HAL
open science

Étude des couplages thermomécaniques et microstructuraux d'un alliage de titane au cours du soudage FSW

Gnofam Jacques Tchein

To cite this version:

Gnofam Jacques Tchein. Étude des couplages thermomécaniques et microstructuraux d'un alliage de titane au cours du soudage FSW. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2018. Français. NNT : 2018BORD0344 . tel-02056765

HAL Id: tel-02056765

https://theses.hal.science/tel-02056765

Submitted on 4 Mar 2019

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.

THÈSE PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE

L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

SPÉCIALITÉ : Mécanique

Par Gnofam Jacques TCHEIN

Étude des couplages thermomécaniques et microstructuraux d'un alliage de titane au cours du soudage FSW

Sous la direction de : Éric LACOSTE

(co-directeur : Fanck GIROT MATA)

Soutenue le 11 décembre 2018

Membres du jury :

M. IMAD Abdellatif	Professeur, Université de Lille	Président
Mme AVETTAND-FÉNOËL Marie-Noëlle	Maître de Conférences, HDR, Université de Lille	Rapporteur
M. FEULVARCH Éric	Professeur, École Nationale d'Ingénieurs de Saint-Étienne	Rapporteur
M. LACOSTE Éric	Professeur, Université de Bordeaux	Examinateur
M. GIROT MATA Franck	Professeur, UPV/EHU	Examinateur
M. JACQUIN Dimitri	Maître de Conférences, Université de Bordeaux	Examinateur
M. COUPARD Dominique	Maître de Conférences, Arts & Métiers ParisTech	Examinateur

Titre : Soudage FSW du TA6V : étude expérimentale, genèse de la microstructure et modélisation

Résumé :

Le soudage FSW (Friction Stir Welding) est un procédé de soudage à l'état solide appliqué aujourd'hui dans les secteurs des transports aérospatial, naval et ferroviaire. Il présente l'avantage de fournir des soudures aux propriétés mécaniques meilleures que celles des procédés de soudage par fusion de la matière. La plupart des études menées sur ce procédé concernent les alliages d'aluminium. Ce travail porte sur l'étude des phénomènes thermomécaniques et métallurgiques pendant le procédé de soudage FSW du TA6V. L'influence de la microstructure initiale sur les propriétés mécaniques et la microstructure finale est étudiée à travers une étude expérimentale. La ZAT (Zone Affectée Thermiquement) et la ZATM (Zone Affectée Thermomécaniquement) des soudures ont une très faible épaisseur et les soudures ne présentent pas de zone de fragilité. La genèse de la microstructure pendant le soudage a été identifiée et s'articule en trois points : changement de phase $\alpha \rightarrow \beta$, recristallisation dynamique continue de la phase β, formation de grains α à l'intérieur des grains β recristallisés. Afin de mettre en place un modèle permettant de prédire la microstructure dans le noyau de la soudure, des essais de torsion à chaud ont été réalisés pour déterminer les propriétés rhéologiques du TA6V. Ces essais ont aussi permis de mettre en place une loi de comportement analytique du TA6V. Les champs de vitesse sont formulés analytiquement à partir des équations de la mécanique des fluides et les champs thermiques sont déterminés numériquement à partir d'une modélisation eulérienne.

Mots clés : FSW, TA6V, microstructure, modélisation

Title : Friction stir welding of Ti-6Al-4V : experimental study, genesis of microstructure and modelling

Abstract :

Friction Stir Welding (FSW) is a solid state welding process used today in the aerospace, naval and rail transport sectors. It has the advantage of providing welds with better mechanical properties than fusion welding processes. Most of studies carried out on this process concern aluminum alloys. This work focuses on the study of thermomechanical and metallurgical phenomena during FSW of the Ti-6Al-4V alloy. The influence of the initial microstructure on the mechanical properties and the final microstructure is studied through an experimental study. The HAZ (Heat Affected Zone) and TMAZ (Thermomechanically Affected Zone) of the welds are very thin and the welds didn't present any weak zone. The genesis of the microstructure during the process has been identified and is made up with three main steps : $\alpha \rightarrow \beta$ phase change, continuous dynamic recrystallization of the β phase and formation of α grains within the recrystallized β grains. In order to set up a model to predict the microstructure in the weld nugget, hot torsion tests were performed to determine the rheological properties of TA6V. These tests also made it possible to set up an analytical behavior law of Ti-6Al-4V. The velocity fields during FSW are formulated analytically from the equations of fluid mechanics and thermal fields are determined numerically from an eulerian model.

Keywords : FSW, Ti-6Al-4V, microstructure, modelling

A mes parents

Baa kpa n'gm n ndɔ baan't.

On ne fait pas du feu avec un seul morceau de bois.

You don't make fire with just one wood.

No se hace fuego con una sola leña.

Proverbe du peuple Bassar, nord du Togo.

Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué à l'I2M (Institut de Mécanique et d'Ingénierie) de Bordeaux en co-direction avec l'Université du Pays Basque et financé par l'Idex de Bordeaux. Je tiens à remercier ceux qui ont contribué à la mise en place de cette collaboration.

Je tiens ensuite à adresser mes sincères remerciements aux membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'évaluer mes travaux : à Mme Marie-Noëlle AVETTAND-FENOEL et M. Eric FEULVARCH pour avoir accepté la tâche d'être rapporteurs de ce travail de recherche, et à M. Abdelatif IMAD pour avoir accepté de présider mon jury de thèse.

Merci à mes encadrants, Eric, Franck, Dimitri et Dominique pour la confiance qu'ils m'ont accordée en me recrutant, mais également pour le temps qu'ils ont consacré à mon encadrement.

Je n'oublie pas mes collègues doctorants et postdoctorants de l'I2M, Abir, Cassiopée, Diego, Eileen, Florian, Haythem, Intissar, Paul, Tanguy, Yang et tous les autres avec qui j'ai partagé de bons moments en salle de pause et pendant les Afterlabs. Merci aux collègues et doctorants qui m'ont si bien accueilli à Bilbao (Iker, Lander, Mario, Nélida, et les autres). Muchas gracias ! Merci aux techniciens de l'I2M Jean-Marc, Matthieu et Jérémie pour leur disponibilité et leur soutien technique pendant les manipulations.

Merci à mes amis les kpimkpim : Andreas, Diki, Gildas Hervé et Eric. Je tiens à remercier ma bien-aimée Pascaline pour sa patience et son amour inconditionnel. Enfin merci à ma famille pour leur soutien indéfectible. Merci à Maman, Papa, Apouh, Faré (poboloooom) et Tchédré. Mention spéciale à mes tantes Akou et Odette. Aux nombreuses personnes que je n'ai pas nommé, merci !

Table des figures

1 Diagramme illustrant les phénomènes physiques impliqués pendant le soudage FSW et leurs interactions. 2

1.1 Cristallographie du titane [Combres (2013)]. 5

1.2 Diagramme T.T.T. du TA6V pour une mise en solution à 1025°C pendant 30 minutes [Hocheid *et al.* (1970)] 12

1.3 Diagramme TRC du TA6V [Le Maitre (1970)] 13

1.4 Corrélation cristallographique suivant les relations de Burgers [Combres (2013)]. 13

1.5 Evolution de la fraction de grains α_{GB+WI} formée en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement. 16

1.6 Principe du FSW [Mishra & Mahoney (2007)]. 17

1.7 Représentation schématique des trois étapes du FSW [Threadgill *et al.* (2009)]. . 18

1.8 Schéma des différentes zones microstructurales de la section transversale d'une soudure FSW. 19

1.9 Effet de la vitesse de rotation sur la température maximale (a) [Yoon *et al.* (2015)] et sur la taille des grains (b) [Zhang *et al.* (2008)] des soudures de TA6V. 21

1.10 Effet de la vitesse de rotation sur la dureté [Zhang *et al.* (2008)]. 21

1.11 Effet de la vitesse de soudage sur la résistance à la traction des soudures de TA6V [Liu *et al.* (2010)]. 22

1.12 Effet de la vitesse de soudage sur la taille des grains des soudures d'Al AA6082 [Cavaliere *et al.* (2008)]. 22

1.13 Effet de la force de soudage sur la microdureté des soudures d'Al AA6061 [Elangovan *et al.* (2008)]. 23

1.14 Angle d'inclinaison de l'outil. 24

1.15 Géométrie des épaulements [Zhang *et al.* (2012)]. 25

1.16 Pions filetés arrondi (à gauche) et plat (à droite) [Mishra & Mahoney (2007)]. . 26

1.17 Résistance mécanique et allongement des soudures FSW de TA6V pour différentes vitesses d'avance [Liu *et al.* (2010)]. 28

1.18 Comparaison entre les proprités en traction du cordon de soudure et celles du matériau non soudé pour différentes vitesses de rotation [Zhang *et al.* (2008)]. . 28

1.19 Différents profils de dureté observés sur des soudures FSW de TA6V. 29

1.20 Microstructure lamellaire dans le noyau d'une soudure FSW de TA6V [Zhang *et al.* (2008)]. 30

1.21 Fraction surfacique des grains équiaxes α à travers l'épaisseur de la tôle pour différentes vitesses de rotation [Yoon *et al.* (2015)]. 30

1.22 Schéma présentant les défauts rencontrés dans les soudures FSW [Kiss *et al.* (2015)]. 32

1.23 Différents champs d'écoulement de la matière lors du soudage FSW [Jacquin (2009)]. 34

1.24 Proportion de chaleur générée par l'épaulement et l'outil ($R_{épaulement} = 9mm, h_{pion} = 4mm, \alpha = 10°$) [Neto & Neto (2013)]. 40

2.1 Domaines expérimentaux des plans d'expériences. 46

2.2 Plan de l'éprouvette de traction. 53

2.3 Position des éprouvettes de traction. 54

2.4 Montage de l'éprouvette sur la machine de traction. 55

2.5 Poire d'interaction des électrons [Brisset (2012)]. 56

2.6 Schéma de principe de l'EBSD. 58

2.7 Outil de soudage. 62

2.8 Soudage FSW du TA6V. 63

2.9 Echantillon de torsion. 64

2.10 Représentation schématique de la partie calibrée de l'échantillon. 66

3.1 Microstructures obtenues après traitement thermique. 71

3.2 Courbes contrainte-déformation obtenues après traction des échantillons traités thermiquement. 72

3.3 Macrographie de soudures FSW. 74

3.4 Micrographies optiques montrant les frontières entre métal de base et noyau (à gauche) et le noyau de soudure (à droite). 76

3.5 Image MEB de l'échantillon 1 observé en électrons rétrodiffusés. 77

3.6 Observations MEB en électrons secondaires de l'échantillon 1. 78

3.7 Analyse chimique linéaire montrant le pourcentage d'aluminium (en rouge) et de vanadium (en bleu). 79

3.8 Cartographie des joints de grains montrant les joints de faible désorientation (rouge) et les joints de grande désorientation (en noir). 80

3.9 Diagrammes de désorientation des grains α de l'échantillon 1. 81

3.10 Genèse de la microstructure pendant le soudage FSW. 82

3.11 Transformation $\beta \rightarrow \alpha$ pendant le refroidissement. 82

3.12 Courbes contrainte-déformation de l'échantillon 1 et du métal de base. 86

3.13 Courbes contrainte-déformation de l'échantillon 15 et du métal de base. 86

3.14 Position des points de dureté 88

3.15 Profil de dureté dans la section transversale des soudures [Tchein *et al.* (2018)]. . 88

3.16 Allure des courbes contrainte déformation. 91

3.17 Évolution de la contrainte maximale (a) et de la contrainte stationnaire (b) en fonction de la température. 92

3.18 Courbes contrainte-déformation du TA6V à différentes températures et vitesses de déformation. 92

3.19 Courbes contrainte-déformation du TA6V à différentes vitesses de déformation et températures. 93

3.20 Étude de la répétabilité des essais de torsion. 94

3.21 Comparaison de la contrainte stationnaire obtenue avec la loi de comportement de Zener-Hollomon. 96

3.22 Comparaison des deux modèles avec les résultats expérimentaux. 98

3.23 Comparaison de la contrainte avec le modèle de Lasraaoui-Jonas. 100

4.1 Courbe expérimentale obtenue à 1050°C et 0,5/s avec la représentation des fonctions $F1$, $F1 \times F2$ et $F1 \times F2 \times F3$. 106

4.2 Algorithme de détermination des valeurs initiales. 108

4.3 Évolution des coefficients du modèle en fonction des paramètres opératoires. . . 110

4.4 Algorithme de la loi de comportement analytique du TA6V. 112

4.5 Comparaison du modèle avec les essais à T=1000°C. 113

4.6 Comparaison du modèle avec les essais à T=1050°C. 113

4.7 Comparaison du modèle avec les essais à T=1100°C. 113

4.8 Comparaison entre le modèle présenté et les essais de validation. 114

4.9 Différents champs d'écoulement de la matière observés lors du soudage FSW [Tongne (2014)]. 117

4.10 Schéma illustrant la position du repère. 118

4.11 Schématisation des limites du domaine. 121

4.12 Représentation de la plaque de soudage. 123

4.13 Évolution de la température suivant l'axe x. 124

4.14 Température maximale en fonction du nombre de nœuds. 124

4.15 Temps de calcul (CPU) en fonction du nombre de nœuds. 125

4.16 Champs de température obtenus pour différentes conditions de soudage. 126

4.17 Température moyenne sous l'épaulement pour différentes conditions de soudage. 127

4.18 Technique de calcul des lignes d'écoulement [Tongne (2014)]. 128

4.19 Ligne d'écoulement d'une particule dont la position finale se situe dans l'axe de la soudure et à 1 mm sous la surface supérieure de la pièce. 128

4.20 Histoire thermique d'une particule au centre de la soudure à 1 mm au dessous de la surface supérieure de la pièce en soudant à 400 rpm et 50 mm/min. 129

4.21 Histoire mécanique d'une particule au centre de la soudure 1 mm en dessous de la surface supérieure de la pièce en soudant à 400 rpm et 50 mm/min. 129

4.22 Histoire thermique d'une particule dans l'axe de la soudure 1 mm au-dessous de la surface de la pièce. 130

4.23 Contrainte stationnaire modélisée en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures. 131

4.24 Contrainte stationnaire modélisée par la loi analytique à T=1000°C. 132

4.25 Histoire thermique d'une particule dans l'axe de la soudure 1 mm au-dessous de la surface de la pièce avec la loi analytique. 132

4.26 Histoire thermique d'une particule dans l'axe de la soudure 1 mm au-dessous de la surface de la pièce avec la loi analytique. 133

5.1 Zone observée sur l'échantillon traité à 1025 °C et 60s. 138

5.2 Comparaison entre le modèle d'évolution de taille de grains et les résultats expérimentaux. 140

5.3 Représentation schématique d'une microstructure et des variables du modèle : la taille moyenne d'un grain D, la densité de dislocation dans les sous-grains ρ_i, la désorientation des LABs θ_i, les LABs (en lignes fines) et les HABs (en lignes épaisses) [Gourdet & Montheillet (2003)]. 142

5.4 Schéma montrant la distribution des dislocations dans la microstructure. 144

5.5 Algortithme de calcul de l'évolution de la taille de grains pendant la recristallisation. 146

5.6 Algorithme de calcul de l'évolution de la taille de grains. 149

5.7 Évolution de la taille des grains d'une particule pour différentes valeurs de α. . . 150

5.8 Schéma présentant la position du repère. 151

5.9 Évolution de la taille de grains en fonction de la position finale de la particule. . 152

5.10 Évolution de la taille de grains pour différentes conditions de soudage. 153

Table des matières

0 Introduction générale **1**

1 État de l'art **3**

1.1 Le titane et ses alliages 4

1.1.1 Le titane 4

1.1.1.1 Généralités 4

1.1.1.2 Structure et propriétés 4

1.1.2 Les alliages de titane 5

1.1.3 Les différentes phases et leurs morphologies 9

1.1.3.1 Les phases β 9

1.1.3.2 Les phases α 9

1.1.3.3 Les phases durcissantes 11

1.1.4 Diagrammes TTT et TRC du TA6V 11

1.1.5 Transformation de phases dans le titane 13

1.1.5.1 Cinétique de formation des grains β 14

1.1.5.2 Cinétique de formation des phases α dans les ex-grains β 15

1.2 Le soudage par friction malaxage 17

1.2.1 Un procédé en trois phases 17

1.2.2 Décomposition de la zone soudée 18

1.2.3 Avantages et inconvénients 20

1.3 Influence des paramètres en FSW 20

1.3.1 Les paramètres du procédé 20

1.3.2 Les paramètres d'outil 23

1.3.2.1 La géométrie de l'outil 24

1.3.2.1.1 Géométrie de l'épaulement 24

1.3.2.1.2 Géométrie du pion 25

1.3.2.2 Matériau de l'outil 26

1.4 Propriétés des joints soudés par FSW 27

1.4.1 Propriétés mécaniques 27

1.4.1.1 Propriétés en traction 27

1.4.1.2 Dureté 28

1.4.2 Propriétés microstructurales 29

1.4.2.1 Microstructures typiques des soudures FSW de TA6V 29

1.4.2.2 Taille des grains 31

1.4.3 Défauts rencontrés dans les soudures FSW 31

1.5 Modélisation du soudage FSW 32

1.5.1 Modélisation mécanique 32

1.5.2 Lois de comportement à chaud 35

1.5.2.1 Lois de comportement mécaniques [Montheillet (2009)] 35

1.5.2.2 Lois de comportement physiques 37

1.5.3 Modélisation thermique 39

1.6 Conclusion 41

2 Techniques expérimentales 43

2.1 Méthode des plans d'expériences 44

2.1.1 Vocabulaire 45

2.1.2 Variables centrées réduites 46

2.1.3 Plans fractionnaires 47

2.1.4 Exploitation du plan d'expériences 47

2.2 Mise en place du plan d'expériences 48

2.2.1 Définition des objectifs et des moyens 48

2.2.2 État de l'art 48

2.2.3 Choix de la matrice d'expérience 50

2.2.3.1 Valeurs des facteurs par niveau 50

2.2.3.2 Facteurs constants 51

2.2.3.3 Choix de la table 51

2.2.4 Réponses du plan d'expériences 53

2.2.4.1 Test de traction 53

2.2.4.2 Tests de dureté 54

2.2.4.3 Étude microstructurale 55

2.2.4.3.1 Microscope optique 55

2.2.4.3.2 Microscope électronique à balayage (MEB) 55

2.2.4.3.3 L'analyse en EBSD 57

2.2.4.3.4 Préparation des échantillons pour l'étude microstructurale 59

2.3 Application du plan d'expériences 60

2.3.1 Pré-traitement thermique des plaques 60

2.3.2 Réalisation des soudures 62

2.4 Réalisation des essais de torsion à chaud 63

2.4.1 Objectif des essais 63

2.4.2 Machine d'essai et échantillons 63

2.4.3 Dépouillement des essais 65

2.5 Conclusion 67

3 Résultats expérimentaux 69

3.1 Traitements thermiques 70

3.1.1 Aspect de la microstructure 70

3.1.2 Propriétés mécaniques 71

3.2 Microstructure des joints soudés 73

3.2.1 Microscopie optique 73

3.2.2 Microscopie électronique à balayage 77

3.2.3 EBSD 79

3.2.4 Genèse de la microstructure 81

3.2.5 Conclusion 83

3.3 Propriétés mécaniques des joints soudés 83

3.3.1 Essais de traction 84

3.3.2 Essais de dureté 87

3.3.3 Conclusion 90

3.4 Essais de torsion à chaud 90

3.4.1 Courbes contrainte-déformation 90

3.4.2 Répétabilité des essais de torsion 94

3.4.3 Modélisation de la contrainte 95

3.4.3.1 Loi de Zener-Hollomon 95

3.4.3.2 Loi de Zener-Hollomon modifiée 97

3.4.3.3 Loi de Lasraaoui-Jonas 98

3.5 Conclusion 101

4 Modélisation thermomécanique du TA6V 103

4.1 Introduction 104

4.2 Loi de comportement analytique du TA6V 104

4.2.1 Objectif 104

4.2.2 Mise en place du modèle 105

4.2.2.1 Présentation du modèle 105

4.2.2.2 Détermination des coefficients du modèle 107

4.2.2.3 Corrélation des coefficients aux paramètres opératoires 109

4.2.2.4 Comparaison du modèle aux essais de calibration 111

4.2.3 Validation du modèle 114

4.2.4 Conclusion 114

4.3 Modélisation thermomécanique du FSW 115

4.3.1 Modélisation cinématique du FSW 115

4.3.1.1 Champ de vitesses 116

4.3.1.2 Application du modèle 117

4.3.1.3 Déformation cumulée 119

4.3.2 Modélisation thermique 119

4.3.2.1 Conditions aux limites 120

4.3.2.2 Choix d'une loi de comportement 122

4.3.2.3 Implémentation numérique dans Abaqus 122

4.3.3 Résultats 125

4.3.3.1 Loi de Zener-Hollomon 125

4.3.3.2 Loi de Zener-Hollomon modifiée 129

4.3.3.3 Loi analytique 131

4.4 Conclusion 133

5 Modélisation de la microstructure du TA6V pendant le FSW 135

5.1 Introduction 136

5.2 Modélisation de la croissance des grains β 137

5.2.1 Démarche expérimentale 137

5.2.2 Évolution de la taille de grains 139

5.2.3 Conclusion 141

5.3 Modélisation de la taille de grains recristallisé 141

5.3.1 Représentation de la microstructure 141

5.3.2 Équations constitutives 142

5.3.3 Application au FSW 147

5.3.4 Résultats 149

5.3.5 Conclusion 153

6 Conclusion et perspectives 155

Chapitre 0

Introduction générale

La diminution de la masse des structures reste un véritable défi en conception de structures aéronautiques et automobiles. Une structure moins lourde consomme moins d'énergie et pollue moins. Un gain de masse des structures peut être obtenu par la recherche de matériaux moins denses tels que les composites mais aussi par l'optimisation des procédés d'élaboration. C'est ainsi que le procédé FSW (Friction Stir Welding) a été inventé en 1991 par le TWI (The Welding Institute) de Cambridge (UK). Ce procédé permet de souder les matériaux sans fusion de la matière. Il se distingue des autres procédés de soudage par l'emploi d'un outil non consommable et par la possibilité de souder des alliages à durcissement structural sans former de phases fragilisantes.

Le procédé FSW induit des changements microstructuraux, des contraintes résiduelles et des distorsions difficiles à contrôler et à maîtriser pour les industriels. Tous ces phénomènes peuvent être responsables d'une détérioration des propriétés des soudures en vue de leur utilisation finale tant en termes de géométrie et de qualité d'assemblage qu'en termes de résistance et de tenue en service. Dans un environnement industriel de plus en plus concurrentiel où les entreprises sont contraintes de développer leurs produits dans les délais et à des coûts de plus en plus réduits, la maîtrise des procédés de fabrication et de leurs conséquences sur les propriétés des produits finis constitue un facteur essentiel de succès. Dans ce contexte, la caractérisation et la simulation numérique du procédé FSW sont particulièrement intéressantes pour étudier la faisabilité de l'assemblage, optimiser les paramètres opératoires ou analyser la résistance en service d'un assemblage.

À une échelle inférieure, compte tenu de l'évolution de la microstructure, le procédé FSW induit des interactions complexes entre différents phénomènes couplés :

— Phénomènes thermiques, qui se traduisent par exemple par une élévation de la tempéra-

ture puis un refroidissement au cours du soudage ;

— Évolutions métallurgiques, liées en particulier aux transformations de phase et à la recristallisation dynamique ;

— Phénomènes mécaniques, dus au frottement de l'outil sur le matériau qui se traduisent par une déformation de la matrice et par l'apparition de contraintes.

La dépendance de ces grandeurs est illustrée schématiquement à la figure 1.

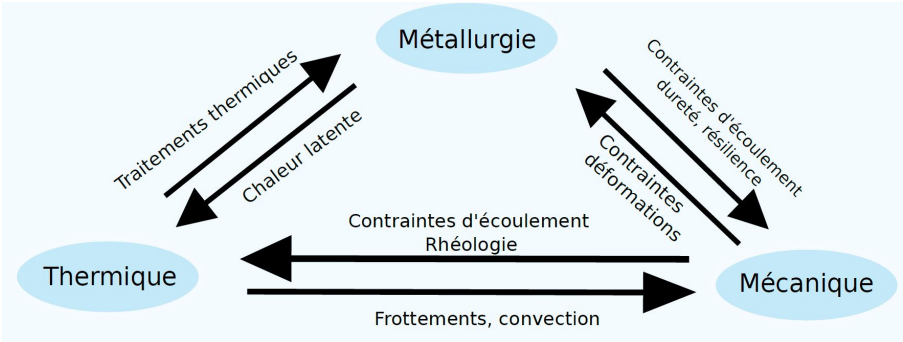


FIGURE 1 – Diagramme illustrant les phénomènes physiques impliqués pendant le soudage FSW et leurs interactions.

Depuis son invention, de nombreux travaux ont été menés pour optimiser le procédé, caractériser les soudures produites par FSW et modéliser le procédé dans le but de comprendre les phénomènes physiques qu'il induit.

Ce projet de thèse porte sur les parties caractérisation et modélisation du procédé FSW et s'inscrit dans le cadre du laboratoire transfontalier entre l'Université de Bordeaux et l'Université du Pays Basque. Il a bénéficié de l'appui financier de l'Idex Bordeaux qui m'a permis d'effectuer un séjour de recherche de 8 mois à l'Université du Pays Basque à Bilbao. L'objectif de la thèse est de comprendre et de modéliser l'évolution des microstructures au cours du soudage FSW du TA6V en couplant les aspects thermiques, mécaniques et métallurgiques.

Afin d'atteindre ces objectifs, les travaux sont divisés en quatre étapes. La première étape est l'étude bibliographique qui permettra de faire l'état de l'art sur les travaux en cours et de justifier la stratégie menée pour cette étude. La deuxième partie est expérimentale et porte sur la réalisation d'une campagne d'essais qui permettra d'obtenir des soudures qui serviront de base à l'étude. La troisième partie sera consacrée aux caractérisations mécanique et microstructurale des soudures produites. Cette partie permettra d'établir la genèse de la microstructure pendant le procédé et de définir les modèles qui pourront être mis en place. La dernière partie sera dédiée aux modélisations thermomécanique et microstructurale du procédé.

Chapitre 1

État de l'art

Sommaire

1.1 Le titane et ses alliages 4

1.1.1 Le titane 4

1.1.2 Les alliages de titane 5

1.1.3 Les différentes phases et leurs morphologies 9

1.1.4 Diagrammes TTT et TRC du TA6V 11

1.1.5 Transformation de phases dans le titane 13

1.2 Le soudage par friction malaxage 17

1.2.1 Un procédé en trois phases 17

1.2.2 Décomposition de la zone soudée 18

1.2.3 Avantages et inconvénients 20

1.3 Influence des paramètres en FSW 20

1.3.1 Les paramètres du procédé 20

1.3.2 Les paramètres d'outil 23

1.4 Propriétés des joints soudés par FSW 27

1.4.1 Propriétés mécaniques 27

1.4.2 Propriétés microstructurales 29

1.4.3 Défauts rencontrés dans les soudures FSW 31

1.5 Modélisation du soudage FSW 32

1.5.1 Modélisation mécanique 32

1.5.2 Lois de comportement à chaud 35

1.5.3 Modélisation thermique 39

1.6 Conclusion 41

Introduction

Ce chapitre présente une synthèse des travaux menés jusqu'à ce jour sur le soudage par friction malaxage des métaux en général et sur le FSW du titane et de ses alliages en particulier. Même si le procédé est relativement récent, plusieurs travaux ont été menées pour l'améliorer ou décrire les phénomènes physiques qu'il induit.

La première partie sera consacrée à l'étude du titane et de ses alliages. Dans la deuxième partie seront présentés le soudage FSW et l'influence des paramètres de soudage sur les propriétés des soudures. La troisième partie sera consacrée aux propriétés des joints soudés et à la modélisation du FSW.

1.1 Le titane et ses alliages

1.1.1 Le titane

1.1.1.1 Généralités

Le titane est un métal de transition de numéro atomique 22. Il a été découvert en 1791, mais sa production a débuté seulement en 1950 en raison des difficultés liées à son extraction. Son utilisation massive est due à sa bonne résistance à la corrosion, sa résistance mécanique élevée à haute température, malgré sa faible densité ainsi que sa biocompatibilité. Ses domaines d'application sont essentiellement l'aéronautique et la biologie médicale. Les propriétés mécaniques et la faible conductivité thermique des alliages de titane peuvent rendre leur mise en forme compliquée.

1.1.1.2 Structure et propriétés

A température ambiante, le titane pur a une structure hexagonale pseudo-compacte (hc) appelée phase α de paramètres de maille a = 0,2950 nm et c = 0,4682 nm, soit c/a = 1,587. Cette structure se transforme en cubique centrée (cc) de paramètre de maille a = 0,332 nm appelée phase β lorsque sa température est supérieure à 882°C (figure 1.1). Cette température de transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ est appelée transus β. Au-delà de 1670°C, le titane devient liquide. Cette température de fusion élevée est un avantage lors de son utilisation à haute température.

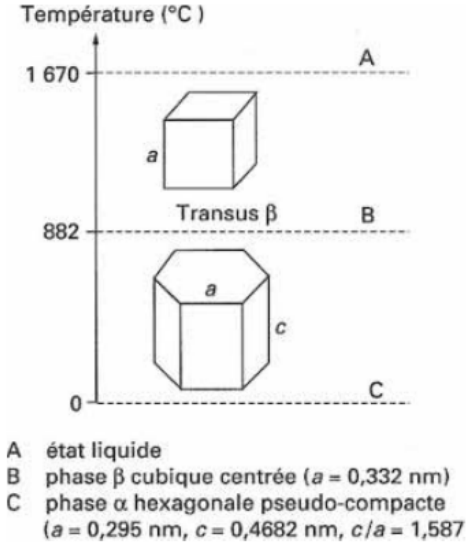


Figure 1.1 – Cristallographie du titane [Combres (2013)].

Les principales propriétés physiques du titane pur sont présentées dans le tableau 1.1.

Tableau 1.1 – Propriétés physiques du titane.

Propriété	Valeur	Unité
Numéro atomique	22	–
Masse atomique	47,9	g
Masse volumique	4,507	$g.cm^{-3}$
Température de transformation allotropique	882	°C
Température de fusion	1 670	°C
Température d'ébullition	3 535	°C
Capacité thermique massique	522,5	$J.kg.K^{-1}$
Conductivité thermique	16,7	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Résistivité électrique à 20°C	$47,8.10^{-8}$	Ω·m
Coefficient de dilatation linéaire à 25°C	$8,5.10^{-5}$	K^{-1}
Susceptibilité magnétique	$3,2.10^{-6}$	$cm^3.g^{-1}$
Module d'élasticité	110 000	MPa
Coefficient de Poisson	0,33	–

1.1.2 Les alliages de titane

Les propriétés mécaniques du titane dépendent essentiellement de sa composition chimique et de sa microstructure. Les éléments d'alliage permettent de modifier la composition chimique, qui détermine la proportion des phases en présence. Ils stabilisent soit la phase α (éléments alphagènes), soit la phase β (éléments bêtagènes), soit les deux phases. Les éléments alphagènes

augmentent la valeur du transus β tandis que les éléments bêtagènes la diminuent. Parmi les éléments alphagènes, l'aluminium est de loin de plus important. A l'aluminium s'ajoutent des éléments interstitiels tels que l'oxygène, l'azote et le carbone. En plus d'augmenter la zone de présence de la phase alpha, les alliages α développent une zone où coexistent de manière stable les phases α et β.

Les éléments bêtagènes se subdivisent en éléments β isomorphe et en β eutectoïde. Les éléments β isomorphes sont les plus importants car ils sont miscibles quelle que soit leur proportion dans la phase β. On retrouve parmi eux l'hydrogène (H), le molybdène (Mo), le vanadium (V) et le niobium (Nb). Les éléments β eutectoïdes tels que le manganèse (Mn), le fer (Fe), le chrome (Cr), le silicium (Si), le nickel (Ni) et le cuivre (Cu) sont favorables à la formation de précipités.

Ces éléments d'alliages permettent de classer les alliages de titane en trois catégories : les alliages α, les alliages β et les alliages α/β.

— **Les alliages** α sont composés à 100% de phase α à température ambiante. Ils sont caractérisés par une grande résistance à la corrosion et à la déformation mais la modification de leurs propriétés mécaniques par traitement thermique est très difficile. Les alliages α commercialisés sont essentiellement les différents grades commerciaux de titane pur. Les quatre premiers grades diffèrent par leur teneur en oxygène. En tant qu'élément interstitiel, l'oxygène augmente la résistance mécanique aux dépens de la ductilité. Pour augmenter la résistance mécanique et atteindre les niveaux requis pour les différents grades, la teneur en oxygène est augmentée, et les autres éléments tels que le carbone et le fer sont considérés comme des impuretés. Pour des alliages nécessitant une meilleure résistance à la corrosion, le grade 7 (T40 Pd) a été créé. Cependant, à cause de son prix élevé, le grade 12 (Ti-0,3Mo-0,8Ni) est une meilleure alternative. Pour des résistances mécaniques plus élevées, le Ti-5Al-2.5N est le meilleur choix.

— **Les alliages quasi** α sont obtenus en ajoutant une faible quantité d'éléments bêtagènes aux éléments alphagènes. Ils élargissent le domaine α/β et permettent de retenir à l'ambiante une faible fraction de phase β (4 à 5%). Ils ont quasiment les mêmes propriétés que les alliages α mais avec une ductilité légèrement améliorée. Les alliages quasi α sont les alliages haute-température classiques puisqu'ils ont à la fois une bonne résistance au fluage comme les alliages α et une bonne résistance mécanique comme les alliages α/β. Leurs températures maximales de fonctionnement est d'environ 500-550°C.

— **Les alliages** α/β sont les alliages de titane les plus utilisés. Ils contiennent des éléments alphagènes combinés à 4 - 6 % d'éléments bêtagènes permettant de conserver cette phase après trempe rapide depuis les températures proches ou supérieures au transus β. Ils ont

des caractéristiques mécaniques élevées qui peuvent être modifiées par traitements thermiques. L'alliage α/β le plus utilisé est le TA6V dont la composition chimique massique est indiquée dans le tableau 1.2. Il a été développé au début des années 1950 aux États-Unis. La raison de son essor est qu'il a de bonnes propriétés mécaniques. De plus, il est de loin l'alliage le plus développé et le plus testé dans l'industrie, spécialement l'industrie aéronautique. D'autres alliages α/β comme le Ti-6-6-2 et IMI 550 ont été principalement développés pour avoir une bonne résistance mécanique.

Tableau 1.2 – Composition chimique massique du TA6V.

Azote	Aluminium	Carbone	Hydrogène	Fer	Oxygène	Titane
0,1	6	0,03	0,007	0,09	0,13	Reste

— **Les alliages β métastables**

Ces alliages ont une forte concentration en éléments bêtagènes. Ils sont caractérisés par un module d'Young plus faible que les autres types d'alliages, ce qui facilite leur mise en forme. Ils ont une grande résistance mécanique qui peut être améliorée jusqu'à plus de 1400 MPa par traitement thermomécanique. Leur utilisation est par contre limitée à cause de leur densité élevée, leur mauvaise soudabilité et leur microstructure complexe. A titre d'exemple, le Beta-CEZ est un alliage β développé en France pour les moteurs à turbine à gaz.

Les principales propriétés mécaniques des alliages de titane sont présentées dans le tableau 1.3.

Malgré leur grande dureté, des procédés permettent de souder le titane et ses alliages. Ces procédés conduisent souvent à la fusion de la matière et nécessitent des précautions pour éviter l'oxydation. Le soudage TIG (Tungsten Inert Gas) et le soudage plasma sont généralement utilisés pour souder des pièces dont l'épaisseur est inférieure à 10 mm. Le soudage MIG/MAG est utilisé pour des pièces d'épaisseur plus importante. Pendant ces procédés, les zones exposées aux fortes températures (>250 - 400°C) sont protégées de l'oxydation en utilisant un gaz inerte tel que l'argon ou l'hélium. Le soudage par faisceau d'électrons (EBW) quant à lui nécessite la protection de toute la pièce, y compris les parties les moins exposées à la chaleur. Le soudage par friction malaxage (FSW) permet de souder sans fusion de la matière, mais nécessite parfois l'utilisation d'un gaz de protection.

Tableau 1.3 – Propriétés mécaniques de quelques alliages de titane.

Alliage	Composition	transus β	Dureté [HV]	E [GPa]	YS [MPa]	Rm[MPa]	%Al
Alliages α							
Titane pur	99.98 Ti	882	100	100–145	140	235	50
Grade 1	(cp-Ti : 0.2Fe, 0.18O)	890	120		170 –310	>240	24
Grade 4	(cp-Ti : 0.5Fe-0.40O)	950	260	100–120	480–655	>550	15
Grade 6	(Ti-5Al-2.5Sn)	1040	300	109	827	861	15
Alliages quasi-α							
Ti-6-2-4-2-S	Ti-6Al-2Sn-4Zr -2Mo-0.1Si	995	340	114	990	1010	13
TIMETAL 1100	Ti-6Al-2.7Sn-4Zr -0.4Mo-0.4Si	1010		112	900–950	1010–1050	10–16
TIMTETAL 685	Ti-6Al-5Zr-0.5Mo-0.25Si	1020		120	850–910	990–1020	6–11
TIMETAL 834	Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.5Mo -0.7-Nb-0.35Si-0.06C	1045	350	120	910	1030	6–12
Alliages α/β							
Ti-6-4	Ti-6Al-4V	995	300–400	110–140	800–1100	900–1200	13–16
Ti-6-6-2	Ti-6Al-6V-2Sn	945	300–400	110–117	950–1050	1000–1100	10–19
Ti-6-2-2-2-2	Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo -2Cr-0.25Si			110–120	1000–1200	1100–1300	8–15
Ti-6-2-4-6	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	940	330–400	114	1000–1100	1100–1200	13–16
Ti-17	Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr	890	400	112	1050	1100–1250	8–15
Alliages β métastables							
SP 700	Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe	900	300–500	110	900	960	8–20
Beta III	Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn	760	250–450	83–103	800–1200	900–1300	8–20
Beta C	Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	795	300–450	86–115	800–1200	900–1300	6–16
Ti-10-2-3	Ti-10V-2Fe-3Al	800	300–470	110	1000–1200	1000–1400	6–16
Ti-15-3	Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	760	300–450	80–100	800–1000	800–1100	10–20

1.1.3 Les différentes phases et leurs morphologies

Bien que le titane ne présente que deux phases (hors intermétalliques), il présente une grande variété de microstructures héritées des différentes morphologies que peut prendre la phase α principalement et de l'histoire thermomécanique de la matière que ce soit pour α ou β. Les différentes phases et formes de β et α sont détaillées par la suite.

1.1.3.1 Les phases β

— La phase β primaire (β_p) est la phase cubique centrée stable à haute température ($T>$ transus β). Sa structure est équiaxe et la taille de ses grains dépend de la température et du temps pendant lequel le matériau est maintenu à cette température. Lorsque la température est inférieure au transus β, cette phase n'est plus stable, mais la structure équiaxe de ses grains conditionne la formation des autres phases suivant les relations de Burgers.

— La phase β stable à l'ambiante (β_s) est la phase β_p retenue à l'ambiante et stable en raison d'une concentration locale en éléments bêtagènes suffisante pour la stabiliser, c'est-à-dire 15% de vanadium [Hocheid *et al.* (1970)]. Cette phase est observée après un refroidissement lent et n'est pas modifiable par traitement thermique à une température inférieure au transus β.

— La phase β métastable (β_m) correspond à la phase β_p hors équilibre qui peut se retrouver à la température ambiante grâce à une composition chimique locale restée proche de celle des hautes températures. Elle est présente lors d'un refroidissement lent, et contrairement à la phase β_s, celle-ci peut être modifiée par traitement thermique à une température inférieure au transus β pour évoluer en phase α.

— La phase β transformée (β_t) correspond à la phase β_p devenu β_m par refroidissement dans le domaine α+β, où la phase α a commencé à se former. Ses grains sont donc biphasés et contiennent des lamelles de phase α dans une matrice β_m et β_s en fonction de la stabilité locale de la phase β. Ses grains se nomment aussi ex-grains β.

1.1.3.2 Les phases α

Différentes phases α se forment suivant le mode de refroidissement après traitement thermique dans le domaine β. On distingue ainsi les phases α primaires (α_p), la phase α secondaire (α_s) et les phases α martensitiques (α' et α'').

— La phase α primaire aux joints de grains (α_{GB}) germe aux joints de grains des ex-grains β lorsque la température est inférieure au transus β au cours d'un refroidissement lent ou modéré. Sa croissance se fait le long des joints de grains, jusqu'à obtenir un liseré continu autour de l'ex-grain β.

— La phase α primaire lamellaire dite de Widmanstätten aux joints de grains (α_{WGB}) germe aux joints de grains β suivant une orientation particulière avec la phase β (relations de Burgers). Elle croit vers l'intérieur du grain sous forme de lattes lors d'un refroidissement lent depuis le domaine β. La germination et la croissance de ses grains s'accompagnent de la diffusion des éléments d'alliage, les éléments alphagènes, vers les lattes α_{WGB} et les éléments bêtagènes, à l'extérieur de ces lattes.

— La phase α primaire lamellaire dite de Widmanstätten intra-granulaire (α_{WI}) germe à l'intérieur de l'ex-grain β suite à un traitement thermique ou thermomécanique sur des sites tels que des dislocations ou autres défauts. Elle se présente sous la forme de lattes, soit parallèles formant des colonies de même orientation, soit enchevêtrées avec deux ou trois orientations privilégiées dites "basket-weave". Ces directions sont bien souvent désorientées de 60°, correspondant à l'angle entre les 6 variants de transformation de $\beta \rightarrow \alpha$. Toutes les lattes restent noyées dans une matrice β_m ou β_s en fonction de la stabilité de la matrice. La largeur des lattes est conditionnée par les durées des traitements thermiques et les vitesses de refroidissement. Plus le refroidissement est lent, plus les lattes sont larges.

— La phase α primaire nodulaire (α_{pn}) n'est formée que suite à un traitement mécanique dans le domaine biphasé α+β. Ce traitement sert à briser une partie des lattes de α_p existantes. Lors des traitements thermiques, les débris de α_p peuvent coalescer et recristalliser en petits nodules qui croissent pour obtenir des grains α_{pn}. La taille de ces grains dépend de la température et de la durée du traitement thermique. Ces nodules ne peuvent être totalement remis en solution que si le matériau est chauffé au-dessus du transus β. Les phases β_m et β_s se retrouvent piégées à l'extérieur des nodules pour former une matrice β.

— La phase α secondaire (α_s) se forme lors des refroidissements lents ou modérés par la décomposition de la phase β_m de la matrice intragranulaire des ex-grains β : $\beta_m \rightarrow \alpha_s + \beta_s$. Elle prend la forme de petites plaquettes, plus ou moins larges en fonction de la vitesse de refroidissement, dans une matrice β entre les lattes α_p.

— Les phases martensitiques α' et α" correspondent à des phases intermédiaires entre les phases α et β [Williams *et al.* (1972)]. La phase α' prend la forme d'un enchevêtrement de très fines aiguilles. Elle se forme lors de refroidissements très rapides (> 160°C/s) [Le Maitre (1970)] où il y a distorsion et cisaillement de la maille sans que les éléments d'alliage n'aient le temps de diffuser. Ainsi la maille est hexagonale compacte comme pour les phases α_p et α_s mais elle conserve la composition chimique de la phase β dont elle

est issue. Cette phase hors équilibre peut être durcie lors d'un revenu. Ses paramètres de maille sont très proches de la phase α [Campagnac (1988)]. Pour l'alliage TA6V, la température de début de transformation martensitique (Ms) est très proche du transus β (995°C) et la température de fin de transformation martensitique (Mf) se situe entre 650°C et 750°C [Combres (2013)].

La phase α" peut être formée sous contrainte dans les alliages β ou lors d'un revenu entre 600°C et 700°C. La transformation rapide se déroule sans diffusion des éléments d'alliage, la composition chimique de la phase β est conservée. Toutefois, la déformation de la maille est incomplète, celle-ci est orthorhombique, étape intermédiaire entre la maille cubique centrée de la phase β et la maille hexagonale compacte de la phase α [McQuillan (1963)]. Cette phase n'est observée que pour des alliages fortement alliés (pour des teneurs en Mo $> 4\%$) [Singh *et al.* (1993)].

1.1.3.3 Les phases durcissantes

— La phase ω se forme soit de manière athermique (ω_{ath}) lors de trempes rapides depuis des températures supérieures au transus β ; soit de manière isotherme (ω_{iso}) lors de la décomposition de la phase β_m contenant plus de 15% de vanadium entre 200°C et 300°C ou lors d'un vieillissement de β_m entre 400°C et 500°C [McQuillan (1963)]. La structure de la maille est hexagonale et la phase prend des formes de fins précipités nanométriques (10 nm) indiscernables au microscope optique.

— L'intermétallique Ti_3Al est la première phase ordonnée du binaire Ti-Al. Elle est nommée α_2. Elle apparaît lors d'un revenu entre 500°C et 600°C si la concentration en oxygène est importante dans l'alliage. Sa formation limite la solubilité de l'aluminium dans la phase α. Cette phase est fragilisante pour l'alliage et impose bien souvent de limiter la teneur en masse à 7% en aluminium. Pour de fortes concentrations en aluminium, la phase ordonnée γ (Ti-Al) peut être formée.

1.1.4 Diagrammes TTT et TRC du TA6V

Les domaines d'existence des différentes phases ainsi que leurs proportions peuvent être illustrées à travers les diagrammes T.T.T. (Temps - Température - Transformation) et TRC (Transformation en Refroidissement Continu). Les diagrammes TTT sont obtenus en traçant les début et fin de transformation de phase lors d'un maintien isotherme après un refroidissement brusque. La figure 1.2 présente le diagramme T.T.T. du TA6V pour une mise en solution à 1025°C pendant 30 minutes. Les diagrammes TRC caractérisent le comportement métallurgique

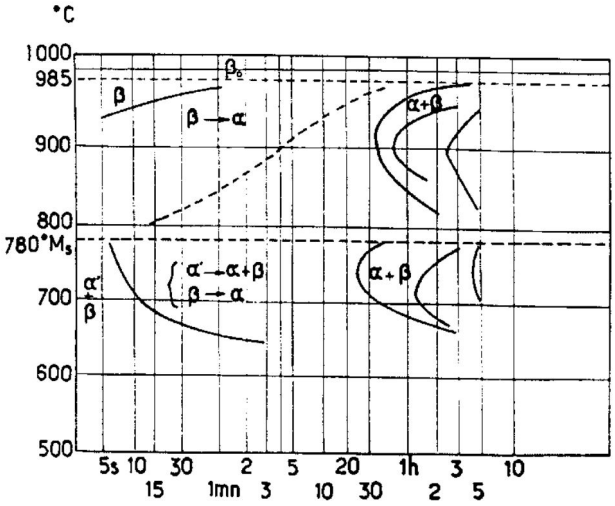


FIGURE 1.2 – Diagramme T.T.T. du TA6V pour une mise en solution à 1025°C pendant 30 minutes [Hocheid *et al.* (1970)]

du TA6V lors du refroidissement continu à différentes vitesses de refroidissement jusqu'à la température ambiante. Ils définissent, pour un ensemble d'histoires thermiques subies par la pièce au refroidissement, les temps et les températures au début et à la fin des transformations structurelles relatives et dans certains cas les pourcentages de constituants formés à la fin de la transformation. La figure 1.3 présente un diagramme TRC du TA6V.

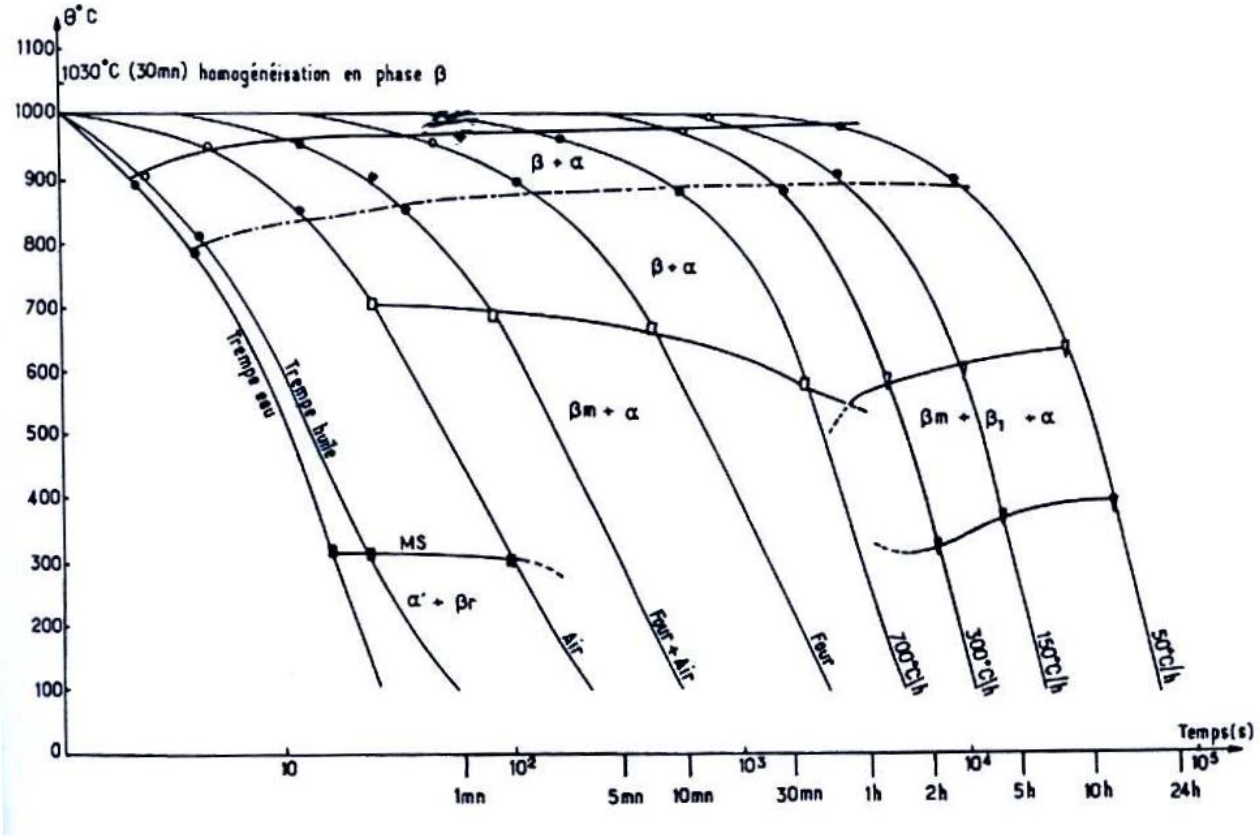


Figure 2-19 : Diagramme TRC du TA6V [Le Maitre, 1970]

Figure 1.3 – Diagramme TRC du TA6V [Le Maitre (1970)]

1.1.5 Transformation de phases dans le titane

La transformation allotropique $\alpha \leftrightarrow \beta$ du titane présente des caractères spécifiques de la transformation martensitique, selon le mécanisme proposé par Burgers pour le zirconium [Burgers (1934)]. La Figure 1.4 montre que l'on peut passer de la forme cubique centrée à la forme hexagonale par un faible déplacement (inférieur à une distance interatomique) de quelques atomes et par un léger réarrangement de ceux-ci.

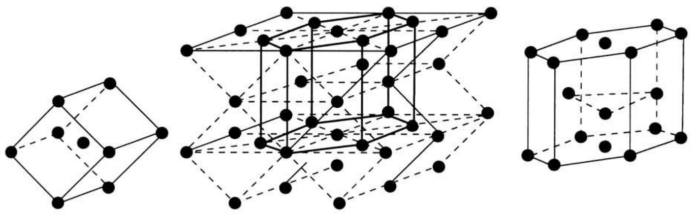


Figure 1.4 – Corrélation cristallographique suivant les relations de Burgers [Combres (2013)].

Cette transformation conduit aux relations d'orientations suivantes :

— Plans $\{110\}_\beta$ //$\{0001\}_\alpha$

— Directions $\langle 111\rangle_\beta$//$\langle 0001\rangle_\alpha$

1.1.5.1 Cinétique de formation des grains β

La formation des grains β pendant la phase de chauffage commence à une température T_d inférieure au transus β. La valeur de cette température dépend de la proportion et de la nature des éléments d'alliage. Fan *et al.* (2005) ont utilisé une valeur de T_d égale à 667°C pour simuler le cycle thermique du TA6V pendant le procédé de formage au laser. A partir des essais expérimentaux, Kherrouba (2017) a montré que cette température augmente avec la vitesse de chauffage. Pour des vitesses de chauffage comprises entre 10°C/s et 50°C/s, il a obtenu des valeurs de T_d comprises entre 779°C et 880°C. Pendant le chauffage continu, les phases β_t et α_n coexistent à partir de T_d jusqu'à la disparition complète de cette dernière lorsque la température atteint le transus β. Les mécanismes de formation des grains β restent tout de même peu étudiés car cette phase est instable à température ambiante.

Les propriétés mécaniques du TA6V traité dans le domaine β sont plutôt influencées par la taille des ex-grains β [Gil *et al.* (2001)]. Les études qui s'en rapprochent se focalisent sur la cinétique de croissance des grains β après une mise en solution. Selon Come-Dingremont (1991), la croissance des grains β est associée à un mécanisme de recristallisation statique caractérisée par la migration des joints de grains. Les travaux de Burke (1949) ont montré que la croissance des grains se fait par la diffusion des atomes à travers les joints de grains et que leur vitesse de migration est proportionnelle à l'inverse du rayon de courbure du grain qui est lui-même proportionnel au diamètre du grain. L'évolution de la taille des grains β en fonction de la température et du temps de mise en solution s'écrit habituellement selon la relation 1.1 [Gil *et al.* (2002)].

$$D - D_0 = kt^n \tag{1.1}$$

avec D la taille de grain, D_0 la taille de grain initiale, k un paramètre dépendant de la température, t le temps de mise en solution et n une constante proche de 0,5.

Comme il s'agit d'un processus thermiquement activé, la constante k de la relation 1.1 peut s'écrire comme suit :

$$k = k_0 exp(-Q/RT) \tag{1.2}$$

où k_0 est une constante, Q l'énergie d'activation du procédé, R la constante des gaz parfaits et T la température.

En plus de la taille des ex-grains β, la cinétique de formation des phases α pendant le refroidissement après la mise en solution peut influencer les propriétés mécaniques du titane et de ses alliages.

1.1.5.2 Cinétique de formation des phases α dans les ex-grains β

Afin d'étudier les mécanismes de formation des grains α, la transformation isotherme est souvent observée à des températures inférieures au transus β. Cette méthode consiste à chauffer le TA6V jusqu'à une température supérieure au transus β puis de le tremper jusqu'à une température donnée. Cela permet d'analyser qualitativement et quantitativement les phases de Widmanstätten formées. Cette technique a permis de montrer que le début de formation des grains α_{GB} se situe à 940°C pour le TA6V [Ohmori *et al.* (1994)]. Les grains α_{WGB} et α_{WI} se forment entre 940°C et 700°C avec une direction perpendiculaire aux grains α_{GB}. Leur formation est associée à la migration de l'aluminium des joints de grains vers le centre des ex-grains β et du mouvement du vanadium dans le sens inverse.

La cinétique de formation des phases α suite à une mise en solution dans le domaine β est souvent modélisée par des lois exponentielles. Dans le cas de la transformation sans diffusion qui donne naissance aux phases aciculaires (phase α'), la relation empirique suivante a été proposée par Trivedi (1970).

$$f_a = 1 - C\ exp(-(Ms - T)) \tag{1.3}$$

où f_a est la proportion de phase martensitique créée, Ms la température de début de transformation martensitique, T la température et C une constante. Selon Fan *et al.* (2005), $C = 0,003$ pour les alliages de titane. Cette loi a été développée dans le cas des phases aciculaires issues de métaux fondus, mais est aussi applicable aux phases obtenues à partir de solutions solides.

La modélisation de la cinétique de transformation avec diffusion (formation des phases α_{GB}, α_{WGB} et α_{WI}) est habituellement modélisée avec la loi de JMAK (Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov) [Kherrouba *et al.* (2016)] :

$$f = 1 - exp[-(kt)^n] \tag{1.4}$$

où f représente la proportion des phases α_p, t le temps, k et n les paramètres de JMAK.

On peut observer que cette loi est indépendante de la température. Elle n'est applicable que dans des conditions de refroidissement isotherme. La prédiction de la cinétique de transformation en refroidissement continu s'appuie aussi sur la loi de JMAK couplée à la règle de l'additivité. Le calcul se fait alors par paliers en discrétisant le domaine (temps-température). En utilisant cette méthode, Kherrouba *et al.* (2016) ont évalué et modélisé la fraction de grains α_{GB+WI} formée à différentes températures pour différentes vitesses de refroidissement (figure 1.5). On peut observer que la fraction transformée diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement.

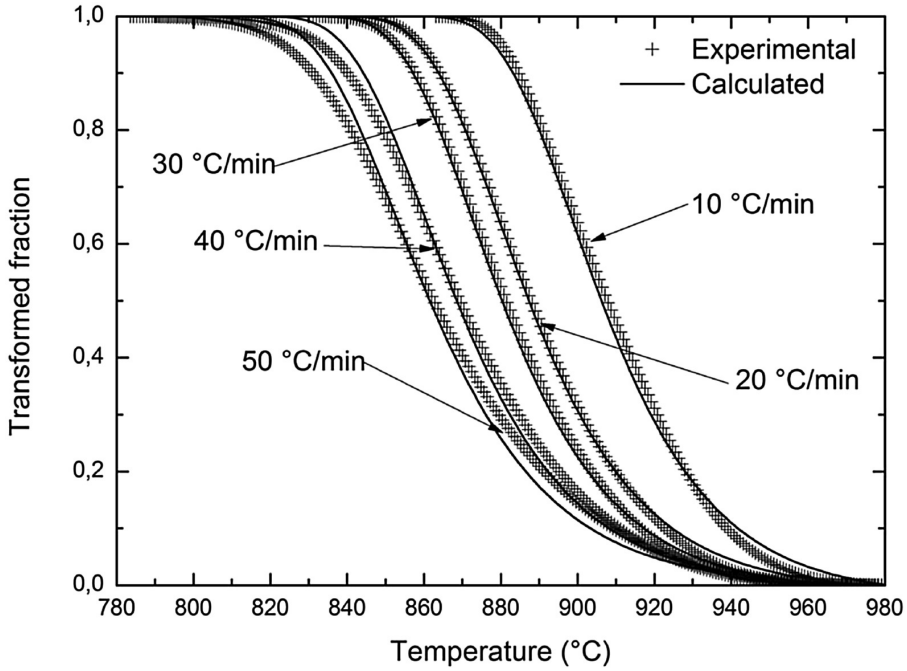


FIGURE 1.5 – Evolution de la fraction de grains α_{GB+WI} formée en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement.

1.2 Le soudage par friction malaxage

Le soudage par friction malaxage est un procédé de soudage à l'état solide breveté par le TWI[1] en 1991 (figure 1.6). Il est essentiellement employé sur les métaux, mais aussi sur des polymères [Barmouz *et al.* (2014)]. Dans ce procédé, le métal d'apport n'est pas nécessaire. Le chauffage des pièces est assuré par le frottement de l'outil avec les pièces à souder alors que la formation du cordon est assurée par le malaxage.

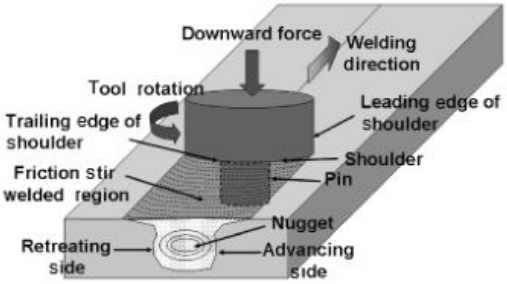


Figure 1.6 – Principe du FSW [Mishra & Mahoney (2007)].

Les pièces à souder sont rigoureusement immobilisées pendant le procédé. Cela nécessite souvent un bridage ou un montage d'usinage particulier.

1.2.1 Un procédé en trois phases

L'opération de soudage par FSW se déroule en trois étapes principales (figure 1.7) qui peuvent être automatisées, afin d'obtenir une bonne répétabilité.

— La première phase est nommée phase de plongée : l'outil composé d'un épaulement et d'un pion tourne à grande vitesse et pénètre dans le plan de joint des pièces à souder jusqu'à ce qu'il y ait contact avec l'épaulement. Une force axiale est appliquée pour maintenir le contact entre l'épaulement et les pièces.

— Après le contact entre l'épaulement et les pièces, l'outil est animé d'un mouvement d'avance suivant le plan de joint. Ce mouvement d'avance combiné au mouvement de rotation permettent de malaxer la matière autour du plan de joint des deux pièces. Suivant le sens de rotation de l'outil, on distingue le côté avance de la soudure (Advancing Side) et le côté retrait (Retreating Side). L'advancing side (AS) est le côté de la soudure où les vitesses de rotation tangentielle et d'avance de l'outil ont le même sens. Le

1. The Welding Institute

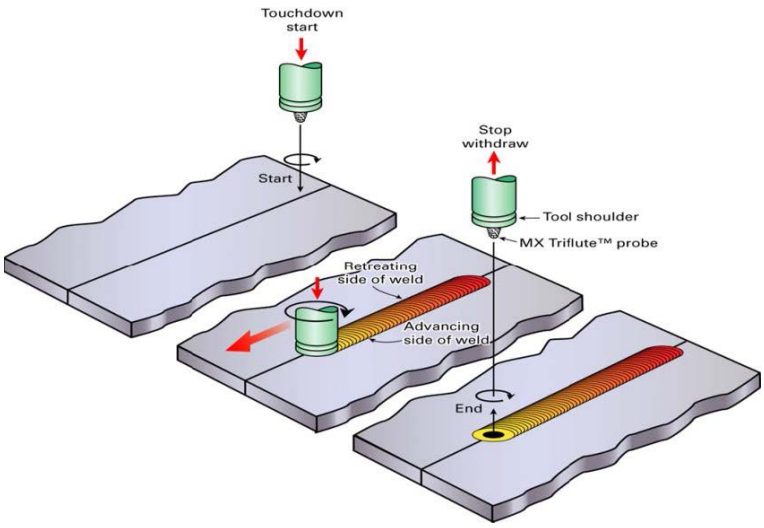


FIGURE 1.7 – Représentation schématique des trois étapes du FSW [Threadgill *et al.* (2009)].

retreating side (RS) est l'autre côté. L'étude cinématique du FSW montre que la matière confinée sous l'épaulement est entraînée dans le sens de soudage vers l'AS et dans le sens contraire au soudage vers le RS.

— Dans la troisième phase appelée retrait, l'outil est retiré du plan de joint des pièces soudées. Si le pion n'est pas rétractable, il laisse un trou dans le plan de joint.

Dans les applications industrielles, une dernière étape d'usinage est parfois nécessaire. Celle-ci consiste à usiner la surface supérieure de la soudure pour enlever les bourrelets et les restes de soudure afin d'avoir un bon aspect visuel. Parfois, il est nécessaire de fixer les pièces à souder à une plaque de protection appelée "backing plate" afin d'éviter de chauffer le support de la machine. Des montages particuliers permettent aussi de refroidir la "backing plate". Pendant le procédé, la matière subit une très grande élévation de température et des déformations plastiques qui, selon la nature du métal de base, décomposent la soudure en différentes zones métallurgiques.

1.2.2 Décomposition de la zone soudée

La macrographie d'une soudure laisse apparaître cinq zones différentes comme l'indique la figure 1.8. Suivant le matériau soudé, les paramètres opératoires et la géométrie de l'outil, ces zones auront des tailles variables. Ainsi, certaines zones sont parfois négligeables, car difficiles à discerner.

— Le métal de base est la partie du métal la plus éloignée du centre de la soudure. Elle ne subit aucune modification significative. Ses propriétés thermo-mécaniques restent inchan-

gées. En se rapprochant du centre de la soudure, on trouve la ZAT.

— La zone affectée thermiquement (ZAT ou HAZ : Heat Affected Zone) subit un changement de microstructure dû à l'élévation de la température mais n'est pas déformée. Cette élévation de température produit un traitement thermique local qui peut avoir un effet sur la taille de grains ou l'état de précipitation ou de restauration. C'est dans cette zone qu'intervient souvent la rupture lors des essais de traction [Zhang *et al.* (2008)]. Toutefois, en raison du faible apport de chaleur comparativement aux autres procédés de soudage (notamment le soudage par fusion), la taille de cette zone est faible, surtout pour les matériaux à faible conductivité thermique.

— La zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM ou TMAZ : Thermo-mechanically affected zone) se retrouve autour du noyau de soudure et subit un cycle thermomécanique. L'allongement des grains dans cette zone permet de déterminer la direction de l'écoulement autour du pion. Dans les soudures de titane (ou de ses alliages), cette zone se confond parfois au noyau ; les deux zones forment alors la Stirred Zone(SZ).

— Le noyau (ou Nugget) est le centre de la soudure. Les déformations y sont maximales. La température dans le noyau dans le cas du TA6V atteint 1100°C [Edwards & Ramulu (2010b)]. Le cycle thermomécanique permet souvent d'y observer le phénomène de recristallisation dynamique. Les grains ont alors une forme équiaxe avec un diamètre beaucoup plus faible qui est parfois inférieur à 1 μm [Kiss *et al.* (2015)].

— La flow arm ou sous-épaulement est une zone forgée située juste en dessous de l'épaulement. Son diamètre est celui de l'épaulement alors que son épaisseur est environ égale au cinquième de l'épaisseur de la soudure [Heurtier *et al.* (2006)]. Ses propriétés mécaniques sont similaires à celles du noyau.

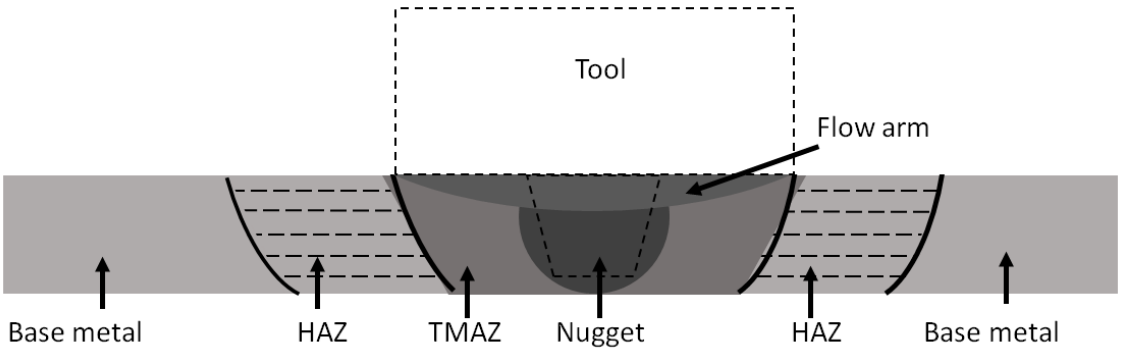


Figure 1.8 – Schéma des différentes zones microstructurales de la section transversale d'une soudure FSW.

1.2.3 Avantages et inconvénients

Du point de vue du procédé, on peut souligner le fait que l'outil n'est pas consommable ; cela permet de gagner en poids comparativement à d'autres procédés d'assemblage comme le rivetage ou le soudage à l'arc. Contrairement à la plupart des méthodes de soudage, le FSW permet de souder des matériaux différents [Murr (2010)]. Le malaxage de la matière donne aussi d'autres possibilités telles que la fabrication de matériaux composites en déposant des particules de renfort sur les plaques avant le soudage [Avettand-Fènoël *et al.* (2014)]. En environnement industriel, on peut augmenter la productivité en automatisant le soudage. Cela permet de gagner en temps, mais aussi en répétabilité. On peut aussi noter que le soudage des plaques par le procédé FSW est plus rapide qu'avec les autres procédés de soudage.

Quant à l'aspect qualité des soudures, on notera que le FSW est un procédé de soudage à l'état solide qui permet d'éviter les défauts de solidification. Dans la plupart des cas, il n'est pas nécessaire d'utiliser un gaz de protection. Les joints soudés par FSW présentent généralement une microstructure très fine, ce qui augmente la résistance mécanique et la dureté.

Au-delà de ces avantages, le FSW possèdent des inconvénients qui limitent son utilisation. On notera premièrement que l'installation d'une machine FSW est très onéreuse. Certaines entreprises essaient de limiter les coûts en adaptant les machines d'usinage telles que les fraiseuses. De plus, il est difficile de souder des pièces de géométrie complexe à cause de la "backing plate".

Quels que soient les avantages et les inconvénients et comme pour tout procédé, il est nécessaire de maîtriser les paramètres influents afin de réaliser des joints sans défaut et optimisés.

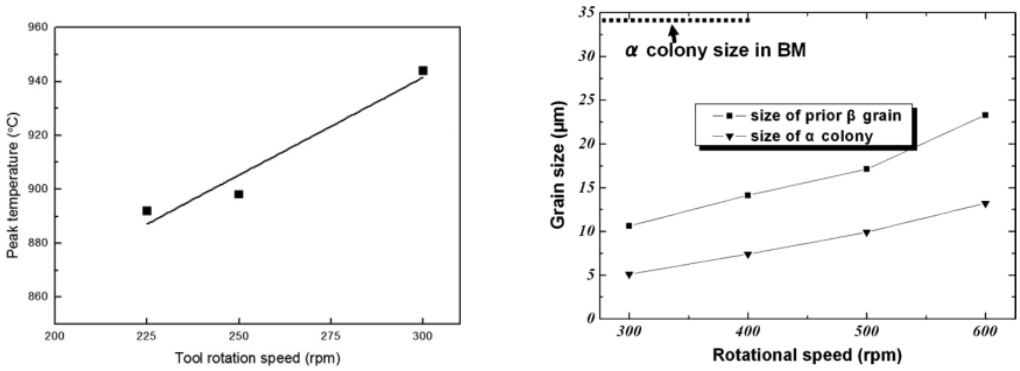
1.3 Influence des paramètres en FSW

1.3.1 Les paramètres du procédé

Les principaux paramètres du procédé sont la vitesse de rotation de l'outil habituellement exprimée en rpm (revolutions per minute), la vitesse de soudage (mm/min), la charge axiale (kN) ainsi que l'angle d'inclinaison de l'outil. Les choix de l'utilisateur peuvent parfois être limités par les caractéristiques de la machine de soudage.

1. **La vitesse de rotation** de l'outil en contact avec la matière génère la chaleur autour de l'outil et permet de malaxer la matière. Le choix d'une vitesse de rotation optimale s'avère donc primordial. D'une part, une vitesse de rotation trop élevée, peut entraîner

un chauffage excessif de la pièce et occasionner des "flash" ; d'autre part, une vitesse de rotation trop faible conduit à un chauffage insuffisant des pièces à souder, limitant ainsi le malaxage de matière. Cela provoque alors la formation de bavures et de cavités dans la soudure. On montre expérimentalement que la vitesse de rotation a un effet très important sur la température maximale (figure 1.9(a)) atteinte dans le noyau de soudure et sur la taille des grains β transformés dans le cas du TA6V (figure 1.9(b)).



(a) (b)

Figure 1.9 – Effet de la vitesse de rotation sur la température maximale (a) [Yoon *et al.* (2015)] et sur la taille des grains (b) [Zhang *et al.* (2008)] des soudures de TA6V.

Une étude sur les alliages 356-T6 et 6061-T651 d'aluminium a montré que la résistance en traction augmente avec l'augmentation de la vitesse de rotation [Tehyo *et al.* (2012)]. La dureté des soudures est aussi influencée par la vitesse de rotation comme l'ont montré Zhang *et al.* (2008) dans le cas du TA6V (figure 1.10).

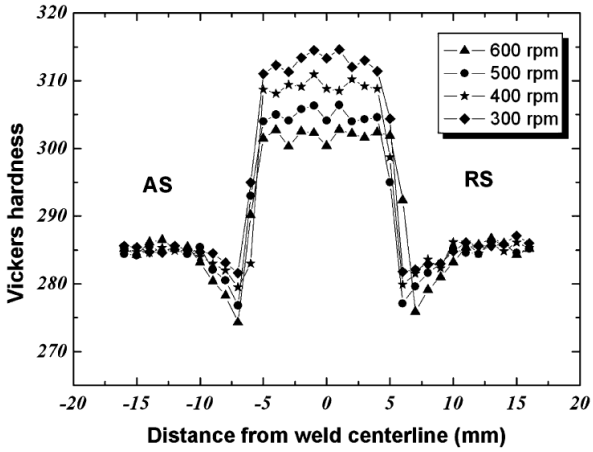


Figure 1.10 – Effet de la vitesse de rotation sur la dureté [Zhang *et al.* (2008)].

2. **La vitesse d'avance** tout comme la vitesse de rotation doit être choisie de manière optimale. Son choix doit être fait en fonction des propriétés du matériau de base afin de ne

pas risquer d'endommager l'outil. L'influence de ce paramètre a fait l'objet de nombreuses études au cours de la dernière décennie.
L'étude de l'influence des paramètres du procédé sur les propriétés en traction des soudures FSW de TA6V [Liu *et al.* (2010)] a montré que l'augmentation de la vitesse d'avance augmente la résistance mécanique et la déformation à la rupture (figure 1.11). Dans le cas de l'alliage d'aluminium AA6082, Cavaliere *et al.* (2008) ont montré que la taille de grain dans le noyau de soudure diminue avec l'augmentation de la vitesse d'avance jusqu'à une valeur stationnaire (figure 1.12).

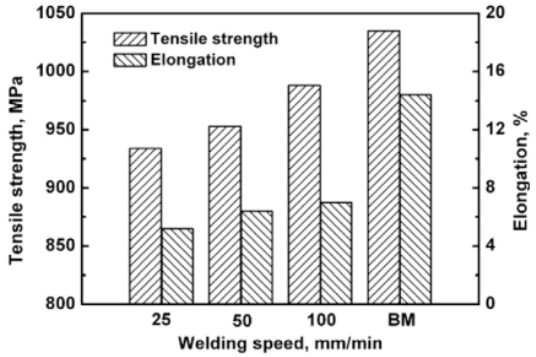


FIGURE 1.11 – Effet de la vitesse de soudage sur la résistance à la traction des soudures de TA6V [Liu *et al.* (2010)].

Un constat similaire a été obtenu avec la limite d'élasticité : elle augmente avec la vitesse de soudage jusqu'à une valeur seuil avant de commencer à chuter. Les mêmes observations ont été faites par Kumar *et al.* (2014) avec les soudures dissimilaires de l'alliage AA7075-T651 avec l'alliage AA6061-T651.

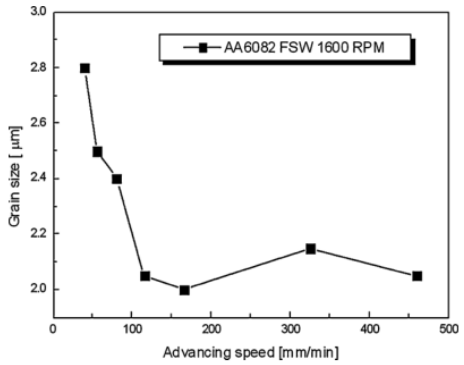


FIGURE 1.12 – Effet de la vitesse de soudage sur la taille des grains des soudures d'Al AA6082 [Cavaliere *et al.* (2008)].

3. **La force de forgeage** ou charge axiale est la force appliquée pour maintenir l'outil dans la position verticale souhaitée. Il est important de la maîtriser lorsqu'on fait un pilotage

en force parce qu'elle conditionne le choix des vitesses d'avance et de rotation. Elangovan *et al.* (2008) ont montré expérimentalement que la charge axiale a une influence sur la dureté maximale (figure 1.13).

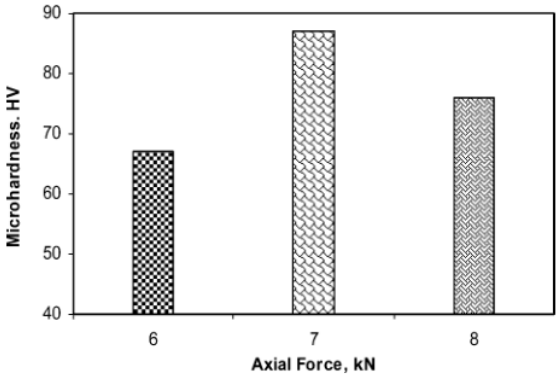


Figure 1.13 – Effet de la force de soudage sur la microdureté des soudures d'Al AA6061 [Elangovan *et al.* (2008)].

La simulation par élément finis du soudage FSW montre que la force de forgeage augmente avec la vitesse de soudage et diminue lorsque la vitesse de rotation augmente [Ulysse (2002)].

4. **L'angle d'inclinaison de l'outil** (figure 1.14) permet d'optimiser l'écoulement de la matière autour du pion. Il permet aussi de corriger l'inclinaison sur l'outil provoqué par la résistance des pièces à souder pendant le soudage. Sa valeur évolue généralement entre 0°et 5°. Certains types d'outils permettent de s'affranchir de l'imposition d'un angle d'inclinaison : plus particulièrement, un outil à deux épaulements (bobbin tool) a été développé permettant de souder sans angle d'inclinaison [Mishra & Mahoney (2007)].
   Krishna *et al.* (2015) ont étudié l'influence de l'angle d'inclinaison sur la qualité des soudures d'aluminium 2014 avec un outil conique fileté. Ils ont fait varier l'angle de 0°à 3° avec un pas de 0,5°, et ont constaté qu'avec un angle de 3°, l'état de surface de la soudure est bon, aucune cavité n'est présente à l'intérieur de la soudure et la taille des défauts est minimale.

1.3.2 Les paramètres d'outil

Les paramètres d'outil comprennent la géométrie de l'outil et la nature du matériau le constituant. La géométrie de l'outil, surtout la longueur du pion, dépend essentiellement de la géométrie des pièces à souder. Quant au matériau de l'outil, il est conditionné par la nature du matériau à souder.

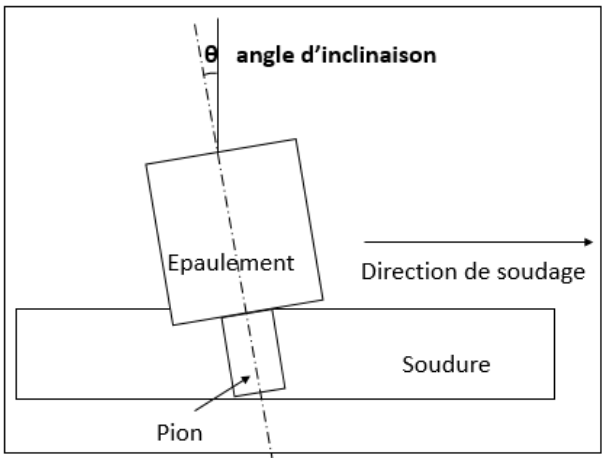


FIGURE 1.14 – Angle d'inclinaison de l'outil.

1.3.2.1 La géométrie de l'outil

La géométrie de l'outil a une influence particulière sur la circulation de la matière dans la zone malaxée [Hirasawa *et al.* (2010)].

1.3.2.1.1 Géométrie de l'épaulement : le rôle de l'épaulement est essentiellement de chauffer la matière sur la surface et les couches superficielles des pièces. Un épaulement peut être conique ou cylindrique ; mais cet aspect a peu d'importance sur les qualités de la soudure, puisque l'épaulement ne plonge pas suffisamment dans la soudure [Mishra & Mahoney (2007)]. Quant à sa surface inférieure, elle est généralement plane, convexe ou concave (figure 1.15). Elle peut avoir d'autres particularités permettant d'accélérer la déformation plastique des pièces et/ou de mieux contrôler le déplacement de matière. On trouve ainsi des épaulements avec des arêtes, des rainures ou encore des cercles concentriques [Mishra & Mahoney (2007)].

L'épaulement le plus simple à fabriquer et le moins coûteux est l'épaulement plat. Il maximise la surface de contact avec les pièces lorsque l'angle d'inclinaison est nul (ou très faible), ce qui permet de générer plus de chaleur. Le problème lié à son utilisation est que son extrémité ne permet pas d'enfermer la matière déformée. Cela peut entraîner la fuite de matière sous l'épaulement, provoquant des bavures. La solution à ce problème est l'utilisation d'un épaulement concave.

La géométrie d'épaulement qui donne de meilleures propriétés aux soudures est l'épaulement concave [Hirasawa *et al.* (2010)]. La concavité est définie par un petit angle entre l'extrémité de l'épaulement et l'axe du pion. Sa valeur varie souvent entre 6 et 10° [Infante & Vidal (2014)]. L'emploi de cet outil nécessite son inclinaison d'un angle compris entre 2°et 4° [Baskoro *et al.* (2013)].

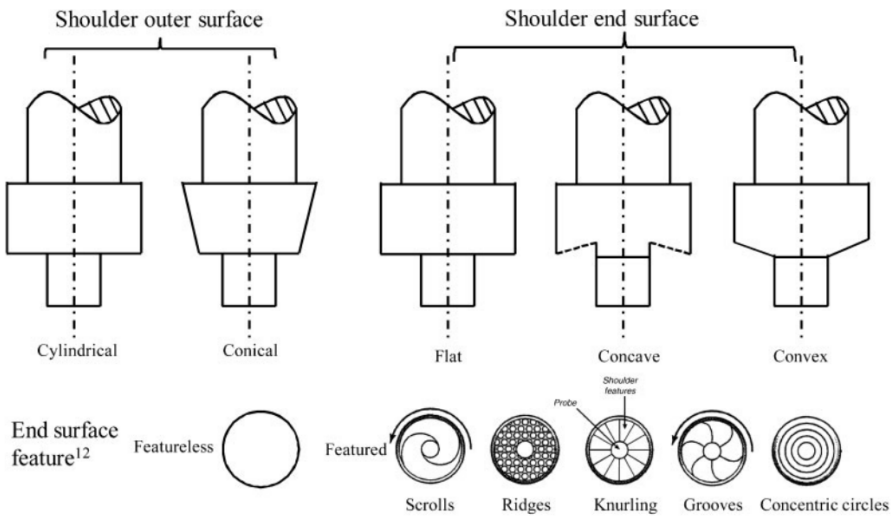


Figure 1.15 – Géométrie des épaulements [Zhang *et al.* (2012)].

L'épaulement convexe quant à lui n'a pas eu beaucoup de succès en FSW. L'inconvénient avec ce type d'épaulement est qu'il renvoie la matière malaxée loin du pion [Mishra & Mahoney (2007)]. Pour palier ce problème, on lui ajoute des rainures spirales afin d'orienter la matière dans le bon sens, mais c'est une solution qui reste onéreuse.

1.3.2.1.2 Géométrie du pion : la géométrie du pion est très influente sur la qualité de la soudure quand on soude des pièces de grande épaisseur. En FSW, on utilise surtout les pions coniques même s'ils supportent des charges transversales plus faibles que les pions cylindriques. De plus, la section de contact étant plus faible, le frottement du pion avec les pièces génère moins de chaleur. Le pion conique est adapté lorsque l'épaisseur des plaques est faible car dans ce cas, les charges transversales sont faibles et le chauffage engendré par l'épaulement est suffisant pour souder les plaques.

Quant à la surface latérale du pion, elle est habituellement lisse. Afin de générer plus de frottement, des pions avec des spécificités ont été développés. On trouve ainsi des pions filetés, des pions étagés ou encore des pions à rainures.

La surface inférieure du pion peut être arrondie (en forme de dôme) ou plane (figure 1.16). Le pion arrondi permet de réduire l'usure de l'outil pendant la phase de pénétration. Le rayon optimal du dôme est 0,75 fois le diamètre du pion [Mishra & Mahoney (2007)]. Cependant, le pion plat est préféré au pion arrondi pour des raisons de coût et de cinématique. En effet, pendant la phase de pénétration d'un outil incliné, la partie du pion qui touche en premier la pièce a une vitesse linéaire plus grande si le pion est plat. Dans cette logique, on montre que le pion plat peut déformer plus vite la matière que le pion arrondi.

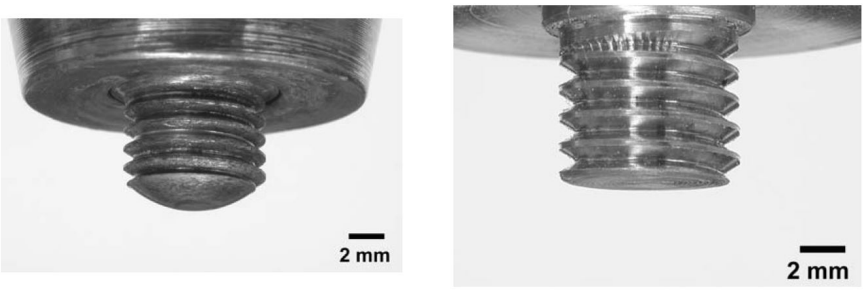


FIGURE 1.16 – Pions filetés arrondi (à gauche) et plat (à droite) [Mishra & Mahoney (2007)].

1.3.2.2 Matériau de l'outil

Le choix du matériau de l'outil dépend du matériau à souder, de la durée de vie qu'on souhaite pour l'outil, de l'expérience et des préférences de l'utilisateur. Puisque chaque partie de l'outil joue un rôle différent, l'outil idéal devrait avoir l'épaulement et le pion fabriqués avec des matériaux différents. Dans tous les cas, il y a des critères fondamentaux dont on doit tenir compte dans le choix du matériau de l'outil.

1. Résistance à température élevée
   L'outil doit pouvoir résister à la charge de compression très élevée pendant la phase de pénétration. Comme les températures sont aussi très élevées, l'outil doit avoir une bonne résistance à haute température. Dans le cas du titane, la température dans la zone de soudage dépasse 1100°C [Edwards & Ramulu (2010b)]. L'outil étant en contact permanent avec la pièce, sa température sera largement supérieure à celle des pièces.
2. Réactivité de l'outil
   L'augmentation de la température peut déclencher des réactions chimiques entre l'outil et les pièces à souder ou avec l'air ambiant. Le titane par exemple réagit rapidement avec l'oxygène, l'hydrogène et l'azote pour des températures supérieures à 500°C. Toute réaction de l'outil avec le matériau à souder peut modifier ses propriétés et ainsi altérer sa résistance à l'usure, sa résistance mécanique ou même produire des gaz toxiques. Dans certains cas, on est alors obligé d'opérer sous atmosphère neutre. Cela permet aussi d'éviter la réactivité des pièces avec l'environnement. Le gaz de protection le plus utilisé pendant le soudage du titane est l'argon [Zhou *et al.* (2009), Mironov *et al.* (2008)].
3. Uniformité de la densité et de la microstructure
   La densité et la microstructure doivent être uniformes pour éviter l'apparition d'une région fragile dans l'outil, ce qui peut entraîner sa rupture.

Les alliages de tungstène (W) sont habituellement utilisés pour fabriquer les outils de soudage du TA6V. L'alliage le plus courant est le W-25Re (25% de Rhénium). Ce dernier a un

point de fusion élevé (supérieur à 3000°C) et est très résistant à haute température, mais sa mise en œuvre est très difficile. Le densimet est parfois utilisé pour souder du TA6V. C'est un métal lourd composé à plus de 90% de tungstène ; il est plus facile à mettre en œuvre et son coût de fabrication est plus faible [Farias *et al.* (2013)]. Le $W + 1\% LaO_2$ est aussi un alliage de tungstène qui ne pose pas non plus de problème de mise en œuvre et qui permet de travailler à de hautes températures. D'autres chercheurs ont soudé avec succès du TA6V avec des outils en alliage de Molybdène [Zhang *et al.* (2008)].

1.4 Propriétés des joints soudés par FSW

1.4.1 Propriétés mécaniques

1.4.1.1 Propriétés en traction

Selon le sens d'extraction des éprouvettes dans la soudure, on peut évaluer les propriétés en traction du cordon de soudure (sens longitudinal) ou du matériau soudé (sens transversal). Zhang *et al.* (2008) ont observé une réduction des propriétés en traction sur des éprouvettes extraites dans le sens transversal des soudures FSW de TA6V par rapport au métal de base pour différentes vitesses de rotation de l'outil. Liu *et al.* (2010) et Ramulu *et al.* (2010) ont aussi observé une diminution des propriétés en traction des soudures FSW de TA6V, mais avec différentes vitesses d'avance (figure 1.17). Cette diminution des propriétés s'explique par l'hétérogénéité de la soudure. En effet, certaines zones de la soudure, notamment la ZAT, présentent une dureté plus faible que celle des autres zones ; ce qui entraîne une rupture dans cette zone et une réduction de la résistance mécanique et de la limité d'élasticité. Quant à l'allongement à la rupture, sa diminution peut s'expliquer par la formation des phases peu ductiles.

Dans le cas des tractions longitudinales, Zhang *et al.* (2008) et Ramulu *et al.* (2010) ont observé une amélioration des propriétés en traction par rapport au métal de base (figure 1.18). Cette augmentation est le résultat de l'affinement de la microstructure dans la zone soudée.

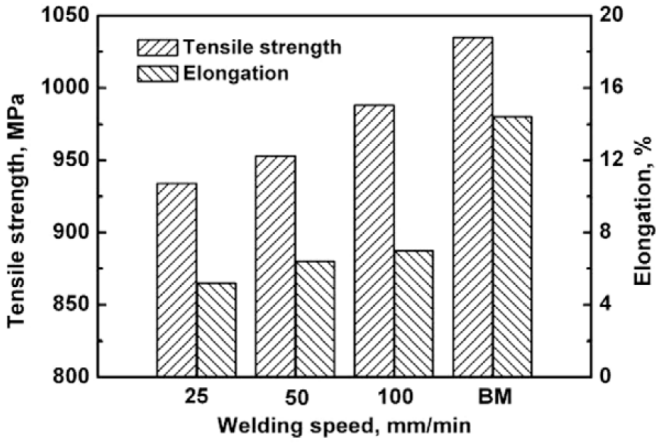
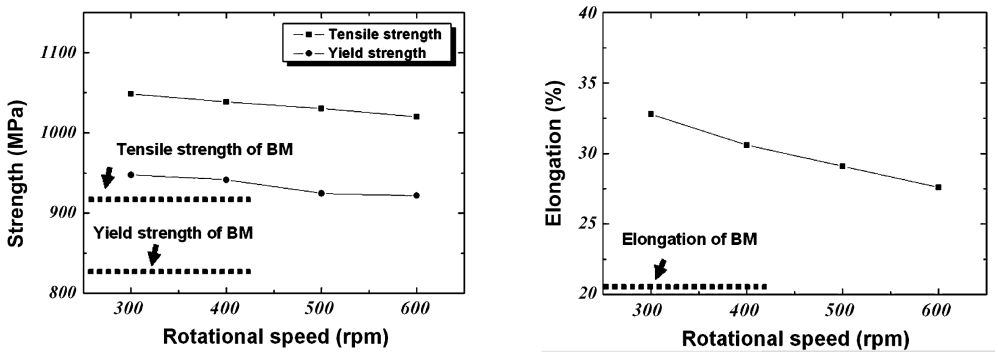


FIGURE 1.17 – Résistance mécanique et allongement des soudures FSW de TA6V pour différentes vitesses d'avance [Liu *et al.* (2010)].



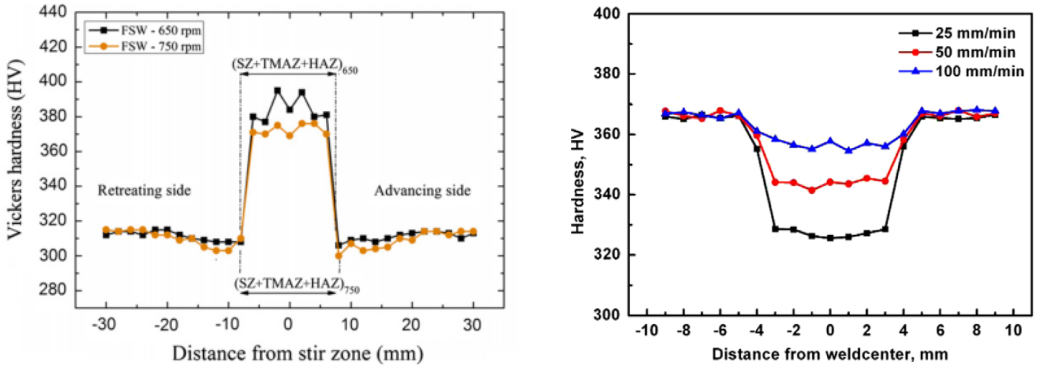
(a) Résistance mécanique et limite élastique (b) Allongement

FIGURE 1.18 – Comparaison entre les proprités en traction du cordon de soudure et celles du matériau non soudé pour différentes vitesses de rotation [Zhang *et al.* (2008)].

1.4.1.2 Dureté

La dureté des joints fait partie des propriétés mécaniques qui permettent de comprendre l'histoire thermique des matériaux pendant le soudage. En FSW, on s'intéresse particulièrement au profil de dureté à travers la soudure afin de qualifier les différentes zones métallurgiques. La forme du profil de dureté varie en fonction du matériau étudié et du champ de température auquel il est soumis. Lorsque la température dans le noyau approche ou dépasse le transus β, le noyau présente la plus grande dureté à cause de l'affinement de la microstructure et/ou de la recristallisation dynamique. On observe ensuite un décrochement dans la ZAT qui subit souvent un effet de recuit qui entraîne l'adoucissement (figure 1.19(a)). Lorsque la température est inférieure au transus β, on observe un effet de recuit d'adoucissement dans le noyau, entraînant

la chute de la dureté dans cette zone (figure 1.19(b)). La ZAT présente aussi une dureté faible par rapport au métal de base.



(a) Augmentation de dureté dans le noyau [Esmaily *et al.* (2013)

(b) Adoucissement dans le noyau [Liu *et al.* (2010)

Figure 1.19 – Différents profils de dureté observés sur des soudures FSW de TA6V.

1.4.2 Propriétés microstructurales

1.4.2.1 Microstructures typiques des soudures FSW de TA6V

Diverses microstructures peuvent résulter de l'opération de soudage par FSW, les zones d'intérêt étant essentiellement le noyau et la ZAT car elles sont les plus distinctes. Les microstructures typiques observées dans les noyaux des soudures de TA6V sont les microstructures lamellaires sous forme de grains β transformés, ou duplex. En fonction du pic de température atteint, on observe l'une ou l'autre de ces structures. Si la température maximale dans le noyau dépasse le transus β, on observe une microstructure complètement lamellaire (figure 1.20). Plus on s'éloigne du transus β, plus les lamelles sont larges. De même, moins la vitesse d'avance de l'outil est grande, plus la matière est exposée aux grandes températures, et plus les lamelles sont larges [Zhou *et al.* (2010)]. Dans la ZAT, les températures maximales sont légèrement inférieures au transus β. Cela entraîne la présence de lamelles α/β ainsi que des nodules de phase α [Zhang *et al.* (2008)].

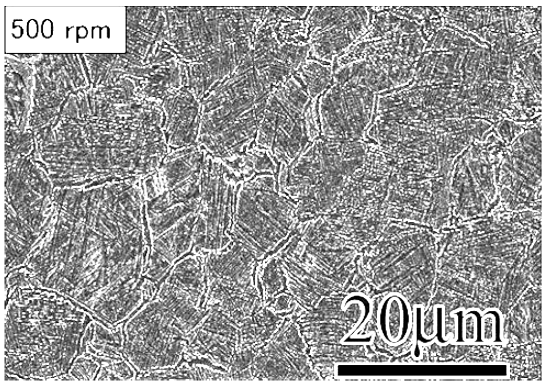


FIGURE 1.20 – Microstructure lamellaire dans le noyau d'une soudure FSW de TA6V [Zhang *et al.* (2008)].

Lorsque la température maximale dans le noyau est inférieure au transus β, on observe une microstructure duplex. Yoon *et al.* (2015) ont étudié l'effet de la vitesse de rotation sur la microstructure dans la zone soudée et ont observé une microstructure duplex quelle que soit la vitesse de rotation avec une variation du pourcentage du taux de grains α équiaxes suivant l'épaisseur de la soudure. Leurs analyses microstructurales ont montré une augmentation du pourcentage de grains α lorsqu'on s'éloigne de l'épaulement (figure 1.21).

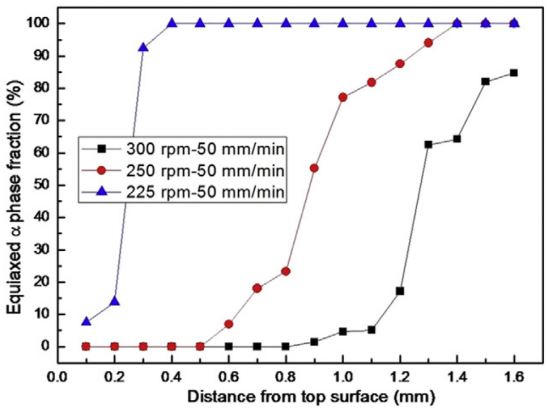


FIGURE 1.21 – Fraction surfacique des grains équiaxes α à travers l'épaisseur de la tôle pour différentes vitesses de rotation [Yoon *et al.* (2015)].

D'autres travaux ont rapporté la présence de la phase martensitique dans le noyau de soudures FSW de TA6V [Esmaily *et al.* (2013)]. Sa présence est due aux conditions opératoires qui ont entraîné une température maximale supérieure au transus β et un refroidissement ultra rapide.

1.4.2.2 Taille des grains

La taille des grains est un élément essentiel qui détermine les propriétés mécaniques d'un matériau. La loi de Hall-Petch notamment montre une augmentation de la dureté HV des matériaux lorsque la taille des grains diminue :

$$HV = H_0 + K_h.d^{-1/2} \tag{1.5}$$

où H_0 et K_h sont des constantes et d la taille des grains.

En général, après l'opération de soudage FSW, on observe un affinement de la microstructure dans le noyau. Notamment, lorsqu'il y a recristallisation, les grains sont plus petits et ont une forme équiaxe.

Certaines études ont montré que la microstructure n'est pas homogène dans le noyau de soudure. En raison de la proximité de l'épaulement de l'outil, la partie supérieure de la soudure subit une plus grande élévation de température que la partie inférieure, entraînant un gradient de température à travers l'épaisseur de la tôle soudée. Ce gradient de température peut entraîner l'apparition de grains plus grands dans la partie supérieure et des grains plus fins dans la partie inférieure.

1.4.3 Défauts rencontrés dans les soudures FSW

Des défauts surviennent habituellement lors des opérations de soudage même lorsque le procédé est bien maîtrisé (figure 1.22). Les causes des défauts peuvent être liées à une anisotropie locale du matériau, un manque de pénétration ou encore une fixation non adéquate des pièces.

Les défauts les plus visibles sont les bourrelets excessifs liés à la pénétration de l'épaulement dans la matière. Cela provoque un amincissement de la soudure et l'éjection latérale de la matière, formant des bavures. Dans certains cas, la rugosité de la surface de la soudure peut aussi constituer un défaut. Même si ce n'est pas recommandé, une étape supplémentaire d'usinage peut permettre d'éliminer ces deux défauts.

Dans certaines soudures, on observe également des défauts de vide qui se localisent souvent dans la ZATM. Ces vides appelés trous de vers ou tunnels lorsqu'ils sont très longs apparaissent lorsque la génération de chaleur est trop faible ou lorsque la force appliquée n'est pas suffisante.

Au-dessous de la soudure, on peut observer un défaut sous forme de ligne de joint lorsque

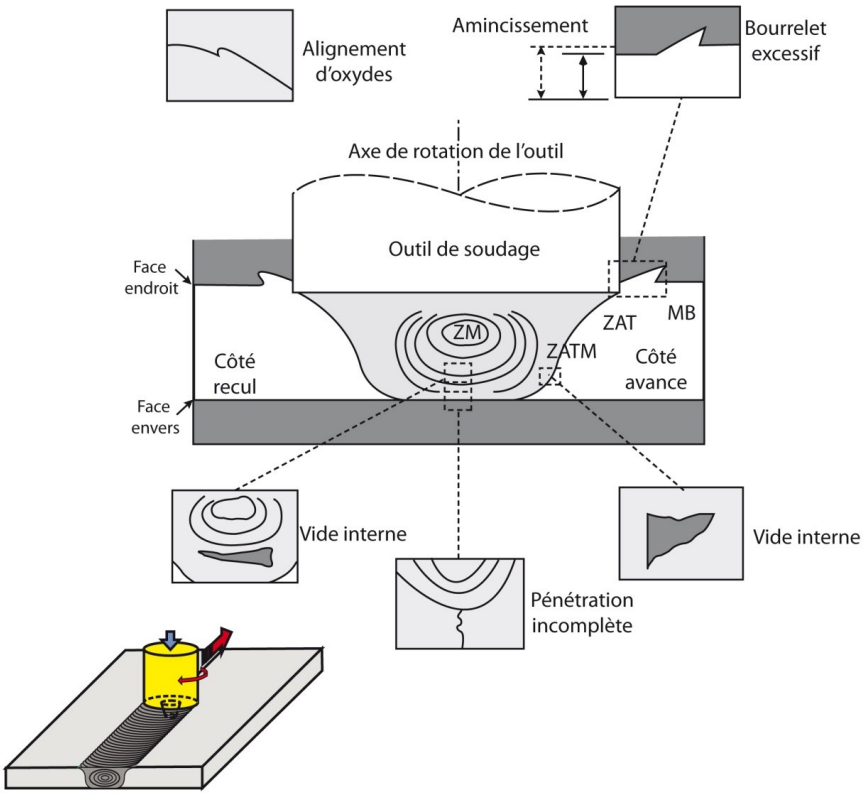


FIGURE 1.22 – Schéma présentant les défauts rencontrés dans les soudures FSW [Kiss *et al.* (2015)].

le pion n'est pas suffisamment long. Des particules provenant de l'usure de l'outil se retrouvent parfois dans la soudure et constituent des défauts.

1.5 Modélisation du soudage FSW

Le coût important des essais expérimentaux amène certains auteurs à s'intéresser à la modélisation pour évaluer l'effet du soudage sur le matériau. Dans les modèles, les phénomènes thermiques et mécaniques peuvent être modélisés séparément ou couplés. Nous allons résumer les principaux modèles de la littérature.

1.5.1 Modélisation mécanique

Les modèles mécaniques du FSW s'intéressent particulièrement à l'écoulement de la matière autour du pion. Deux approches sont rencontrées dans la littérature. La première est fondée sur les équations de la mécanique du solide [Feulvarch (2016), Tutunchilar *et al.* (2012), Nandan

et al. (2008)] et la seconde est basée sur les équations de la mécanique des fluides [Jacquin *et al.* (2011), Heurtier *et al.* (2006), Tongne *et al.* (2015)]. Feulvarch (2016) a modélisé le FSW par simulation numérique en éléments finis en couplant les aspects thermiques et mécaniques et l'a appliqué à la modélisation des transformations de phase sur les alliages d'aluminium. La formulation en mécanique des fluides proposée par Heurtier *et al.* (2006) sera examinée.

Modèle fluide : cette approche se base sur les équations de la mécanique des fluides régissant l'écoulement d'un fluide autour d'un cylindre. L'écoulement de la matière est divisée en quatre champs : le champ de contournement, le champ de circulation, le champ de torsion et le champ de vortex (figure 1.23).

En coordonnées cylindriques, le champ de contournement avec circulation associé à la rotation de l'outil est issu du potentiel suivant :

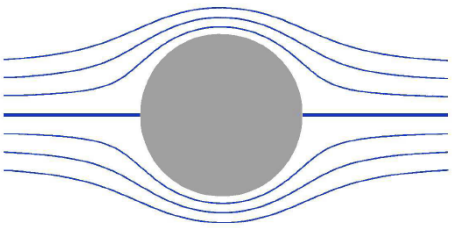
$$\phi(r,\theta) = V_a(r + \frac{a^2}{r})cos(\theta) - \frac{\Gamma}{2\pi}\theta \tag{1.6}$$

où V_a est la vitesse d'avance de l'outil, a le rayon du pion, et Γ la circulation qui dans le cas présent s'écrit :

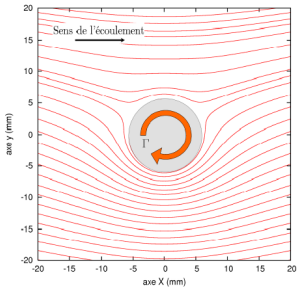
$$\Gamma = \dot{\Omega}_m \pi a^2 \tag{1.7}$$

où $\dot{\Omega}_m$ est la vitesse de rotation de la matière. Le champ de vitesse résultant est donc :

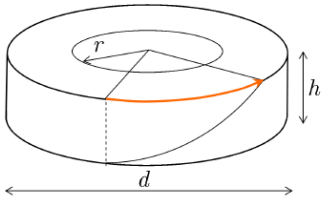
$$\begin{cases} V_r = \frac{\partial\phi}{\partial r} = V_a(1 - \frac{a^2}{r^2})cos(\theta) \\ V_\theta = \frac{\partial\phi}{r\partial\theta} = -V_a(1 + \frac{a^2}{r^2})sin(\theta) - \dfrac{\Gamma}{2\pi r} \\ V_z = \frac{\partial\phi}{\partial z} = 0 \end{cases} \tag{1.8}$$



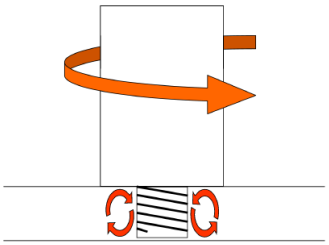
(a) Champ de contournement



(b) Champ de contournement avec circulation



(c) Champ de torsion



(d) Champ de vortex

FIGURE 1.23 – Différents champs d'écoulement de la matière lors du soudage FSW [Jacquin (2009)].

Le champ de torsion s'applique uniquement dans la flow arm zone et évolue linéairement suivant z. Le champ de vitesse de torsion s'écrit comme suit :

$$\begin{cases} V_r = 0 \\ V_\theta = r\dot{\Omega}_m \dfrac{z}{L} \\ V_z = 0 \end{cases} \tag{1.9}$$

où L est l'épaisseur de la flow arm.

Le champ de vortex modélise l'entraînement vertical de la matière induit par le filetage du pion. Son expression est de la forme suivante :

$$V_z = L_f\left(\frac{\dot{\Omega}_o}{2\pi} - \frac{\Gamma}{4\pi^2 a^2}\right) \tag{1.10}$$

où L_f est le pas du filetage et $\dot{\Omega}_o$, la vitesse de rotation de l'outil.

La mise en application des modèles mécaniques nécessite le choix d'une loi de comportement adaptée. Ces lois de comportement peuvent être mécaniques ou physiques.

1.5.2 Lois de comportement à chaud

Les lois de comportement permettent de relier la contrainte d'écoulement aux conditions d'essais (déformation, vitesse de déformation, température) lorsqu'elles sont mécaniques ou aux paramètres physiques (densité de dislocations, taille de grain,...) lorsqu'elles sont physiques.

1.5.2.1 Lois de comportement mécaniques [Montheillet (2009)]

Les lois de comportement mécaniques en régime permanent s'écrivent très souvent sous la forme empirique proposée par Sellars & Tegart (1966).

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \dot{\bar{\varepsilon}}_1 \left(sinh \frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^p exp \left(\frac{mQ}{RT} \right) \tag{1.11}$$

avec $\dot{\bar{\varepsilon}}_1(s^{-1})$ et σ_1(Pa), des constantes de normalisation liées au matériau, p une constante supérieure à 1, Q (J/mol) l'énergie d'activation apparente de la déformation et R la constante des gaz parfaits.

Sa forme inversée est plus souvent utilisée :

$$\sigma_0 = \sigma_1 sinh^{-1} \left[\left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_1} \right)^{1/p} exp \left(\frac{mQ}{RT} \right) \right] \tag{1.12}$$

Aux faibles contraintes d'écoulement, $(\sigma_0/\sigma_1 < 0,8)$, le sinus hyperbolique peut être assimilé à son argument et la relation 1.11 est équivalente à :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \dot{\bar{\varepsilon}}_1 \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^p exp \left(\frac{mQ}{RT} \right) \tag{1.13}$$

qui, sous sa forme inversée, donne :

$$\sigma_0 = \sigma_1 \left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_1} \right)^{1/p} exp \left(\frac{mQ}{RT} \right) \tag{1.14}$$

En considérant $\dot{\bar{\varepsilon}}_1 = 1/s$ et $m = 1/p$ la relation (1.14) est équivalente à la relation de Zener-Hollomon (relation 1.15). Cette dernière est la plus utilisée en mise en forme et en modélisation du FSW [Tongne *et al.* (2015), Jacquin *et al.* (2011)].

$$\sigma_0 = k\dot{\bar{\varepsilon}}^m exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \tag{1.15}$$

Aux grandes contraintes d'écoulement, $(\sigma_0/\sigma_1 > 0,8)$, le sinus hyperbolique peut être assimilé à une fonction exponentielle. La relation (1.11) devient alors :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \frac{\dot{\bar{\varepsilon}}_1}{2^p} exp\left(p\frac{\sigma_0}{\sigma_1}\right) exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{1.16}$$

Dans le domaine d'écrouissage, un modèle empirique similaire à la relation 1.14 est parfois utilisé en y ajoutant un terme d'écrouissage (relation 1.17). L'inconvénient dans ce cas est que la contrainte d'écoulement tend vers l'infini et le régime stationnaire n'est pas représenté.

$$\sigma_0 = k\bar{\varepsilon}^n \left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_1}\right)^{1/p} exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \tag{1.17}$$

Il est alors usuel de retrouver la loi de comportement de Johnson-Cook (relation 1.18) pour modéliser le comportement du matériau pendant le soudage FSW :

$$\sigma = (A + B\varepsilon^n)\left(1 + Cln\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)\left(1 - \left(\frac{T - T_r}{T_m - T_r}\right)^m\right) \tag{1.18}$$

σ est la contrainte d'écoulement équivalente, ε la déformation équivalente, $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation équivalente, $\dot{\varepsilon}_0$ la vitesse de déformation équivalente de référence, T la température, T_r et T_m sont respectivement la température ambiante et la température de fusion. A, B, C, n et m sont des constantes du matériau.

Ce modèle a été développé pour des applications à très grandes vitesses de déformation, mais on le retrouve aussi dans la mise en forme à chaud, en usinage, ou en modélisation du FSW [Ahmad *et al.* (2018), Tongne *et al.* (2017)]. Son usage est limité dans le cas des alliages à très haute température de fusion. Cette loi a l'avantage de tenir compte de l'écrouissage et de pouvoir être facilement intégrée dans certains codes de calcul tels que Abaqus.

Une autre loi utilisée en modélisation du FSW est la loi de Norton-Hoff [Dialami *et al.* (2017), Bussetta *et al.* (2014)]. Cette loi est visco-plastique et est adaptée aux matériaux fortement sensibles à la vitesse de déformation. La contrainte équivalente s'écrit comme suit :

$$\sigma_{eq}(\dot{\varepsilon}, T) = \sqrt{3}\mu(T)(\sqrt{3}\dot{\varepsilon}_{eq})^{m(T)} \tag{1.19}$$

avec $\dot{\varepsilon}_{eq} = \sqrt{2/3}(\dot{\varepsilon} : \dot{\varepsilon})^{1/2}$, la vitesse de déformation équivalente, $\mu(T)$, le paramètre de viscosité et $m(T)$ le paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation.

1.5.2.2 Lois de comportement physiques

Les lois de comportement physiques modélisent la contrainte d'écoulement en fonction de la densité de dislocations. Elles font donc intervenir l'écrouissage, la restauration dynamique, mais pas la recristallisation dynamique. La contrainte d'écoulement est basée sur la relation suivante :

$$\sigma = \alpha\mu b\sqrt{\rho} \tag{1.20}$$

avec α une constante sans dimension comprise entre 0 et 1, μ (Pa) le module de cisaillement élastique, b (m) le module du vecteur de Burgers et ρ la densité de dislocations.

Parmi les lois les plus utilisées, on peut citer le modèle de Kocks et Mecking et le modèle de Lasraaoui-Jonas que nous allons présenter en détail.

Kocks et Mecking utilisent la relation microscopique suivante pour décrire l'évolution de la densité de dislocations dans le matériau :

$$\frac{d\rho}{d\bar{\varepsilon}} = h\sqrt{\rho} - r\rho \tag{1.21}$$

avec h (m^{-1}) le paramètre d'écrouissage et r (sans dimension), le paramètre de restauration dynamique.

Après intégration, la relation 1.21 donne la contrainte équivalente en fonction des para-

mètres microstructuraux.

$$\sigma_0 = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_e)exp(-r\bar{\varepsilon}/2) \tag{1.22}$$

avec $\sigma_e = \alpha\mu b\sqrt{\rho_0}, \rho_0$ la densité de dislocations initiale du matériau et $\sigma_e = \alpha\mu b\sqrt{h/r}$.

Cette relation est la même que la relation de Voce utilisée en mise en forme à froid. Dans la mise en forme à chaud, on utilise beaucoup plus la relation de Lasraaoui-Jonas.

Lasraaoui et Jonas ont proposé la loi d'évolution de la densité de dislocations suivante :

$$\frac{d\rho}{d\bar{\varepsilon}} = h - r\rho \tag{1.23}$$

Cette expression est similaire à celle de Kocks et Mecking, mais le paramètre h s'exprime ici en m^{-2}.

En intégrant la relation (1.23), on obtient l'expression de la contrainte d'écoulement :

$$\sigma_0 = [\sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_e^2)exp(-r\bar{\varepsilon}) \tag{1.24}$$

avec $\sigma_e = \alpha\mu b\sqrt{\rho_0}$, et $\sigma_s = \alpha\mu b\sqrt{h/r}$ où ρ_0 est la densité de dislocations initiale.

Ces deux lois ont pour avantage de s'appuyer sur des bases physiques, mais ne tiennent pas compte de la recristallisation dynamique. Afin de prendre en compte la recristallisation dynamique, Gourdet & Montheillet (2003) ont modifié la relation (1.23) en ajoutant un terme correspondant aux dislocations annihilées par les joints de grain mobiles. La relation (1.23) devient alors :

$$d\rho = (h - r\rho)d\bar{\varepsilon} - \rho dV \tag{1.25}$$

où dV est le volume balayé par les joints de grains mobiles.

1.5.3 Modélisation thermique

Les modèles thermiques de FSW passent inévitablement par la résolution de l'équation de la chaleur qui s'exprime comme suit :

$$\rho c(\frac{\partial T}{dt} + \overrightarrow{v} grad(T)) = div(\lambda \nabla T) + \frac{Q}{V} \tag{1.26}$$

où ρ est la masse volumique, c la chaleur spécifique, T la température, t le temps, $\overrightarrow{v}$ la vitesse, λ la conductivité thermique, Q la chaleur volumique et V le volume.

La résolution de cette équation permet d'obtenir les gradients de température et la température finale dans la soudure.

Les sources de chaleur en FSW sont dues d'une part au frottement entre l'outil et la matière (source de chaleur surfacique) et d'autre part à l'énergie de déformation plastique qui est partiellement convertie en chaleur (source de chaleur volumique).

Les sources de chaleur surfaciques

Les surfaces de contact entre l'outil et la matière sont l'épaulement, la surface latérale et la surface inférieure du pion. Suivant la géométrie de l'outil, la contribution de certaines surfaces sera négligeable. Mais en général, seule la contribution de l'épaulement est considérée [Tongne *et al.* (2015), Jacquin *et al.* (2011)]. La figure 1.24 présente l'évolution de la proportion de chaleur de l'épaulement et du pion en fonction du rayon du pion. L'expression analytique du flux de chaleur généré par le frottement peut s'écrire comme suit [Schmidt & Hattel (2008)] :

$$Q = \int_0^{2\pi} \int_{Rp}^{Re} \omega \tau_{contact} r^2 (1 + tan(\alpha)) dr d\theta \tag{1.27}$$

où Re et Rp représentent respectivement le rayon de l'épaulement et du pion, α est l'angle de cône de l'épaulement lorsque ce dernier est conique et $\tau_{contact}$ la contrainte de contact qui dépend des conditions de contact entre l'outil et la matière.

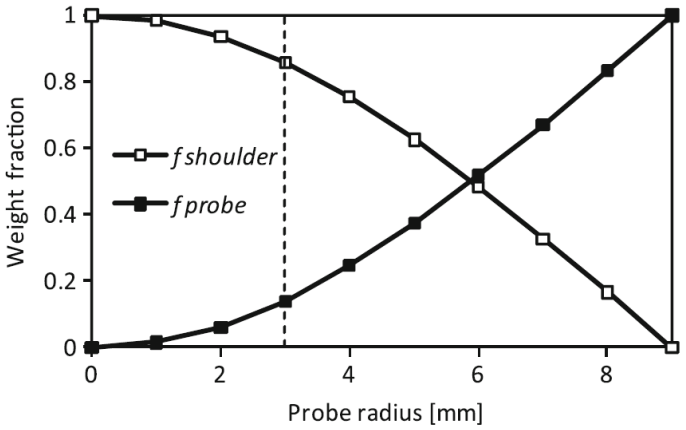


FIGURE 1.24 – Proportion de chaleur générée par l'épaulement et l'outil ($R_{épaulement} = 9mm, h_{pion} = 4mm, \alpha = 10°$) [Neto & Neto (2013)].

La difficulté dans la modélisation thermique du FSW réside dans la détermination des conditions de contact entre l'outil et la matière. En effet, à l'interface entre l'outil et la matière, plusieurs conditions peuvent se présenter. Premièrement, l'outil peut glisser entièrement sur la matière : on parle de glissement parfait, et la loi de friction de Coulomb (relation 1.28) peut être utilisée pour modéliser l'échauffement :

$$\tau_{contact} = \tau_{friction} = \mu p \tag{1.28}$$

avec μ, le coefficient de friction et p, la pression de contact. Cette expression ne prend pas en compte la répartition non-uniforme de la pression sous l'épaulement.

Deuxièmement, la matière sous l'épaulement peut se retrouver collée à l'outil. Dans ce cas, la matière est sollicitée en cisaillement. La contrainte de cisaillement peut être modélisée par la contrainte équivalente de von Mises :

$$\tau_{contact} = \sigma_0/\sqrt{3} \tag{1.29}$$

σ_0 désigne ici la contrainte d'écoulement équivalente.

En réalité, la condition de contact se trouve entre les deux cas précédemment cités. On considère alors qu'il y a un glissement et un collage partiels [Schmidt & Hattel (2008)]. On introduit alors un paramètre de contact sans dimension δ compris entre 0 et 1 et exprimé

comme suit :

$$\delta = \frac{V_{matière}}{V_{outil}} \tag{1.30}$$

où $V_{matière}$ est la vitesse linéaire de la matière et V_{outil}, celle de l'outil. δ est nul dans le cas d'un glissement parfait et égal à 1 dans le cas d'un collage parfait. Si on suppose que la vitesse d'avance de l'outil n'influence pas les conditions de glissement, les vitesses peuvent être considérées comme tangentes à l'axe de rotation. Le paramètre δ peut alors être défini comme suit :

$$\delta = \frac{\omega_{matière}}{\omega_{outil}} \tag{1.31}$$

où $\omega_{matiere}$ et ω_{outil} sont respectivement les vitesses de rotation et d'avance de la matière.

Les Sources de chaleur volumiques

Les sources de chaleur volumiques viennent de l'énergie de déformation de la matière. Une partie de cette énergie (environ 90 %) est transformée en chaleur. Analytiquement, elle a l'expression suivante :

$$Q_v = \gamma \overline{\sigma \varepsilon} \tag{1.32}$$

le coefficient γ appelé coefficient de Taylor-Quinney est la proportion d'énergie de déformation convertie en chaleur.

1.6 Conclusion

L'état de l'art nous a permis d'identifier et de comprendre les principales limitations à l'emploi du FSW pour les alliages de titane.

Il en résulte que :

— le soudage FSW du titane peut se révéler être un procédé très intéressant pour des applications industrielles. En effet, le titane possède d'excellentes propriétés mécaniques même à très haute température, mais son soudage par les procédés conventionnels avec fusion

de la matière peut parfois poser des problèmes de fissurations à chaud ou de contraintes résiduelles. Le FSW demeure actuellement la meilleure alternative, étant donné que le soudage se fait exclusivement par voie solide.

— Le soudage FSW du titane n'est pas encore très répandu dans l'industrie, car il nécessite un équipement robuste et des outils en matériaux nettement plus onéreux que ceux employés dans le FSW des autres alliages.

— Pour les mêmes raisons que précédemment, la modélisation du FSW du titane reste limitée, les modèles thermiques et mécaniques étant néanmoins similaires à ceux développés pour les autres matériaux : les simulations mécaniques, les lois de comportement à chaud et la modélisation thermique déjà développées peuvent aisément être adaptées aux alliages de titane sous réserve de trouver les bons paramètres matériaux.

— La connaissance des phénomènes métallurgiques est l'un des enjeux majeurs de la modélisation à venir. En effet, de plus en plus de modèles se tournent maintenant vers une simulation multi-échelle et muli-couplée (thermique-mécanique-matériau) afin d'intégrer directement les effets de l'état du matériau dans le comportement final d'une pièce.

Ce présent travail a pour but :

— d'étendre les résultats obtenus pour le soudage FSW des alliages classiques tels que les alliages d'aluminium aux alliages de titane.

— D'identifier clairement la genèse de la microstructure du TA6V pendant le FSW et la modéliser.

— De proposer une première évolution des modèles thermo-mécaniques usuels en introduisant des couplages forts avec la microstructure.

La stratégie adoptée pour relever ce défi se fera en 4 étapes :

— tout d'abord, définir un plan expérimental robuste afin de déterminer de manière sûre et efficace l'ensemble des paramètres matériaux nécessaires à notre future modélisation et d'identifier les transformations subies par le TA6V pendant le FSW.

— Ensuite, adapter des modèles thermomécaniques existants au cas du soudage FSW du TA6V.

— proposer une loi de comportement originale qui prendra en compte les aspects matériaux.

— Valider notre modèle en le confrontant aux résultats expérimentaux.

Chapitre 2

Techniques expérimentales

Sommaire

2.1 Méthode des plans d'expériences 44

2.1.1 Vocabulaire 45

2.1.2 Variables centrées réduites 46

2.1.3 Plans fractionnaires 47

2.1.4 Exploitation du plan d'expériences 47

2.2 Mise en place du plan d'expériences 48

2.2.1 Définition des objectifs et des moyens 48

2.2.2 État de l'art 48

2.2.3 Choix de la matrice d'expérience 50

2.2.4 Réponses du plan d'expériences 53

2.3 Application du plan d'expériences 60

2.3.1 Pré-traitement thermique des plaques 60

2.3.2 Réalisation des soudures 62

2.4 Réalisation des essais de torsion à chaud 63

2.4.1 Objectif des essais 63

2.4.2 Machine d'essai et échantillons 63

2.4.3 Dépouillement des essais 65

2.5 Conclusion 67

Introduction

Le premier chapitre a permis de faire l'état de l'art sur le soudage FSW du titane. Nous avons vu que les propriétés mécaniques et microstructurales des joints peuvent êtres influencées par les paramètres opératoires. Après quelques rappels sur les plans d'expérience, nous définirons celui qui a servi de base à notre étude expérimentale dans le but d'étudier l'influence des paramètres opératoires. Nous terminerons le chapitre par une présentation des techniques expérimentales employées pour exploiter le plan d'expériences.

2.1 Méthode des plans d'expériences

Dans une démarche d'optimisation, il arrive qu'on soit amené à étudier les paramètres de procédé. Une solution simple est de fixer toutes les variables sauf une (x_1) qu'on fait varier en notant la réponse (y). A la fin, on trace la courbe expérimentale $y = f(x_1)$ dont l'évolution montre l'influence du paramètre (x_1). On effectue ensuite la même démarche pour toutes les autres variables. Si on a par exemple 4 paramètres sur lesquels on choisi 5 points expérimentaux, on effectuera $5^4 = 625$ expériences. Cette solution, bien que fiable, ne peut pas être employée dans la plupart des cas, en raison du nombre d'essais qui peut augmenter rapidement, d'où l'intérêt d'employer une autre méthode.

La méthode des plans d'expériences consiste à établir un plan d'expérimentations contenant le minimum d'expériences en fonction des résultats qu'on veut obtenir avec un maximum de précision dans les résultats [Pillet (1997)]. Le principe est de se fixer deux points expérimentaux par variable. Ensuite on effectue les expériences en faisant varier simultanément toutes les variables en supposant que la réponse varie linéairement entre les deux niveaux d'une même variable.

La méthode des plans d'expériences peut être appliquée à plusieurs types de problèmes [Demonsant (1996)] : l'optimisation de la conception de produits, le réglage de moyens de production ou encore la mise au point d'une procédure d'essai. Les principaux avantages liés à la mise en place d'un plan d'expériences sont les suivants [Pillet (1997)] :

— diminution du nombre d'essais,

— possibilité d'étudier un très grand nombre de paramètres,

— détection des éventuelles interactions entre les facteurs,

— modélisation aisée des résultats,

— détermination des résultats avec une bonne précision.

Avant d'aller plus loin, il est nécessaire de faire le point sur le vocabulaire des plans d'expériences [Goupy & Creighton (2006), Pillet (1997)].

2.1.1 Vocabulaire

— **Facteur** : c'est une variable ou un état qui agit sur le système étudié. Dans un processus d'amélioration d'une gamme d'usinage, les facteurs pourront être par exemple la vitesse de coupe, et l'outil de coupe. On distingue plusieurs types de facteurs.

  ⋆ les facteurs continus sont des paramètres quantitatifs qui peuvent prendre des valeurs comprises dans un intervalle donné (température, pression, longueur),

  ⋆ les facteurs discrets peuvent être quantitatifs ou qualitatifs et ne peuvent prendre que certaines valeurs particulières. Un facteur discret peut être une couleur (rouge, bleu ...), ou encore la marque d'un outil,

  ⋆ les facteurs ordonnables sont des valeurs discrètes qui peuvent être rangées dans un ordre logique. On peut citer par exemple le facteur de taille : grand, moyen, petit, ou encore le facteur de classement : deuxième, troisième et quatrième.

  ⋆ les facteurs booléens ne peuvent prendre que deux valeurs, par exemple haut ou bas, ouvert ou fermé, blanc ou noir.

— **Interaction** : on parle d'interaction entre deux facteurs A et B si l'effet de A sur la réponse dépend de la valeur B. On pourra dans ce cas calculer l'effet du facteur AB qui est l'interaction entre A et B. L'interaction entre n facteurs est dite d'ordre *n-1*.

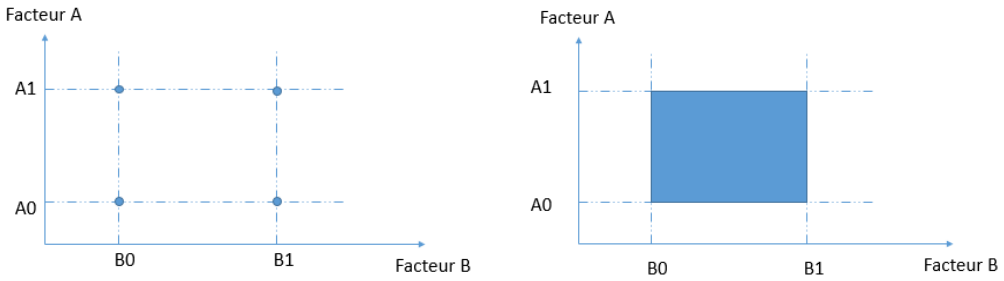
— **Réponse** : c'est la grandeur qu'on mesure pour connaître l'influence des facteurs sur le système. En général, on a besoin d'étudier plusieurs réponses. Celles-ci peuvent être quantitatives (volume, quantité de rebuts, ...) ou qualitatives (aspect de la pièce, présence ou non de bavures, ...). Les réponses quantitatives sont en général plus faciles à étudier. Les réponses sont habituellement modélisées en fonction des facteurs.

— **Facteurs significatifs** : ce sont des facteurs qui modifient de manière significative la valeur de la réponse lorsqu'ils sont modifiés. Lorsqu'ils n'entraînent pas une modification significative de la réponse, on dira qu'ils sont non significatifs. Un critère adéquat doit être choisi afin de déterminer les facteurs significatifs.

— **Niveaux d'un facteur** : ce sont les valeurs que peut prendre un facteur pendant les essais. Le niveau minimum et le niveau maximum délimiteront le domaine du facteur. Afin d'avoir une représentation commune pour tous les facteurs, on attribue une valeur

fictive au niveau inférieur de chaque facteur et une autre valeur au niveau supérieur de chaque facteur (voir § 2.1.2). Le niveau d'une interaction sera égal au produit des niveaux de tous les facteurs concernés par l'interaction.

— **Domaine expérimental** : c'est le domaine défini par les niveaux hauts et les niveaux bas de tous les facteurs et éventuellement par des contraintes entre les facteurs. Il est continu s'il est délimité par des facteurs quantitatifs et discret si les facteurs sont qualitatifs.



(a) Domaine discret (b) Domaine continu

FIGURE 2.1 – Domaines expérimentaux des plans d'expériences.

— **Degrés de liberté d'un facteur (ddl)** : c'est le nombre de niveaux d'un facteur minoré de 1.

2.1.2 Variables centrées réduites

L'utilisation des variables centrées réduites ou variables codées permet de comparer l'effet des facteurs quels que soient leurs domaines de variation. La technique consiste à attribuer la valeur *-1* au niveau inférieur de chaque facteur et la valeur *+1* au niveau supérieur : c'est la notation de Yates. Cette notation occasionne deux modifications importantes :

— Déplacement de l'origine des mesures et

— Changement de l'unité de mesure en introduisant la notion de *pas* : si par exemple un facteur varie entre 200 et 300 tours par minute avec un incrément de 50 tours par minute, l'unité de mesure devient "50 tours par minute".

Pour passer des variables courantes A aux variables codées X et inversement, on emploie la formule suivante :

$$X = \frac{A - A_0}{pas} \tag{2.1}$$

où A_0 est la valeur centrale en variable courante

2.1.3 Plans fractionnaires

Nous avons vu en introduction qu'on pouvait réduire dans un premier temps le nombre d'expériences en se fixant deux niveaux par variable. Néanmoins, le nombre d'expériences restera toujours élevé si le nombre de facteurs est élevé. On aura par exemple $2^7 = 128$ essais si on veut étudier 7 facteurs. En effectuant les 128 essais, on étudie les influences de tous les facteurs ainsi que toutes les interactions possibles. Mais, dans la réalité, on n'a pas toujours besoin d'étudier toutes les interactions si on les estime négligeables [Kasman (2013), Sahu & Pal (2015)]. Une solution consiste à développer les plans fractionnaires qui sont plus faciles à mettre en pratique, mais qui nécessitent une attention particulière lors de leur mise en place. Un plan fractionnaire de type Taguchi Taguchi & Konishi (1987) doit respecter certaines règles que nous allons rappeler [Pillet (1997)].

1. **Règle de l'orthogonalité** : Un plan d'expériences est orthogonal si à chaque fois que l'effet d'un facteur est calculé, les autres facteurs sont autant de fois représentés à chacun de ses niveaux. Si cette règle n'est pas vérifiée, l'effet de certains facteurs biaiserait le résultat.

   Une méthode basée sur le calcul des PPCM (Plus Petit Commun Multiple) permet de déterminer le nombre minimum d'expériences à réaliser. Pour vérifier la règle de l'orthogonalité, ce nombre doit être un multiple du PPCM du nombre de niveaux des facteurs pris deux à deux [Pillet (1997)].
2. **Condition sur les degrés de liberté** : Le nombre d'essais doit être supérieur ou égal à la somme des degrés de liberté des facteurs.

2.1.4 Exploitation du plan d'expériences

Afin d'exploiter un plan d'expériences, on utilise des outils statistiques tels que la corrélation multiple ou l'analyse de la variance (ANOVA). La corrélation multiple permet de modéliser les réponses du plan d'expériences en fonction des facteurs. Le modèle choisi dépend du plan et de l'évolution des réponses. Les réponses peuvent être facilement modélisées par des polynômes. Les coefficients des modèles sont dans ce cas déterminés par la méthode des moindres carrés. L'analyse de la fonction modélisée permettra de repérer les facteurs les plus influents sur les réponses. S'il est impossible de mettre en place un modèle par corrélation, le tracé des surfaces de réponses permet aussi de déterminer les valeurs des facteurs maximisant la réponse.

Pour déterminer le niveau d'influence d'un facteur, on utilise habituellement l'ANOVA. C'est un outil qui permet de traduire l'influence de chaque facteur du plan d'expériences en

calculant le facteur de probabilité p compris entre 0 et 1. Il permet aussi d'évaluer le taux d'erreur. Cette erreur est souvent liée aux facteurs non pris en compte ou aux erreurs de mesure [Kasman (2013)].

2.2 Mise en place du plan d'expériences

La mise en place du plan d'expériences passe par six étapes incontournables qui seront présentées dans les paragraphes suivants.

2.2.1 Définition des objectifs et des moyens

L'objectif de notre étude expérimentale est d'étudier l'influence des paramètres opératoires du procédé et de l'état métallurgique initial du matériau sur la qualité des soudures FSW du TA6V. Pour cela, on s'intéressera aux propriétés mécaniques en traction et à la dureté des assemblages d'une part et aux microstructures finales d'autre part. Afin de mener cette étude, nous disposons des moyens de caractérisation du laboratoire ainsi que de la machine FSW de Lortek IK4 (Ordizia, Espagne). Une étude bibliographique préalable est nécessaire pour déterminer les facteurs les plus influents sur les propriétés mécaniques des soudures FSW.

2.2.2 État de l'art

L'étude expérimentale du soudage FSW passe inévitablement par la réalisation de soudures. Aussi bien l'étude de la microstructure de la zone soudée [Esmaily *et al.* (2013), Zhang *et al.* (2008), Zhou *et al.* (2009)] que la modélisation thermomécanique [Jacquin *et al.* (2011)] nécessitent la réalisation de soudures sans défaut. La qualité des soudures dépend du choix de très nombreux paramètres opératoires parmi lesquels on peut distinguer les paramètres du procédé, les paramètres liés à la géométrie de l'outil ou encore les paramètres liés à l'environnement du système (tableau 2.1).

A travers l'étude bibliographique, il apparaît que deux paramètres du procédé sont incontournables pour l'optimisation des propriétés mécaniques des soudures en FSW : la vitesse de rotation et la vitesse d'avance. Ces deux paramètres ont un effet antagoniste sur la chaleur produite pendant le soudage : la chaleur générée est plus élevée avec une grande vitesse de rotation et une faible vitesse d'avance et inversement. Les vitesses d'avance et de rotation peuvent facilement être étudiées puisqu'ils peuvent être aisément modifiées par les machines de soudage.

Tableau 2.1 – Liste des paramètres opératoires étudiés dans la littérature.

Type de paramètre	Paramètre étudié	Référence
Paramètres du procédé	Vitesses de rotation et d'avance	Rambabu *et al.* (2015) Kasman (2013) Panda *et al.* (2015) Sahu & Pal (2015) Reshad Seighalani *et al.* (2010) Nourani *et al.* (2015) Ghetiya *et al.* (2014) Koilraj *et al.* (2012)
	Force axiale	Ghetiya *et al.* (2014) Rambabu *et al.* (2015)
	Inclinaison de l'outil	Reshad Seighalani *et al.* (2010)
	Plongée de l'épaulement	Sahu & Pal (2015)
Paramètres d'outil	Type de pion	Thube (2014) Reshad Seighalani *et al.* (2010) Koilraj *et al.* (2012)
	Dimensions de l'outil	Tiwari *et al.* (2014) Koilraj *et al.* (2012) Sahu & Pal (2015) Ghetiya *et al.* (2014) Lotfi & Nourouzi (2014)
Paramètres liés à l'environnement	Système de refroidissement	Reshad Seighalani *et al.* (2010)
Autre paramètre	Post-traitement thermique des soudures	Edwards *et al.* (2010)

La force axiale et la profondeur de plongée dépendent du type de pilotage de la machine (en force ou en position) et de la nature et de l'épaisseur du matériau soudé. Dans le cas d'un pilotage en force, la force axiale agit sur la résistance mécanique [Ghetiya *et al.* (2014)], ou la résistance à la corrosion [Rambabu *et al.* (2015)]. Lorsqu'elle est trop faible, la force axiale entraîne l'apparition de tunnels [Ghetiya *et al.* (2014)] dans la soudure. Si dans le cas des métaux doux comme l'aluminium, elle est plutôt faible (5 - 16 kN) [Rambabu *et al.* (2015)], elle est plus importante dans le cas du titane où elle dépasse 30 kN [Edwards & Ramulu (2015a) ; Pasta & Reynolds (2008)]. Dans le cas d'un pilotage en position, la plongée de l'épaulement modifie l'épaisseur de la soudure : plus la plongée est grande, moins grande est l'épaisseur de la soudure.

Le choix de la géométrie du pion dépend du matériau avec lequel il est fabriqué. Pour souder les alliages d'aluminium, les outils sont habituellement fabriqués en acier [Thube (2014)], offrant la possibilité de fabriquer des outils à géométrie et dimensions différentes à faible coût. Dans le cas des alliages de titane, les pions en acier rapide ne sont pas assez durs et se cassent

rapidement ; les outils en carbure de tungstène permettent de souder mais s'usent rapidement [Reshad Seighalani *et al.* (2010)]. La meilleure alternative reste les alliages en W-Re. Ceux-ci sont difficiles à usiner, mais ont une résistance à l'usure suffisamment élevée pour souder les alliages de titane.

Le refroidissement de la plaque de soudage est nécessaire pour drainer l'énergie thermique produite pendant le soudage. Le système de refroidissement peut être réalisé grâce à l'injection d'air comprimé [Reshad Seighalani *et al.* (2010)] ou une plaque de support (*backing plate*) [Edwards & Ramulu (2010a)]. Le post-traitement thermique des soudures peut permettre de supprimer les éventuelles contraintes résiduelles ou de modifier la microstructure finale des soudures.

Sur la base de ces observations, nous choisissons d'étudier l'influence des vitesses d'avance et de rotation de l'outil. A ces paramètres, nous ajouterons le pré-traitement thermique des plaques dont l'influence n'a pas encore été étudiée dans la littérature.

2.2.3 Choix de la matrice d'expérience

Différents types de matrices d'expériences ont été développées pour mettre en œuvre les plans d'expériences. Parmi les plus utilisées, on retrouve la matrice factorielle complète, [Nourani *et al.* (2015)], la matrice composite centrée [Lotfi & Nourouzi (2014), Rambabu *et al.* (2015)], et les tables de Taguchi [Aydin *et al.* (2012), Khanna & Davim (2015), Sahu & Pal (2015)] que nous avons retenues, pour l'étude car ce sont des matrices orthogonales qui permettent de réduire automatiquement le nombre d'essais.

2.2.3.1 Valeurs des facteurs par niveau

Le choix des valeurs à affecter à chaque niveau de chaque facteur est une étape déterminante du plan d'expériences. Si les niveaux sont trop éloignés, l'hypothèse de linéarité ne sera pas vérifiée. S'ils sont trop proches, on ne pourra pas voir l'effet de ces facteurs sur un intervalle suffisamment représentatif du procédé.

Dans notre étude, nous avons choisi de réaliser des soudures de 3 mm d'épaisseur avec un outil en W-Re ayant un épaulement convexe et un pion conique. En se basant sur les résultats de la littérature (tableau 2.2), et en fonction des données de notre étude, nous avons pu définir les valeurs des niveaux des facteurs qui sont récapitulées dans le tableau 2.3. Les traitements thermiques ayant conduit aux microstructures indiquées dans le tableau 2.3 seront détaillés plus

tard (§ 2.3.1). Toutefois, le choix de ces valeurs devra être confirmé par des essais de calibration réalisés avant le début du plan d'expériences.

Tableau 2.2 – Paramètres employés en FSW du TA6V.

Référence	Épaisseur	Vitesse de rotation (rpm)	Vitesse d'avance (mm/min)	Angle (degrés)	Matériau de l'outil	Géométrie de l'outil
Liu et al. 2010	2 mm	400	25 à 100	2.5	W-25Re	-
Zhang et al. 2008	3 mm	400 et 500	60	-	Alliage de Molybdène	Pion conique Epaulement convexe
Yoon et al. 2015	2 mm	225 à 300	50	3	Alliage à base de WC	Pion cylindrique
Edwards et Ramulu 2010	3 mm	300	75	-	W-La	Pion conique
Zhou et al. 2009	2 mm	400	50	2.5	w-3Re	Pion conique
Pasta et Reynolds 2008	2 mm	150	100	-	W-25Re	Pion cylindrique Epaulement plat

Tableau 2.3 – choix des valeurs des niveaux par facteur.

	Rotation (rpm)	Vitesse (mm/min)	Microstructure
Niveau 1	400	50	Equiaxe
Niveau 2	420	65	Lamellaire grossière
Niveau 3	440	80	Lamellaire fine
Niveau 4	460	95	Duplex

2.2.3.2 Facteurs constants

Certains facteurs n'interviennent pas dans le plan d'expériences. Néanmoins, leur choix est tout aussi important parce qu'il conditionne la qualité des soudures. Pour nos essais, nous choisirons le guidage en position, et nous observerons l'évolution des forces axiale et transverse. L'angle d'inclinaison de l'outil peut agir sur la force axiale de soudage dans le cas d'un soudage en position [Krishna *et al.* (2015)]. Nous avons choisi dans notre cas une valeur de 2,5°.

2.2.3.3 Choix de la table

D'après le tableau 2.3, le nombre maximum d'essais qu'on peut réaliser pour relever les effets de tous les facteurs et de toutes les interactions est le plan factoriel complet $4^3 = 64$. Dans le

but de réduire le nombre d'essais, nous allons employer un plan fractionnaire de Taguchi. Ce plan respecte deux conditions fondamentales : la règle de l'orthogonalité et la règle des degrés de liberté.

La règle des degrés de libertés impose qu'il faut réaliser au moins 9 expériences (tableau 2.4). L'orthogonalité des trois facteurs deux à deux impose que le nombre d'essais soit un multiple de $4 \times 4 = 16$. Finalement, le nombre d'essais minimum sera 16.

Le plan le plus petit possible respectant ces deux conditions est donc la table $L_{16}(4^5)$ de Taguchi. Cette table permet d'étudier l'influence de 2 à 5 facteurs ayant 4 niveaux chacun sans interaction. Vu que les niveaux des facteurs ont été choisis dans un petit intervalle permettant d'obtenir des soudures sans défaut, nous faisons l'hypothèse forte selon laquelle l'effet des interactions est suffisamment faible pour être négligée. Le tableau 2.5 présente la matrice d'expérience choisie. Les colonnes A, B, C, D et E correspondent aux facteurs qui peuvent être étudiés avec la table. Nous utiliserons les colonnes A, B et C pour la microstructure initiale, la vitesse d'avance et la vitesse de rotation respectivement.

Tableau 2.4 – Liste des facteurs et leurs degrés de libertés.

Facteur	Niveau	ddl
A (Vitesse de soudage)	4	3
B (vitesse de rotation)	4	3
C (Traitement thermique)	4	3
Total		9

Tableau 2.5 – Table $L_{16}(4^5)$ de Taguchi.

Essai	Facteurs				
	A	B	C	D	E
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

2.2.4 Réponses du plan d'expériences

Les soudures sont réalisées en pleine matière sur une plaque de TA6V de pureté commerciale de dimensions 290 mm × 90 mm × 5 mm. Même si les soudures pleine matière ont une microstructure légèrement plus fine que celle des soudures FSW classiques [Jweeg *et al.* (2015)], l'influence des paramètres opératoires sur les propriétés des soudures reste le même. Nous ferons une pénétration partielle de 3 mm et deux soudures de 120 mm de longueur sur chaque plaque. Les soudures obtenues seront soumises aux essais mécaniques (tests de traction et de dureté) et aux analyses microstructurales (microscopes optique et électronique, EBSD).

2.2.4.1 Test de traction

Le test de traction est un essai de caractérisation mécanique qui permet de déterminer les propriétés élasto - plastiques d'un matériau (module d'Young, coefficient de poisson, limite d'élasticité, résistance mécanique, ...). Les éprouvettes de traction (figure 2.2) sont extraites des échantillons soudés dans le sens transversal au soudage avec les dimensions qui suivent la norme ASTM E8M de sorte que la soudure se trouve au centre de la partie calibrée.

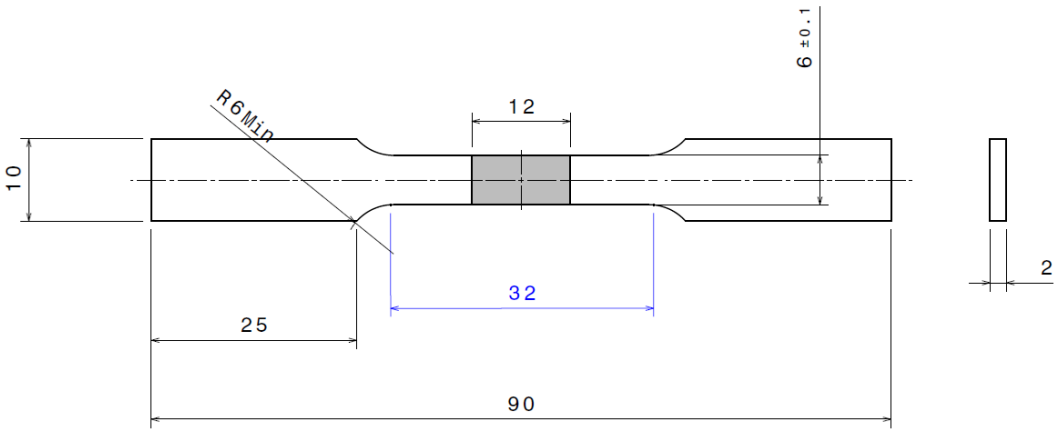


Figure 2.2 – Plan de l'éprouvette de traction.

Cinq éprouvettes sont extraites de chaque soudure par électroérosion (figure 2.3). Cette technique a été choisie pour éviter d'apporter un écrouissage supplémentaire aux échantillons qui modifierait la densité de dislocation, et donc les propriétés mécaniques des éprouvettes avant les essais. Les 36 premiers millimètres de soudure réalisés sur chaque échantillon ne sont pas utilisés pour s'assurer que les éprouvettes sont extraites dans une zone où la vitesse d'avance a atteint le régime stationnaire. Les tests de traction sont réalisés à température ambiante jusqu'à rupture sur une machine Instron.

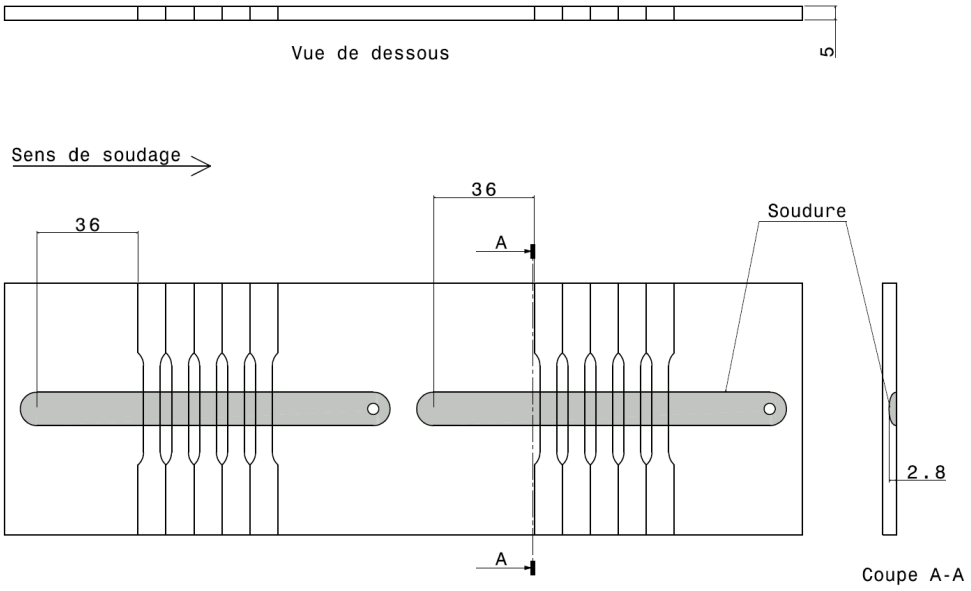


FIGURE 2.3 – Position des éprouvettes de traction.

La machine de traction (figure 2.4) est équipée de deux mors dont l'un est mobile (le mors supérieur). Ce dernier est entraîné en translation à une vitesse constante jusqu'à la rupture de l'échantillon. La vitesse de déplacement du mors dans nos essais est égale à 0,5 mm/s. Un extensomètre attaché à l'échantillon permet de mesurer l'allongement de la partie calibrée de l'éprouvette. Le système d'acquisition de la machine permet d'obtenir la courbe d'évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale.

2.2.4.2 Tests de dureté

L'essai de dureté permet de déterminer la dureté superficielle des métaux. La dureté définit la résistance qu'oppose la surface d'un échantillon à la pénétration d'un poinçon. Les échantillons à tester seront prélevés au milieu de la coupe AA indiquée sur la figure 2.3. Pour chaque soudure, une ligne de dureté avec un pas de 1 mm sera effectuée 1 mm au-dessous de la surface supérieure de la soudure avec une charge appliquée de 5 kg et un temps de maintien de 10 secondes. Ces résultats permettront d'obtenir des profils de dureté pour chaque échantillon. La dureté moyenne dans le noyau de la soudure sera la moyenne des valeurs mesurées 4 mm de part et d'autre de l'axe de la soudure.

2.2.4.3 Étude microstructurale

Les observations microstructurales effectuées sur les échantillons soudés permettent de distinguer les différentes zones métallurgiques de la partie soudée et d'expliquer les phénomènes métallurgiques qui interviennent pendant l'opération de soudage. Les moyens utilisés sont le microscope optique, le microscope électronique à balayage et la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction).

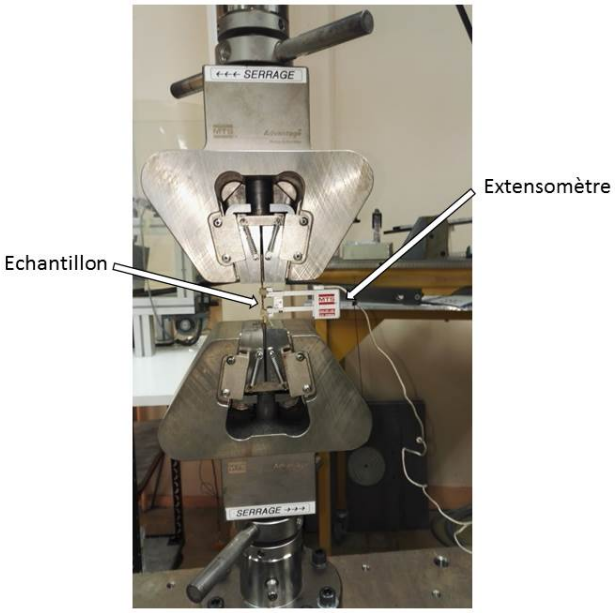


Figure 2.4 – Montage de l'éprouvette sur la machine de traction.

2.2.4.3.1 Microscope optique La microscopie optique permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures, telles que les fissures, la taille et la forme des grains et dans certains cas les différentes phases présentes. Afin de rendre ces éléments visibles à partir d'une surface polie, il est nécessaire de leur donner un contraste, soit par un relief, soit par une couche d'interférence. Le relief est généralement obtenu par une dissolution sélective des phases à l'aide d'acides. Pour la plupart des alliages de titane, dont le TA6V, le réactif le plus couramment utilisé est le réactif de Kroll. Ce réactif crée un contraste de phase en colorant en marron foncé la phase β.

2.2.4.3.2 Microscope électronique à balayage (MEB) Le fonctionnement du MEB est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon. Ces électrons qui irradient la surface

de l'échantillon pénètrent profondément dans le matériau et affectent un volume appelé "poire d'interaction". Le volume de cette poire dépend du numéro atomique moyen de l'échantillon et de l'énergie des électrons incidents. Dans ce volume d'interaction, les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreux phénomènes secondaires : ré-émission d'électrons et de photons, absorption d'électrons, courants induits, potentiels électriques, élévation de température locale, vibration du réseau. La figure 2.5 illustre l'ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. Toutes ces radiations sont produites simultanément et rendent possibles à la fois l'observation et l'analyse d'un objet choisi.

En principe, un microscope électronique à balayage possède 3 détecteurs : un détecteur d'électrons secondaires, un détecteur d'électrons rétro-diffusés et un détecteur de photons "X". Les émissions non détectées se dissipent en chaleur dans les parois de la chambre de l'échantillon ou sont mises à la terre.

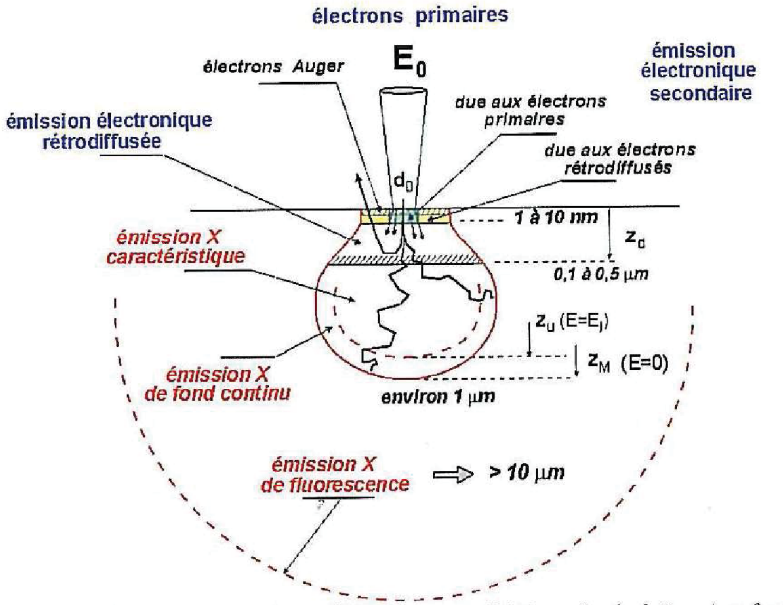


FIGURE 2.5 – Poire d'interaction des électrons [Brisset (2012)].

Les électrons secondaires sont créés par le passage d'un électron incident près d'un atome. L'électron incident peut transmettre une partie de son énergie à un électron peu lié de la bande de conduction provoquant ainsi une ionisation par éjection de ce dernier électron. L'énergie cinétique de ce dernier ne peut excéder 50 eV. Chaque électron incident peut créer plusieurs électrons secondaires. De par leurs faibles énergies, seuls les électrons secondaires émis proches de la surface (< 10 nm) peuvent s'échapper de l'échantillon et être recueillis par le détecteur. La moindre variation topographique va modifier la quantité d'électrons secondaires collectés.

Le détecteur d'électrons secondaires sera donc utilisé pour observer la topologie des échantillons qui ont fait l'objet d'une attaque chimique.

Les électrons rétro-diffusés sont causés par la collision entre un électron incident et un atome de l'échantillon. Ce sont des électrons primaires qui ont réagi de façon élastique avec des noyaux d'atomes de l'échantillon. Ils sont dispersés dans toutes les directions avec une faible perte d'énergie. Du fait de leur forte énergie, les électrons rétro-diffusés récupérés peuvent provenir d'une plus grande profondeur que celle des électrons secondaires. Ils ont une sensibilité topographique nettement inférieure. Du fait de leur origine, la quantité d'électrons rétro-diffusés croît avec le numéro atomique des atomes constitutifs de la cible.

L'observation des électons rétro-diffusés sera particulièrment intéressante pour distinguer les différentes phases α. Les phases α_{GB} notamment qui ont une forme de liserés sont claires et permettent de délimiter les grains β_t.

Les rayons X ou photons X : l'émission des photon X permettent à un atome ionisé sous l'impact du faisceau d'électrons, de revenir à l'état fondamental. Quand un électron d'une couche interne d'un atome a été éjecté, un électron d'une couche plus externe va combler la lacune. La différence d'énergies entre ces deux couches va provoquer l'émission d'un photon X. Les photons X possèdent une énergie caractéristique propre à chaque élément qui les a émis. Ces photons sont recueillis et classés suivant leurs énergies (EDS) ou leurs longueurs d'onde (WDS) pour donner des informations sur la composition de l'échantillon.

L'analyse des rayons X permettra de détecter la présence des phases résiduelles dans le soudures de TA6V, notamment la phase β. Cette phase étant riche en éléments bêtagènes, l'augmentation de la concentration de ces éléments confirmera sa présence.

2.2.4.3.3 L'analyse en EBSD :

La diffraction des électrons retrodiffusés ou Electron Backscatter Diffraction est une technique d'analyse cristallographique permettant de déterminer l'orientation des matériaux cristallins. Elle est basée sur l'acquisition des diagrammes de diffraction des échantillons dans le MEB. Le système d'acquisition d'EBSD est composé d'un détecteur fluorescent en phosphore et d'une caméra. L'échantillon est incliné de 70° afin d'obtenir une émission maximale des électrons rétrodiffusés et de limiter les effets néfastes de la rugosité éventuelle de l'échantillon.

Une partie de ces électrons rétrodiffusés diffracte sur les plans cristallins selon un angle θ qui satisfait la loi de Bragg :

$$n.\lambda = 2.d_{hkl} sin(\theta) \tag{2.2}$$

n étant l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde des électrons, d_{hkl} la distance inter-réticulaire et θ l'angle d'incidence des électrons.

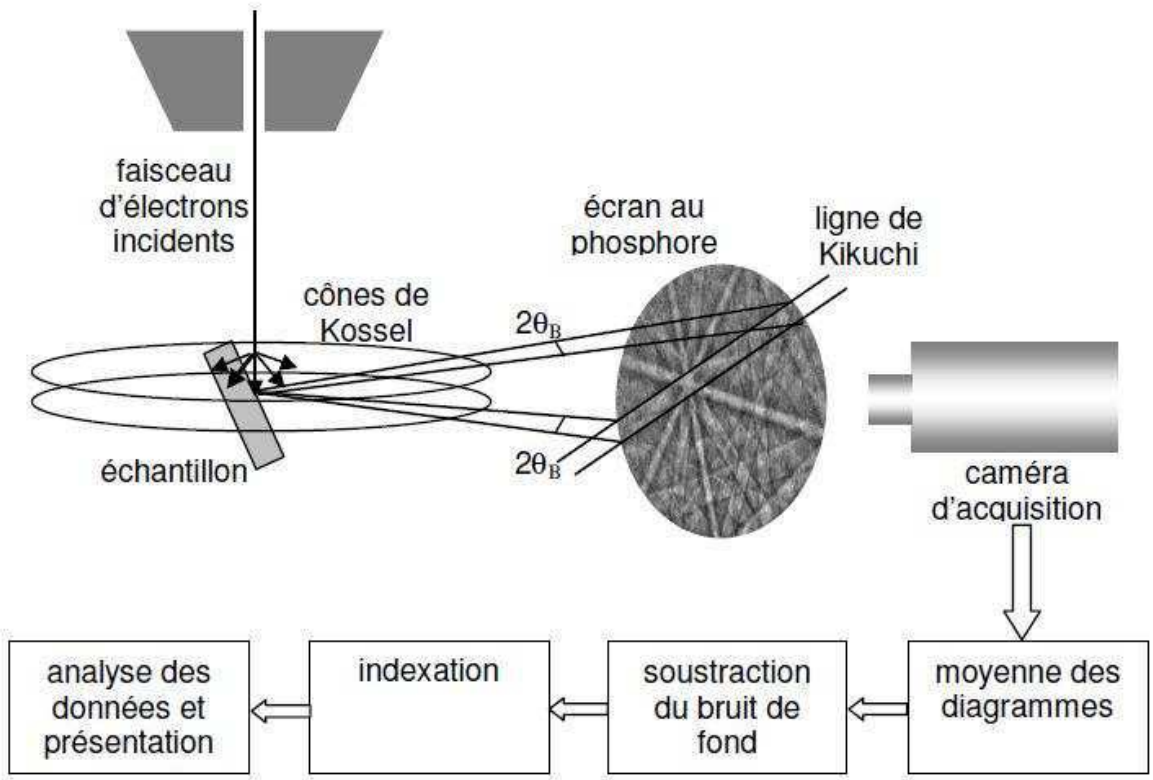


FIGURE 2.6 – Schéma de principe de l'EBSD.

L'interaction électron – matière provoque la diffusion inélastique d'une fraction des électrons pour former une source divergente d'électrons dans l'échantillon.

La diffraction des électrons sur un plan cristallin s'effectue suivant deux cônes très ouverts, formant ainsi deux lignes qui apparaissent quasiment droites sur l'écran de phosphore. La ligne centrale de cette bande correspond à la projection du plan diffractant sur l'écran. De la même manière, tous les plans diffractants vont former une bande sur l'écran, constituant ainsi un diagramme de diffraction.

A partir de ce diagramme, il est dès lors possible de connaître l'orientation du cristal analysé. Il suffit de déterminer la position d'une série de bandes de Kikuchi par analyse d'images en passant par une transformée de Hough et de les indexer par les indices de Miller du plan cristallin diffractant, ayant formé cette bande.

Le logiciel d'acquisition EBSD contrôle l'acquisition de données, résout les diagrammes de diffraction et stocke les données. Un autre logiciel est nécessaire pour analyser, manipuler et afficher les données. Le système d'acquisition EBSD de la PLate forme Aquitaine de CAracté-

risation des MATériaux (PLACAMAT) est équipée du logiciel OIM.

Trois types principaux de représentation des résultats sont disponibles :

— Les cartes : elle peuvent représenter les phases en présence, les joints et sous-joints d'un grain correspondant à un intervalle donné de désorientation, l'orientation locale, l'écart local à une orientation donné.

— Les graphes de distribution : ils permettent de représenter diverses grandeurs telles que la distribution des tailles de grains, la distribution des désorientations associées aux diverses interfaces...

— Les figures de pôles et les fonctions de distribution des orientations : elles sont utilisées pour représenter la texture cristallographique globale ou locale d'un échantillon.

L'analyse microstructurale des échantillons nécessite une préparation minutieuse. Les méthodes de préparation adoptées pour les échantillons sont présentées dans le prochain paragraphe.

2.2.4.3.4 Préparation des échantillons pour l'étude microstructurale La préparation des échantillons pour les analyses microstructurales comprend la découpe des échantillons, le polissage et l'attaque chimique.

1. Découpe des échantillons
   Les plaques soudées sont découpées en deux parties à la tronçonneuse abrasive au niveau de la coupe AA (figure 2.3). La plaque est abondamment aspergée d'eau pour empêcher de la surchauffer. Un apport de chaleur trop important apporterait un traitement thermique supplémentaire et modifierait donc la microstructure. Une partie de plaque est découpée par électroérosion pour obtenir les éprouvettes de traction alors que l'autre est utilisée pour les observations microstructurales et les tests de dureté Vickers.
2. Polissage
   Afin d'avoir des surfaces idéales pour les observations, différentes gammes de polissage ont été testées. Finalement, les étapes de polissage employées sont indiquées dans le tableau 2.6. Entre chaque étape, les échantillons sont rincés à l'eau déionisée puis séchés. Après la dernière étape, les échantillons sont nettoyés au bac à ultrason puis rincés à l'éthanol avant le séchage.

   Cette procédure est suffisante pour avoir de bonnes images au microscope optique et au MEB après attaque chimique. Quant à l'EBSD, une étape ultime de polissage électrolytique est nécessaire pour augmenter la qualité des diagrammes de diffraction. Son principe repose sur la dissolution et l'enlèvement de la couche superficielle de l'échantillon par le passage d'un courant électrique dans un électrolyte. Il a le principal avantage de

Tableau 2.6 – Gamme de polissage.

Etape	Support	Solution de lubrification	Temps
1	Papier SiC P180	eau	Jusqu'à planéité
2	Papier SiC P400 - P600 - P1200 - P2400 - P4000	eau	2 minutes
3	Chemomet	Silice colloïdale (2/3) $+H_2O_2$ (1/3)	5 minutes

fournir une surface polie sans rugosité et sans écrouissage. La composition de la solution de polissage électrolytique pour le TA6V est : 600 mL méthanol (CH_3OH) + 360 mL butylglycol ($C_6H_{14}O_2$) + 60 mL d'acide perchlorique ($HClO_4$). La tension appliquée est de 30V pendant 10 secondes. Dès son retrait, l'échantillon est rincé abondamment à l'eau puis à l'éthanol avant d'être séché.

3. Attaque chimique
   L'attaque chimique est réalisée seulement pour les observations au microscope optique. Le réactif employé est celui de Kroll (2 ml HF + 5 ml HNO_3 + 100 ml de H_2O) pendant 90 secondes.

2.3 Application du plan d'expériences

2.3.1 Pré-traitement thermique des plaques

Les traitements thermiques sont habituellement employés pour modifier sélectivement les propriétés mécaniques, la microstructure et parfois la composition chimique des matériaux. Certains matériaux comme les alliages de titane $\alpha + \beta$ répondent facilement aux traitements thermiques alors que d'autres sont plus résistants. Dans notre cas, les traitements thermiques sont effectués pour modifier la microstructure initiale des plaques à souder et pouvoir étudier l'influence de la microstructure initiale sur la soudure.

Certaines précautions particulières ont été prises pour la réalisation de ces traitements thermiques :

— la température au contact de l'échantillon : la température indiquée par les fours de traitement thermique est donnée par un thermocouple qui, dans le cas d'un four à moufle, est placé au fond du four. La conséquence directe est que la température au contact de

l'échantillon peut être différente de celle indiquée par le four. Cet écart de température dépend des éléments présents dans la chambre (supports divers, briques céramiques) et de leur position dans le four. Cet écart est plus grand si le gaz de protection n'est pas répandu uniformément dans toute la chambre du four. Afin de remédier à ce problème, un thermocouple supplémentaire a été placé au contact des plaques afin de corriger le thermocouple du four.

— le temps d'homogénéisation de la température dans l'échantillon : dans un four de traitement thermique, la chaleur est transmise par des résistances chauffantes à la surface des échantillons par rayonnement, puis, de la surface des échantillons au cœur par conduction. Une attention particulière doit être apportée à ce deuxième mode de transmission du fait de la faible conductivité thermique du TA6V (6,7 W/ (m · K)). Ainsi, au cours des traitements thermiques des alliages de titane, quand la surface de l'échantillon est apparemment à la température souhaitée, il en sera autrement à cœur à cause de la faible conductivité thermique du titane. Pour les alliages de titane, une valeur indicative de 1 minute par millimètre d'épaisseur est indiquée pour l'homogénéisation complète d'un échantillon [Combres (2013)]. Dans notre cas, les plaques ayant 5 mm d'épaisseur, nous avons maintenu les plaques dans le four 5 minutes supplémentaires à partir de l'instant où la température sur la face supérieure de l'échantillon a atteint la température de consigne.

Trois des traitements thermiques les plus courants ont été effectués sous gaz de protection. Des tests de calibration ont été effectués sur de petits échantillons avant la mise en pratique sur les plaques à souder. Le gaz argon a été utilisé pour empêcher l'oxydation des plaques. Le tableau 2.7 résume les différents traitements effectués avant le soudage.

Tableau 2.7 – Traitements thermiques effectués.

Type de traitement	Procédure	Microstructure obtenue
1. Aucun	-	Equiaxe
2. Mise en solution dans le domaine β	1050°C pendant 30 minutes suivi d'un refroidissement au four jusqu'à température ambiante	Lamellaire grossière
3. Mise en solution dans le domaine β	1050°C pendant 30 minutes suivi d'un refroidissement à l'air jusqu'à température ambiante	Lamellaire fine
4. Recuit dans le domaine $\alpha + \beta$	15 minutes at 930°C suivi d'un refroidissement à l'air jusqu'à température ambiante et 120 minutes à 630°C suivi d'un refroidissement à l'air jusqu'à température ambiante	Duplex

2.3.2 Réalisation des soudures

Les joints soudés par FSW ont été réalisés au centre de recherche de LORTEK (Ordizia, Espagne) sur une machine MTS ISTIR PDS FSW. La broche de la machine à souder est connectée à un système de refroidissement par un écoulement d'eau, afin de la protéger contre un chauffage excessif. Un flux de gaz d'argon de 20l/min injecté à travers la broche a été utilisé pour empêcher l'oxydation des soudures.

Un outil de soudage en W-25Re avec un épaulement convexe et un pion conique tronqué a été utilisé ; le diamètre de l'épaulement et la longueur du pion étaient respectivement de 12 mm et 2,8 mm (figure 2.7).

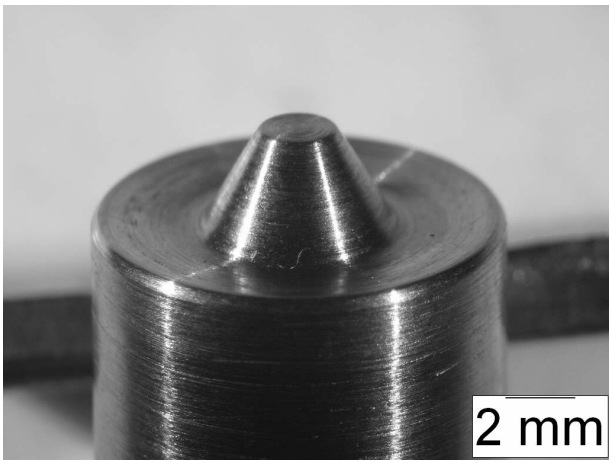


FIGURE 2.7 – Outil de soudage.

Le pilotage a été fait en position afin de garantir une stabilité du procédé avec une inclinaison de l'outil de 2,5°(figure 2.8).

Les plaques ont été serrées sur une *backing plate* en acier inoxydable afin d'éviter la transmission de la chaleur sur le support de la machine. Les essais de calibration ont d'abord été effectués afin d'obtenir une fenêtre opératoire optimale pour les paramètres. Une pénétration de 3 mm a été réalisée en pleine matière sur une longueur de 120 mm perpendiculairement à la direction de laminage des plaques. Les plaques étant suffisamment longues, deux soudures ont été réalisées sur chaque plaque. Le tableau 2.8 résume toutes les conditions utilisées.

Après avoir présenté l'ensemble des outils et paramètres expérimentaux qui nous ont permis de réaliser notre plan d'expériences, nous présentons les moyens utilisés pour la réalisation d'essais de torsion à chaud qui ont servi de base à la mise en place d'une loi de comportement à chaud du TA6V.

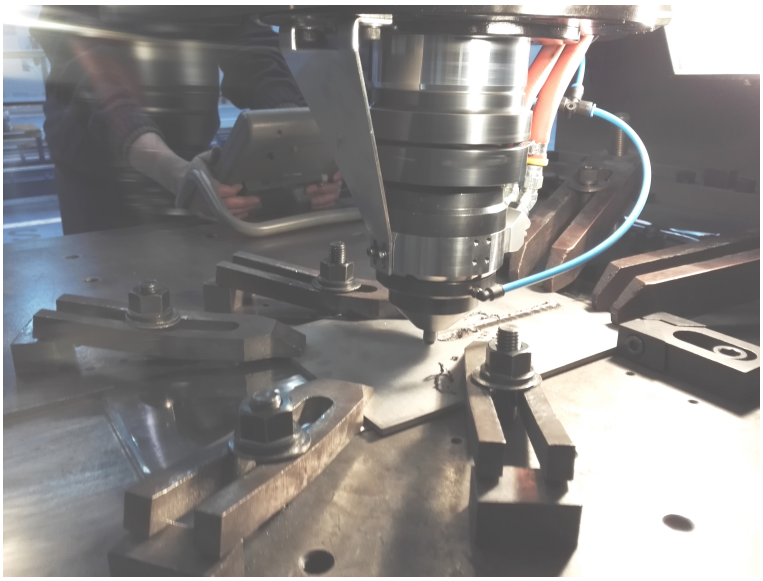


Figure 2.8 – Soudage FSW du TA6V.

2.4 Réalisation des essais de torsion à chaud

2.4.1 Objectif des essais

Les essais de torsion à chaud font partie des procédés de mise en forme à chaud. Ils ont l'avantage de pouvoir produire de très grandes déformations. Les températures opératoires sont d'au moins 0,5 fois la température de fusion de l'alliage alors que les vitesses de déformation usuelles vont de $10^{-3}s^{-1}$ à $50s^{-1}$. Pour notre étude, les essais de torsion ont été réalisés à différentes températures et vitesses de déformation. Les températures choisies sont représentatives du FSW alors que les vitesses de déformation, bien que représentatives, sont aussi limitées par les capacités de la machine d'essai. Les échantillons ont été suffisamment déformés pour atteindre le domaine stationnaire. Les essais permettront d'obtenir des courbes contrainte-déformation qui serviront à calibrer des lois de comportement qui seront utilisées pour modéliser le soudage FSW.

2.4.2 Machine d'essai et échantillons

Les essais de torsion ont été réalisés au centre de recherche CEIT-IK4 de l'Université de Navarre. La machine d'essai est composée d'un moteur, d'une boîte de vitesses, d'un embrayage, d'un système de mesure de couple et de deux arbres. Le premier arbre est fixe tandis que le second est utilisé pour appliquer le couple moteur. La machine est commandée via une interface

Tableau 2.8 – Table d'expérience.

Essai	Microstructure	Vitesse d'avance (mm/min)	Vitesse de rotation (tours/min)
1	Équiaxe	50	400
2	Équiaxe	65	420
3	Équiaxe	80	440
4	Équiaxe	95	460
5	Lamellaire large	50	420
6	Lamellaire large	65	400
7	Lamellaire large	80	460
8	Lamellaire large	95	440
9	Lamellaire fine	50	440
10	Lamellaire fine	65	460
11	Lamellaire fine	80	400
12	Lamellaire fine	95	420
13	Duplex	50	460
14	Duplex	65	440
15	Duplex	80	420
16	Duplex	95	400

informatique qui mesure le couple instantané, le temps et le nombre de tours à une fréquence de 100 hz. Afin d'éviter l'oxydation des échantillons, l'argon est utilisé comme gaz protecteur.

Les échantillons de torsion (figure 2.9) ont une forme tubulaire composée de deux épaulements filetés et d'une partie calibrée de 18 mm de long et 7,5 mm de diamètre. Un trou est percé sur la tranche de l'échantillon dans le sens de la hauteur afin d'insérer le thermocouple utilisé pour contrôler la température qui reste cependant difficile à maîtriser dans ce genre de procédé. Les incertitudes liées à la mesure du couple sont estimées à 0,5% environ. L'incertitude sur la mesure de la température est difficile à évaluer mais on estime qu'elle modifie la contrainte de 5% environ.

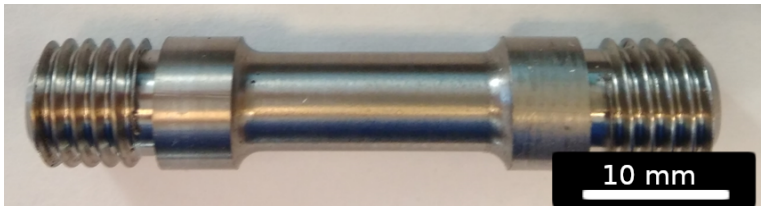


Figure 2.9 – Echantillon de torsion.

Les expériences ont été réalisées à trois températures différentes et quatre vitesses de déformation différentes résumées dans le tableau 2.9. Après l'essai, l'échantillon est rapidement retiré du four et trempé à l'eau afin d'éviter que les grains β aient le temps de croître.

Tableau 2.9 – Conditions expérimentales des essais de torsion.

Essai	Température (°C)	Vitesse de déformation (1/s)
1	1000	0,01
2	1000	0,1
3	1000	0,5
4	1000	1
5	1050	0,01
6	1050	0,1
7	1050	0,5
8	1050	1
9	1100	0,01
10	1100	0,1
11	1100	0,5
12	1100	1

2.4.3 Dépouillement des essais

Le dépouillement des essais consiste à convertir les données recueillies par le logiciel de contrôle en contrainte et déformation. Les essais sont dépouillés en suivant la méthode proposée par Fields & Backofen (1957).

En supposant que l'échantillon (figure 2.10) est homogène, la vitesse de rotation $\dot{\Omega}$ varie linéairement le long du fût de l'éprouvette. Si R est le rayon de la partie calibrée et L sa hauteur, la vitesse angulaire $\dot{\omega}(z)$ d'une particule à une hauteur z peut alors s'écrire :

$$\dot{\omega}(z) = \frac{z}{L}\dot{\Omega} \tag{2.3}$$

Le champ de vitesse V qui en découle s'écrit comme suit :

$$V = \begin{cases} v_r = 0 \\ v_\theta = \frac{z}{L} r\ \dot{\Omega} \\ v_z = 0 \end{cases} \tag{2.4}$$

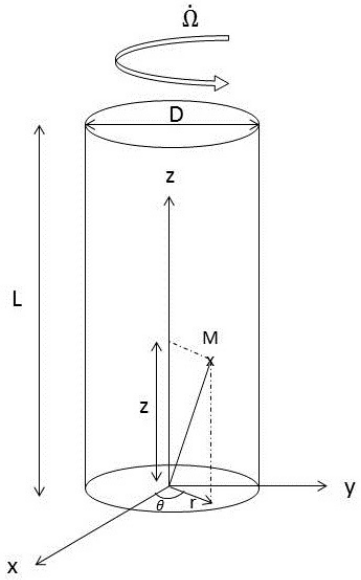


FIGURE 2.10 – Représentation schématique de la partie calibrée de l'échantillon.

Le gradient des vitesses et le tenseur des vitesses de déformation qui en découlent s'écrivent dans le repère cylindrique (r, θ, z) comme suit :

$$grad(v) = \begin{bmatrix} 0 & -z & 0 \\ z & 0 & r \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \frac{\dot{\Omega}}{L} \tag{2.5}$$

$$\dot{\varepsilon} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r \\ 0 & r & 0 \end{bmatrix} \frac{2\dot{\Omega}}{L} \tag{2.6}$$

On en déduit la vitesse de déformation et la déformation équivalente de von Mises :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\Omega} r}{\sqrt{3}L} = \frac{2\pi \dot{N} r}{\sqrt{3}L} \tag{2.7}$$

$$\varepsilon = \frac{\Omega r}{\sqrt{3}L} = \frac{2\pi N r}{\sqrt{3}L} \tag{2.8}$$

où N et $\dot{N}$ représentent respectivement le nombre de tours et la vitesse de rotation (tours/minute) et Γ, le couple. On peut constater que la vitesse de déformation équivalente et la déformation

équivalente d'une particule ne dépend que de sa position radiale. Elles sont nulles dans l'axe de l'éprouvette et maximales à la surface. Dans l'exploitation des résultats, les valeurs de la déformation seront celles calculées à la surface de l'échantillon.

La valeur de la contrainte équivalente est obtenue selon la relation proposée par Fields & Backofen (1957) :

$$\sigma = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3}(3 + \widetilde{m} + \widetilde{n}) \tag{2.9}$$

$\widetilde{m}$ et $\widetilde{n}$ représentent respectivement la sensibilité du couple à la vitesse de déformation et à la déformation. Ces deux paramètres dépendent des paramètres opératoires.

$$\widetilde{m} = \frac{\partial \ln\Gamma}{\partial \ln(\dot{N})}\Big|_{N,T} \tag{2.10}$$

$$\widetilde{n} = \frac{\partial \ln\Gamma}{\partial \ln(N)}\Big|_{\dot{N},T} \tag{2.11}$$

Pour chaque courbe expérimentale, les valeurs de $ln(\Gamma)$ sont corrélées aux valeurs de $ln(N)$ par un polynôme du troisième degré. Les valeurs de $\widetilde{n}$ sont données par la dérivée du polynôme. Pour chaque température d'essai, le paramètre $\widetilde{m}$ est calculé pour chaque valeur de N. Les données de $\widetilde{m}$ obtenues sont ensuite corrélées à N.

2.5 Conclusion

La méthode des plans d'expériences a été choisie pour l'étude expérimentale du soudage FSW du TA6V. Une étude bibliographique a permis de mettre en évidence que les deux paramètres du procédé prépondérants pour étudier la qualité des soudures FSW sont la vitesse d'avance et la vitesse de rotation de l'outil. A ces deux paramètres, nous avons ajouté un paramètre lié à la microstructure initiale du TA6V, ce qui porte à 3, le nombre de facteurs du plan d'expériences de Taguchi que nous avons mis en place. Les moyens de mise en œuvre et

de caractérisation des soudures ont été présentés ainsi que les essais de torsion qui ont servi de base à la modélisation du comportement du TA6V au cours du soudage FSW.

Dans le prochain chapitre, nous allons présenter l'ensemble des résultats obtenus à partir du plan d'expériences.

Chapitre 3

Résultats expérimentaux

Sommaire

3.1 Traitements thermiques 70

3.1.1 Aspect de la microstructure 70

3.1.2 Propriétés mécaniques 71

3.2 Microstructure des joints soudés 73

3.2.1 Microscopie optique 73

3.2.2 Microscopie électronique à balayage 77

3.2.3 EBSD 79

3.2.4 Genèse de la microstructure 81

3.2.5 Conclusion 83

3.3 Propriétés mécaniques des joints soudés 83

3.3.1 Essais de traction 84

3.3.2 Essais de dureté 87

3.3.3 Conclusion 90

3.4 Essais de torsion à chaud 90

3.4.1 Courbes contrainte-déformation 90

3.4.2 Répétabilité des essais de torsion 94

3.4.3 Modélisation de la contrainte 95

3.5 Conclusion 101

3.1 Traitements thermiques

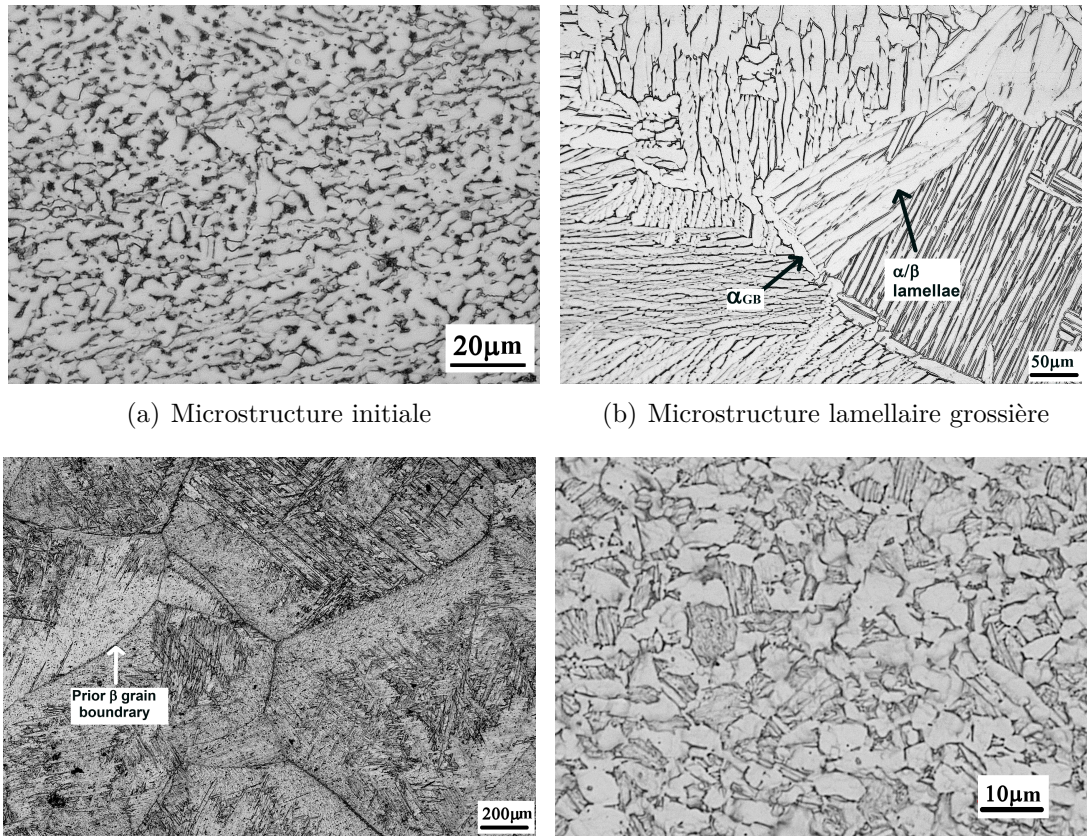
Le plan d'expériences a été réalisé en faisant varier la microstructure initiale du TA6V. Nous examinons dans cette partie les modifications apportées par les traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des soudures.

3.1.1 Aspect de la microstructure

La figure 3.1 résume les différentes microstructures testées : la microstructure du matériau initial (sans pré-traitement thermique) et les microstructures obtenues après différents traitements thermiques (tableau 2.7). La microstructure du matériau initial (figure 3.1(a)) est une microstructure équiaxe qui provient d'un traitement thermomécanique relativement complexe dans le domaine $\alpha + \beta$ du TA6V. Ce traitement est utilisé pour briser certaines lattes α primaire (α_p) déjà formées. Les lattes α_p sont formées lors des traitements thermiques de mise en solution dans le domaine $\alpha + \beta$. Pendant le laminage des tôles de titane, les grains de lattes α_p peuvent coalescer et recristalliser en petits nodules qui se développent pour donner naissance aux grains α primaires nodulaires (α_{pn}) qui apparaissent en gris (figure 3.1(a)). La taille de ces grains dépend de la température et de la durée du traitement thermique.

Les phases β métastable (β_m) et β stable (β_s) sont piégées à l'extérieur des nodules pour former une matrice β (partie sombre sur la figure 3.1(a)). La phase β_m correspond à la phase β primaire hors équilibre, susceptible d'être transformée et qui peut être observée à température ambiante avec une composition chimique locale qui reste proche de celle des températures élevées. La phase β_s à température ambiante est la phase β primaire observée à température ambiante et stable en raison d'une concentration locale d'éléments bétagènes suffisante pour la maintenir.

Sur les figures 3.1(b) et 3.1(c), on peut observer la phase α lamellaire primaire appelée phase de Widmanstätten (α_{WI}) ainsi que les ex-joints de grains β (α_{GB}). La forme des lattes dépend de la durée des traitements thermiques et des vitesses de refroidissement. Plus le refroidissement est lent, plus les lattes sont larges. On y observe aussi les ex-joints de grains β. Elle montre également des grains α_{WGB} perpendiculaires aux grains α_{GB}. Ces derniers germent aux joints de grains de la phase β dans une orientation particulière avec la phase β (relations Burgers). Dans la structure lamellaire fine, les joints de grains β n'ont pas eu le temps de se transformer et ils apparaissent au microscope optique comme des joints de grains classiques (figure 3.1(c)). Dans la structure lamellaire grossière, ces ex-joints de grains β ont eu le temps de se transformer pour donner des lamelles α_{GB} qui se retrouvent sous forme de liserés (figure 3.1(b)).



(a) Microstructure initiale (b) Microstructure lamellaire grossière

(c) Microstructure lamellaire fine (d) Microstructure duplex

Figure 3.1 – Microstructures obtenues après traitement thermique.

Le dernier traitement thermique dans le haut du domaine $\alpha + \beta$ a conduit à la quatrième microstructure (figure 3.1(d)). Les éléments d'alliage stabilisant la phase α diffusent pendant le traitement thermique et permettent la croissance des grains alpha primaires nodulaires (α_{pn}). Pendant le refroidissement, la phase β_m est transformée en grains β transformés (β_t) et les grains α intergranulaires formés se développent plus ou moins, selon la vitesse de refroidissement. Cette microstructure appelée duplex se compose finalement de grains α équiaxes (phase claire) dans une matrice β (phase sombre) contenant une phase α grossière et aciculaire.

3.1.2 Propriétés mécaniques

Des tests de caractérisation mécanique effectués sur les échantillons ont permis d'évaluer les modifications apportées par les traitements thermiques sur les propriétés mécaniques. Les tests de traction et de dureté ont montré que la microstructure a un effet significatif sur les propriétés mécaniques.

Les trois microstructures résultant des traitements thermiques ont entraîné une baisse de

la dureté (figure 3.1). La microstructure lamellaire grossière est celle qui a conduit à la plus faible dureté et à la plus faible résistance mécanique. Comme expliqué plus haut (§ 3.1.1), ce matériau ayant subi un refroidissement lent depuis la phase β, ses lamelles sont plus épaisses ; par conséquent, sa dureté est plus faible que le matériau dont la microstructure est lamellaire fine (loi de Hall-Petch) pour laquelle on observe une légère baisse de la dureté par rapport à la microstructure initiale dont la taille de grains est la plus faible. Elle a donc la dureté la plus élevée même si ses grains α ont une taille similaire à celle des grains α de la microstructure duplex. On peut donc conclure que les lamelles α présentes à l'intérieur des ex-grains β ont contribué à diminuer la dureté du TA6V duplex.

Les traitements thermiques ont également entraîné une diminution des propriétés en traction en terme de résistance mécanique (Rm) et déformation à la rupture (tableau 3.1). Les courbes contrainte-déformation (figure 3.2) montrent que la microstructure duplex est presqu'aussi ductile que la microstructure équiaxe.

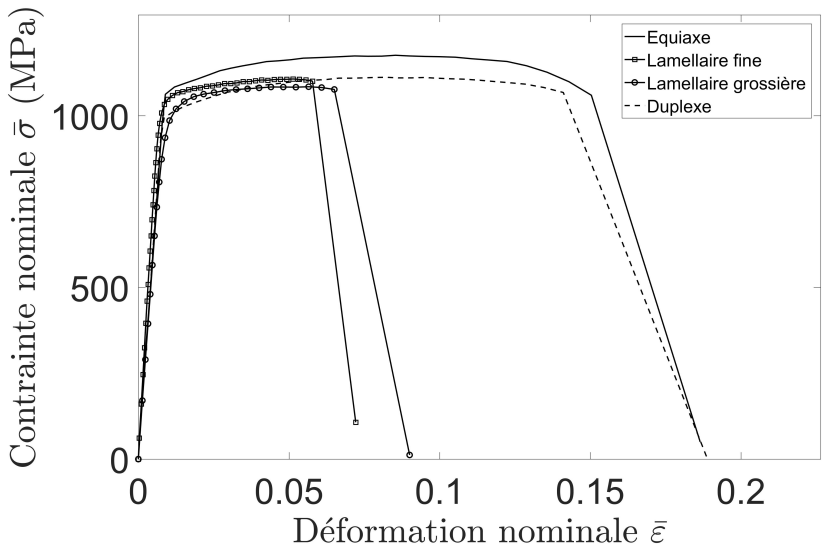


FIGURE 3.2 – Courbes contrainte-déformation obtenues après traction des échantillons traités thermiquement.

Les microstructures lamellaires présentent une ductilité similaire et les modules d'Young restent similaires pour les 4 microstructures.

En résumé, les différents traitements thermiques ont modifié la microstructure et les propriétés mécaniques des plaques. Dans la suite, nous verrons leur effet sur les propriétés microstructurales et mécaniques des soudures.

Tableau 3.1 – Propriétés mécaniques résultant des traitements thermiques.

Microstructure	Propriétés
Equiaxe	Rm = 1163 MPa HV = 340 Taille des grains α : 6,5 μm
Lamellaire grossière	Rm = 1090 MPa HV = 290 Taille des grains β antérieurs : 735 μm Epaisseur des lattes : 6,8 μm
Lamellaire fine	Rm = 1123 MPa HV = 330 Taille des grains β antérieurs : 573 μm Epaisseur des lattes : 0,7 μm
Duplex	Rm = 1115 MPa HV = 313 Taille des grains α : 6,5μm Épaisseur des lattes : 0,7 μm Pourcentage de lattes : 50%

3.2 Microstructure des joints soudés

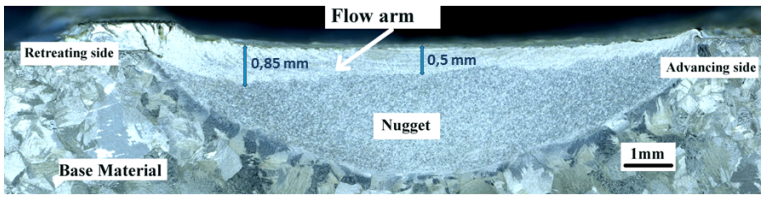
Les échantillons soudés en suivant la table d'expériences (tableau 3.2) ont été soumis aux essais de caractérisation microstructurale. Certaines soudures ont été affectées par des défauts tels que des tunnels ou des cavités. Néanmoins, le centre du noyau que nous avons situé à 1 mm sous la surface supérieure des soudures n'a pas été affecté par les défauts. Les analyses au microscope optique, au MEB et en EBSD ont permis d'établir la genèse de la microstructure.

3.2.1 Microscopie optique

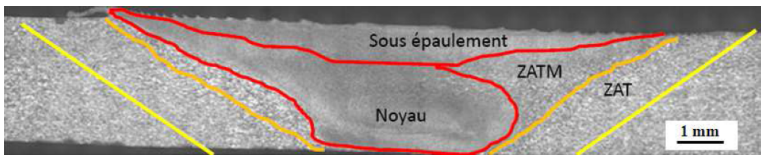
Les macrographies des sections transversales de certaines soudures sont présentées à la figure 3.3. La macrographie de l'échantillon 5 (lamellaire grossière, vitesse de soudage 50 mm/min, vitesse de rotation 420 rpm) (figure 3.3(a)) laisse apparaître les différentes zones métallurgiques et permet d'observer clairement que l'échantillon ne présente pas de défauts macroscopiques comme les porosités ou les défauts de pénétration. Cet échantillon présente la morphologie typique des soudures FSW de titane : la zone malaxée a une forme de parabole dont la largeur maximale correspond au diamètre de l'outil. Cette surface ne varie pas en fonction des paramètres opératoires. Le métal de base loin du noyau de soudure n'a subi aucune déformation et a gardé la microstructure de base. Dans ce cas, la ZAT est indiscernable du métal de base. La ZATM se présente sous forme d'une couche fine autour du noyau.

Tableau 3.2 – Table expérimentale précisant les défauts des soudures.

Échantillon	Microstructure initiale	Vitesse d'avance (mm/min	Vitesse de rotation (tours/min)	Défauts
1	Equiaxe	50	400	Aucun
2		65	420	Cavités par endroit
3		80	440	Aucun
4		95	460	Tunnel
5	Lamellaire grossière	50	420	Aucun
6		65	400	Tunnel
7		80	460	Aucun
8		95	440	Tunnel
9	Lamellaire fine	50	440	Cavités par endroit
10		65	460	Cavités par endroit
11		80	400	Aucun
12		95	420	Aucun
13	Duplex	50	460	Aucun
14		65	440	Aucun
15		80	420	Cavités par endroit
16		95	400	Cavités par endroit



(a) Échantillon soudé à 50 mm/min et 420 rpm



(b) Alliage d'aluminium 2024-T3 (Jemal (2011))

(c) Echantillon défectueux

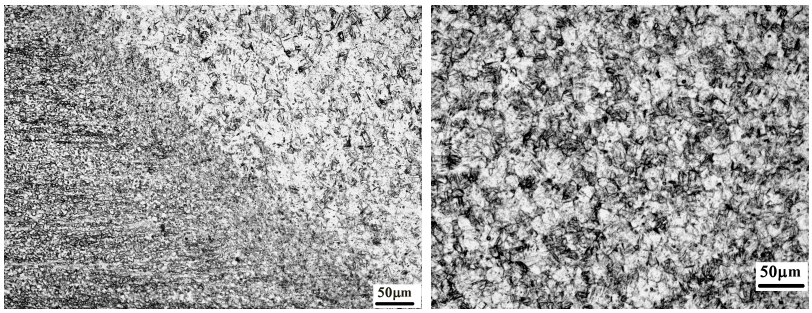
FIGURE 3.3 – Macrographie de soudures FSW.

Ce résultat est lié à la faible conductivité thermique du titane : celle-ci est 12 fois plus faible que la conductivité thermique de l'aluminium dont les ZAT et ZATM sont plus importantes (figure 3.3(b)). La taille des différentes zones métallurgiques dépend des conditions opératoires

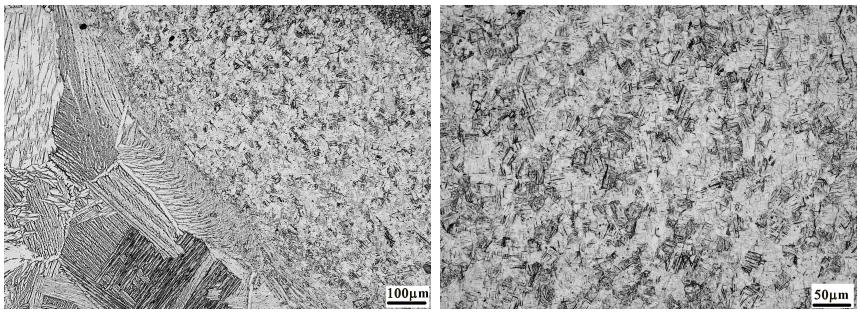
(vitesse de rotation, vitesse d'avance, forme de l'outil). Plus la vitesse de rotation est grande et la vitesse d'avance est faible, plus on fournit de l'énergie au matériau et plus la ZAT sera grande. La taille de la ZATM dépend non seulement de l'énergie fournie, mais aussi de la déformation générée par l'outil. Elle sera plus grande avec les pions filetés qui induisent plus de déformation et moins importante avec les pions lisses. Sur la partie supérieure de la soudure, on distingue la flow arm zone. Cette zone est plus épaisse au niveau du *retreating side* et s'annule au niveau de l'*advancing side*. Au milieu de la soudure, elle a une épaisseur de 0,5 mm. Le noyau de soudure est la zone qui subit le maximum de déformation et d'élévation de température. Elle se positionne juste en dessous de la flow arm zone et se distingue des autres par une microstructure plus homogène et fine.

L'échantillon 6 (lamellaire fine, vitesse de soudage 65 mm/min, vitesse de rotation 400 rpm) présente des défauts non négligeables (figure 3.3(c)). Il est traversé par un tunnel qui peut être lié à un malaxage insuffisant de la matière en raison d'un chauffage insuffisant. Ce chauffage insuffisant peut être dû aux paramètres opératoires non adéquats (vitesse d'avance trop élevée et vitesse de rotation trop faible) ou à un contact insuffisant entre l'outil et la matière (manque de pénétration).

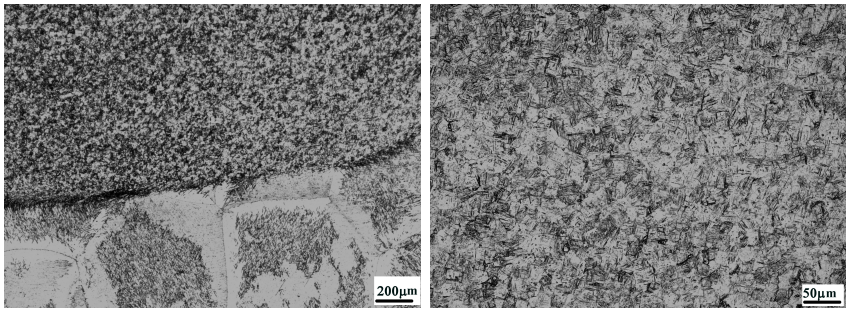
La figure 3.4 montre des micrographies optiques des noyaux de soudure et des transitions entre zones des joints de soudure pour différentes microstructures de départ et paramètres procédés. On observe une microstructure similaire dans le noyau de soudure quelles que soient les conditions opératoires. Comme il est difficile d'identifier clairement le type de microstructure dans le noyau en microscopie optique, nous avons réalisé des observations au MEB qui vont confirmer ces premières observations.



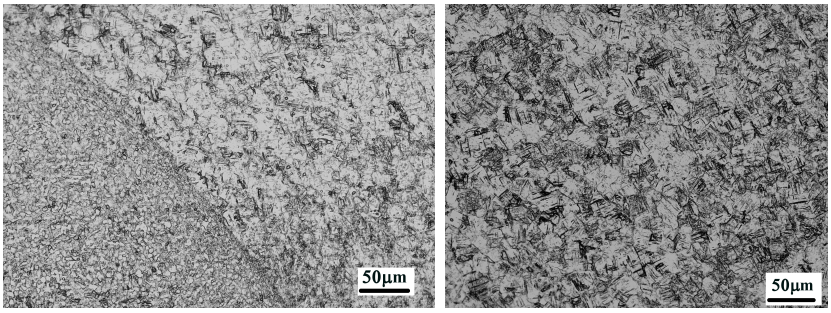
(a) Echantillon 1



(b) Echantillon 5



(c) Echantillon 9



(d) Echantillon 13

FIGURE 3.4 – Micrographies optiques montrant les frontières entre métal de base et noyau (à gauche) et le noyau de soudure (à droite).

3.2.2 Microscopie électronique à balayage

Les images obtenues au MEB permettent d'identifier clairement la microstructure dans les différentes zones métallurgiques de la soudure. Le noyau de soudure observé en électrons rétro-diffusés présente des grains équiaxes avec de fines lamelles intergranulaires (figure 3.5). La taille des grains observés est d'environ 14 μm. Cette microstructure est similaire pour toutes les conditions de soudure. Elle correspond à une structure lamellaire résultant d'un traitement thermique au-dessus du transus β.

Les observations au MEB ont donné aussi plus de précision sur l'évolution de la microstructure du métal de base vers le centre du noyau de la soudure (figure 3.6). Il s'agit de la zone de transition qui constitue la ZAT et la ZATM. Dans la zone de transition, on observe un mélange de grains α équiaxes et de lamelles α. Cette zone de transition a une épaisseur de 10 μm.

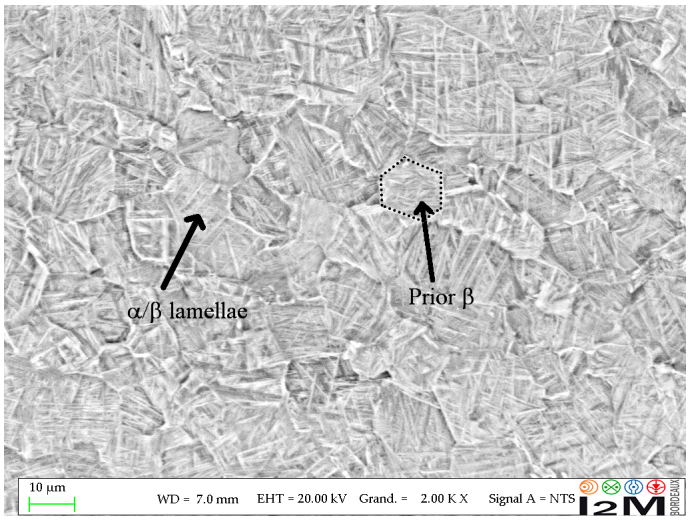
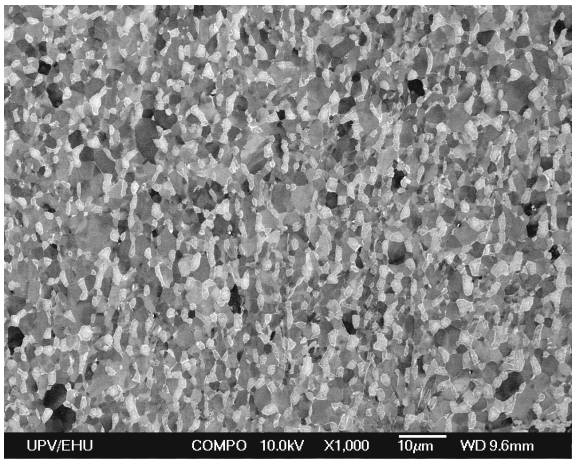
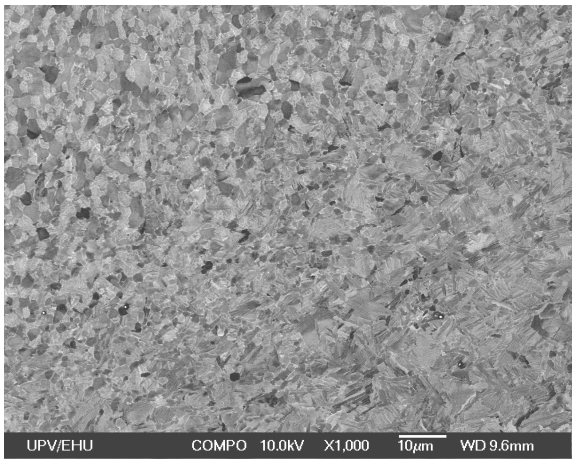


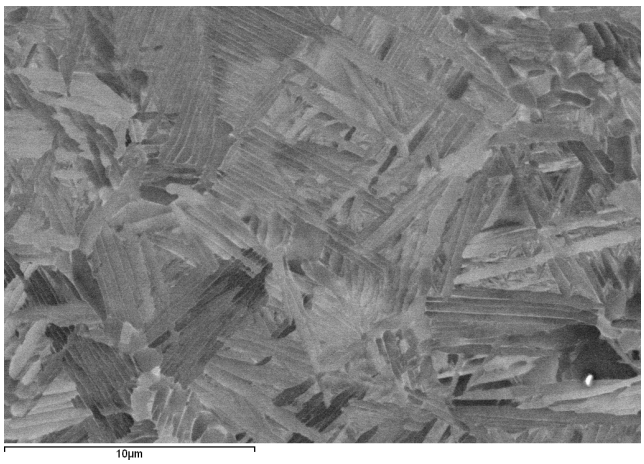
Figure 3.5 – Image MEB de l'échantillon 1 observé en électrons rétrodiffusés.



(a) Métal de base



(b) Zone de transition



(c) Noyau

FIGURE 3.6 – Observations MEB en électrons secondaires de l'échantillon 1.

3.2.3 EBSD

Les analyses EBSD ont donné plus de détails sur la microstructure dans le noyau de soudure et des informations sur l'orientation cristalline des grains. Au cours de nos analyses, seule la phase α a été indexée. Ce genre d'observation est courant sur des soudures FSW du TA6V car la phase β_s est souvent très faible en proportion (<10%). A cela s'ajoute la résolution spatiale des appareils de mesure qui ne permet pas de détecter cette phase.

Une analyse locale de la composition chimique est effectuée sur une ligne traversant plusieurs lamelles α (figure 3.7) afin de s'assurer de la présence des phases α et β. On observe qu'à l'intérieur d'une grosse lamelle, la concentration en vanadium baisse sensiblement et que la concentration en aluminium augmente.

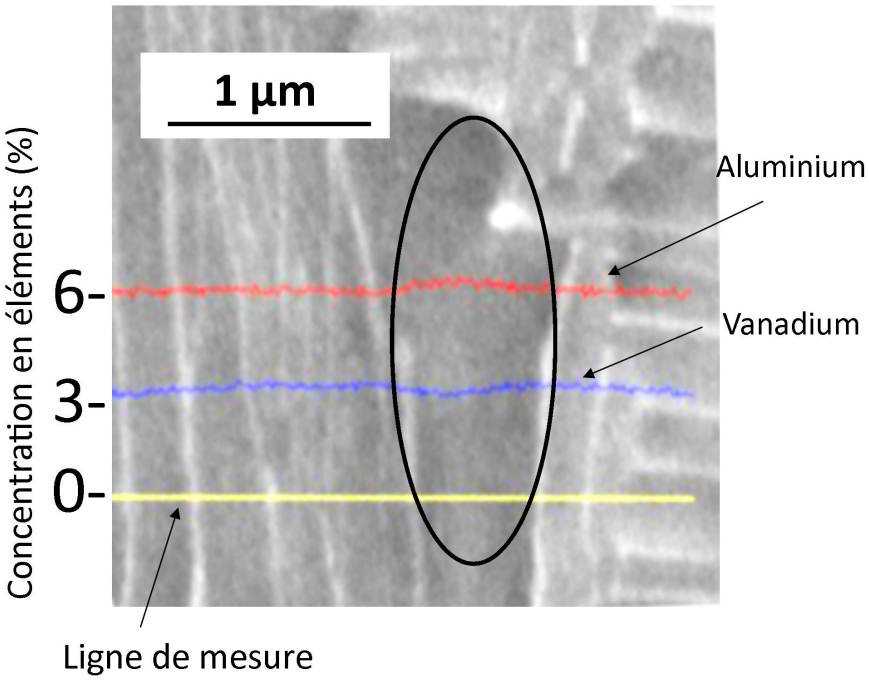
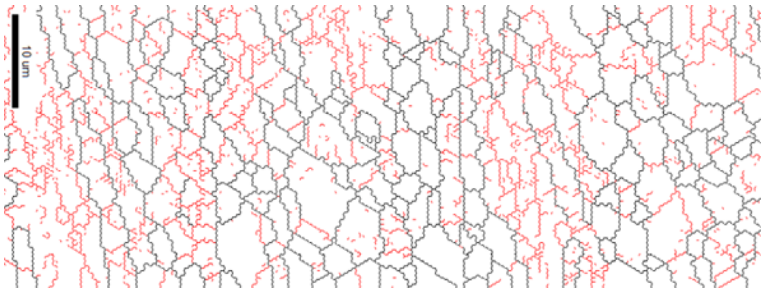


Figure 3.7 – Analyse chimique linéaire montrant le pourcentage d'aluminium (en rouge) et de vanadium (en bleu).

Ce constat n'est pas le même au niveau des lamelles moins épaisses. Les éléments bêtagènes ont donc eu moins de temps pour diffuser vers les joints de grains. Cette analyse nous permet de conclure que la phase claire est bien la phase β_s et que la phase sombre est la phase α_s. L'épaisseur de la phase β_s est inférieure à 0,1 μm, ce qui explique la difficulté de la détecter en EBSD.

La cartographie du noyau de soudure de l'échantillon 1 montre les lamelles entremêlées, confirmant les images observées au MEB (figure 3.8). Cette cartographie laisse aussi apparaître les joints de grains de faible et grande désorientations. Les joints de faible désorientation sont plus nombreux dans le métal de base que dans le noyau de soudure.



(a) Métal de base

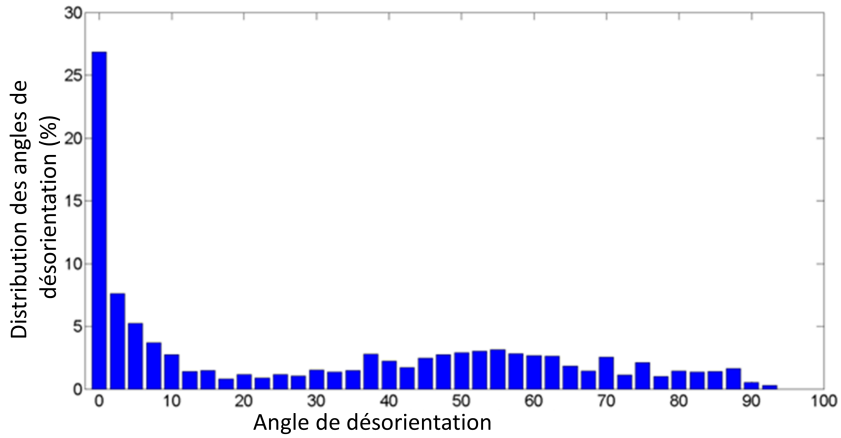
(b) Noyau

FIGURE 3.8 – Cartographie des joints de grains montrant les joints de faible désorientation (rouge) et les joints de grande désorientation (en noir).

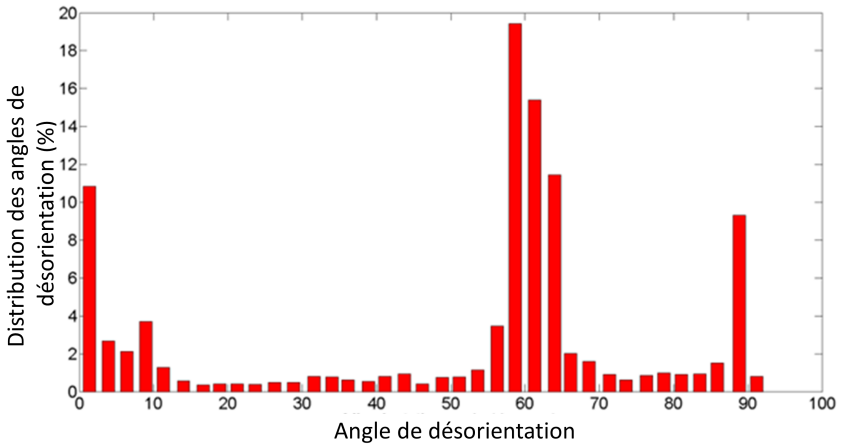
Les données recueillies ont aussi permis de tracer les diagrammes de désorientation des grains α du métal de base et du noyau (figure 3.9).

Le diagramme de désorientation du métal de base montre beaucoup de joints de faible désorientation alors que celle du noyau montre peu de joints de faible désorientation ; la diminution des joints de faible désorientation est une caractéristique de la recristallisation dynamique continue qui s'opère par une augmentation progressive de l'angle de désorientation des sous-joints jusqu'à leur transformation en joints de grains.

La cartographie de désorientation des joints de grains du noyau présente deux pics, l'un à 60°et l'autre à 90°. Ces deux pics de désorientation sont dus à l'hérédité de l'orientation de la phase α_s qui provient de la phase β selon le mécanisme proposé par Burgers et nous confirme une nouvelle fois que la température dans le noyau a dépassé le transus β.



(a) Métal de base



(b) Noyau

FIGURE 3.9 – Diagrammes de désorientation des grains α de l'échantillon 1.

3.2.4 Genèse de la microstructure

L'analyse microscopique effectuée nous permet d'établir le chemin thermomécanique subi par les soudures (figure 3.10).

Tout d'abord, le matériau subit une brusque élévation de température, provoquée par le frottement de l'outil. Ce chauffage couplé à la déformation plastique permet d'atteindre rapidement la température de recristallisation dynamique. Montheillet *et al.* (2012) ont montré que la recristallisation dynamique "classique discontinue", se produisant par nucléation et croissance des nouveaux grains, n'est pas observée dans la phase β des alliages de titane en raison du taux élevé de restauration dynamique associé à la grande énergie de défaut d'empilement de la structure cubique centrée. Au lieu de cela, la Recristallisation Dynamique Continue (RDC) de la phase β a lieu : la formation des grains se produit par la génération de nouveaux joints de grains. Ce mécanisme génère des grains plus fins et équiaxes.

La taille des grains β recristallisés se stabilise autour de $13 \pm 2\mu m$, indépendamment du traitement thermique initial ou des paramètres du procédé, ce qui suggère que le mécanisme de RDC prédomine sur l'effet de la croissance des grains β.

Lorsque le pion s'éloigne, le chauffage par friction et par déformation plastique cesse brutalement. Compte tenu de la faible conductivité thermique du TA6V, on peut supposer que le matériau subit un refroidissement à l'air à partir du domaine β. Dans ce cas, pendant le refroidissement rapide, la phase β stable à haute température se décompose en phase lamellaire α_s avec diffusion des éléments betagènes vers les joints des lamelles alors que les éléments alphagènes se déplacent vers l'intérieur des lamelles (figure 3.11).

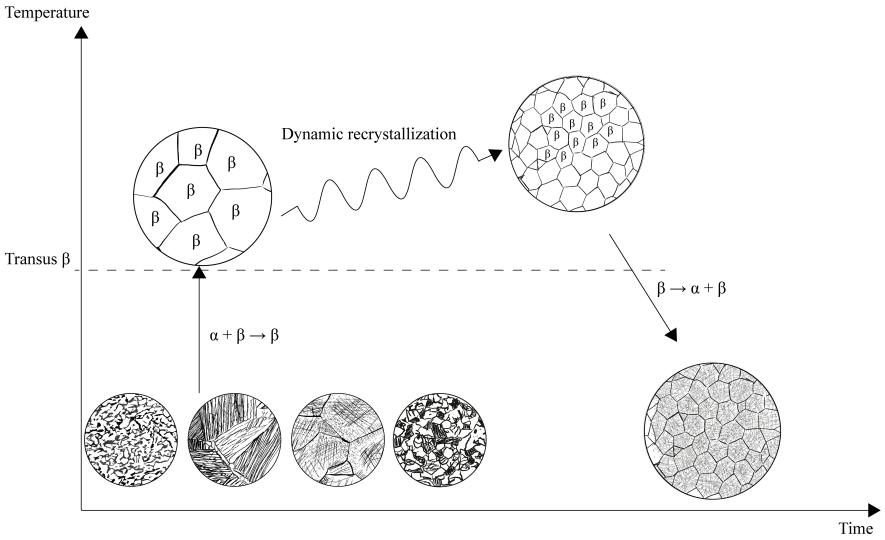


FIGURE 3.10 – Genèse de la microstructure pendant le soudage FSW.

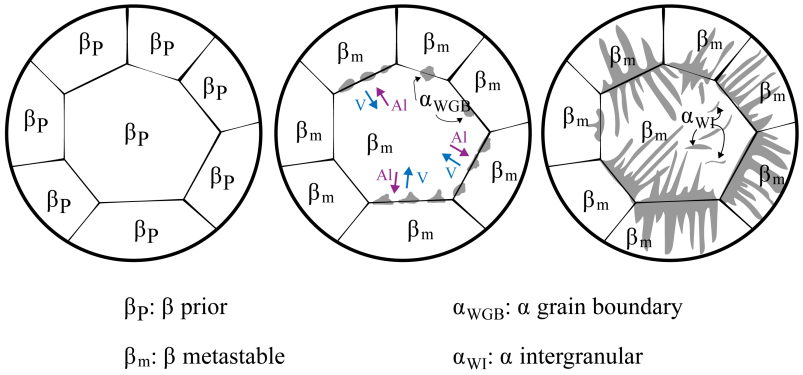


FIGURE 3.11 – Transformation $\beta \rightarrow \alpha$ pendant le refroidissement.

3.2.5 Conclusion

La microstructure des échantillons soudés a été analysée afin d'établir la genèse de la microstructure pendant le soudage FSW. Cette analyse a montré que la ZAT et la ZATM sont très fines, contrairement au cas des métaux doux comme les alliages d'aluminium. Le soudage FSW produit une microstructure contrôlée et stable dans la zone malaxée, indépendamment du traitement thermique initial et des conditions de soudage. Cette microstructure est caractérisée par une structure en β transformée sous la forme de structures lamellaires α/β, résultant de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ avec des désorientations privilégiées de la phase α à 60°et 90°.

La genèse de la microstructure peut être divisée en trois étapes. Premièrement, les échauffements par déformation plastique et par frottement permettent d'atteindre la température de changement de phase $\alpha \rightarrow \beta$. Deuxièmement, on observe la RDC de la phase β qui produit des grains β avec un diamètre d'environ $13\mu m$. Troisièmement, un changement de phase s'opère dans les grains β entièrement recristallisés qui laissent apparaître des phases lamellaires α/β.

Il est alors possible de mettre en place des modèles pour prédire l'évolution de la microstructure pendant le soudage. Un modèle sur la cinétique de croissance des grains β peut être mis en place de manière expérimentale en faisant des traitements thermiques sur des échantillons à différentes températures. Ensuite, un modèle de recristallisation dynamique permettra de prédire la taille des grains β recristallisés. Enfin, la loi de JMAK (Johnson–Mehl–Avrami–Kologoromov) est bien adaptée pour modéliser la cinétique de formation des grains α. Ces aspects seront traités dans le chapitre 5.

Après l'étude microstructurale des soudures, nous allons nous intéresser à l'influence du soudage sur les propriétés mécaniques des joints soudés.

3.3 Propriétés mécaniques des joints soudés

Dans un premier temps, les résultats des essais de traction seront présentés. Ceux-ci sont influencés par la présence des défauts dans les soudures. Ces défauts sont essentiellement dus au manque de pénétration en raison du manque de planéité de certains échantillons. Dans un deuxième temps seront présentés les résultats des essais de dureté. Ces résultats ne sont pas influencés par les défauts car ces derniers ne sont pas présents dans la zone évaluée.

3.3.1 Essais de traction

La propriété mesurée sur les essais de traction est la résistance mécanique : ces résultats sont présentés dans le tableau 3.3. En fonction de leur position dans la zone d'extraction, les éprouvettes testées ont été plus ou moins impactées par les défauts dans les soudures. On distingue 3 familles d'échantillons.

Dans le premier cas, les 5 éprouvettes testées n'ont pas de défaut (échantillon 1 par exemple). Dans certains cas, la rupture est intervenue à proximité du centre de la soudure, à la frontière entre le noyau et le métal de base, et dans d'autres cas, elle est apparue loin de la soudure, tout près du raccord. On constate que la soudure présente une zone de fragilité qui peut être assimilée à la ZAT. Les courbes contrainte-déformation sont similaires pour les 5 éprouvettes testées, ce qui prouve l'uniformité de la soudure le long de l'axe de soudage (figure 3.12) : le matériau a un comportement élasto-plastique classique. Le module d'Young est similaire à celui du métal de base. La rupture est ductile avec l'apparition d'une striction. Leurs résistance mécanique et déformation à la rupture sont inférieures à celles du métal de base.

Dans le deuxième cas, certaines éprouvettes sont défectueuses. Cela arrive dans le cas où la soudure n'est pas homogène suivant la direction de soudage. C'est le cas par exemple de l'échantillon 15 (figure 3.13) pour lequel les 5 courbes contrainte-déformation ne sont pas similaires. Les éprouvettes non défectueuses ont un comportement similaire à celles du premier cas tandis que les éprouvettes défectueuses ont une zone de rupture au centre de l'éprouvette dans la soudure. Leurs courbes de traction montrent un comportement élastique sans plasticité. L'influence de ces erreurs se ressent dans l'ANOVA par une grande valeur de la contribution des erreurs.

Tableau 3.3 – Résistance mécanique des échantillons soudés et du métal de base.

Échantillon	Vitesse d'avance (mm/min)	Vitesse de rotation (rpm)	Ép. 1	Ép. 2	Ép. 3	Ép. 4	Ép. 5	Moyenne	Ratio	Ecart-type
1	50	400	1031,7	1039,4	1047,1	1049,6	1052,2	1044	89,73	7,49
2	65	420	884	794,4	760,1	685	600,1	744,72	64,01	96,52
3	80	440	1036,5	1032,6	921,3	901,4	667,3	972,95	83,63	134,25
4	95	460	612,6	210,2	403,4	301,9	861	477,82	41,07	233,71
5	50	420	901,6	900,8	902,9	903,4	902,3	902,2	82,79	0,92
6	65	400	287,1	277,4	215,4	246,8	355,6	276,46	25,37	46,87
7	80	460	950,2	950,4	950,1	948,8	948,1	949,52	87,14	0,91
8	95	440	0	0	0	0	0	0	0,00	0,00
9	50	440	358,4	544,9	663,7	738,1	980,6	657,14	58,27	206,43
10	65	460	201,2	849,9	419,4	356,8	881,2	541,7	48,04	273,98
11	80	400	824,3	863,9	898	885,8	918,6	878,12	77,87	32,22
12	95	420	974,7	961,9	909	884,5	928,6	931,74	82,62	33,21
13	50	460	1000,3	988,8	996,9	996,1	993,7	995,16	89,20	3,82
14	65	440	1049,6	1028,6	1017,7	1053	1006,3	1031,04	92,42	18,01
15	80	420	978,1	983,9	763,7	626,2	931,9	856,76	76,80	140,25
16	95	400	715,5	726,8	530,6	630,8	260,3	572,8	51,34	171,39
Equiaxe			1175,9	1151				1163,45		12,45
Lamellaire grossière			1085,4	1094				1089,7		4,30
Lamellaire fine			1112,7	1142,7				1127,7		15,00
Duplex			1123,6	1107,6				1115,6		8,00

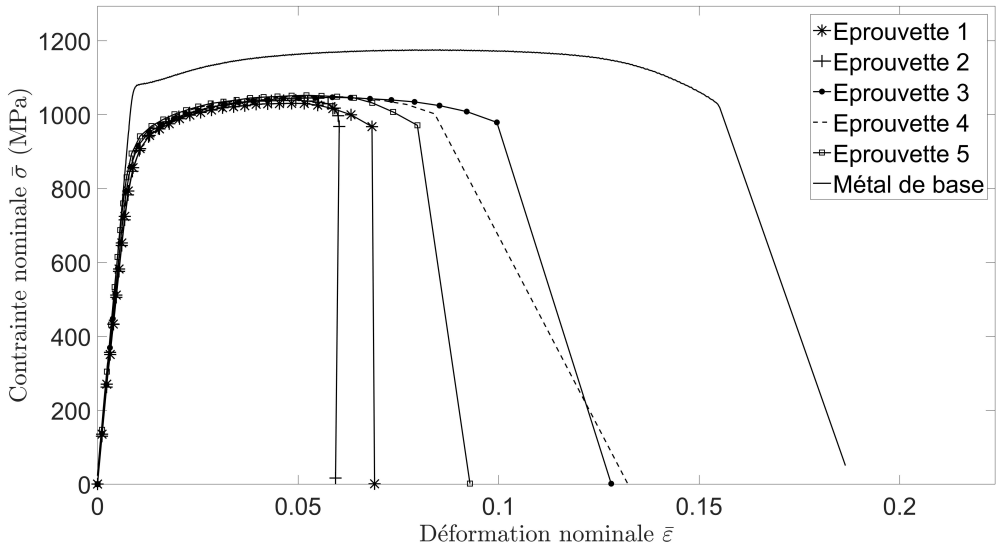


FIGURE 3.12 – Courbes contrainte-déformation de l'échantillon 1 et du métal de base.

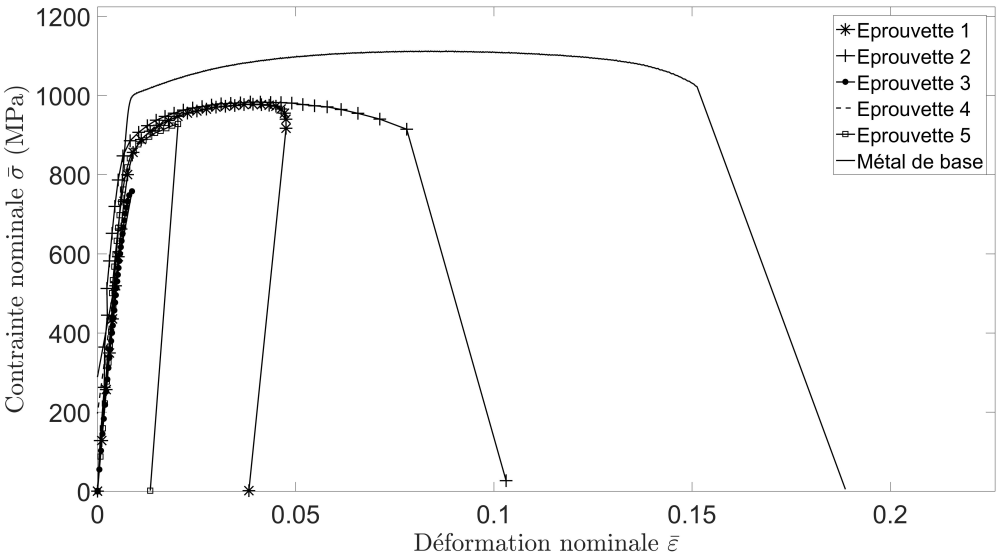


FIGURE 3.13 – Courbes contrainte-déformation de l'échantillon 15 et du métal de base.

Dans le troisième cas, tout l'échantillon est défectueux et les éprouvettes ont alors une résistance mécanique très faible (échantillon 6) ou nulle (échantillon 8).

L'échantillon 14 (duplex - soudé à 65 mm/min et 440 rpm) est celui dont la résistance mécanique est la plus proche de celle du métal de base avec un rapport de 92,4%.

Le tableau 3.4 présente la table de réponse de la résistance mécanique pour les trois facteurs i. Les 4 niveaux j correspondent aux niveaux des facteurs du plan d'expériences et la résistance

mécanique dans une cellule correspond à la moyenne des essais pour lesquels le facteur i était au niveau j. Pour chaque facteur, Delta est l'écart maximum observé entre les résistances mécaniques observées pour les niveaux pris deux à deux. De ce tableau, on peut observer que les conditions qui permettent d'obtenir la meilleure résistance mécanique sont A4, B3 et C2, qui sont celles de la microstructure duplex soudée à une vitesse d'avance de 80mm/min et une vitesse de rotation de 420 rpm.

La table de l'ANOVA (tableau 3.5) donne les facteurs qui ont la plus grande influence sur la résistance mécanique. On constate que la part de contribution des erreurs dépasse celles des trois autres facteurs. La contribution de la vitesse d'avance est la plus grande des trois facteurs du plan d'expériences alors que la vitesse de rotation a la plus faible influence. Ce résultat montre de façon indicative que les paramètres de procédé peuvent influencer la résistance mécanique des soudures. Cependant, en raison de la grande contribution des erreurs, il est difficile d'exploiter ce résultat. On accordera plus d'importance à l'ANOVA réalisée sur les duretés parce qu'elle est moins influencée par les défauts.

Tableau 3.4 – Table de réponse de la résistance mécanique.

Niveau	Microstructure	Vitesse d'avance	Vitesse de rotation
1	816,78 MPa	899,63 MPa	692,85 MPa
2	532,05 MPa	661,03 MPa	**858,86 MPa**
3	764,73 MPa	**914,34 MPa**	665,28 MPa
4	**863,94 MPa**	502,50 MPa	760,51 MPa
Delta	331,90 MPa	411,84 MPa	193,57 MPa

Tableau 3.5 – Table de l'ANOVA de la résistance mécanique.

Facteurs	Somme des carrés	ddl	Somme moyennée	F	Contribution (%)
Microstructure	260146,73	3	86715,578	1,0681	19,86
Vitesse d'avance	473760,26	3	157920,09	1,9452	36,16
Vitesse de rotation	89107,800	3	29702,60	0,3659	6,8
Erreurs	487110,78	6	81185,13		37,18
Total	1310125,57	15			100

3.3.2 Essais de dureté

Les profils de dureté ont été réalisés dans la section transversale des soudures, 1 mm au-dessous de la surface supérieure (figure 3.14). Nous avons observé que la dureté dans le métal de base est similaire à celle mesurée sur des échantillons non soudés et augmente brusquement lorsqu'on passe dans le noyau. Contrairement aux profils de dureté des métaux doux, notamment des alliages d'aluminium, ces profils ne présentent pas un adoucissement. D'autres études sur

le FSW du TA6V ont montré des profils de dureté avec un adoucissement important dans la ZAT/ZATM [Zhang *et al.* (2008)]. Ce genre de profil est obtenu lorsque la chaleur générée pendant le procédé est très importante, c'est-à-dire lorsque l'assemblage est réalisé avec une vitesse d'avance faible et une vitesse de rotation élevée ou lorsque les caractéristiques de l'outil permettent d'augmenter la déformation plastique.

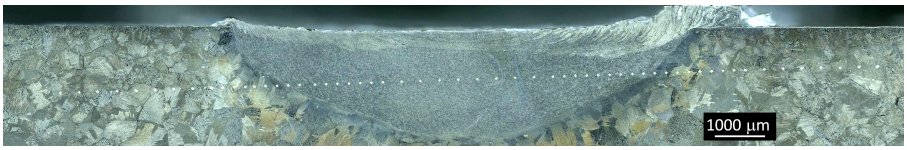


FIGURE 3.14 – Position des points de dureté

Les profils de dureté Vickers des échantillons 13 à 16 (microstructure duplex dans le métal de base) sont présentés sur la figure 3.15 : les quatre profils sont similaires et on ne remarque pas d'influence des paramètres de procédé sur la dureté.

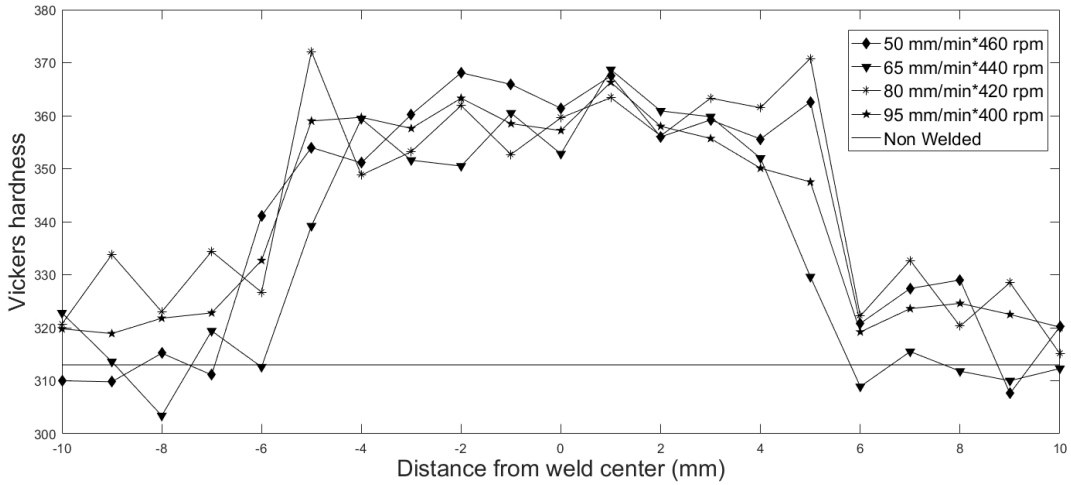


FIGURE 3.15 – Profil de dureté dans la section transversale des soudures [Tchein *et al.* (2018)].

Les valeurs moyennes de dureté sont présentées dans le tableau 3.6 et confirment la remarque précédente : elles montrent que la dureté dans les noyaux est peu impactée par les conditions expérimentales et est donc indépendante de la dureté du métal de base. Ce résultat montre que toutes les soudures ont subi le même cycle thermomécanique pendant le soudage tout au moins dans le domaine expérimental des paramètres de procédé que nous avons définis.

Tableau 3.6 – Dureté Vickers moyenne des noyaux des soudures.

Échantillon	Microstructure de base	Vitesse d'avance (mm/min)	Vitesse de rotation (rpm)	Dureté du métal de base	Dureté du noyau
1	Équiaxe	50	400	340	353,11
2	Équiaxe	65	420	340	357,22
3	Equiaxe	80	440	340	356,43
4	Equiaxe	95	460	340	355,37
5	Lamellaire grossière	50	420	290	351,89
6	Lamellaire grossière	65	400	290	354,79
7	Lamellaire grossière	80	460	290	352,36
8	Lamellaire grossière	95	440	290	353,78
9	Lamellaire fine	50	440	330	358,59
10	Lamellaire fine	65	460	330	358,5
11	Lamellaire fine	80	400	330	359,11
12	Lamellaire fine	95	420	330	368,24
13	Duplex	50	460	315	360,56
14	Duplex	65	440	315	355,93
15	Duplex	80	420	315	357,84
16	Duplex	95	400	315	357,28

Le tableau 3.7 permet d'évaluer l'influence des paramètres du plan d'expériences sur la dureté des soudures. Ce tableau indique les valeurs moyennes de dureté pour chaque niveau de chaque facteur du plan d'expériences. On peut observer que les conditions qui permettent d'obtenir la dureté la plus élevée dans le noyau sont les conditions A3, B4 et C2 qui sont celles de la microstructure lamellaire fine soudée à une vitesse d'avance de 95mm/min et une vitesse de rotation de 420 rpm.

Il confirme que la dureté moyenne n'est pas sensible aux paramètres de procédé et à la microstructure initiale, vu que l'écart maximum obtenu (7,85 HV) est inférieur aux valeurs de tolérance sur les mesures.

La table d'ANOVA (tableau 3.8) montre que la microstructure initiale est le facteur qui peut avoir la plus grande influence sur la dureté. Contrairement au cas des essais de traction,

la contribution des erreurs est plus faible dans ce cas. Toutefois, on peut conclure que les paramètres du plan d'expériences n'ont pas une grande influence sur la dureté en raison des valeurs de dureté très proches obtenues dans le noyau après les mesures.

Tableau 3.7 – Table des réponses de la dureté.

Niveau	Microstructure (A)	Vitesse d'avance(B)	Vitesse de rotation (C)
1	HV 355,53	HV 356,04	HV 356,07
2	HV 353,26	HV 356,61	**HV 358,80**
3	**HV 361,11**	HV 356,44	HV 356,23
4	HV 357,90	**HV 358,72**	HV 356,70
Delta	HV 7,85	HV 2,68	HV 2,72

Tableau 3.8 – Table de l'ANOVA pour la dureté.

Facteurs	Somme des carrés	ddl	Somme moyennée	F	Pourcentage
Microstructure	135,5008	3	45,1669	4,6692	58,93
Vitesse d'avance	17,3502	3	5,7834	0,5979	7,55
Vitesse de rotation	19,0473	3	6,3491	0,6563	8,28
Erreurs	58,0406	6	9,6734		25,24
Total	229,9388	15			100

3.3.3 Conclusion

Les essais mécaniques réalisés sur les soudures ont montré que les paramètres de procédé peuvent avoir de l'influence sur la résistance mécanique. Les défauts présents dans les soudures affectent de façon significative les propriétés en traction, mais pas la dureté. La dureté Vickers n'est pas influencée par les paramètres de procédé et la microstructure initiale. Le frottement et le malaxage produits par l'opération de soudage induisent un traitement thermomécanique qui efface les traitements précédemment effectués et réinitialise la microstructure.

3.4 Essais de torsion à chaud

3.4.1 Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation obtenues à partir des essais de torsion à chaud peuvent être divisées en trois domaines (figure 3.16) : le domaine d'écrouissage, le domaine d'adoucissement et le domaine stationnaire. La partie écrouissage est caractérisée par une augmentation

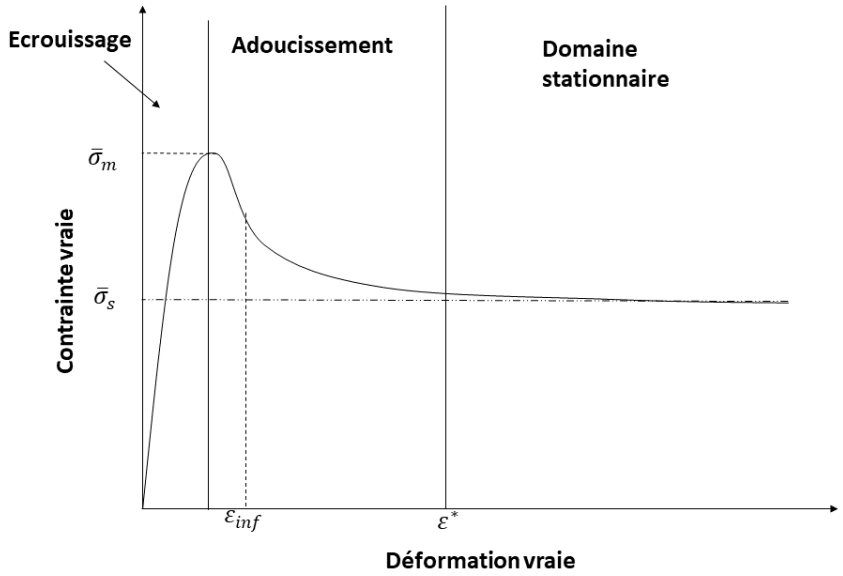
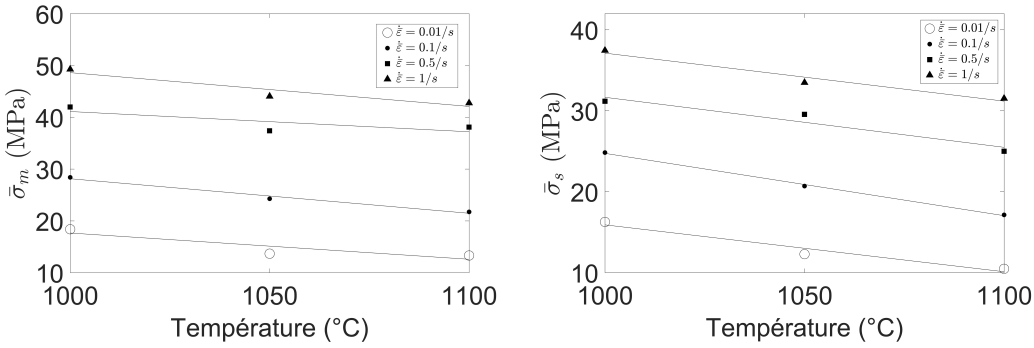


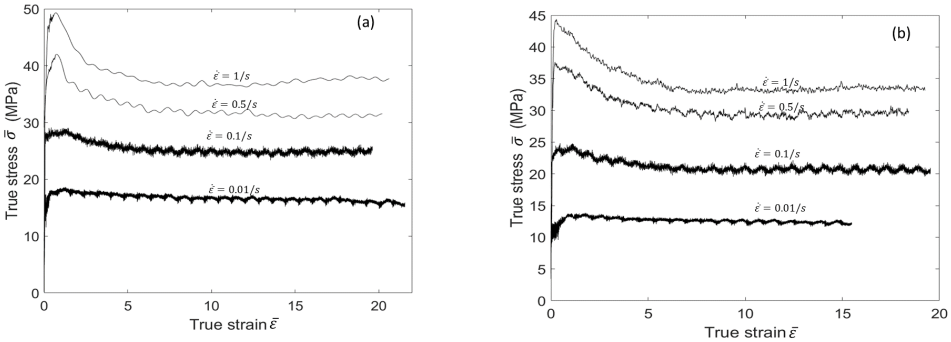
Figure 3.16 – Allure des courbes contrainte déformation.

rapide de la contrainte à cause de la création importante de dislocations. La fin de ce domaine est caractérisée par un pic qui est doux pour les vitesses de déformation faibles et aigu pour les vitesses de déformation élevées. Ce pic est atteint lorsque les dislocations créées par l'écrouissage sont équilibrées par les dislocations restaurées. La contrainte maximale varie quasi linéairement en fonction de la température (figure 3.17(a)). La contrainte augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation (figure 3.18) et diminue avec l'augmentation de la température (figure 3.19).

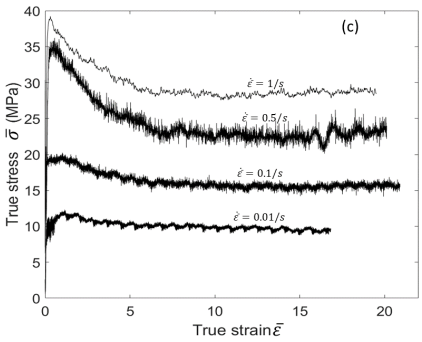


(a) (b)

FIGURE 3.17 – Évolution de la contrainte maximale (a) et de la contrainte stationnaire (b) en fonction de la température.



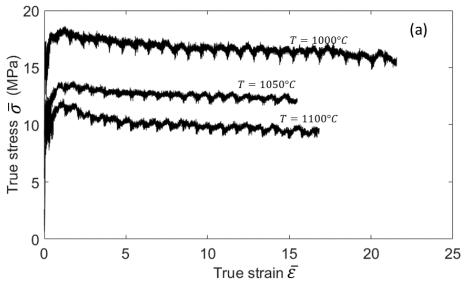
(a) Essais à T=1000 °C (b) Essais à T=1050 °C



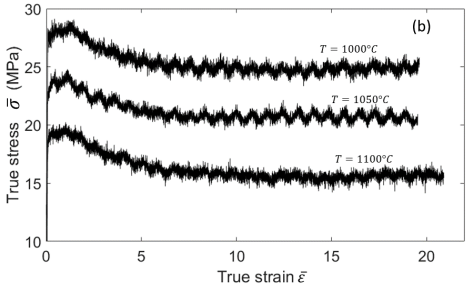
(c) Essais à T=1100 °C

FIGURE 3.18 – Courbes contrainte-déformation du TA6V à différentes températures et vitesses de déformation.

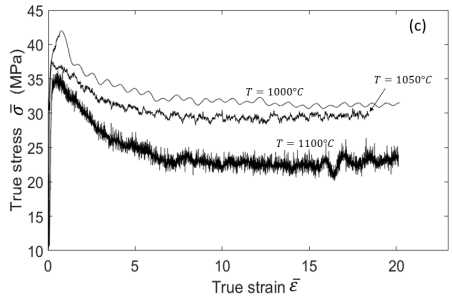
La partie adoucissement commence lorsque les dislocations restaurées deviennent plus importantes que les dislocations générées par la déformation. La courbe contrainte-déformation décroît alors brutalement pour les grandes vitesses de déformation et doucement pour les faibles



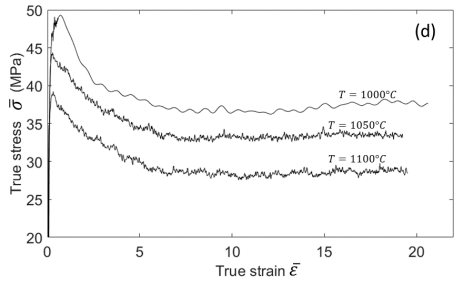
(a) Essais à $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,01/s$



(b) Essais à $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1/s$



(c) Essais à $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,5/s$



(d) Essais à $\dot{\bar{\varepsilon}} = 1/s$

Figure 3.19 – Courbes contrainte-déformation du TA6V à différentes vitesses de déformation et températures.

vitesses de déformation en passant par un point d'inflexion pour atteindre le début du domaine stationnaire. Dans le cas des essais à très faible vitesse de déformation ($\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,01/s$) le point d'inflexion n'est pas clairement identifiable (figure 3.19(a)). Les déformations au point d'inflexion et au début du domaine stationnaire sont sensiblement indépendantes de la température (figure 3.18). Elles augmentent avec la diminution de la vitesse de déformation (tableau 3.9).

Le domaine stationnaire marque une nouvelle phase d'équilibre entre écrouissage et restauration. La contrainte stationnaire augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation et diminue linéairement avec l'augmentation de la température (figure 3.17(b)). Ce type d'évolution montre que cette contrainte peut être modélisée par une loi de type Arrhenius.

En résumé, les courbes contrainte-déformation obtenues peuvent alors être comparées en suivant l'évolution de quatre critères : la contrainte maximale $\bar{\sigma}_m$, la déformation au point d'inflexion $\bar{\varepsilon}_{inf}$, la déformation au début du domaine stationnaire $\bar{\varepsilon}^*$ et la contrainte stationnaire $\bar{\sigma}_s$ (tableau 3.9).

Tableau 3.9 – Caractéristiques des courbes d'écoulement.

Test	Température (°C)	$\dot{\bar{\varepsilon}}$(1/s)	$\bar{\sigma}_m$ (MPa)	$\bar{\varepsilon}^*$	$\bar{\sigma}_s$(MPa)	$\bar{\varepsilon}_{inf}$
1	1000	0,01	18,37	4	16,26	-
2	1000	0,1	28,39	6	24,83	3,7
3	1000	0,5	41,99	6	31,17	2,97
4	1000	1	49,27	9	37,45	2,67
5	1050	0,01	13,65	4	12,28	-
6	1050	0,1	24,26	6	20,69	3,7
7	1050	0,5	37,38	8	29,55	2,97
8	1050	1	44,04	9	33,48	2,67
9	1100	0,01	12,24	4	9,51	-
10	1100	0,1	19,64	6	15,57	3,7
11	1100	0,5	34,61	7	22,72	2,97
12	1100	1	39,06	9	28,65	2,67

3.4.2 Répétabilité des essais de torsion

Afin d'étudier la répétabilité des essais de torsion, un essai a été effectué 3 fois le même jour à $T = 1050°C$ et $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,75/s$ (figure 3.20).

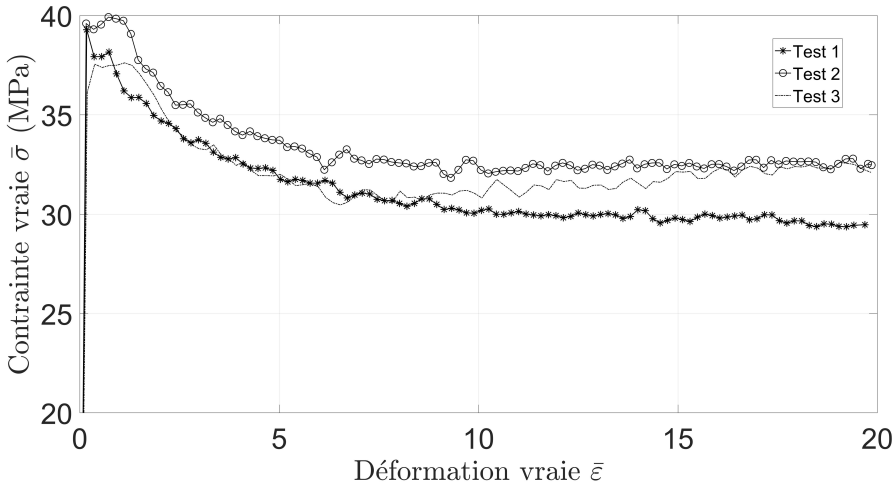


FIGURE 3.20 – Étude de la répétabilité des essais de torsion.

L'écart maximum observé entre les 3 essais étant de l'ordre de 4 MPa, on peut conclure que ces essais sont répétables.

3.4.3 Modélisation de la contrainte

A partir des essais de torsion à chaud, l'évolution de la contrainte en fonction des paramètres opératoires (température et vitesse de déformation) obtenue sera modélisée dans cette partie pour définir des lois de comportement qui seront utilisées pour modéliser le soudage FSW du TA6V. Premièrement, la contrainte stationnaire σ_s sera modélisée à travers le calcul des coefficients de la loi de comportement de Zener-Hollomon. La contrainte dans le domaine d'écrouissage sera ensuite exprimée par la loi de comportement de Lasraaoui-Jonas pour déterminer des paramètres nécessaires à la calibration du modèle de recristallisation.

3.4.3.1 Loi de Zener-Hollomon

La loi de comportement de Zener-Hollomon (relation 3.1) est habituellement employée pour modéliser le procédé FSW à partir d'une formulation eulérienne [Jacquin *et al.* (2011), Tongne *et al.* (2015)]. Cette loi permet d'évaluer la contrainte stationnaire σ_s en fonction de T et $\dot{\bar{\varepsilon}}$.

$$\sigma_s = K\dot{\bar{\varepsilon}}^m exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \tag{3.1}$$

m est calculé à température constante par la relation 3.2 :

$$m = \frac{\partial ln(\sigma_s)}{\partial ln(\dot{\bar{\varepsilon}})} \tag{3.2}$$

Q est calculé à vitesse de déformation constante par la relation 3.3 en utilisant la valeur moyenne de m obtenue grâce à la relation 3.2 :

$$Q = \frac{R}{m}\frac{\partial ln(\sigma_s)}{\partial(1/T)} \tag{3.3}$$

K est obtenu pour chaque condition d'essai par la relation suivante en utilisant les valeurs moyennes de m et Q :

$$K = \frac{\sigma_s}{\dot{\bar{\varepsilon}}^m exp(\frac{mQ}{RT})} \tag{3.4}$$

En utilisant les données expérimentales du tableau 3.9, nous avons obtenu les valeurs de m et Q présentées dans les tableaux 3.10 et 3.11. On remarque que ces deux paramètres évoluent avec les conditions d'essai : m augmente avec l'augmentation de la température et Q diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Une variation similaire de ces paramètres a été observée par Pallot (2012). Pour utiliser la loi de Zener-Hollomon, on considère alors les moyennes respectives de m et Q [Momeni & Abbasi (2010)].

La sensibilité à la vitesse de déformation moyenne obtenue est du même ordre que celle observée par Momeni & Abbasi (2010) qui ont obtenu m=0,19 dans le cas de la compression à chaud du TA6V. L'énergie d'activation obtenue était en revanche plus élevée (Q=376 kJ/mol) que celle que nous avons calculée. Pallot (2012) a trouvé dans le cas des essais de torsion du Ti17 dans le domaine β, $Q = 214kJ/mol$ et $m = 0,16$. La valeur moyenne de K est égale à 0,176 MPa.

Tableau 3.10 – Sensibilité à la vitesse de déformation à différentes températures.

T(°C)	1000	1050	1100	Moyenne
m	0,175	0,220	0,235	0,21

Tableau 3.11 – Énergie d'activation à différentes vitesses de déformation.

$\dot{\varepsilon}(1/s)$	0,01	0,1	0,5	1	Moyenne
Q(kJ/mol)	371	322	217	185	270

La figure 3.21 présente les contraintes stationnaires que nous avons obtenues ainsi que leur comparaison avec la loi de comportement de Zener-Hollomon : on observe globalement une bonne corrélation.

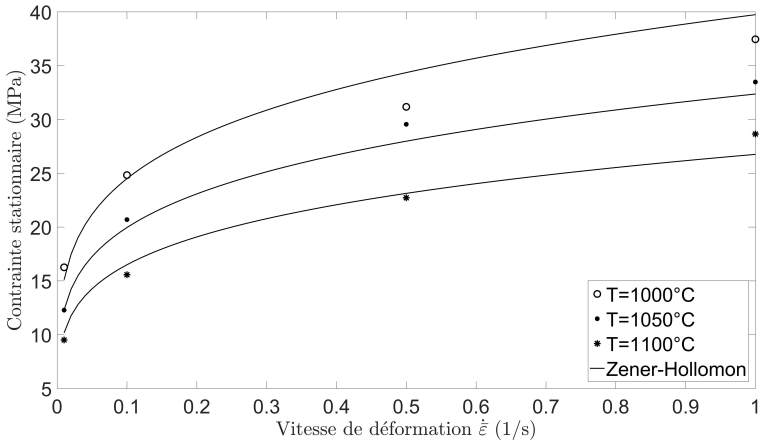


FIGURE 3.21 – Comparaison de la contrainte stationnaire obtenue avec la loi de comportement de Zener-Hollomon.

En moyennant m et Q et en considérant qu'ils sont indépendants de la température et de la vitesse de déformation, on s'écarte des valeurs expérimentales : ce qui explique les écarts observés sur la figure 3.21, notamment sur la courbe à $T = 1000^{\circ}C$. Dans les applications comme le FSW où la vitesse de déformation est très élevée, on pourrait commettre une plus grande erreur sur la contrainte modélisée. C'est pourquoi nous proposerons dans le prochain paragraphe une loi de comportement de Zener-Hollomon modifiée dans laquelle m et Q vont évoluer en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

3.4.3.2 Loi de Zener-Hollomon modifiée

La loi que nous proposons ici est une alternative à celle de Zener-Hollomon que nous appellerons ZHm. Nous proposons de remplacer les coefficients m et Q de la relation 3.1 en introduisant les relations suivantes :

$$m = m_0 \; exp(m_1 T/T_f) \tag{3.5}$$

$$mQ = Q_0 \dot{\bar{\varepsilon}}^{Q_1} \tag{3.6}$$

où m_0, m_1, Q_0 et Q_1 sont des constantes et $T_f = 1660^{\circ}C$, la température de fusion.

En remplaçant m et mQ dans la relation 3.1 par les expressions proposées (relations 3.5 et 3.6) nous obtenons une nouvelle loi de comportement :

$$\sigma_s = k \dot{\bar{\varepsilon}}^{c_0 exp(c_1 T/T_f)} exp\left(\frac{Q_0 \dot{\bar{\varepsilon}}^{Q_1}}{RT}\right) \tag{3.7}$$

où k est une constante.

Cette loi peut être utilisée pour les métaux qui vérifient la loi de Zener-Hollomon classique. Pour calculer les coefficients du modèle pour le TA6V, nous faisons la corrélation des données expérimentales (tableau 3.9) aux conditions d'essais par la méthode des moindres carrés non linéaires [Hansen *et al.* (2013)]. Les constantes du modèle (relation 3.7) sont présentées dans le tableau 3.12.

En comparant les deux modèles proposés (figure 3.22), on peut observer que la contrainte

Tableau 3.12 – Constantes de la loi ZHm.

$k(MPa)$	c_0	c_1	$Q_0(J/mol)$	Q_1
1,105	$1,884 \times 10^{-7}$	18,93	37170	0,04012

modélisée avec la loi ZHm est plus proche des points expérimentaux.

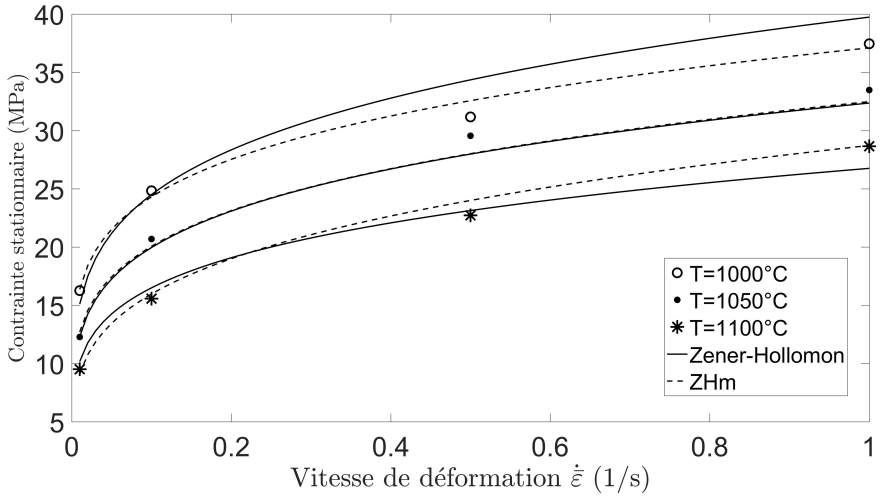


FIGURE 3.22 – Comparaison des deux modèles avec les résultats expérimentaux.

3.4.3.3 Loi de Lasraaoui-Jonas

La loi de Lasraaoui-Jonas (relation 3.8) est utilisée pour modéliser les zones d'écrouissage des courbes contrainte-déformation obtenues en torsion à chaud afin d'obtenir les paramètres de restauration dynamique r et d'écrouissage h du matériau.

$$\sigma_0 = [\sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_e^2)exp(-r\bar{\varepsilon})]^{1/2} \tag{3.8}$$

avec $\sigma_e = \alpha\mu b\sqrt{\rho_0}$ la limite élastique et $\sigma_s = \alpha\mu b\sqrt{h/r}$, la contrainte stationnaire en l'absence de recristallisation dynamique. σ_s est proche de la contrainte maximale σ_{max}.

En développant la relation 3.8, on obtient :

$$\sigma_s^2 - \sigma_0^2 = [(\sigma_s^2 - \sigma_e^2)exp(-r\bar{\varepsilon})]^{1/2} \tag{3.9}$$

Le logarithme népérien de la relation 3.9 donne :

$$ln(\sigma_s^2 - \sigma_0^2) = \frac{1}{2}ln(\sigma_s^2 - \sigma_e^2) - \frac{r}{2}\bar{\varepsilon} \tag{3.10}$$

En supposant que $\sigma_s = \sigma_{max}$ et en faisant une corrélation linéaire de $ln(\sigma_s^2 - \sigma_0^2)$ en fonction de $\bar{\varepsilon}$, on obtient $-\frac{r}{2}$ qui est le coefficient directeur de la droite.

Comme $\sigma_s = \alpha\mu b\sqrt{h/r}$, alors

$$h = r\frac{\sigma_{max}^2}{(\alpha\mu b)^2} \tag{3.11}$$

Selon Frost & Ashby (1982), pour la phase β du TA6V on a :

$b = 2,87 \times 10^{-10}$ m et $\mu = 2,05 \times 10^{-4} MN/m^2$

En considérant $\alpha = 1$ [Pallot (2012)], on calcule aisément h.

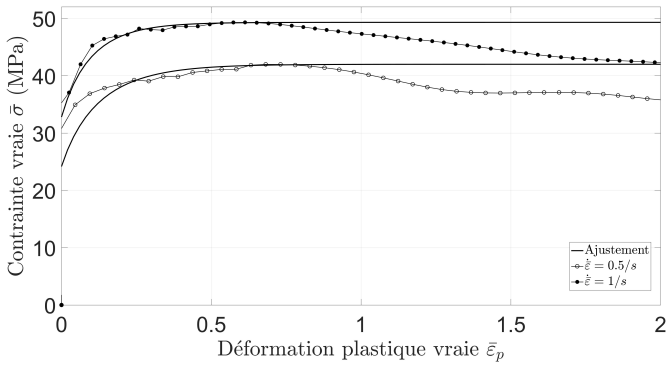
Les essais à faible vitesse de déformation ($\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1/s$ et $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,01/s$) ne présentent pas de domaine d'écrouissage. Ils ont donc été écartés pendant le calcul. La figure 3.23 montre qu'on a obtenu un bon ajustement pour les courbes choisies.

Les valeurs de r et h obtenues sont présentées dans le tableau 3.13.

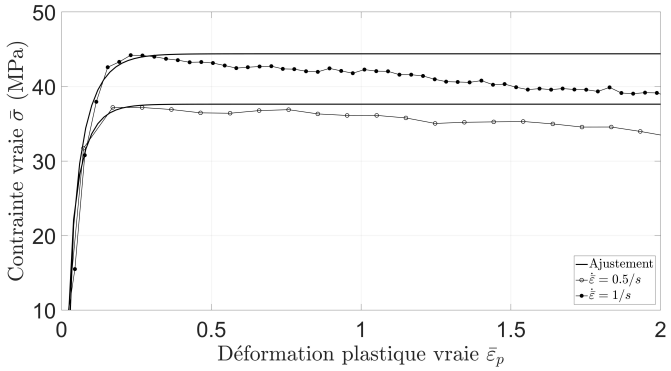
Tableau 3.13 – Valeurs de r et h calculées.

T(°C)	$\dot{\bar{\varepsilon}}(1/s)$	r	$10^{14} \times h(m/m^3)$
1000	0,5	6,44	3,28
1000	1	5,98	4,20
1050	0,5	14,85	6,07
1050	1	17,07	9,71
1100	0,5	14,99	5,67
1100	1	13,46	5,98

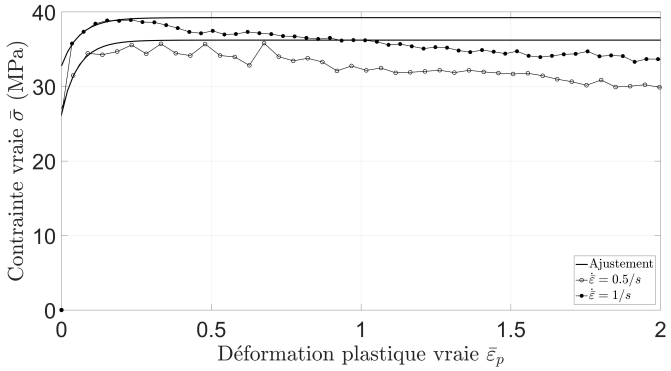
Selon Gourdet & Montheillet (2002), le paramètre r augmente avec l'augmentation de la température et diminue avec la vitesse de déformation alors que le paramètre h évolue dans le sens inverse. Les valeurs de h à $T = 1000°C$ sont trop faibles et ne vérifient pas ces critères ; ils ont donc été écartés de la modélisation de h.



(a) T=1000°C



(b) T=1050°C



(c) T=1100°C

FIGURE 3.23 – Comparaison de la contrainte avec le modèle de Lasraaoui-Jonas.

Finalement, la méthode des moindres carrés est utilisée pour modéliser r et h en fonction de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ et T (relations 3.12 et 3.13).

$$r = r_0 \left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_0} \right)^{-m_r} exp\left(\frac{-m_r Q_r}{RT} \right) \tag{3.12}$$

$$h = h_0 \left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_0} \right)^{m_h} exp\left(\frac{m_h Q_h}{RT} \right) \tag{3.13}$$

avec $\dot{\bar{\varepsilon}}_0 = 1/s$. Les autres constantes des relations 3.12 et 3.13 sont indiquées dans le tableau 3.14

Tableau 3.14 – Constantes des modèles de r et h.

r_0	m_r	Q_r(kJ/mol)	$h_0(m/m^3)$	m_h	Q_h (kJ/mol)
25490	0,2	425	$4,49 \times 10^{11}$	0,38	219

Les essais de torsion à chaud ont permis de calculer les paramètres rhéologiques du TA6V dans le domaine β. Les courbes contrainte-déformation sont correctement ajustées par deux lois de comportement : la loi de Lasraaoui-Jonas pour la partie écrouissage et la loi de Zener-Hollomon pour la partie stationnaire. Mais aucune de ces lois ne tient compte à la fois de l'écrouissage et de la recristallisation dynamique. Une loi de comportement analytique sera proposée pour tenir compte de ces deux phénomènes métallurgiques simultanément (Chapitre 4).

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, l'ensemble des résultats expérimentaux ont été présentés. Les traitements thermiques ont modifié la microstructure et les propriétés mécaniques du TA6V. Les études microstructurale et mécanique des joints soudés ont montré que la microstructure initiale n'a pas d'influence significative sur la microstructure et les propriétés mécaniques des soudures. La genèse de la microstructure pendant le soudage a été établie [Tchein *et al.* (2018)] et nous avons identifié les modèles qui peuvent être mis en place pour modéliser l'évolution de la microstructure dans le noyau de soudure : des traitements thermiques isothermes permettront de modéliser la cinétique de croissance des grains β, et le modèle de recristallisation dynamique de Gourdet & Montheillet (2003) permettra de modéliser la taille des grains β recristallisés. Ces modèles seront présentés au chapitre 5.

Afin de calibrer ces modèles, les paramètres rhéologiques du TA6V ont été calculés après les essais de torsion dans le domaine β. Les champs thermomécaniques nécessaires pour calibrer le modèle de RDC seront déterminés de manière numérique dans le prochain chapitre.

Chapitre 4

Modélisation thermomécanique du TA6V

Sommaire

4.1 Introduction 104

4.2 Loi de comportement analytique du TA6V 104

4.2.1 Objectif 104

4.2.2 Mise en place du modèle 105

4.2.3 Validation du modèle 114

4.2.4 Conclusion 114

4.3 Modélisation thermomécanique du FSW 115

4.3.1 Modélisation cinématique du FSW 115

4.3.2 Modélisation thermique 119

4.3.3 Résultats 125

4.4 Conclusion 133

4.1 Introduction

La modélisation des procédés de mise en forme à chaud nécessitent l'emploi de lois de comportement. La loi de comportement analytique de Zener-Hollomon est fréquemment utilisée pour modéliser la contrainte stationnaire tandis que d'autres sont utilisées pour modéliser le domaine d'écrouissage, mais aucune de ces lois ne prend en compte le comportement du matériau dans son ensemble.

Un modèle dans lequel les paramètres de la loi de comportement de Zener-Hollomon évoluent en fonction de la déformation a été proposé par Cai *et al.* (2011) pour le TA6V en tenant compte de la déformation. Ce modèle a donné de bons résultats dans le domaine β, mais reste limité au faibles déformations obtenues en compression à chaud. Sur la base de ces observations, nous allons mettre en place dans la première partie de ce chapitre une loi analytique qui tient compte de l'écrouissage et de l'adoucissement par recristallisation dynamique. Les coefficients du modèle proposé seront déterminés à partir des données expérimentales recueillies pendant les essais de torsion à chaud.

La modélisation de la RDC pendant le soudage requiert la connaissance des champs thermomécaniques. Le calcul des champs mécaniques par des simulations numériques entraîne de fortes distorsions du maillage à cause des vitesses de déformation élevées. Les techniques de remaillage sont alors employées, mais elles sont trop coûteuses en temps de calcul. Pour s'affranchir de ces difficultés, des méthodes de résolution qui consistent à découpler les aspects thermiques et mécaniques sont développées. Notamment, Jacquin *et al.* (2011), Tongne *et al.* (2015) ont développé une méthode de résolution analytique du problème mécanique couplée à un modèle numérique pour la résolution du problème thermique. Ces modèles ne résolvent pas directement l'équilibre mécanique, mais s'appuient sur des champs de vitesse analytiques pour calculer les champs cinématiques. Les champs thermiques sont alors calculés par simulation numérique en exploitant les champs cinématiques. L'utilisation de cette méthode pour calculer l'histoire thermomécanique des particules fera l'objet de la deuxième partie de ce chapitre.

4.2 Loi de comportement analytique du TA6V

4.2.1 Objectif

Le but de ce travail est de développer une loi de comportement du TA6V aussi bien dans le domaine transitoire que stationnaire. La plage de températures couverte est 1000°C à 1100°C

et celle des vitesses de déformation est de 0,01/s à 1/s. La contrainte équivalente en torsion est modélisée en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la déformation du début du domaine d'écrouissage jusqu'au domaine stationnaire.

Le modèle s'appuie sur les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 3 pour calibrer ses coefficients. La démarche adoptée est la suivante :

— Premièrement, on propose une loi analytique qui peut modéliser les différentes parties des courbes expérimentales.

— Ensuite, on détermine numériquement les coefficients qui permettent d'ajuster de manière efficace les 12 courbes expérimentales obtenues lors des essais.

— Enfin, les coefficients des 12 courbes expérimentales sont corrélés aux conditions d'essai (température et vitesse de déformation) pour obtenir une loi thermomécanique complète.

4.2.2 Mise en place du modèle

4.2.2.1 Présentation du modèle

Le modèle proposé est basé sur une loi puissance associée à la fonction tanh et se présente comme suit :

$$\bar{\sigma} = F(\bar{\varepsilon}, \dot{\bar{\varepsilon}}, T) = m_1 \bar{\varepsilon}^a (1+\bar{\varepsilon})^{-a} \left(1 - m_2 tanh\left(\frac{\bar{\varepsilon}}{\varepsilon_{inf}}\right)\right) \tag{4.1}$$

m_1, m_2, a et ε_{inf} sont les coefficients du modèle qui dépendent de la température et de la vitesse de déformation. ε_{inf} désigne aussi la déformation équivalente au point d'inflexion de la courbe d'écoulement.

La fonction F que nous proposons a été mise au point en modifiant la loi puissance classique reliant la contrainte σ à la déformation ε par la relation $\sigma = k\varepsilon^n$, où k est une constante et n le coefficient d'écrouissage [Kocks (1976)]. La fonction F peut être décomposée en trois termes $F1$, $F2$ et $F3$:

$$\begin{cases} F1 = m_1 \bar{\varepsilon}^a \\ F2 = (1+\bar{\varepsilon})^{-a} \\ F3 = 1 - m_2 tanh\left(\dfrac{\bar{\varepsilon}}{\varepsilon_{inf}}\right) \end{cases} \tag{4.2}$$

Aux faibles déformations ($\bar{\varepsilon} < 0,1$), $F2 \approx F3 \approx 1$ et la contrainte équivalente est alors modélisée par une simple loi puissance (domaine d'écrouissage des courbes contrainte-déformation). Aux déformations élevées ($\bar{\varepsilon} > 0,1$), la contrainte diminue sous l'effet de la recristallisation dynamique. Le terme d'écrouissage $F1$ est alors annihilé par le terme $F2$ pendant que le terme $F3$ met en exergue l'adoucissement par recristallisation dynamique.

Finalement, aux très grandes déformations ($\bar{\varepsilon} > 4$), la contrainte atteint une valeur stationnaire F_{sta} indépendante de la déformation.

$$F_{sta} = m_1(1 - m_2) \tag{4.3}$$

La figure 4.1 explique ce que représentent les termes $F1$, $F2$ et $F3$ par rapport à une courbe expérimentale.

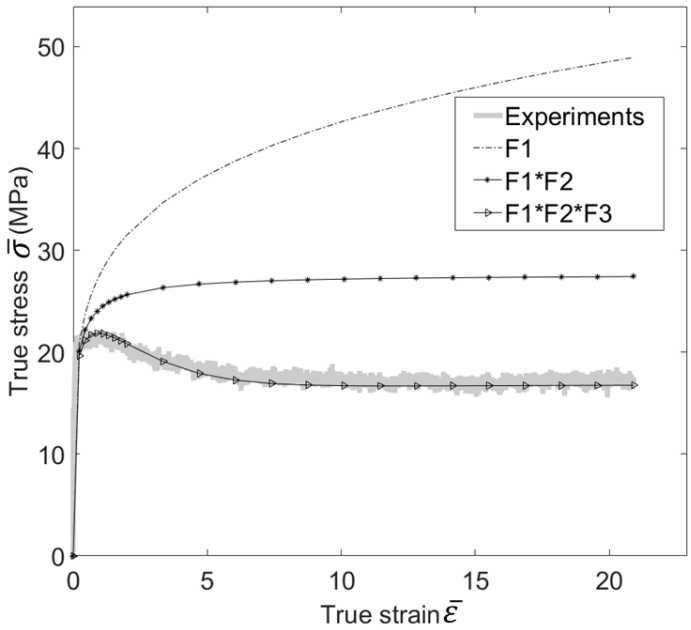


FIGURE 4.1 – Courbe expérimentale obtenue à 1050°C et 0,5/s avec la représentation des fonctions $F1$, $F1 \times F2$ et $F1 \times F2 \times F3$.

Les valeurs de ε_{inf} sont obtenues expérimentalement. Les coefficients m_1, m_2 et a sont déterminés à l'aide de méthodes numériques que nous présenterons dans le prochain paragraphe.

4.2.2.2 Détermination des coefficients du modèle

La détermination des coefficients du modèle se fait par la résolution d'un problème de minimisation à l'aide du logiciel de calcul Matlab R2016a. La fonction à minimiser qui s'écrit δ est la somme des carrés des résidus entre les valeurs expérimentales et modélisées (relation 4.4).

$$\begin{cases} \delta = \Sigma_i(\sigma_i - F_i)^2 \\ F_i = m_1\bar{\varepsilon}_i^a(1+\bar{\varepsilon}_i)^{-a}\left(1 - m_2 tanh\left(\dfrac{\bar{\varepsilon}_i}{\varepsilon_{inf}}\right)\right) \end{cases} \tag{4.4}$$

Pour chaque courbe expérimentale, $\bar{\sigma}_i$ correspond à la contrainte équivalente mesurée pour une déformation équivalente $\bar{\varepsilon}_i$; F_i représente la contrainte modélisée.

Pour résoudre ce problème, nous utilisons la fonction *fmincon* du logiciel : elle permet de résoudre les problèmes d'optimisation en déterminant le minimum d'une fonction avec des contraintes. Une contrainte d'égalité est appliquée pour forcer les courbes modélisées à passer par le maximum de la contrainte expérimentale (relation 4.5).

$$m_1\bar{\varepsilon}_m^a(1+\bar{\varepsilon}_m)^{-a}\left(1 - m_2 tanh\left(\frac{\bar{\varepsilon}_m}{\varepsilon_{inf}}\right)\right) = \bar{\sigma}_m \tag{4.5}$$

où $\bar{\varepsilon}_m$ est la déformation correspondant à la contrainte maximale $\bar{\sigma}_m$.

Pour définir *fmincon*, il faut choisir l'algorithme et la solution initiale. La méthode du Point Intérieur et la méthode SQP(Sequential Quadratic Programming) sont les algorithmes disponibles dans Matlab R2016a pour résoudre efficacement les problèmes d'optimisation non-linéaires. Dans notre cas, la méthode SQP a permis d'obtenir les résultats plus rapidement.

La solution initiale est déterminée à partir de l'algorithme présenté sur la figure 4.2. A partir d'une estimation de m_1, m_2 et a, un calcul itératif permet de faire varier les 3 paramètres dans un intervalle fixé au départ et ainsi d'obtenir le triplet (m_1, m_2, a) qui minimise le résidu. Ce triplet noté (M_1, M_2, A) est alors retenu comme solution initiale.

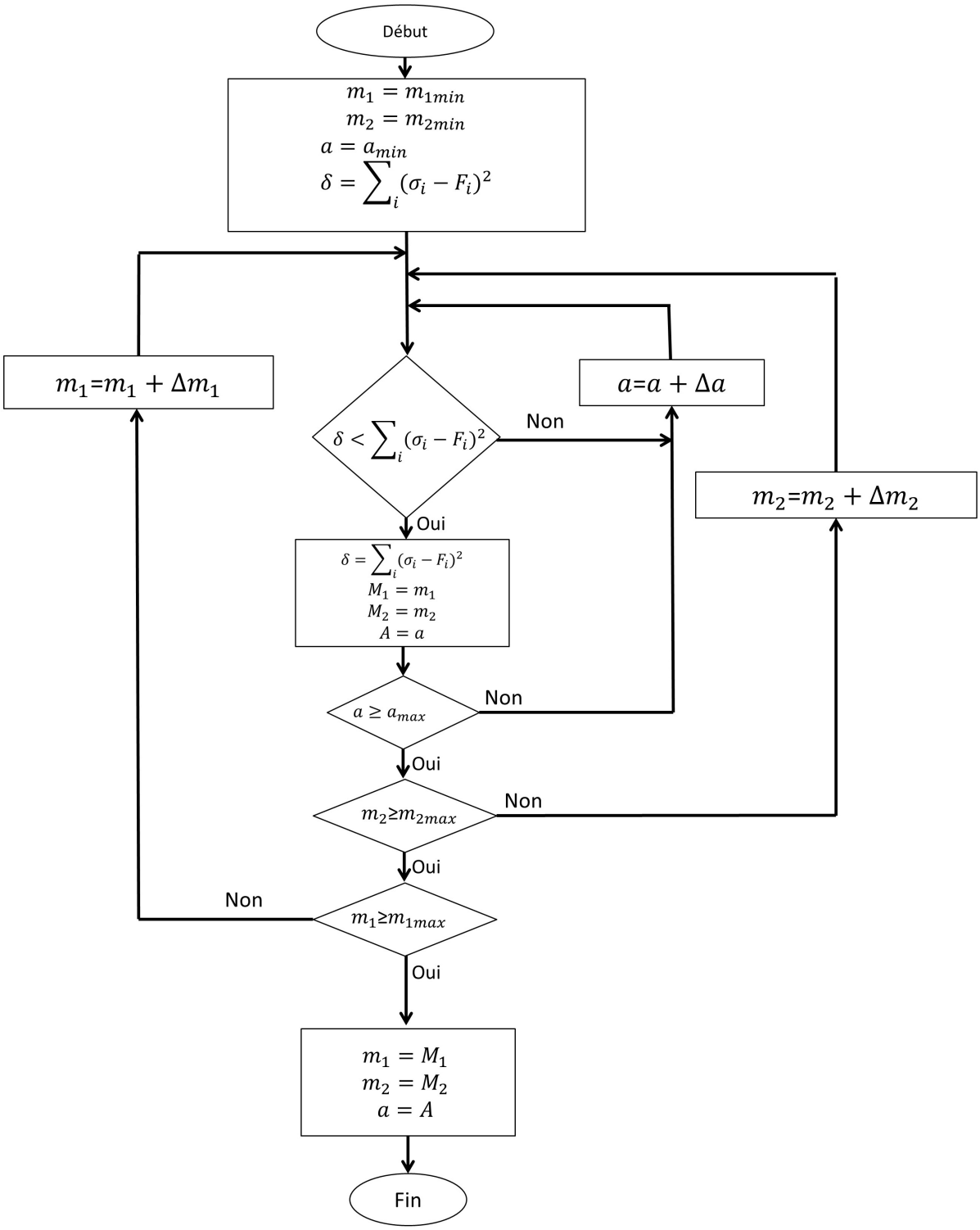


FIGURE 4.2 – Algorithme de détermination des valeurs initiales.

En utilisant la fonction *fmincon* avec les paramètres ainsi définis, on obtient les valeurs des coefficients qui permettent d'ajuster correctement les 12 courbes expérimentales (tableau 4.1).

Tableau 4.1 – Coefficients du modèle permettant d'ajuster les courbes expérimentales.

Test n°	m_1 (MPa)	m_2	a	ε_{inf}
1	20,79	0,19381631	0,13527816	-
2	30,06	0,18327317	0,02968457	3,7
3	54,12	0,40588561	0,2	2,97
4	72,30	0,46793499	0,28825596	2,67
5	15,60	0,20944449	0,14834964	-
6	27,29	0,24	0,08794759	3,7
7	41,34	0,30663119	0,09	2,97
8	53,34	0,37047608	0,10085617	2,67
9	16,07	0,32513471	0,19196688	-
10	27,67	0,37425915	0,19867846	3,7
11	47,87	0,44903248	0,21	2,97
12	53,03	0,38730959	0,11946056	2,67

La figure 4.3 montre l'évolution des coefficients du modèle en fonction de la déformation pour différentes températures. On observe que le coefficient m_1 évolue dans le même sens que $\dot{\bar{\varepsilon}}$. Il est cependant difficile de dégager une tendance nette quant à la dépendance des coefficients m_1, m_2 et a à T et $\dot{\bar{\varepsilon}}$. $\bar{\varepsilon}_{inf}$ estimé expérimentalement ne dépend que de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ et diminue lorsque $\dot{\bar{\varepsilon}}$ augmente.

4.2.2.3 Corrélation des coefficients aux paramètres opératoires

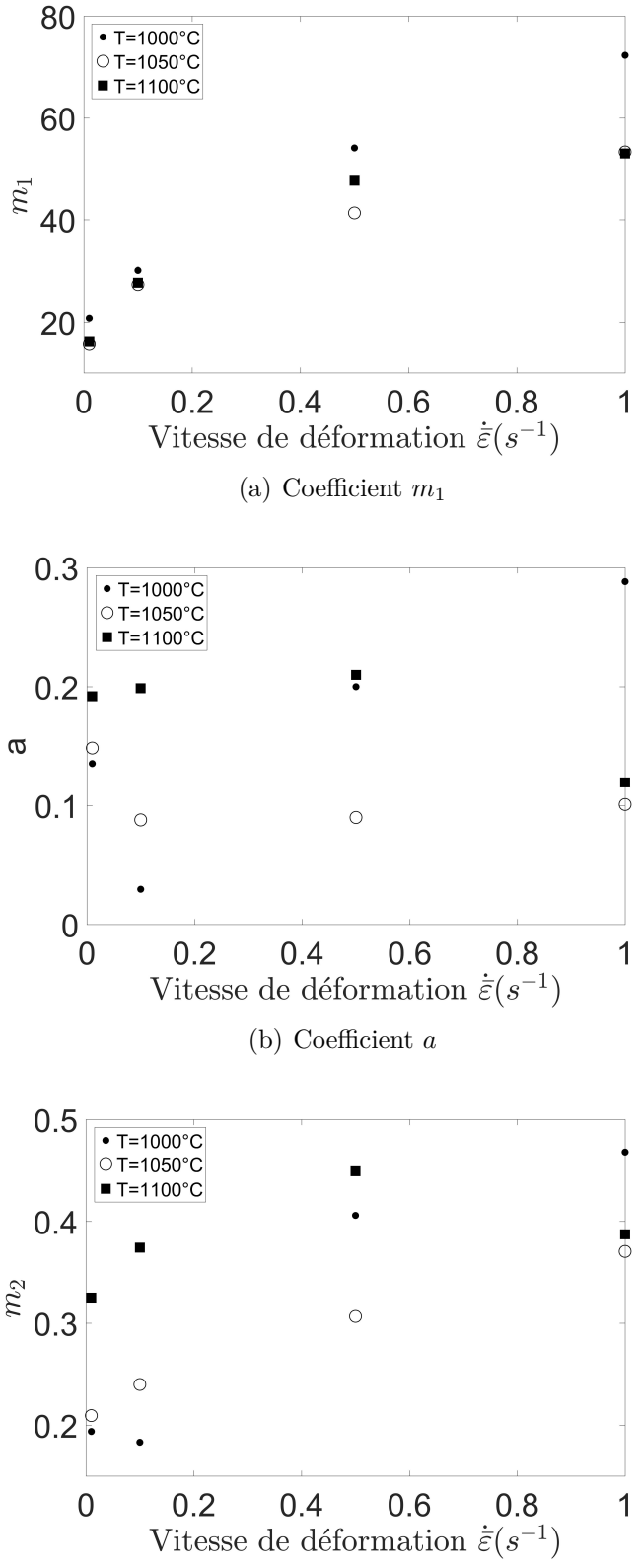
Les coefficients calculés m_1, m_2, a et le coefficient expérimental ε_{inf} doivent à présent être corrélés aux conditions d'essai ($\dot{\bar{\varepsilon}}$ et T) afin de compléter la définition de la loi de comportement.

Pour des raisons de simplicité, les fonctions polynomiales ont été choisies pour la corrélation. Les coefficients m_1 et m_2 sont modélisés en fonction de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ et T. Le coefficient a dépend des trois autres coefficients du modèle (m_1, m_2 et $\bar{\varepsilon}_{inf}$) et $\bar{\varepsilon}_{inf}$ est modélisé par une loi puissance en fonction de $\dot{\bar{\varepsilon}}$. La méthode des moindres carrés est utilisée pour déterminer ces polynômes (relation 4.6).

$$\begin{cases} m_1 = p_{0,m_1} + p_{1,m_1}x + p_{2,m_1}y + p_{3,m_1}xy + p_{4,m_1}x^2 + p_{5,m_1}y^2 + p_{6,m_1}x^2y + p_{7,m_1}xy^2 \\ m_2 = p_{0,m_2} + p_{1,m_2}x + p_{2,m_2}y + p_{3,m_2}xy + p_{4,m_2}x^2 + p_{5,m_2}y^2 + p_{6,m_2}x^2y + p_{7,m_2}xy^2 \\ a = p_{0,a} + p_{1,a}m_1 + p_{2,a}m_2 + p_{3,a}\bar{\varepsilon}_{inf} + p_{4,a}m_1m_2 + p_{5,a}m_2\bar{\varepsilon}_{inf} + p_{6,a}m_1\bar{\varepsilon}_{inf} \\ \bar{\varepsilon}_{inf} = p_{0,\bar{\varepsilon}_{inf}}\dot{\bar{\varepsilon}}^{p_{1,\bar{\varepsilon}_{inf}}} \end{cases} \tag{4.6}$$

avec $x = ln(\dot{\bar{\varepsilon}})$ et $y = T$ exprimé en K. Les coefficients des polynômes de la relation 4.6 obtenus

sont présentés dans le tableau 4.2.



(a) Coefficient m_1

(b) Coefficient a

(c) Coefficient m_2

FIGURE 4.3 – Évolution des coefficients du modèle en fonction des paramètres opératoires.

Tableau 4.2 – Valeurs des coefficients des polynômes de l'équation 4.6.

p_{0,m_1}	6347,4949	p_{0,m_2}	58,193006	$p_{0,a}$	-0,092043	$p_{0,\bar{\varepsilon}_{inf}}$	2,636
p_{1,m_1}	1267,91481	p_{1,m_2}	6,905186	$p_{1,a}$	-0,005727	$p_{1,\bar{\varepsilon}_{inf}}$	-0,1585
p_{2,m_1}	-9,35305727	p_{2,m_2}	-0,08686	$p_{2,a}$	0,019137		
p_{3,m_1}	-1,78232168	p_{3,m_2}	-0,008903	$p_{3,a}$	0,012073		
p_{4,m_1}	26,3216568	p_{4,m_2}	0,298427	$p_{4,a}$	0,010605		
p_{5,m_1}	0,00347361	p_{5,m_2}	$3,26125 \times 10^{-5}$	$p_{5,a}$	0,082919		
p_{6,m_1}	-0,01847277	p_{6,m_2}	$-2,20192 \times 10^{-4}$	$p_{6,a}$	0,001328		
p_{7,m_1}	0,00063231	p_{7,m_2}	$2,82189 \times 10^{-6}$				

En résumé, l'obtention des courbes d'écoulement du TA6V en déformation à chaud pour des températures comprises entre 1000°C et 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre 0,01/s et 1/s se fait en suivant trois étapes (figure 4.4) :

— À partir de la température T et la vitesse de déformation $\dot{\bar{\varepsilon}}$ choisies, on calcule $x = ln(\dot{\bar{\varepsilon}})$ et $y = T$;

— Ensuite, on détermine les coefficients du modèle (m_1, m_2, a et $\bar{\varepsilon}_{inf}$) grâce à la relation 4.6 et au tableau 4.2.

— Enfin, on remplace ces coefficients dans le modèle (relation 4.1) pour obtenir la loi de comportement.

4.2.2.4 Comparaison du modèle aux essais de calibration

Les courbes du modèle sont déterminées en suivant les étapes présentées dans le paragraphe précédent (§ 4.2.2.3) et sont confrontées aux essais qui ont servi à le mettre en place (figures 4.5, 4.6 et 4.7) : on observe un bon accord entre le modèle et les essais expérimentaux. On peut remarquer toutefois que les essais à $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,5/s$ et $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1/s$ ne sont pas aussi proches du modèle que les autres. Néanmoins, la différence observée reste inférieure à 3 MPa.

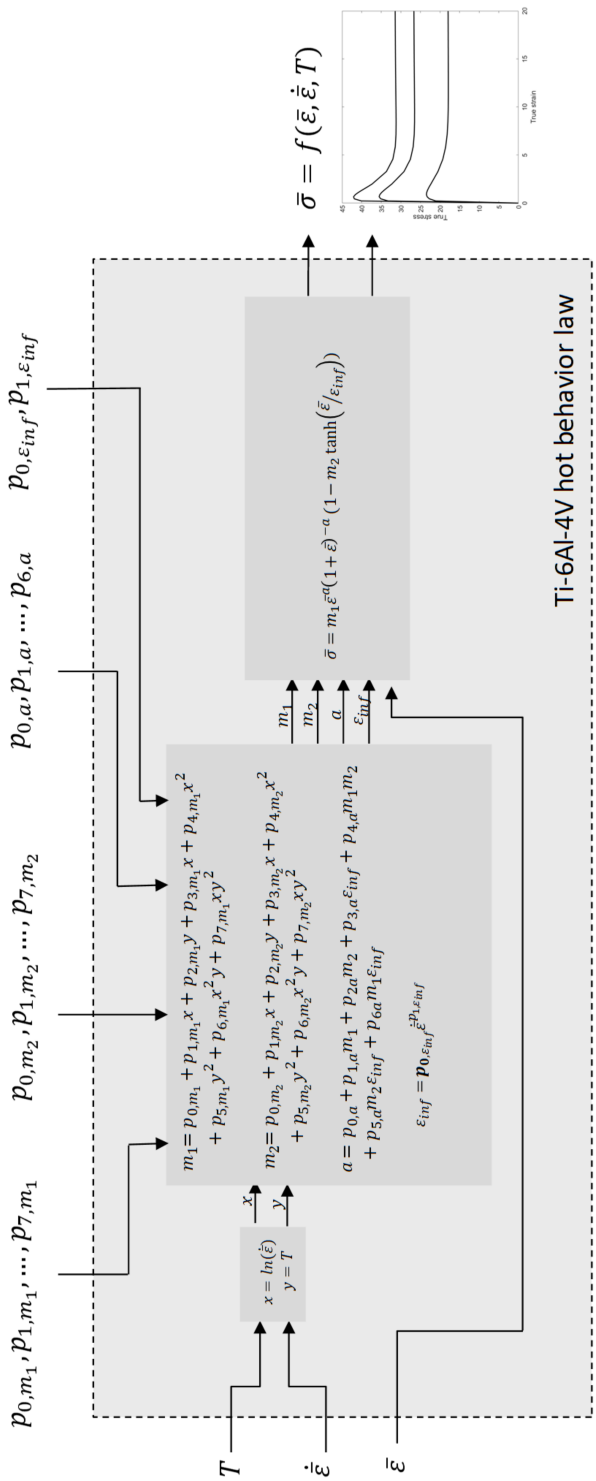


FIGURE 4.4 – Algorithme de la loi de comportement analytique du TA6V.

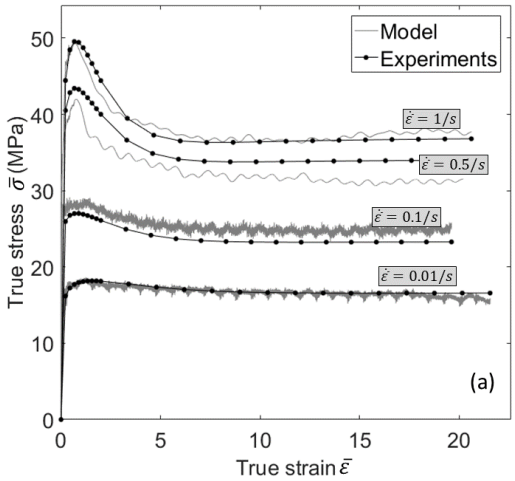


Figure 4.5 – Comparaison du modèle avec les essais à T=1000˚C.

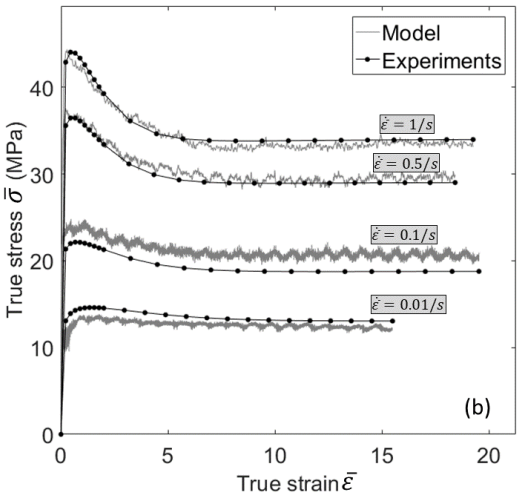


Figure 4.6 – Comparaison du modèle avec les essais à T=1050˚C.

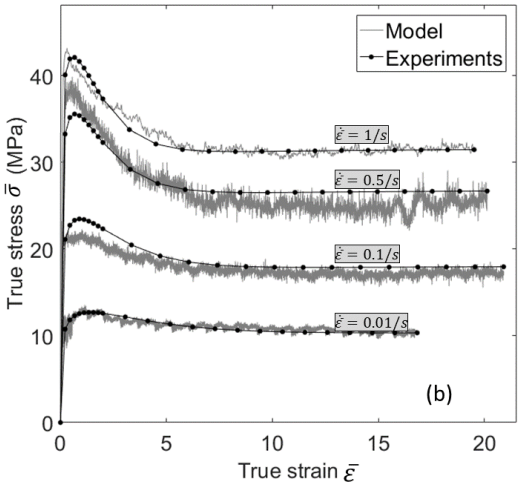
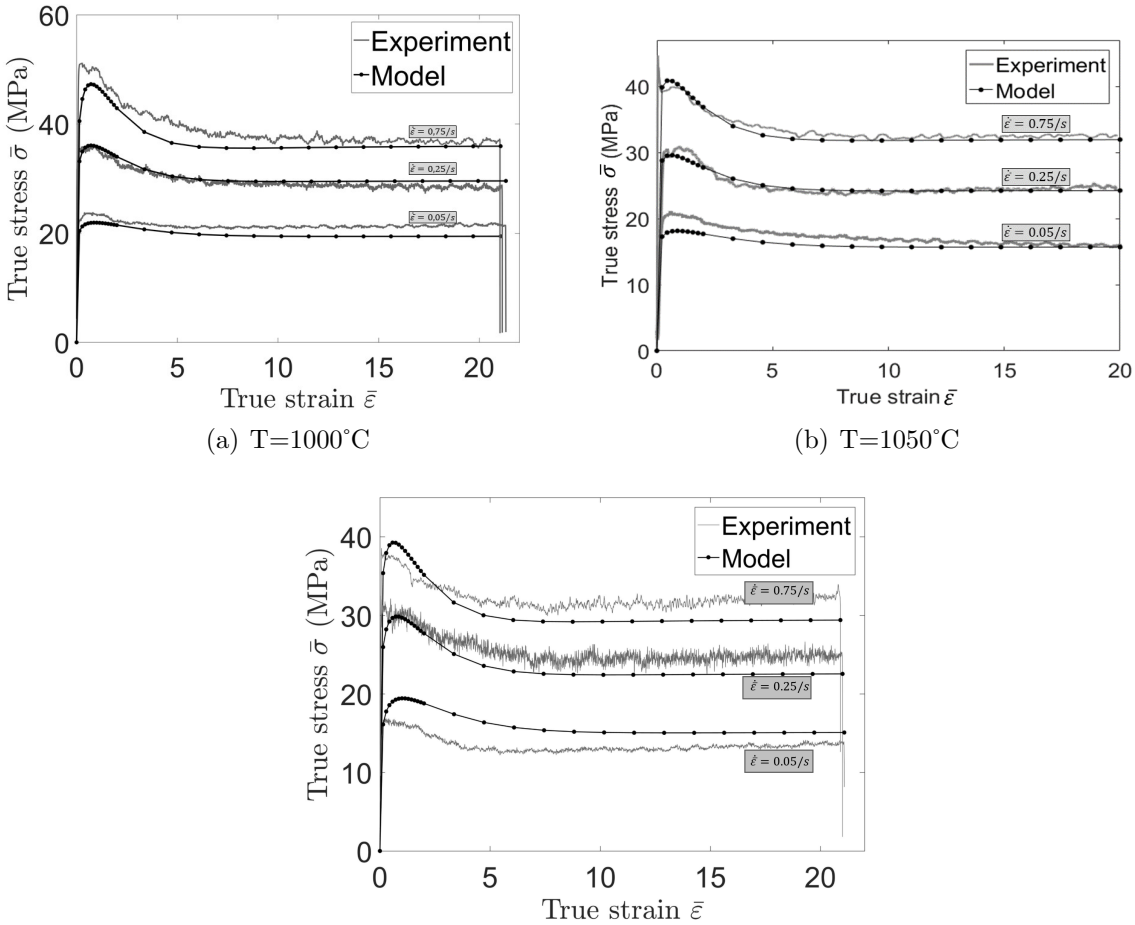


Figure 4.7 – Comparaison du modèle avec les essais à T=1100˚C.

4.2.3 Validation du modèle

Afin de valider le modèle, 9 essais supplémentaires ont été effectués avec des vitesses de déformation égales à $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,05/s$, $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,25/s$ et $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,75/s$. La comparaison entre les essais de validation et le modèle montre un bon accord (figure 4.8).



(a) T=1000˚C (b) T=1050˚C

(c) T=1100˚C

FIGURE 4.8 – Comparaison entre le modèle présenté et les essais de validation.

4.2.4 Conclusion

Dans cette partie, nous avons mis en place et validé une loi de comportement analytique du TA6V pour des températures comprises entre 1000˚C et 1100˚C et des vitesses de déformation comprises entre 0,01/s et 1/s. Le modèle proposé tient compte des parties transitoire et stationnaire des courbes. Ainsi, cette loi de comportement analytique prend intrinsèquement en compte les effets métallurgiques de la déformation à chaud du TA6V, notamment la recristalli-

sation dynamique continue, puisqu'elle est entièrement basée sur des essais expérimentaux. Elle permet de connaître le comportement mécanique du TA6V en continu sur l'ensemble du champ d'application, évitant ainsi de recourir aux techniques d'interpolation numérique couramment utilisées dans la littérature. Cette loi peut être utilisée pour d'autres procédés que le FSW tels que le forgeage, l'emboutissage, le laminage, le tréfilage pendant lesquels la matière est soumise à de grandes déformations. Toutefois, si elle reste limitée aux vitesses de déformation modérées, cette loi sera utilisée dans les simulations que nous proposons à la fin de ce chapitre. Les résultats numériques permettront d'estimer la zone de validité de notre loi.

4.3 Modélisation thermomécanique du FSW

4.3.1 Modélisation cinématique du FSW

La compréhension de l'écoulement de la matière autour du pion reste un véritable défi en FSW. Cet écoulement peut dépendre non seulement des paramètres opératoires, mais aussi des caractéristiques de l'outil employé. Une étude expérimentale de l'écoulement de matière en FSW du TA6V [Edwards & Ramulu (2015b)] avec un outil à pion conique tronqué non fileté a permis de comprendre que :

1. A partir de l'axe de la soudure, la matière est déplacée vers le côté reculant de l'outil puis déposé derrière l'outil au niveau du côté avançant.

2. Aucune relation n'est observée entre le comportement de l'écoulement du matériau et les paramètres opératoires (vitesse de rotation et vitesse d'avance de l'outil).

3. Le mouvement vertical de la matière est très faible et n'est observé que pour de grandes vitesses de rotation de l'outil (400 rpm).

En raison des forts gradients de vitesse atteints, les modèles numériques restent très coûteux en temps. De plus, ils nécessitent des techniques de remaillage complexes en raison des grandes déformations. C'est pourquoi nous avons opté pour une modélisation analytique dans le cadre de notre étude. Le modèle exploité ici est issu des équations de la mécanique des fluides et a été mis en place par Jacquin (2009), puis repris par Tongne *et al.* (2015). Cette méthode consiste à estimer les champs de vitesses de l'écoulement de matière autour de l'outil à partir des champs potentiels. Le champ de vitesses est utilisé pour calculer le débit massique des particules qui est introduit dans Abaqus via la subroutine "Mass Flow Rate" afin de simuler le mouvement de la matière.

4.3.1.1 Champ de vitesses

Pour décrire le déplacement de la matière lors du soudage FSW, et même si le matériau atteint des températures inférieures à la température de fusion [Edwards & Ramulu (2010b)], les travaux de la littérature assimilent le matériau à un fluide parfait. En effet, les lignes d'écoulement observées pendant le FSW sont similaires à celles obtenues avec un fluide parfait. Le champ de vitesse $\overrightarrow{v}$ pour un écoulement dans le plan xy s'écrit en coordonnées cartésiennes (x, y, z) comme suit [Jacquin (2009), Heurtier *et al.* (2006)] :

$$\overrightarrow{v} = \begin{cases} v_x = V_a \left(1 - r_p^2 \dfrac{(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2}\right) - \dfrac{\Gamma\ y}{2\pi(x^2 + y^2)} - C_{ee}\dot{\Omega}_m \dfrac{y(z - 0,8h)}{0,2 \times h} \\ +V_r \dfrac{x}{\sqrt{x^2 + y^2}} \\ v_y = V_a \left(-2r_p^2 \dfrac{xy}{(x^2 + y^2)^2}\right) + \dfrac{\Gamma\ x}{2\pi(x^2 + y^2)} + C_{ee}\dot{\Omega}_m \dfrac{x(z - 0,8h)}{0,2 \times h} \\ +V_r \dfrac{y}{\sqrt{x^2 + y^2}} \\ v_z = 0 \end{cases} \tag{4.7}$$

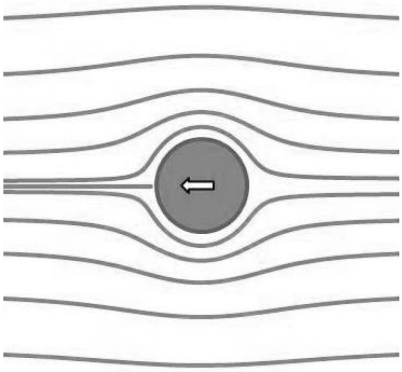
où C_{ee} est un paramètre égal à l'unité dans la flow arm et nul à l'extérieur, $\dot{\Omega}_m$ la vitesse de rotation de la matière, Γ la circulation, V_a la vitesse d'avance, r_p le rayon du pion, h l'épaisseur de la soudure et V_r un paramètre dépendant du matériau. La figure 4.9 représente les quatre types de champ de vitesse qui produisent l'écoulement de la matière en FSW dans le cas d'un outil à pion cylindrique fileté :

— Le champ de contournement (figure 4.9(a)) décrit l'écoulement de la matière autour du pion sans rotation. Cette formulation est issue de la mécanique des fluides et considère la matière comme un fluide qui s'écoule autour d'un cylindre fixe.

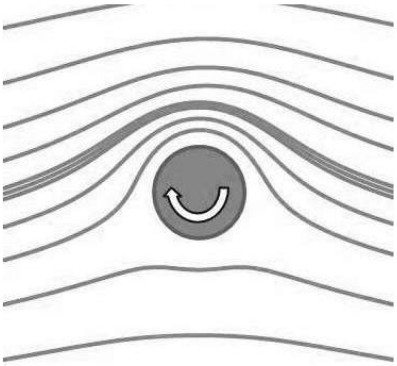
— Le champ de circulation (figure 4.9(b)) décrit l'entraînement de la matière occasionné par la rotation de l'outil. Le paramètre de circulation Γ s'écrit $\Omega_m \pi r_p^2$. L'analyse des lignes d'écoulement de ce champ montre qu'il affecte une très grande surface. Tongne *et al.* (2015) ont alors suggéré qu'on multiplie ce facteur par une fonction d'atténuation afin qu'elle s'annule lorsqu'on s'éloigne du pion. La fonction d'atténuation employée sera définie plus tard (§ 4.3.1.2).

— Le champ de torsion (figure 4.9(c)) s'applique dans la flow arm et souligne l'interaction entre l'épaulement et la matière.

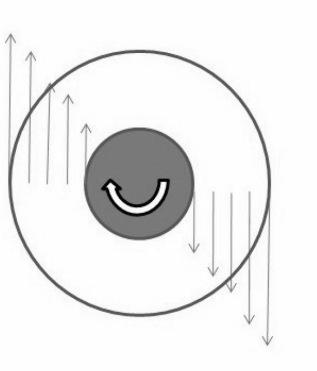
— Le champ de vortex (figure 4.9(d)) modélise l'entraînement de la matière par le filetage.



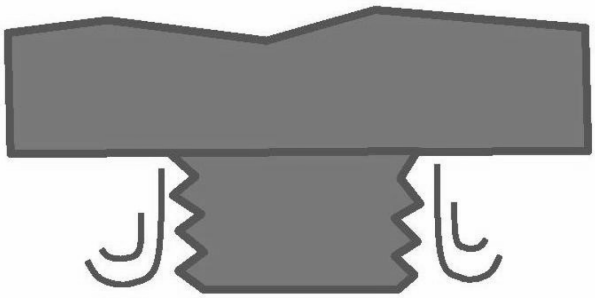
(a) Champ de contournement



(b) Champ de contournement avec circulation



(c) Champ de torsion



(d) Champ de vortex

Figure 4.9 – Différents champs d'écoulement de la matière observés lors du soudage FSW [Tongne (2014)].

4.3.1.2 Application du modèle

Le modèle présenté est à présent adapté à notre étude. L'outil de soudage utilisé a un épaulement convexe avec un pion conique sans filetage. Le repère est placé au pied de la soudure dans l'axe du pion (figure 4.10).

Le rayon du pion évolue donc suivant l'axe z et son expression prend la forme suivante :

$$r_z = r_0 + z\frac{R - r_0}{h} \tag{4.8}$$

Afin de limiter l'effet du champ de circulation, la circulation Γ est multipliée par une fonction d'atténuation *aten*. Cette fonction s'annule loin du pion et est égale à 1 près du pion. La fonction

d'atténuation proposée s'écrit comme suit :

$$aten = 1 + tanh\left(-pent\sqrt{x^2 + y^2}\right) \tag{4.9}$$

pent est un paramètre positif et représente la pente de cette fonction. Plus *pent* est grand, plus l'atténuation est rapide. Ce paramètre est déterminé expérimentalement pour être représentatif des conditions expérimentales choisies. Le champ de vortex, même s'il existe, est négligé dans notre cas : en effet, l'outil n'étant pas fileté, cela réduit le mouvement vertical de la matière dans le régime stationnaire.

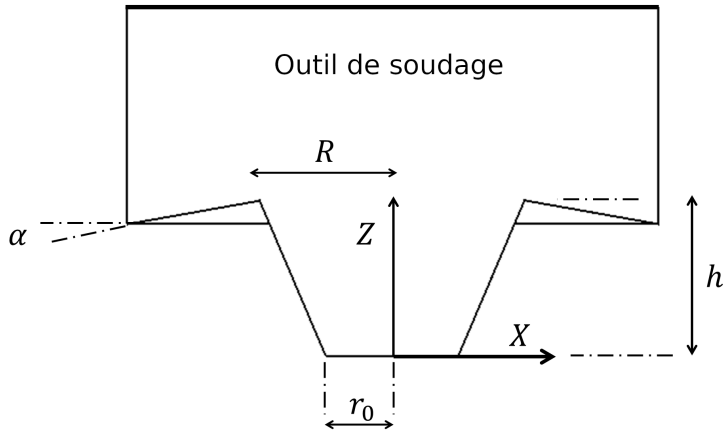


FIGURE 4.10 – Schéma illustrant la position du repère.

Avec ces hypothèses, le champ de vitesses (relation 4.7) peut être représenté par celui de la relation (4.10) :

$$\overrightarrow{v} = \begin{cases} v_x = V_a\left(1 - r_z^2\dfrac{(x^2-y^2)}{(x^2+y^2)^2}\right) - \dfrac{aten\ \Gamma y}{2\pi(x^2+y^2)} - C_{ee}\dot{\Omega}_m\dfrac{y(z-0,8h)}{0,2\times h} \\ v_y = V_a\left(-2r_z^2\dfrac{xy}{(x^2+y^2)^2}\right) + \dfrac{aten\ \Gamma x}{2\pi(x^2+y^2)} + C_{ee}\dot{\Omega}_m\dfrac{x(z-0,8h)}{0,2\times h} \\ v_z = 0 \end{cases} \tag{4.10}$$

4.3.1.3 Déformation cumulée

Le tenseur gradient des vitesses en coordonnées cartésiennes s'écrit :

$$grad\overrightarrow{v} = \frac{\partial v_i}{\partial x_j} \tag{4.11}$$

Le tenseur vitesse de déformation est symétrique et s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{2}(grad\overrightarrow{v} + (grad\overrightarrow{v})^T)) \tag{4.12}$$

La vitesse de déformation équivalente de von Mises est utilisée et s'écrit comme suit :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}} \tag{4.13}$$

La déformation cumulée à un instant t_0 est obtenue en intégrant la vitesse de déformation équivalente (relation 4.14).

$$\bar{\varepsilon} = \int_0^{t_0} \dot{\bar{\varepsilon}} dt \tag{4.14}$$

4.3.2 Modélisation thermique

Le modèle thermique utilisé est celui proposé par Tongne *et al.* (2015) qui l'a appliqué pour simuler le soudage FSW d'alliages d'aluminium. La résolution du problème thermique utilise des routines de résolution dont dispose Abaqus. L'équation de la chaleur (relation 4.15) est résolue en Abaqus/standard dans le mode "heat transfer".

$$\rho c\left(\frac{\partial T}{\partial t} + \overrightarrow{v} grad(T)\right) = div(\lambda \nabla T) + \Gamma \sigma_0 \dot{\bar{\varepsilon}} \tag{4.15}$$

où ρ est la densité, c la chaleur spécifique, λ la conductivité thermique et Γ le coefficient de Taylor-Quinney qui indique la proportion d'énergie de déformation plastique convertie en

chaleur.

Comme l'équation de la chaleur est résolue en eulérien, on impose un déplacement virtuel de la matière dans le maillage. Cette technique est possible grâce à la subroutine "Mass Flow Rate" qui permet de définir le vecteur débit massique en régime stationnaire aux nœuds en fonction de leur position. On supposera le régime établi pour la soudure, c'est à dire que l'on ignore ici les phases de pénétration, d'accélération et de retrait de l'outil. Le calcul de l'histoire thermique se fait "en sens inverse" en utilisant le champ de vitesse postulé : la position des nœuds est considérée comme la position finale des particules. Puisque nous ne disposons pas des champs thermiques expérimentaux, la validation de ces calculs sera faite en étudiant la variation de la température en fonction des conditions de soudage et en vérifiant si la température dans le noyau atteint le transus β.

4.3.2.1 Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont appliquées aux surfaces extérieures de la plaque (figure 4.11). La surface supérieure de la plaque ($\Sigma 2$) et les surfaces latérales ($\Sigma 3$, $\Sigma 4$, $\Sigma 5$ et $\Sigma 6$) sont en contact avec l'air et la condition appliquée est une condition d'échange par convection (relation 4.16). La surface inférieure ($\Sigma 7$) est en contact avec la *backing plate*. Nous imposons une même condition d'échange par convection avec un coefficient d'échange tenant compte de la présence de la *backing plate* qui n'est pas modélisée.

$$\phi = h_{ex}(T_s - T_i) \tag{4.16}$$

avec h_{ex} $(W/m^2/K)$ le coefficient d'échange convectif , T_s la température à la surface de la contact et T_i la température loin de la surface d'échange.

Dans nos simulations, $h_{ex} = 200W/m^2/K$ sur $\Sigma 7$ et $h_{ex} = 20W/m^2/K$ sur les autres surfaces [Tongne (2014)]. De plus, $T_i = 20^{\circ}C$. Les sources de chaleur considérées sont volumiques (énergie de déformation plastique) et surfaciques (frottements de l'outil avec la pièce). Les surfaces de frottement considérées sont la surface de l'épaulement et la surface latérale du pion.

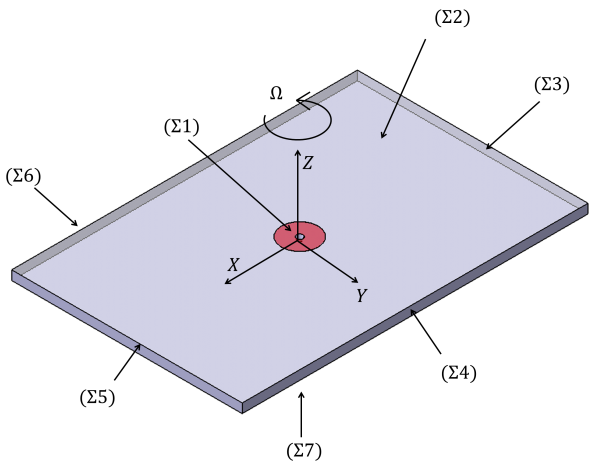


Figure 4.11 – Schématisation des limites du domaine.

L'expression analytique du flux surfacique est basée sur la loi de friction de Tresca en supposant que le matériau vérifie le critère de von Mises [Tongne (2014)] et que l'outil a un épaulement plat :

$$\Phi_s = C_p \frac{\bar{m}}{\sqrt{3}} \sigma_0 \Omega_o (1 - C_e) \sqrt{x^2 + y^2} \tag{4.17}$$

avec C_p la proportion de chaleur transmise aux pièces, σ_0 la contrainte d'écoulement et C_e le coefficient d'entraînement de la matière par l'outil. $\bar{m}$ désigne le coefficient de friction qui, dans le cas d'un frottement tungstène-TA6V est estimé à 0,4 [Niu *et al.* (2013)].

Une partie de la chaleur générée par l'épaulement est transmise au corps de l'outil. En fonction des caractéristiques de la machine de soudage, la proportion de cette chaleur peut varier. On supposera ici qu'elle vaut le dixième de la chaleur générée [Tongne (2014)]. C_p sera donc égal à $0,9$. On supposera aussi que la matière sous l'épaulement tourne 10 fois moins vite que l'outil [Tongne (2014)] : donc $C_e = 0,1$.

Afin de prendre en compte l'effet de la convexité de l'épaulement sachant que la relation 4.17 est valide pour les outils à épaulement plat, Φ_s doit être multiplié par le terme $1 + tan(\alpha)$, α étant l'angle de convexité de l'épaulement [Schmidt & Hattel (2008)]. Φ_s s'écrit finalement :

$$\Phi_s = C_p (1 + tan(\alpha)) \frac{\bar{m}}{\sqrt{3}} \sigma_0 \Omega_o (1 - C_e) \sqrt{x^2 + y^2} \tag{4.18}$$

La puissance thermique due à l'énergie de déformation plastique a la forme suivante :

$$\Phi_v = \Gamma_d \sigma_0 \dot{\bar{\varepsilon}} \tag{4.19}$$

avec Γ_d, le coefficient de Taylor-Quinney compris entre 0,8 et 1 [Montheillet & Desrayaud (2009)]. Nous avons choisi la valeur moyenne de 0,9.

4.3.2.2 Choix d'une loi de comportement

Pour nos simulations, nous utiliserons trois lois de comportement : la loi de comportement de Zener-Hollomon (relation 4.20), la loi de comportement de Zener-Hollomon modifiée (relation 4.21) et la loi analytique proposée au début de ce chapitre (relation 4.22).

$$\sigma_0 = k\dot{\bar{\varepsilon}}^m exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \tag{4.20}$$

$$\sigma_s = k\dot{\bar{\varepsilon}}^{c_0 exp(c_1 T/T_f)} exp\left(\frac{Q_0 \dot{\bar{\varepsilon}}^{Q_1}}{RT}\right) \tag{4.21}$$

$$\bar{\sigma} = m_1 \bar{\varepsilon}^a (1+\bar{\varepsilon})^{-a} \left(1 - m_2 tanh\left(\frac{\bar{\varepsilon}}{\varepsilon_{inf}}\right)\right) \tag{4.22}$$

Les paramètres de ces lois ont été calculés dans le chapitre 3 et au début de ce chapitre (§ 4.2). La vitesse de déformation équivalente est celle de von Mises (relation 4.13).

4.3.2.3 Implémentation numérique dans Abaqus

Les dimensions de la plaque correspondent à celles de la plaque expérimentale : 290 mm × 90 mm × 5 mm. L'outil est placé au centre de la pièce et la position du pion est représentée par un trou conique (figure 4.12).

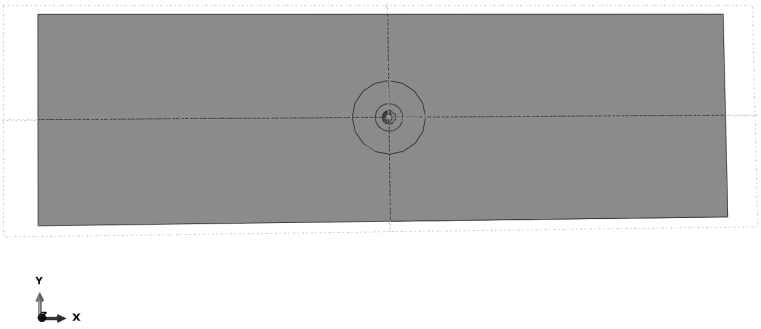


Figure 4.12 – Représentation de la plaque de soudage.

La densité et les propriétés thermiques du TA6V introduites sont extraites du handbook du titane [Welsch *et al.* (1993)] et dépendent de la température (tableau 4.3).

Tableau 4.3 – Propriétés thermique du TA6V en fonction de la température.

Température (°C)	Conductivité thermique (W/m/K)	Température (°C)	Chaleur spécifique (J/kg/K)
20	6,7	20	580
93	7,3	205	610
205	9,1	425	670
315	10,6	650	760
425	12,6	870	930
540	14,6		
650	17,5		
800	19		
983	22		

Les expressions analytiques des flux de chaleur sont introduites à l'aide de la subroutine "Dflux" qui permet de définir un flux thermique non uniforme en fonction du temps, de la température et de la position dans une simulation thermique. L'élément choisi est le DCC3D8 qui permet d'associer la convection (subroutine Mass Flow Rate).

Afin de déterminer le nombre d'éléments du maillage, des tests de convergence ont été effectués. Nous avons observé l'influence du nombre de nœuds sur la température le long de l'axe x (figure 4.13). A partir de 6170 nœuds, les résultats sont confondus et montrent que la précision du calcul ne dépend plus du nombre de nœuds. La température augmente rapidement près du pion, d'où notre choix d'avoir raffiné le maillage dans cette partie. Quant à la température maximale observée dans le modèle, elle est sensiblement stable lorsque le nombre de nœuds est

supérieur à 6170 (figure 4.14).

Le temps de calcul (CPU) évolue linéairement jusqu'à un nombre de nœuds d'environ 100000 et évolue de manière exponentielle au-delà (figure 4.15). Sur la base de ces observations, nous avons choisi le maillage avec 68 733 nœuds.

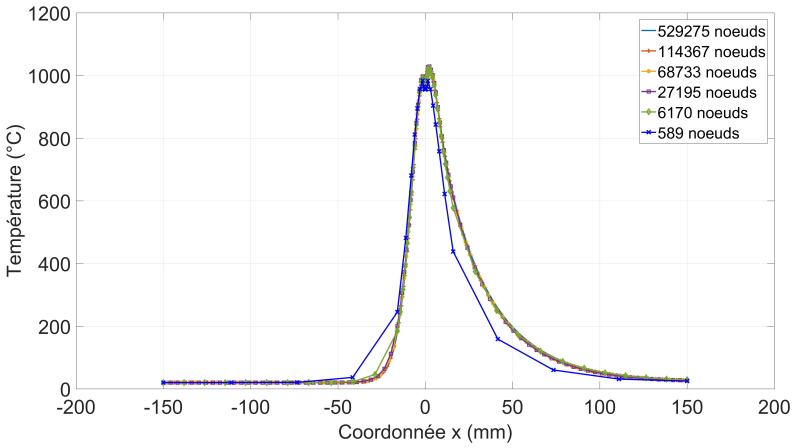


FIGURE 4.13 – Évolution de la température suivant l'axe x.

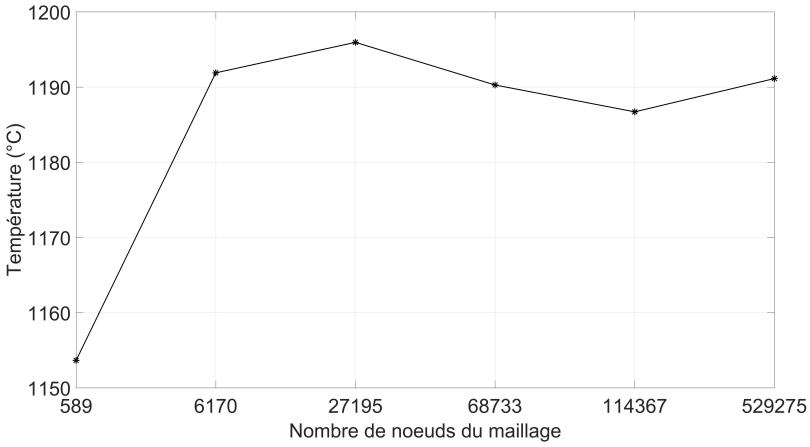


FIGURE 4.14 – Température maximale en fonction du nombre de nœuds.

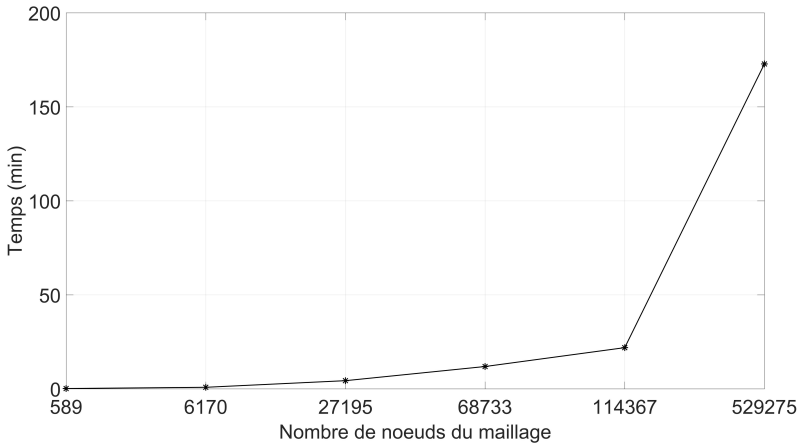


Figure 4.15 – Temps de calcul (CPU) en fonction du nombre de nœuds.

4.3.3 Résultats

Les champs de température sont calculés avec les trois lois de comportement définies au §4.3.2.2. Nous allons étudier l'influence des paramètres (vitesse de rotation et vitesse d'avance) sur le champ de température. L'histoire thermique d'une particule dont la position finale est au centre de la soudure ($y = 0$ mm) et 1 mm au-dessous de la surface supérieure de la pièce permettra de comparer les différentes lois de comportement utilisées.

4.3.3.1 Loi de Zener-Hollomon

Pour calculer les champs de température, nous utilisons la loi de Zener-Hollomon dont les paramètres moyens m, Q et K (tableau 4.4) ont été calculés au chapitre 3.

Tableau 4.4 – Paramètres de la loi de Zener-Hollomon employés.

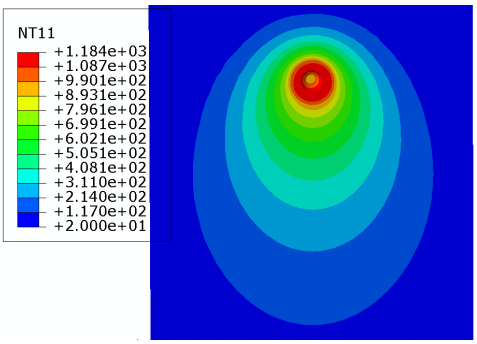
K(MPa)	m	Q(kJ/mol)
0,175	0,21	270

La figure 4.16 montre le champ de température nodal obtenu à la surface supérieure de la pièce pour les valeurs extrêmes des vitesses d'avance et de rotation du plan d'expériences (en gras dans le tableau 4.5).

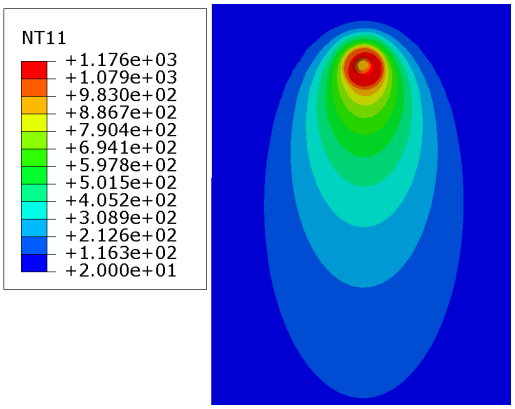
On peut remarquer que la variation des champs de température est en accord avec les résultats de la littérature : la température maximale varie dans le même sens que la vitesse de rotation et dans le sens opposé à la vitesse d'avance.

Tableau 4.5 – Table d'expérience.

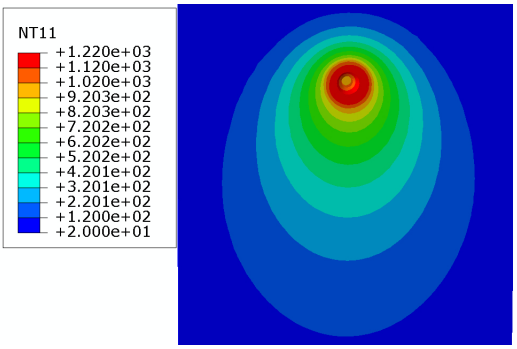
Essai	Microstructure	Vitesse d'avance (mm/min)	Vitesse de rotation (tours/min)
1	**Équiaxe**	**50**	**400**
2	Équiaxe	65	420
3	Équiaxe	80	440
4	**Équiaxe**	**95**	**460**
5	Lamellaire large	50	420
6	Lamellaire large	65	400
7	Lamellaire large	80	460
8	Lamellaire large	95	440
9	Lamellaire fine	50	440
10	Lamellaire fine	65	460
11	Lamellaire fine	80	400
12	Lamellaire fine	95	420
13	**Duplex**	**50**	**460**
14	Duplex	65	440
15	Duplex	80	420
16	**Duplex**	**95**	**400**



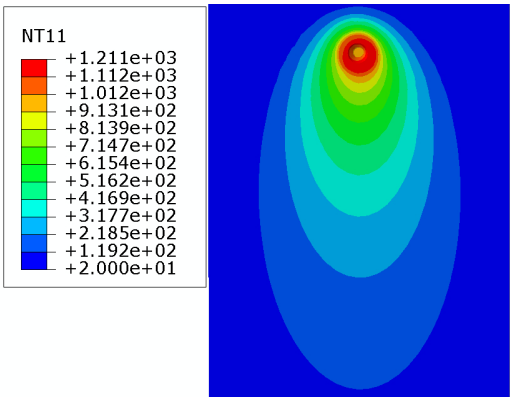
(a) 400 rpm - 50 mm/min



(b) 400 rpm - 95 mm/min



(c) 460 rpm - 50 mm/min



(d) 460 rpm - 95 mm/min

FIGURE 4.16 – Champs de température obtenus pour différentes conditions de soudage.

On peut aussi observer que la différence entre les températures maximales des conditions chaudes (460 rpm - 50 mm/min) et froides (400 rpm - 95 mm/min) est faible ($\Delta T = 44^{\circ}C$). Ce faible écart de température montre que les paramètres opératoires n'ont pas une grande influence sur la température générée dans les soudures.

La figure 4.17 résume les valeurs obtenues pour la température moyenne sous l'épaulement pour les conditions de soudage précédentes. Cette température est calculée en moyennant les températures nodales à la surface de contact entre l'épaulement et la pièce. Ce résultat confirme que la température sous l'épaulement dépasse le transus β quelles que soient les conditions de vitesses.

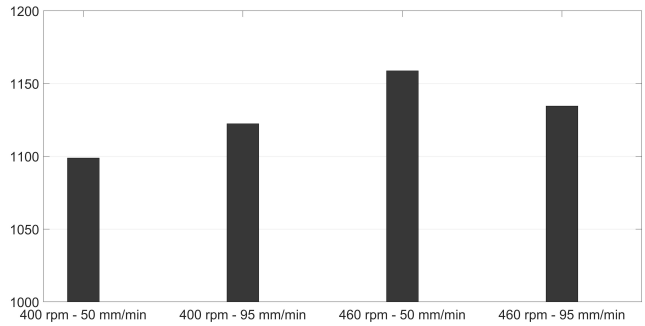


Figure 4.17 – Température moyenne sous l'épaulement pour différentes conditions de soudage.

Examinons à présent le noyau qui est la zone d'intérêt dans le cadre de notre étude. On considère que les particules qui se trouvent 1 mm au-dessous de la surface supérieure de la pièce sont toutes dans le noyau. Afin de déterminer l'histoire thermomécanique de ces particules, les températures nodales calculées avec Abaqus sont importées dans Matlab grâce à l'outil *Abaqus2Matlab* [Papazafeiropoulos *et al.* (2017)]. Comme la résolution thermique est fondée sur une formulation eulérienne, on suppose que la position des nœuds correspond à la position finale des particules. Les lignes d'écoulement sont calculées à partir des positions finales "en sens inverse" et les nœuds se déplacent virtuellement pour suivre le mouvement des particules à travers le champ de vitesse postulé. Cette technique de construction est illustrée sur la figure 4.18. La température d'une particule à un instant donné est celle du nœud dont elle est le plus proche dans le plan horizontal.

Considérons une particule dont la position finale se situe dans l'axe de la soudure et à 1 mm sous la surface supérieure de la pièce (figure 4.19). Les figures 4.20 et 4.21 montrent respectivement les histoires thermique et mécanique d'une particule de cette particule pour les conditions expérimentales de l'échantillon 1 (vitesse d'avance 50 mm/min, vitesse de rotation 400 rpm). La particule subit une augmentation brusque de la température avant un refroidissement lent.

Le pic des vitesses de déformation se trouve au moment où la température devient supérieure

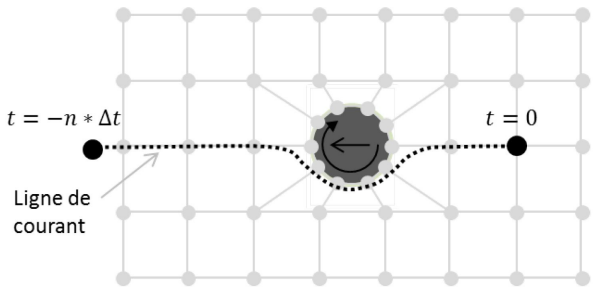


FIGURE 4.18 – Technique de calcul des lignes d'écoulement [Tongne (2014)].

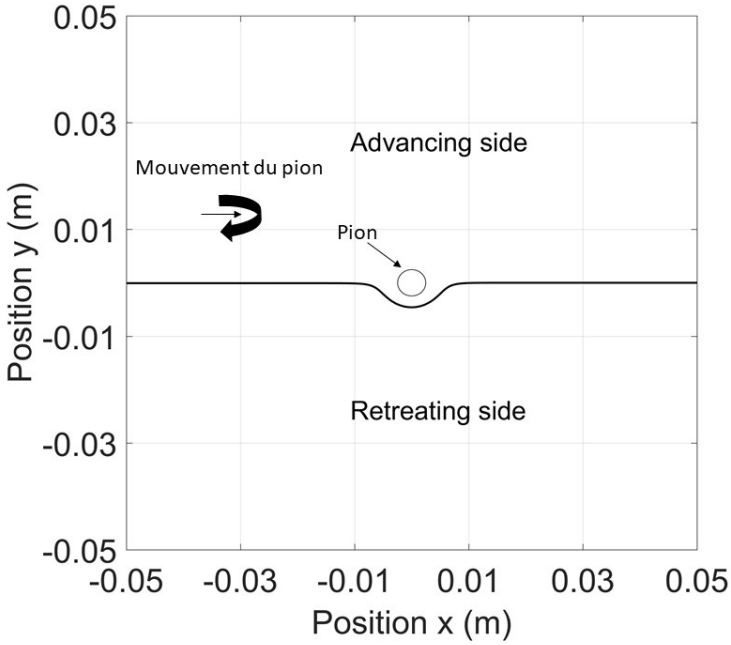


FIGURE 4.19 – Ligne d'écoulement d'une particule dont la position finale se situe dans l'axe de la soudure et à 1 mm sous la surface supérieure de la pièce.

au transus β, confirmant la présence d'une recristallisation dynamique de la phase β. La vitesse de chauffage observée est d'environ 80°C par seconde.

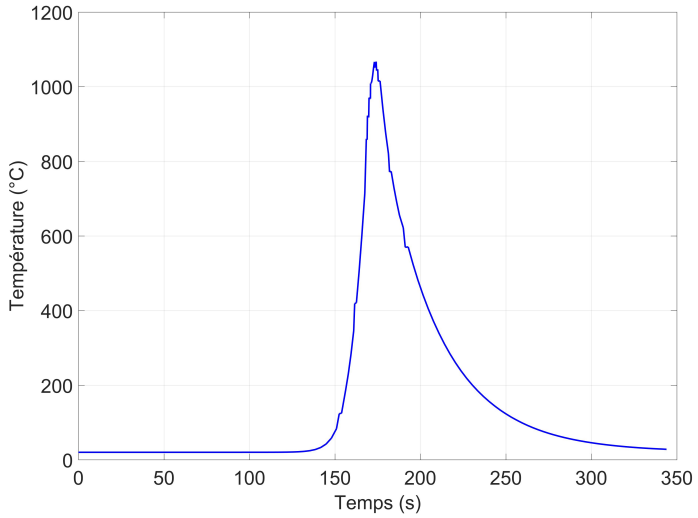


Figure 4.20 – Histoire thermique d'une particule au centre de la soudure à 1 mm au dessous de la surface supérieure de la pièce en soudant à 400 rpm et 50 mm/min.

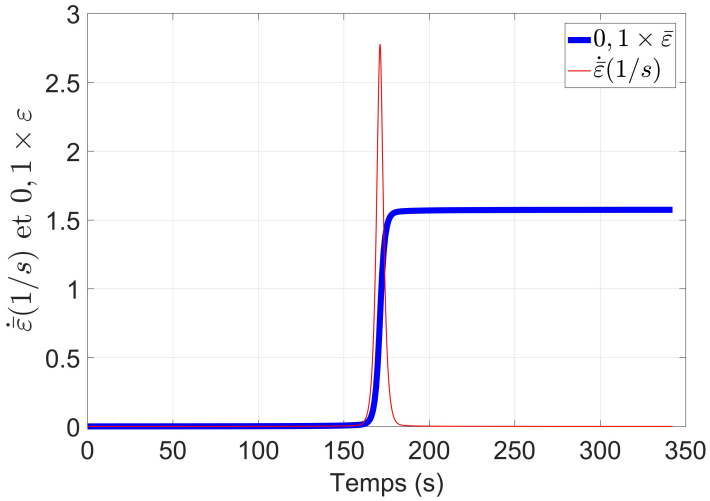


Figure 4.21 – Histoire mécanique d'une particule au centre de la soudure 1 mm en dessous de la surface supérieure de la pièce en soudant à 400 rpm et 50 mm/min.

4.3.3.2 Loi de Zener-Hollomon modifiée

Les résultats numériques avec la loi de Zener-Hollomon étant concluants, nous l'avons remplacée par la loi de Zener-Hollomon modifiée (relation 4.23) que nous avons proposée et dont

les paramètres (tableau 4.6) ont été calculés au chapitre 3.

$$\sigma_s = k\dot{\bar{\varepsilon}}^{c_0 exp(c_1 T/T_f)} exp\left(\frac{Q_0 \dot{\bar{\varepsilon}}^{Q_1}}{RT}\right) \tag{4.23}$$

Tableau 4.6 – Paramètres de la loi de Zener-Hollomon modifiée.

$k(MPa)$	c_0	c_1	$Q_0(J/mol)$	Q_1
1,105	$1,884 \times 10^{-7}$	18,93	37170	0,04012

L'histoire thermique d'une particule à 1 mm au-dessous de la surface de la pièce est calculée et comparée avec celle obtenue avec la loi de Zener-Hollomon (figure 4.22).

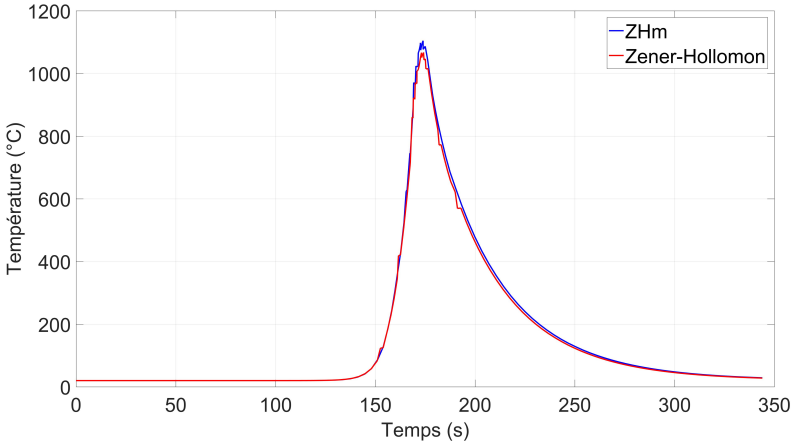


FIGURE 4.22 – Histoire thermique d'une particule dans l'axe de la soudure 1 mm au-dessous de la surface de la pièce.

On observe que les deux histoires thermiques se superposent sauf au niveau du pic où la loi ZHm engendre une élévation de température légèrement supérieure. Comme le pic de température est atteint près du pion où la vitesse de déformation équivalente est élevée, cet écart peut être lié à la contrainte modélisée aux fortes vitesses de déformation. Pour confirmer cette hypothèse, nous avons tracé l'évolution de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation avec les deux lois pour différentes températures (figure 4.23).

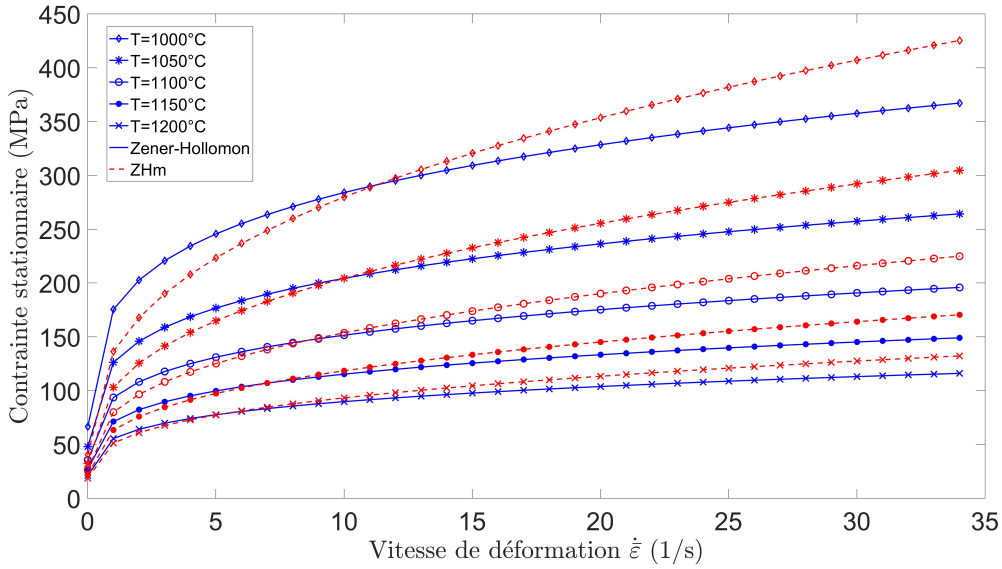


FIGURE 4.23 – Contrainte stationnaire modélisée en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures.

On observe qu'aux grandes vitesses de déformation, la contrainte modélisée par la loi ZHm est plus élevée que celle de Zener-Hollomon ; la puissance de déformation plastique sera donc plus grande avec la loi Zhm lorsqu'on se rapproche du pion, ce qui explique l'écart observé sur la figure 4.22.

4.3.3.3 Loi analytique

La nouvelle loi analytique du TA6V proposée au début de ce chapitre est maintenant utilisée pour calculer les champs de température du modèle. Dans un premier temps, nous avons fait l'hypothèse très forte que cette loi pouvait être extrapôlée à toutes les vitesses de déformation. Les calculs ne convergeant pas, nous avons fait une analyse des champs de contrainte obtenus pour différentes vitesses de déformations à $T = 1000^{\circ}C$ et nous avons remarqué qu'à partir d'une valeur de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ autour de 2/s, la contrainte stationnaire σ_s décroît et devient négative à partir de $\dot{\bar{\varepsilon}} = 16/s$ (figure 4.24). La loi proposée, qui a été établie à partir des essais de torsion pour $\dot{\bar{\varepsilon}}$ compris entre 0,01/s et 1/s ne peut donc pas être étendue pour de très grandes vitesses de déformation.

Dans un deuxième temps, nous avons réalisé des simulations numériques en introduisant notre loi uniquement pour des valeurs de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ inférieures à 1/s et de T supérieures à 1000°C. Pour les autres valeurs, la loi de Zener-Hollomon a été conservée. L'histoire thermique d'une particule au centre de la soudure et à 1 mm au-dessous de la surface de la pièce montre une

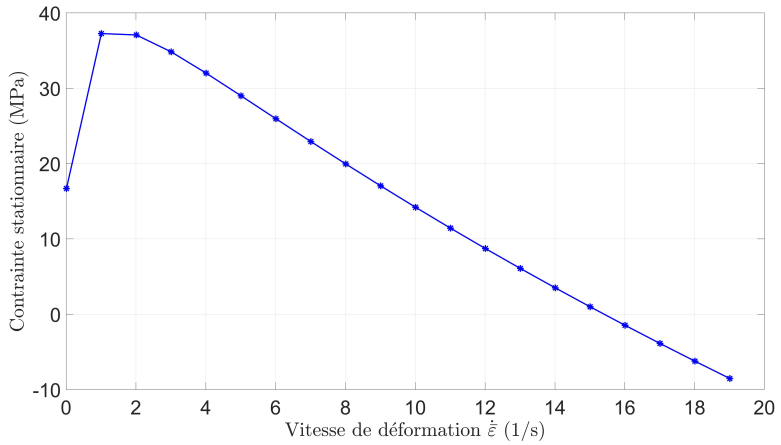


FIGURE 4.24 – Contrainte stationnaire modélisée par la loi analytique à T=1000°C.

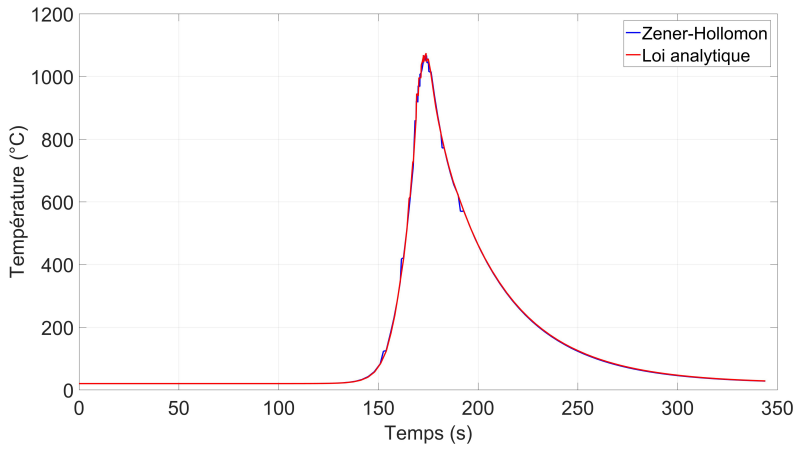


FIGURE 4.25 – Histoire thermique d'une particule dans l'axe de la soudure 1 mm au-dessous de la surface de la pièce avec la loi analytique.

bonne adéquation avec le modèle de Zener-Hollomon dans les mêmes conditions de soudage (figure 4.25).

Nous avons ensuite réalisé des simulations pour estimer une valeur de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ pour laquelle la loi analytique pourrait être étendue. Pour cela, nous avons modifié la plage d'utilisation de la loi dans la subroutine DFLUX : nos résultats montrent que pour des valeurs de $\dot{\bar{\varepsilon}}$ inférieures à 6/s, et T supérieures à 600°C, l'histoire thermique ne semble pas affectée (figure 4.26). La loi analytique que nous avons mis en place est donc valide au-delà du domaine de validité précédemment défini.

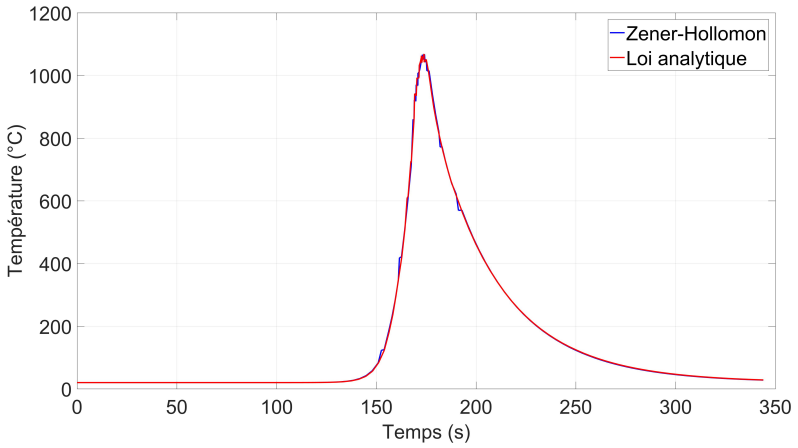


Figure 4.26 – Histoire thermique d'une particule dans l'axe de la soudure 1 mm au-dessous de la surface de la pièce avec la loi analytique.

4.4 Conclusion

Une loi de comportement analytique a été mise en place pour la mise en forme à chaud du TA6V. Cette loi basée sur les résultats expérimentaux des essais de torsion tient compte des phénomènes métallurgiques impliqués pendant la déformation à chaud et a été validée par des essais supplémentaires.

Le modèle thermomécanique mis en place par Jacquin (2009) et Tongne (2014) pour modéliser le soudage FSW des alliages d'aluminium a été adapté au TA6V pour calculer les champs thermomécaniques des particules. Les champs mécaniques analytiques sont issus de la mécanique des fluides et ne permettent pas de modéliser la formation des défauts tels que les bavures ou les tunnels, mais donnent des lignes d'écoulement similaires aux observations analytiques et permettent de calculer les champs mécaniques dans les soudures. Le modèle thermique mis en place a montré que la température n'est pas très sensible aux paramètres de soudage (vitesse de rotation et vitesse d'avance) choisis dans l'étude expérimentale et a de nouveau confirmé que la température dans le noyau dépasse le transus β.

Les deux lois de comportement proposées dans ce travail ont été comparées à celle de Zener-Hollomon et ont montré un bon accord pour la loi ZHm. La loi analytique a également été validée pour les températures supérieures à 600°C et des vitesses de déformation inférieures à 6/s.

La connaissance de l'histoire thermomécanique des particules permet de contrôler la microstructure engendrée par le FSW grâce à la modélisation des différentes étapes de la genèse de la microstructure que nous proposons dans le prochain chapitre.

Chapitre 5

Modélisation de la microstructure du TA6V pendant le FSW

Sommaire

5.1 Introduction 136

5.2 Modélisation de la croissance des grains β 137

5.2.1 Démarche expérimentale 137

5.2.2 Évolution de la taille de grains 139

5.2.3 Conclusion 141

5.3 Modélisation de la taille de grains recristallisé 141

5.3.1 Représentation de la microstructure 141

5.3.2 Équations constitutives 142

5.3.3 Application au FSW 147

5.3.4 Résultats 149

5.3.5 Conclusion 153

5.1 Introduction

La plupart des métaux soumis à de grandes déformations à haute température subissent la recristallisation dynamique. Suivant le mode de déformation, la température et les propriétés du matériau, différents types de recristallisation dynamique (RD) peuvent s'opérer : la RD continue (RDC), la RD discontinue (RDD) et la RD géométrique (RDG). Nous avons montré dans le chapitre 3 que la RDC est le processus qui gouverne l'établissement de la microstructure dans le noyau de soudure pendant le soudage FSW.

Les principales caractéristiques de la RDC peuvent se résumer ainsi [Huang & Logé (2016)] :

— Comme nous l'avons observé lors de nos essais de torsion, les courbes contrainte déformation montrent une augmentation de la contrainte suivie d'un pic unique avant de décroitre et atteindre une valeur stationnaire. La valeur de la contrainte stationnaire augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation et la diminution de la température. Sa valeur est indépendante de la taille de grains initiale.

— La formation des nouveaux grains est caractérisée par l'augmentation progressive de l'angle de désorientation entre les grains. L'angle de désorientation des sous-joints augmente progressivement jusqu'à atteindre une valeur critique (habituellement, 15°) ou le sous-joint devient joint de grains.

— La taille de grains diminue et atteint une valeur stationnaire. Le mécanisme de recristallisation peut être accéléré par la diminution de la taille de grains initiale.

— Une forte texture cristallographique se forme aux très grandes déformations.

Sur la base de ces observations, des modèles ont été mis en place pour modéliser la RDC. Buffa *et al.* (2007) ont modélisé la taille des grains recristallisés pendant le soudage FSW de l'alliage d'aluminium AA7075-T6 à travers une loi analytique :

$$D = \frac{1}{a + b\ ln(Z)} \tag{5.1}$$

avec D la taille du grain recristallisé, Z le paramètre de Zener-Hollomon ($Z = \dot{\bar{\varepsilon}}\ exp(Q/RT)$), a et b des constantes propres au matériau déterminés expérimentalement. Cette loi est empirique et indépendante de la déformation. Hallberg *et al.* (2010) ont proposé un modèle de RDC tenant compte de la déformation pendant le procédé ECAP (Equal Channel Angular Pressing) : ils supposent que la taille de grains décroît de manière exponentielle avec l'augmentation de la déformation. Le processus de RDC ne commence qu'à partir d'une valeur critique de la déformation et la densité de dislocations évolue suivant une loi du type Kocks et Mecking [Estrin & Mecking (1984)].

Dans le présent travail, nous avons choisi d'employer le modèle de RDC de Gourdet & Montheillet (2003) car il prend en compte les mécanismes élémentaires intervenant pendant la RDC à savoir : augmentation progressive de l'angle de désorientation entre les grains, création des dislocations par écrouissage et annihilation des dislocations par restauration dynamique et absorption par les joints de grains mobiles. Contrairement à Hallberg *et al.* (2010), Gourdet & Montheillet (2003) considèrent que la RDC peut entraîner une augmentation de la taille de grains. La taille de grains initiale n'influence pas la taille de grains finale, mais elle influence la cinétique du processus. En effet, sur la courbe d'évolution de la taille de grains en fonction de la déformation le régime stationnaire est atteint plus vite lorsque la taille de grains initiale est plus faible.

Dans l'étude expérimentale du FSW, nous avons montré que la genèse de la microstructure peut être divisée en trois étapes : formation et croissance des grains β, RDC des grains β et formation de grains α lamellaires à l'intérieur des grains β recristallisés. Dans ce chapitre, nous allons modéliser les deux premières étapes citées. A partir d'un modèle d'évolution de la taille des grains β (étape 1) et du modèle de RDC (étape 2), nous allons modéliser l'évolution de la taille du grain β pendant le soudage FSW.

5.2 Modélisation de la croissance des grains β

Le but de cette étude est de modéliser la taille du grain β après un traitement thermique isotherme à une température T ($T >$ transus β) pendant un temps t. Les températures employées sont représentatives de celles observées pendant le FSW. Nous avons choisi des durées de traitement thermique qui sont supérieures aux temps d'exposition de la matière pendant le soudage FSW, ce qui permettra aussi d'étudier la sensibilité de la taille de grains β à la durée de traitement. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur des mesures de taille de grains β sur des échantillons ayant subi des traitements thermiques réalisés à différentes températures et pendant différentes durées.

5.2.1 Démarche expérimentale

Les échantillons de dimensions 10 mm$\times$ 10 mm$\times$ 5 mm ont été découpés à la tronçonneuse abrasive. Le four est chauffé jusqu'à la température de traitement, puis l'échantillon est inséré dans le four. La durée de traitement commence dès que la température de l'échantillon atteint à nouveau la température de traitement. Cette température est mesurée grâce à un thermocouple placé dans le four et en contact avec la surface de l'échantillon. 16 essais ont été réalisés à 4

températures (1025 ˚C - 1050 ˚C - 1075 ˚C - 1100 ˚C) et à 4 temps de traitement (0s - 60s - 300s - 600s). A la fin du traitement, l'échantillon est retiré du four puis trempé rapidement à l'eau jusqu'à atteindre la température ambiante. Les échantillons ont été ensuite polis puis leur microstructure révélée par une attaque chimique au réactif de Kroll pendant 90 s.

Les grains β *transformés* (β_t) dans une zone circulaire représentative (figure 5.1) ont été comptés puis la surface moyenne d'un grain obtenue en divisant la surface analysée par le nombre de grains. On considère que les grains ont une surface circulaire, et le diamètre moyen est obtenu à partir de la surface moyenne. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 5.1.

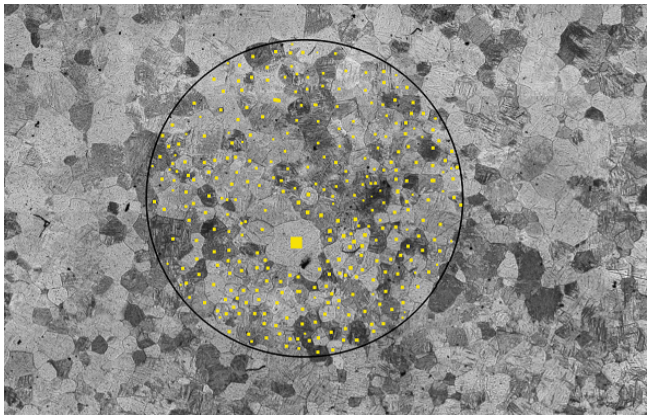


FIGURE 5.1 – Zone observée sur l'échantillon traité à 1025 ˚C et 60s.

Tableau 5.1 – Table d'expérience et résultats obtenus.

Échantillon	Temps (s)	Température (˚C)	Diamètre moyen des grains β_t (μm)
B1	0	1025	201
B2	60	1025	217
B3	300	1025	250
B4	600	1025	269
C1	0	1050	232
C2	60	1050	259
C3	300	1050	288
C4	600	1050	302
D1	0	1075	238
D2	60	1075	270
D3	300	1075	297
D4	600	1075	318
E1	0	1100	246
E2	60	1100	279
E3	300	1100	305
E4	600	1100	322

On peut y observer que la taille de grains augmente rapidement avec l'augmentation de la température de traitement ou du temps. La croissance rapide des grains peut s'expliquer par l'absence d'une autre phase ; les joints de grains peuvent alors migrer plus rapidement.

5.2.2 Évolution de la taille de grains

Selon Burke (1949), la croissance des grains β est liée au mécanisme de recristallisation statique qui s'opère par migration des joints de grains. A partir des hypothèses de la recristallisation statique, Gil *et al.* (2002) ont montré que l'évolution de taille de grains au cours d'un traitement isotherme peut être modélisée par une loi analytique (relation 5.2) :

$$D - D_0 = K \exp(-Q_d/RT)t^n \tag{5.2}$$

où D est la taille du grain, D_0 la taille de grains initiale, Q_d l'énergie d'activation, T la température, R la constante des gaz parfaits, K et n des constantes.

Le logarithme de la relation 5.2 donne :

$$ln(D - D_0) = ln(K) - Q_d/RT + n\ ln(t) \tag{5.3}$$

$ln(K)$, n et Q_d peuvent être obtenus par corrélation multilinéaire de $ln(D - D_0)$ en fonction de $ln(t)$ et $1/T$. La méthode employée est celle des moindre carrés. En utilisant les données du tableau 5.1, les valeurs obtenues sont indiquées dans le tableau (5.2).

Tableau 5.2 – Valeurs des coefficients de la loi.

K(μm)	$Q_d(kJ/mol)$	n
1870,57	68	0,45

On peut observer qu'en augmentant la température, D_0 augmente rapidement et tend vers une valeur stationnaire. Nous modélisons alors son évolution en fonction de la température par une loi exponentielle :

$$D_0 = D_1 exp(-\frac{D_2}{T - T_d}) \tag{5.4}$$

où D_1 (μm) et $D_2(^\circ C)$ sont des constantes et T_d la température de début de transformation $\alpha \rightarrow \beta$. Cette température dépend de la vitesse de chauffage et est égale à 880°C pour un chauffage à 50°C/s [Kherrouba (2017)]. La vitesse de chauffage pendant le FSW étant de l'ordre de 80°C/s, nous avons choisi $T_d = 900^\circ C$. Les paramètres de la loi d'évolution de D_0 sont obtenus en calculant le logarithme de la relation 5.4 :

$$ln(D_0) = ln(D_1) - \frac{D_2}{T - T_d} \tag{5.5}$$

En utilisant à nouveau les données du tableau 5.1 et la méthode des moindres carrés, on obtient $D_1 = 350,2\mu m$ et $D_2 = 66,85^\circ C$. Finalement, en s'appuyant sur les relations 5.2 et 5.4, la taille de grains en fonction de la température et du temps de traitement peut être modélisée par la fonction F_d :

$$F_d(T,t) = D_1 exp(-\frac{D_2}{T - T_d}) + K \exp(-Q_d/RT)t^n \tag{5.6}$$

On observe une bonne corrélation entre le modèle et les résultats expérimentaux (figure 5.2).

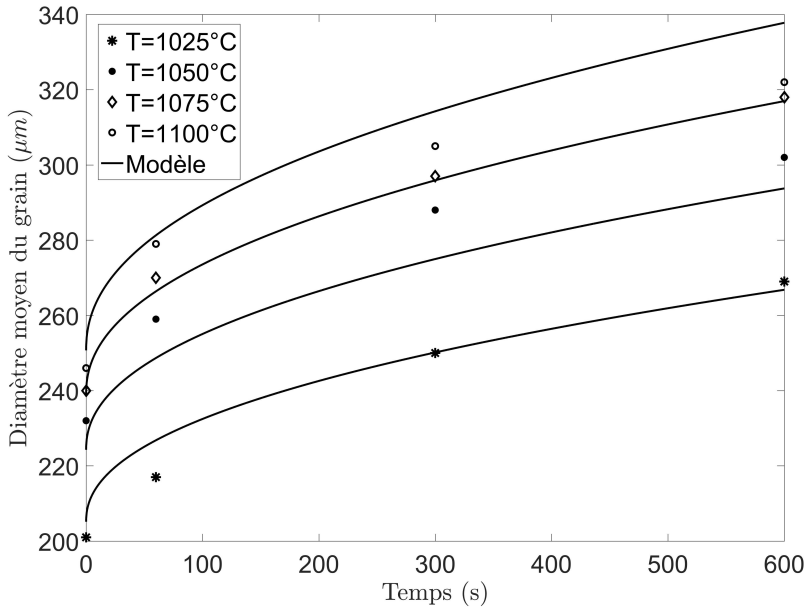


FIGURE 5.2 – Comparaison entre le modèle d'évolution de taille de grains et les résultats expérimentaux.

5.2.3 Conclusion

Même si nous n'avons pas tenu compte de la vitesse de chauffage dans notre modélisation, le modèle (relation 5.6) mis en place est en accord avec les résultats expérimentaux et permet donc de décrire la croissance des grains β qui est la première étape de l'évolution de la microstructure pendant le soudage FSW. Ce modèle servira donc de condition initiale en terme de taille de grains pour la modélisation de la RDC sachant que cette taille a une influence significative sur la cinétique du processus de RDC.

5.3 Modélisation de la taille de grains recristallisé

Un modèle de recristallisation dynamique est utilisé pour modéliser la taille du grain β recristallisé. Le modèle présenté ici a été mis en place et appliqué sur les alliages d'aluminium par Gourdet & Montheillet (2003). Il a été aussi validé sur l'alliage de titane Ti-17 par Pallot (2012). Le modèle tient compte des mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique : absorption des dislocations, augmentation progressive de la désorientation entre grains, formation de nouveaux grains. Notre objectif est d'utiliser ce modèle pour étudier l'évolution de la taille des grains β du TA6V lors du procédé FSW.

5.3.1 Représentation de la microstructure

D'une manière générale, la microstructure est constituée d'un agrégat de grains délimités par des joints de faible désorientation (LABs) ou de forte désorientation (HABs) (figure 5.3). Elle est caractérisée par la densité de dislocations à l'intérieur d'un grain ρ_i, la taille des grains D, la désorientation des sous-joints θ_i et la distance entre les dislocations dans les sous-joints d_i. θ_i et d_i sont reliées par la relation :

$$\theta_i = \frac{b}{d_i} \tag{5.7}$$

où b est le module du vecteur de Burgers.

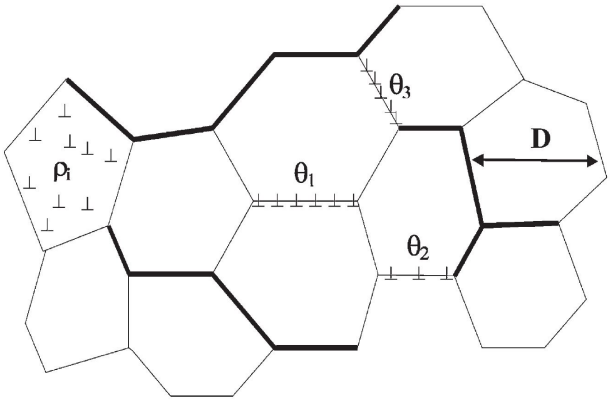


FIGURE 5.3 – Représentation schématique d'une microstructure et des variables du modèle : la taille moyenne d'un grain D, la densité de dislocation dans les sous-grains ρ_i, la désorientation des LABs θ_i, les LABs (en lignes fines) et les HABs (en lignes épaisses) [Gourdet & Montheillet (2003)].

5.3.2 Équations constitutives

Nous allons présenter les grandeurs qui servent de base à la définition de la taille de grains [Gourdet & Montheillet (2003)]. Le modèle permettra, à partir d'une microstructure initiale d'estimer la taille des grains β recristallisés définie par les grandeurs que nous allons présenter.

La surface occupée par les joints de grains par unité de volume est notée S et est reliée à D par la relation suivante :

$$S = 2/D \tag{5.8}$$

La fraction surfacique des LABs f_{LAB} est la suivante :

$$f_{LAB} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta) d\theta \tag{5.9}$$

où θ_0 est l'angle à partir duquel les LABs se forment et θ_c l'angle critique à partir duquel un LAB devient HAB. On considèrera dans le cas présent que $\theta_0 = 1^\circ$ et $\theta_c = 15^\circ$. Si f_{HAB} est la fraction surfacique des HABs, alors, $f_{HAB} = 1 - f_{LAB}$. $\varphi(\theta)$ est une fonction de distribution des LABs telle que $\varphi(\theta)d\theta$ représente la fraction surfacique des sous-joints ayant une désorientation comprise entre θ et $d\theta$.

La longueur des dislocations par unité de surface L_θ dans un sous-joint de désorientation θ

s'écrit :

$$L_\theta = \frac{n}{d} = \frac{n\theta}{b} \tag{5.10}$$

avec n le nombre de familles de dislocations. La longueur des dislocations par unité de volume dans les LABs s'écrit alors :

$$\rho_{LAB} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} L_\theta S \varphi(\theta) d\theta = \frac{2n f_{LAB} \bar{\theta}}{bD} \tag{5.11}$$

avec $\bar{\theta}$ l'angle moyen de désorientation des sous-joints :

$$\bar{\theta} = \frac{1}{f_{LAB}} \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta) \theta d\theta \tag{5.12}$$

D'une manière générale, l'évolution de la densité de dislocations pendant la déformation est le résultat d'une compétition entre les dislocations créées par l'écrouissage et celles qui sont annihilées par la restauration.

$$\frac{d\rho_i}{d\varepsilon} = \frac{d\rho_i^+}{d\varepsilon} - \frac{d\rho_i^-}{d\varepsilon} \tag{5.13}$$

Dans le modèle de Gourdet & Montheillet (2003), la loi d'évolution de la densité de dislocations pendant un incrément de déformation $d\varepsilon$ est décrite selon une loi de Lasraaoui-Jonas modifiée :

$$d\rho_i = h d\varepsilon - r\rho_i d\varepsilon - \rho_i dV \tag{5.14}$$

où h et r sont respectivement les coefficients d'écrouissage et de restauration dynamique. Cette loi suppose que pendant un incrément de déformation $d\varepsilon$, une densité de dislocation $d\rho_i^+ = h d\varepsilon$ est créée par la déformation, une densité de dislocations $d\rho_i^-(1) = r\rho_i d\varepsilon$ est supprimée par condensation en sous-joints de grains ou par absorption dans les joints existants et une densité de dislocations $d\rho_i^-(2) = \rho_i dV$ est annihilée par les dislocations situées dans le volume dV balayé par les joints de grains mobiles (figure 5.4). Pour simplifier le problème, on considère que seul les HABs sont mobiles avec une vitesse v_{HAB}. dV est alors le produit du volume de la surface des HABs par unité de volume $(2f_{HAB}/D)$ et de la distance couverte pendant un

incrément de temps dt ($v_{HAB}\frac{d\varepsilon}{\dot{\bar{\varepsilon}}}$) :

$$dV = \frac{2f_{HAB}v_{HAB}d\varepsilon}{D\dot{\bar{\varepsilon}}} \tag{5.15}$$

avec v_{HAB} la vitesse de migration des HABs et $\dot{\bar{\varepsilon}}$ la vitesse de déformation équivalente.

Une fraction α des dislocations restaurées $d\rho_i^-(1)$ forme des sous-joints de grains avec un angle θ_0, pendant que le reste $(1-\alpha)$ est absorbée par les sous-joints existants. Ces derniers sont annihilés en partie par les HABs et entraînent une augmentation de l'angle de désorientation des LABs d'un angle $d\theta$:

$$d\theta = (b/2n)(1-\alpha)r\rho_i D d\varepsilon \tag{5.16}$$

Le paramètre α est le plus influent sur la taille de grains stationnaire [Chovet *et al.* (2000)] et fera l'objet d'une étude paramétrique.

En écrivant la relation 5.16, on pose deux hypothèses simplificatrices. Premièrement, le changement de désorientation est toujours positif. Ceci est justifié si on présume que les dislocations de signes opposés migrent dans des directions opposées. Deuxièmement, on suppose que tous les sous-joints absorbent la même quantité de dislocations. Cette hypothèse est vraie pour les matériaux comme les aciers ferritiques ou l'aluminium qui présentent des déformations homogènes. Nous considèrerons que ces hypothèses sont aussi valables pour le TA6V.

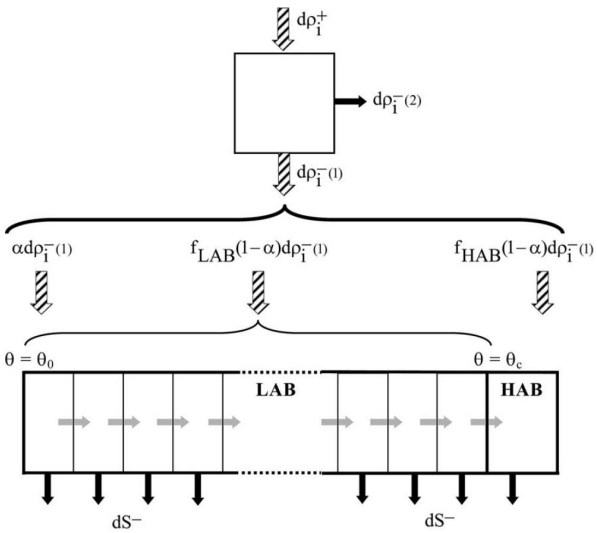


FIGURE 5.4 – Schéma montrant la distribution des dislocations dans la microstructure.

L'évolution de la surface occupée par les joints de grain par unité de volume est $dS = dS^+ - dS^-$ où dS^+ est la surface de LABs créée pendant un incrément de déformation $d\varepsilon$ avec un angle $\theta = \theta_0$ et dS^- la surface annihilée par les joints de grains mobiles.

$$dS^+ = (b/n\theta_0)\alpha r \rho_i d\varepsilon \tag{5.17}$$

$$dS^- = SdV = f_{HAB} S^2 v_{HAB} d\varepsilon / \dot{\bar{\varepsilon}} \tag{5.18}$$

La distribution des désorientations $\varphi(\theta, \varepsilon)$ évolue en fonction de la déformation. Les LABs dont la désorientation est comprise entre θ et $\theta + \delta\theta$ correspondent à une surface par unité de volume $\delta S(\theta, \varepsilon) = \varphi(\theta, \varepsilon) S(\varepsilon) \delta\theta$. La surface $\delta S(\theta, \varepsilon) dV$ associée aux joints situés dans le volume dV balayé par les joints de grains mobiles disparait. Leur nouvelle surface devient alors cette expression : $\delta S(\theta, \varepsilon)(1 - dV)/S(\varepsilon + d\varepsilon) = \varphi(\theta, \varepsilon)(1 - dV)S(\varepsilon)/S(\varepsilon + d\varepsilon)$ dont un développement limité au premier ordre en $d\varepsilon$ donne :

$$\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = [1 + (1/D)(dD/d\varepsilon)d\varepsilon - dV]\varphi(\theta, \varepsilon) \tag{5.19}$$

Les nouveaux joints de grains sont générés avec une proportion $\varphi(\theta_0, \varepsilon)$ qui vérifie la relation $\varphi(\theta_0, \varepsilon) = dS^+/S$. En utilisant respectivement les relations 5.17 et 5.16, on obtient :

$$\varphi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{\alpha}{(1 - \alpha)\theta_0} \tag{5.20}$$

En résumé, l'évolution des LABs peut être décrite comme suit : pendant un incrément de déformation $d\varepsilon$, des LABs sont générés avec un angle θ_0 (relation 5.20) pendant que la désorientation des autres LABs est incrémentée de $d\theta$ (relation 5.16). Parmi eux, certains franchissent l'angle critique θ_c et deviennent des HABs.

Les étapes permettant d'obtenir une taille de grains D à partir d'une taille de grains initiale D_{ini} après un incrément de déformation $d\varepsilon$ sont regroupées sous forme d'un algorithme que nous appellerons algorithme GM (figure 5.5).

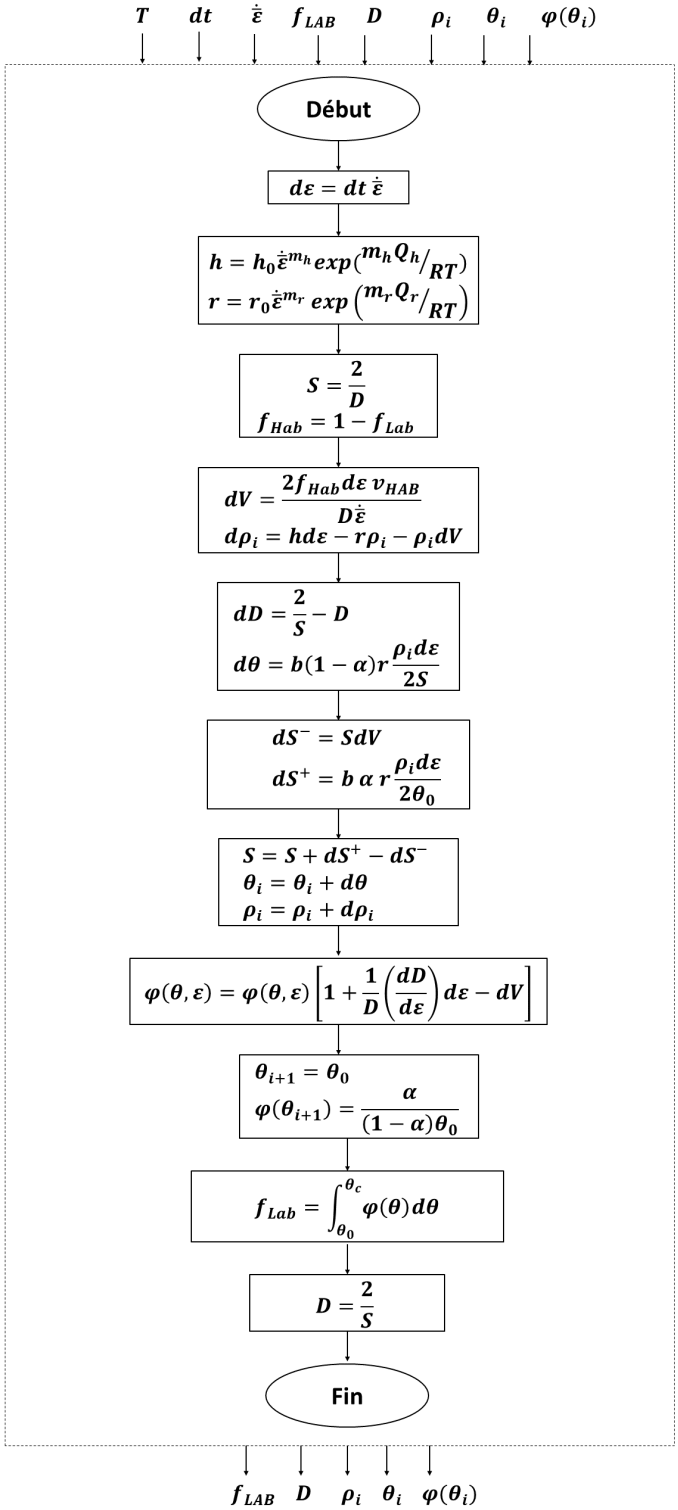


FIGURE 5.5 – Algortithme de calcul de l'évolution de la taille de grains pendant la recristallisation.

5.3.3 Application au FSW

Le modèle de RDC que nous avons présenté va maintenant être appliqué au procédé FSW. On considère que la RDC commence lorsque tous les grains α d'une particule sont transformés en grains β, c'est-à-dire lorsque la température dépasse le transus β. Avant qu'une particule sur cette ligne d'écoulement n'atteigne cette température, elle subit des déformations qui augmentent la densité de dislocations qui apparaît dans l'expression de la contrainte :

$$\sigma_0 = \alpha_0 \mu b \sqrt{\rho_i} \tag{5.21}$$

où α_0 est une constante comprise entre 0,7 et 1 et μ le module de cisaillement. Cette relation conduit à :

$$\rho_i = (\sigma_0/\alpha_0 \mu b)^2 \tag{5.22}$$

La valeur de ρ_i sera estimée en utilisant la relation 5.22 et en calculant la contrainte par le modèle analytique que nous avons proposé au chapitre 4 :

$$\sigma_0 = m_1 \bar{\varepsilon}^a (1+\bar{\varepsilon})^a (1 - m_2 tanh(\bar{\varepsilon}/\bar{\varepsilon}_{inf})) \tag{5.23}$$

La taille des grains β est supposée nulle pour les températures inférieures à 900°C et elle est donnée par la loi proposée au début de ce chapitre (relation 5.3) avant le début de la RDC . Les champs de température et de vitesse de déformation seront extraits sur les lignes d'écoulement en utilisant la méthode présentée au chapitre 4.

Les paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique h et r ont été calculés à partir des résultats des essais de torsion à chaud :

$$r = r_0 \left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_0}\right)^{-m_r} exp\left(\frac{-m_r Q_r}{RT}\right) \tag{5.24}$$

$$h = h_0 \left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_0}\right)^{m_h} exp\left(\frac{m_h Q_h}{RT}\right) \tag{5.25}$$

La vitesse de migration des joints de grains mobiles évolue en fonction de la vitesse de déformation et de la température et est estimée par la relation proposée par Pallot (2012) en

exploitant les résultats des essais de compression à chaud d'un alliage de titane.

$$v_{HAB} = v_0 T \dot{\bar{\varepsilon}}^{v_1} \tag{5.26}$$

les constantes v_0 et v_1 sont les paramètres de cette loi et sont présentées dans le tableau 5.3 Les paramètres microstructuraux employés dans la suite de ce chapitre sont présentés dans le tableau 5.3.

Tableau 5.3 – Paramètres microstructuraux employés.

h_0	m_h	Q_h	r_0	m_r	Q_r
$4,49 \times 10^{11} m/m^3$	0,21	219kJ/mol	25490	0,2	425kJ/mol
b	v_0	v_1	μ	θ_0	θ_C
$2,8610^{-10}$ m	$1,17 \times 10^{-8}$ m/s	0,65	$2,05 \times 10^{-10}$ Pa	1°	15°

Considérons une particule M située aux coordonnées (x,y,z) soumise au champs de vitesses $\overrightarrow{V}$ pendant le soudage. L'algorithme de calcul de la taille des grains β de cette particule jusqu'à sa position finale x^- est présenté à la figure 5.6.

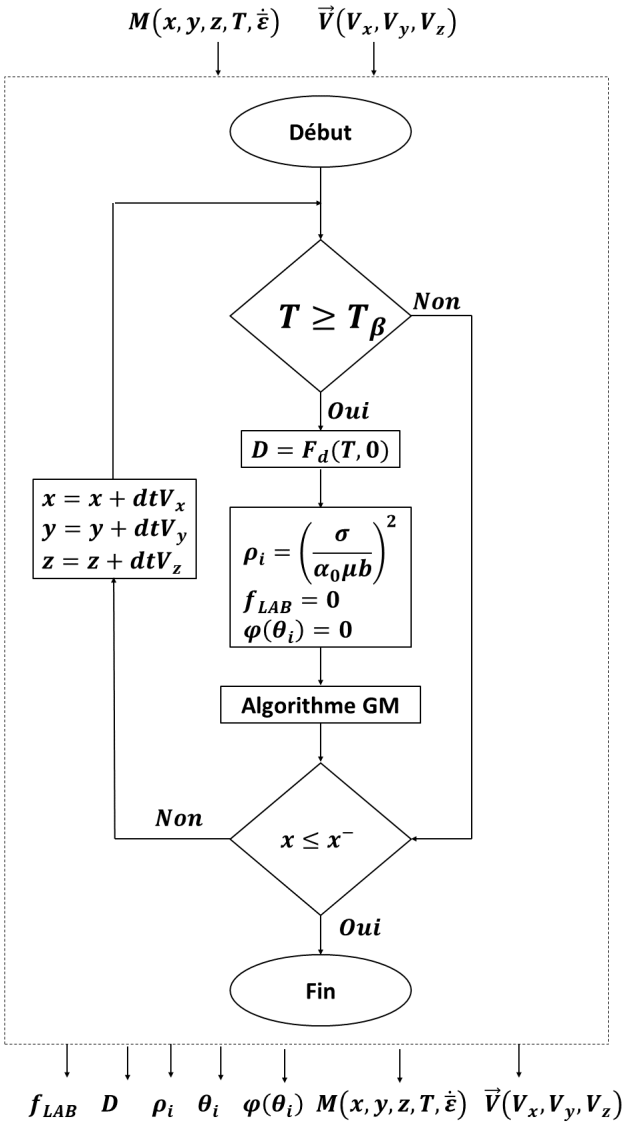
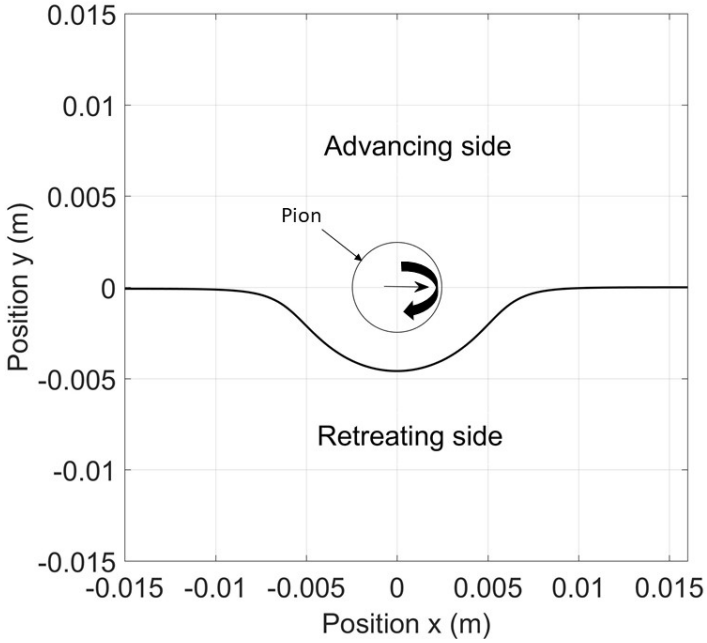


Figure 5.6 – Algorithme de calcul de l'évolution de la taille de grains.

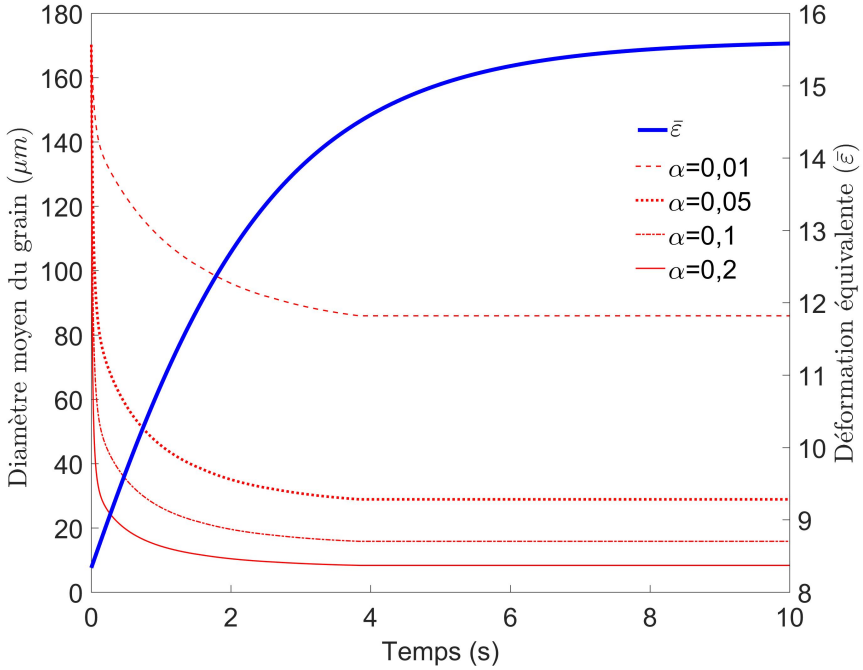
5.3.4 Résultats

Dans un premier temps, nous allons étudier l'influence du paramètre α qui caractérise la proportion de dislocations générées qui forme les nouveaux joints de grains. Ce paramètre ne peut pas être déterminé expérimentalement [Chovet *et al.* (2000)] mais peut être estimé en fonction de la taille de grains [Jacquin (2009)] ou assimilé à une constante comme l'ont fait Gourdet & Montheillet (2003) en l'estimant à 10%. La figure 5.7 présente l'évolution de la taille des grains dans une particule dont la position finale se situe 1 mm au-dessous de la surface supérieure de la pièce dans l'axe de la soudure pour différentes valeurs de α pour des conditions de soudage de 400 rpm et 50 mm/min. Le temps $t = 0s$ correspond au début de la

RDC.



(a) Ligne d'écoulement



(b) Taille de grain et déformation équivalente cumulée

FIGURE 5.7 – Évolution de la taille des grains d'une particule pour différentes valeurs de α.

Les valeurs de la taille de grains stationnaire sont présentées dans le tableau 5.4.

Tableau 5.4 – Taille de grain stationnaire pour différentes valeurs de α.

α	1%	5%	10%	20%
$D_s(\mu m)$	85,9	28,8	15,7	8,3

La taille de grains stationnaire décroît avec l'augmentation du paramètre α car, plus α est grand, plus les sous-joints sont produits par unité de surface, réduisant ainsi la taille de grains. Pour α égal à 10%, la taille de grains stationnaire est en bon accord avec les résultats expérimentaux (chapitre 3) qui est de 13 μm . Cette valeur de α sera donc utilisée dans la suite de ce chapitre.

Observons maintenant l'évolution de la taille des grains modélisée en fonction de leur position finale suivant l'épaisseur de la soudure, le repère étant placé au pied du pion (figure 5.8). On observe que plus on se rapproche de la surface supérieure des pièces, plus la taille de grains diminue (figure 5.9). Cela peut s'expliquer par la présence d'un gradient de température suivant l'épaisseur de la soudure. En effet, les particules les plus proches de la surface supérieure des pièces subissent une élévation de température plus importante à cause de leur proximité avec l'épaulement. Des résultats similaires ont été obtenus par [Yoon *et al.* (2015)] et montrent que le cycle thermomécanique peut être différent suivant l'épaisseur de la soudure.

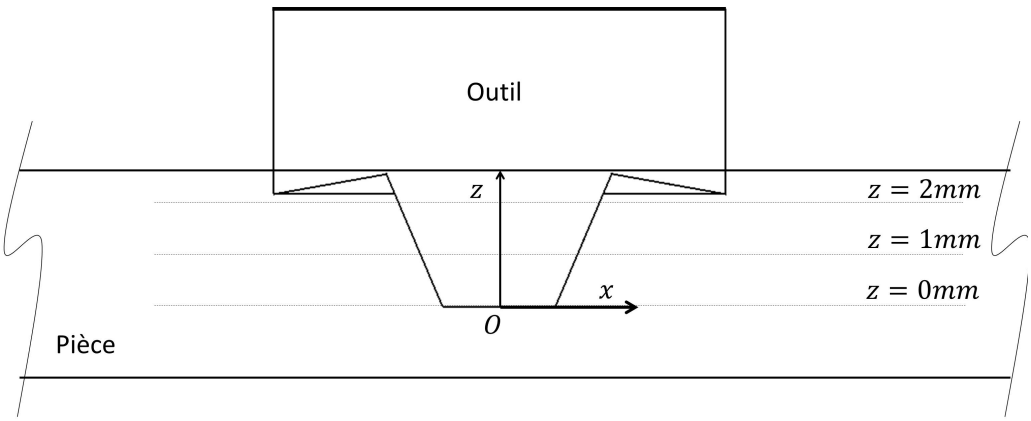
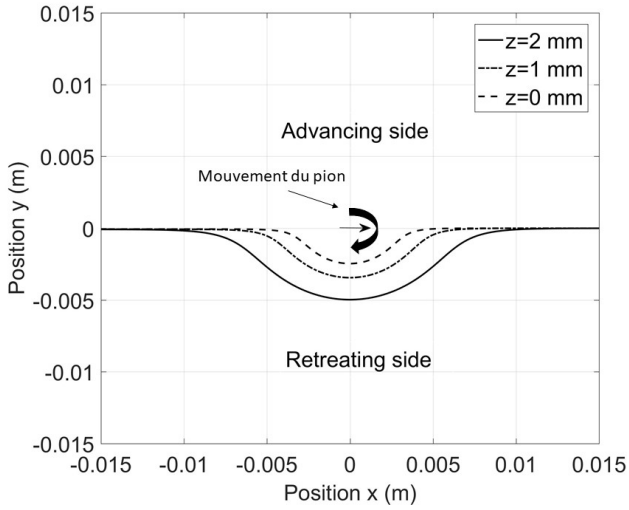
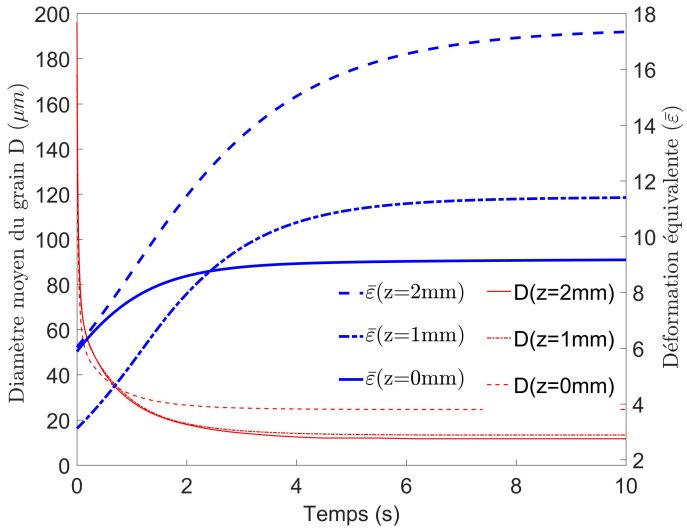


Figure 5.8 – Schéma présentant la position du repère.



(a) Lignes d'écoulement



(b) Évolution de la taille de grains et de la déformation équivalente cumulée

FIGURE 5.9 – Évolution de la taille de grains en fonction de la position finale de la particule.

La figure 5.10 montre l'évolution de la taille de grains et de la déformation cumulée pour différents paramètres du procédé (vitesse de d'avance et vitesse de rotation de l'outil). On y observe que ces paramètres opératoires n'ont pas d'influence significative sur la taille du grain modélisée comme nous l'avons montré dans l'étude expérimentale. Nous avions aussi observé que la température n'est pas très sensible aux vitesses d'avance et de rotation de l'outil choisies dans le plan d'expériences (chapitre 4). La déformation cumulée est plus sensible aux paramètres du procédé que la température, mais pas suffisamment pour influencer la taille de grains stationnaire. Il serait nécessaire d'étendre le domaine expérimental pour observer une différence.

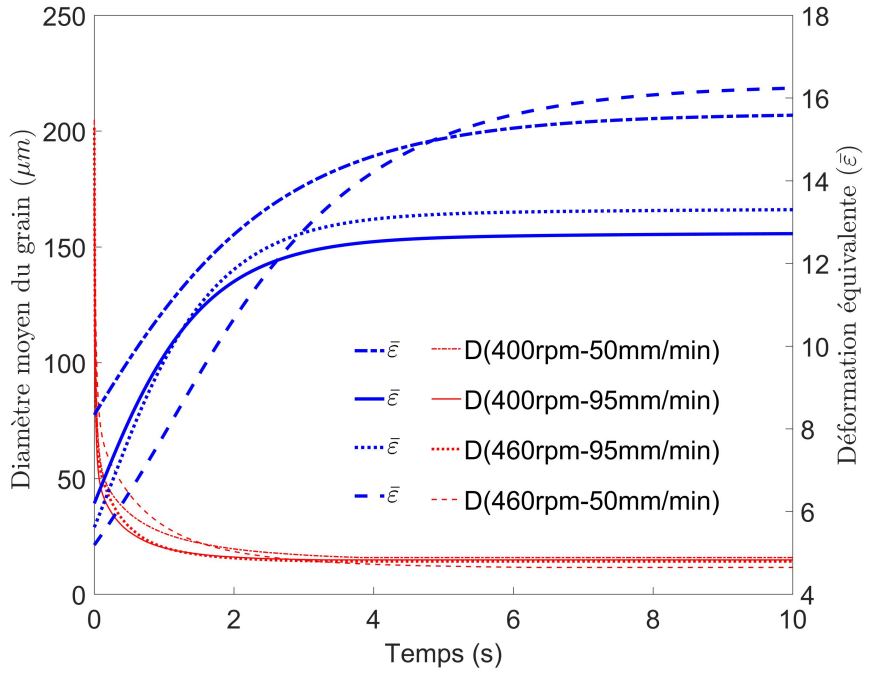


Figure 5.10 – Évolution de la taille de grains pour différentes conditions de soudage.

La taille de grains stationnaire D_s pour les paramètres du procédé de la figure 5.10 est présentée dans le tableau 5.5 et comparée aux mesures expérimentales. On observe que le modèle donne un bon ordre de grandeur de la mesure expérimentale.

Tableau 5.5 – Taille de grain stationnaire.

Vitesse de rotation	Vitesse d'avance	D_s modélisée (μm)	D_s mesurée (μm)
400 rpm	50 mm/min	15,7	13 ± 2
400 rpm	95 mm/min	14,7	14 ± 2
460 rpm	95 mm/min	14,2	16 ± 2
460 rpm	50 mm/min	11,5	15 ± 2

5.3.5 Conclusion

Nous avons exploité le modèle thermomécanique mis en place dans le présent travail pour modéliser la microstructure pendant le soudage FSW. La méthode proposée consistait à adapter le modèle de RDC de Gourdet & Montheillet (2003) au soudage FSW. La taille de grains avant le début de la RDC a été estimée par le modèle de croissance des grains β pendant un chauffage au-dessus du transus β proposé au début du chapitre. D'autres paramètres, notamment le paramètre α caractérisant la fraction de dislocations qui forme les sous-joints de grains ont été

estimés par une étude paramétrique. Néanmoins, nous avons obtenu un bon ordre de grandeur de la taille de grains stationnaire qui évolue suivant l'épaisseur de la soudure. Nous avons aussi montré que les conditions de soudage employées dans la partie expérimentale de nos travaux n'ont pas montré d'effet significatif sur la taille de grains stationnaire. Ce chapitre nous montre une application du modèle thermomécanique présenté précédemment qui pourrait servir à mettre en place d'autres modèles microstructuraux tels que la formation des phases α pendant le refroidissement.

Chapitre 6

Conclusion et perspectives

Si le procédé FSW est essentiellement utilisé pour l'assemblage d'alliages d'aluminium, l'étude bibliographique a montré qu'il pouvait être étendu à d'autres alliages, en particulier les alliages de titane, pour éviter par exemple les défauts de solidification et pour limiter l'apport d'énergie en soudant ce matériau à l'état solide. Les résultats expérimentaux de la littérature montrent dans le noyau des structures présentant des grains β transformés [Zhang *et al.* (2008)] ou une microstructure duplex [Yoon *et al.* (2015)]. L'étude des propriétés mécaniques a permis d'observer une diminution de la résistance mécanique et de l'allongement à la rupture du matériau soudé par rapport au matériau non soudé. Ces travaux de thèse nous ont permis de comprendre et de coupler les phénomènes thermomécaniques et microstructuraux pendant le soudage FSW du TA6V à partir d'approches expérimentales et numériques.

Dans la partie expérimentale, nous avons réalisé des essais d'assemblage sur des plaques de TA6V sous différentes conditions (traitements thermiques, paramètres opératoires) qui ont servi de base aux modèles que nous avons mis en place pour l'étude de l'évolution des microstructures et du comportement du matériau pendant le procédé FSW.

La méthode des plans d'expériences a été choisie pour étudier l'effet de la vitesse d'avance, de la vitesse de rotations et de la microstructure initiale sur les propriétés mécaniques et microstructurales des joints soudés par FSW. Un plan d'expériences de Taguchi à 16 lignes négligeant l'effet des interactions a été mis en place pour les essais. Ces traitements ont aussi entraîné une modification de la dureté et la résistance mécanique du matériau. Les études microstructurale et mécanique des joints soudés ont montré que la microstructure initiale et les paramètres du procédé n'ont pas d'influence significative sur la microstructure finale obtenue et les propriétés mécaniques des soudures. Cette première étape étant concluante, elle pourrait être étendue pour étudier l'influence des paramètres du procédé avec une fenêtre expérimentale plus grande :

pour cela, sachant que cette fenêtre a été choisie expérimentalement, il faut noter que son changement nécessiterait aussi le changement des autres paramètres opératoires du procédé (outil, contrôle de la machine, refroidissement, ...).

La genèse de la microstructure pendant le soudage a été identifiée et a fait l'objet d'une première publication [Tchein *et al.* (2018)] ; elle est composée de 3 étapes : transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ et croissance des grains β, recristallisation de la phase β et germination des structures de Widmanstätten à l'intérieur des grains β recristallisés.

Des essais de torsion à chaud ont été réalisés dans le domaine β du TA6V pour mettre en place des lois de comportement analytiques afin de modéliser le procédé. La contrainte stationnaire a été modélisée dans un premier temps en utilisant la loi de comportement de Zener-Hollomon. Cette loi a été modifiée pour tenir compte de l'évolution de ses paramètres en fonction de la température et de la vitesse de déformation et a donné des résultats plus proches des essais expérimentaux que la loi de Zener-Hollomon. Les zones d'écrouissage des courbes contrainte-déformation ont été modélisées par la loi de comportement de Lasraaoui-Jonas et ont permis de calculer les paramètres rhéologiques h et r du TA6V dans le domaine β qui caractérisent l'écrouissage et la restauration dynamique du matériau pendant la déformation.

Une nouvelle loi de comportement analytique tenant compte simultanément de tous les domaines des courbes contrainte-déformation (écrouissage, restauration et domaine stationnaire) a été proposée. Cette loi a été validée pour des températures comprises entre 1000 et 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre 0,01/s et 1/s et a fait l'objet d'une publication [Tchein *et al.* (2019)].

Le modèle thermomécanique mis en place par Jacquin (2009) et Tongne (2014) pour modéliser le soudage FSW des alliages d'aluminium a été adapté au TA6V pour calculer les champs thermomécaniques soumis au matériau. Les champs mécaniques ont été calculés analytiquement et ont permis d'obtenir les lignes d'écoulement similaires aux observations expérimentales. Le modèle thermique couplé au modèle mécanique mis en place a montré que la température n'est pas très sensible aux paramètres de soudage (vitesse de rotation et vitesse d'avance) choisis dans l'étude expérimentale et a de nouveau confirmé que la température dans le noyau dépasse le transus β. Les deux lois de comportement proposées dans ce travail ont été comparées à celle de Zener-Hollomon et ont montré un bon accord. La loi analytique a pu être étendue à des vitesses de déformation inférieures à 6/s et des températures supérieures à 600°C. Par contre, notre loi n'est pas représentative pour $\dot{\bar{\varepsilon}} > 6/s$ et $T < 600^{\circ}C$ et il conviendrait de la revoir pour ces valeurs de vitesse de déformation et de température.

Certains paramètres du modèle thermique comme le coefficient d'entraînement de la matière sous l'épaulement par l'outil C_p ou le coefficient d'échange thermique n'étant pas connus,

les valeurs choisies par Tongne (2014) pour l'aluminium ont été employées. Le coefficient C_p pourrait être déterminé expérimentalement par l'emploi d'un matériau traceur pour suivre le mouvement de la matière. Dans nos travaux, la transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ a été utilisée comme indicateur de température. Pour être plus précis, il serait intéressant de mesurer les champs de température pendant le soudage, même si cela reste problématique. Les thermocouples sans contact (thermocouple laser) auraient pu être une alternative, mais la température maximale qu'ils peuvent mesurer reste faible par rapport aux températures atteintes pendant le soudage FSW. Une autre solution consisterait à souder du TA6V avec une plus grande épaisseur et à insérer le thermocouple dans le noyau de soudure : celui-ci serait malaxé par l'outil, mais il pourrait néanmoins mesurer la température avant d'être endommagé.

L'histoire thermomécanique des particules a servi de base à la modélisation de l'évolution de la taille de grain pendant le soudage avec le modèle de RDC de Gourdet & Montheillet (2003), initialement développé pour les alliages d'aluminium, et que nous avons adapté au TA6V. Certains paramètres microstructuraux nécessaires à la mise en application de ce modèle n'étaient pas connus et ont fait l'objet d'une étude paramétrique. Ce modèle microstructural permet de prédire d'autres paramètres métallurgiques, notamment la densité de dislocations et l'évolution de la désorientation des joints de grains, mais les connaissances technologiques actuelles ne permettent pas de mesurer ces données in situ afin de les comparer au modèle. Néanmoins, les diagrammes de désorientations des grains β pourraient être obtenus à partir de ceux des grains α obtenus après le soudage. En effet, ces derniers ayant gardé une orientation particulière avec les grains β à haute température, on pourrait remonter à la désorientation des grains β par une méthode "inverse". De plus, un modèle de germination des grains α pourrait faire l'objet d'autres travaux de recherche. Une loi de type JMAK pourrait être adaptée au FSW pour modéliser ce phénomène et donnerait la taille des lamelles formées pendant le refroidissement des soudures, permettant ainsi de modéliser le cycle complet.

Bibliographie

Ahmad, B., Galloway, A., & Toumpis, A. 2018. Advanced numerical modelling of friction stir welded low alloy steel. *Journal of manufacturing processes*, **34**, 625–636.

Avettand-Fènoël, M., Simar, A., Shabadi, R., Taillard, R., & de Meester, B. 2014. Characterization of oxide dispersion strengthened copper based materials developed by friction stir processing. *Materials & design*, **60**, 343–357.

Aydin, H., Tutar, M., Durmuş, A., Bayram, A., & Sayaca, T. 2012. Effect of Welding Parameters on Tensile Properties and Fatigue Behavior of Friction Stir Welded 2014-T6 Aluminum Alloy. *Transactions of the indian institute of metals*, **65**(1), 21–30.

Barmouz, M., Shahi, P., & Asadi, P. 2014. Friction stir welding/processing of polymeric materials. *Pages 601–670 of : Advances in Friction-Stir Welding and Processing, Chapter 14*. Elsevier.

Baskoro, A. S., Nugroho, A. A. D., Rahayu, D., Suwarsono, Kiswanto, Gandjar, & Winarto, Winarto. 2013. Effects of Welding Parameters in Micro Friction Stir Lap Welding of Aluminum A1100. *Advanced materials research*, **789**, 356–359.

Brisset, F. 2012. *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*. EDP Sciences.

Buffa, G., Fratini, L., & Shivpuri, R. 2007. CDRX modelling in friction stir welding of AA7075-T6 aluminum alloy : Analytical approaches. *Journal of materials processing technology*, **191**(1), 356–359.

Burgers, W. G. 1934. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. *Physica*, **1**(7-12), 561–586.

Burke, J. E. 1949. Some factors affecting the rate of grain growth in metals. *Transactions of the american institute of mining engineers*, **180**, 73–91.

Bussetta, P., Dialami, N., Boman, R., Chiumenti, M., Agelet de Saracibar, C., Cervera, M., & Ponthot, J. 2014. Comparison of a Fluid and a Solid Approach for the

Numerical Simulation of Friction Stir Welding with a Non-Cylindrical Pin. *Steel research international*, **85**(6), 968–979.

Cai, J., Li, F., Liu, T., Chen, B., & He, M. 2011. Constitutive equations for elevated temperature flow stress of Ti–6Al–4V alloy considering the effect of strain. *Materials & design*, **32**(3), 1144–1151.

Campagnac, M. 1988. *Structures et propriétés mécaniques d'alliages de titane à bas transus : Ti-10v-2fe-3al et ti-10v-3cu-al.* Thèse de doctorat, Université Paris 6.

Cavaliere, P., Squillace, A., & Panella, F. 2008. Effect of welding parameters on mechanical and microstructural properties of AA6082 joints produced by friction stir welding. *Journal of materials processing technology*, **200**(1-3), 364–372.

Chovet, C., Gourdet, S., & Montheillet, F. 2000. Modelling the transition from discontinuous to continuous dynamic recrystallization with decreasing purity in aluminium. *Materials transactions, jim*, **41**(1), 109–112.

Combres, Y. 2013. Traitements thermiques des alliages de titane. *Techniques de l'ingénieur*, **base documentaire : TIB364DUO**(m1335).

Come-Dingremont, N. 1991. *Déformation à chaud et évolutions microstructurales des alliages de titane TA6V et Béta-CEZ dans le domaine Béta.* These de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.

Demonsant, J. 1996. *Comprendre et mener des plans d'expériences.* Association française de normalisation.

Dialami, N., Cervera, M., Chiumenti, M., & Agelet de Saracibar, C. 2017. A fast and accurate two-stage strategy to evaluate the effect of the pin tool profile on metal flow, torque and forces in friction stir welding. *International journal of mechanical sciences*, **122**, 215–227.

Edwards, P., & Ramulu, M. 2010a. Identification of Process Parameters for Friction Stir Welding Ti–6Al–4V. *Journal of engineering materials and technology*, **132**(3), 031006.

Edwards, P., & Ramulu, M. 2010b. Peak temperatures during friction stir welding of Ti–6Al–4V. *Science and technology of welding and joining*, **15**(6), 468–472.

Edwards, P., & Ramulu, M. 2015a. Fatigue performance of Friction Stir Welded Ti–6Al–4V subjected to various post weld heat treatment temperatures. *International journal of fatigue*, **75**, 19–27.

Edwards, P., & Ramulu, M. 2015b. Material flow during friction stir welding of Ti–6Al–4V. *Journal of materials processing technology*, **218**, 107–115.

Edwards, P., Petersen, M., Ramulu, M., & Boyer, R. 2010. Mechanical Performance of Heat Treated Ti–6Al–4V Friction Stir Welds. *Key engineering materials*, **436**, 213–221.

Elangovan, K., Balasubramanian, V., & Valliappan, M. 2008. Influences of tool pin profile and axial force on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy. *The international journal of advanced manufacturing technology*, **38**(3-4), 285–295.

Esmaily, M., Nooshin Mortazavi, S., Todehfalah, P., & Rashidi, M. 2013. Microstructural characterization and formation of α' martensite phase in Ti–6Al–4V alloy butt joints produced by friction stir and gas tungsten arc welding processes. *Materials & design*, **47**, 143–150.

Estrin, Y., & Mecking, H. 1984. A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta metallurgica*, **32**(1), 57–70.

Fan, Y., Cheng, P., Yao, Y. L., Yang, Z., & Egland, K. 2005. Effect of phase transformations on laser forming of Ti-6Al-4V alloy. *Journal of applied physics*, **98**, 013518.

Farias, A., Batalha, G. F., Prados, E. F., Magnabosco, R., & Delijaicov, S. 2013. Tool wear evaluations in friction stir processing of commercial titanium Ti–6Al–4V. *Wear*, **302**(1-2), 1327–1333.

Feulvarch, E. 2016. Modélisation numérique du procédé de soudage par friction-malaxage. *Techniques de l'ingénieur*, **base documentaire : TIB512DUO.**(bm7764).

Fields, D. S., & Backofen, W. A. 1957. Determination of strain hardening characteristics by torsion testing. *Proc. ASTM*, **57**, 1259–1272.

Frost, H. J., & Ashby, M. F. 1982. *Deformation-mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon Press.

Ghetiya, N.D., Patel, K.M., & Makvana, S.J. 2014. Determination of an optimum parametric combination using a tensile strength prediction model for friction stir welded AA8011 aluminium alloy. *International journal of manufacturing research*, **9**(3), 258.

Gil, F. J., Ginebra, M. P., Manero, J. M., & Planell, J. A. 2001. Formation of α -Widmanstätten structure : effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti–6Al–4V alloy. *Journal of alloys and compounds*, **329**(1-2), 142–152.

Gil, F. J., Aparicio, C., & Planell, J. A. 2002. Effect of oxygen content on grain growth kinetics of titanium. *Journal of materials synthesis and processing*, **10**(5), 263–266.

Goupy, J., & Creighton, L. 2006. *Introduction aux plans d'expériences.* Paris : Dunod.

Gourdet, S., & Montheillet, F. 2002. Effects of dynamic grain boundary migration during the hot compression of high stacking fault energy metals. *Acta materialia*, **50**(11), 2801–2812.

Gourdet, S., & Montheillet, F. 2003. A model of continuous dynamic recrystallization. *Acta materialia*, **51**(9), 2685–2699.

Hallberg, H., Wallin, M., & Ristinmaa, M. 2010. Modeling of continuous dynamic recrystallization in commercial-purity aluminum. *Materials science and engineering : A*, **527**(4), 1126–1134.

Hansen, P. C., Pereyra, C., & Scherer, G. 2013. *Least Squares Data Fitting with Applications.* JHU Press.

Heurtier, P., Jones, M. J., Desrayaud, C., Driver, J. H., Montheillet, F., & Allehaux, D. 2006. Mechanical and thermal modelling of friction stir welding. *Journal of materials processing technology*, **171**(3), 348–357.

Hirasawa, S., Badarinarayan, H., Okamoto, K., Tomimura, T., & Kawanami, T. 2010. Analysis of effect of tool geometry on plastic flow during friction stir spot welding using particle method. *Journal of materials processing technology*, **210**(11), 1455–1463.

Hocheid, B., Klima, A., Beauvais, C., Rapin, M., & Roux, C. 1970. Study of transformations of titanium alloy TA6V under isothermal conditions. *Memoires scientifiques de la revue de metallurgie*, **67**, p.583.

Huang, K., & Logé, R. E. 2016. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & design*, **111**, 548–574.

Infante, V., & Vidal, C. 2014. Tool and welding design. *Pages 199–240 of : Advances in Friction-Stir Welding and Processing, Chapter 5.* Elsevier.

Jacquin, D. 2009. *Modélisation de l'histoire thermomécanique des zones soudées en friction stir welding : application à la prévision des microstructures.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.

Jacquin, D., de Meester, B., Simar, A., Deloison, D., Montheillet, F., & Desrayaud, C. 2011. A simple Eulerian thermomechanical modeling of friction stir welding. *Journal of materials processing technology*, **211**, 57–65.

Jemal, N. 2011. *Contribution à la caractérisation thermique et mécanique de la zone soudée en FSW*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.

Jweeg, M. J., Takhakh, A. M., & Kareem, N. K. 2015. Comparison between friction stir welding (FSW) and friction stir processing (FSP) of AA5086 aluminium alloy. *International journal of technical research and applications*, **3**(6), 7.

Kasman, S. 2013. Multi-response optimization using the Taguchi-based grey relational analysis : a case study for dissimilar friction stir butt welding of AA6082-T6/AA5754-H111. *The international journal of advanced manufacturing technology*, **68**(1-4), 795–804.

Khanna, N., & Davim, J. P. 2015. Design-of-experiments application in machining titanium alloys for aerospace structural components. *Measurement*, **61**, 280–290.

Kherrouba, N. 2017. *Étude expérimentale et modélisation des cinétiques de transformation de phase dans un alliage de titane*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud.

Kherrouba, N., Bouabdallah, M., Badji, R., Carron, D., & Amir, M. 2016. Beta to alpha transformation kinetics and microstructure of Ti–6Al–4V alloy during continuous cooling. *Materials chemistry and physics*, **181**, 462–469.

Kiss, L. I., St-Georges, L., & Beaulieu, D. 2015. *Le soudage par friction malaxage : Principes et applications*. Montréal : Les Presses de l'Aluminium.

Kocks, U. F. 1976. Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep. *Journal of engineering materials and technology*, **98**(1), 76–85.

Koilraj, M., Sundareswaran, V., Vijayan, S., & Koteswara Rao, S. R. 2012. Friction stir welding of dissimilar aluminum alloys AA2219 to AA5083 – Optimization of process parameters using Taguchi technique. *Materials & design*, **42**, 1–7.

Krishna, G., Reddy, P. R., & Manzoor Hussain, M. G. 2015. Effect of tool tilt angle on aluminum 2014 friction stir welds. *Global journal of researches in engineering*, **14**(7), 61–70.

Kumar, S. R., Rao, V. S., & Pranesh, R. V. 2014. Effect of Welding Parameters on Macro and Microstructure of Friction Stir Welded Dissimilar Butt Joints between AA7075-T651 and AA6061-T651 Alloys. *Procedia materials science*, **5**, 1726–1735.

Le Maitre, F. 1970. Etude des transformations en refroidissement continu de l'alliage de titane TA6V. *Revue de métallurgie*, **9**, 563–574.

Liu, H. J., Zhou, L., & Liu, Q. W. 2010. Microstructural characteristics and mechanical properties of friction stir welded joints of Ti–6Al–4V titanium alloy. *Materials and design*, **31**(3), 1650–1655.

Lotfi, A. H., & Nourouzi, S. 2014. Effect of Welding Parameters on Microstructure, Thermal, and Mechanical Properties of Friction-Stir Welded Joints of AA7075-T6 Aluminum Alloy. *Metallurgical and materials transactions a*, **45**(6), 2792–2807.

McQuillan, M. K. 1963. Phase transformations in titanium and its alloys. *Metallurgical reviews*, **8**(1), 41–104.

Mironov, S., Zhang, Y., Sato, Y. S., & Kokawa, H. 2008. Development of grain structure in beta-phase field during friction stir welding of Ti–6Al–4V alloy. *Scripta materialia*, **59**(1), 27–30.

Mishra, R. S., & Mahoney, M. W. 2007. *Friction Stir Welding and Processing*. ASM International.

Momeni, A., & Abbasi, S. M. 2010. Effect of hot working on flow behavior of Ti–6Al–4V alloy in single phase and two phase regions. *Materials & design*, **31**(8), 3599–3604.

Montheillet, F. 2009. Métallurgie en mise en forme à chaud. *Technique de l'ingénieur m*, **3031**.

Montheillet, F., & Desrayaud, C. 2009. Essais rhéologiques à chaud. *Techniques de l'ingénieur*, **base documentaire : TIB476DUO.**(m3009). fre.

Montheillet, F., Pallot, L., & Piot, D. 2012. Hot Deformation and Dynamic Recrystallization of the Beta Phase in Titanium Alloys. *Materials science forum*, **706-709**, 127–134.

Murr, L. E. 2010. A Review of FSW Research on Dissimilar Metal and Alloy Systems. *Journal of materials engineering and performance*, **19**(8), 1071–1089.

Nandan, R., Lienert, T. J., & DebRoy, T. 2008. Toward reliable calculations of heat and plastic flow during friction stir welding of Ti–6Al–4V alloy. *International journal of materials research*, **99**(4), 434–444.

Neto, D. M., & Neto, P. 2013. Numerical modeling of friction stir welding process : a literature review. *The international journal of advanced manufacturing technology*, **65**(1-4), 115–126.

Niu, Q. L., Zheng, X. H., Ming, W. W., & Chen, M. 2013. Friction and Wear Performance of Titanium Alloys against Tungsten Carbide under Dry Sliding and Water Lubrication. *Tribology transactions*, **56**(1), 101–108.

Nourani, M., Milani, A. S., & Yannacopoulos, S. 2015. On experimental optimization of friction stir welding of aluminum 6061 : understanding processing-microstructure-property

relations. *The international journal of advanced manufacturing technology*, **79**(9-12), 1425–1441.

Ohmori, Y., Nakai, K., Ohtsubo, H., & Tsunofuri, M. 1994. Formation of Widmanstätten Alpha Structure in a Ti–6Al–4V Alloy. *Materials transactions, jim*, **35**(4), 238–246.

Pallot, L. 2012. *Traitements thermomecaniques de l'alliage de titane Ti-17. Etude expérimentale et modélisation de recristallisation de la phase Beta.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.

Panda, M. R., Mahapatraand, S. S., & Mohanty, C. P. 2015. Parametric Investigation of Friction Stir Welding on AA6061 Using Taguchi technique. *Materials today : Proceedings*, **2**(4-5), 2399–2406.

Papazafeiropoulos, G., Muñiz-Calvente, M., & Martínez-Pañeda, E. 2017. Abaqus2matlab : a suitable tool for finite element post-processing. *Advances in engineering software*, **105**, 9–16.

Pasta, S., & Reynolds, A. P. 2008. Residual stress effects on fatigue crack growth in a Ti–6Al–4V friction stir weld. *Fatigue & fracture of engineering materials & structures*, **31**(7), 569–580.

Pillet, M. 1997. *Les plans d'expériences par la méthode Taguchi.* es Editions d'Organisation.

Rambabu, G., Balaji Naik, D., Venkata Rao, C. H., Srinivasa Rao, K., & Madhusudan Reddy, G. 2015. Optimization of friction stir welding parameters for improved corrosion resistance of AA2219 aluminum alloy joints. *Defence technology*, **11**(4), 330–337.

Ramulu, M., Edwards, P. D., Sanders, D. G., Reynolds, A. P., & Trapp, T. 2010. Tensile properties of friction stir welded and friction stir welded-superplastically formed Ti–6Al–4V butt joints. *Materials & design*, **31**(6), 3056–3061.

Reshad Seighalani, K., Besharati Givi, M. K., Nasiri, A. M., & Bahemmat, P. 2010. Investigations on the Effects of the Tool Material, Geometry, and Tilt Angle on Friction Stir Welding of Pure Titanium. *Journal of materials engineering and performance*, **19**(7), 955–962.

Sahu, P. K., & Pal, S. 2015. Multi-response optimization of process parameters in friction stir welded AM20 magnesium alloy by Taguchi grey relational analysis. *Journal of magnesium and alloys*, **3**(1), 36–46.

Schmidt, H. B., & Hattel, J. H. 2008. Thermal modelling of friction stir welding. *Scripta materialia*, **58**(5), 332–337.

Sellars, C. M., & Tegart, W. J. 1966. La relation entre la résitance et la structure dans la déformation à chaud. *Mémoires scientifiques de la revue de métallurgie*, **68**, 731–746.

Singh, A. K., Ramachandra, C., Tavafoghi, M., & Singh, V. 1993. Structure of martensite in titanium alloy Ti-6Al-1.6Zr-3.3Mo-0.3Si. *Journal of materials science letters*, **12**(10), 697–699.

Taguchi, G., & Konishi, S. 1987. *Taguchi methods : Orthogonal arrays and linear graphs. tools for quality engineering.* American Supplier Institute Dearborn, MI.

Tchein, G. J., Jacquin, D., Coupard, D., Lacoste, E., & Girot Mata, F. 2018. Genesis of Microstructures in Friction Stir Welding of Ti–6Al–4V. *Metallurgical and materials transactions a*, **49**(6), 2113–2123.

Tchein, G. J., Jacquin, D., Aldanondo, E., Coupard, D., Gutierrez-Orrantia, E., Girot Mata, F., & Lacoste, E. 2019. Analytical modeling of hot behavior of Ti-6al-4v alloy at large strain. *Materials & design*, **161**(Jan.), 114–123.

Tehyo, M., Muangjunburee, P., Binraheem, A., Chuchom, S., & Utamarat, N. 2012. Influence of friction stir welding parameters on metallurgical and mechanical properties of dissimilar joint between semi-solid metal 356-T6 and aluminum alloys 6061-T651. *Songklanakarin journal of science and technology*, **34**(4), 415–421.

Threadgill, P. L., Leonard, A. J., Shercliff, H. R., & Withers, P. J. 2009. Friction stir welding of aluminium alloys. *International materials reviews*, **54**(2), 49–93.

Thube, R. S. 2014. Effect of Tool Pin Profile and Welding Parameters on Friction Stir Processing Zone , Tensile Properties and Micro-hardness of AA5083 Joints Produced by Friction Stir Welding. *International journal of engineering and advanced technology (ijeat)*, **3**(5), 35–40.

Tiwari, S., Chelladurai, H., & Shukla, A. K. 2014. Parametric Analysis of Friction Stir Welding. *Pages 1–6 of : 5th international & 26th all india manufacturing technology, design and research conference (aimtdr 2014)*, vol. 528. IIT Guwahati, Assam, India.

Tongne, A. 2014. *Étude expérimentale et numérique du procédé de soudage FSW (Friction Stir Welding). Analyse microstructurale et modélisation thermomécanique des conditions de contact outil/matière transitoires.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.

Tongne, A., Jahazi, M., Feulvarch, E., & Desrayaud, C. 2015. Banded structures in friction stir welded Al alloys. *Journal of materials processing technology*, **221**, 269–278.

Tongne, A., Desrayaud, C., Jahazi, M., & Feulvarch, E. 2017. On material flow in Friction Stir Welded Al alloys. *Journal of materials processing technology*, **239**, 284–296.

Trivedi, R. 1970. Growth of dendritic needles from a supercooled melt. *Acta metallurgica*, **18**(3), 287–296.

Tutunchilar, S., Haghpanahi, M., Besharati Givi, M. K., Asadi, P., & Bahemmat, P. 2012. Simulation of material flow in friction stir processing of a cast Al–Si alloy. *Materials & design*, **40**, 415–426.

Ulysse, P. 2002. Three-dimensional modeling of the friction stir-welding process. *International journal of machine tools and manufacture*, **42**(14), 1549–1557.

Welsch, G., Boyer, R., & Collings, E. W. 1993. *Materials Properties Handbook : Titanium Alloys*. ASM International.

Williams, J. C., Sommer, A. W., & Tung, P. P. 1972. The influence of oxygen concentration on the internal stress and dislocation arrangements in α titanium. *Metallurgical transactions*, **3**(11), 2979–2984.

Yoon, S., Ueji, R., & Fujii, H. 2015. Effect of rotation rate on microstructure and texture evolution during friction stir welding of Ti–6Al–4V plates. *Materials characterization*, **106**, 352–358.

Zhang, Y., Sato, Y. S., Kokawa, H., Park, S. H. C., & Hirano, S. 2008. Microstructural characteristics and mechanical properties of Ti–6Al–4V friction stir welds. *Materials science and engineering a*, **485**(1-2), 448–455.

Zhang, Y. N., Cao, X., Larose, S., & Wanjara, P. 2012. Review of tools for friction stir welding and processing. *Canadian metallurgical quarterly*, **51**(3), 250–261.

Zhou, L., Liu, H. J., Liu, P., & Liu, Q. W. 2009. The stir zone microstructure and its formation mechanism in Ti–6Al–4V friction stir welds. *Scripta materialia*, **61**(6), 596–599.

Zhou, L., Liu, H. J., & Liu, Q. W. 2010. Effect of rotation speed on microstructure and mechanical properties of Ti–6Al–4V friction stir welded joints. *Materials & design*, **31**(5), 2631–2636.