s (zoom sur la zone d'amorçage), (b) profil thermique le long de l'axe de soudage à 6 s (axe X : Ligne 1 de $L1_{X0}$ à $L1_{X15}$) ; (c) profil thermique (transversal) du centre du bain vers le bord de l'éprouvette à 6 s (axe Y : Ligne 2)*

## IV.2.3 Modélisation thermomécanique

Les champs thermiques ayant été calculés pour chaque pas de temps grâce à la modélisation thermique, nous sommes en mesure de calculer les chargements mécaniques à partir de la loi de comportement du matériau et des conditions de bridages de la pièce soudée.

### IV.2.3.1 Calculs mécaniques

Dans le cadre du choix d'une modélisation 2D, nous faisons l'hypothèse d'un état de contrainte plane au sein de l'éprouvette, hypothèse raisonnable sachant que l'éprouvette fait 2 mm d'épaisseur pour 200 mm de long et en moyenne 40 mm de large. Comme mentionné précédemment, nous considérons la présence d'éléments cohésifs le long de l'axe central de la soudure où s'amorcent et se propagent les fissures lors des essais.

Les paramètres des lois de comportement associés au matériau et aux éléments cohésifs ont été identifiés dans le paragraphe IV.1.1 à partir d'essais mécaniques de la température ambiante à la zone de transition pâteuse. Les paramètres de la loi cohésive ont été fixés de manière à avoir une propagation de fissure dans le BTR à l'arrière du bain de fusion y compris pour des chargements mécaniques très faibles. Par conséquent l'état de contrainte calculé correspond à celui présent dans l'éprouvette au cours de l'essai tant que la fissure se propage (la modélisation ne considère pas l'arrêt de fissure). Ceci ne pose pas de problème majeur dans notre cas, l'objectif de ces calculs étant de connaître les chargements mécaniques jusqu'au moment où s'arrête la fissure.

Le retrait de solidification joue également un rôle important dans la fissuration à chaud en contribuant aux déformations qui s'exercent en traction sur l'alliage en fin de solidification. Par défaut, il n'est pas pris en compte dans le calcul thermomécanique. Nous avons quantifié l'impact qu'il pouvait avoir sur la déformation transversale de l'alliage au cours de la solidification. Le logiciel de calcul Thermocalc ® associé à la base de données des aciers TCFE6 (Université de Grenoble) nous a permis de calculer l'évolution de la masse volumique d'un alliage ternaire Ni-Fe-Cr en fonction de la température (ce module n'est pas disponible avec la base de données Nickel TTNI8 à laquelle nous avons eu accès). La valeur du retrait de solidification pour l'alliage étudié a été déterminée en l'assimilant à un alliage ternaire Ni-Cr-Fe (sachant que les concentrations cumulées de ces trois éléments atteignent plus de 99%pds de l'alliage) et nous avons obtenu $\beta$ = 6.5 % ce qui est dans la fourchette haute des valeurs que l'on trouve dans la littérature pour les aciers.

Ce retrait de 6.5 % correspond à la variation de volume observée entre le liquide et le solide au niveau de l'intervalle de solidification. Par conséquent, au cours de la solidification, le matériau se « contracte » de 6.5 %, ce qui conduit à des déformations en traction sur le milieu semi-solide. Si l'on considère la déformation transversale (donc unidirectionnelle) induite par ce phénomène, il faut diviser cette valeur par trois, ce qui nous conduit à un **retrait de**

**solidification linéaire égal à 2.17%**. Ce retrait n'est pas intégré par défaut dans le calcul thermomécanique effectué. Les valeurs des déformations transversales obtenues lors des calculs sous l'effet de contraintes thermiques seront néanmoins comparées à celle du retrait linéaire de solidification lors de la détermination du critère de fissuration à chaud.

### IV.2.3.2 Résultats et analyse de calculs mécaniques

Les résultats obtenus pour les calculs mécaniques sont illustrés Figure 104 pour l'essai G1E10 à un instant donné (géométrie 1). A titre comparatif, la Figure 105 représente les champs de contrainte transversale et de déformation transversale pour l'essai G2E4 réalisé sur la géométrie 2 et avec d'autres paramètres de soudage. La zone avec les points noirs sur les images représente la zone fondue (ZF). Les barres d'échelles des images ont été fixées aux mêmes valeurs pour les deux essais afin de permettre une comparaison visuelle directe des champs de contrainte et de déformation plastique transversales. Des profils de $\sigma_{YY}$ et de $\varepsilon^p{}_{YY}$ ont été tracés le long de l'axe de soudage à un instant de temps donné.

On constate logiquement que les allures des chargements mécaniques sont les mêmes pour les deux essais. Si l'on considère les contraintes transversales ($\sigma_{YY}$) on note que les éléments situés sur l'axe de soudage de l'éprouvette se trouvent tout d'abord dans un état de traction ($\sigma_{YY} > 0$ en rouge Figure 104 (a)) en amont de la source thermique, puis en état de compression qui peut atteindre 400 MPa ($\sigma_{YY} < 0$ en bleu), juste avant le passage de la torche.

Au niveau de la zone fondue (ZF), les contraintes sont nulles ce qui est logique étant donné que le matériau n'a quasiment aucune tenue mécanique. Cette zone correspond à la zone rouge sur le champ thermique Figure 103. Ceci explique notamment pourquoi les éléments cohésifs ne s'ouvrent pas avant la fin de la solidification (BTR), lorsque l'alliage semi-solide commence de nouveau à transmettre des contraintes.

A la fin de la solidification, on observe que la contrainte augmente très légèrement (traction) avant de décroître faiblement et de se stabiliser à une valeur quasi nulle (Figure 104 (c) et Figure 105(c) : FAC). Ceci est dû à la présence des éléments cohésifs. En effet, dès qu'un effort en traction de l'ordre d' 1 MPa est appliqué à l'alliage en fin de solidification dans le BTR, le maillage s'ouvre afin de simuler l'ouverture de la fissure et l'état de contrainte de l'élément cohésif devient nul une fois le maillage ouvert. Les valeurs obtenues pour les contraintes et les déformations des deux essais sont relativement proches de manière générale.

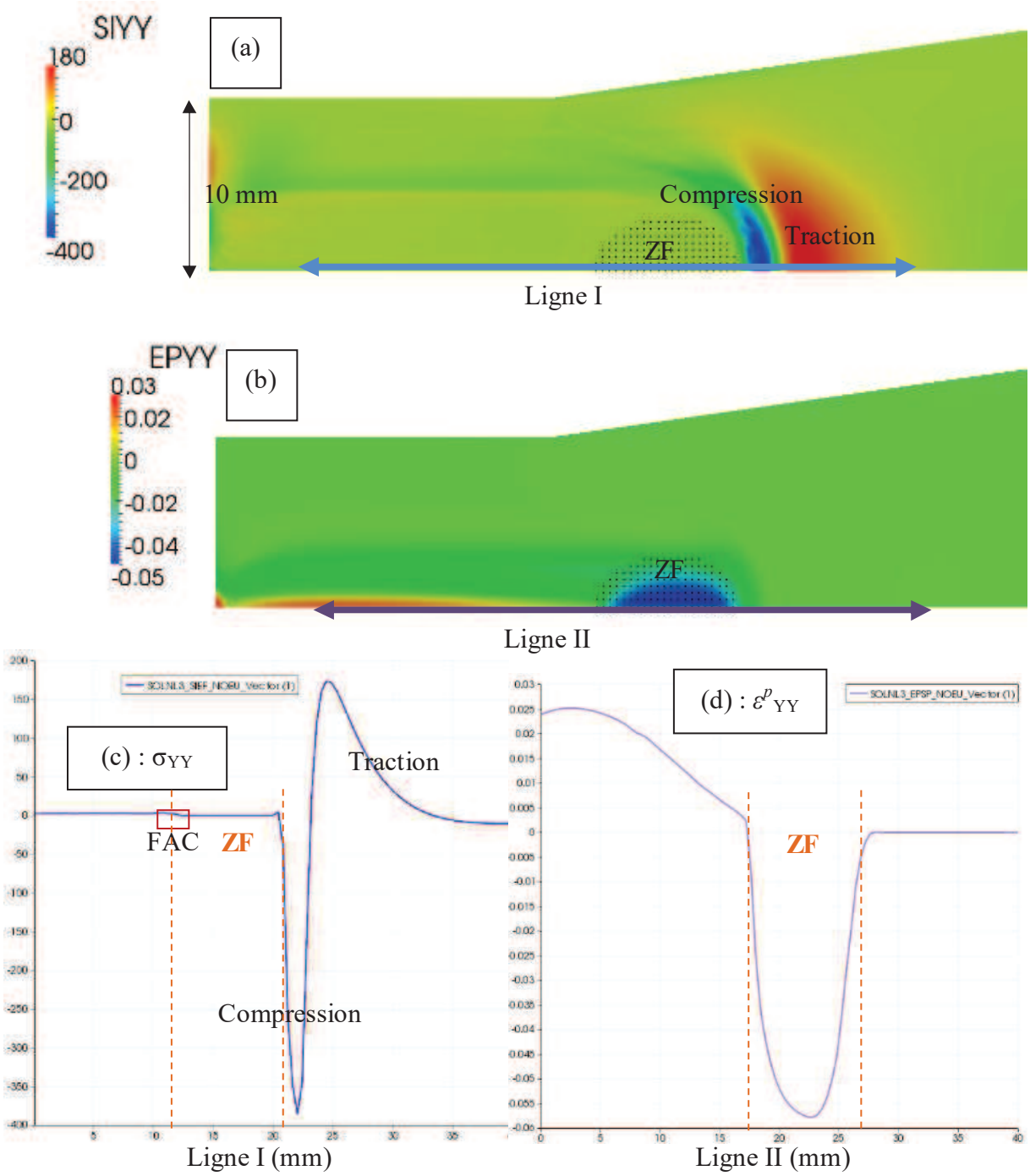



*Figure 104 : Résultats des calculs mécaniques pour l'essai G1E10 (Géométrie 1 ; 150 A ; 5 mm/s ; 10V) : (a) champ de contraintes transversales à t=6 s (zoom) ; (b) champ de déformation plastique transversale à t = 6 s (zoom) ; (c) profil des contraintes transversales $\sigma_{YY}$ le long de l'axe de soudage ; (d) profil des déformations plastiques transversales $\varepsilon^p{}_{YY}$ le long de l'axe de soudage*

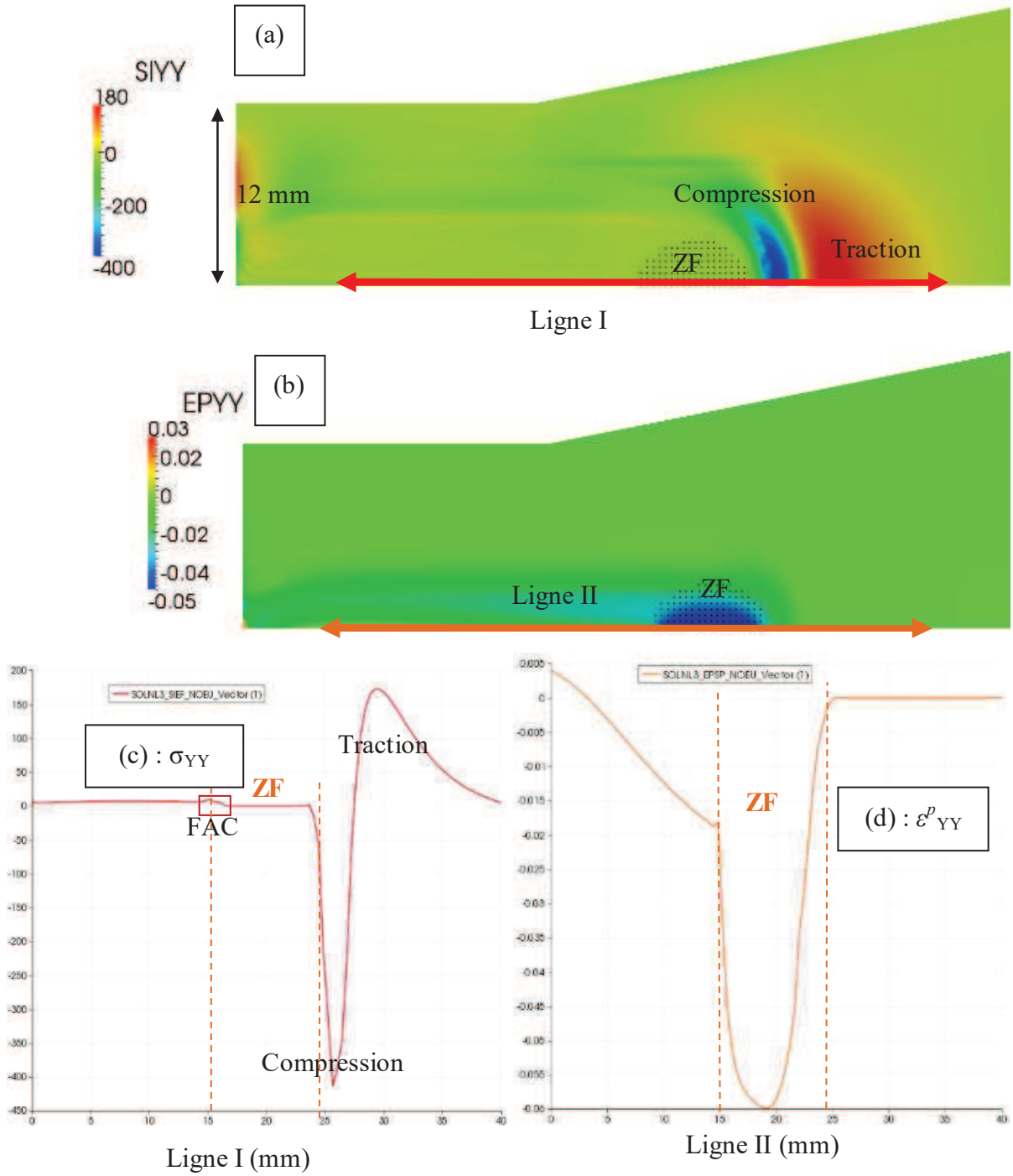



*Figure 105 : Résultats des calculs mécaniques pour l'essai G2E4 (Géométrie 2 ; 110 A ; 3.33 mm/s ; 10V) : (a) champ de contraintes transversales à t= 10 s (zoom) ; (b) champ de déformation plastique transversale à t = 10 s (zoom) ; (c) profil des contraintes transversales $\sigma_{YY}$ le long de l'axe de soudage ; (d) profil des déformations plastiques transversales $\varepsilon^p{}_{YY}$ le long de l'axe de soudage*

Afin de mieux étudier les déformations plastiques transversales qui s'exercent sur l'alliage en fin de solidification, nous traçons leur évolution Figure 106 pour un élément situé sur l'axe de soudage. On note au chauffage une déformation transversale négative sous l'effet du chargement mécanique conséquent en compression (~400 MPa) et de la diminution de la

résistance mécanique de l'alliage avec l'augmentation de température. Au-delà de 1435 °C (liquidus), ou même de 1429 °C (température de cohérence), la valeur de la déformation n'a plus vraiment de signification physique même si numériquement elle varie, l'alliage étant trop liquide pour transmettre le moindre chargement mécanique. Au cours de la solidification l'alliage commence à retrouver une tenue mécanique à partir de la fraction de solide de cohérence (en gris Figure 106 (b)). C'est en théorie à partir de cette température que les valeurs de déformation devraient être considérées pour définir l'état de déformation plastique du matériau. On aurait alors une déformation plastique en traction (courbe croissante) qui augmenterait jusqu'à la fin de la solidification. C'est cette déformation en traction en cours de solidification qui conduit à l'apparition du défaut de fissuration à chaud.

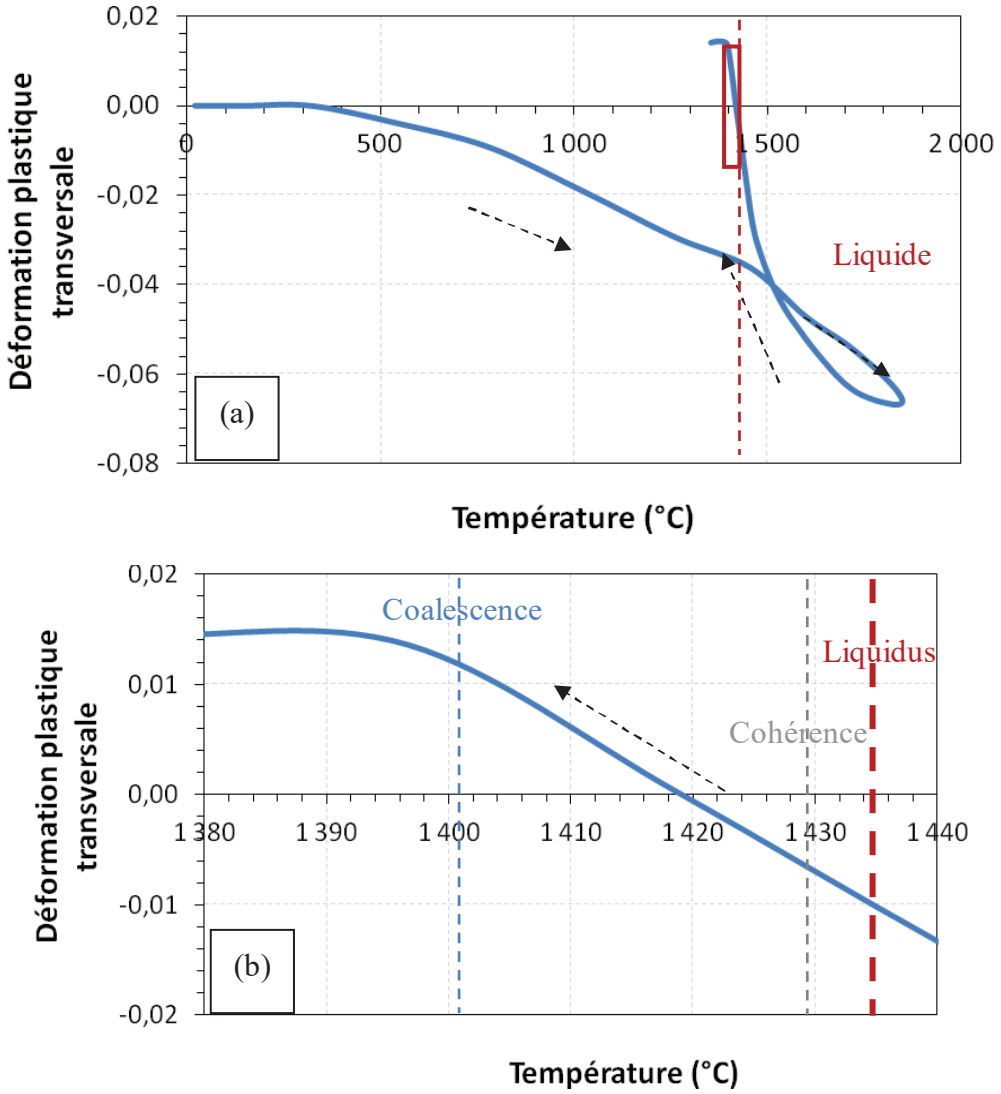



*Figure 106 : Exemple d'évolution de la déformation plastique transversale en fonction de la température pour un nœud du maillage situé sur l'axe de soudage en zone d'amorçage (G1E10) : (a) vue d'ensemble ; (b) zoom sur l'intervalle de solidification (rectangle rouge (a))*

La Figure 107 permet de visualiser la propagation de fissure à l'arrière du bain liquide, du fait de l'utilisation d'éléments cohésifs. Les déformations ont été numériquement amplifiées pour mieux voir la façon dont l'éprouvette s'ouvre et se déforme pendant l'essai (facteur 3).

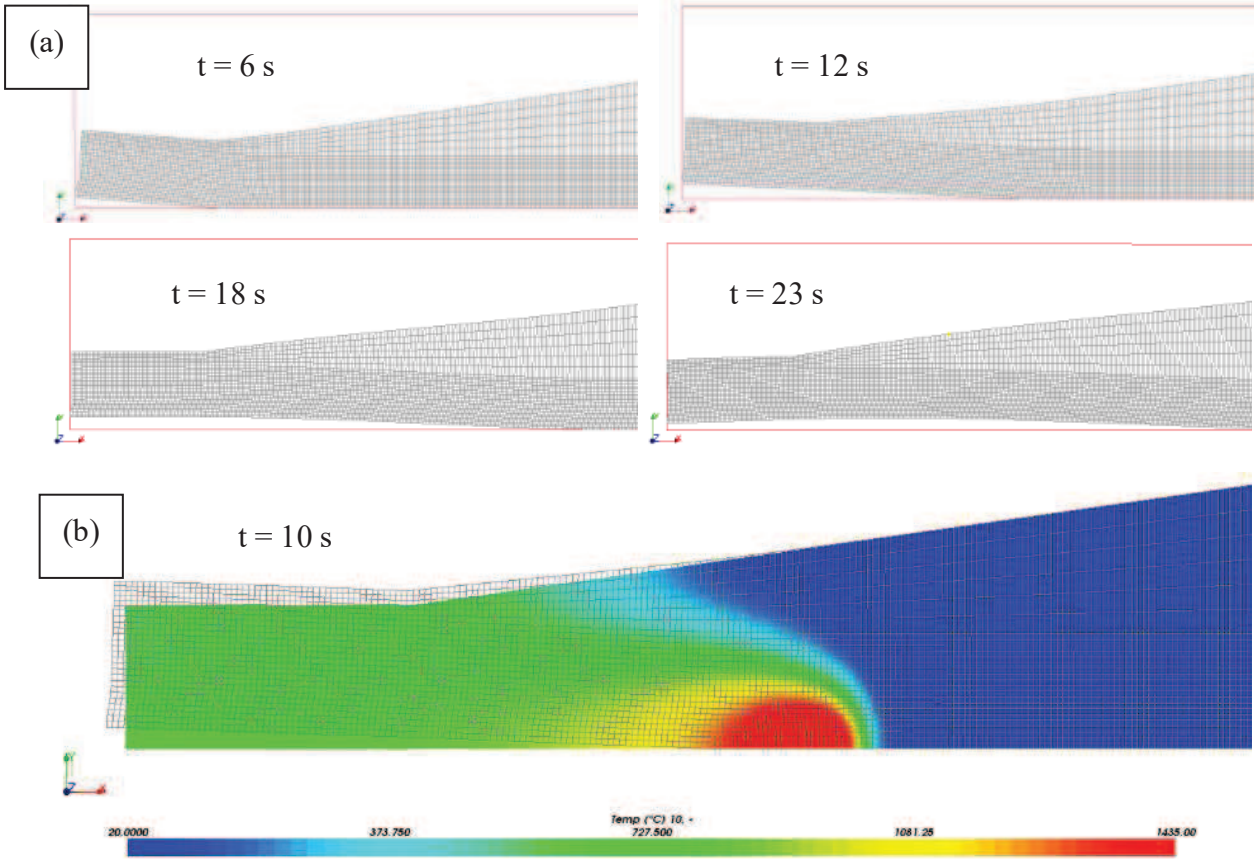



*Figure 107 : Essai G1E10 (150 A ; 5 mm/s ; 10V) (a) : grille illustrant l'évolution de la déformation de l'éprouvette à t = 6 , 12 , 18 et 23 s ; (b) champ thermique à t=10 s (couleurs) sur lequel est superposé le champ de déformation de l'éprouvette (grille)*

Les calculs thermomécaniques réalisés, couplés avec les observations de propagation de fissure lors des essais auto-bridés, vont permettre de pouvoir déterminer un critère de fissuration à chaud pour l'Inconel 600 fondé sur les déformations qui s'exercent à l'arrière du bain fondu.

# *IV.3 Critère de fissuration à chaud*

## IV.3.1 Définition du critère choisi

Dans le Chapitre I, divers types de critères ont été présentés. Le choix s'est porté sur un critère de type mécanique qui puisse facilement s'intégrer dans la modélisation par éléments finis. Nous nous sommes inspiré des travaux de Kerrouault [68] qui a fondé ses critères sur les composantes de la déformation et de la contrainte suivant la direction perpendiculaire à l'axe de soudage.

Le critère que nous proposons considère une valeur critique de **déformation plastique transversale atteinte dans un intervalle de fragilité**. Dans le cadre de notre étude, nous supposons que les propriétés de l'alliage en cours de solidification sont identiques à fraction de solide donnée pour différentes nuances d'Inconel 600 (IV.1.2.3). Sur la base de ce principe, nous définissons un intervalle de fragilité fondé non pas directement sur des températures (comme le BTR : « Brittle Temperature Range ») mais sur des fractions de solide : le **BSFR : « Brittle Solid Fraction Range »**.

Cet intervalle est représenté sur la Figure 108, il correspond à un domaine de fraction de solide en fin de solidification dans lequel le matériau ne peut plus supporter de déformation significative et est par conséquent particulièrement vulnérable à la fissuration à chaud. Il est valable pour toutes les nuances d'Inconel 600 avec une condition sur la teneur en soufre (<10 ppm). En effet, cet élément fortement tensio-actif pourrait affecter la répartition du liquide en milieu pâteux et influer sur les propriétés mécaniques de l'alliage considéré à fraction de solide donné.

Au cours de la solidification, le BSFR commence à $f_s^{Ferm}=0.90$ qui correspond à la fraction de solide à partir de laquelle le liquide ne peut plus circuler dans le réseau dendritique cohérent (et par conséquent ne peut plus accommoder les déformations, Figure 108). Cette valeur n'a pas été obtenue expérimentalement lors des essais de traction à l'état semi-solide sur l'Inconel 600. Elle est établie à partir des valeurs que l'on retrouve dans la littérature, notamment dans les travaux de Giraud [18] où elle a été déterminée expérimentalement sur des alliages d'aluminium au moyen d'essais mécaniques à l'état pâteux (compression/cisaillement). Nous discuterons l'impact de ce choix à la fin de ce chapitre.

La valeur de fraction de solide qui délimite la fin du BSFR ($f_s^{Coal}=0.975$) correspond à la fraction solide de coalescence (Figure 108). Pour de plus hautes fractions de solide, le matériau est supposé suffisamment solide pour ne plus être sensible à la fissuration de solidification. Cette donnée a été déterminée lors des essais de traction à chaud en zone pâteuse (en solidification).

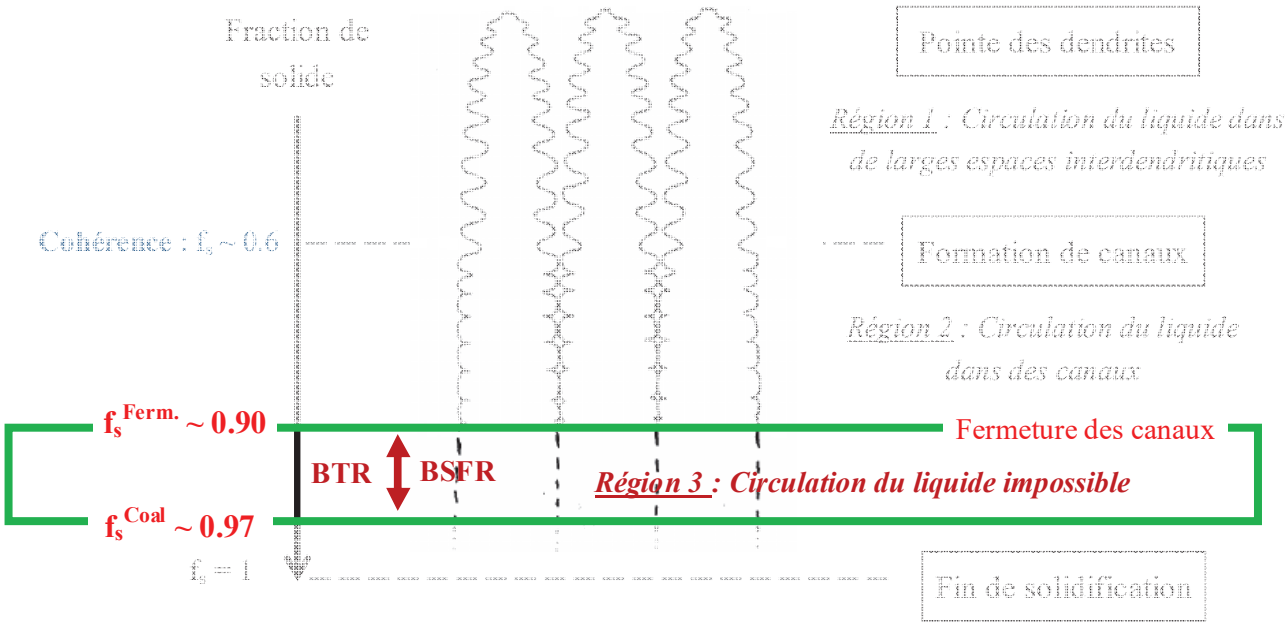



*Figure 108 : Représentation du domaine d'exposition de l'alliage au risque de fissuration à chaud dans le cas d'une solidification dendritique colonnaire (BTR : « Brittle Temperature Range » ; BSFR : « Brittle Solid Fraction Range »)*

Le BSFR permet de définir le BTR de chaque coulée à partir de son chemin de solidification. Ainsi, les bornes en températures permettent d'identifier directement les limites d'intégration de la déformation plastique transversale dans les résultats des calculs thermomécaniques (qui traitent des températures et non des fractions de solide). Nous sélectionnons dans le Tableau 12 les données du chemin de solidification qui sont utiles pour la détermination du critère.

*Tableau 12 : Table de correspondance fraction de solide – température entre différentes coulées d'Inconel 600, valeurs aux bornes du BSFR*

| *Fraction de solide* | *Coulée traction à chaud* | ***Coulée 1 (soudage)*** |
|---|---|---|
| 0.900 (fermeture des canaux) | 1403 | **1415** |
| 0.975 (coalescence) | 1380 | **1401** |

De manière générale, le critère de fissuration proposé que nous appellerons « $\varepsilon_{YY}^{*p}$ » peut être exprimé ainsi :

$$\varepsilon_{YY}^{*p} = \int_{T_{Ferm}}^{T_{Coal}} \varepsilon_{YY}^{p} \qquad \textit{Équation IV.14}$$

Avec $\varepsilon_{YY}^{p}$ la déformation plastique transversale, $T_{Ferm}$ la température à laquelle le liquide ne peut plus circuler dans l'alliage semi-solide et $T_{Coal}$ la température de coalescence. Ces deux derniers paramètres sont établis à partir du BSFR et du chemin de solidification de l'alliage considéré. A noter cependant que pour la température de cohérence, la déformation plastique transversale n'est pas remise à zéro dans le calcul thermomécanique (Figure 106 (b)), ce qui en théorie entraîne un sur-écrouissage artificiel du matériau en fin de solidification. Nous supposons dans cette étude que pour de faibles valeurs de déformation (de l'ordre de quelques pourcents), l'influence de cette erreur reste négligeable.

## IV.3.2 Résultats et analyse

### IV.3.2.1 Détermination de critères pour différents essais

Les critères de fissuration à chaud ont été établis pour quatre essais auto-bridés à partir de leur modélisation thermomécanique. Il s'agit des essais suivants :

- Essais G1E3 : géométrie 1 ; 110 A ; 3.33 mm/s ; 10 V (→330 J/mm)
- Essais G1E4 : géométrie 1 ; 110 A ; 3.67 mm/s ; 10 V (→300 J/mm)
- Essais G1E10 : géométrie 1 ; 150 A ; 5 mm/s ; 10 V (→300 J/mm)
- Essais G2E4 : géométrie 2 ; 110 A ; 3.33 mm/s ; 10 V (→330 J/mm)

Pour déterminer le critère de fissuration de l'alliage utilisé pour les essais de soudage, la déformation plastique transverse atteinte entre 1415 °C et 1401 °C au cours de la solidification est calculée (Tableau 12).

Pour chaque essai, la Figure 109 illustre l'évolution de la déformation plastique transversale atteinte à l'arrière du bain dans l'intervalle de fragilité en trois points sélectionnés sur l'axe de soudage. Chaque point est nommé suivant ses coordonnées le long de l'axe X en utilisant le système de notation suivant : « ***Xi*** » où ***i*** représente la coordonnée en X du point considéré le long de l'axe de symétrie de l'éprouvette (coordonnées qui varient suivant les essais). Le dernier point (***i*** le plus grand, courbes rouges) correspond à la coordonnée en X à laquelle la fissure s'est arrêtée pour chaque essai. Par exemple pour les essais G1E3 et G1E10, la fissure s'est arrêtée pour une largeur d'éprouvette estimée à 44 mm, ce qui correspond à une longueur de propagation de fissure d'environ 100 mm.

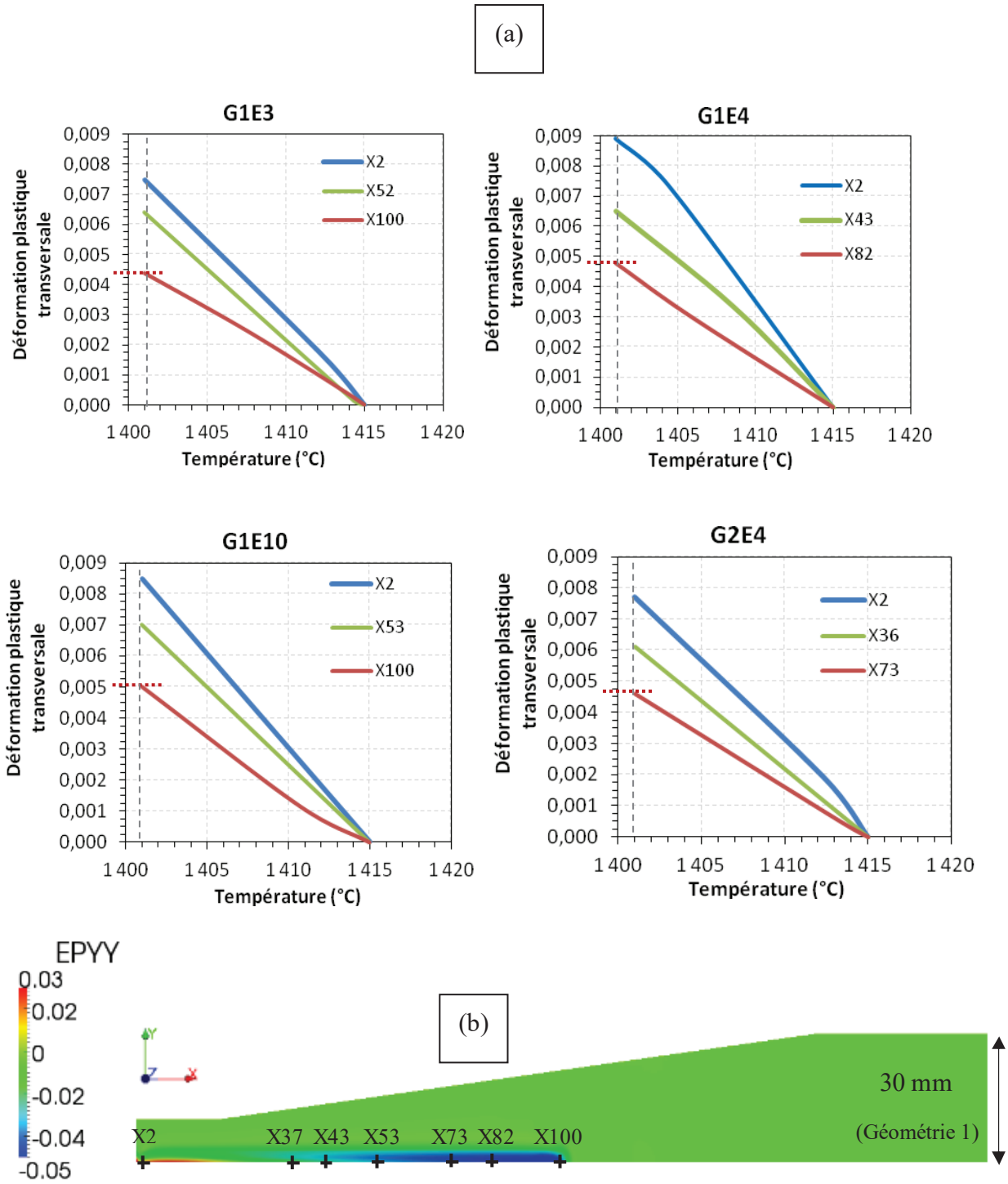



*Figure 109 : (a) Evolution des contraintes plastiques transversales atteintes dans l'intervalle de fragilité (BTR) en divers points le long de l'axe de soudage pour les essais G1E3, G1E4, G1E10, G2E4 ; (b) : localisation des points considérés sur un champ de déformation plastique transversale calculé pour l'essai G1E10 (t = 20 s)*

Les valeurs des critères de fissuration obtenues pour chaque essai sont directement identifiables sur les graphes (courbes vertes) de la Figure 109 et sont reportées dans le Tableau 13.

*Tableau 13 : Critères de fissuration $\varepsilon_{YY}^{*p}$ obtenus à partir des essais auto-bridés G1E3, G1E4, G1E10 et G2E4*

| *Essai* | *G1E3* | *G1E4* | *G1E10* | *G2E4* |
|---|---|---|---|---|
| Critère $\varepsilon_{YY}^{*p}$ (en %) | **0.44** | **0.48** | **0.5** | **0.46** |

### IV.3.2.2 Analyse des critères obtenus et de l'évolution de la déformation plastique transversale cumulée

On note tout d'abord que les critères présentés Tableau 13 ont des valeurs relativement similaires d'un essai à l'autre (écart-type relatif inférieur à 10 %). On peut supposer que le critère déterminé est une valeur qui est intrinsèque au matériau étudié et qui ne dépend pas des paramètres de soudage ou encore de la géométrie de la pièce (résultats identiques pour les géométries 1 et 2). Il serait alors possible de l'appliquer dans d'autres configurations de soudage, en vue de prédire la fissuration à chaud.

On remarque ensuite que les valeurs affichées peuvent sembler relativement faibles (~0.5 %). Elles sont cependant du même ordre de grandeur que des critères comparables rencontrés dans la littérature (~1% [119], [123]). Il faut tenir compte du fait que ces valeurs ne considèrent que la composante plastique de la déformation, et ce uniquement dans un intervalle de température très restreint (ΔT=14 °C à environ 1400 °C ou encore 7.5 % d'intervalle de fraction de solide). De plus, dans le cas des fissures à chaud que nous avons observées post mortem en microtomographie X sur des éprouvettes (Chapitre II), il a été observé que la déformation transversale se concentrait sur un seul film liquide interdendritique (aucune ramification de fissure). Par conséquent ces déformations peuvent être localement plus élevées. A titre comparatif, un élément de maillage fait 400 µm de côté dans cette zone, donc en valeur absolue la déformation calculée vaut environ 2 µm. Quand on compare la valeur de déformation à un espacement interdendritique secondaire estimé à 5 µm (Chapitre II), elle représente 40 % de cette longueur caractéristique. Cette déformation peut donc être significative à cette échelle qui est celle considérée notamment dans le critère RDG présenté au Chapitre I. Si l'on considère un espacement interdendritique primaire évalué à 50 µm (Chapitre II), la déformation calculée est nettement moins significative (~4%).

Il faut également ajouter le fait que le retrait de solidification n'est pas pris en compte dans les valeurs de déformations affichées. Il est possible d'estimer l'impact qu'aurait eu ce phénomène sur la valeur du critère en supposant que le retrait de solidification évolue linéairement avec la fraction de solide. On connaît la valeur du retrait linéaire pour l'ensemble de l'intervalle de solidification (IV.2.3.1 : 2.17 %). Etant donné que le BSFR représente un intervalle de 7.5 % de fraction de solide, le retrait de solidification à associer aux critères présentés vaut 0.16 %. Ceci n'est pas négligeable par rapport aux valeurs des critères de

fissuration (~30%) mais ne changerait pas leur ordre de grandeur si le phénomène était pris en compte dans le calcul.

Dans l'optique de déterminer quel pourrait être l'impact des paramètres de soudage et/ou de la géométrie de l'éprouvette sur la fissuration à chaud, nous nous intéressons également à l'évolution de la valeur de $\varepsilon_{YY}^{p}$ dans le BTR pour les diverses configurations abordées. La Figure 109 montre qu'il existe un gradient de la déformation $\varepsilon_{YY}^{p}$ atteinte dans le BTR en fonction de la position considérée sur l'axe de symétrie de l'éprouvette. En effet, pour l'essai G1E3 par exemple, la déformation $\varepsilon_{YY}^{p}$ atteinte vaut 0.76% dans la zone d'amorce de l'arc (X2) et 0.46% dans la zone d'arrêt de fissure (X100). Ceci est dû à la variation de section de l'éprouvette qui a une incidence directe sur la déformation qui s'applique à l'arrière du bain de fusion (largeur d'éprouvette dans la zone d'amorce: 20 mm, dans la zone d'arrêt du défaut : 44 mm). Une éprouvette plus large induira une déformation $\varepsilon_{YY}^{p}$ plus faible à l'arrière du bain. Par conséquent la fissure s'arrêtera plus rapidement car la déformation appliquée à l'alliage en fin de solidification ne sera plus suffisante. C'est la raison pour laquelle nous avons choisi des éprouvettes de géométrie trapézoïdale pour les essais auto-bridés (Chapitre II).

Ceci est vérifié grâce à l'essai G2E4 réalisé avec les mêmes paramètres de soudage que l'essai G1E3, mais sur une éprouvette plus large (géométrie 2). On observe que la fissure s'est moins propagée. En effet, la déformation critique $\varepsilon_{YY}^{*p}$ est atteinte pour une coordonnée X=73 mm (largeur d'éprouvette 44 mm) au lieu de X=100 pour l'essai G1E3 (largeur d'éprouvette 44mm).

Le gradient de déformation $\varepsilon_{YY}^{p}$ cumulé dans le BTR par unité de largeur d'éprouvette est le même pour ces deux essais (G1E3 et G2E4). Il vaut environ -0.012 %/mm. Pour les essais G1E4 et G1E10, les valeurs obtenues pour le gradient sont respectivement -0.022 %/mm et -0.015 %/mm. Un gradient plus important a pour conséquence de limiter la propagation du défaut, la déformation critique étant atteinte plus rapidement. On pourrait supposer que l'énergie linéique apportée lors du soudage a un impact étant donné que nous avions vu au Chapitre II qu'elle favorisait la propagation du défaut.

On constate effectivement que le gradient est plus faible dans les cas où l'énergie linéique est plus importante (330 J/mm pour G1E3 et G2E4 contre 300 J/mm pour G1E4 et G1E10). Cependant les essais G1E4 et G1E10 ont été réalisés avec la même énergie linéique et présentent malgré tout une nette différence de gradient. Cette différence est peut-être due aux intensités de soudage utilisées lors des essais (G1E4 : 150A et G1E10 : 110A). Dans le Chapitre II, il avait également été constaté qu'une intensité plus élevée tendait à augmenter le risque de fissuration.

S'il est possible de rationnaliser des tendances sur le comportement de la fissuration en chaud en fonction des paramètres de soudage ou de la géométrie des pièces, il reste difficile d'établir des relations quantitatives qui relieraient ces différents éléments.

### IV.3.2.3 Etude de sensibilité du critère

Une question que peut soulever le choix du critère proposé réside dans la détermination de la valeur de la borne inférieure du domaine d'intégration de la déformation. La fraction de solide de 0.90 proposée vient de résultats observés par Giraud [18] en 2010.

Giraud a observé lors de l'étude du comportement rhéologique d'alliages d'aluminium (6061) à l'état pâteux que le liquide n'était plus en mesure de circuler dans le milieu pâteux pour des fractions de solide supérieures à 0.90 (chute de ductilité de l'alliage). Cependant, dans le cas des alliages de nickel, la viscosité du liquide est nettement plus élevée, ce qui en théorie devrait limiter la capacité du liquide à pouvoir circuler dans des canaux interdendritiques. A titre de comparaison, en ce qui concerne les éléments purs, la viscosité de l'aluminium vaut 1.39 mPa.s alors que celle du nickel vaut 4.35 mPa.s [114] à l'état liquide, soit une différence d'un facteur 3.

Par conséquent, il est probable que la fraction de solide à partir de laquelle la circulation du liquide n'est plus en mesure d'accommoder les déformations imposées à l'alliage pâteux soit réduite. Ceci abaisserait alors les bornes du BSFR et donc la borne de début d'intégration de la déformation plastique transversale avec pour conséquence une augmentation de la valeur du critère de fissuration.

Dans le cadre de l'étude de sensibilité du critère aux bornes d'intégration, nous supposons que le liquide cesse de circuler pour des fractions de solide supérieures ou égales à 0.85 (au lieu de 0.9 précédemment). A titre de comparaison, nous étudions également le cas où la borne d'intégration inférieure correspondrait à la cohérence du matériau semi-solide ($f_s$ = 0.6).

La Figure 110 représente l'évolution de la déformation plastique transversale d'un point situé de long de l'axe de soudage en fonction de son histoire thermique. Le point est positionné à l'abscisse X = 100 mm où la fissure s'arrête (essai G1E3). On note qu'il suit le même type de déformations qu'un point situé dans la zone d'amorçage de l'arc (X = 2 mm, Figure 106) : zone de compression avant le passage de la torche, puis la déformation n'a plus de sens physique à l'état liquide jusqu'à ce que l'alliage commence à se solidifier (Figure 110 (b)). Les déformations s'exercent alors en traction. La valeur du critère correspond à la déformation plastique atteinte entre les bornes du domaine d'intégration (la fin de domaine d'intégration correspondant à la coalescence du semi-solide).

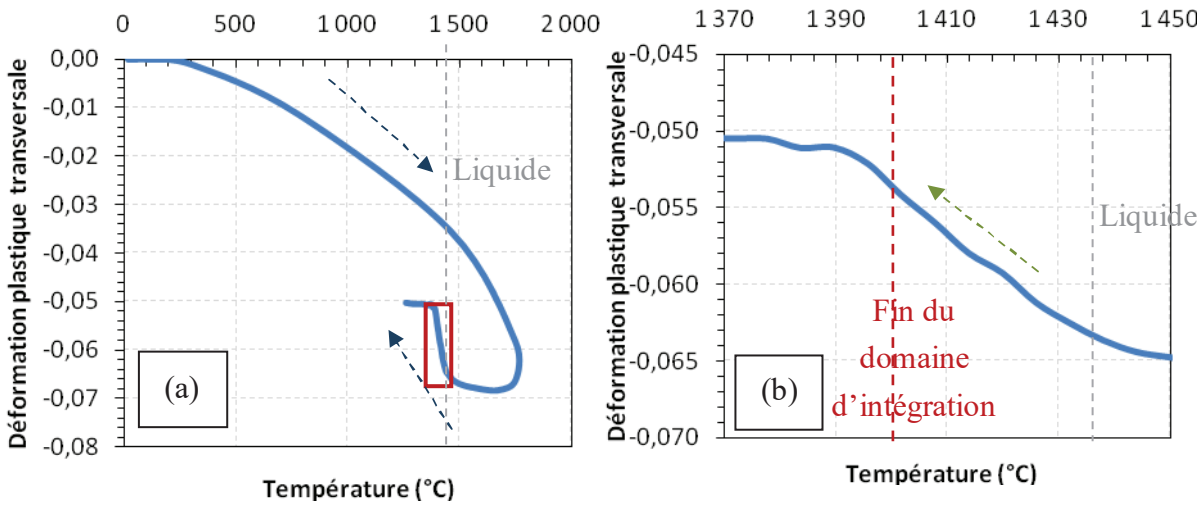



*Figure 110 : Evolution de la déformation plastique transversale en fonction de la température pour un nœud du maillage situé sur dans la zone d'arrêt de fissure (G1E3) : (a) vue d'ensemble ; (b) zoom sur l'intervalle de solidification (rectangle rouge (a))*

Pour une borne inférieure du domaine d'intégration valant 0.85, la déformation est considérée sur un intervalle de fraction de solide de 12 % au lieu de 7.5 % (soit environ 60 % de plus). On observe Tableau 14 que le critère $\varepsilon_{YY}^{*p}$ vaudrait en moyenne 0.58 % (0.84 % en y associant le retrait de solidification) ce qui représenterait une augmentation non négligeable (~25 %) mais nettement inférieure à l'augmentation du domaine d'intégration. Ceci est dû au changement de pente que l'on peut observer Figure 110 (b) vers 1420 °C.

En considérant une borne inférieure correspondant au phénomène de cohérence ($f_s$=0.6), on obtient un critère $\varepsilon_{YY}^{*p}$ qui vaut approximativement 0.75 % (1.56 % en y associant le retrait de solidification).

Les valeurs obtenues des déformations critiques pour les différentes bornes d'intégration sont résumées dans le Tableau 14.

*Tableau 14 : Critères de fissuration $\varepsilon_{YY}^{*p}$ obtenus à partir des essais auto-bridés G1E3, G1E4, G1E10 et G2E4 pour différentes valeurs de bornes d'intégration*

| Critère $\varepsilon_{YY}^{*p}$ (en %) | *G1E3* | *G1E4* | *G1E10* | *G2E4* |
|---|---|---|---|---|
| $f_s^{Ferm}$=0.90 (1415 °C) | **0.44** | **0.48** | **0.5** | **0.46** |
| $f_s^{Ferm}$=0.85 (1420 °C) | **0.54** | **0.62** | **0.57** | **0.6** |
| $f_s^{Ferm}$ =0.60 (1429 °C) | **0.78** | **0.78** | **0.7** | **0.81** |

Cette analyse montre que le choix des bornes du domaine d'intégration est crucial dans le cadre de la détermination d'un critère de fissuration à chaud et que l'impact du retrait de solidification n'est pas négligeable, plus particulièrement quand on considère de larges intervalles de fraction de solide.

On peut également se demander quel serait l'impact d'une mauvaise mesure de largeur d'arrêt de fissure (Chapitre II). En supposant que l'on commet une erreur de mesure de 1 mm, l'erreur sur le critère $\varepsilon_{YY}^{*p}$ calculé vaudrait approximativement 0.02% ce qui est quasiment négligeable.

## *IV.4 Conclusion*

Au travers de ce chapitre, nous avons défini une source thermique équivalente et un modèle de loi de comportement mécanique en vue de modéliser les essais de soudage pour à terme proposer un critère de fissuration à chaud. Les paramètres associés au modèle thermomécanique ont été identifiés en utilisant les résultats des expériences développées dans les Chapitres II et III.

Les résultats de la modélisation thermomécanique ont permis d'obtenir l'évolution des chargements mécaniques à l'arrière du bain au cours de divers essais auto-bridés. Enfin, l'analyse de ces chargements a débouché sur l'identification de critères de fissuration à chaud pour chaque essai. Les critères obtenus sont très proches d'un essai à l'autre, mais également d'une géométrie d'éprouvette à une autre. La valeur de la déformation plastique transversale atteinte dans le BTR retenue est 0.48 % (le BTR est défini ici comme étant l'intervalle de température correspondant à un intervalle de fraction de solide compris entre 0.900 et 0.975). On peut supposer que ce critère est intrinsèque au matériau étudié, l'Inconel 600. Il faut cependant rappeler qu'il repose sur la formulation de nombreuses hypothèses (état de contraintes planes, propriétés mécaniques de l'Inconel 600 identiques à l'état solide d'une coulée à une autre, et identiques pour les coulées étudiées en zone pâteuse à fraction de solide donnée etc…). De plus, la modélisation thermomécanique n'a pas directement pris en compte le retrait de solidification qui contribue fortement à l'apparition de fissures à chaud au cours de la solidification. A noter également l'utilisation d'éléments cohésifs permettant de prendre en compte l'ouverture de la fissure à l'arrière du bain et de relaxer les champs de contrainte en fond de fissure.

Afin de valider la méthodologie développée dans cette thèse et les critères sur lesquels elle débouche, il serait intéressant de la confronter à d'autres essais de soudage qui permettraient de la valider (ou de l'infirmer). Un essai auto-bridé se rapprochant des configurations de soudage de l'industrie comme l'essai CTP (« Circular Patch Test », Chapitre I) serait un bon cas de figure.

# CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette thèse était de proposer une méthodologie permettant de prédire le risque d'apparition de fissuration à chaud de solidification pour un alliage base nickel, dans le cadre d'un projet visant à anticiper les conséquences du soudage à l'aide d'outils numériques. Pour cela, deux approches expérimentales ont été considérées dans le but d'identifier le comportement du matériau jusqu'à son état pâteux et les conditions de chargement thermomécanique menant à l'apparition du défaut. Les résultats obtenus lors des expériences ont permis la modélisation thermomécanique des essais de soudage (provoquant l'apparition de fissures) qui a conduit à l'établissement d'un critère de fissuration à chaud à partir des champs de déformation calculés.

L'étude bibliographique a posé les bases de la méthodologie adoptée au cours de ces travaux de thèse. Dans l'optique de prédire l'apparition de fissuration à chaud, notre choix s'est porté sur un critère de type mécanique, fondé sur une déformation plastique critique dans l'intervalle de fragilité de l'alliage considéré. Ce type d'approche est adapté à un code traitant la zone pâteuse comme un milieu continu équivalent, ce qui est le cas de *Code_Aster*, code de mécanique du solide développé par EDF, utilisé pour cette étude. Pour pouvoir déterminer ce critère, il est nécessaire de réaliser des essais permettant d'obtenir les conditions nécessaires à la fissuration à chaud. L'état de l'art sur les différents types d'essais nous a conduit à opter pour des essais de soudage auto-bridés relativement simples à mettre en œuvre et à modéliser. Enfin, cette étude bibliographique a souligné l'importance de connaître le comportement mécanique de l'alliage de la température ambiante à sa zone pâteuse, plus particulièrement pour des critères de type mécanique. C'est pourquoi des essais de caractérisation mécanique spécifiques ont été développés.

Dans un premier temps, nous avons mis en place un dispositif expérimental permettant d'étudier l'amorçage et la propagation de fissurations à chaud dans l'Inconel 600 en fonction des paramètres de soudage. Cet essai, de type auto-bridé, utilise une éprouvette trapézoïdale dont la géométrie conduit à une variation du chargement thermomécanique le long du cordon de soudure du fait d'une variation de section (plus l'éprouvette est large, moins la fissure se propage). Les éprouvettes ont été instrumentées en température afin d'identifier les

paramètres de la source thermique équivalente utilisée dans le modèle thermomécanique. Les résultats obtenus lors des essais montrent que le défaut a tendance à davantage se propager pour des intensités et des énergies linéiques plus élevées. Les campagnes d'essais réalisées ont donné les conditions nécessaires à l'établissement du critère : différentes longueurs de fissures associées à différents jeux de paramètres de soudage. A noter cependant que sur les deux géométries d'éprouvettes trapézoïdales qui ont été étudiées, la reproductibilité des essais n'est pas très bonne. Afin de limiter la dispersion des résultats, il est capital de bien maîtriser les paramètres opératoires.

La seconde étude expérimentale de cette thèse a porté sur l'étude du comportement mécanique de l'Inconel 600 de la température ambiante à la zone de transition pâteuse, ce qui fait l'originalité de cette thèse. En effet, il est rare que les modèles de comportement utilisés dans la modélisation thermomécanique du soudage soient établis à partir d'essais de caractérisation allant jusqu'à l'état semi-solide, plus particulièrement pour les alliages à haut point de fusion. Ces propriétés sont généralement extrapolées à partir de résultats expérimentaux obtenus à des températures qui dépassent très rarement 1150 °C.

Des essais Gleeble à l'état solide ont été réalisés par le laboratoire LIMATB de l'Université de Bretagne Sud jusqu'à 1250°C. Nous avons développé parallèlement un dispositif expérimental à l'Université de Grenoble permettant d'étudier le comportement de l'Inconel 600 à l'état solide à plus haute température (>1250°C) et à l'état semi-solide aux alentours de 1400 °C (en refusion partielle ainsi qu'en solidification partielle). Les résultats montrent une très faible ductilité du milieu pâteux, plus particulièrement pour les essais en refusion où l'on a observé un phénomène de décohésion intergranulaire. L'analyse du comportement du semi-solide a permis notamment d'évaluer la fraction de solide de coalescence qui est nécessaire à l'établissement de notre critère. D'une manière plus générale, l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette deuxième étude expérimentale ont été utilisés pour identifier les paramètres des modèles de comportement qui ont servi à la modélisation des essais de soudage, en supposant que le comportement du matériau lors des essais mécanique est représentatif de celui du soudage.

Dans un troisième temps, les résultats issus des deux approches expérimentales ont été introduits dans le modèle thermomécanique utilisé pour la modélisation bidimensionnelle des essais auto-bridés. Ce modèle considère une source thermique équivalente et une loi de comportement élasto-viscoplastique. Des éléments cohésifs permettant de tenir compte de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'arrière du bain ont également été introduits au centre du cordon de soudure. Afin de permettre d'étendre les paramètres du modèle thermomécanique déterminés par les essais mécaniques à toutes les nuances d'Inconel 600 (moyennant une condition sur leur teneur en soufre), des hypothèses ont été formulées. On considère entre autres qu'à fraction de solide donnée, les propriétés du milieu pâteux sont les

mêmes pour toutes les nuances d'Inconel 600 (ayant une teneur en soufre inférieure à 10 ppm).

L'analyse des champs de déformation calculés à l'arrière du bain de fusion a débouché sur l'identification de critères de fissuration à chaud pour différents essais. Les divers critères obtenus sont très proches pour des paramètres de soudage et des géométries d'éprouvettes différents, ce qui nous conduit à supposer que ce critère est intrinsèque à l'Inconel 600. La valeur de déformation plastique transversale atteinte dans l'intervalle de fragilité retenue est 0.48 % (0.64% si l'on rajoute la contribution du retrait de solidification qui par défaut n'est pas prise en compte dans la modélisation thermomécanique). Une étude sur la définition de l'intervalle de fragilité de l'alliage a montré que la valeur du critère était très dépendante des bornes fixées pour cet intervalle.

La méthodologie adoptée permet ainsi d'aboutir à la proposition d'un critère de fissuration à chaud qui présente l'avantage d'être déterminé à partir de bases de données expérimentales et de présenter des résultats cohérents d'un essai de soudage à un autre. On pourrait néanmoins proposer plusieurs voies d'amélioration qui permettraient de renforcer (ou non) la procédure suivie.

Tout d'abord, il serait intéressant de vérifier les hypothèses formulées lors de l'établissement du modèle de comportement mécanique de l'Inconel 600. A savoir :

- Les propriétés mécaniques de l'Inconel 600 sont identiques à l'état solide pour une température donnée quelle que soit la nuance de l'alliage
- Les propriétés mécaniques de l'Inconel 600 sont identiques à l'état semi-solide pour une fraction de solide donnée quelle que soit la nuance de l'alliage

Pour cela il faudrait réaliser des essais de caractérisation mécanique à l'état solide et à l'état pâteux sur d'autres coulées d'Inconel 600. De plus, ceci permettrait d'identifier l'influence de différents éléments comme les éléments d'addition Si, Ti ou encore Mn qui jouent un grand rôle sur les bornes de l'intervalle de solidification et dans le phénomène de fissuration à chaud. Si les hypothèses énoncées ci-dessus étaient confirmées, la réalisation d'essais auto-bridés sur d'autres nuances d'Inconel 600 permettrait de renforcer cette validation si les résultats obtenus concordent également. En ce qui concerne le comportement de l'Inconel 600, il faut entre autres garder à l'esprit que les essais de caractérisation ont été réalisés dans des conditions isothermes. Or la fissuration de solidification apparaît dans des conditions anisothermes lors du soudage. Pour consolider l'étude du comportement pâteux de l'alliage étudié, on pourrait envisager la réalisation d'essais de traction anisothermes en fin de solidification. La comparaison des résultats obtenus à ceux des essais isothermes permettrait ensuite de vérifier si ces derniers rendent bien compte du comportement du matériau lors du

soudage (anisotherme).

Il faudrait aussi travailler sur la modélisation thermomécanique. L'utilisation d'un modèle 3D permettrait de s'affranchir des hypothèses d'un état de contraintes planes et de champs de températures homogènes dans l'épaisseur. Cela autoriserait notamment l'application de conditions limites thermiques physiquement plus proches de l'expérience. Un maillage plus fin au niveau de l'alliage en cours de solidification permettrait d'avoir plusieurs éléments compris dans l'intervalle de fragilité et de mieux rendre compte des chargements mécaniques qui y règnent. Cependant, ces approches seraient probablement très coûteuses en temps de calcul. L'utilisation d'un remaillage dynamique pourrait limiter ce problème.

Un élément important à souligner dans le cadre des essais de soudage effectués est le fait qu'il n'y a pas eu de métal d'apport dans les cordons réalisés, ce qui en général n'est pas le cas lors de l'utilisation du procédé de soudage TIG dans l'industrie. Par conséquent, il serait utile de réaliser une étude similaire impliquant l'utilisation d'un métal d'apport.

Enfin, il serait très intéressant d'appliquer la méthodologie adoptée dans cette thèse à un autre type d'essai auto-bridé que celui réalisé sur éprouvettes trapézoïdales. Nous pourrions par exemple suggérer l'essai CPT abordé dans le Chapitre I qui propose une approche du soudage plus proche des configurations industrielles (soudage circulaire, avec ou sans métal d'apport). Si le critère obtenu correspond à celui déterminé sur les éprouvettes trapézoïdales, cela confirmerait qu'il est bien intrinsèque au matériau étudié et pourrait être appliqué dans d'autres configurations.

# Glossaire et notations

## Glossaire

**BTR (Brittle Temperature Range)** : domaine de température dans la zone de transition pâteuse où le réseau dendritique peut transmettre des efforts mais est susceptible de ne pas y résister du fait de la non accommodation des déformations par circulation de liquide.

**Chemin de solidification** : variation de la fraction solide en fonction de la température au cours de la solidification.

**DDC** (Ductility-Dip Cracking): fissuration par chute de ductilité

**FAC :** fissuration à chaud en solidification

**Température de coalescence** ($T^{Coal}$) : au cours de la solidification, température à laquelle la formation des ponts entre les dendrites est suffisamment forte pour résister aux déformations du réseau solide. Associée à une **fraction de solide de coalescence** (généralement $0.94<f_s^{Coal}<0.99$).

**Température de cohérence** ($T^{Coh}$) : au cours de la solidification, température à laquelle les dendrites entrent en contact les unes les autres, causant la formation d'un réseau cohérent capable de transmettre les efforts.

**ZF :** Zone Fondue

**ZPF :** Zone Partiellement Fondue

**ZAT :** Zone Affectée Thermiquement

**ZTP :** Zone de transition pâteuse

**HCS** : Hot Cracking Sensitivity

**REP :** Réacteurs à Eau Pressurisée

## Notation

$\beta = \dfrac{\rho_S}{\rho_L} - 1$ : coefficient de contraction volumique

$\rho_L$ = masse volumique du liquide (Kg/m$^3$ )

$\rho_S$ = masse volumique du solide (kg/m$^3$)

$\lambda_2$ =espace interdendritique (µm)

$\mu$: viscosité dynamique en (Pa.s)

$\rho_C$ : capacité calorifique (J/K)

$f_L$ : fraction de liquide

$f_S$ : fraction de solide

$\dot{\varepsilon}$ : vitesse de déformation ($s^{-1}$)

$\varepsilon^p$ : déformation plastique

$\varepsilon^{vp}$ : déformation visco-plastique

$\sigma_S$ : tenseur des contraintes effectives sur le squelette solide (MPa)

$G = \dfrac{dT}{dx}$ : gradient de température (°C/mm)

$K$= perméabilité intrinsèque du milieu poreux (m²)

$V_t = \dfrac{dx}{dt}$ : vitesse d'avancée du front de solidification (m/s).

$V_{T_{coalescene}}^{T_{Cohérence}}$ : vitesse de refroidissement entre la température de coalescence et de cohérence (°C/s)

$\Omega$ : potentiel viscoplastique ( $f(\underline{\hat{\sigma}}_S, f_S, T)$ )

$k_i = X_i^{L*} / X_i^{s*}$ : coefficient de partage (microségrégation en solidification à l'équilibre)

# Références


[1] S. D. Kiser, “Arc welding of nickel alloys,” in *Metals Handbook, 9th edition, Vol 6 : Welding, Brasing and Soldering*, pp. 436–445.

[2] C. Boucher, “Aspect métallurgique du soudage des alliages base Nickel amployés dans la construction des équipements sous pression,” in *Colloque AFIAP 1989 “Fabrication - Soudage - Contrôle”*, 1989.

[3] S. D. K. John N. Dupont, John C. Lippold, *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys*. Wiley, 2009.

[4] P. Scott, F. Cattant, and O. Raquet, “Matériaux pour les tubes de GV REP et leur résistance à la CSC,” in *Evolution du choix des matériaux : petites et grandes histoires*, 2008.

[5] S. J. Zinkle and G. S. Was, “Materials challenges in nuclear energy,” *Acta Materialia*, vol. 61, no. 3, pp. 735–758, Feb. 2013.

[6] G. Mathers, “Job Knowledge,” *Connect*, no. October, pp. 4–5, 2010.

[7] S. Jeng and Y. Chang, “The influence of Nb and Mo on the microstructure and mechanical properties of Ni – Cr – Fe GTAW welds,” *Materials Science & Engineering A*, vol. 555, pp. 1–12, 2012.

[8] H. Hänninen, A. Brederholm, and T. Saukkonen, “Hot Cracking Susceptibility of Ni-Base Alloy Dissimilar Metal Welds,” in *Hot Cracking Phenomena in Welds II SE - 10*, T. Böllinghaus, H. Herold, C. Cross, and J. Lippold, Eds. Springer Berlin Heidelberg, 2008, pp. 171–191.

[9] B. S. D. Kiser and E. B. Hinshaw, “Nickel alloy welding requirements for nuclear service,” *Focus on Nuclear Power Generation*, 2005. [Online]. Available: http://focus-on-nuclear.com/pdf/TP_nickelalloy_welding.pdf.

[10] W. Wu and C. H. Tsai, “Hot Cracking Susceptibility of Fillers 52 and 82 in Alloy 690 Welding,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, no. February, pp. 417–426, 1999.

[11] B. Hemsworth, T. Boniszewski, and N. F. Eaton, “Classification and definition of hith

temperature welding cracks in alloys," *Metal construction and british welding journal*, pp. 5–16, 1969.

[12] K. Wolski and V. Laporte, "Grain boundary diffusion and wetting in the analysis of intergranular penetration," *Materials Science and Engineering A*, vol. 495, pp. 138–146, 2008.

[13] N. Mari, K. Wolski, and M. Biscondi, "Intergranular penetration and embrittlement of solid nickel through bismuth vapour condensation at 700 ° C," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 296, pp. 282–288, 2001.

[14] C. F. Old, "Liquid metal embrittlement of nuclear materials," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 92, no. 1, pp. 2–25, 1980.

[15] a. . Ramirez and J. . Lippold, "High temperature behavior of Ni-base weld metal," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 380, no. 1–2, pp. 245–258, Aug. 2004.

[16] Y. C. Zhang, H. Nakagawa, and F. Matsuda, "Weldability of Fe-36%Ni alloy (Report VI)," *Transactions of JWRI*, vol. 14, no. 5, pp. 125–134, 1985.

[17] S. Yamaguchi, "Effect of minor Elements on Hot Workability of Nickel-Base Superalloys," *Met. Technol.*, vol. 6, pp. 170–175, 1979.

[18] E. Giraud, "Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique d'une alliage d'aluminium 6061 à l'état pâteux : application à la fissuration à chaud lors du soudage TIG et FE," Thèse, Institut Polytechnique de Grenoble, 2010.

[19] E. Giraud, M. Suery, and M. Coret, "Mechanical Behavior of AA6061 Aluminum in the Semisolid State Obtained by Partial Melting and Partial Solidification," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 41, no. September, pp. 15–17, 2010.

[20] N. Wang, S. Mokadem, M. Rappaz, and W. Kurz, "Solidification cracking of superalloy single- and bi-crystals," *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 3173–3182, 2004.

[21] S. Vernède, P. Jarry, and M. Rappaz, "A granular model of equiaxed mushy zones : Formation of a coherent solid and localization of feeding," *Acta Materialia*, vol. 54, pp. 4023–4034, 2006.

[22] D. G. Eskin and L. Katgerman, "Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys," *Progress in Materials Science*, vol. 49, no. 5, pp. 629–711, Jan. 2004.

[23] M. Wintz, M. Bobadilla, and J. M. Jolivet, “Fragilité à la solidification des aciers : influence du carbone, du soufre et du phosphore,” *La revue de Métalurgie- CIT*, vol. 4, pp. 105–114, 1994.

[24] J. N. Dupont, C. V. Robino, and A. R. Marder, “Solidification modelling of Nb bearing superalloys,” 1997.

[25] M. J. Cieslak, “The welding and solidification metallurgy of Alloy 625,” *Welding Journal*, vol. 70, no. 2, pp. 49–56, 1991.

[26] J. . DuPont, C. . Robino, and a. . Marder, “Modeling solute redistribution and microstructural development in fusion welds of Nb-bearing superalloys,” *Acta Materialia*, vol. 46, no. 13, pp. 4781–4790, Aug. 1998.

[27] A. C. Lingenfelter, “Varestraint testing of Nickel alloys,” *Welding Journal*, vol. 51(9), p. 430s–436s, 1972.

[28] S. De vito, “Influence de la composition chimique et des conditions de refroidissement sur la fissuration à chaud d’alliages de nickel,” Thèse, Institut national polytechnique de Lorraine, 2000.

[29] E. Cicală, G. Duffet, H. Andrzejewski, D. Grevey, and S. Ignat, “Hot cracking in Al–Mg–Si alloy laser welding – operating parameters and their effects,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 395, no. 1–2, pp. 1–9, Mar. 2005.

[30] I. S. Maroef, M. D. Rowe, and G. R. Edwards, “The effect of Silicon and Iron on the Weldability of Ni-Co-Cr-Si HR-160 Alloy,” in *Hot Cracking Phenomena in Weld*, 2005, pp. 119–140.

[31] D. Cartaud, “Essais de fissuration à chaud : principes et critères d’application,” *Soudage et techniques connexes*, vol. 49, no. 9–10, pp. 17–28, 1995.

[32] V. P. Kujanpaa, S. A. David, and C. L. White, “Characterization of Heat-Afected Zone Cracking in Austenitic Stainless Steel Welds,” *Welding research*, no. August, 1987.

[33] C. D. Lundin, W. T. Delong, and D. F. Spond, “Ferrite-Fissuring Relationship in Austenitic Stainless Steel Weld Metals,” *Welding Research*, vol. 8, pp. 241–246, 1975.

[34] J. A. Brooks and F. J. Lambert, “The Effects of Phosphorus , Sulfur and Ferrite Content on Weld Cracking of Type 309 Stainless Steel cracking,” *Welding Reasearch Supplement*, pp. 139–143, 1978.

[35] B. Y. J. A. Brooks, “Weldability of High N , High Mn Austenitic Stainless Steel,” *Welding Reasearch Supplement*, pp. 189–195, 1975.

[36] V. Kujanpaa, N. Suutala, T. Takalo, and T. Moisio, “Correlation Between Solidification Cracking and Microstructure in Austenitic--Ferritic Stainless Steel Welds,” *Weld. Res. Int.*, vol. 9, no. 2, pp. 55–76, 1979.

[37] J. Zhang, “Effect of Ti and Ta on hot cracking susceptibility of directionally solidified Ni-based superalloy IN792,” *Scripta Materialia*, vol. 48, pp. 677–681, 2003.

[38] V. Shankar, T. P. S. Gill, S. L. Mannan, and S. Sundaresan, “Evaluation of Hot Cracking in Nitrogen-Bearing and Fully Austenitic Stainless Steel Weldments,” *Welding Research Supplement*, pp. 193–201, 1998.

[39] T. W. Nelson, J. C. Lippold, W. Lin, and W. A. Baeslack, “Evaluation of the Circular Patch Test for Assessing Weld Solidification Cracking , Part I Development of a Test Method,” *Welding Reasearch Supplement*, pp. 110–119, 1997.

[40] J. C. Lippold, J. W. Sowards, G. M. Murray, B. T. Alexandrov, and A. J. Ramirez, “Weld Solidification Cracking in Solid-Solution Strengthened Ni-Base Filler Metals,” in *Hot Cracking Phenomena in Welds II SE - 9*, T. Böllinghaus, H. Herold, C. Cross, and J. Lippold, Eds. Springer Berlin Heidelberg, 2008, pp. 147–170.

[41] F. Matsuda, H. Nakagawa, H. Kohmoto, Y. Honda, and Y. Mastubara, “Quantitative Evaluation of Solidification Brittleness of Weld Metal during Solidification by In-Situ Observation and Measurement (Report II),” *Transactions of JWRI*, vol. 12, no. 1, pp. 73–80, 1983.

[42] J. R. Donati, D. Guttmann, and G. Zacharie, “Influence of the boron content on the hot-cracking tendency in the heat-affected zone of welded austenitic stainless steels 18-10,” in *Meeting on alloy steels*, 1974.

[43] V. Shankar, T. P. S. Gill, S. L. Mannan, and S. Sundaresan, “Solidification cracking in austenitic stainless steel welds,” in *Sadhana : Academy Proceedings in Engineering Sciences (India)*, 2003, vol. 28, no. August, pp. 359–382.

[44] N. Kerrouault, “Thermo-elastoviscoplastic approach of the thermo-mechanical conditions for hot cracking,” in *Mathematical modeling of weld Phenomena 5*, 1999, vol. d, pp. 835–845.

[45] T. A. Siewert, C. N. McCowan, and D. L. Olson, “Ferrite Number Prediction to 100 FN in Stainless Steel Weld Metal,” *Welding Reasearch Supplement*, p. 289s–298s,

1988.

[46] J. Rogerson and J. Borland, “Effect of the shapes of intergranular liquid on the hot cracking of welds and castings,” *Trans. Met. Soc. AIME*, vol. 227, pp. 2–7, 1963.

[47] M. Braccini, “Optimisation des pièces moulées : étude des phénomènes de fissuration à chaud dans les alliages Al-Cu,” Institut National Polytechnique de Grenoble, 2000.

[48] D. G. Eskin and L. Katgerman, “A Quest for a New Hot Tearing Criterion,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38, no. July, pp. 1511–1519, 2007.

[49] A. Fallet, G. Chichignoud, C. L. Martin, M. Su, and P. Jarry, “Influence of barium addition on the microstructure and the rheological behaviour of partially solidified Al – Cu alloys,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 426, pp. 187–193, 2006.

[50] V. P. Kujanpaa, S. A. David, and C. L. White, “Formation of Hot Cracks in Austenitic Stainless Steel Welds — Solidification Cracking,” *Welding Reasearch Supplement*, pp. 203–2012, 1986.

[51] N. D. Souza and H. B. Dong, “Solidification path in third-generation Ni-based superalloys , with an emphasis on last stage solidification,” *Scripta Materialia*, vol. 56, pp. 41–44, 2007.

[52] A. Niel, “Etude et modélisation du phénomène de fissuration à chaud en soudage à l’arc : Application à l'alliage d'aluminium 6061,” Thèse, Université de Montpellier II, 2011.

[53] G. K. Sigworth, “Hot Tearing of Metals (96-155),” *Transactions of the American Foundrymen’s Society*, vol. 104, pp. 1053–1062, 1996.

[54] J. D. Wang and D. Gan, “Effects of grain boundary carbides on the mechanical properties of Inconel 600,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 70, pp. 124–128, 2001.

[55] T. W. Clyne and G. J. Davies, “Comparison between experimental data and theoretical predictions relating to dependence of solidification cracking on composition,” in *Solidification and Casting of Metals\ Proc. Conf.\, Sheffield, England, July 1977,*, 1979, pp. 275–278.

[56] L. Katgerman, “A Mathematical Model for Hot Cracking of Aluminium Alloys during DC Casting,” *Essential Readings in Light Metals: Cast Shop for Aluminum Production,*

*Volume 3*, pp. 907–911.

[57] O. Cerri, “Rupture à chaud dans les aciers au cours de leur solidification - Caractérisation expérimentale et modélisation thermomécanique,” Ecole des Mines de Paris, 2007.

[58] U. Feurer, “Quality Control of Engineering Alloys and the Role of Metals Science,” *Delft University of Technology, Delft, The Netherlands*, pp. 131–145, 1977.

[59] M. Rappaz, J.-M. Drezet, and M. Gremaud, “A new hot-tearing criterion,” *Metall. Mater. Trans. A.*, vol. 30A, pp. 449–56, 1999.

[60] Flemings, *Solidification processing*. 1974, p. 148.

[61] E. Giraud, M. Suery, and M. Coret, “Shear Behavior of AA6061 Aluminum in the Semisolid State Under Isothermal and Nonisothermal Conditions,” *Society*, 2011.

[62] B. Rogberg, “An Investigation on the Hot Ductility of Steels by Performing Tensile Tests on‘ In Situ Solidified’ Samples,” *Scand. J. Metall.*, vol. 12, no. 2, pp. 51–66, 1983.

[63] D. Dye, O. Hunziker, and R. C. Reed, “NUMERICAL ANALYSIS OF THE WELDABILITY OF SUPERALLOYS,” *Acta Materialia*, vol. 49, pp. 683–697, 2001.

[64] N. N. Prokhorov, “Resistance to hot tearing of cast metals during solidification,” *Russian Cast. Prod.*, vol. 2, pp. 172–75, 1962.

[65] B. Magnin, L. Maenner, L. Katgerman, and S. Engler, “Ductility and Rheology of an Al-4.5% Cu Alloy from Room Temperature to Coherency Temperature,” *Materials Science Forum*, vol. 217–222, pp. 1209–1214, 1996.

[66] A. Yamanaka, K. Nakajima, K. Yasumoto, H. Kawashima, and K. Nakai, “Measurement of Critical Strain for Solidification Cracking.” SUMITOMO METAL INDUSTRIES LTD AMAGASAKI (JAPAN) CENTRAL RESEARCH LABS, 1991.

[67] Y. M. O. K. Won, T. Yeo, D. J. I. N. Seol, and K. Y. U. H. Oh, “A New Criterion for Internal Crack Formation in Continuously Cast Steels,” vol. 31, no. August, pp. 779–794, 2000.

[68] N. Kerrouault, “Fissuration a chaud en soudage d’un acier inoxydable austénitique,” Thèse, Ecole Centrale Paris, 2000.

[69] Suyitno, W. H. Kool, and L. Katgerman, “Hot tearing criteria evaluation for direct chill casting of an Al-4.5Pct Cu alloy,” *Metall. Mater. Trans. A.*, vol. 36 A, pp. 1537–1546, 2005.

[70] M. Bellet, O. Cerri, M. Bobadilla, and Y. Chastel, “Modeling Hot Tearing during Solidification of Steels : Assessment and Improvement of Macroscopic Criteria through the Analysis of Two Experimental Tests,” *Metallurgical and Materials Transactions A,*, vol. 40, pp. 2705–2717, 2009.

[71] T. Finton and J. Lippold, “Standardization of the Transvarestraint Test-A Statistical Study using Austenitic Stainless Steels and Nickel-Base Alloys,” *Edison Welding Institute Summary Report SR0402*, 2004.

[72] F. Matsuda, H. Nakagawa, K. Nakata, H. Kohmoto, and Y. Honda, “Quantitative Evaluation of Solidification Brittleness of Weld Metal during Solidification by Means of In-Situ Observation and Measurement (Report I),” *Transactions of JWRI*, vol. 12, no. 1, pp. 65–72, 1983.

[73] W. Lin, J. C. Lippold, and W. A. Baeslack III, “An evaluation of heat-affected zone liquation cracking susceptibility, Part I: Development of a method for quantification,” *WELDING JOURNAL-NEW YORK-*, vol. 72, p. 135–s, 1993.

[74] K. WILKEN and H. KLEISTNER, “Les essais de fissuration à chaud d’assemblages soudés,” *Soudage et techniques connexes*, vol. 45, no. 5–6, pp. 48–57, 1991.

[75] G. M. Goodwin, “The effects of heat input and weld process on hot cracking in stainless steel,” *Welding Journal*, vol. 67, no. 4, pp. 88–94, 1988.

[76] P. T. Houldcroft, “A simple cracking test for use with Argon-arc Welding,” *British Welding Journal*, pp. 471–475, 1955.

[77] J. G. Garland and G. J. Davies, “A modified Houldcroft hot cracking test with improved reproductibility,” *Metal construction and british welding journal*, 1969.

[78] F. Matsuda and K. Nakata, “A new test specimen for self-restraint solidification crack susceptibility test of electron-beal welding bead,” *Transactions of JWRI*, vol. 11, no. 2, pp. 87–94, 1982.

[79] J. Wisniewski, “Modélisation de la fissuration à chaud en soudage par faisceau d’électrons d'un alliage CuCrZr,” Thèse, Université de Bretagne Sud, 2009.

[80] V. Ploshikhin, A. Prikhodovsky, M. Makhutin, A. Ilin, and H.-W. Zoch, “Integrated

Mechanical-Metallurgical Approach to Modeling of Solidification Cracking in Welds," in *Hot Cracking Phenomena in Weld*, 2005.

[81] M. Shibahara, H. Serizawa, and H. Murakawa, "Finite Element Method for Hot Cracking Using Temperature Dependent Interface Element ( Report II ) †," *Trans. JWRI*, vol. 29, no. 1, 2000.

[82] G. Qiu, J. Carpreau, M. Bellet, and J. Angles, "Modelisation de la fissuration à chaud en soudage d'un acier inoxydable austénitique," in *CSMA 2011*, 2011.

[83] C. Huang and S. Kou, "Liquation Cracking in Full-Penetration Al-Cu Welds," *Welding Journal*, no. February, 2004.

[84] T. Teng, P. Chang, and H. Ko, "Finite element analysis of circular patch welds," *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 77, no. 2000, pp. 643–650, 2001.

[85] S. A. David and J. J. Woodhouse, "Weldability test for thin sheet materials," *Welding Journal*, vol. 66, no. 5, p. 129s–134s, 1987.

[86] C. J. Bennett, S. B. Leen, E. J. Williams, P. H. Shipway, and T. H. Hyde, "A critical analysis of plastic flow behaviour in axisymmetric isothermal and Gleeble compression testing," *Computational Materials Science*, vol. 50, no. 1, pp. 125–137, Nov. 2010.

[87] D. Fabregue, "Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000," Institut National Polytechnique de Grenoble, 2004.

[88] B. Mireux, "Microtomographie in situ appliquée à la déformation et la solidification d'alliages d'aluminium," Thèse, Université de Grenoble, 2012.

[89] J. Salencon, "Chapitre I Le comportement élasto-plastique infinitésimal." Les Editions de l'Ecole Polytechnique, 2002.

[90] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux*, Hermès. 1993.

[91] H. J. Frost and M. F. Ashby, "Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics," 1982.

[92] R. Fortunier, "Comportement Mécanique des Matériaux." .

[93] W. M. van Haaften, W. H. Kool, and L. Katgerman, "Tensile behaviour of semi-solid

industrial aluminium alloys AA3104 and AA5182," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 336, no. 1–2, pp. 1–6, Oct. 2002.

[94] T. G. Nguyen, "Modélisation du comportement rhéologique d'alliages à l'état semi-solide," Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1991.

[95] C. L. Martin, D. Favier, and M. Suéry, "Viscoplastic behaviour of porous metallic materials saturated with liquid part I: Constitutive equations," *International journal of plasticity*, vol. 13, no. 3, pp. 215–235, 1997.

[96] A. Zavaliangos and L. Anand, "Thermo-elasto-viscoplasticity of isotropic porous metals," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 41, no. 6, pp. 1087–1118, 1993.

[97] A. R. Safari, M. R. Forouzan, and M. Shamanian, "Hot cracking in stainless steel 310s , numerical study and experimental verification," *Computational Materials Science*, vol. 63, pp. 182–190, 2012.

[98] H. Wu, P. Sun, F. Zhu, and S. Wang, "Tensile Flow Behavior in Inconel 600 Alloy Sheet at Elevated Temperatures," *Proceduria Engineering*, vol. 36, pp. 114–120, 2012.

[99] C. Pradille, "Vers une meilleure compréhension et caractérisation du comportement des aciers à trés haute température," Mines ParisTech, 2011.

[100] R. Kopp, J. Choi, and D. Neudenberger, "Simple compression test and simulation of an Sn–15% Pb alloy in the semi-solid state," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 135, no. 2–3, pp. 317–323, Apr. 2003.

[101] C. L. Martin, S. B. Brown, D. Favier, and M. Suery, "Shear deformation of high solid fraction (>60) semi-solid Sn-Pb under various structures," *Materials Science & Engineering A*, vol. 202, pp. 112–122, 1995.

[102] D. Fabregue, A. Deschamps, M. Suery, and J. M. Drezet, "Non-isothermal tensile tests during solidification of Al – Mg – Si – Cu alloys : Mechanical properties in relation to the phenomenon of hot tearing," *Acta Materialia*, vol. 54, pp. 5209–5220, 2006.

[103] M. Braccini, C. L. Martin, A. Tourabi, Y. Brechet, and M. Suery, "Low shear rate behavior at high solid fractions of partially solidified AlÁ 8 wt .% Cu alloys," vol. 337, pp. 1–11, 2002.

[104] E. L. S. Evier and L. N. Thanh, "Microstructure and compression behaviour in the semisolid state of short-fibre-reinforced A356 aluminium alloys," vol. 196, pp. 33–44,

1995.

[105] K. Hu, A. B. Phillion, D. M. Maijer, and S. L. Cockcroft, “Constitutive behavior of as-cast magnesium alloy Mg – Al3 – Zn1 in the semi-solid state,” *Scripta Materialia*, vol. 60, no. 6, pp. 427–430, 2009.

[106] M. Rowan, B. G. Thomas, R. Pierer, and C. Bernhard, “Measuring Mechanical Behavior of Steel During Solidification : Modeling the SSCC Test,” vol. 42, no. August, 2011.

[107] J.-Y. Li, S. Sugiyama, and J. Yanagimoto, “Microstructural evolution and flow stress of semi-solid type 304 stainless steel,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 161, no. 3, pp. 396–406, Apr. 2005.

[108] B. K. Hansson and H. Fredriksson, “On the Behavior of Hot Crack Formation During Solidification in Fe ± Ni Alloys **,” *Advanced Engineering Materials*, no. 1, pp. 66–77, 2003.

[109] M. S. Lewandowski and R. A. Overfelt, “High temperature deformation behavior of solid and semi-solid alloy 718,” *Acta Metallurgica*, vol. 47, no. 18, pp. 4695–4710, 1999.

[110] B.-Q. Shi and J. Liang, “Circular grid pattern based surface strain measurement system for sheet metal forming,” *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 50, no. 9, pp. 1186–1195, Sep. 2012.

[111] M. R. Twite, J. A. Spittle, and S. G. R. Brown, “The tensile properties of semi-solid aluminium alloys,” *International Journal of forming Processes*, vol. 7, pp. 233–260, 2004.

[112] W. M. van Haaften, W. H. Kool, and L. Katgerman, “Microstructural observations of cracking in AA5182 at semi-solid temperatures,” *mater. Science Forum*, pp. 265–270, 2000.

[113] S. Terzi, L. Salvo, M. Suéry, N. Limodin, J. Adrien, E. Maire, Y. Pannier, M. Bornert, D. Bernard, and M. Felberbaum, “In situ X-ray tomography observation of inhomogeneous deformation in semi-solid aluminium alloys,” *Scripta Materialia*, vol. 61, no. 5, pp. 449–452, Sep. 2009.

[114] David R. Lide, *Handbook of Chemistry and Physics, 89th edition*. .

[115] M. Sennour, L. Marchetti, F. Martin, S. Perrin, R. Molins, and M. Pijolat, “A detailed

TEM and SEM study of Ni-base alloys oxide scales formed in primary conditions of pressurized water reactor," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 402, no. 2–3, pp. 147–156, 2010.

[116] "http://www.code-aster.org."

[117] J. Lemaitre and J. L. Chaboche, *Mechnics of Solid Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1990, p. 289.

[118] A. Lindemann, J. Schmidt, M. Todte, and T. Zeuner, "Thermal analytical investigations of the magnesium alloys AM 60 and AZ 91 including the melting range," *Thermochimica Acta*, vol. 382, pp. 269–275, 2002.

[119] Y. Zhang, J. Carpreau, and M. Bellet, "Modélisation et simulation de fissuration à chaud de l'Inconel 600," Stage de fin d'étude, Mines Paritech, EDF R&D Chatou, 2012.

[120] S. Metal, "http://www.specialmetals.com/products/inconelalloy600.php." .

[121] H. M. Aarbogh, M. Hamide, H. G. Fjær, A. Mo, and M. Bellet, "Journal of Materials Processing Technology Experimental validation of finite element codes for welding deformations," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, pp. 1681–1689, 2010.

[122] J. Goldak, "A New Finite Element Model For Welding Heat Sources," *Metall. Trans. B*, vol. 15, pp. 587–600, 1984.

[123] N. Kerrouault and P. Pilvin, "FISSURATION À CHAUD EN SOUDAGE D'UN ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE = WELDING HOT CRACKING IN AN AUSTENITIC STAINLESS STEEL." .

# ANNEXES

## 1. Composition des alliages

Les coulées d'Inconel 600 numéro 1, 2 et 3 ayant servi pour les essais de soudage et les essais de traction à chaud à haute température et en zone pâteuse ont chacune été analysée sur plusieurs échantillons distincts avec deux techniques différentes. Le fait de prélever plusieurs échantillons par coulée permet d'identifier d'éventuelles macroségrégations à l'échelle de la coulée. Les différentes analyses ont été choisies en fonction de la valeur des teneurs à mesurer.

### Techniques utilisées

Pour les impuretés à très faibles teneurs (<200 ppm) : le soufre, le phosphore et le bore, les analyses ont été effectuées au sein des laboratoires du groupe EAG (Evans Analytical Group) situé à Toulouse via une technique appelée GDMS (« Glow Discharge Mass Spectroscopy » ou spectrométrie de masse à décharge luminescente). Le principe de la GDMS est la création d'un plasma d'argon sous faible pression qui par pulvérisation permet l'ionisation du matériau à analyser :

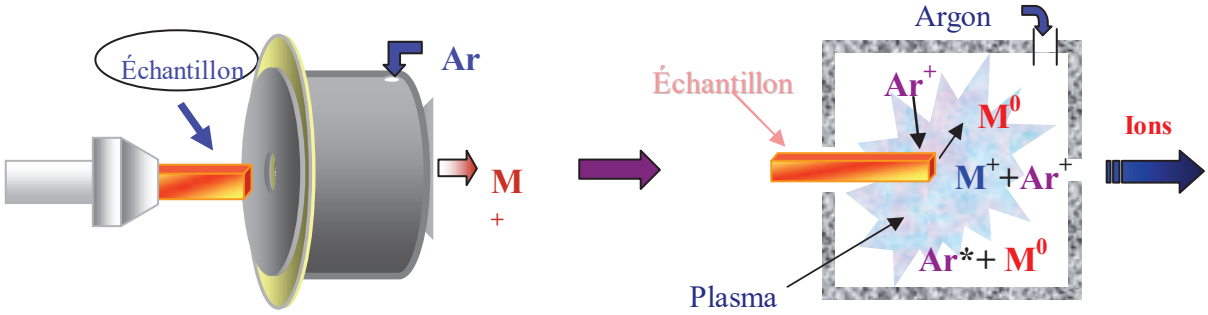



*Figure 111 : Schéma illustrant le principe de l'analyse GDMS*

De l'argon ultra pur (6N) est introduit dans la cellule. Une tension continue de 1 kV est appliquée entre l'anode (corps de la cellule) et la cathode (échantillon) afin d'amorcer le plasma. Les ions $Ar^+$ ainsi formés vont bombarder la surface de l'échantillon. Les particules extraites de l'échantillon sont ensuite ionisées pour former des espèces simples. Ces ions sont accélérés par une différence de potentiel, puis séparés par un champ magnétique selon leur rapport masse/charge (principe du spectromètre de masse). Le système de détection permet la détermination des éléments majeurs, mineurs, traces et ultra traces au cours d'un seul cycle

analytique, pour tous les éléments excepté l'hydrogène, les gaz nobles et les éléments instables. La haute résolution de l'appareil des laboratoires EAG de Toulouse permet de mesurer des concentrations de l'ordre du pourcent jusqu'à l'ultra trace (ppb) avec une incertitude de mesure de +/- 20% (source : Evans Analytical Group). C'est une technique fiable mais plus onéreuse que l'ICP.

Les teneurs « normales » des éléments dont la concentration est estimée supérieure à 0.1 % pds ont été analysées dans les laboratoires du Service Central d'Analyse (SCA, CNRS) de Villeurbanne par ICP (« Inductively Coupled Plasma » ou spectroscopie par torche à plasma). Le principe de cette technique d'analyse présente de nombreuses similitudes avec la technique GDMS (ionisation de l'échantillon en l'injectant dans un plasma d'argon qui est ensuite analysé soit par un réseau polychromateur (méthode optique), soit par spectrométrie de masse) mais reste moins performante pour les éléments trace (<100 ppm). En effet, le seuil de détection de cette technique est de l'ordre de 100 ppm qui permet néanmoins l'analyse de la quasi-totalité des éléments de l'alliage étudié. Pour ces analyses, les échantillons sont généralement mis en solution liquide par dissolution dans une solution acide.

## Résultats d'analyses

Les résultats obtenus pour les analyses des 3 coulées sont présentés dans le Tableau 15 (a). Comme mentionné précédemment, les analyses de P, B et S, moins nombreuses, ont été réalisées par GDMS. On note que les concentrations sont relativement homogènes dans chaque coulée, ce qui permet de considérer des teneurs moyennes pour nos modèles et/ou calculs thermodynamiques (Tableau 15 (b)).

*Tableau 15 : Teneurs mesurées en % pds : (a) Résultats bruts obtenus lors des analyses chimiques des différentes coulées des matériaux utilisés pour les essais de soudage et de traction à chaud ; (b) : concentrations moyennées*

| (a) | Fe | Cr | Ti | Si | Mn | Al | Pb | C | B | P | S |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Coulée 1-1 | 6,7 | 15,65 | 0,24 | 0,15 | 0,25 | 0,18 | 0,017 | 0,0535 | 0,00066 | 0,0022 | 0,00006 |
| Coulée 1-2 | 6,7 | 15,85 | 0,24 | 0,08 | 0,25 | 0,17 | 0,0172 | 0,06 | | | |
| Coulée 2-1 | 9,35 | 15,72 | 0,39 | 0,075 | 0,22 | 0,19 | 0,018 | 0,061 | 0,00072 | 0,0022 | 0,00056 |
| Coulée 2-2 | 9,04 | 15,3 | 0,38 | 0,05 | 0,19 | 0,16 | 0,02 | 0,0716 | 0,00073 | 0,0018 | 0,00072 |
| Coulée 2-3 | 9,14 | 15,35 | 0,38 | 0,12 | 0,19 | 0,19 | 0,017 | 0,0996 | | | |
| Coulée 3-1 | 8,26 | 14,65 | 0,27 | 0,34 | 0,58 | 0,1 | 0,0174 | 0,0773 | 0,0018 | 0,0085 | 0,00082 |
| Coulée 3-2 | 8,25 | 14,7 | 0,27 | 0,4 | 0,59 | 0,1 | 0,018 | 0,0758 | | | |
| Coulée 3-3 | 8,36 | 14,75 | 0,28 | 0,08 | 0,59 | 0,1 | 0,018 | 0,0733 | | | |

| (b) Moyennes | Fe | Cr | Ti | Si | Mn | Al | Pb | C | B | P | S |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Coulée 1 | **6,70** | **15,75** | **0,24** | **0,12** | **0,25** | **0,18** | **0,02** | **0,0568** | **0,0007** | **0,0022** | **0,0001** |
| Coulée 2 | **9,18** | **15,46** | **0,38** | **0,08** | **0,20** | **0,18** | **0,02** | **0,0774** | **0,0007** | **0,0020** | **0,0006** |
| Coulée 3 | **8,29** | **14,70** | **0,27** | **0,27** | **0,59** | **0,10** | **0,02** | **0,0755** | **0,0018** | **0,0085** | **0,0008** |

La composition des éprouvettes Gleeble (Coulée 4) est présentée dans le Tableau 16 (information provenant du certificat matière de la coulée) :

*Tableau 16 : Teneurs en %pds de la Coulée 4*

| (% pds) | C | Mn | Fe | Si | Ni | Cr | S | P |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Coulée 4 | 0.07 | 0.48 | 9.33 | 0.12 | 74.35 | 15.54 | 0.001 | 0.006 |

Pour rappel, la composition nominale des alliages de nickel de type 600 est définie de la façon suivante par le code RCC-M dans le Tableau 1 :

*Tableau 17 : Compositions chimiques spécifiées pour les alliages de nickel de type 600*

| *Eléments (%pds)* | *Alliage 600* |
|---|---|
| C | 0.10 |
| Si max | 0.50 |
| Mn max | 1.00 |
| P max | 0.025 |
| S max | 0.015 |
| Cr | 14.00 à 17.00 |
| Ni | 72.00 min |
| Cu max | 0.50 |
| Ti max | 0.50 |
| Fe | 6.00 à 10.00 |

Les différentes coulées analysées sont donc bien toutes en accord avec le code RCC-M.

# 2. Calculs thermodynamiques

## Introduction et objectifs

Dans le cadre de l'étude de la fissuration à chaud, défaut qui apparaît en fin de solidification, il est primordial de bien connaître le milieu pâteux de l'alliage étudié, entre les températures de solidus et de liquidus.

Il existe actuellement des logiciels qui permettent de déterminer numériquement de nombreuses données thermodynamiques des grandes familles d'alliages comme les aciers, les bases nickel, les alliages d'aluminium etc… Les données obtenues (évolution d'enthalpie, changement de phases, etc…) sont généralement issues de la méthode CALPHAD (*CALculation of PHAse Diagrams)*. Cette approche part du principe qu'un diagramme de phase est la manifestation d'un équilibre des propriétés thermodynamiques du système étudié, qui peut être calculé à partir des propriétés des phases individuelles.

Nous avons utilisé le logiciel Thermocalc™ développé en Suède, couplé à la base de données des bases Nickel TTNI8 de l'Ecole des Mines de Nancy.

Le modèle le plus couramment adopté pour les calculs de solidification est le modèle de Scheil-Gulliver qui considère que les éléments diffusent de façon instantanée dans le liquide, et ne diffusent pas dans le solide. Ces hypothèses sont intéressantes dans le cadre du soudage notamment. En effet, les vitesses de refroidissement rencontrées en soudage sont très rapides et on peut donc supposer que les éléments n'ont pas le temps de diffuser dans le solide. Dans le cadre des essais de traction à chaud, la solidification est plus lente ce qui rend le modèle moins fiable étant donné qu'il ne tient pas compte de la rétrodiffusion des éléments dans le solide. Ce phénomène est difficile à prendre en compte dans des modèles thermodynamiques car cela nécessite la connaissance des coefficients de diffusion des différents éléments dans les différentes phases, coefficients qui sont généralement mal connus.

L'objectif principal de ces calculs est d'établir le chemin de solidification de l'alliage étudié en traction à chaud, à savoir l'évolution de la fraction de solide en fonction de la température. Nous avons également considéré les chemins de solidification d'alliages dont les teneurs en différents éléments varient, de façon à estimer l'impact d'une variation de leur teneur et/ou des ségrégations sur l'intervalle de solidification.

Les éléments suivants dont les teneurs sont supérieures à 0.1% ont été pris en compte dans le calcul : Cr, Ni, Fe, Si, Ti, Mn, Al. Pour les Coulées 1, 2 et 3, en comparant les résultats des calculs thermodynamiques avec les résultats d'analyses thermiques (DSC, analyse thermique

simple), nous avons constaté un écart non négligeable au niveau de la température de solidus (Figure 112 (a) courbe rouge ; (b) DSC). En effet, si l'on considère la température de solidus calculée pour l'alliage étudié (Coulée 3), elle est nettement en deçà de ce qui a été observé expérimentalement en DSC ou lors des essais de traction à chaud en zone de transition pâteuse. Les analyses thermiques, les essais en zone pâteuse ainsi que les observations microscopiques réalisés sur cette nuance permettent de situer la température de solidus aux alentours de 1355°C (alors que l'on obtient une température de solidus inférieure à 1300 °C lors des calculs thermodynamiques).

Cette différence entre théorie et expérience vient probablement de l'absence de prise en compte de la rétrodiffusion dans le calcul thermodynamique. En effet, les hypothèses du modèle de Scheil ont pour conséquence l'aspect asymptotique de la courbe obtenue pour les plus hautes fractions de solide (à $f_s$=0.98, T = 1355 °C et à $f_s$=0.99, T = 1329 °C). La conséquence directe est une température de solidus sous-estimée. Il faudrait idéalement effectuer les calculs thermodynamiques en tenant compte de la rétrodiffusion, ce qui implique de connaître les coefficients de diffusion des différents éléments dans les phases liquide et solide (bases de données de mobilité de Thermocalc™) dont nous ne disposons pas.

## Méthode de "recalibration"

Nous proposons donc une approche empirique fondée sur nos observations expérimentales de façon à faire concorder les solidus calculés et mesurés. Cette approche conduit à l'établissement d'un chemin de solidification légèrement modifié à partir des résultats des calculs thermodynamiques.

Si l'on considère le chemin de solidification calculé pour la Coulée 3 (Figure 112 (a) : courbe rouge), la température de solidus (1355 °C, cf DSC) est atteinte pour une fraction de solide de 0.98. Le principe consiste à considérer que le solidus est atteint pour une fraction de solide égale à 0.98 (au lieu de 1 en théorie) puis à redimensionner la courbe de façon à ce qu'elle atteigne une valeur de fraction solide de 1, simplement en l'étirant linéairement ($fs^* = fs \times 1/0.98$). Cette modification est illustrée Figure 112 pour la coulée 3 ayant servi pour les essais de traction à chaud en zone pâteuse. Tous les chemins de solidification présentés dans cette thèse ont subi cette modification (en gardant la fraction de solide 0.98 pour toutes les recalibrations). Les résultats obtenus pour les Coulée 1 et 2 en appliquant cette méthode montrent une bonne cohérence entre les courbes calculées modifiées et les courbes DSC (cf Chapitre VI 1.2.3).

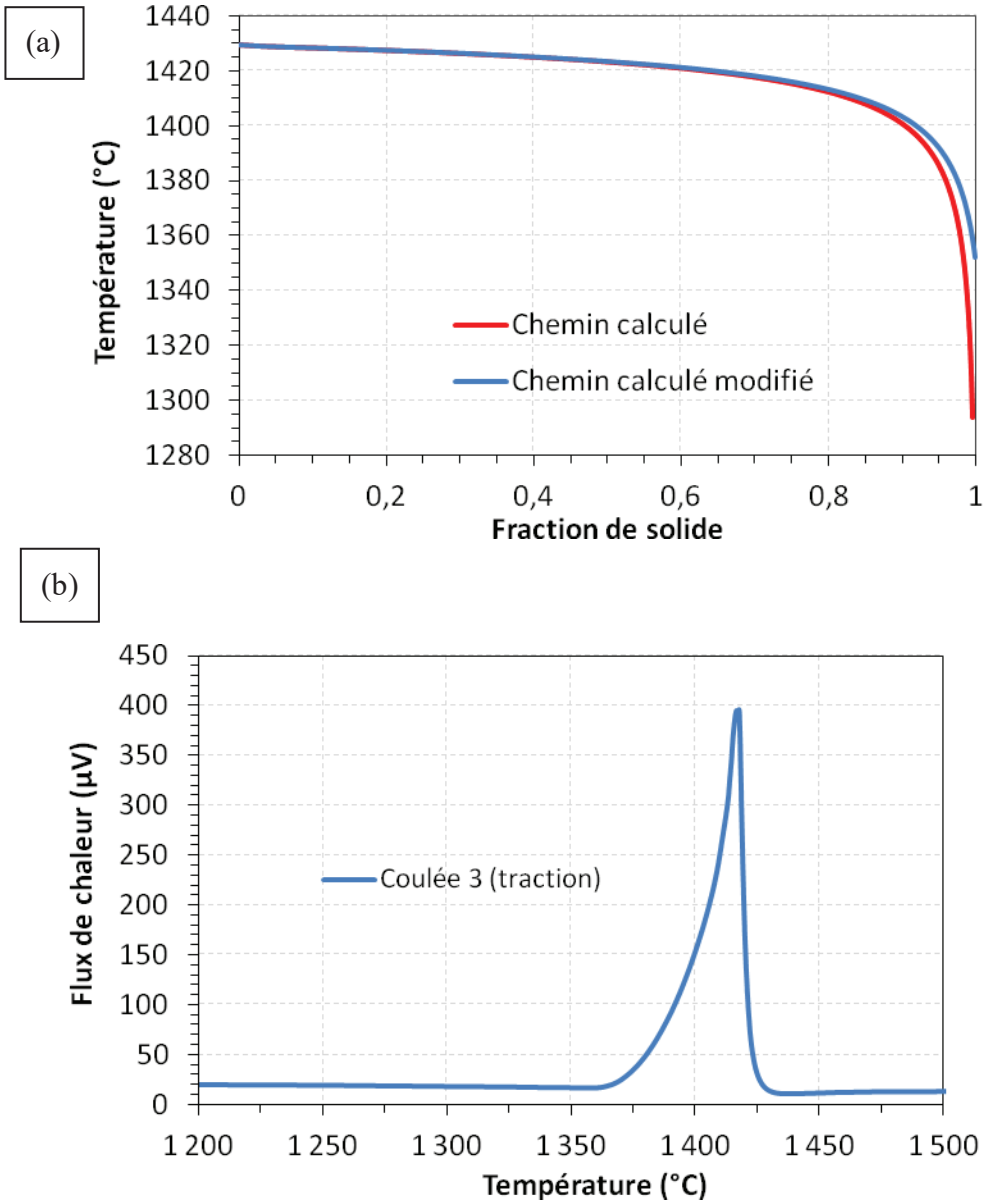



*Figure 112 : (a) chemins de solidification calculé et modifié pour la Coulée 3 ; (b) courbe DSC de la Coulée 3*

## Résultats et analyses

Des calculs complémentaires de chemin de solidification ont été effectués en faisant varier les concentration des différents éléments. La Figure 113 illustre l'influence que peut avoir la teneur de différents éléments sur le chemin de solidification de l'Inconel 600. Elle représente les chemins de solidification calculés de différentes nuances d'Inconel 600 (recalibrées) avec le modèle de Scheil et la base de données nickel TTNI8.

On peut voir l'effet de la variation des différents éléments sur le chemin de solidification en considérant les courbes « MAX***i***» qui représentent la composition nominale moyenne de l'alliage avec la teneur de l'élément ***i*** fixée au maximum de ce qu'autorise la norme RCC-M

des Inconel 600 (cf Tableau 1 Annexe 1). Les teneurs des autres éléments sont fixées à la valeur moyenne des fourchettes données par le code RCC-M (par exemple le chrome peut varier entre 14 et 17 % pds, sa valeur moyenne sera 15.5 % pds). « MINTT » et « MAXTT » correspondent aux alliages où tous les éléments d'addition ont été mis à leur extremum (le nickel étant la balance).

La courbe en traits épais (noire) représente le chemin de solidification de la nuance d'Inconel 600 dans laquelle ont été usinées les éprouvettes de traction à chaud (TAC : Coulée 3).

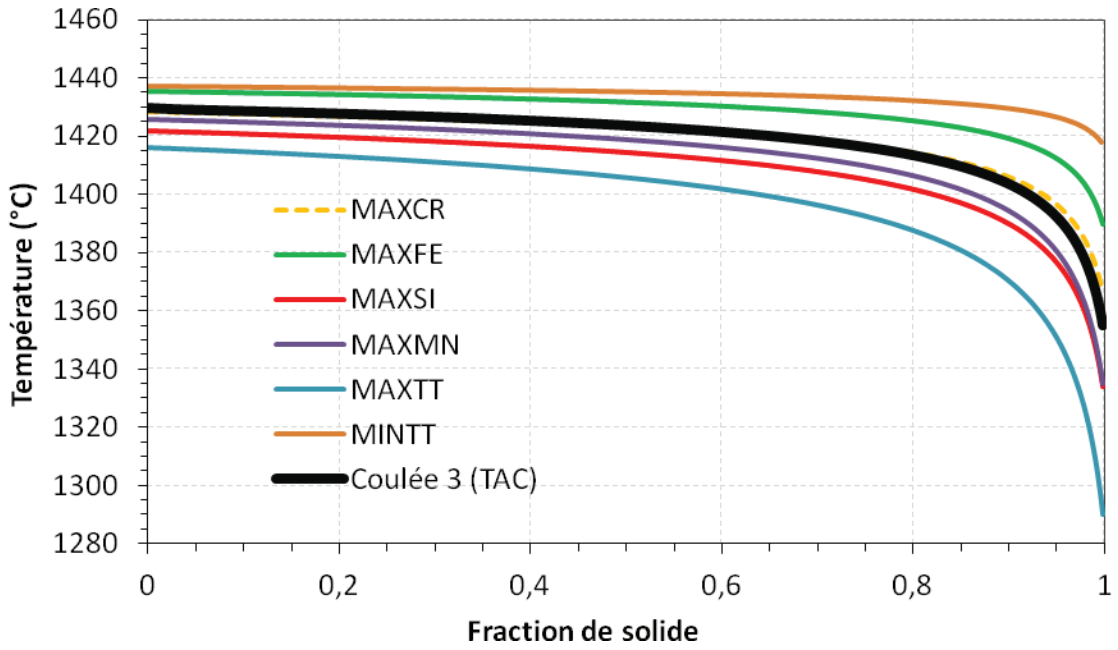



*Figure 113 : Synthèse des résultats obtenus lors du calcul du chemin de solidification pour différentes compositions « extrêmes » de nuances d'Inconel 600*

On constate que les alliages les plus chargés sont ceux qui ont les températures de transus les plus basses (notamment au niveau du solidus), et les intervalles de solidification les plus importants, les éléments minoritaires étant les plus influents (MAXTI, MAXSI, MAXMN). Le manganèse (en violet) et le silicium (rouge) ont les impacts les plus importants. Il s'agit des éléments qui ségrégent le plus et qui ont donc tendance à augmenter les intervalles de solidification. Leur effet est très marqué à hautes fractions de solide (domaine d'apparition de la fissuration à chaud). En augmentant l'intervalle de solidification, ces éléments augmentent la taille du domaine de fragilité des alliages qui sont alors plus exposés au risque de fissuration de solidification. Cependant, pour conclure sur l'impact d'un élément il faut tenir compte d'autres aspects (notamment métallurgiques). En effet, si l'on considère le Mn, il est connu pour avoir un effet positif pour l'alliage, du fait de sa capacité à former des sulfures de manganèse, neutralisant ainsi le soufre qui favorise grandement la fissuration à chaud même pour des teneurs très faibles (dizaines de ppm).

On note à l'inverse que le chrome ou le fer ont une influence beaucoup plus faible (des variations supérieures au pourcent affectent moins le chemin de solidification que des variations de l'ordre du dixième de pourcent d'éléments comme le Si, le Ti ou le Mn).

Un alliage MINTT quasiment assimilable à un ternaire Ni-Cr-Fe présente un intervalle de solidification beaucoup plus étroit et une température de solidus sensiblement plus élevée. Il est probable que cet alliage est moins exposé au risque de fissuration à chaud étant donné son petit intervalle de fragilité en température (BTR).

La Figure 113 montre ainsi que pour deux nuances d'Inconel 600 différentes, les chemins de solidification peuvent sensiblement varier (courbes MINTT et MAXTT), et par conséquent les alliages être plus ou moins sensible à la fissuration à chaud.

# 3. Essais auto-bridés préliminaires

Nous présentons ici les principaux résultats obtenus lors d'une étude préliminaire effectuée avec une autre cellule de soudage, non instrumentée (paramètres de soudage non enregistrés). Ils présentent de nombreuses différences avec ceux présentés dans le Chapitre II et ne permettent pas d'établir de relation entre la propagation de fissure et les paramètres de soudage utilisés. Ils soulignent en revanche la nécessité de bien maîtriser les paramètres opératoires lors des essais, qui est une condition sine qua non pour la détermination ultérieure d'un critère de fissuration à chaud. Ils ont néanmoins permis de développer le dispositif d'instrumentation en température et de soulever la question d'un éventuel gradient de déformation lié à la largeur des éprouvettes. C'est pourquoi dans l'étude qui a suivi, présentée Chapitre II, nous avons utilisé deux géométries d'éprouvettes trapézoïdales présentant des variations de section différentes.

Le dispositif expérimental se décompose en deux parties principales (Figure 114) :

- **une cellule de soudage** qui comprend un robot Staubli TX90 sur lequel est fixée une torche de soudage TIG adaptée, un bloc de béton qui sert de support à un système de bridage d'éprouvette, le dispositif d'instrumentation en température (thermocouples, bornier) et des caméras permettant de visualiser le déroulement des expériences de l'extérieur. L'ensemble est entouré de rideaux rouges opaques pour protéger du rayonnement les personnes présentes dans le laboratoire.

- **une partie pilotage et acquisition** (à l'extérieur de la cellule) incluant le pilotage du robot, de la torche de soudage (via un pc dédié), des caméras, et une station d'acquisition pour les mesures de température.

Le robot pilote le déplacement de la torche dans les 3 dimensions, il fixe ainsi la vitesse d'avancée de la torche. La torche TIG est équipée d'un système de régulation en hauteur d'arc (AVC) qui permet de maintenir une distance constante électrode-échantillon (et donc en théorie une tension constante). Le dispositif d'AVC a présenté des problèmes à plusieurs reprises lors des expériences ; il est donc possible que la régulation en tension d'arc n'ait pas été pleinement maîtrisée.

Les essais ont lieu dans la cellule et sont pilotés de l'extérieur (partie pilotage et acquisition) pour des raisons de sécurité. En effet, le rayonnement de l'arc est très intense et peut conduire à des lésions oculaires graves et irréversibles. L'arc électrique peut également entraîner des perturbations de type électrostatiques et électromagnétiques susceptible du nuire au système d'acquisition et de pilotage. Ceci justifie l'emploi de câbles tressés et blindés, ainsi que d'une station d'acquisition National Instrument blindée développée pour ce type d'application.

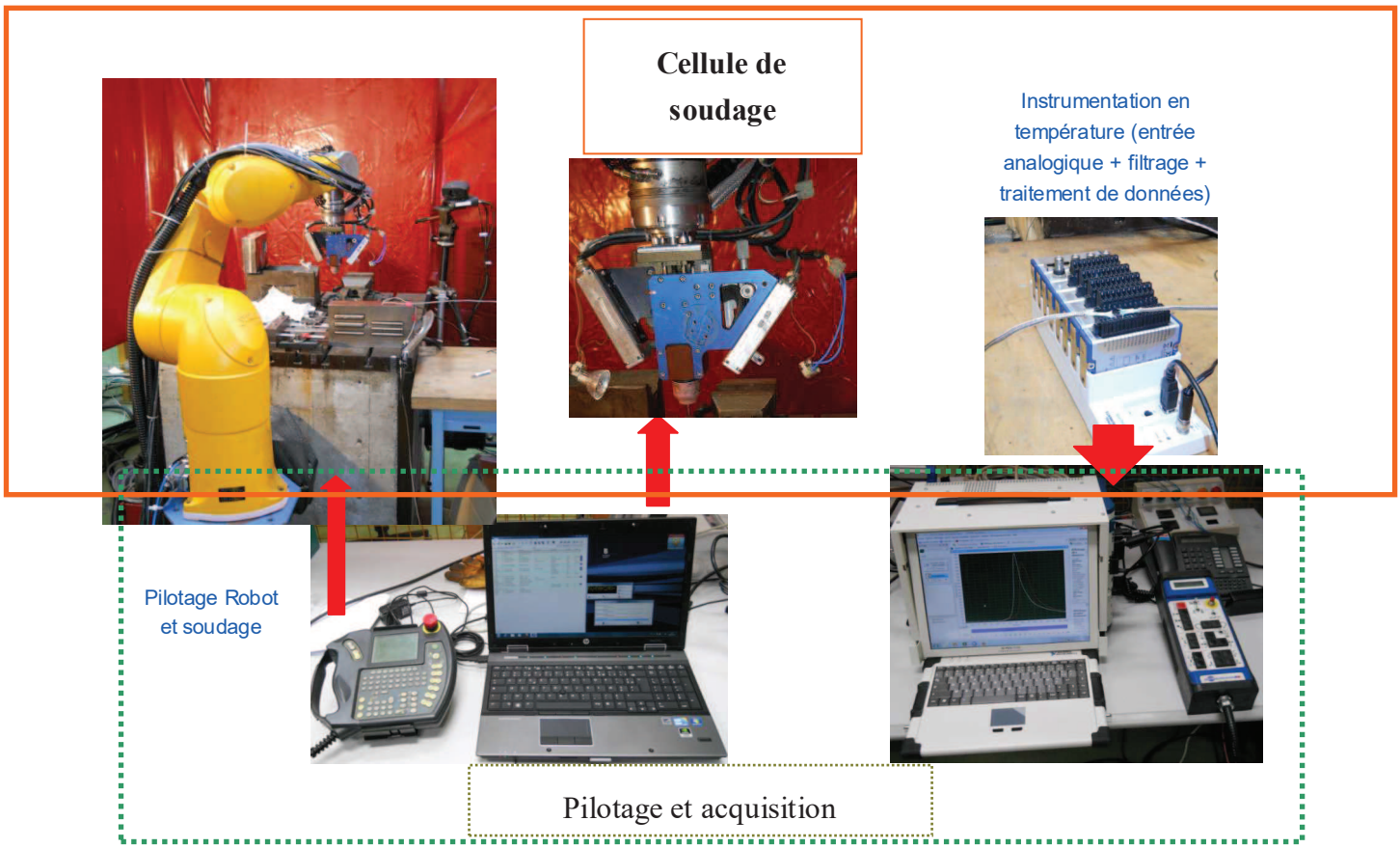



*Figure 114 : Dispositif expérimental : (a) cellule de soudage ; (b) partie pilotage et acquisition.*

## Principe de l'essai

L'essai mis en place suit le même principe que celui présenté dans le Chapitre II, à savoir effectuer une ligne de fusion débouchante sur une éprouvette trapézoïdale plane encastrée à son extrémité la plus large. La géométrie d'éprouvette adoptée est la suivante qui correspond à la géométrie 2 (Chapitre II).

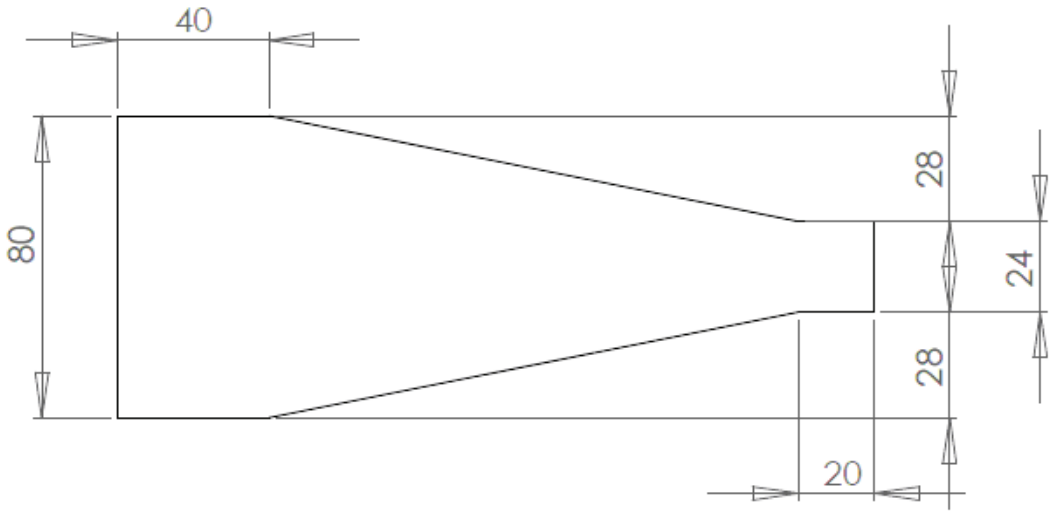



*Figure 115 : plan des éprouvettes trapézoïdales utilisées lors de la première campagne d'essais de fissuration à chaud, épaisseur 2 mm*

La notation des éprouvettes est définie ainsi : **C*i*E*j*** où « C » désigne une **C**ampagne d'essai, « *i* » le numéro de la campagne correspondante (ordre chronologique), « E » une **E**prouvette, et « *j* » le numéro de l'essai (suivant l'ordre chronologique dans lequel ils ont été réalisés).

C1E3 correspond à l'éprouvette du troisième essai de la première campagne d'essais. Un tableau indiquant les paramètres d'essai correspondants aux éprouvettes sera présenté par la suite.

## Plan d'expérience

**Matériau :** tôle fine de 2mm d'épaisseur, Inconel 600, coulée 3003918, certificat matière en accord avec les normes RRC-M de l'Inconel 600.

**Eprouvette :** Géométrie 2. Avant chaque essai, les éprouvettes sont brossées à la brosse métallique puis dégraissées de façon à limiter la présence d'impuretés (dégraissant N120 de la société BABBCO, conforme au code RCC-M, faibles teneurs en soufre).

**Conditions de soudage :**

La tension est fixée à 10V pour l'ensemble des essais (distance de consigne éprouvette-électrode d'environ 3 mm). Les électrodes utilisées sont en tungstène, de diamètre 2.4mm avec un angle d'affûtage de 30°. Le débit de protection gazeuse d'argon est d'environ 15 l/min. L'amorçage de l'arc se fait par contact de façon à éviter les perturbations électromagnétiques d'un amorçage à haute fréquence sur les acquisitions en température. Les cordons réalisés font en moyenne 130 mm de long.

Les vitesses de soudage varient de 3.25 à 4,87mm/s et les intensités de soudage de 95 à 130 ampères. Ces paramètres sont présentés dans le Tableau 8 pour chaque essai. Ils ont été choisis dans l'optique d'avoir un bain débouchant qui ne s'effondre pas, dans lequel apparaît systématiquement une fissure à chaud en début de cordon. La formation de la fissure est facilitée par le fait d'amorcer à proximité d'un bord libre de l'éprouvette. L'amorçage de l'arc à lieu de façon à ce que la distance du point d'amorce au bord libre soit inférieure au rayon du bain de fusion (typiquement 2 mm entre le point d'amorce et le bord libre).

## Résultats

Les paramètres des essais et les résultats associés sont présentés dans le Tableau 18.

Plus une éprouvette est large, moins une fissure à chaud peut s'y propager. Ce tableau de résultat représente donc les largeurs d'éprouvette auxquelles s'arrêtent les fissures. L'énergie linéique correspond à l'apport de chaleur par unité de longueur : $E_{nergie}L_{inéique} = \frac{Tension \times Intensité}{Vitesse_{Torche}}$.

*Tableau 18 : paramètres de soudage et résultats associés des essais préliminaires (sans mesure des paramètres de soudage sur un autre dispositif expérimental)*

| | Largeur arrêt FAC mm | intensité A | vitesse mm/s | Energie linéique J/mm | Rayon du bain (mm) |
|---|---|---|---|---|---|
| C1E1 | 49 | 100 | 3,67 | 273 | 3,25 |
| C1E2 | 44 | 95 | 3,67 | 259 | 3,00 |
| C1E3 | 38 | 95 | 3,25 | 292 | 3,25 |
| C1E4 | 43,5 | 105 | 3,85 | 273 | 3,25 |
| C1E5 | 41 | 105 | 3,60 | 292 | 3,40 |
| C1E6 | 45 | 105 | 3,85 | 273 | 3,25 |
| C1E7 | 39 | 105 | 3,60 | 292 | 3,3 |
| C1E8 | 41 | 112,5 | 3,85 | 292 | 3,5 |
| C1E9 | 47 | 100 | 3,67 | 273 | 3,3 |
| C1E10 | 44 | 120 | 3,85 | 312 | 3,80 |
| C1E11 | *PAS DE FAC* | 130 | 4,17 | 312 | 3,80 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| C1E12 | 45 | 130 | 4,17 | 312 | 3,8 |
| C1E13 | 46 | 112 | 4,48 | 250 | 3,1 |
| C1E14 | 43 | 112 | 4,67 | 240 | 3 |
| C1E15 | 43 | 112 | 4,87 | 230 | 3 |
| C1E16 | 44 | 110 | 3,50 | 314 | 3,6 |
| C1E17 | 43 | 112 | 4,30 | 260 | 3,2 |

L'évolution des largeurs d'éprouvettes auxquelles s'arrêtent les fissures sont représentées en fonction de l'énergie linéique Figure 116. On observe un nuage de point et une absence de relation entre la largeur d'arrêt de fissure et l'évolution de l'énergie linéique.

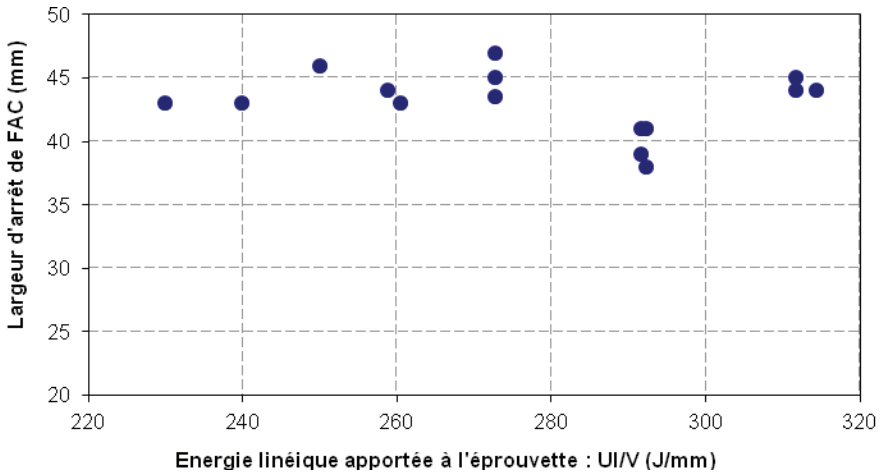
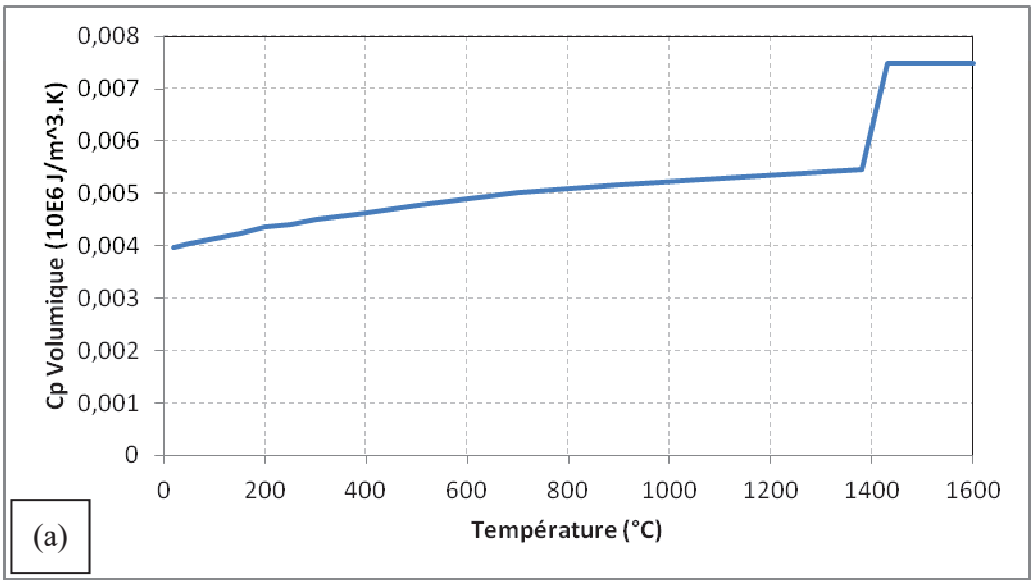


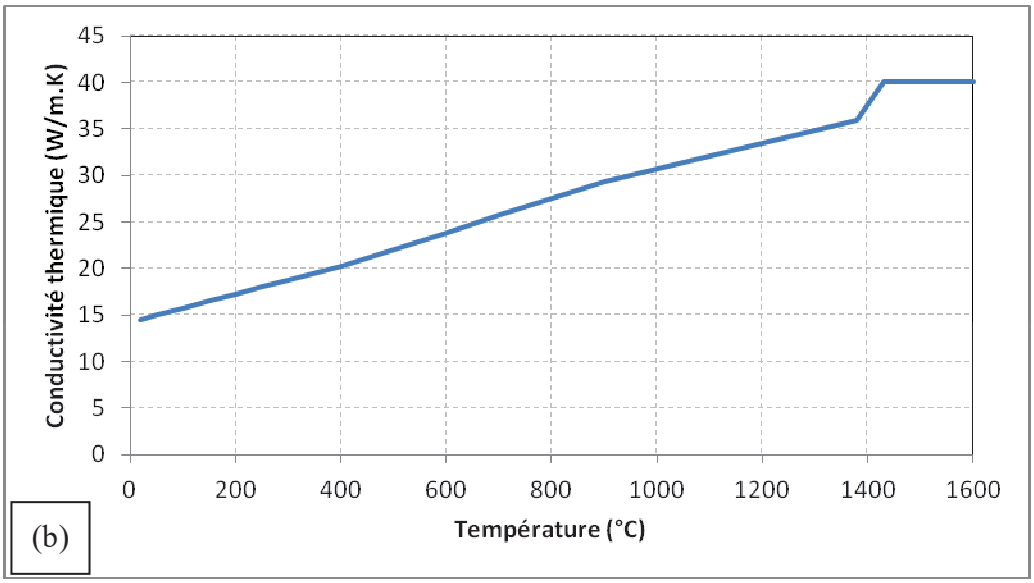

*Figure 116 : Evolution des largeurs d'éprouvette auxquelles s'arrêtent les fissures en fonction de l'énergie linéique apportée à l'éprouvette par le procédé*

Au cours de cette étude préliminaire, les paramètres opératoires (intensité / tension) n'ont pas pu être mesurés ou enregistrés. De plus les résultats obtenus sont peu reproductibles et très différents de ceux obtenus sur un autre dispositif (Chapitre II). Par conséquent, compte tenu des incertitudes sur les paramètres de soudage, ces essais n'ont pas été retenus.

# 4. Données thermophysiques

Nous présentons ici l'évolution en fonction de la température de données thermophysiques de l'Inconel 600 utilisées pour les calculs thermomécaniques. Ces données proviennent des bases de données matériaux d'EDF (code_ASTER) et du fournisseur SpecialMetal ®.



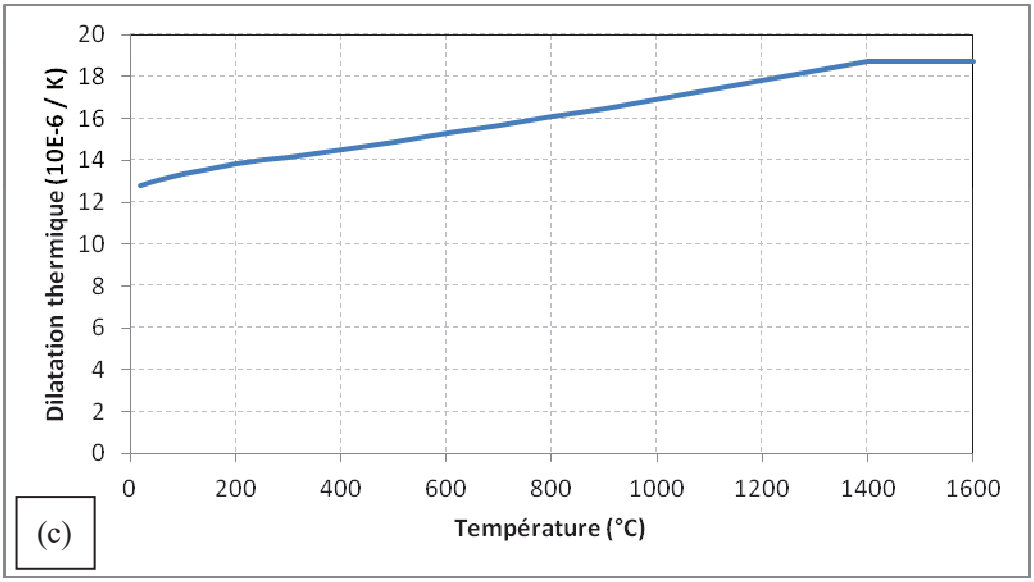



*Figure 117 : Evolution des données thermophysiques en fonction de la température : (a) Capacité calorifique volumique ; (b) Conductivité thermique ; (c) Coefficient de dilatation thermique*

# 5. Rapport synthétique des essais Gleeble

Les essais ont été réalisés à l'UBS sous la direction de Philippe PILVIN du laboratoire LIMatB dans le courant de l'année 2012. Voici les principaux extraits du rapport d'essais ainsi que les résultats expérimentaux.

## Introduction

Ce rapport résume de manière synthétique les résultats qui servent à l'identification d'un modèle élastoviscoplastique (EVP) disponible dans *Code_Aster* (VISC_CIN1_CHAB) sur une base de données expérimentale d'essais mécaniques réalisés sur la machine GLEEBLE de l'Université de Bretagne-Sud (températures d'essais comprises entre 20°C et 1250°C). Les essais ont été réalisés en plusieurs étapes (entre janvier et juillet 2012), en particulier pour mettre au point le pilotage des essais sous sollicitations cycliques avec passage en compression. Le matériau étudié est un alliage base Nickel de type Inconel 600 et le modèle de comportement sera utilisé pour effectuer des calculs par éléments finis (EF) pour modéliser des essais de soudage. L'utilisation d'essais cycliques est nécessaire pour caractériser la présence ou non d'une composante d'écrouissage cinématique dans la réponse du matériau. Avec les niveaux de déformation demandés et la géométrie des éprouvettes Gleeble, ces essais ont nécessité une mise au point supplémentaire pour trouver un compromis limitant les risques de flambement tout en conservant l'homogénéité du champ de température dans la zone centrale des éprouvettes.

## Présentation du dispositif expérimental

La machine Gleeble_3500 de l'Université de Bretagne-Sud est un dispositif thermomécanique complet permettant de reproduire sur une éprouvette métallique, en général instrumentée, des sollicitations thermique et mécanique imposées pour reproduire des chargements sévères associés à des procédés de mise en forme ou d'assemblages (ex: soudage, laminage). Cette machine permet également de réaliser des essais mécaniques et dilatométriques conventionnels sous atmosphère contrôlée ou sous vide secondaire dans une enceinte hermétique (Fig. 1b). Le chauffage des échantillons s'effectue par effet Joule avec des vitesses pouvant aller jusqu'à 5000 K/s. Les cinétiques de refroidissement sont plus lentes (de 1 à 100 K/s) sauf pour des géométries spécifiques (éprouvettes iso-quench). L'installation est constituée d'un système de commandes A (pupitre de commandes et ordinateur) et d'un banc d'essais B relié à un groupe hydraulique (Fig. A1a).

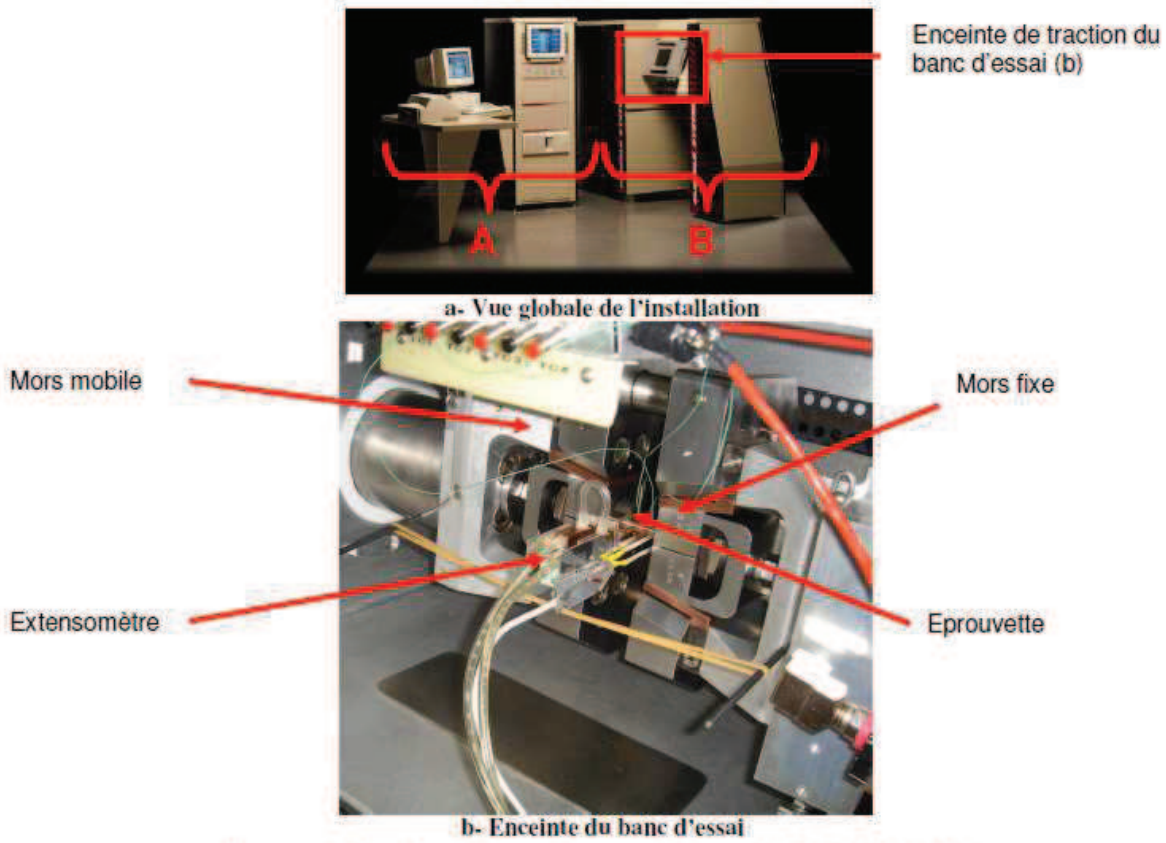
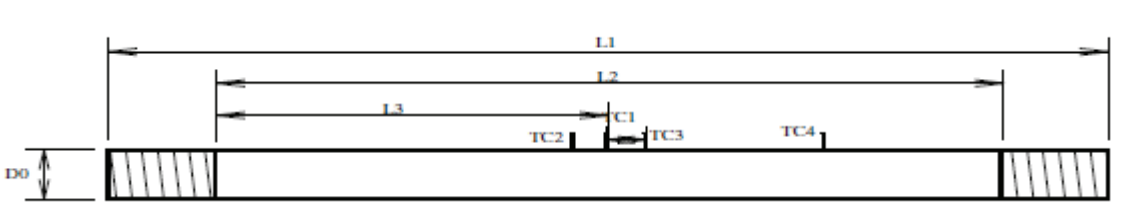



Figure A1 : Vues du simulateur thermomécanique Gleeble 3500 de l'UBS

**a- Vue globale de l'installation**
**b- Enceinte du banc d'essai**

*Figure 118 : Vues du simulateur thermomécanique Gleeble 3500 de l'UBS*

L'ensemble des données expérimentales utilisées pour l'identification des lois de comportement ont été obtenues sur des éprouvettes cylindriques GM10 (voir géométrie Figure 119) usinées à l'Atelier de Mécanique de l'UFR de « Sciences et Sciences de l'Ingénieur » de l'Université de Bretagne-Sud.




Longueur éprouvette : L1 149,78 mm Distance TC1-TC2 4,5 mm
Distance non filetée-TC1 L3 58,50 mm DistanceTC1-TC3 4,5 mm
Longueur non filetée : L2 117,00 mm DistanceTC1-TC4 20 mm

*Figure 119 : Dimensions typiques d'une éprouvette de traction GM10 (essai p1_06)*

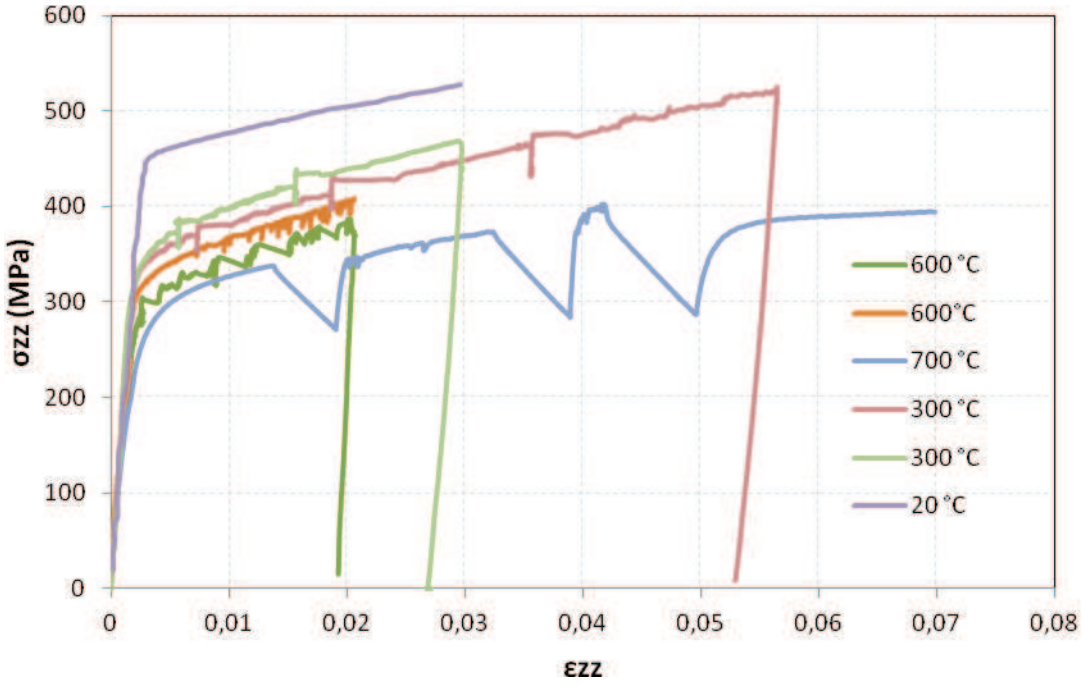
Ces éprouvettes sont issues de 3 plaques en Inconel 600 fournies par EDF, d'épaisseur 12,5 mm. Les éprouvettes sont repérées en fonction du numéro de la plaque et d'un numéro compris en 1 et 12. Ainsi l'éprouvette « p2_09 » (voir tableau 1) est la neuvième éprouvette prélevée dans la plaque n°2. Sur la base des essais réalisés, aucune influence significative du numéro des plaques n'a été observée sur les résultats mécaniques ou sur la mesure du coefficient de dilatation au chauffage. Ces éprouvettes sont sollicitées en traction et/ou compression uniaxée. Au voisinage du thermocouple central (TC1), les champs de contrainte, de déformation et de température sont quasiment homogènes. Les composantes axiale de la déformation : $eZZ=\ln(L/L_{INI})$ et/ou orthoradiale : $eTT=\ln(D/D_{INI})$ sont calculées à partir des mesures des extensomètres avec comme configuration de référence celle à la température de l'essai. La contrainte moyenne dans l'éprouvette (sZZ) est estimée à partir du quotient de la force axiale par l'aire de la section droite de l'éprouvette en tenant compte des dimensions actuelles (contrainte de Cauchy).

## Résultats expérimentaux

Les Figure 120 et Figure 121 illustrent les résultats expérimentaux obtenus au cours des essais Gleeble pour des températures comprises entre la température ambiante et 1250 °C au cours d'essais de traction avec sauts de vitesse et d'essais cycliques. Les vitesses utilisées varient de $2.10^{-5}$ $s^{-1}$ à $5.10^{-3}$ $s^{-1}$.

(a)

Essais monotones :



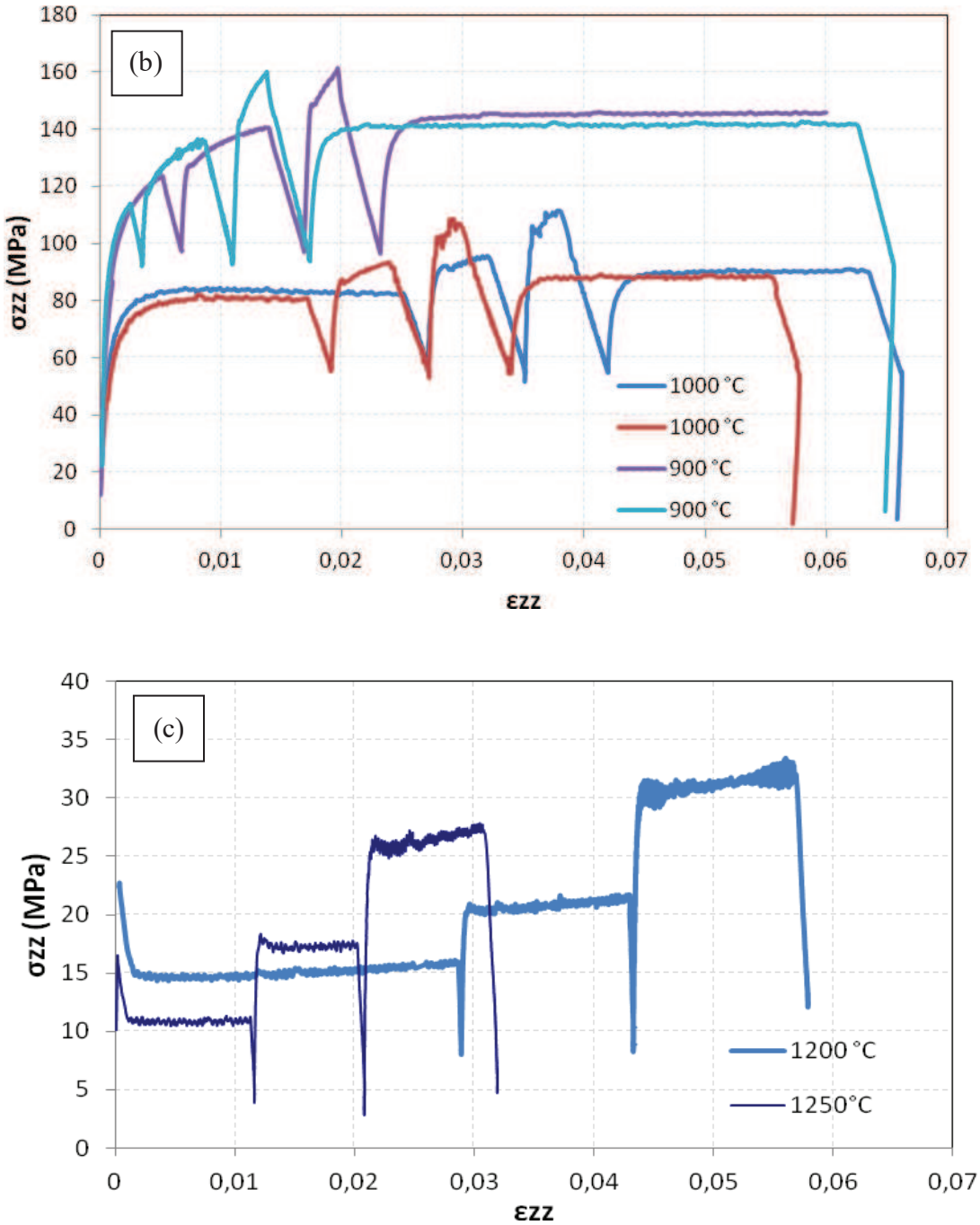
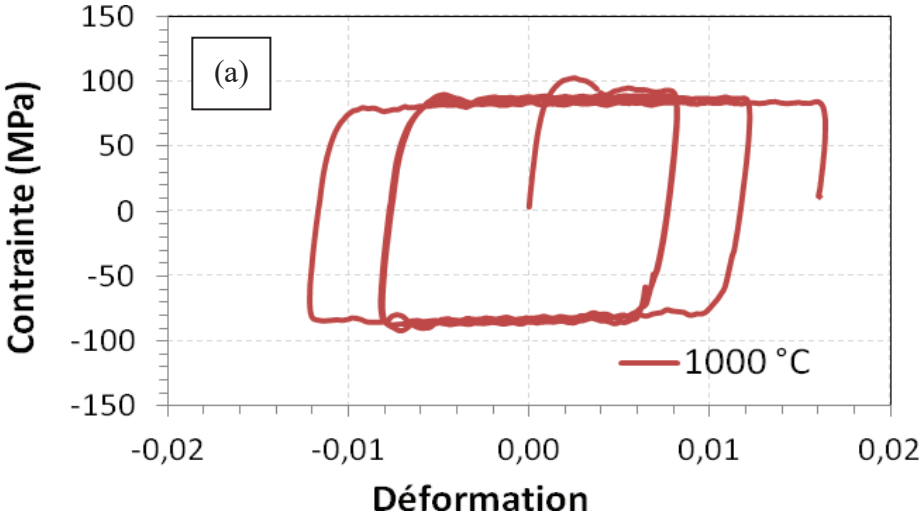



*Figure 120 : Résultats d'essais Gleeble monotones (traction) : (a) de 20 °C à 700 °C ; (b) de 900 °C à 1000 °C ; (c) de 1200 °C à 1250 °C*

Essais cycliques :



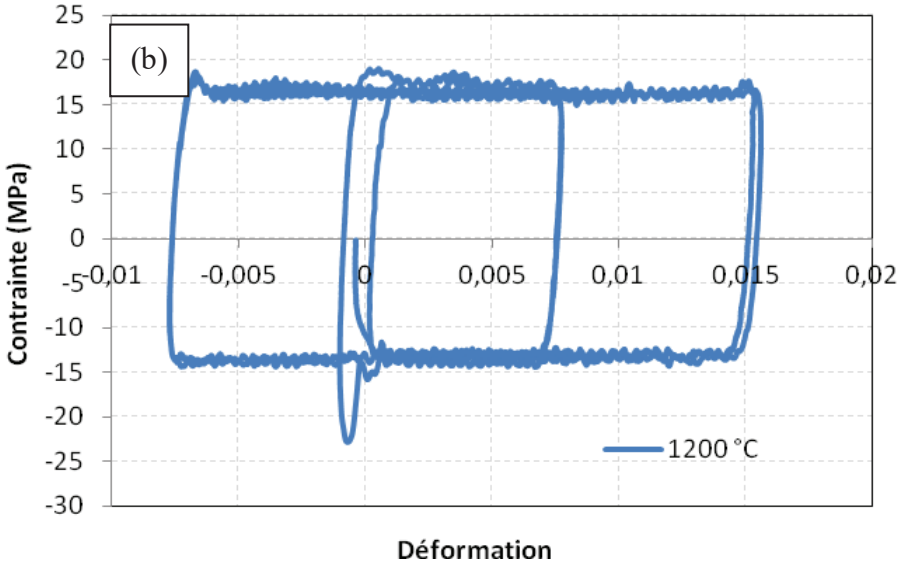




*Figure 121 : Résultats d'essais Gleeble cycliques : (a) 1000 °C ; (b) 1200 °C*

Ces résultats montrent que les essais sont bien reproductibles et que la contrainte mesurée diminue lorsque la température de l'échantillon augmente. Les courbes à 300 et 600 °C présentent les signes caractéristiques de l'effet Portevin-Le Chatelier qui correspond à une instabilité du mécanisme de déformation. Aux alentours de 700 °C, la composante visqueuse de l'Inconel 600 commence à devenir significative. Elle s'observe plus nettement sur les courbes au-delà de 900 °C.