



**HAL**  
open science

# Optimisation des conditions de mise en oeuvre de la jonction Ti/Al par FSW : influences des propriétés mécaniques et métallurgiques des interfaces

Florent Picot

► **To cite this version:**

Florent Picot. Optimisation des conditions de mise en oeuvre de la jonction Ti/Al par FSW : influences des propriétés mécaniques et métallurgiques des interfaces. Matériaux. Normandie Université, 2018. Français. NNT : 2018NORMC283 . tel-02279601v1

**HAL Id: tel-02279601**

**<https://theses.hal.science/tel-02279601v1>**

Submitted on 5 Sep 2019 (v1), last revised 6 Sep 2019 (v2)

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

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



Normandie Université

## THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité CHIMIE

Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie

**Optimisation des conditions de mise en oeuvre de la jonction Ti/Al par FSW. Influences des propriétés mécaniques et métallurgiques des interfaces**

Présentée et soutenue par  
**Florent PICOT**

**Thèse soutenue publiquement le 03/12/2018  
devant le jury composé de**

|                                  |   |                    |
|----------------------------------|---|--------------------|
| Mme MARIE-NOELLE AVETTAND-FENOEL | Maître de conférences HDR, Université Lille 1 Sciences Et Technolog | Rapporteur du jury |
| M. GUILLAUME KERMOUCHE           | Professeur des universités, ENSM St Etienne                         | Rapporteur du jury |
| M. DANIEL CHATEIGNER             | Professeur des universités, Université Caen Normandie               | Membre du jury     |
| M. IVAN GUILLOT                  | Professeur des universités, université Paris-est créteil (UPEC)     | Président du jury  |
| M. BERTRAND HUNEAU               | Maître de conférences HDR, École Centrale de Nantes                 | Membre du jury     |
| M. ERIC HUG                      | Professeur des universités, Université Caen Normandie               | Directeur de thèse |

**Thèse dirigée par ERIC HUG, Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux (Caen)**



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE



---

*Le doute est la clé de toute connaissance*

---

Proverbe persan

*The darker the night, the brighter the stars*

---

Braum, *League of Legend*

# Remerciements

---

Cette thèse a été réalisée au Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux (CRISMAT) de Caen dirigé par le directeur de recherche Wilfrid PRELLIER que je souhaite remercier pour son accueil. La collaboration CRIFRE s'est déroulée avec l'entreprise Sominex dirigée par Didier COMBLE que je souhaite remercier également pour son accueil mais aussi pour sa confiance tout au long de ces trois années mouvementées.

Je souhaite remercier les membres du jury, Marie-Noëlle AVETTAND-FÉNOËL et Guillaume KERMOUCHE pour avoir accepté de rapporter mes travaux de thèse et d'apporter leur regard extérieur à mes travaux. Je remercie aussi Ivan GUILLOT, Bertrand HUNEAU et Daniel CHATEIGNER de s'être déplacé pour alimenter les discussions lors de ma soutenance.

Je tiens à remercier sincèrement mon directeur de thèse Éric HUG. Il a su m'apprendre beaucoup et développer mes compétences de scientifique métallurgiste. J'ai pu compter sur lui tout au long des trois années et il a su être toujours disponible malgré ses nombreuses obligations.

Je remercie Alain LOZACH qui a monté le projet et le sujet de thèse à SOMINEX. Merci à Thomas PARIAS, qui a repris le flambeau pour suivre mes travaux avec beaucoup de facilités. Aujourd'hui je suis sincèrement reconnaissant de la confiance que Thomas et Didier m'accordent pour prendre la responsabilité des travaux de R&D de Sominex.

Je remercie aussi les nombreuses personnes qui ont partagés mon bureau : Ludovic GROSSIN avec qui je découvre des mystères informatiques irrésolus (trous dans le disque dur, ordinateur possédé qui s'allume tout seul...). Cyril LEROY avec son calme légendaire et ses critiques cinématographiques plus que fiables. Denis BOITEL accompagné de toutes ses anecdotes historiques toujours drôles et intéressantes. Thierry PIERRE, plein d'énergie à revendre, les kilomètres parcourus à vélo ne l'épuiseront jamais! Alexandre CARIÉ pilote au permis déficient et pro des planches apéritives. Mathieu GIMER pour son grand intérêt pour le procédé et son efficacité de travail. Enfin, merci à Florent ROGER, sa curiosité et son savoir-faire ont été un plus dans la réalisation technique de ma thèse. Mes projets ont toujours réussi grâce à ses réflexions autour de mes plans à chaque fois aussi mal dessinés dans un coin de mon cahier. Je n'oublie pas de remercier Anne-Marie MORIN, Liliane AUMOND, Alain GOUEFFIC et Julien SERRAIN présents dans mon quotidien à Sominex. Merci à Noël POUPION et toutes les personnes dans l'atelier de Sominex qui ne sont pas moins importantes dans la réalisation des mes travaux.

Au laboratoire, je remercie les personnes du premier étage du CNRT Christelle HARNOIS, Christophe CIBERT, Guillaume RIQUET, Jérôme LECOURT, mais aussi ailleurs : Muriel STREBEL, Xavier LAROSE, Richard RETOUX, Stéphanie GASCOIN, Jean-Pierre BURNOUF, Éric LECOURT, Gratien CHERRIER et Marion JORE sans toutes ces personnes mes trois années auraient été moins efficaces et plus fades. Mention spéciale à la plus folle de toutes les (ex)doctorantes du CRISMAT, Elen DUVERGER-NEDELLEC.

Il y a aussi l'équipe de métallurgie Sophie EVE, Cendrine HUG, Gaël MARNIER et Oleksandr KAPIKRANYAN. Merci à Mayerling MARTINEZ pour son sourire et ses super clichés MET, à Antoine GUEYDAN pour sa très précieuse aide technique et scientifique et à Florent MOISY pour son expertise MET et ses nombreux conseils. Merci aux filles avec qui j'ai partagé le bureau : Margaux MARNIER organisatrice de soirées jeux de plateau avec Gaël MARNIER et Gwendoline FLEURIER "l'intendante du bureau" au caractère bien trempé; vous avez su toute les deux m'accueillir dans l'équipe. Merci aussi à Lucía GARCÍA DE LA CRUZ avec qui j'ai pu conserver le faible niveau d'espagnol qu'il me reste. Collègue de voyage pour les conférences uniquement si c'est un anniversaire de changement de dizaine! Merci aussi à Pauline MARTIN avec qui, parler de tout et de n'importe quoi reste intéressant et à Julie DORENLOR toujours avec le sourire et capable de travailler à son ordinateur debout. Vous avez toute les trois réussi à supporter mes nombreux "quarts d'heure de craquage".

Mon travail fait grandement partie de ma vie, mais heureusement, je n'ai pas que ça! Je n'oublie pas tous mes amis proches qui m'ont accompagné pendant cette thèse.

Merci Lucile LARDRY-MOREAU, amie d'enfance depuis la maternelle. On a partagé beaucoup de choses ensemble et aujourd'hui on garde toujours nos points communs.

Merci Yoann PELTIER et Alexia FOUQUET, l'IUT reste un bon souvenir grâce à vous. Il est compliqué de se voir régulièrement mais on en est toujours capable.

Merci à Vincent HULEUX partenaire de révisions, puis de soirées, de séance de "geekage" et de voyage. On est toujours d'aussi bonne humeur lorsque l'on se voit. Merci à Thomas VAUQUELIN, beaucoup trop grand, beaucoup trop dans le comique de répétition, mais qu'on ne voit jamais assez. Merci à Marion LE GUEN, expatriée au pays des kangourous, qui me fait toujours sourire et rire pendant nos discussions plus ou moins puérides. Merci à Maxime DEBOST, voisin de rue, de laboratoire, collègue, ami... (tu ne me lâcheras donc jamais!?). Merci à Léa CORLAY et Clémentine GOUSSARD (relectrice à ses heures perdues), les inséparables caennaises qui ont rendu la fin de l'ENSI moins amère. On ne se lassera jamais de crier *DES CHIIIIIPS!!* ou *OHÉ!?*

Je n'oublie pas Julien CHRISTOPHE et Justin LEMARCHAND, stagiaires devenus amis. J'ai pu voir le campus 2 et la fac. d'une autre façon. Merci Julien pour tes fines observations, tes talents de chasseur m'ont permis de trouver l'armurerie la plus proche de chez moi. Merci à Justin (le roi de la savane) pour tes coups de folies toujours imprévisibles. Un grand nombre de points communs, beaucoup de raisons de se parler, jamais lassé. Grâce à toi, Flers est plus intéressant depuis que je te connais, je crois... Sans vous deux, je n'aurais pas connu Florian POISSON, un lama qui a toujours une histoire folle à raconter ou des surnoms fous à donner aux gens / aux choses et Gabriel GRANGÉ, torturé perpétuel aux discussions toujours riches et aux imitations parfaites du philosophe fou ou de JCVD. Avec vous tous, on se sent bien.

Merci à toute ma famille, un retour aux sources fait toujours du bien.

Merci à mon petit frère Sylvain qui a le courage d'essayer de comprendre mes travaux.

Mention **très spéciale** à mes parents, qui ont toujours été présents. Ils m'ont encouragé et accompagné dans chacun de mes choix. Sans eux je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

|                     |   |           |
|---------------------|---|-----------|
| <b>Introduction</b> | <b>1</b>  |           |
| <b>Chapitre 1</b>   | <b>Éléments de bibliographie</b>  | <b>7</b>  |
| 1                   | Introduction . . . . .  | 8         |
| 2                   | La soudure par voie solide . . . . .                                    | 9         |
| 2.1                 | Les mécanismes communs . . . . .  | 9         |
| 2.2                 | Les principaux procédés . . . . .                                       | 9         |
| 3                   | La soudure par friction malaxage . . . . .                              | 11        |
| 3.1                 | Le procédé . . . . .  | 11        |
| 3.2                 | Qualifications de la soudure . . . . .                                  | 15        |
| 3.3                 | Les applications du procédé FSW . . . . .                               | 26        |
| 4                   | Soudabilité du titane et de l'aluminium . . . . .                       | 29        |
| 4.1                 | La soudabilité du titane . . . . .                                      | 29        |
| 4.2                 | La soudabilité de l'aluminium . . . . .                                 | 30        |
| 4.3                 | Le soudage hétérogène titane - aluminium . . . . .                      | 32        |
| 4.4                 | Le soudage hétérogène Ti - Al par FSW . . . . .                         | 34        |
| <b>Chapitre 2</b>   | <b>Caractérisations initiales et applications du procédé</b>            | <b>41</b> |
| 1                   | Caractérisations du titane et de l'aluminium à l'état initial . . . . . | 42        |
| 1.1                 | Généralités sur le titane . . . . .                                     | 43        |
| 1.2                 | Généralités sur l'aluminium . . . . .                                   | 45        |
| 1.3                 | Analyses métallographiques préliminaires des matériaux . . . . .        | 47        |
| 1.4                 | Caractérisations mécaniques à température ambiante . . . . .            | 56        |
| 1.5                 | Caractérisations mécaniques en température . . . . .                    | 61        |
| 1.6                 | Synthèse . . . . .  | 64        |
| 2                   | Méthodologie et configurations de soudage . . . . .                     | 66        |
| 2.1                 | Le soudage par transparence . . . . .                                   | 66        |
| 2.2                 | Configurations pour les différents essais . . . . .                     | 69        |
| 3                   | Essais de faisabilité . . . . .   | 73        |
| 3.1                 | Méthode de plans d'expériences appliquée . . . . .                      | 74        |
| 3.2                 | Résultats . . . . .   | 76        |
| 3.3                 | Synthèse . . . . .  | 80        |

|                   |  |            |
|-------------------|--|------------|
| <b>Chapitre 3</b> | <b>Caractérisations mécaniques et évolutions de la jonction</b>                          | <b>83</b>  |
| 1                 | Identification des conditions de soudage par un coefficient de chaleur . . . . .         | 84         |
| 2                 | Caractérisations mécaniques des jonctions soudées . . . . .                              | 85         |
| 2.1               | Traction-cisaillement . . . . .  | 85         |
| 2.2               | Flexion trois points . . . . .   | 91         |
| 2.3               | Synthèse . . . . .   | 100        |
| 3                 | Mesures thermiques pendant le FSW . . . . .  | 101        |
| 3.1               | Mesures préliminaires . . . . .  | 101        |
| 3.2               | Mesures dans l'épaisseur . . . . .   | 103        |
| 3.3               | Synthèse . . . . .   | 108        |
| 4                 | Les mécanismes impliqués pendant le soudage . . . . .                                    | 109        |
| 4.1               | Déformation de l'interface . . . . .   | 109        |
| 4.2               | Interaction chimique hétérogène à l'interface Ti/Al . . . . .                            | 116        |
| 4.3               | Modifications microstructurales . . . . .  | 127        |
| 4.4               | Synthèse . . . . .   | 139        |
| <b>Chapitre 4</b> | <b>Discussion et compléments d'étude</b>   | <b>141</b> |
| 1                 | Relations entre les propriétés mécaniques et l'évolution de l'interface soudée . . . . . | 142        |
| 2                 | Évolution microstructurale de l'aluminium . . . . .                                      | 147        |
| 2.1               | La déformation plastique sévère de l'aluminium . . . . .                                 | 147        |
| 2.2               | Réarrangement des sous-joints de grains d'aluminium . . . . .                            | 152        |
| 3                 | Comparaisons entre les couples Ti/Al et Acier Inoxydable/Al . . . . .                    | 154        |
| 3.1               | Observations de l'interface . . . . .  | 154        |
| 3.2               | Corrélation entre les propriétés mécaniques et les observations de l'interface .         | 161        |
| 3.3               | Comparaison et synthèse . . . . .  | 164        |
|                   | <b>Conclusions et perspectives</b>   | <b>167</b> |
|                   | <b>Références bibliographiques</b>   | <b>177</b> |
|                   | <b>Annexes</b>   | <b>181</b> |
|                   | <b>Liste des Tableaux</b>  | <b>199</b> |
|                   | <b>Liste des Figures</b>   | <b>203</b> |



# Liste des abréviations

---

| <b>Abréviation</b> | <b>Signification</b>                         |
|--------------------|--|
| Ac. Inox.          | Acier Inoxydable                             |
| Al1050-O           | Aluminium commercialement pur, recuit        |
| AS                 | Advancing Side (Côté Avance)                 |
| AsB                | Angular selective Backscattered electron     |
| CC                 | Cubique Centré                               |
| CFC                | Cubique à faces centrées                     |
| CLD                | Cold Lap Defect                              |
| cp-Ti              | Titane commercialement pur                   |
| CSL                | Coincidence Site Lattice                     |
| DoE                | Design of Experiment                         |
| DRX                | Diffraction des Rayons X                     |
| EBSA               | Electron BackScatter Diffraction             |
| EHF                | Effective Heat of Formation                  |
| EDS                | Energy-Dispersive Spectroscopy               |
| FSLW               | Friction Stir Lap Welding                    |
| FSP                | Friction Stir Processing                     |
| FSW                | Friction Stir Welding                        |
| GND                | Geometrically Necessary Boundary             |
| HC                 | Hexagonal Compact                            |
| HV                 | Hardness Vickers                             |
| IMC                | InterMetallic Compound                       |
| JdG                | Joint de Grains                              |
| MB                 | Matériau de Base                             |
| MEB                | Microscope Électronique à Balayage           |
| MET                | Microscope Électronique en Transmission      |
| OR                 | Onion Ring                                   |
| RS                 | Retreating Side (Côté Retrait)               |
| SAED               | Selected Area Electron Diffraction           |
| SE2                | Secondary Electons                           |
| SPD                | Severe Plastic Deformation                   |
| SZ                 | Stirred Zone                                 |
| TA                 | Température Ambiante                         |
| ThC                | ThermoCouple                                 |
| Ti-Gr.II           | Titane commercialement pure de Grade II      |
| ZAT                | Zone Affectée Thermiquement                  |
| ZATM               | Zone Affectée Thermiquement et Mécaniquement |

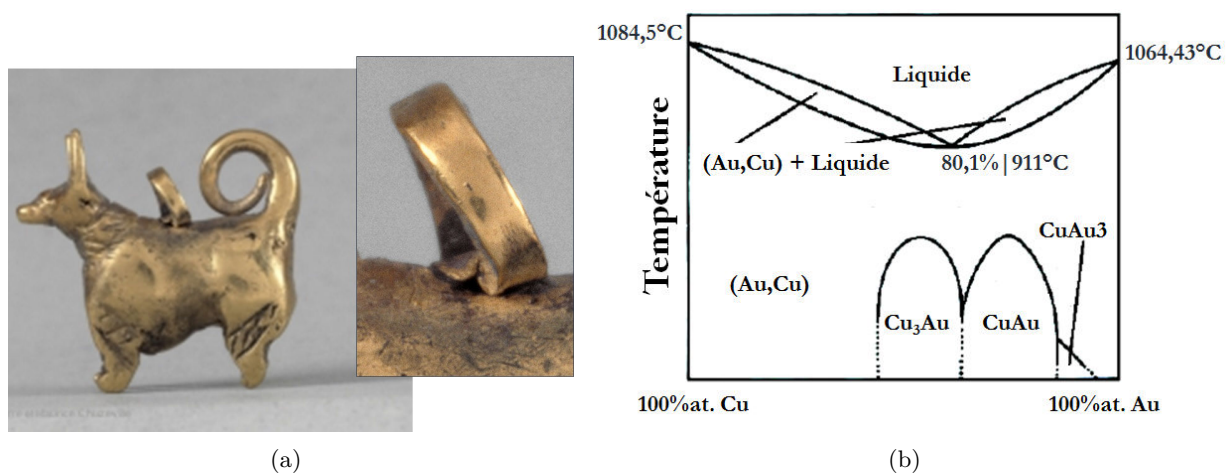


# Introduction

Le soudage est une technologie qui a marqué une avancée dans la maîtrise de la métallurgie. Le premier exemple connu de son utilisation est visible sur la figurine du "Petit chien à bélière"(Fig. 1(a)†) qui est exposé au Louvre. Ce pendentif fut retrouvé à Uruk en Mésopotamie et date de 3300–3100 avant J. C . il représente un petit chien en or avec une bélière (terme de joaillerie pour désigner un anneau de suspension) sur son dos.

*"Les techniques employées pour sa fabrication sont multiples et forment une sorte de répertoire de tout le savoir-faire de l'époque."* – Revue du Louvre, 3 :176–179, 1987.

La forme du chien a été obtenue par la méthode du moule à cire perdue puis les oreilles et la queue ont été étirées à chaud avec une pince. Le détail de la bélière soudée sur le dos de la figurine est ici le plus intéressant. Pour faire la jonction, il était nécessaire de ne pas atteindre le point de fusion de l'or pour ne pas déformer l'animal. Il a été observé que les deux parties avaient été brasées avec un alliage Au/Cu comme métal d'apport. Allier du cuivre à l'or dans une certaine proportion permet d'abaisser la température de fusion de ce dernier de 1064 °C à 911 °C. En effet, il existe un point eutectique à 911 °C au ratio atomique 80 : 20 Au/Cu (Fig. 1(b)††). Le brasage a ainsi pu être appliqué sans faire fondre le chien en or. Cela démontre la capacité à atteindre de très hautes températures supérieures à 900 °C au IV<sup>e</sup> s avant J.C. Ce bijou met en lumière les connaissances métallurgiques et la maîtrise technique de l'époque.



**Figure 1** – "Le chien à bélière". (a) Figurine du chien de 1,4 x 1,5 cm (H x L) et détails sur la jonction avec la bélière. Œuvre exposée au musée du Louvre (Aile Richelieu, Rez-de-chaussée). (b) Diagramme de phase Cu/Au.

†. [www.louvre.fr/oeuvre-notices/pendeloque-en-forme-de-chien](http://www.louvre.fr/oeuvre-notices/pendeloque-en-forme-de-chien)

††. A. C. Sparavigna : Depletion Gilding : An Ancient Method for Surface Enrichment of Gold Alloys. *Materials Science & Engineering*, 2(1) :1–8, 2016.

Les premiers bas fourneaux remontent à 2500 avant J.-C. en Afrique et les premiers vestiges soudés par forgeages retrouvés en Égypte datent de 1000 avant J.-C. En Europe d'autres bas fourneaux datent de vers 1200 avant J.-C et les premières traces de confections soudées datent de 300 – 400 avant J.-C. en Grèce. Au Moyen-Age, le forgeage a été la technique la plus couramment utilisée à l'aide de bas fourneaux capables de monter jusqu'à 1600 °C. C'est seulement à partir du XIX<sup>e</sup> siècle que le soudage contemporain a été développé grâce à l'électricité dont voici un bref historique :

**1800** : la première formation d'un arc électrique entre deux électrodes de carbone sur une batterie constitue les prémices des générateurs à arcs électriques.

**1881** : la première soudure à l'arc a été appliquée sur des plaques de plomb.

**1890** : les premiers soudages à l'arc avec une électrode et un métal d'apport sont réussis.

**1900** : la technique du soudage à l'arc est en constante amélioration (électrode enrobée, gaz de protection, . . .) tandis que le soudage par résistance est développé en Angleterre.

**1903** : le soudage aluminothermique (*thermite welding*) est mis au point et appliqué pour la première fois en Allemagne afin de souder les rails de chemins de fer.

**1919** : la société américaine du soudage (*the American Welding Society - AWS*) est créée et compte 20 membres. Le soudage par courant alternatif est inventé cette même année mais ne deviendra populaire que vers 1930.

**1956** : les premiers essais de soudage par friction sont effectués en URSS et aux USA.

**1957** : les nombreuses études sur les gaz de protection pour le soudage à l'arc permettent le développement du processus de soudage à l'arc plasma. En parallèle, le soudage par faisceau d'électron est mis au point en France pour souder d'importantes épaisseurs grâce à une forte élévation de chaleur très localisée.

**1962** : la société DuPont (USA) dépose le premier brevet du soudage par explosion.

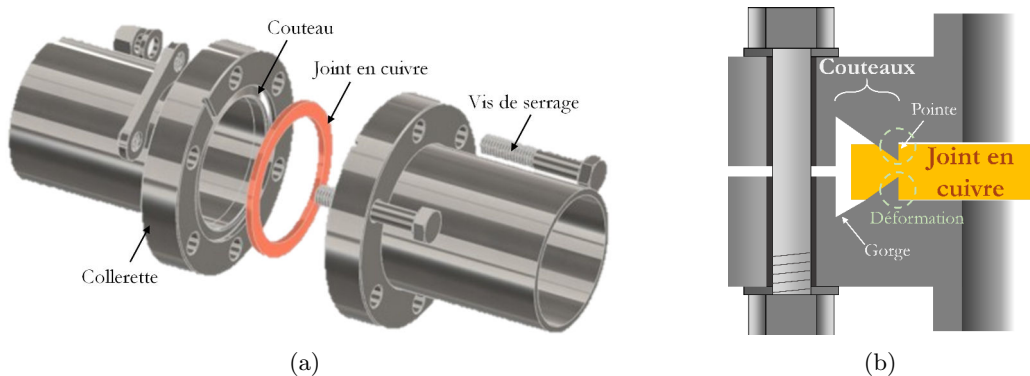
**1967** : le soudage à impulsion magnétique est utilisé en industrie.

**1991** : le brevet du soudage par friction malaxage (*Friction Stir Welding - FSW*) est déposé par Wayne Thomas à l'institut de soudure de Grande-Bretagne (*The Welding Institute - TWI*).

Depuis 2014 l'entreprise Somnex, employeur durant les trois années de travaux de cette thèse, s'est inscrite dans l'application et le développement de cette dernière technologie de soudage par friction malaxage. La problématique de soudage hétérogène entre l'acier inoxydable et les alliages d'aluminium est à l'origine du développement de cette technologie. Dans les domaines d'applications liés au vide ( $P \leq 1.10^{-3}$  mbar), seuls quelques matériaux sont couramment utilisés pour la réalisation d'enceintes à vide : l'acier inoxydable, le titane, l'aluminium, le cuivre. Ils possèdent des caractéristiques mécaniques adéquates mais surtout de bonnes propriétés pour un dégazage aisé (état de surface, solubilité avec les gaz, . . .). L'acier inoxydable austénitique est l'alliage qui compose la majorité des pièces et des chambres à vide. C'est un matériau facile à mettre en forme, à usiner et à souder.

Certains laboratoires préfèrent l'aluminium à l'acier inoxydable pour la réalisation de structures environnant le passage d'un faisceau à haute énergie. Dans certaines pratiques, une partie du faisceau peut s'arrêter sur une surface dédiée. L'énergie incidente provoque une augmentation de la température dans la zone et il est donc nécessaire de refroidir l'ensemble. L'aluminium est doté d'une bonne conductivité thermique, ce qui facilite son refroidissement. Dans le cas d'activité radioactive, l'aluminium a aussi une activité massique ( $A_m(\text{Al}) = 7,07.10^8 \text{ Bq.g}^{-1}$ ) beaucoup plus faible que le fer ( $A_m(\text{Fe}) = 1,8.10^{15} \text{ Bq.g}^{-1}$ ). Ainsi, le temps entre l'arrêt du faisceau et la possibilité d'intervenir sans être exposé à de la radioactivité est considérablement réduit.

Les alliages d'aluminium sont dotés de plus faibles propriétés mécaniques mais restent adaptés pour résister aux efforts exercés par le vide. Cela étant, les assemblages de chambres à vide doivent aussi être en alliage d'aluminium. Les brides de raccord utilisées pour l'ultravide sont les brides à couteau dites "brides CF" (Fig. 2(a)). Autour de l'ouverture se trouve un "couteau" représenté par une gorge puis une pointe (Fig. 2(b)). Les couteaux des deux brides en contact serrent un joint en cuivre ou en aluminium dont la déformation plastique assure l'étanchéité. Si la bride est entièrement en aluminium, la dureté du couteau n'est pas suffisante pour déformer le joint. Une bride bimétallique Al/Ac. Inox. est nécessaire avec la partie contenant le vide en aluminium et la collerette (couteau et emplacements des vis de serrage) en acier inoxydable. Les deux matériaux doivent alors être joints de manière étanche par soudage.



**Figure 2** – Illustrations de la bride CF. (a) Montage de brides CF (hositrad.com). (b) Vue en coupe du serrage d'un joint en cuivre dans les couteaux dans l'assemblage de deux brides CF.

Cependant, en industrie l'aluminium et ses alliages sont considérés comme insoudables avec de nombreux métaux tels que les aciers inoxydables. Le service R&D de Sominex s'est alors intéressé aux méthodes de soudage par voie solide et plus spécifiquement aux techniques capables de faire des soudures hétérogènes avec l'aluminium. Une bride bimétallique est déjà commercialisée par Atlas Technologies et le soudage est effectué par explosion. Cette méthode est peu reproductible et coûteuse.

Le soudage par friction malaxage est devenu la solution la plus adaptée à cette problématique. La température de soudage reste inférieure au point de fusion des deux matériaux, la croissance des intermétalliques est limitée et la dilatation thermique pendant le procédé est minimisée. L'interface soudée est étanche (taux de fuite inférieur à  $10^{-9}$  mbar.l/s) et mécaniquement fiable. Le processus

de FSW est reproductible et peut être automatisé pour une production de série. L'entreprise Sominex propose ces pièces (Fig. 3). Elle a acquis une maîtrise du soudage hétérogène entre les alliages d'aluminium et les aciers par FSW (F. Picot, mémoire de stage M2, ENSICAEN-UNICAEN, 2015).

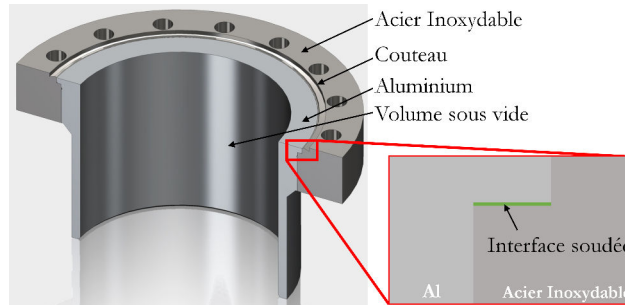


Figure 3 – Application du FSW à Sominex. Illustration de la bride bimétallique Sominex.

Plusieurs problématiques existent pour d'autres métaux joints à l'aluminium. À l'heure actuelle, la réduction du poids des structures pour le transport est au cœur des développements durables et écologiques. Il s'agit de repenser des ensembles hybrides. Chaque partie de la structure est composée du matériau optimal pour sa sollicitation. Dans ce cadre, l'aluminium et le titane sont idéaux pour les structures aéronautiques<sup>†</sup> (Fig. 4). Leur ratio poids/résistance mécanique avantageux répond aux exigences de réduction de poids et de consommation de carburant. Dans cette optique, le rivetage est une méthode d'assemblage est un apport de masse non négligeable. Le soudage sans métal d'apport est alors nécessaire. La différence de propriétés mécaniques et thermiques de ces deux matériaux complique cependant le soudage par voie liquide. La croissance d'intermétalliques continus et fragiles à l'interface est très mal contrôlée et provoque une réduction de la tenue mécanique de la jonction. Le soudage par voie solide par friction malaxage du couple titane - aluminium apporte donc une solution d'assemblage et c'est un savoir-faire que Sominex souhaite acquérir.

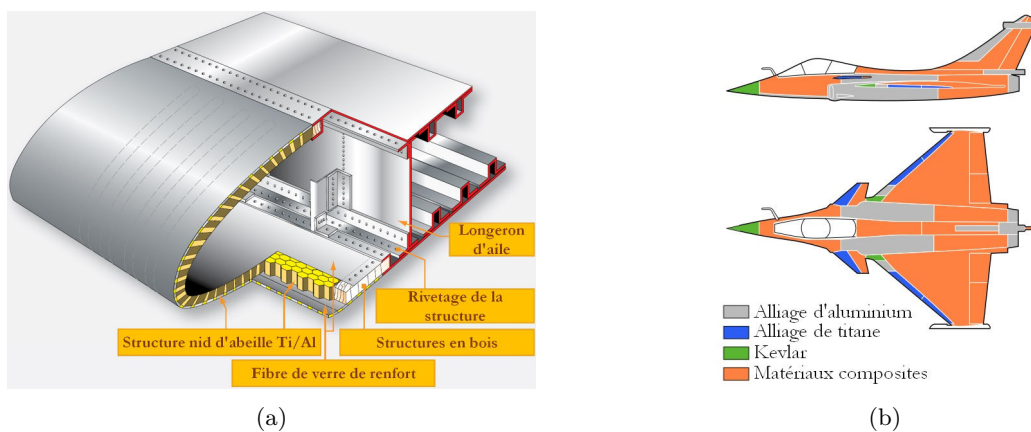


Figure 4 – Répartition du titane et de l'aluminium dans les avions. (a) Structure d'une aile d'avion. (b) Composition du Rafale de Dassault ([www.dassault-aviation.com](http://www.dassault-aviation.com)).

<sup>†</sup>. USA Federal Aviation Administration : Ch. 1 – Aircraft Structures. In *AMT Airframe Handbook*, 1 :1-1-1-48. CreateSpace Independent Publishing Platform, USA, 2012.

Ces travaux de thèse ont pour but de réussir à souder le titane à l'aluminium efficacement par friction malaxage et de comprendre les phénomènes induits. Les études se concentrent sur les matériaux purs. Cela permet de suivre les évolutions sur des modèles simples sans élément d'addition et interactions supplémentaires. Ce mémoire rapporte les travaux et les conclusions de cette étude effectuée ces trois dernières années.

Tout d'abord, ce travail entreprend un état de l'art du soudage et du couple titane - aluminium. Ce chapitre débute par la définition de la soudabilité afin de comprendre les critères nécessaires pour obtenir une soudure réussie. Le soudage en voie solide est ensuite expliqué et les mécanismes communs à toutes les techniques sont détaillés. Le soudage par friction malaxage est développé en deuxième partie et chaque phénomène est approfondi grâce à l'état de l'art. Enfin, la dernière partie bibliographique introduit les deux matériaux, leurs applications, leurs avantages et leurs limites. Cette présentation se concentre sur leur soudabilité, individuelle et mutuelle, en soudage par voie liquide et par friction malaxage.

Le second chapitre débute par la caractérisation des matériaux d'étude à l'état initial. Les mesures de tenue mécanique en température sont décrites afin de connaître le comportement des deux métaux pendant le soudage. Toutes les méthodologies appliquées au cours de cette étude sont développées pour aboutir aux essais de faisabilité par plans d'expériences.

Le chapitre 3 résume les caractérisations de la soudure et les observations des mécanismes impliqués pendant le soudage. Les cordons de soudure sont caractérisés par des essais mécaniques de traction et de flexion. L'apport de chaleur pendant le procédé est estimé et mesuré à l'aide de thermocouples positionnés dans les assemblages. Enfin toutes les évolutions métallurgiques induites pendant le procédé sont étudiées par Diffraction des Rayons X et par microscopie optique, électronique à balayage et électronique en transmission.

Le quatrième et dernier chapitre relie toutes les modifications métallurgiques aux propriétés mécaniques de la jonction et détaille certains phénomènes microstructuraux impliqués pendant le soudage. L'ensemble des résultats est confronté aux travaux précédents pour le soudage de la bride bimétallique sur le couple d'alliage Al5083/316L. Finalement, les conclusions importantes ainsi que les perspectives associées sont présentées. Des annexes concernant des calculs pour la mise en œuvre des essais de flexion, la procédure de diffusion par contact et une description de la méthode ASTAR<sup>TM</sup> complètent ce mémoire.





# 1

## ÉLÉMENTS DE BIBLIOGRAPHIE

---

- 1 Introduction**
  - 2 La soudure par voie solide**
    - 2.1 Les mécanismes communs
    - 2.2 Les principaux procédés
  - 3 La soudure par friction malaxage**
    - 3.1 Le procédé
    - 3.2 Qualifications de la soudure
    - 3.3 Les applications du procédé FSW
  - 4 Soudabilité du titane et de l'aluminium**
    - 4.1 La soudabilité du titane
    - 4.2 La soudabilité de l'aluminium
    - 4.3 Le soudage hétérogène titane - aluminium
    - 4.4 Le soudage hétérogène Ti - Al par FSW
- 

Le soudage par voie solide est un défi technologique et scientifique que l'industrie tente d'appliquer pour répondre aux besoins d'assemblages hétérogènes. Ce premier chapitre est un état de l'art de ces sujets et de leurs interrogations industrielles et scientifiques.

Une brève introduction sur le soudage par voie solide engage la première partie et cela inclut le soudage par friction malaxage (*Friction Stir Welding* — FSW).

La technique est ensuite décrite dans une deuxième partie et chacun des phénomènes étudiés dans la littérature est détaillé.

La troisième partie présente l'aluminium et le titane. Elle inscrit ainsi les enjeux, les propriétés et les problématiques associés au sujet du FSW hétérogène de ce couple. Le chapitre se conclut par un état de l'art sur la soudure Ti - Al par FSW permettant ainsi d'appréhender les résultats portés par cette thèse.

# 1 Introduction

Le soudage est une méthode d'assemblage qui, contrairement au collage, au rivetage, au sertissage ou au boulonnage, va tenter de rétablir une continuité physique et chimique de façon permanente entre les éléments à joindre. Cette technologie courante nécessite un savoir-faire et une expertise afin de comprendre les phénomènes multiples et couplés qui y sont liés. La soudure est applicable aux céramiques, aux verres, aux polymères thermoplastiques et aux métaux. Ces derniers présentent une grande aptitude intrinsèque à diffuser, les rendant plus aptes à être soudés.

Avant d'introduire le soudage par voie solide, antagoniste à la soudure par voie liquide, il est intéressant de définir des notions de soudabilité des matériaux. La soudure a pour but d'établir la continuité entre deux pièces distinctes [1]. Cela signifie former à la fois :

- une continuité physique par la formation d'une constance géométrique entre les deux pièces,
- une continuité chimique par la création de nouvelles liaisons atomiques (ou moléculaires pour les polymères),
- une continuité des propriétés issues du/des matériau(x) de base.

On qualifie un soudage comme étant homogène lorsque les matériaux à joindre et le matériau d'apport de certaines méthodes ont des propriétés physico-chimiques semblables. Dans le cas contraire la soudure est hétérogène. On peut catégoriser la notion de soudabilité en trois niveaux [1].

- **La soudabilité opératoire** : le matériau considéré est capable de former une continuité physique pendant la solidification et la diffusion. L'insoudabilité opératoire peut intervenir lors de la présence d'un composé en surface. Par exemple la présence d'une couche réfractaire et protectrice naturelle d'oxyde en surface du métal (Al ou Mg) va empêcher l'entrée en fusion et la diffusion du matériau.
- **La soudabilité locale (ou métallurgique)** : les propriétés des régions voisines de la zone de jonction des matériaux restent proches des caractéristiques initiales. Autour d'une soudure, la ZAT (Zone Affectée Thermiquement) est souvent critique car l'élévation de température entraîne des pertes de propriétés du matériau. Un exemple de problèmes liés à ce niveau de soudabilité est celui des alliages d'aluminium trempants. Ils sont composés de précipités ( $CuAl_2$  pour les alliages 2000 par exemple) qui peuvent se re-dissoudre dans la ZAT diminuant fortement les propriétés mécaniques de l'alliage.
- **La soudabilité globale (ou constructive)** : cette dernière notion tient compte du comportement des pièces soudées dans leur ensemble. L'insoudabilité globale est définie lors de l'apparition de fissures (à chaud ou à froid) ou de la présence trop importante de contraintes résiduelles. Un exemple est le comportement fragile de l'acier non austénitique.

La norme ISO 581 :2005 [2] résume ces trois définitions de soudabilité :

"Un matériau est soudable à un degré donné, par un procédé et pour un type d'application donnés, lorsqu'il se prête, moyennant les précautions correspondant à ce degré, à la réalisation d'une construction entre les éléments de laquelle il est possible d'établir la continuité métallique par la constitution de joints soudés qui, par leurs propriétés locales et les conséquences globales de leur présence, satisfont aux caractéristiques requises et choisies comme bases de jugement."

## 2 La soudure par voie solide

### 2.1 Les mécanismes communs

La soudure par voie solide rétablit la continuité décrite précédemment sans passer en phase liquide ou sans utiliser de métal d'apport. Les matériaux à joindre chauffent sans atteindre le point de fusion ( $T_{\text{procédé}} < T_f$ ). Ils conservent alors leurs propriétés initiales avec une ZAT inexistante ou très diminuée par rapport à une soudure par voie liquide. Les jonctions assemblées par ces procédés ont en commun l'implication d'un ou plusieurs des phénomènes suivants [3] :

- Une pression à l'interface : avec l'augmentation de la pression, l'interface se déforme plastiquement créant un lien étroit entre les atomes des deux surfaces en contact.
- La diffusion : l'énergie thermique et mécanique est suffisante pour augmenter la mobilité atomique. Le phénomène permet d'occuper les lacunes et les espaces interstitiels des arrangements atomiques et crée une liaison entre les deux matériaux.
- Mouvement relatif des surfaces en contact : la matière en contact peut avoir un mouvement impliquant une déformation de la surface brisant et faisant partir les oxydes en surface qui permet d'avoir un meilleur contact entre les métaux.

### 2.2 Les principaux procédés

Les principales techniques de soudure par voie solide étudiées pour les jonctions hétérogènes sont les suivantes :

**Le soudage par ultrasons :** malgré son application majoritairement dédiée aux assemblages de matériaux polymères thermoplastiques, il est aussi adéquate pour la jonction de métaux. Les ultrasons sont émis par une sonotrode à une fréquence de l'ordre de 1 *kHz* et engendrent un échauffement local. L'avantage de cette technique est qu'il existe des appareils portatifs pour un soudage par voie solide sur site [4, 5].

**Le soudage par diffusion :** le principe du soudage par diffusion est l'application d'un contact entre deux matériaux avec une pression donnée sans métal d'apport. L'ensemble chauffe jusqu'à 40 à 80 % de la température de fusion des matériaux pendant un temps donné. En soudage hétérogène, le coefficient de diffusion est plus faible et nécessite un apport thermique supplémentaire [6]. Il est alors possible de contrôler la croissance et les intermétalliques formés en régulant le temps et la température. Des études sur de nombreux couples existent dans la littérature comme Mg-Al [7], Cu-Al [8], Ti-Acier inoxydable [6] et Ti-Al [9].

**Le soudage par collision :** le soudage par explosion est le plus connu parmi cette méthodes. Il est réservé à la soudure de tôles de forte épaisseur ( $\geq 10 \text{ mm}$ ) ou de tubes en matériaux non altérables à haute température. La technique est applicable pour peu de configurations et est difficilement contrôlable qualitativement. Il faut de plus une sécurité adaptée à ce procédé. Cette méthode reste coûteuse mais fait partie des méthodes de soudage hétérogène appliquées aux couples Ti-Al, Fe-Al, Cu-Al [10,11].

Proche de cette dernière technique, il existe le soudage par impulsion magnétique. Il limite très bien la formation excessive d'intermétalliques qui se développent en soudage hétérogène. Une courte impulsion électromagnétique ( $t < 100 \mu\text{s}$ ) va propulser une pièce en une seconde grâce aux forces de Lorentz et la faire entrer en collision à une vitesse pouvant atteindre  $500 \text{ m.s}^{-1}$ . Il se produit alors une forte déformation plastique couplée à des efforts en cisaillement détruisant les oxydes de surface. Il se crée localement une élévation de température dans la zone de collision. Pendant le soudage par explosion, l'angle de collision et la vitesse sont presque constants. Avec le soudage par impulsions magnétiques, les paramètres varient continuellement. Les couples les plus étudiés sont Cu-Al [12] et Al-acier inoxydable [13].

**Le soudage par friction :** c'est le procédé qui se rapproche le plus de la friction malaxage. La chaleur pour former une liaison est générée par la combinaison d'une pression et de l'augmentation de la température par des efforts de friction. Trois paramètres pilotent la soudure par friction : la vitesse du mouvement d'oscillation ou de rotation, la pression et le temps. Cette technique est utilisée par l'industrie et permet une jonction de métaux dissemblables depuis les années 1940. Des recherches se portent autour des couples Cu-Al [14] ou Ti-Al [15] mais la formation excessive d'intermétalliques fragilise l'interface.

## 3 La soudure par friction malaxage

Le "soudage par friction malaxage" est issu d'un brevet déposé par Thomas et ses collaborateurs en 1991 [16] à la TWI (*The Welding Institute* – Royaume-Uni). Le terme français est maintenant défini [17] et la méthode est très étudiée. Il se développe même des dérivés pour ses capacités de déformation plastique sévère en Friction Stir Processing (FSP) ou pour effectuer des soudures par point en Friction Stir Spot Welding (FSSW). Quel que soit le dérivé du brevet, un outil est utilisé pour malaxer les deux matériaux et l'échauffement est dû à la friction entre les deux corps.

### 3.1 Le procédé

Le principe fondamental de la friction malaxage est l'insertion d'un troisième corps axisymétrique en rotation dans les matières à joindre pour ensuite le déplacer. Par effet tribologique entre les matériaux et l'instrument, il se crée un échauffement local rendant la zone malaxée à l'état dit *thixotropique* (état "pâteux") [18]. La zone n'est pas à l'état liquide [19, 20] mais plutôt malléable. La technique peut être assimilée à un phénomène d'extrusion contenue sous l'action d'un outil, couplé à un forgeage de la matière non malaxée selon Reynolds [21]. Le procédé se décrit en trois phases :

- **La plongée** (Fig. 1.1(a)) est l'étape où l'outil entre en rotation dans la matière qui est généralement à température ambiante. La descente s'effectue jusqu'à ce que l'épaule entre en contact avec la surface. C'est la phase la plus critique pour l'outil car les efforts opposés provenant de la matière sont les plus grands. Il est possible de piloter l'outil en position, en fonction de sa profondeur de pénétration ou en effort où la force mesurée entre l'épaule et la surface de la pièce est maintenue jusqu'à la troisième phase. Si l'outil a une mauvaise pénétration, différents défauts peuvent se former (Partie 3.2.8) et l'outil peut rompre pendant la seconde étape. Une fois la plongée terminée, l'équilibre du procédé est atteint en un temps court. Cet instant permet de stabiliser la température et les efforts que l'outil subit.
- **Le soudage** (Fig. 1.1(b)) est l'étape où les paramètres de mise en œuvre restent constants afin d'obtenir une soudure homogène. L'outil se déplace dans la matière pour souder selon le trajet défini. Le flux de matière, la température et les propriétés des matériaux autour de l'outil sont considérés comme constants pendant cette phase.
- **L'extraction** (Fig. 1.1(c)) conclut le procédé. L'outil ne se déplace plus et garde sa vitesse de rotation puis il est retiré de la matière en laissant un orifice de sortie. Dans cette zone le malaxage est incomplet. Il n'est pas finalisé par le déplacement de l'outil et est considéré comme un défaut. Il est possible d'avoir un premier aperçu du malaxage de la matrice et de la diffusion dans cette zone de sortie [22].

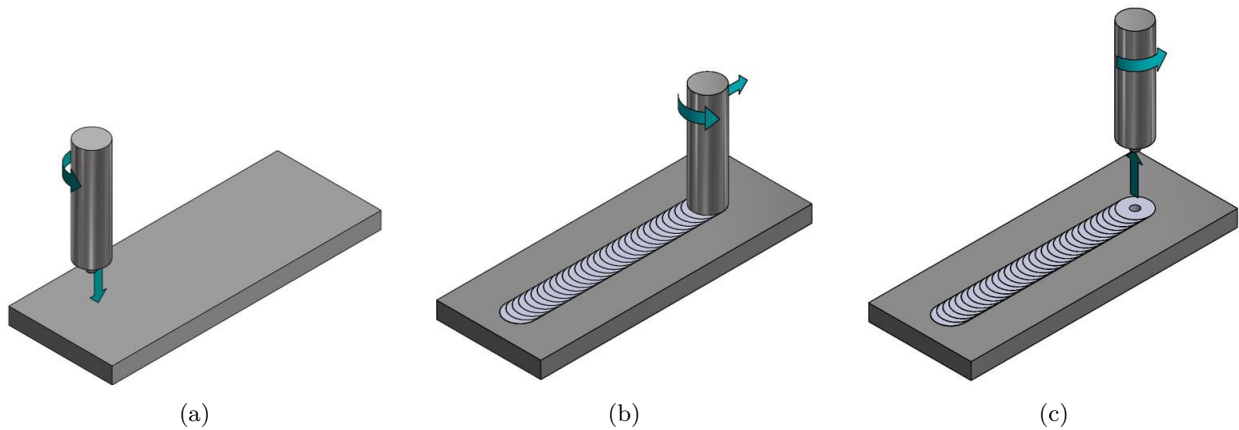


Figure 1.1 – Étapes du procédé de FSW. (a) Étape 1 : la plongée, (b) Étape 2 : le soudage, (c) Étape 3 : l'extraction.

Les efforts mécaniques subis par la pièce et l'outil pendant les trois étapes sont importants. Il est nécessaire d'installer les pièces à joindre sur une enclume pour empêcher le fléchissement des pièces et un bridage pour éviter leur déplacement (Fig. 1.2(a)).

### 3.1.1 L'outil de soudage par friction malaxage

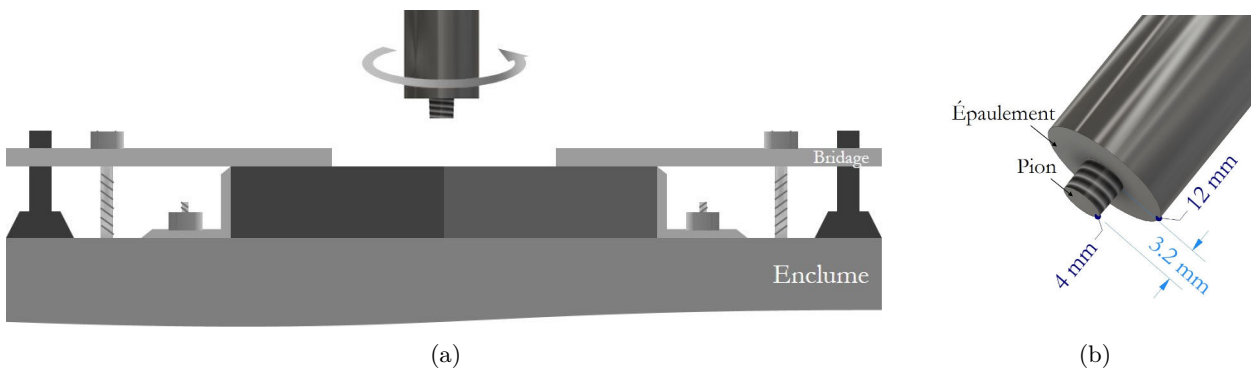


Figure 1.2 – Schémas généraux de l'application de la soudure par friction malaxage. (a) Montage pour la mise en œuvre du FSW. (b) Outil FSW avec un pion conique fileté et un épaulement plat.

L'outil est la pièce maîtresse de la méthode de soudure par FSW [23]. Il est considéré comme un semi-consommable et composé de deux parties : l'épaulement et le pion (Fig. 1.2(b)).

**L'épaulement** est la source principale de la chaleur au système par effet de frottement. C'est la zone de l'outil qui contient la matière et qui influence le flux de matière autour du pion. Souvent plat, il peut être concave, convexe avec un état de surface comme des rainures en spirales ou en cercles concentriques (Fig. 1.3).

**Le pion** est la partie venant déformer la matrice. Il influence fortement le flux de matière et c'est par son malaxage que l'interface est soudée. Il est aussi considéré comme une source secondaire d'apport de chaleur au centre de la zone du passage de l'outil. Il a pour but de permettre à la matière de s'écouler vers le bout de l'outil (en profondeur) afin d'éviter des défauts de type "tunnel" (une cavité plus ou moins continue au plus profond de la soudure). C'est ce volume d'outil qui va modifier la microstructure de la matière sur son passage et autour du cordon. Par défaut lisse et cylindrique, sa géométrie peut être travaillée suivant les matériaux soudés et les effets souhaités à son passage. Il peut être conique (évasé à la base), divisé en plusieurs formes, fileté, avec méplats ou gorges (Fig. 1.3).



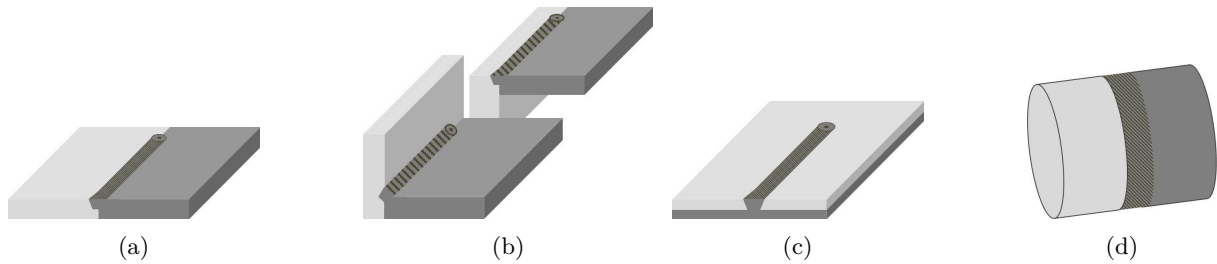
**Figure 1.3** – Exemple de géométries de pion. De gauche à droite : sans filetage, court large avec filetage et méplats, avec filetage large, filetage simple et trois méplats, avec filetage profond. L'épaulement est toujours plat et lisse.

Les propriétés de l'outil et du matériau qui le compose sont très importantes pour une bonne durabilité et une soudure idéale. Le choix de sa composition dépend du ou des matériaux à souder, de la durée de vie de l'outil souhaité. Pendant la phase de plongée, l'outil doit être très résistant. La matière étant encore à l'état solide, le pion subit les contraintes les plus fortes pendant cette phase. L'outil doit être conçu pour avoir les propriétés suivantes :

- Une contrainte maximale en compression élevée,
- Une bonne résistance au fluage,
- Une grande ténacité capable de résister aux efforts lors de la phase de plongée,
- Une composition inerte pour éviter les interactions chimiques avec les matériaux dans lesquels l'outil est en rotation,
- Une bonne capacité réfractaire de la matière,
- Une stabilité dimensionnelle élevée induisant un coefficient de dilatation thermique faible. Ceci diminue les contraintes internes entre le pion et l'épaulement pendant les cycles chaud/froid (entrée et sortie du pion),
- Une bonne usinabilité pour un usinage précis des géométries du pion ou de l'épaulement à usinage parfois de précision.

Ces propriétés sont nuancées suivant l'utilisation souhaitée et les matériaux à souder car elles impactent directement le coût de fabrication des outils pour l'application industrielle. La plupart de ces propriétés sont obtenues avec des outils en céramique pour avoir un matériau à la fois réfractaire, inerte, très résistant en compression, peu déformable avec une limite d'élasticité élevée.

### 3.1.2 Les configurations de soudure



**Figure 1.4** – Configurations possibles de soudure par friction malaxage. (a) Soudure bout à bout. (b) Soudure en "L". (c) Soudure par transparence. (d) Soudure orbitale (en bout à bout ou par transparence).

La configuration des joints soudés est limitée à des positions raisonnablement simples (Fig. 1.4) car il est nécessaire de laisser à l'outil un accès à la zone à souder. Le pion doit pénétrer entièrement dans la matière et l'épaulement doit pouvoir être en contact avec la surface. Il faut ensuite le meilleur bridage possible avec un bon positionnement sur l'enclume. Les pièces à joindre ne doivent pas subir de jeu pendant les phases de soudage et avoir un bon appui pour ne pas fléchir. Cependant il est possible de souder tout type de trajectoire.

Les configurations les plus classiques sont la soudure bout à bout (ou bord à bord) (Fig. 1.4(a)) avec plus ou moins de décalage entre l'axe de symétrie de l'outil et l'interface et la soudure par transparence (ou par recouvrement) (Fig. 1.4(c)) donnant le nom de Friction Stir Lap Welding (FSLW) où l'outil pénètre entièrement le matériau supérieur pour souder à l'interface sur une largeur équivalente au diamètre du pion.

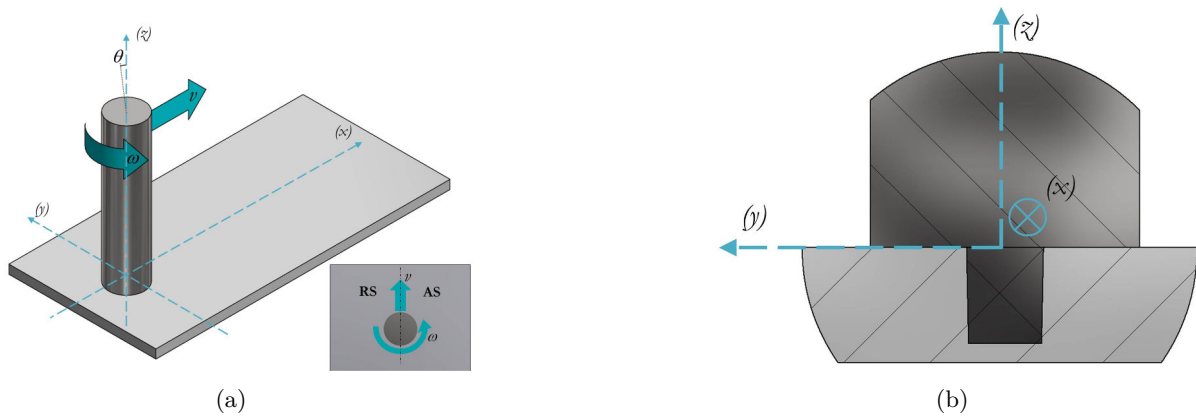
### 3.1.3 Les paramètres

Pendant la mise en œuvre il est possible de faire varier certains paramètres (Fig. 1.5(a)) pour adapter la soudure à la configuration et aux matériaux à joindre. Deux paramètres ont une très grande influence sur la qualité de la soudure :

- La vitesse de rotation (symbolisée par  $\omega$  dans ce mémoire) donnée en rpm (tour/min). Elle peut être réglée dans le sens horaire ou antihoraire suivant le mouvement de matière souhaité et un éventuel filetage.
- La vitesse de soudure (que l'on notera  $v$ ) en mm/min. C'est la vitesse de déplacement rectiligne de l'outil dans la matière.

La combinaison de ces deux paramètres régit à la fois le mouvement de matière et la chaleur apportée pendant le procédé. La rotation permet de réguler la vitesse à laquelle l'épaulement est en frottement avec la surface et définit la vitesse de mélange et de déplacement de la matière autour du pion. Le déplacement de l'outil transporte la matière de l'avant vers l'arrière achevant le processus de soudure dans la zone du passage du pion. La chaleur apportée est proportionnelle à la vitesse de rotation de l'outil tandis que plus la vitesse d'avance est grande plus la température locale est faible. La chaleur générée est majoritairement issue du frottement outil/matière mais n'a pas de proportionnalité linéaire avec  $\omega$  et  $v$ .





**Figure 1.5** – Repère des axes pendant le procédé de soudure. (a) Axes et paramètres FSW en vue isométrique avec une vue du dessus en encart, (b) axes avec vue en coupe.  
(RS : Retreating Side [fr : Côté retrait]. AS : Advancing Side [fr : Côté avance].)

Les autres paramètres permettent une optimisation de la qualité de la soudure. L'angle d'insertion entre l'axe central de l'outil et la normale à la surface est indiqué par  $\theta$  sur la Figure 1.5(a) et favorise le forgeage et le maintien de la matière autour de l'outil. Il est défini pour avoir à l'avant de l'outil un espace entre l'épaule et la surface. Un angle inférieur à  $5^\circ$  évite l'évasement ou le débordement des matériaux autour du cordon. Il aide aussi à la pénétration du pion dans la phase de plongée et referme le cordon pour éviter une fissure en surface en phase de soudage.

Il est aussi possible de réguler la température avant ou pendant le FSW. Le chauffage est souvent appliqué pour les matériaux à haut point de fusion ou à dureté élevée (acier inoxydable, titane. . .) ou pour les matériaux à coefficient de conductivité thermique élevée comme le cuivre. Un refroidissement *in situ* permet d'améliorer le contrôle de la microstructure au passage de l'outil afin de maîtriser la recristallisation ou la re-dissolution de précipités (pour les alliages d'aluminium par exemple). Dans certains cas, un refroidissement est appliqué sur l'outil pour ces mêmes raisons et pour protéger le mécanisme de la machine servant à souder.

## 3.2 Qualifications de la soudure

### 3.2.1 Le cordon de soudure

Le passage de l'outil FSW crée distinctement trois zones de matière [3]. Ces zones sont réparties de chaque côté de l'axe de symétrie de l'outil (selon  $z$ ) sur une section de l'interface perpendiculaire au trajet de soudure (Fig. 1.6). La zone centrale du passage du pion dans la matière se nomme le noyau de soudure. Cette zone subit la déformation plastique la plus sévère par l'effet de malaxage et l'élévation de température la plus grande. La forme du noyau est légèrement plus grande que la taille du pion. Elle varie en fonction de la géométrie du pion et des paramètres de soudure [21].

De chaque côté, autour du noyau se délimite la Zone Affectée Thermo-mécaniquement (ZATM). Cette région autour du cordon est affectée par l'élévation de température couplée à une déformation

plastique par effet de proximité du pion et de l'épaulement. La ZATM est ensuite encadrée par une Zone Affectée Thermiquement (ZAT). On n'observe pas de mouvement de matière mais seulement une modification métallurgique due à une élévation de la température. Enfin, en s'éloignant encore du passage du pion dans la matière, on retrouve la microstructure du matériau initial indiqué par MB (Matériau de Base) sur la Figure 1.6.

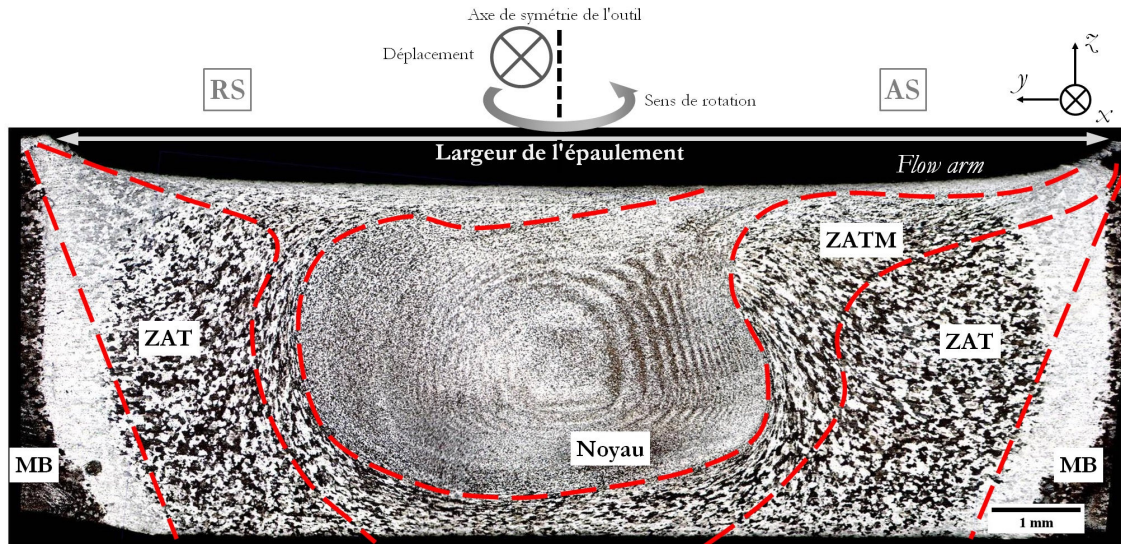


Figure 1.6 – Vue en coupe d’une soudure Al-Al par friction malaxage en bout à bout perpendiculaire au trajet de l’outil.

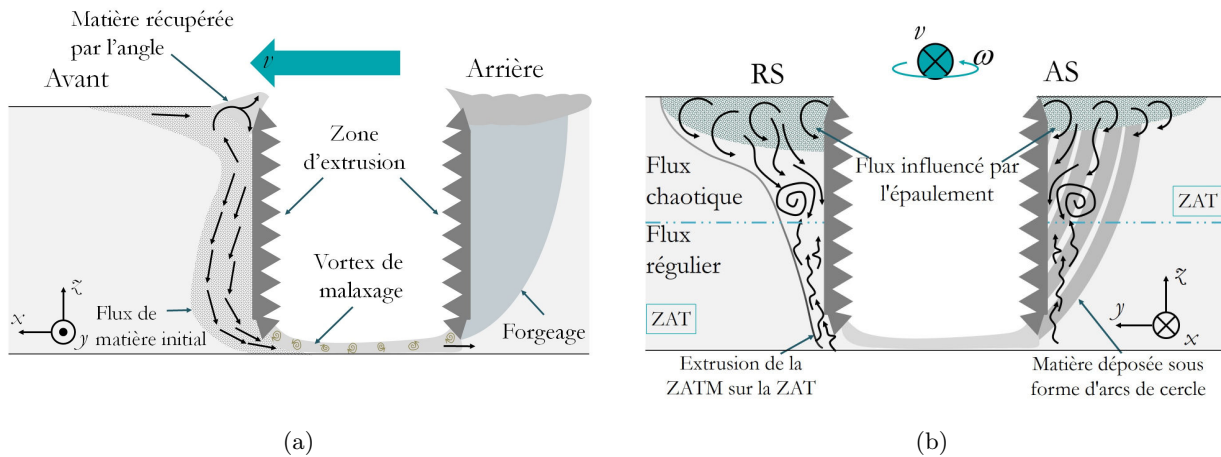
Les trois zones ne sont pas symétriques selon l’axe de l’outil. Le couplage entre le déplacement de l’outil et sa rotation crée une différence de vitesse relative entre l’outil et la matière de chaque côté du passage de l’outil. On distingue alors deux positions par rapport au sens de rotation et de déplacement de l’outil (Fig. 1.5(a)) :

- **Le côté avance**, (Advancing Side – AS) correspond au côté où le sens de rotation est similaire à celui du déplacement de l’outil.
- **Le côté retrait**, (Retreating Side – RS) est antagoniste au précédent, le sens de rotation est opposé au sens de déplacement de l’outil.

### 3.2.2 Les flux dans la zone malaxée

Les flux de matière autour de l’outil varient dans le volume. Ces phénomènes sont complexes et difficiles à observer. De nombreuses études avec différentes méthodes ont pu contribuer à la compréhension du procédé. La matière se déplace en trois dimensions et plusieurs travaux permettent de comprendre les mouvements selon chaque axe (Fig. 1.5). La Figure 1.7 tente de résumer les flux autour du pion dans le plan orthogonal à  $y$  (Fig. 1.7(a)) et le plan orthogonal à  $x$  (Fig. 1.7(b)).

Selon l'axe  $x$ , la matière malaxée se déplace dans le sens opposé à celui de l'outil d'une distance équivalente à un diamètre du pion en circulant de chaque côté de l'outil [21]. Pendant la phase de plongée, un volume de matériau est retiré. Ce manque de matière est déplacé jusqu'à la phase de retrait. Pour des mêmes paramètres  $v$  et  $\omega$ , la vitesse du flux de matière de l'avant vers l'arrière de l'outil selon le sens de déplacement est proportionnelle au diamètre du pion. Un certain volume de matière est remonté à la surface et récupéré par l'épaulement et la majeure partie descend vers le bout de l'outil. Le volume de matière passant sous le pion est brassé sous forme d'un vortex (Fig. 1.7(a)).



**Figure 1.7** – Vues des flux de matière autour du pion pendant la phase de soudage. (a) Vue orthogonale à l'axe  $y$  inspirée de la référence [24], (b) Vue orthogonale à l'axe  $x$  résumant les références [21, 25–27].

Selon l'axe  $y$  (Fig. 1.7(b)), le mouvement de la matière est inversement proportionnelle au ratio vitesse d'avance/vitesse de rotation ( $v/\omega$ ) [21]. La matrice est fortement malaxée par le pion du côté avance et semble être "déposée" pendant la translation de l'outil sous forme d'arcs. Du côté retrait, le matériau est comme extrudé contre la ZAT [25].

Selon l'axe  $z$ , plusieurs mouvements de la matière sont estimés avec différentes méthodes comme l'insertion d'une fine feuille de cuivre à l'interface (jonction bout à bout) [25], la répartition de fines particules d'acier dans de l'aluminium le long de l'axe de translation de l'outil ( $x$ ) [26], ou encore la jonction de deux alliages d'aluminium (Al2024 et Al6061) en bout à bout [27]. Il est estimé que la matière est poussée au fond de la soudure dans la zone avance et elle est déplacée vers la surface du côté retrait [21]. Le premier tiers d'épaisseur de matériau dans la hauteur du pion proche de l'épaulement est cependant principalement sous l'influence de la rotation de l'épaulement plutôt que de celle du pion [25]. Colligan [26] décrit l'ensemble divisé en deux zones selon l'axe  $z$  (Fig. 1.7(b)) :

- La zone "chaotique" est identifiée dans la première moitié en partant de la surface où il existe un mouvement aléatoire avec un déplacement général vers le fond.
- La zone "régulière" se situe dans la deuxième moitié inférieure selon  $z$  où la matière ne se déplace pas selon l'axe  $y$  mais monte légèrement vers la surface même avec un filetage du pion orienté vers le fond de la soudure.

### 3.2.3 Interactions matière/outil pendant la phase de soudage

À l'interface outil/matrice se produisent des efforts de cisaillement. La matière réagit avec l'outil de manière collante et/ou glissante. Ces interactions influencent le flux de matière [28] et l'apport de chaleur [29].

■ Efforts de cisaillement en comportement collant :

Dans ces conditions la force de cisaillement que subit la matrice proche de l'outil est supérieure à sa limite d'élasticité en cisaillement à la température donnée. La matrice est collée à la surface de l'outil et accélère pour atteindre la même vitesse de rotation. Le contact entre les deux matières n'est plus influencé par les efforts de frottement et de cisaillement mais par les lois statiques de la force de réaction à l'interface. La zone de cisaillement se situe alors dans la matrice, entre le volume collé à l'outil et le volume de matière non malaxée. Dans un cas réel, cette zone se trouve très proche de l'interface de contact outil-matière et a des dimensions proches de celles de l'outil. Le cisaillement de contact ( $\tau_{ct}$ ) est fonction de la limite d'élasticité ( $\sigma_y$ ) du matériau malaxé. Le cisaillement de contact en comportement collant est établi avec la même relation donnant la limite d'élasticité en cisaillement  $\tau_y$  selon les critères de von Mises :

$$\tau_{ct}^{col} = \tau_y = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}} \quad (1.1)$$

Même si la limite d'élasticité est fortement dépendante de la température et de la pression, le cisaillement reste constant tout au long de la soudure pendant l'étape de soudage.

■ Efforts de cisaillement en comportement glissant :

Pour cette interaction, le cisaillement est inférieur à la limite d'élasticité du matériau malaxé et il glisse sur la surface de l'outil. Il se crée alors des efforts de frottement en cisaillement ( $\tau_{frt}$ ) entre la surface de l'outil et la matrice suivant la loi de Coulomb en glissement dynamique décrit par :

$$\tau_{ct}^{gli} = \tau_{frt} = \mu p \quad (1.2)$$

où  $\mu$  est le coefficient de frottement dynamique et  $p$  la pression à l'interface.

■ Efforts de cisaillement en comportement collant-glissant :

Ce comportement est un mélange des deux précédents. La matrice a une vitesse de rotation inférieure à celle de l'outil mais atteint une vitesse suffisante pour créer un effort de cisaillement à l'interface outil/matrice proche de sa limite d'élasticité  $\tau_y$ . Il est estimé que ce comportement se rapproche de celui en FSW. L'équilibre entre les deux états varie en fonction des conditions opératoires. Un coefficient d'état de contact  $\delta$ , sans dimension, permet de connaître l'équilibre entre les deux conditions [29] :

$$\delta = \frac{V_{matrice}}{V_{outil}} = 1 - \frac{\dot{\gamma}}{V_{outil}} \quad (1.3)$$

$$\dot{\gamma} = V_{outil} - V_{matrice} \quad (1.4)$$

Avec  $\dot{\gamma}$  le taux de glissement,  $V_{matrice}$  la vitesse de la matrice à l'interface ( $\text{m.s}^{-1}$ ) et  $V_{outil}$  ( $\text{m.s}^{-1}$ ) la vitesse de rotation de l'outil relative au diamètre ( $2r$ ) de l'outil ( $\omega \times r$ ). Pour  $r$  placé sur le bord du pion ( $r = R_{pion}$ ), la vitesse relative est plus faible que sur le bord extérieur de l'épaulement ( $r = R_{épaulement}$ ). Il est possible d'admettre que l'état de contact est constant pendant toute la phase de soudage où les conditions (pression, température) et les paramètres sont constants.  $\delta$  varie alors entre 0 et 1 où  $\delta = 1$  est un comportement collant et  $\delta = 0$  est un comportement glissant (Tableau 1.1).

**Tableau 1.1** – Conditions d'état de contact  $\delta$  entre la matrice et l'outil FSW pendant l'étape de soudage.

| Condition de contact | Vitesse de la matrice             | Cisaillement             | État de contact  |
|----------------------|-----------------------------------|--------------------------|------------------|
| Collant              | $V_{matrice} = V_{outil}^\dagger$ | $\tau_{frt} > \tau_y$    | $\delta = 1$     |
| Collant-Glissant     | $V_{matrice} < V_{outil}$         | $\tau_{frt} \geq \tau_y$ | $0 < \delta < 1$ |
| Glissant             | $V_{matrice} = 0$                 | $\tau_{frt} < \tau_y$    | $\delta = 0$     |

$^\dagger V_{outil} = \omega \times r$

### 3.2.4 Flux thermique issu de l'interaction outil/matière

Pendant le soudage, la chaleur est principalement générée par le frottement de l'outil avec la matière de la ZATM et par déformation plastique de la matrice. Dans la composante d'échauffement par frottement, la source principale est le frottement matrice/épaulement. La contribution tribologique du pion est estimée à hauteur de seulement 20% [29, 30]. À l'exception de l'étape de pénétration et de retrait, l'énergie thermique apportée reste relativement constante si les paramètres de vitesse de rotation  $\omega$  et de vitesse d'avance  $v$  de l'outil sont constants [31]. La vitesse de rotation relative est fonction du diamètre de l'épaulement. En augmentant le diamètre et/ou la vitesse de rotation et/ou en diminuant la vitesse de déplacement, la génération de chaleur est accrue. La variation de la température locale de la soudure est proportionnelle au ratio  $\omega/v$ . Arbergast et Hartley [32], complété par Mishra *et al.* [33] et Ghazi *et al.* [34] établissent une formule pour estimer une température de soudage de l'aluminium

$$\frac{T}{T_f} = K \left( \frac{\omega^2}{v} \right)^\alpha \quad (1.5)$$

$\alpha$  est un coefficient compris entre 0,04 et 0,06.  $K$  est une constante d'une valeur établie entre 0,65 et 0,75,  $T_f$  est la température de fusion du matériau en contact avec l'épaulement de l'outil.

Schmidt *et al.* [29] estiment plutôt un flux de chaleur généré pendant la soudure en prenant en compte la taille de l'outil et les conditions de contact à l'interface outil/matrice (matière malaxée). Les dimensions de l'outil donnent le volume de la matrice sollicitée en cisaillement qui va différer suivant les conditions collantes ou glissantes. Dans le cas d'épaulement plat, la chaleur générée  $Q_{tot}$  est calculée à partir de

$$Q_{Tot} = \frac{2}{3}\pi\omega\tau_{ct} \left[ \left( R_{\dot{E}p}^3 - R_{pion}^3 \right) \times (1 + \tan(\alpha)) + R_{pion}^3 + 3R_{pion}^2 H_{pion} \right] \quad (1.6)$$

$\tau_{ct}$ , la contrainte de cisaillement, est calculée suivant les conditions de contact. Les dimensions  $R_{pion}$  et  $R_{\dot{E}p}$  sont les rayons respectifs du pion et de l'épaulement,  $H_{pion}$  est la longueur du pion et  $\alpha$  représente l'angle entre le pion et l'épaulement.

Pendant le FSW, les conditions matière/outil à l'interface sont mixtes avec une influence de la composante glissante (Éq. 1.2) et de la composante collante (Éq. 1.1) pondérées par le coefficient d'état de contact  $\delta$  considéré constant pendant la phase de soudage (Tableau 1.1) :

$$\begin{aligned} Q_{mix} &= \delta Q_{col} + (1 - \delta) Q_{glis} \\ &= \frac{2}{3}\pi [\delta\tau_y + (1 - \delta)\mu p] \times \omega \left[ \left( R_{\dot{E}p}^3 - R_{pion}^3 \right) \cdot (1 + \tan(\alpha)) + R_{pion}^3 + 3R_{pion}^2 H_{pion} \right] \end{aligned} \quad (1.7)$$

Les modèles ont été validés expérimentalement sur la soudure d'alliage d'aluminium 2024-T3 avec une vitesse de rotation de 400 rpm, à une vitesse de soudure de 120 mm.min<sup>-1</sup> pour un angle de pénétration de 1° [29].

### 3.2.5 Méthode de calcul d'un coefficient d'apport de chaleur $Q^*$

La méthode d'estimation de Schmidt et collaborateurs [29] est une méthode efficace mais nécessite beaucoup de matériel de mesure *in situ*. D'autres méthodes de calculs permettent d'estimer un apport de chaleur pendant la soudure grâce aux paramètres de soudage et aux dimensions principales.

Roy *et al.* [30] estiment un coefficient sans unité par la méthode d'analyse dimensionnelle développée par Buckingham.

$$Q^* = \sigma_y^{80\%} A f \frac{C_P}{k} \times \frac{\omega}{v^2} \quad (1.8)$$

Ce coefficient d'apport de chaleur est dépendant des propriétés thermiques de l'outil et des propriétés physiques et thermiques du matériau en contact avec l'outil  $\sigma_y^{80\%}$ ,  $A$  et  $f$  sont reliés à la chaleur apportée à la pièce par unité de longueur pendant la soudure.  $A$  représente la surface de l'épaulement car la majorité de l'échauffement provient du frottement de cette aire ( $A = \pi (R_{\dot{E}p}^2 - R_{pion}^2)$ ). La limite d'élasticité  $\sigma_y$  est dépendante de la température. Il est choisi alors  $\sigma_y$  à 80% de la température de *solidus* ( $T_S$ ) afin d'estimer au maximum la déformation plastique de la zone malaxée sans dépasser la température de fusion.  $f$  est le ratio de chaleur générée pendant le procédé dans le matériau et diffusé dans l'outil

$$f = \frac{[(k\rho C_P)_{matériaux}]^{1/2}}{[(k\rho C_P)_{outil}]^{1/2}} \quad (1.9)$$

Il est dépendant de la température et les termes sont choisis à une température moyenne

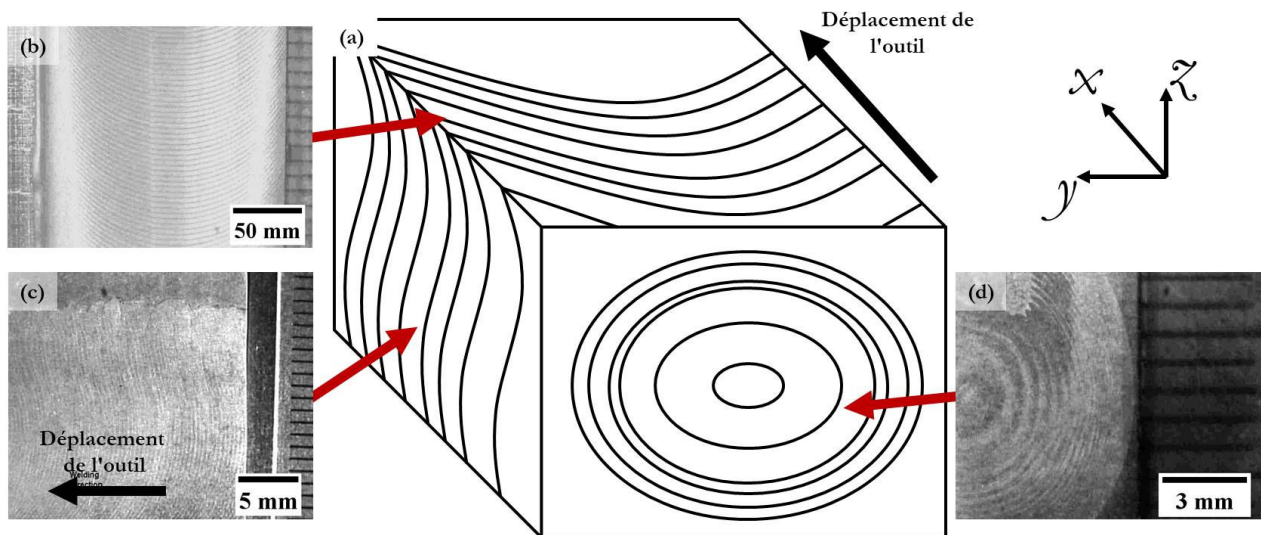
$$\bar{T} = 0,5 \times (T_S + T_{ini}) \quad (1.10)$$

avec  $T_{ini}$  la température du matériau avant la phase de pénétration de l'outil dans les étapes de soudage. Ce facteur  $f$  a été établi par la méthode de transfert de chaleur à partir d'une source 1D à l'interface outil/matériau [35].  $k$  est la conductivité thermique du matériau malaxé et  $C_P$  la chaleur spécifique, ils représentent les propriétés thermiques des matériaux.

Ainsi, le coefficient  $Q^*$  est applicable sur une large gamme de paramètres de soudage ( $\omega$  et  $v$ ) et avec tous les alliages soudés en FSW. Cette estimation a pu être vérifiée par l'application expérimentale en utilisant un outil en carbure de tungstène sur différents alliages en configuration bout à bout : Al6061, acier 1018C-Mn, acier inoxydable 304L pour dans un second temps estimer le pic de température du procédé  $T^* = 0,131 \times \ln(Q^* + 0,196)$  pour ces cas.

### 3.2.6 Flux de malaxage périodique et concentrique

Dans le noyau apparaissent des formes concentriques de matière malaxée et repoussée par le pion sur la ZAT (Fig. 1.8), communément appelées *Onion-Rings* (ORs) [36]. Dans le plan ( $yz$ ) on observe des cercles concentriques. Dans le plan ( $xz$ ) se dessinent des lignes courbes. Sur la surface, équivalent au plan ( $xy$ ) se forment des demis-cercles caractéristiques de la surface d'un cordon de soudure de FSW. Ces tracés sont moins discernables avec l'augmentation de la vitesse de rotation [37].

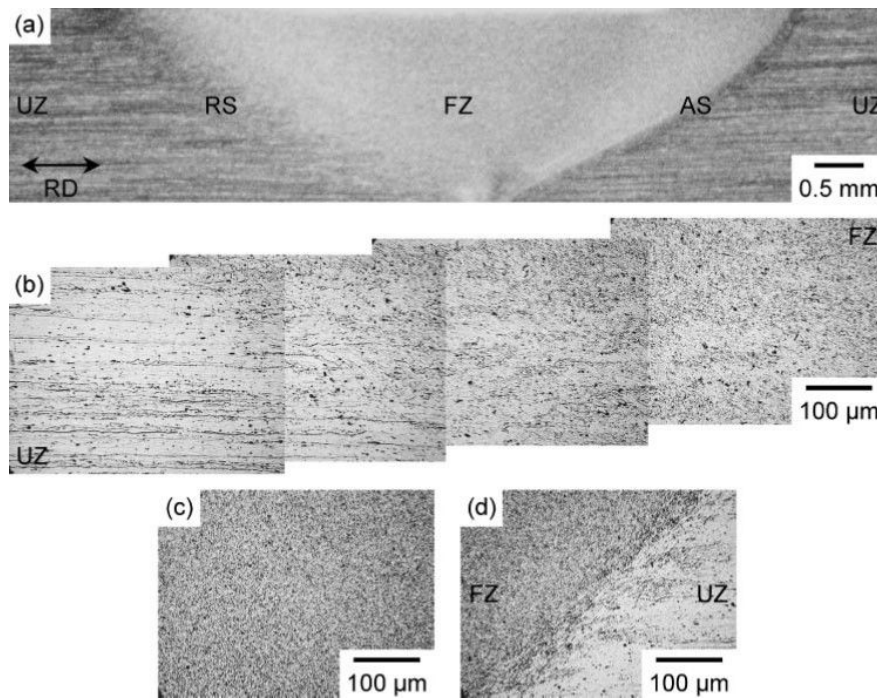


**Figure 1.8** – Illustration des cercles concentriques de matière *onion-rings* [36]. (a) Schéma en 3D. (b) Observation dans le plan ( $xy$ ). (c) Observation dans le plan ( $xz$ ). (d) Observation dans le plan ( $yz$ ).

Les ORs sont une conséquence de l'extrusion de la matière "déposée" à l'arrière de l'outil côté retrait pendant son déplacement [36].

### 3.2.7 Modification de la taille de grains

Le malaxage avec l'outil FSW entre dans la catégorie des techniques de déformations plastiques sévères (*Severe Plastic Deformation* – SPD) pour obtenir une microstructure à grains ultra-fins. C'est une technologie qui peut donc être une alternative à l'*Equal-Channel Angular Pressing* (ECAP), le *High Pressure Torsion* (HPT), l'*Accumulative Roll Bounding* (ARB). Lorsque la technique de FSW est uniquement dédiée à la réduction de la taille de grains, elle est nommée *Friction Stir Processing* (FSP) [33, 38]. Ces méthodes ont pour but principal d'induire une augmentation de la dureté [39] et une modification des propriétés mécaniques du matériau à faible température de procédé [40, 41]. Une forte modification de la taille de grain est observée entre la zone de l'état initial et la zone malaxée. Il y a cependant une différence de transition entre les deux zones suivant le côté du pion due aux différences de flux de matière (Fig. 1.9). Dans la zone RS la transition est graduelle tandis que dans la zone AS la transition est brutale [39]. Il est communément admis dans la grande majorité des études de FSP qu'il se déroule une recristallisation dynamique pendant le procédé [33, 39, 42–45]. Pour le cas de l'aluminium, quel que soit le traitement initial du matériau, la zone malaxée a une taille de grain diminuée [46]. La microstructure des grains adopte une forme équiaxe et atteint une taille sub-micrométrique.



**Figure 1.9** – Illustrations des différences de transition de taille de grain [39]. (a) Vue d'une section par FSP d'un aluminium 1050-O. (b) Détails sur la transition graduelle sur la zone RS. (c) Détails sur le noyau. (d) Détails sur la transition brutale de la zone AS (FZ = Friction stir-processed Zone, UZ = Unprocessed Zone).

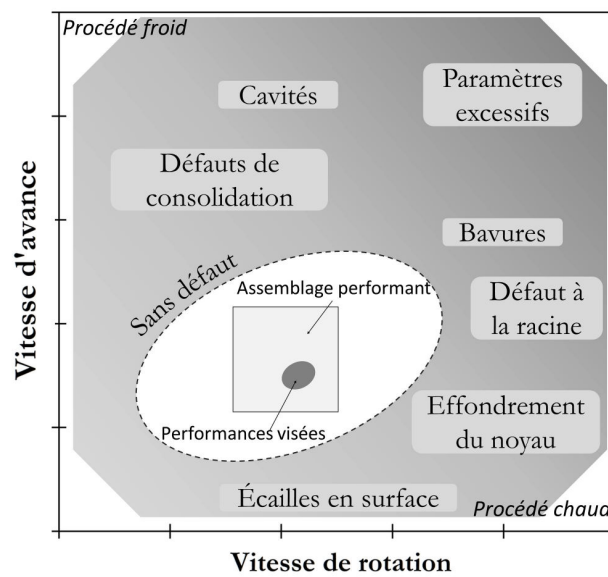
Dans un matériau laminé à froid avec une forte densité de dislocations, cette valeur va être diminuée sur le trajet de l'outil. A l'inverse pour un matériau recuit pourvu d'une faible densité de dislocations le passage de l'outil va augmenter cette valeur. Encore aujourd'hui peu comprise, la diminution de la taille de grains en FSW/P est présentée comme un ensemble de mécanismes de déformations plastiques sévères et de restauration dû à la chaleur du procédé. Pour l'aluminium des



analyses décrivent un mécanisme de recristallisation dynamique continue [47] avec le mécanisme de mouvement des dislocations pour former des sous-joints de grains. D'autres travaux proposent un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue [33] appuyé par le fait que la taille de grains dans le noyau est significativement plus petite que la valeur initiale.

### 3.2.8 Description et origines des défauts

Les défauts sont majoritairement liés au flux de matière autour de l'outil, dûs à un mauvais choix de paramètre pour le(s) matériau(x) donné(s) ou une mauvaise installation de bridage des pièces à joindre. Arbegast et ses collaborateurs [48] résument les défauts que l'on peut trouver dans un graphique schématique (Fig. 1.10).

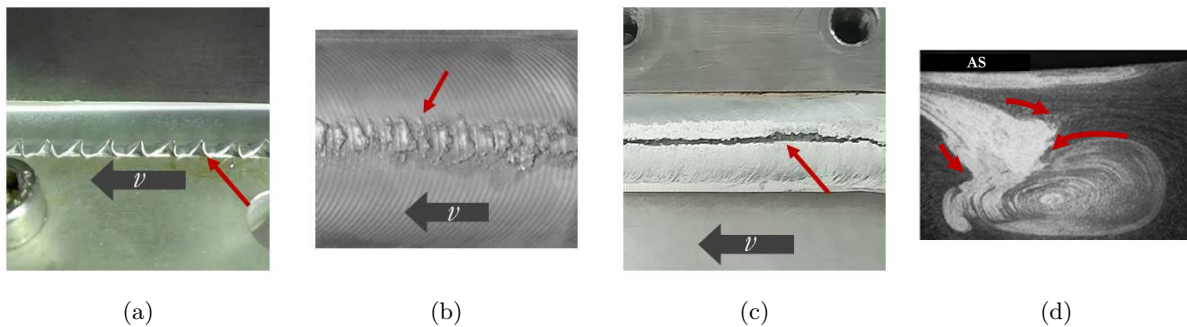


**Figure 1.10** – Résumé des domaines d'apparition des défauts en fonction des paramètres de vitesse de rotation et de déplacement en FSW bout à bout [48].

■ Défauts liés à l'apport de chaleur [24] :

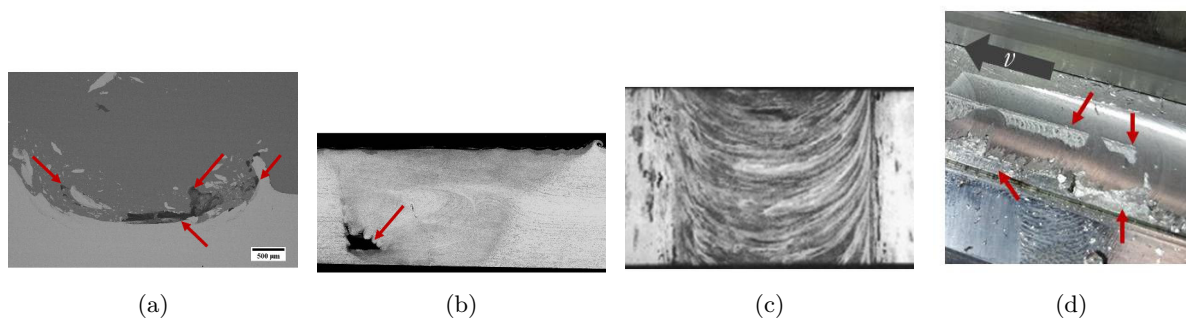
Si la soudure n'est pas dans un domaine de température adéquat, le flux de matière est mal contrôlé [49] et forme des défauts à des températures de FSW "trop chaudes" ou "trop froides" (Fig. 1.10).

- Avec des paramètres "trop chauds" la matière s'échappe de sous l'épaule vers la surface. Il se forme alors un "flash", une bavure tangente à l'outil répartie le long du bord de la soudure (Fig. 1.11(a)) [50]. À l'inverse, le flux de matériau excédentaire reste sous l'épaule, sature le noyau et le déforme. Il peut apparaître des irrégularités du cordon dans les ondulations périodiques pouvant former des surépaisseurs en forme d'écailles et créer des cavités proches de la surface (Fig. 1.11(b)).
- En FSW "froide", le flux de matière est insuffisant menant à la formation de cavités dans la matrice, en fond de soudure. Le manque de matière se répercute en surface avec une fissure dans les ondulations sur le cordon de soudure par manque de remplissage (Fig. 1.11(c)).



**Figure 1.11** – Défauts liés à l’apport de chaleur. (a) Bavures. (b) Écailles [51]. (c) Fissure en surface. (d) Effondrement du noyau [48].

■ Défauts liés au procédé :



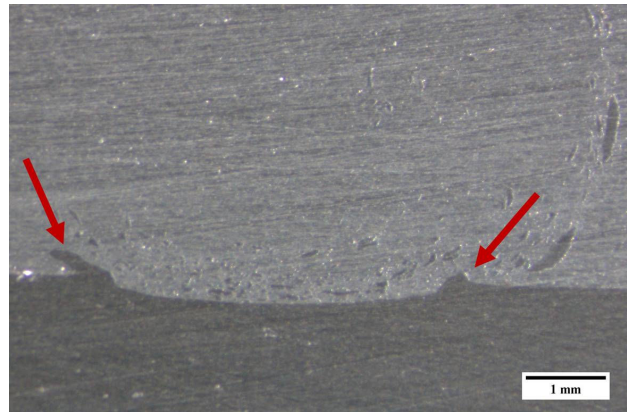
**Figure 1.12** – Défauts liés au procédé. (a) Cavité en configuration par recouvrement. (b) Cavité en configuration bout à bout [48]. (c) Défaut de racine [48]. (d) Arrachage de matière en surface.

Le flux peut aussi être mal maîtrisé à cause d’un mauvais malaxage [52]. Lorsque la vitesse de rotation est trop élevée, le gradient de température entre la surface en contact avec l’épaulement et l’extrémité de l’outil (fond de soudure) est trop grand. Le noyau est alors déformé comme une soudure trop "chaude" mais il apparaît une cavité dans le fond du cordon comme pour une soudure trop "froide" (Fig. 1.12(a) et 1.12(b)).

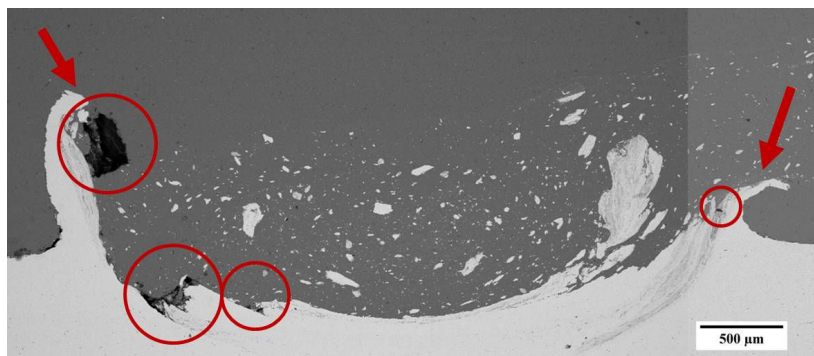
La force selon l’axe  $z$  est un critère qui est important pour un maintien de la matière sous l’épaulement et autour du pion. Une pénétration  $p$  insuffisante forme alors des rainures sur la surface du cordon. Lorsque  $p$  est trop importante, un défaut sous la pièce soudée apparaît [53], on peut le nommer défaut à la racine (du cordon) [48, 51] (Fig. 1.12(c)). Le frottement de l’épaulement devient aussi irrégulier et il arrache la matière au lieu de la malaxer et plus particulièrement avec des paramètres "froids" (Fig. 1.12(d)).

Lors d’un mauvais contact entre les surfaces à joindre, il peut se former une fissure le long du cordon de soudure et l’espace entre les deux surfaces est comblé pendant le procédé. La fissure est retrouvée en surface en configuration bout à bout et sous forme de cavité en configuration par recouvrement. Ces défauts peuvent aussi être issus d’une pénétration et d’une force appliquée insuffisantes.

En configuration par recouvrement (Friction Stir Lap Welding – FSLW) se forme des crochets Fig. 1.13 [54] autour du passage du pion. Principalement étudiés en soudure hétérogène entre deux alliages d'aluminium, ces défauts se manifestent de chaque côté du passage de l'outil le long du cordon. De manière générale, ces montées de matière de la partie recouverte sont considérées comme des défauts. Elles réduisent l'épaisseur effective de la partie supérieure et donc la tenue mécanique de l'interface jointe. Une vitesse de rotation élevée réduit leur taille.



(a)



(b)

**Figure 1.13** – Défauts de FSW par transparence. Observations des crochets de chaque côté du passage du pion. (a) Vue des crochets au microscope optique pour  $\omega$  élevé, (b) Vue des crochets au MEB pour  $\omega$  modéré. Les cercles rouges indiquent des défauts de cavités.

### 3.3 Les applications du procédé FSW

Depuis le développement du FSW de nombreux domaines d'applications industrielles tentent d'utiliser cette innovation pour joindre les métaux et principalement l'aluminium [55]. Des premiers appareils "quasi-catalogue" capables d'effectuer des soudures par friction malaxage sont apparus sur le marché comme le SuperStir™ Suédois de Esab® † ou le PowerStir Anglais de Holroyd Precision Ltd ††.

Dans le domaine aérospatial, le procédé FSW permet d'économiser jusqu'à 60% du rivetage [56]. Il a été ainsi assemblé de grands panneaux complexes de réservoirs de fusées et des satellites en alliage d'aluminium à faible densité et haute résistance mécanique. La première fusée soudée en FSW a décollé avec succès en 1999 [55]. Les alliages légers sont aussi soudés pour les avions civils et militaires. Les industries ferroviaires [57] utilisent le FSW pour le transport urbain et les grandes lignes pour joindre les longues structures en aluminium extrudé.

Le domaine naval [58] applique le FSW à la soudure aussi pour de grandes longueurs de jonctions à géométries particulières et à sections creuses pour un bel aspect extérieur des joints.

Le procédé de FSW a permis un élargissement des gammes d'aluminium soudables. En automobile, le couvercle de coffre de la Mazda RX-8 est soudé par FSW et par *Friction Stir Spot Welding* (FSSW) [24, 59]. De manière générale, grâce à ce procédé, différentes pièces en éléments légers peuvent être soudées (blocs moteurs, bacs à batterie, échangeurs thermiques... ). Cela permet d'optimiser le gain de masse et donc une réduction de la consommation en énergie tout en conservant les propriétés mécaniques.

Le FSW est utilisé pour sa capacité à conserver les propriétés du matériau et la possibilité de joindre de manière étanche des échangeurs thermiques lamellaires, à plaques ou des diffuseurs de chaleur dans les secteurs du nucléaire, de la défense, de l'énergie, ou de l'aérospatial. Enfin, il est possible d'avoir recours au FSW pour ses propriétés esthétiques comme les écrans d'iMac Apple [60]. À l'heure actuelle les applications industrielles sont essentiellement focalisées sur les assemblages homogènes.

#### Les avantages

Le procédé de soudure par friction malaxage comporte donc de nombreux avantages que l'on peut classer en trois catégories (Tableau 1.2) :

Le FSW est particulièrement efficace d'un point de vue métallurgique. Le procédé de soudage par voie solide a donc tous les avantages décrits tout au long de ce chapitre : petite ZAT, faible déformation thermique, échauffement local. Le procédé est contrôlable avec différents paramètres, il peut être automatisé et robotisé, permettant une grande répétabilité de la technique pour une production en série ou de l'assemblage sur des zones à critères de sécurité élevés.

La soudure à froid est économique par rapport aux autres techniques de soudure. Il n'y a pas de préparation de surface nécessaire, la pièce n'a pas besoin d'avoir une surépaisseur à usiner juste avant d'être soudée, évitant le surplus de matière de mise en forme, aucun solvant dangereux n'est

---

†. <http://www.esab.com/automation/en/products/FSW-programme.cfm>

††. <http://www.holroyd.com/holroyd-precision/machines/friction-stir-welding.php>

utilisé. Le FSW n'a pas besoin de consommable comme un gaz inerte, de protection particulière (EPI, enceinte de protection, chambre de soudage. . .) ou de graisse lubrifiante ou solvant pendant le procédé. L'outil est considéré comme un "semi-consommable" car il est capable de faire plusieurs mètres de soudure suivant les paramètres et les matériaux à joindre sans ruptures observées [61].

La technologie de soudure par friction malaxage peut être considérée comme une technologie écologique. L'énergie utilisée pour souder les deux pièces équivaut à 2.5% de l'énergie nécessaire en soudure laser dans la même configuration [33]. Avec les optimisations topologiques des ensembles avec des géométries complexes et multi-matériaux (fabrication additive), le FSW est capable de joindre des interfaces hétérogènes parfois indiquées comme insoudables tels que Acier Inox./al [62], Cu/Al [63], Mg/Al [64] ou encore des composites à matrice métallique [65]. Cela permet de réduire la masse d'une structure et de diminuer les frais de matière, les frais de transport et le bilan énergétique d'une pièce.

Tableau 1.2 – Résumé des avantages du FSW en trois catégories.

| Métallurgiques   | Économiques   | Écologiques  |
|--|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>• Soudure par voie solide</li> <li>• Peu de déformation des pièces pendant le procédé</li> <li>• Pas de fissuration pendant le refroidissement</li> <li>• Pas de dissolution ou précipitation des éléments d'additions autour du cordon</li> <li>• Bonne préservation des propriétés de la zone soudée</li> <li>• Affinement de la microstructure</li> <li>• Procédé répétable</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pas de préparation de surface particulière nécessaire</li> <li>• Pas de graisse, lubrifiant ou solvant pendant le procédé</li> <li>• Pas de protection particulière nécessaire</li> <li>• Aucun ou peu de besoins en consommable (fil, bouteille de gaz. . .)</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Nécessite moins de 2.5% de l'énergie de soudure par laser</li> <li>• Facilite l'assemblage de matériaux aux géométries différentes</li> <li>• Réduction de la consommation de carburant grâce aux structures soudées par FSW</li> </ul> |

### Précautions de mise en œuvre

Les désavantages de la soudure par friction malaxage sont principalement opératoires. Les efforts imposés au système à joindre nécessitent un montage avec le moins de degrés de liberté possible. Les efforts impliqués pendant les trois étapes du procédé nécessitent un bridage fort sur les axes  $x$  et  $y$ . Une bride et une enclume sont nécessaires pour éviter un soulèvement ou un effondrement des tôles. Une flexion des pièces est aussi possible avec l'appui de l'épaulement pendant le soudage.

Les étapes pré- et post-soudage peuvent être considérées comme des défauts pour la tenue mécanique. Plus particulièrement, le malaxage de la zone de sortie est incomplet et présente un orifice de la taille du pion. Il est donc nécessaire de prévoir une pièce martyre ou une zone de sortie qui sera retirée de la pièce finale dans les étapes en FSW.

La soudure par friction malaxage ne permet pas de souder tous les métaux sans difficulté. Les alliages à haute dureté et/ou haut point de fusion ont besoin de plus de précautions pour être soudés par rapport à l'aluminium, par exemple. En effet, sous les efforts et l'élévation de la température pendant le procédé, le matériau devient plus facile à être malaxé en passant à l'état "pâteux" ou thixotrope [18]. Cet état rhéologique est obtenu une fois l'épaulement en contact avec la surface après le temps de mise à l'équilibre. Pendant la phase de plongée, l'outil entre dans la matière qui se trouve à température ambiante. Les efforts qu'il subit sont plus importants. Pour ne pas le rompre, le matériau en surface doit être facile à pénétrer à température ambiante (matériau ductile,  $T_f$  faible, . . .). En soudure hétérogène le problème est minimisé si un des deux matériaux est ductile et qu'il recouvre le métal le plus dur (l'aluminium pour le couple Al-Ti par exemple).

# 4 Soudabilité du titane et de l'aluminium

## 4.1 La soudabilité du titane

### 4.1.1 Généralités

Le titane et ses alliages ne présentent pas de problèmes majeurs en soudure sous réserve de prendre quelques précautions.

À haute température, le titane a une très grande affinité avec les molécules de gaz présentes dans l'atmosphère (dioxygène, diazote, dihydrogène). L'absorption interstitielle fragilise la soudure, et peut rendre la pièce inutilisable. Le titane peut réagir avec l'oxygène dès  $250^{\circ}\text{C}$  en surface.

Le dioxyde de titane a une température de fusion ( $T_f(\text{TiO}_2) = 1855^{\circ}\text{C}$ ) [66] supérieure à la température de fusion du métal, ce qui ferait entrer des particules d'oxyde dans la couche en fusion, créant des discontinuités dommageables pour la bonne qualité de la soudure. Le soudage du titane est alors souvent recommandée sous vide ou avec un gaz de protection (argon, hélium) pendant le procédé et le refroidissement jusqu'à  $250^{\circ}\text{C}$ .

Le soudage du titane est sensible à la propreté de surface [67] entraînant une fragilisation du cordon avec les graisses (provenant des doigts ou de l'usinage), les huiles de coupe, les poussières. . . . Un nettoyage consciencieux des surfaces et de la baguette du métal d'apport en utilisant des gants est préconisé.

De manière générale, le titane non allié ( $\alpha - \text{Ti}$ ) est facilement soudable à l'état recuit et à l'état brut (mise en forme à froid sans recuit) mais il perd un peu de ses propriétés dans le dernier cas [68]. Les alliages de titane alpha sont soudables seulement à l'état recuit. Les alliages alpha-bêta sont soudables à l'état recuit ou avec un traitement post-soudage car contrairement au titane alpha non allié, la tenue mécanique est dépendante du traitement thermique. La perte de ductilité des alliages alpha-bêta provient de la transformation de phase dans le cordon et la ZAT. Les alliages bêta métastables sont soudables à l'état recuit et gagnent en ductilité dans le cordon.

### 4.1.2 Le procédé FSW appliqué au titane

En raison de son point de fusion et de sa dureté plus élevés que les matériaux pour lesquels le FSW a été développé (Al, Mg, . . .), les efforts et la température pendant le procédé sont aussi plus élevés. Des précautions supplémentaires sont alors à prendre dans le cas d'une soudure par FSW du titane.

- À cause de sa plus faible conductivité thermique, l'aspect de surface est plus rugueux (défaut d'arrachage) et le volume du cordon peut présenter des défauts. Il faut alors adapter la géométrie de l'outil (pion plus large et moins long. . .) [69].
- Le titane peut réagir avec la composition de l'outil comme avec le *Polycrystalline Cubic Boron Nitride* (PCBN). Il est préférable d'utiliser des matériaux inertes comme le carbure de

tungstène ou un revêtement à base de cobalt.

- Pour ne pas dépasser le *transus- $\beta$*  ( $T_\beta = 883$  °C) pour la soudure du titane commercialement pur (cp-Ti) et les alliages  $\alpha$ , un refroidissement doit être appliqué avec un flux dans l'outil [70] ou avec un flux en surface [71].
- Le titane est sensible à l'oxydation dès 250 °C, il est donc nécessaire de souder sous un flux d'argon pour protéger la surface des parties à souder.

Certaines contraintes annulent des avantages du FSW par rapport aux autres procédés de soudure dans le cas de la jonction homogène du titane. Cependant le procédé permet de joindre le titane à des matériaux composites dans l'industrie aérospatiale [72].

Xu *et al.* [71] résumant de manière concise l'évolution microstructurale du titane commercialement pur après passage de l'outil sans dépasser le *transus- $\beta$* . Ils observent une diminution de la taille de grains par mécanisme de maclage et indiquent une forte dépendance à cette évolution de taille de grains avec la température. Le cp-Ti conserve bien ses propriétés mécaniques (dureté, traction) dans la zone soudée [70].

## 4.2 La soudabilité de l'aluminium

### 4.2.1 Généralités

Le comportement de l'aluminium et de ses alliages est dominé par de nombreuses caractéristiques physico-chimiques. Cet ensemble de propriétés peut engendrer de nombreux défauts compliquant le procédé et rendant le cordon inefficace et non optimal.

L'alumine présente en surface une température de fusion de 2054 °C quand elle est pure [73], soit jusqu'à 1400 °C de plus que l'aluminium pur ( $T_f(Al) = 660$  °C). Au moment où cette couche peut donc entrer en fusion, l'aluminium est déjà évaporé ( $T_{eb}(Al) = 1560$  °C). Il est nécessaire d'avoir une préparation de surface de la zone à faire entrer en fusion pour retirer l'épaisseur de  $Al_2O_3$  ou il faut utiliser un métal d'apport. Le métal d'apport en soudure aluminium a toujours un point de fusion inférieur à celui de l'aluminium pur.

La conductivité thermique très élevée (dix fois plus grande que le titane) demande énormément d'énergie supplémentaire pour atteindre la température de fusion dans la zone souhaitée. Cela demande alors de chauffer entièrement la pièce au préalable entre 100 et 150 °C afin de faire localement entrer en fusion la matière. Il est uniquement possible de l'appliquer pour les alliages 1xxx, 3xxx, 5xxx et quelques 6xxx mais l'élévation de température amène aussi d'autres contraintes et défauts liés à la dilatation thermique.

La dilatation thermique est presque trois fois plus importante que celle du titane par exemple. Cela entraîne des déformations plastiques dues aux contraintes de géométrie ou au bridage. Le phénomène de fissuration intergranulaire apparaît dans la zone du cordon de soudure pendant le refroidissement en fin de solidification. Le volume du liquide interdendritique n'est pas égal au volume du métal à l'état solide. Des fissures apparaissent aussi dans la ZAT (Zone Affectée Thermiquement) entre 20 et 130 °C. Elles sont issues de la solidification de films liquides intergranulaires pendant le procédé de soudage ou au cours du chauffage préliminaire. Pour ces deux cas de fissuration, il faut alors souder avec le minimum d'énergie, à vitesse lente ou par séquences.



L'écart important entre la limite de solubilité des gaz dans l'aluminium liquide et l'aluminium solide entraîne un relargage des composés dissous pendant la solidification. Ce gaz est alors piégé dans le volume du cordon solidifié à grande vitesse à cause de la haute conductivité thermique, formant ainsi des soufflures dans l'épaisseur. Il faut alors travailler avec un métal d'apport sec, stocké dans un endroit avec une hygrométrie contrôlée. L'environnement de soudure doit aussi être maîtrisé avec un gaz inerte protecteur par exemple. Le préchauffage permet aussi d'enlever l'humidité déposée sur les pièces.

L'absence de changement de couleur en fonction de la température est une donnée technique importante. Pour la majorité des métaux, le rayonnement de la matière au-dessus d'une certaine température est dans le domaine du visible et permet d'avoir une approximation de la température pendant son élévation. L'aluminium ne change pas de couleur et va "s'effondrer" en entrant en phase liquide à sa température de fusion sans signe précurseur.

En soudure hétérogène bimétallique, la solubilité du second élément dans l'aluminium est faible de par la différence de valeur de paramètre de maille et le rayon atomique de ce dernier :  $a_{Al}$  et  $r_{at}(Al)$  petits. Cela limite les domaines de solution solide dans un diagramme d'équilibre et favorise la formation de composés intermétalliques aux propriétés physiques antagonistes à l'aluminium au cours du soudage. Cette croissance est inévitable quelle que soit la voie de soudure. L'épaisseur des intermétalliques obtenue peut être cependant mieux contrôlée en soudure par voie solide pour obtenir des propriétés mécaniques avantageuses.

### 4.2.2 Le procédé FSW appliqué à l'aluminium

Le FSW a été initialement développé pour souder l'aluminium [16, 59]. De nombreux travaux ont donc été menés sur l'assemblage de ce matériau avec cette méthode [74]. En effet, le FSW a l'avantage d'être insensible à l'état de surface des matériaux, l'outil ignore l'aspect de surface pour rompre et traverser l'alumine. L'aluminium est alors soudé avec les données de mise en œuvre que l'on qualifie de classiques pour les paramètres, la géométrie de l'outil ou les conditions du procédé. La majorité des recherches tentant de comprendre le FSW et les phénomènes liés concerne l'aluminium et ses alliages. Ainsi la totalité des phénomènes et des conséquences du FSW sur les métaux de la partie 3.2 est surtout observable avec l'aluminium :

- Flux de matière complexe,
- Profil de cordon asymétrique,
- Dissolution des phases secondaires,
- Une diminution de la taille de grains par déformation plastique sévère.

La technologie de soudure par friction malaxage est très bien comprise pour l'aluminium et ses alliages et permet de les souder de manière fiable avec des contraintes internes résiduelles beaucoup plus basses qu'en soudure classique (en voie liquide) et des propriétés mécaniques nettement améliorées (ductilité, fatigue, traction...).

## 4.3 Le soudage hétérogène titane - aluminium

Le titane et l'aluminium sont considérés comme les meilleurs matériaux alliés pour des applications industrielles [75]. Les domaines aéronautiques et chimiques trouvent un grand intérêt dans la jonction de ces deux matériaux pour leurs bonnes propriétés en corrosion et leur ratio propriété mécanique/densité. Par exemple les ailes d'avion peuvent être composées d'une coque en titane avec une structure interne nid d'abeille en aluminium. À d'autres positions, le titane peut recouvrir une plaque d'aluminium pour améliorer les propriétés mécaniques de la structure de l'avion [76]. Les grandes différences de comportements physico-chimiques suivantes [77] :

- maille cristallographique,
- point de fusion,
- conductivité thermique,
- coefficient de dilatation thermique,

ne permettent cependant pas d'effectuer des soudures fiables du couple titane-aluminium par voie liquide (Tableau 1.3).

**Tableau 1.3** – Comparaison des propriétés physico-chimiques impliquées dans la soudure du couple titane - aluminium.

| Propriétés   | Aluminium [78]     | Titane [79]     |
|--|--------------------|-----------------|
| Maille cristallographique                                      | CFC                | HC              |
| Point de fusion [°C]   | 660                | 1677            |
| Conductivité thermique<br>[ $W.m^{-1}.K^{-1}$ ]                | 217.6              | 16.3            |
| Coefficient de dilatation thermique<br>linéaire [ $K^{-1}$ ]   | $28,7.10^{-6}$     | $8,6.10^{-6}$   |
| Énergie de formation d'oxyde<br>(enthalpie) [kJ/mol de $O_2$ ] | $Al_2O_3$ / 1116,2 | $TiO_2$ / 916,9 |

Le soudage de l'aluminium et d'un autre métal (fer, nickel, titane,...) a pour conséquence de former des composés intermétalliques appelés aluminures. Ils sont issus de la faible solubilité du métal dans l'aluminium. Dans les diagrammes de phases (Fig. 1.14), le domaine de solution solide aluminium est quasi inexistant. Les intermétalliques, de manière générale, ont les propriétés combinées des métaux et des céramiques [80]. Ils partagent les mêmes propriétés : une grande résistance mécanique et à la corrosion à haute température mais sont très fragiles à température modérée et ambiante. Cette formation entre le titane et l'aluminium est inévitable en soudure par fusion [78] à cause de la forte réactivité chimique de ce couple, particulièrement en interaction solide/liquide [81,82]. Une soudure par voie solide permet donc de limiter et contrôler cette croissance indispensable pour une cohésion de l'interface mais fragilisante en trop grande quantité. En maîtrisant la température de procédé d'assemblage, le développement est régulé.

La Figure 1.14 représente le diagramme de phase présenté dans les études de Mishin et Herzing [83] combinant les résultats de plusieurs travaux pour décrire avec plus de précisions les lignes séparant les domaines d'apparition d'intermétalliques (*InterMetallic Compound* – IMC). Dans le domaine riche en titane, l'aluminium alpha-gène stabilise la phase  $\alpha$  du titane à de plus hautes températures. Dans le domaine riche en aluminium, la solubilité du titane est faible et ne dépasse pas 2%at à 665 °C.

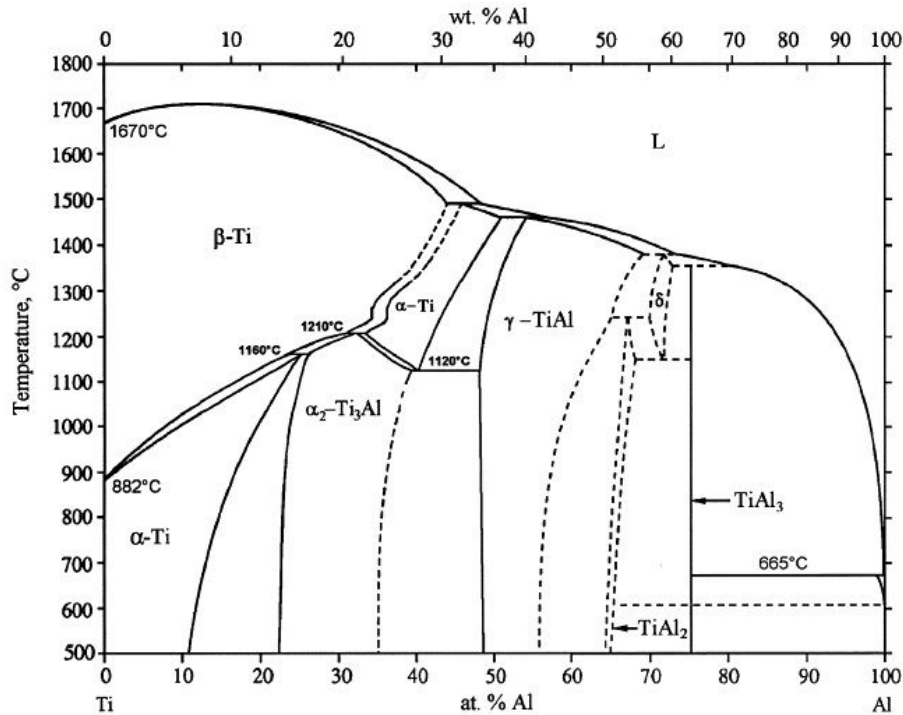


Figure 1.14 – Diagramme d'équilibre du couple titane-aluminium [83].

Les aluminures de titane ont en commun un très faible nombre de systèmes de glissement qui limite le mouvement des dislocations pour une très grande résistance, même à haute température [84]. La combinaison de l'aluminium cubique faces centrées et du titane hexagonal compact peut former les IMC stables  $Ti_3Al$  hexagonal ( $D0_{19}$ ),  $\gamma-TiAl$  tétragonal faces centrées ( $L1_0$ ),  $TiAl_2$  tétragonal centré (structure modèle :  $Ga_2Hf$ ) et  $TiAl_3$  quadratique ( $D0_{22}$ ).

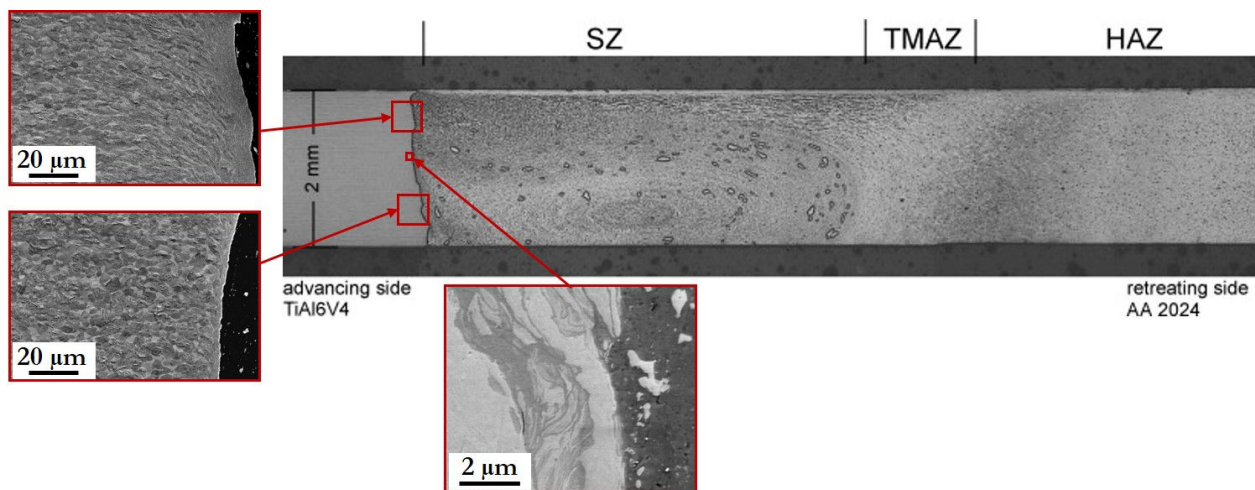
De manière générale, les aluminures de titane sont des composés intermétalliques avec des propriétés attractives à haute température. Ces matériaux ont une densité similaire ou inférieure à celle des alliages de titane conventionnels et un module de Young très élevé [84]. Leur masse volumique est comprise entre 3,9 et 4,3  $g.cm^{-3}$  contre 4,4 à 4,8  $g.cm^{-3}$  pour les alliages de titane. Le module de Young des IMC est de 145–175 GPa contre 90–120 GPa pour les alliages conventionnels.

Les quatre intermétalliques ont principalement une très grande résistance à l'oxydation à haute température adéquats pour la composition des pales de turbines à gaz des moteurs aéronautiques ou pour des systèmes de propulsion des fusées [85].  $Ti_3Al$  est utilisé comme revêtement du titane et ses alliages pour diminuer jusqu'à deux fois le coefficient de frottement sur du titane de haute pureté [86]. Ce revêtement augmente aussi trois à quatre fois la dureté en surface par rapport au

Ti [87].  $\gamma$ -TiAl entre dans la composition des pales de turbine à gaz opérant à 800 °C avec une dureté similaire au  $Ti_3Al$  [86]. Guo *et al.* [88] indiquent que les IMC du diagramme de phase Ti - Al avec moins d'aluminium ont une dureté plus basse et un comportement plus ductile.  $TiAl_2$  a une tendance à former rapidement de l'oxyde d'aluminium qui contribue à une grande durabilité du matériau face à l'oxydation. Une pièce en  $TiAl_2$  est capable de résister pendant 24h à 900 °C [89].  $TiAl_3$  a la meilleure résistance à haute température et possède une grande stabilité. Sa couche d'oxyde ne se détériore qu'après 500 à 1000 heures de service à 950 °C [90]. Le composé reste fiable en montée brutale de température jusqu'à 1100 °C [91].

## 4.4 Le soudage hétérogène Ti - Al par FSW

Seuls quelques travaux ont porté sur la soudure par friction malaxage entre le titane et l'aluminium. Dressler U. *et al.* [56] ont étudié la soudure en bout-à-bout entre l'alliage de titane TA6V et l'alliage d'aluminium 2024. L'outil malaxe uniquement l'aluminium et longe le titane. Ils se sont concentrés sur l'état de la microstructure des matériaux à l'interface malaxée et de l'influence sur les propriétés mécaniques, avec deux vitesses de rotation de l'outil pour une seule vitesse d'avance. L'étude a permis de rendre compte de l'évolution de la dureté et de la microstructure après la soudure et d'estimer la tenue mécanique de la jonction. L'interface verticale de la soudure bout à bout est déformée avec un mélange de grains de titane et d'aluminium. Les grains d'aluminium sont recristallisés avec mouvement de matière vers le centre du pion (Fig. 1.15). Les particules de titane détachées jouent aussi le rôle de marque pour observer ce flux. Il est aussi suggéré une recristallisation dynamique du titane visible sur une fine bande à l'interface sur la vue en coupe. Il est indiqué par ailleurs que l'effet de malaxage crée un mélange "tourbillonnaire" du titane et de l'aluminium formant dans les poches un intermétallique que les auteurs n'ont pas identifié précisément.

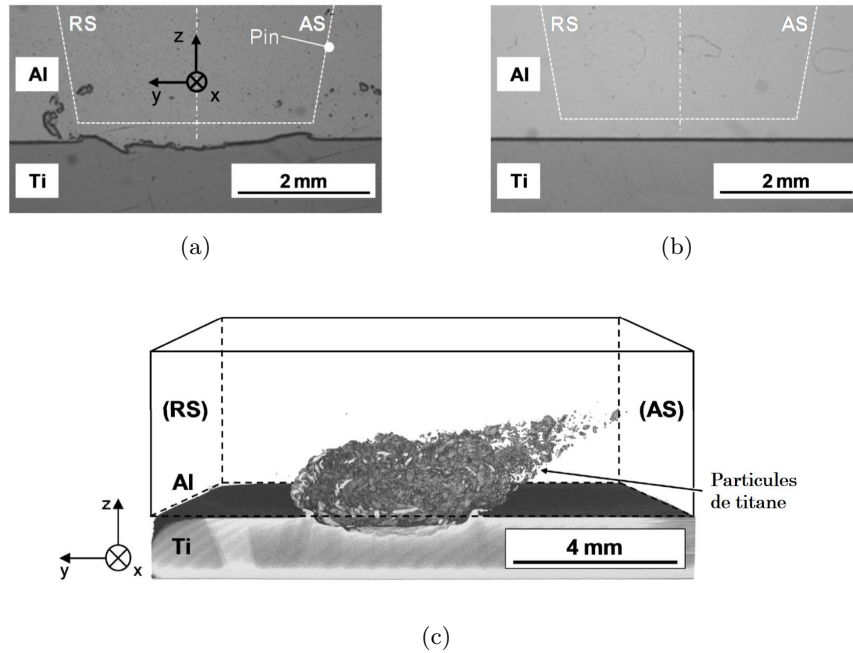


**Figure 1.15** – Interface Ti-Al soudé en bout à bout [56] observée au MEB. Les encarts représentent de haut en bas : la microstructure du titane proche de l'épaulement, la microstructure du titane vers le bout du pion, la structure tourbillonnaire composée de l'intermétallique  $Ti_xAl_y$ . SZ = *Stirred Zone*

Chen Y.C. et Nakata K. [92] ont soudé avec succès le couple Ti-Al (cp-Ti - Al4047) par recouvrement afin de mesurer l'efficacité de la jonction par essais de traction et pour identifier l'intermétallique  $\text{TiAl}_3$  par EDS et DRX dans la structure tourbillonnaire. Xei Y. *et al.* [93] ont eux aussi détecté cette structure issue du malaxage en configuration par recouvrement du couple TA6V-Al1060. Ils complètent aussi l'étude de Dressler *et al.* parmi d'autres [94–96] en identifiant un unique intermétallique  $\text{TiAl}_3$ . La fragilité intrinsèque de l'intermétallique est avérée comme pouvant être une faiblesse pour l'interface si il est en trop grande quantité [93,97,98]; il est le lieu de propagation de fissures [94]. Le Tableau 1.4 résume les propriétés principales de l'intermétallique  $\text{TiAl}_3$ .

Tableau 1.4 – Propriétés de l'intermétallique  $\text{TiAl}_3$ .

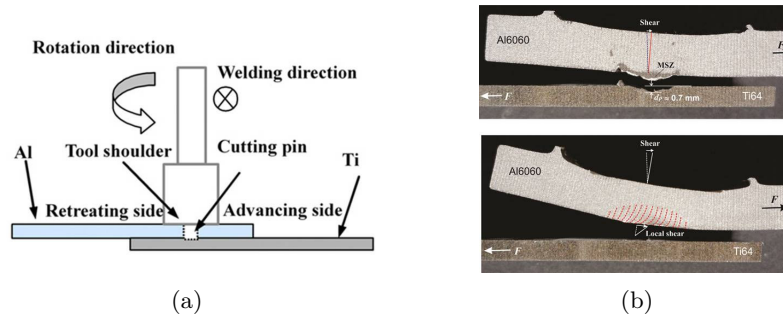
| Propriétés de l'intermétallique $\text{TiAl}_3$         |  | Références |
|---|--|------------|
| Maille quadratique<br>(tétragonale) $D0_{22}$           | $a = b = 3,863 \text{ \AA}$<br>$c = 8,587 \text{ \AA}$ | [98]       |
| Température de fusion [ °C]                             | 1420   | [99]       |
| Densité [ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ]               | 3,36   | [99]       |
| Dureté [GPa]  | 6,0  | [100]      |
| Contrainte à la rupture<br>(flexion trois points) [MPa] | 162  | [98]       |
| Module de Young<br>(flexion trois points) [GPa]         | 354  | [98]       |
| Contrainte à la rupture<br>(compression) [MPa]          | 156  | [98]       |
| Coefficient de Poisson                                  | 0,205  | [99]       |



**Figure 1.16** – Observations de l’interface Ti-Al soudée par FSLW [101]. (a) interface Al1050/TiGr.I avec le bout du pion (a) à 0,3 mm du titane, (b) à 0,2 mm du titane. (c) Répartition des particules de titane dans l’aluminium (représenté transparent) pour un pion à 0,1 mm de la surface du titane. Observation par tomographie Rayons X.

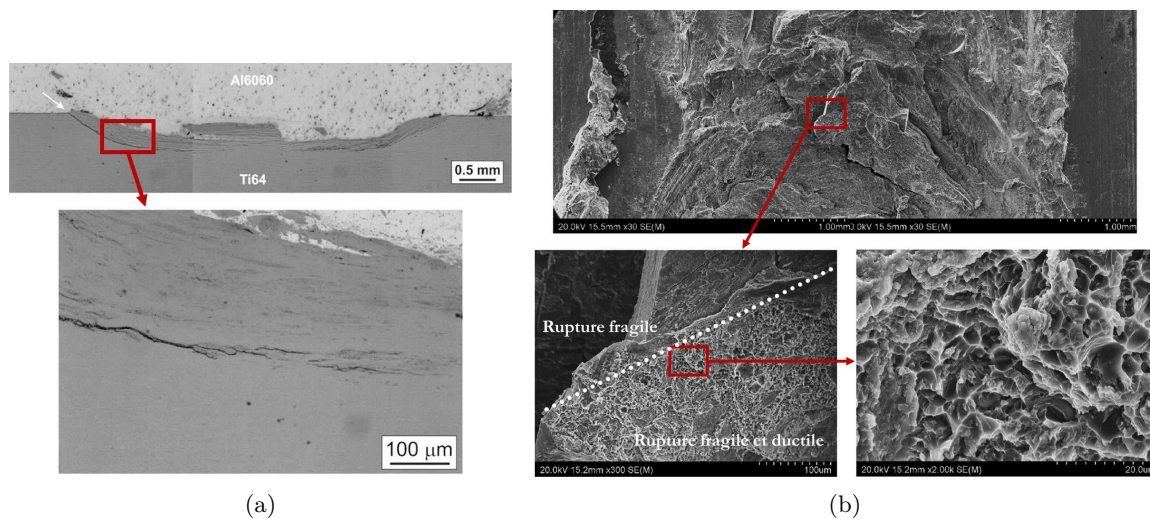
Krutzlinger *et al.* [102] se sont penchés sur la qualité de la soudure Ti-Al par FSLW. Leur étude s’est portée sur les couples Al1050/Ti(I) et Al6082/Ti(V) sans pénétrer le titane. Différentes analyses leur ont permis d’identifier l’influence de la profondeur de pénétration entre 0,1 et 0,4 mm au-dessus de la surface supérieure du titane. Un pic de température dans l’aluminium a été mesuré entre 300 °C et 400 °C . Ces enregistrements ne sont pas représentatifs de la chaleur en bout d’outil qui est proche du titane (Fig. 1.16(a) et 1.16(b)). Dans cette zone la température peut atteindre 525 °C à 540 °C [101, 103]. La température atteinte n’est pas suffisante pour rendre ductile le titane. La Figure 1.16(c) est une représentation 3D du titane dans la couche d’aluminium affiché transparent d’une coupe du cordon par tomographie aux rayons X. Cela met en évidence la répartition des particules après le malaxage ainsi que le flux de matière dans le noyau du titane moins ductile que l’aluminium. Les auteurs affirment que cet effet d’arrachage est observable sans pénétrer le titane, cependant avec leur méthode d’indication de profondeur de malaxage, l’angle de l’outil fait pénétrer l’arrière du pion dans le titane entre 0,1 et 0,2 mm.

C’est à partir de 0,2 mm de distance de malaxage de l’aluminium par rapport à la surface de titane que le phénomène est visible (Fig. 1.16(a) et 1.16(b)). Il a été mis en évidence l’absence d’effet néfaste de cet arrachage-éparpillement. La tenue mécanique en traction cisaillement ne varie par sur la gamme de valeur de vitesse de rotation.



**Figure 1.17** – Illustrations de la littérature de la configuration FSLW. (a) Configuration utilisée par la référence [93], (b) essais de traction/cisaillement de la référence [103]

Chen Z.W. et Yasdanian S. [103] décrivent cette influence de la pénétration sur le couple Ti-Al (TA6V-Al6060) en faisant varier l'enfoncement de l'outil sur un même cordon de manière similaire à leurs précédents travaux sur le couple Al-acier [104]. De la fractographie accompagnée d'observation de propagation de fissures décrivent les avantages et les inconvénients d'une pénétration dans le titane en FSLW. Les essais mécaniques ont été faits de la même manière que les autres références [93,105] en traction/cisaillement selon la Figure 1.17.



**Figure 1.18** – Observations du comportement de l'interface en caractérisation mécanique traction/cisaillement [103]. (a) Propagation de la fissure à l'interface avec une structure tourbillonnaire, (b) Fractographie de l'interface (côté titane).

Les observations de la Figure 1.18 sont issues des travaux de Chen Z.W. *et al.*. Les images MEB de la Figure 1.18(a) révèlent le trajet de la fissure à l'interface après l'essai mécanique. Lorsque l'outil a malaxé le titane, la fissure se propage le long de la structure tourbillonnaire formée d'intermétalliques et de titane alpha. Pour rompre l'interface, la fissure doit à la fois se propager dans l'IMC mais aussi passer à travers des bandes de  $\alpha$ Ti plus ductile. La fractographie (Fig. 1.18(b)) met en évidence ce couplage de fracture ductile-fragile avec la présence de faciès de ruptures fragiles attribués à l'IMC associés à des cupules correspondant à la rupture plutôt ductile du titane. Sans pénétration de l'outil, la fissure traverse l'interface composée d'intermétallique fragile. Son trajet de

propagation ne rencontre pas de  $\alpha$ Ti. Les résultats de tenues mécaniques n'indiquent pas clairement d'optimisation du cordon de soudure en fonction de la position du pion par rapport au titane. La pénétration est mesurée en force axiale ( $z$ ) et les distances de pénétration du titane mesurées après soudage oscilleraient entre 0 mm et 0,7 mm. Il pourrait exister un optimum de pénétration que le papier ne révèle pas mais le trajet de propagation de fissure fait penser qu'un malaxage dans le titane est préférable.

Aucune investigation à notre connaissance ne s'intéresse à la relation entre l'apport de chaleur du procédé, la déformation induite par l'outil et l'évolution de la jonction par FSW. L'étude portée par ces trois dernières années de recherche tentera de comprendre l'évolution de l'interface en fonction des paramètres de FSW choisis et de la relier aux propriétés macroscopiques mesurées.

Une première partie analysera les matériaux commercialement purs (Ti-GrII et Al1050-O) à l'état initial. Sans élément d'addition, il est possible de comprendre le comportement des matériaux sans interaction supplémentaire (présence de précipités, phases secondaires,...). Une étude de faisabilité par plans d'expériences permettra de définir l'importance de chacun des paramètres sur la qualité de l'interface jointe. Elle définira les valeurs limites pour une jonction sans défaut et une application industrielle.

Le mémoire résumera ensuite les caractéristiques macroscopiques et microscopiques de la jonction Ti - Al assemblée par FSW. Les caractérisations en traction/cisaillement et en flexion trois points essayeront de révéler les paramètres optimaux pour une jonction cohérente. La caractérisation microstructurale apportera les éléments de compréhension de la faisabilité du procédé appliqué au couple et des propriétés mécaniques.



Ce chapitre fournit les éléments de la littérature pour comprendre les enjeux impliqués dans le sujet de soudure hétérogène du couple titane - aluminium par friction malaxage. Un état de l'art décrit les phénomènes liés au procédé FSW observables dans la soudure : mouvements de matière, taux d'élévation de la température, modification structurale. . . . En introduisant le titane et l'aluminium, le résumé de leurs propriétés a permis de mettre en avant leur comportement antinomique et leurs interactions chimiques problématiques lors d'une soudure par voie liquide. Ces constats expliquent les raisons amenant à tenter de les souder par voie solide.

Peu de littérature traite du FSW du couple titane - aluminium. Elle apporte cependant les premières réponses sur le comportement des matériaux avec ce procédé : gamme de paramètres de soudage, gamme de températures atteintes, profil de l'interface, caractérisation mécanique et chimique.

En liant les phénomènes du FSW et les études déjà existantes sur le couple Ti - Al, plusieurs problématiques peuvent alors se poser pour compléter les connaissances sur le sujet :

- gamme de paramètres idéaux pour une bonne qualité d'interface soudée (étanche, résistante, . . .),
- gamme de températures atteintes pendant le soudage,
- influence de la température sur la qualité de la soudure,
- évolution microstructurale apportée par le soudage.

La suite de ce mémoire tente alors de répondre à ces questions que peu de littérature traite pour une industrialisation de la soudure FSW du couple hétérogène Ti - Al.

---



# 2

## CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

---

- 1 Caractérisations du titane et de l'aluminium à l'état initial**
    - 1.1 Généralités sur le titane
    - 1.2 Généralités sur l'aluminium
    - 1.3 Analyses métallographiques préliminaires des matériaux
    - 1.4 Caractérisations mécaniques à température ambiante
    - 1.5 Caractérisations mécaniques en température
    - 1.6 Synthèse
  - 2 Méthodologie et configurations de soudage**
    - 2.1 Le soudage par transparence
    - 2.2 Configurations pour les différents essais
  - 3 Essais de faisabilité**
    - 3.1 Méthode de plans d'expériences appliquée
    - 3.2 Résultats
    - 3.3 Synthèse
- 

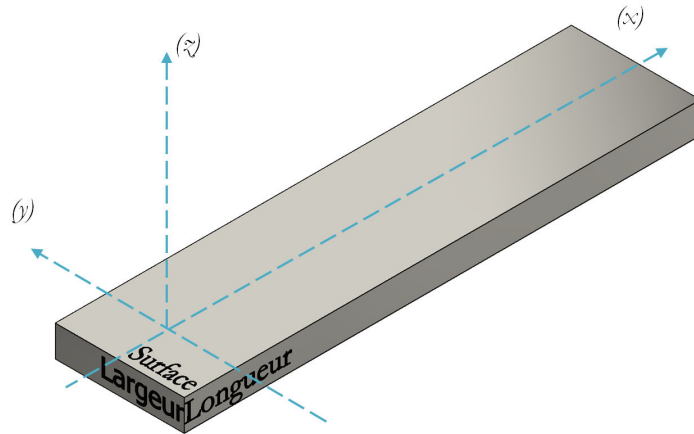
Les applications directes du procédé FSW sur le couple Ti-Al pour l'entreprise Sominex sont les enceintes sous vide et le transport de fluides sous pression. Dans l'industrie chimique ou dans les laboratoires d'études corpusculaires, le couple est amené à être joint pour les propriétés respectives des deux matériaux le constituant. L'assemblage doit être étanche aux liquides ou au vide tout en conservant les propriétés chimiques et mécaniques face aux différentiels de pression.

Dans ce chapitre est développée la caractérisation des matériaux étudiés. La méthodologie du soudage par friction malaxage est ensuite présentée pour confirmer l'application au couple titane-aluminium. En dernière partie l'utilisation de la méthode de plan d'expérience est décrite. Le protocole permet d'identifier l'influence de chacun des paramètres pour obtenir une soudure réussie.

# 1 Caractérisations du titane et de l'aluminium à l'état initial

La caractérisation des matériaux à l'état initial permet d'obtenir un état de référence pour mesurer les modifications des matériaux soudés. Il est expliqué dans le chapitre précédent que les matériaux commercialement purs ont été sélectionnés pour une étude élémentaire du soudage de ces éléments. Cela permet de comprendre l'influence de cette technique de soudage sur les matériaux sans élément d'addition.

Pour une répétabilité optimale, tout au long de ce mémoire sont étudiés un aluminium Al1050-O (recuit) et un titane commercialement pur de grade II (CP-Ti) provenant respectivement d'une seule et même coulée. Les deux matériaux sont livrés sous forme de tôles de largeur  $l = 50$  mm et d'épaisseur  $e = 8$  mm. Les faces des tôles sont nommées selon la Figure 2.1. L'axe  $x$  est colinéaire à la longueur, l'axe  $y$  est colinéaire à la largeur et l'axe  $z$  est normal à la surface des tôles.



**Figure 2.1** – Dénomination des faces des tôles de titane ou d'aluminium et définition des axes repères. Ces derniers sont définis de la même manière que pendant le procédé de soudage.

## 1.1 Généralités sur le titane

Le titane est un matériau utilisé pour son rapport densité/propriétés mécaniques. De manière générale, les métaux ont une densité pouvant varier entre  $0,5 \text{ g.cm}^{-3}$  pour le lithium et  $22,5 \text{ g.cm}^{-3}$  pour l'iridium avec une limite des métaux légers établie à  $5 \text{ g.cm}^{-3}$ . Le titane est donc le métal léger le plus dense de sa catégorie ( $\rho_{\text{Ti}} = 4,51 \text{ kg.m}^{-3}$ ). Il est presque deux fois plus dense que l'aluminium  $\rho_{\text{Al}} = 2,70 \text{ kg.m}^{-3}$  mais quasiment deux fois moins que le fer  $\rho_{\text{Fe}} = 7,86 \text{ kg.m}^{-3}$  [106].

Ce matériau est doté d'une haute rigidité avec un faible module d'élasticité, et a l'avantage de maintenir ces propriétés à haute température. À moins de  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ , seuls les polymères renforcés en fibre de carbone ont une meilleure cote spécifique de résistance (rapport de la résistance maximum sur la densité). La facilité du titane pur à se déformer lui permet une excellente formabilité à froid simplifiant la mise en forme de pièces moins massives. Un autre avantage du titane qui lui vaut une place de choix dans les structures aéronautiques est sa très bonne tenue à la corrosion. Son potentiel électrochimique standard est élevé [107]. Il se forme une couche d'oxyde  $\text{TiO}_2$  protectrice, adhérente et dure très rapidement. Cependant, ses avantages en résistance à la corrosion sont amoindris en température, en particulier par corrosion cavernueuse, par piqûres ou sous contrainte. Le Tableau 2.1 résume les propriétés principales du titane grade II relatives au soudage et à son comportement mécanique.

Tableau 2.1 – Propriétés du titane commercialement pur grade II [106].

| Propriétés physiques  |                                 |               |
|---|---------------------------------|---------------|
| Grandeur  | Unité                           | Valeur        |
| Masse volumique[20°C] ( $\rho$ )  | $\text{g.cm}^{-3}$              | 4,51          |
| Température de fusion ( $T_f$ )   | $^\circ\text{C}$                | 1677          |
| Température d'ébullition ( $T_e$ )  | $^\circ\text{C}$                | 3287          |
| Température de transition allotropique ( $T_\beta$ )                                | $^\circ\text{C}$                | 913           |
| Capacité thermique massique [20°C] ( $C_p$ )  | $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | 0,54          |
| Coefficient de dilatation thermique linéaire [0; 300] $^\circ\text{C}$ ( $\alpha$ ) | $\text{K}^{-1}$                 | $8,6.10^{-6}$ |
| Conductivité thermique [20°C] ( $k$ )   | $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | 16,3          |
| Conductivité électrique [20°C] ( $\sigma_{\text{élec.}}$ )                          | $\Omega^{-1}.\text{m}^{-1}$     | $2,13.10^6$   |
| Propriétés Mécaniques   |                                 |               |
| Grandeur  | Unité                           | Valeur        |
| Résistance max ( $\sigma_{\text{max}}$ )  | MPa                             | 350           |
| Limite d'élasticité ( $\sigma_y$ )  | MPa                             | 275           |
| Allongement à rupture (A)   | %                               | 25            |
| Module d'élasticité ( $E$ )   | Gpa                             | 100           |
| Module de Cisaillement ( $G$ )  | Gpa                             | 44            |

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

---

Le titane comporte des propriétés mécaniques plus médiocres face aux alliages industriels. Le titane commercialement pur est utilisé en tant qu'électrode avec un certain pourcentage en oxygène bien défini. L'oxygène est donc additionné par mécanisme interstitiel [108].

Il existe deux formes cristallographiques stables du titane qui changent à une température de transformation allotropique. À température ambiante et non allié (dit "commercialelement pur"), le titane en phase  $\alpha$  est Hexagonal Compact (HC) avec un paramètre de maille  $a/c = 1,587$ . À  $883\text{ }^\circ\text{C}$ , la structure passe en réseau Cubique Centré (CC) nommé phase  $\beta$ . Ce changement cristallographique est manipulable par l'addition d'éléments d'alliage qui feront varier la température de transformation allotropique. Le titane allié peut être alpha, bêta ou alpha+bêta. Les éléments d'additions plomb, le nickel et molybdène sont bêta-gène. Ils améliorent la résistance à la corrosion du titane. Le cuivre, le zirconium, l'étain et enfin l'aluminium avec le vanadium sont donc des éléments alpha-gènes et réduisent la densité du titane.

Le titane ici est issu d'une même coulée puis, selon les indications du fournisseur, la matière est laminée sous forme de tôles de longueur 2 000 mm avec une largeur de 50 mm et une épaisseur de 8 mm et recuite. C'est un alliage de grade II communément appelé titane commercialement pur (CP-Ti) avec une composition du certificat de matière listée dans le tableau 2.2<sup>†</sup>.

**Tableau 2.2** – Composition du titane grade II en pourcentage massique selon le certificat de matière du fournisseur (Carlier<sup>†</sup>).

| Ti                          | H     | N    | O    | Fe   | C    | Chaque impureté        | Total d'impuretés |
|-----------------------------|-------|------|------|------|------|------------------------|-------------------|
| Composition certifiée (%m.) |       |      |      |      |      | Composition max. (%m.) |                   |
| Restant                     | 0,001 | 0,02 | 0,12 | 0,07 | 0,04 | 0,10                   | 0,40              |

---

†. Carlier SA : [www.carlier.cc](http://www.carlier.cc)

## 1.2 Généralités sur l'aluminium

L'aluminium est un métal à densité faible, une propriété physique (Tableau 2.3) qui lui vaut sa dénomination d'alliage léger. À volume égal, sa masse est trois fois plus faible qu'un alliage usuel utilisé en industrie. Cet élément et ses alliages sont caractérisés comme faciles à mettre en forme et à usiner.

Thermiquement, l'aluminium a des températures de changement de phase relativement basses par rapport aux autres métaux. De plus, la température de fusion des alliages est inférieure et diminue en fonction du taux d'addition des éléments ajoutés. Contrairement aux autres métaux, l'aluminium ne se fragilise pas à basse température et voit même ses caractéristiques mécaniques augmenter en utilisation cryogénique<sup>†</sup>. Son comportement face aux variations de température le rend singulier. On mesure une capacité thermique massique deux fois plus élevée que le titane et les aciers. Sa conductivité thermique est très importante : quatre à cinq fois plus que les aciers et jusqu'à dix fois plus que le titane. Enfin, le coefficient de dilatation thermique est jusqu'à deux fois plus grand que celui des aciers et trois fois plus élevé que le titane. Bien que diminués avec l'apport d'éléments d'addition dans les alliages, l'aluminium et ses alliages ont une conductivité thermique et électrique élevées, pouvant générer des problèmes de soudabilité.

À température ambiante, l'aluminium est Cubique à Face Centrée (CFC) avec un paramètre de maille  $a_{Al} = 4,041 \text{ \AA}$ . Il n'est pas doté de forme allotropique et conserve cette structure sur toute la gamme de température à l'état solide.

Tableau 2.3 – Propriétés de l'aluminium pur AA1050-O (pureté à 99.50%*m.*) [78].

| Propriétés physiques  |                                 |                      |
|---|---------------------------------|----------------------|
| Grandeur  | Unité                           | Valeur               |
| Masse volumique[20°C] ( $\rho$ )                                      | $\text{g.cm}^{-3}$              | 2,700                |
| Température de fusion ( $T_f$ )                                       | °C                              | 660                  |
| Température de solidification ( $T_s$ )                               | °C                              | 588                  |
| Température d'ébullition ( $T_e$ )                                    | °C                              | 1560                 |
| Capacité thermique massique [20°C] ( $C_p$ )                          | $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | 0,950                |
| Coefficient de dilatation thermique linéaire [20; 600]°C ( $\alpha$ ) | $\text{K}^{-1}$                 | $28,7 \cdot 10^{-6}$ |
| Conductivité thermique [20°C] ( $k$ )                                 | $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ | 217,6                |
| Conductivité électrique [20°C] ( $\sigma_{\text{elec.}}$ )            | $\Omega^{-1}.\text{m}^{-1}$     | $0,38 \cdot 10^{-3}$ |
| Propriétés Mécaniques   |                                 |                      |
| Grandeur  | Unité                           | Valeur               |
| Résistance max ( $\sigma_{\text{max}}$ )                              | MPa                             | 70 – 80              |
| Limite d'élasticité ( $\sigma_y$ )                                    | MPa                             | 10 – 20              |
| Allongement à rupture ( $A$ )   | %                               | 40 – 50              |
| Module d'élasticité ( $E$ )   | GPa                             | 65 – 70              |
| Module de Cisaillement ( $G$ )  | GPa                             | 24 – 27              |

<sup>†</sup>. [www.euralliage.com](http://www.euralliage.com)

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

L'aluminium pur est très peu utilisé pour ses propriétés mécaniques comme la plupart des métaux purs. Il est cependant possible de les augmenter significativement par l'ajout d'éléments d'addition. Les éléments d'alliage dans l'aluminium changent les propriétés physiques et thermique impliqués dans l'étude d'un soudage. Les gammes d'alliages d'aluminium sont très étendues et les caractéristiques physiques sont très variables. Certains alliages peuvent atteindre une contrainte à rupture équivalente à celle des aciers trempés.

L'aluminium et ses alliages trouvent des applications dans différents domaines tel que : l'aérospatial, l'aéronautique, l'automobile, le transport maritime ou encore ferroviaire. Le principal avantage est la légèreté des alliages pour les structures comme les carénages et les châssis. Ensuite, sa résistance à la corrosion permet une bonne durabilité des structures notamment en milieux marins. De manière générale, tous les domaines d'application utilisent les alliages d'aluminium pour leur grande légèreté. En plus de cet avantage non négligeable, ils sont aussi utilisés pour d'autres propriétés :

- L'industrie alimentaire et de l'emballage l'utilisent pour sa résistance à la corrosion, son imperméabilité et sa recyclabilité complète, permettant de réduire le coût de production sur un cycle de vie entier.
- Les domaines de la construction et de la mécanique industrielle exploitent sa mise en forme aisée et la conductivité thermique des aluminiums.
- Les secteurs de l'énergie s'approprient l'excellente conductivité électrique de l'aluminium et ses propriétés magnétiques afin d'appliquer une protection de certains câbles.
- Le milieu de l'architecture et du bâtiment utilise les alliages comme solutions économiques, et visuelles pour des armatures et des éléments de structure visibles.

L'aluminium utilisé dans ces travaux est un alliage Al1050-O indiqué avec une pureté en aluminium minimum à 99.5% avec une composition maximum en impureté listée dans le Tableau 2.4<sup>†</sup> et recuit. L'aluminium est laminé à froid sous forme de tôles de longueurs entre 300 mm et 1 000 mm avec une largeur de 50 mm et une épaisseur de 8 mm et recuit.

**Tableau 2.4** – Composition de l'aluminium Al1050-O en pourcentage massique selon le certificat de matière du fournisseur (MDS<sup>†</sup>).

| Cu                         | Fe  | Mg   | Mn   | Si   | Ti   | Va   | Zn   | Al      |
|----------------------------|-----|------|------|------|------|------|------|---------|
| Composition maximale (%m.) |     |      |      |      |      |      |      | %m. min |
| 0,05                       | 0,4 | 0,05 | 0,05 | 0,25 | 0,03 | 0,05 | 0,05 | 99.5    |

†. MDS : [www.metaux-detail.com](http://www.metaux-detail.com)



## 1.3 Analyses métallographiques préliminaires des matériaux

Une fois joints, le titane et l'aluminium ne pourront plus être polis séparément. Une procédure de préparation de surface commune aux deux matériaux a donc été établie pour toutes les analyses métallographiques. La surface est préparée par un prépolissage mécanique manuel sur des disques de SiC allant d'une granulométrie élevée pour un prépolissage de planéité, jusqu'à une granulométrie fine pour un état de surface propice à l'étape de polissage. L'état de surface "poli miroir" est obtenu sur disques pour suspensions diamantées (9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ ). Un polissage final mécano-chimique est appliqué à l'aide d'une suspension de silice colloïdale (pH = 9.8) pour réduire l'écaillage de surface.

Les duretés des matériaux initiaux sont référencées dans le Tableau 2.5. Elles ont été mesurées avec un micro-duromètre utilisant la méthode Vickers avec une pointe diamant en forme de pyramide à base carrée. La force appliquée est de 1 000 g pendant 13s. Une matrice avec au moins 100 points valides a permis d'avoir une mesure précise évitant la dispersion des mesures.

**Tableau 2.5** – Valeurs de dureté (Vickers –  $HV$ ) sur les différentes faces des tôles d'aluminium et de titane ( $F = 300$  g).

| Face mesurée     | Dureté mesurée (HV) |           |
|------------------|---------------------|-----------|
|                  | Titane              | Aluminium |
| Surface          | 187±3               | 24±5      |
| Longueur/largeur | 164±4               | 24±2      |

La dureté de l'aluminium est homogène tandis que le titane a une dureté plus élevée en surface. Les deux matériaux ont une différence de dureté moyenne de 150  $HV$ . Ces matériaux ont une dureté très faible par rapports à leurs alliages les plus communs ( $\sim 330$   $HV$  pour le TA6V [56] et 80  $HV$  pour un Al2024-T6 [109] , 75  $HV$  pour un Al5083 [110]).

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

---

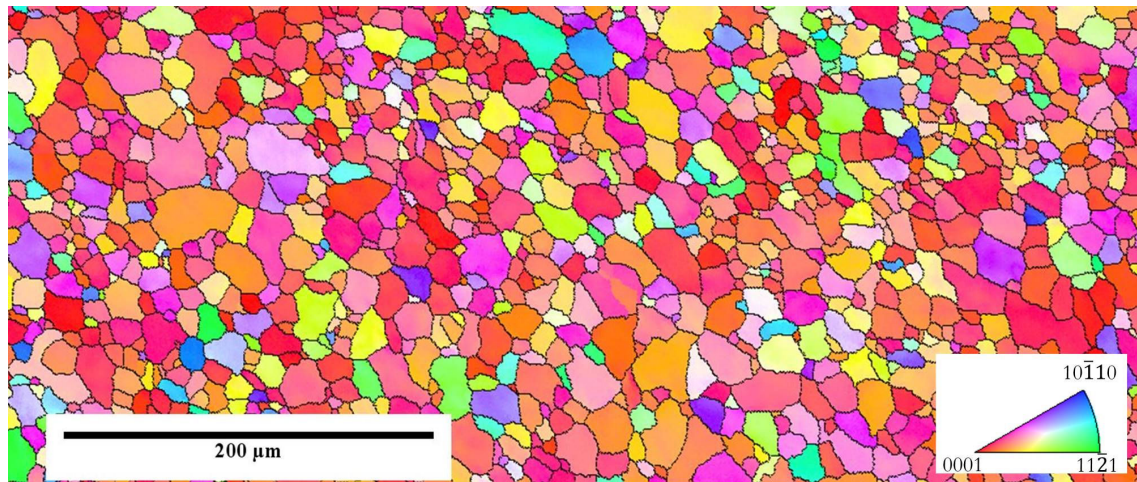
La texture est estimée par EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) sous MEB à l'aide du logiciel EDAX sur la surface des tôles. La Figure 2.2 et la Figure 2.3 représentent une synthèse des analyses EBSD effectuées sur le titane et l'aluminium traitées à l'aide du logiciel OIM.

Sur la Figure 2.2(a) est représentée une cartographie de l'orientation cristalline en figure de pôle inverse du titane. On remarque une taille de grains uniforme, avec une forme équiaxe et une orientation cristalline préférentielle (0001) de type basale. Cette direction de texture est typique d'un matériau hexagonal laminé [111].

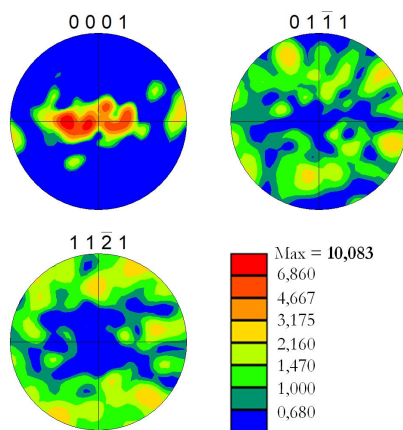
La Figure 2.2(b) représente les figures de pôle de la surface de la tôle de titane. On observe les deux zones de densité des pôles mesurés avec un maximum de 10,083 dans la direction  $\langle 0001 \rangle$ . La Figure 2.2(c) est une représentation schématique de figure de pôle typique d'un matériau hexagonal laminé en fonction du rapport  $c/a$ . Par comparaison entre l'analyse des figures de pôle expérimentales et la théorie pour un rapport de  $c/a$  du titane supérieur à 1,633 la tôle est texturée [111]. L'axe  $c$  de la maille HC est donc dirigé selon l'épaisseur de la tôle (l'axe  $z$ ). Cette texture de la tôle explique alors la différence de dureté suivant les faces (Tableau 2.5).

La Figure 2.2(d) est un graphique de distribution de la taille de grains du titane. La distribution suit une gaussienne centrée autour de  $9 \mu\text{m}$  avec une moyenne de taille de grains calculée à  $10,60 \mu\text{m}$ . La Figure 2.2(e) représente la distribution des angles de désorientation aux joints de grains. Le recuit des tôles laminées par le fournisseur a donc laissé les joints de grains à désorientation supérieure ou égale à  $15^\circ$  pour une distribution centrée aux alentours de  $40^\circ$ .

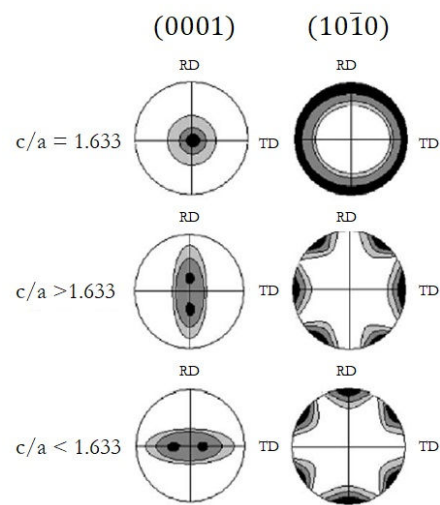
## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ



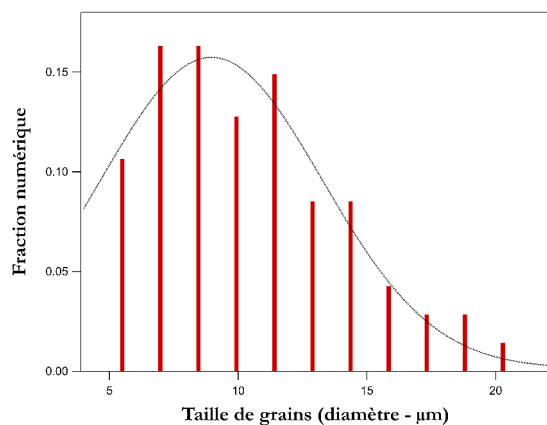
(a)



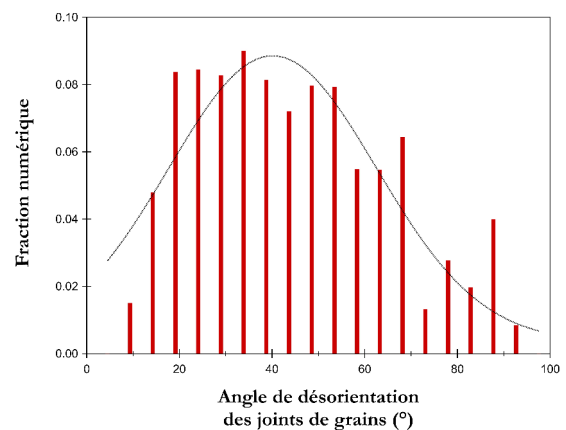
(b)



(c)



(d)



(e)

**Figure 2.2** – Analyse métallographique du titane grade II. (a) Cartographie en figure de pôle inverse. (b) Figures de pôles de la phase hexagonale. (c) Figures de pôles théoriques ((0001) et (10 $\bar{1}$ 0)) d'un matériau hexagonal compact texturé selon le rapport  $c/a$  [111]. (d) Distribution de la taille de grains en fraction numérique. (e) Distribution de l'angle de désorientation des joints de grains en fraction numérique.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

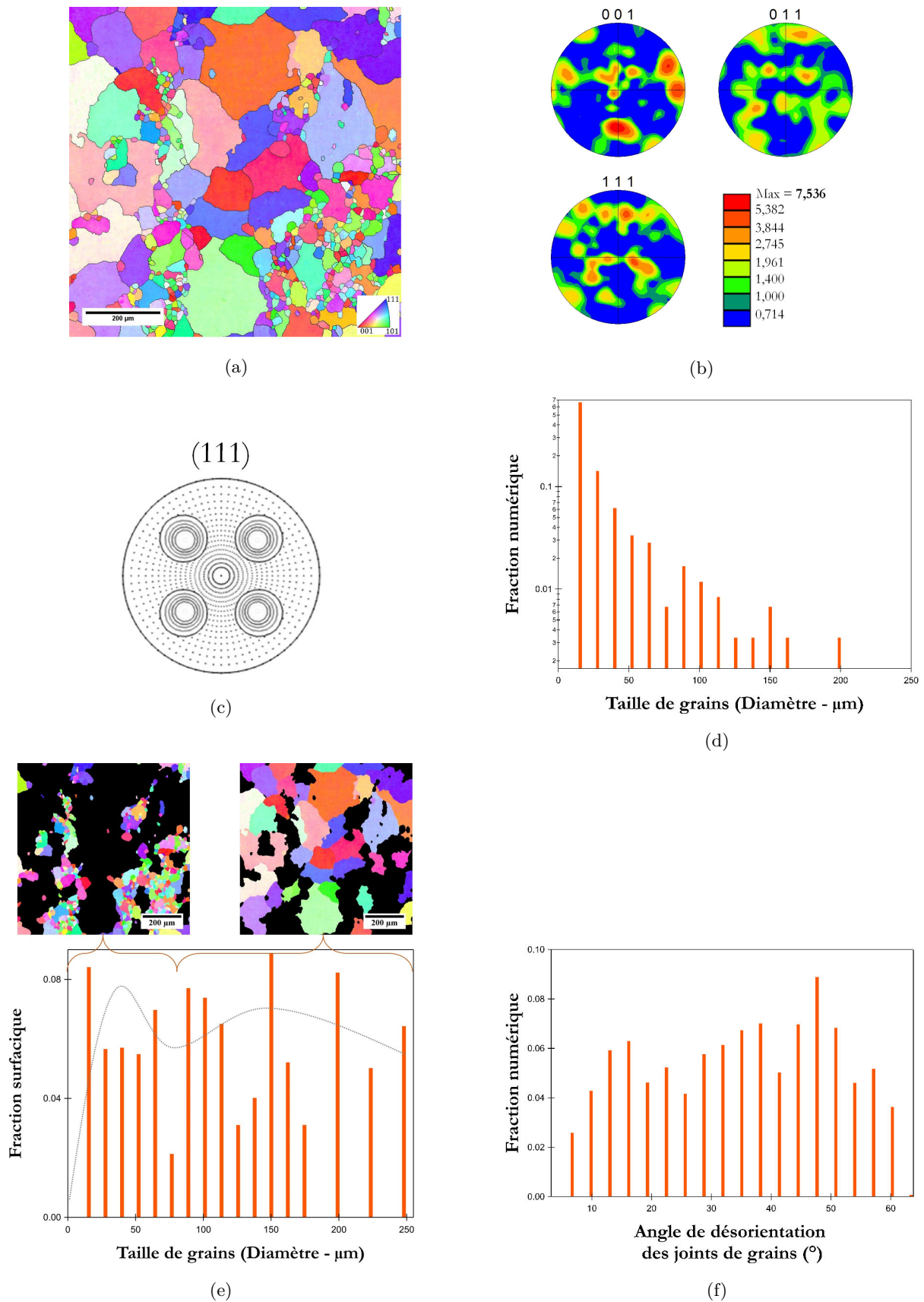
---

La Figure 2.3 est l'analyse EBSD de la surface de l'aluminium. La cartographie de l'orientation cristalline en fonction des figures de pôle inverse (Fig. 2.3(a)) indique un matériau sans texture évidente, avec des grains équiaxes et deux populations de tailles de grains.

La Figure 2.3(b) regroupe les figures de pôle des plans  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  de la maille CFC de l'aluminium. La valeur maximale de densité des pôles est relativement faible ( $\sim 7,5$ ) mais non négligeable sans répartitions particulières. La Figure 2.3(c) est l'ensemble de ces mêmes figures de pôle pour la même nuance d'aluminium texturé [112]. En comparant les deux figures, l'aluminium n'est pas texturé.

La Figure 2.3(d) représente la distribution de la taille de grains de la surface analysée par EBSD en fraction numérique. Elle indique une grande population de petits grains autour de  $15 \mu\text{m}$ . Les grains avec une taille significativement plus élevée sont en moins grand nombre sur une surface délimitée. L'étude en fraction surfacique est alors plus judicieuse pour le cas d'une distribution bimodale avec une telle différence de taille de grains entre les deux groupes. La Figure 2.3(e) représente cette distribution par fraction surfacique. Les deux populations de taille de grains sont représentées en encart au-dessus de l'histogramme par une sélection des grains suivant leur taille. Cela révèle la première population de grains avec une moyenne de  $21 \mu\text{m}$  et une deuxième avec une moyenne de  $140 \mu\text{m}$  pour une taille de grains de toute la surface de  $28,9 \mu\text{m}$ . La distribution de l'angle de désorientation des joints de grains est visible sur la Figure 2.3(f). Elle est uniforme avec une légère augmentation de population aux angles autour de  $44,5^\circ$ .

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ



**Figure 2.3** – Analyse métallographique de l'aluminium 1050-O. (a) Cartographie en figure de pôle inverse. (b) Figures de pôle de la maille CFC. (c) Figure de pôles théoriques (111) d'un matériau CFC texturé [112]. (d) Distribution de la taille de grains en fraction numérique. (e) Distribution de la taille de grains en fraction surfacique avec une sélection de grains des deux populations. (f) Distribution de l'angle de désorientation des joints de grains en fraction numérique.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

---

Les Figures 2.4(a) et 2.4(b) et les Figures 2.4(c) et 2.4(d) correspondent à une étude de la catégorie des Joints de Grains (JdG) respectivement du titane et de l'aluminium. Il existe trois catégories de joints de grains : les joints de grains avec un angle de désorientation entre  $2$  et  $15^\circ$ , les JdG avec un angle de désorientation supérieur à  $15^\circ$  et les Coincidences Site Lattice (CSL). Les CSL sont des joints de grains où l'orientation cristalline des deux grains voisins se superposent pour former un nouveau motif. Cette nouvelle périodicité est désignée par  $\Sigma$  et l'énergie libre  $y$  est minimale [113]. L'analyse est faite sur des profils EBSD avec un pas de  $2 \mu\text{m}$  pour l'aluminium et un pas de  $0,6 \mu\text{m}$  pour le titane. Les critères les mieux appropriés selon Randle V. [113] sont cités à la suite. Les catégories de CSL sont comptés en fraction numérique avec le critère de Brandon [114] pour  $\Sigma \in [3; 29]$  pour l'aluminium et  $\Sigma \in [7, 49]$  pour le titane. La déviation maximum est de  $\Delta\theta_{max} \leq 15^\circ \Sigma^{-1/2}$ . Le critère de  $\Sigma 1$  désigne une valeur d'angle de désorientation  $\theta \in [2; 15]^\circ$ .

Les Figures 2.4(a) et 2.4(c) regroupent la distribution des types de JdG du titane et de l'aluminium. Les deux matériaux sont composés majoritairement de joints de grain à haute énergie avec des angles de désorientation supérieurs ou égaux à  $15^\circ$ . La quantité de CSL est négligeable pour le titane alors que la fraction numérique est un peu plus élevée pour l'aluminium.

Les Figures 2.4(b) et 2.4(d) donnent la répartition en fraction numérique des types de CSL mesurées sur les critères de Randle V. [113] du titane et de l'aluminium. Dans le peu de CSL du titane, la population se répartit entre les coïncidences  $\sigma = 7$ ,  $\sigma = 13$  et  $\sigma = 19$ . Parmi les CSL de l'aluminium, la majorité a pour valeur de coïncidence  $\Sigma = 3$  qui correspond à une énergie de désorientation la plus faible des valeurs de sigma pour une désorientation de  $70^\circ$  de la maille CFC de l'aluminium [115].

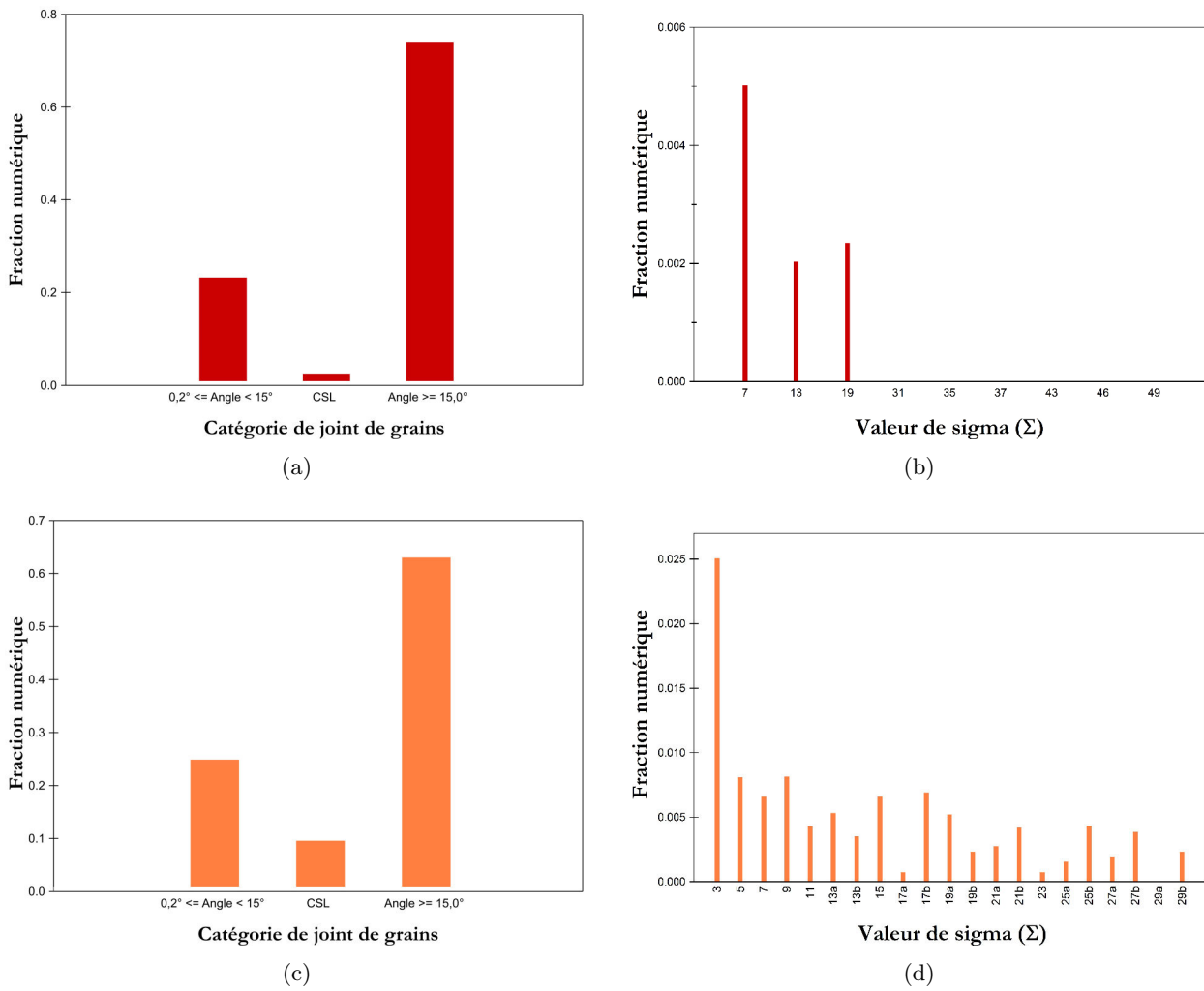
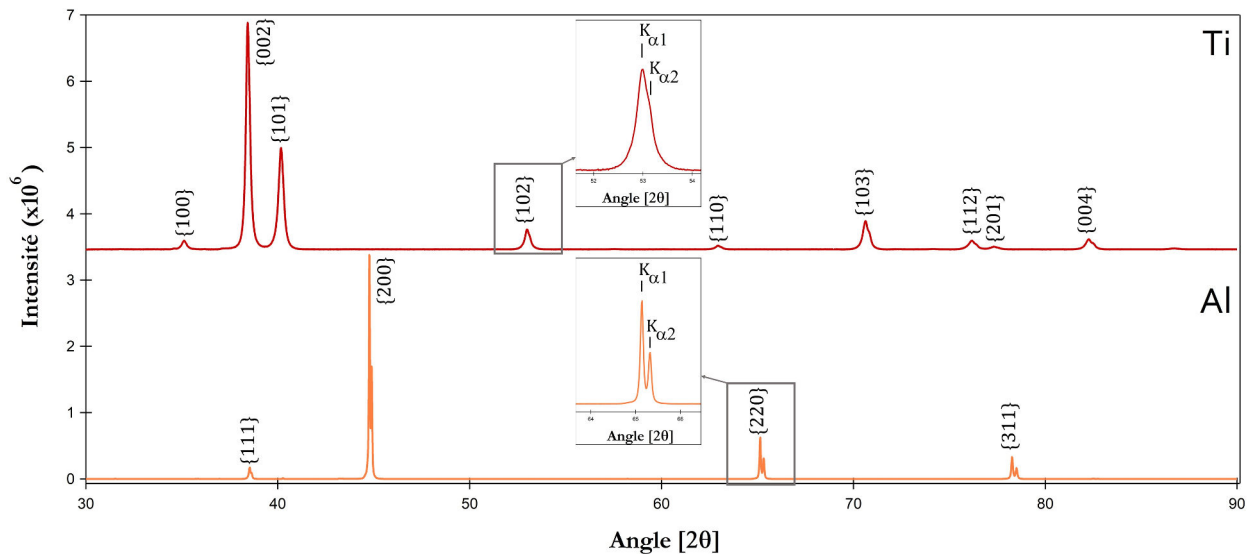


Figure 2.4 – Catégorisation des joints de grains du titane et de l’aluminium à l’état initial. (a) Distribution de la catégorie de joint de grain du titane, (b) distribution des catégories de coïncidence des joints de grains du titane. (c) Distribution de la catégorie de joint de grains de l’aluminium, (d) distribution des catégories de coïncidence des joints de grains de l’aluminium.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

La Figure 2.5 représente le diffractogramme des rayons X (en coups) du titane et de l'aluminium. Les deux matériaux sont analysés dans les mêmes conditions entre 30 et 90° sur une durée de quatre heures. Les données ont été exploitées à l'aide du logiciel X'Pert HighScore Plus par corrélation avec la théorie par la méthode de Caglioti après le retrait de la ligne de base. Les pics mesurés correspondent aux éléments associés [116] et leurs données sont rassemblées dans le Tableau 2.6. La dernière colonne estime le rapport entre la hauteur du pic le plus intense et le pic donné. Le pic le plus intense du titane est le {002} et celui de l'aluminium est le {200}. La forme des pics donne une indication sur la microstructure permet de corréliser avec les analyses EBSD précédentes. Leur profil est dépendant des contraintes résiduelles et de l'ordre de grandeur de la taille de grains. Les pics du titane sont relativement larges et leur épaulement  $K_{\alpha 2}$  est peu visible. Ils correspondent à une plus faible taille de grains micrométrique. Il n'est pas à exclure que des contraintes résiduelles sont aussi la cause des valeurs de largeur à mi-hauteur des raies. Ces contraintes peuvent être assimilées à la catégorie de faible désorientation dans la Figure 2.4(a). Le pic {002}, qui correspond au plan basal d'un HC, est ici le plus intense contrairement à un diffractogramme d'un titane non texturé (Fig. 2.6). Le rapport est  $\frac{I_{\{002\}}}{I} = 2,3$  (Fig. 2.6(a)) contre  $\frac{I_{\{002\}}}{I} \simeq 0,3$  pour un titane non texturé (Fig. 2.6(b)). Le rapport des deux pics est inversé, et confirme la texture basale mise en évidence par EBSD. Les pics de l'aluminium sont plus fins ce qui implique que la raie  $K_{\alpha 2}$  est très dissociée de la  $K_{\alpha 1}$ . Cette finesse des raies de l'aluminium par rapport au Ti peut être interprétée en partie par la présence de très gros grains (Fig. 2.3).

Le rapport des intensités permettra de suivre l'évolution des matériaux après le malaxage de l'outil et de suivre les évolutions microstructurales.



**Figure 2.5** – Diffractogrammes des rayons X du titane gr.II et de l'aluminium 1050-O. Mesures effectuées en mode continue à 0,25°/min entre 30 et 90° avec une anticathode  $\text{CuK}_{\alpha}$  monochromatique.



## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

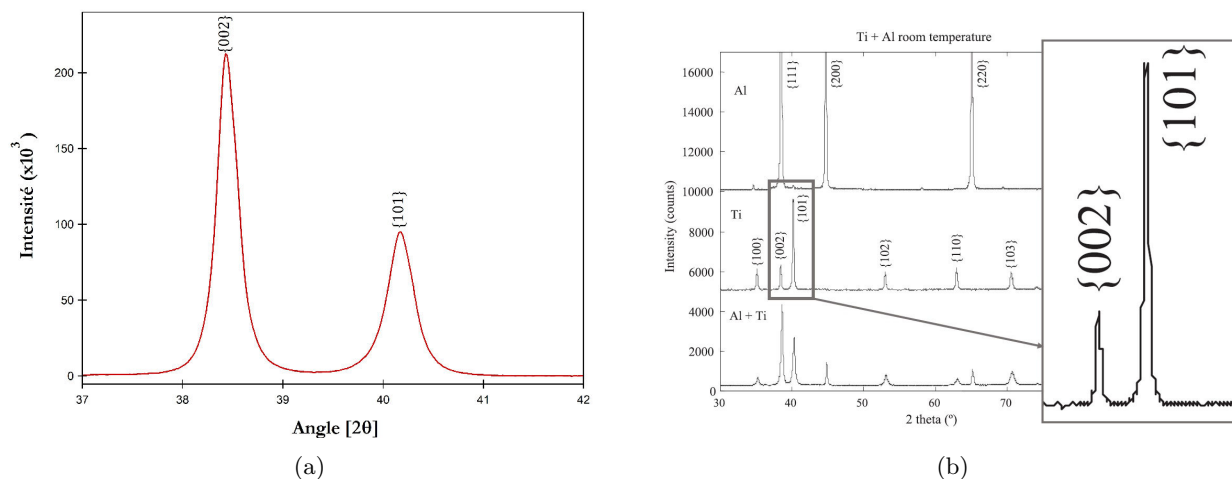


Figure 2.6 – Comparaison DRX des pics {002} et {101}. (a) Titane initial entre 37 et 42°. (b) Titane non texturé [116].

Tableau 2.6 – Données des pics des diffractogrammes du titane et de l'aluminium.

| Titane |                               |  |                               |                  |  |
|--------|-------------------------------|--|-------------------------------|------------------|--|
| Pic    | Position<br>$^{\circ}2\theta$ | Largeur à<br>mi-hauteur<br>$^{\circ}2\theta$ | Aire<br>$^{\circ}2\theta.Cps$ | Intensité<br>Cps | Rapport d'intensité<br>$I_{\{002\}}/I$ |
| {100}  | 35,1                          | 0,2630                                       | 2183                          | 5744             | 27,5                                   |
| {002}  | 38,4                          | 0,2178                                       | 49006                         | 157961           | 1,0                                    |
| {101}  | 40,1                          | 0,2811                                       | 29166                         | 69723            | 2,3                                    |
| {102}  | 52,9                          | 0,2500                                       | 5711                          | 14965            | 10,6                                   |
| {110}  | 62,9                          | 0,276  | 1198                          | 2866             | 55,1                                   |
| {103}  | 70,6                          | 0,285  | 9493                          | 22374            | 7,1                                    |
| {112}  | 76,1                          | 0,365  | 3892                          | 6794             | 3,3                                    |
| {201}  | 77,3                          | 0,451  | 1173                          | 1928             | 82,0                                   |
| {004}  | 82,2                          | 0,337  | 2875                          | 8068             | 19,6                                   |
| {202}  | 86,6                          | 0,544  | 679                           | 795              | 198,7                                  |

| Aluminium |                               |  |                               |                  |  |
|-----------|-------------------------------|--|-------------------------------|------------------|--|
| Pic       | Position<br>$^{\circ}2\theta$ | Largeur à<br>mi-hauteur<br>$^{\circ}2\theta$ | Aire<br>$^{\circ}2\theta.Cps$ | Intensité<br>Cps | Rapport d'intensité<br>$I_{\{200\}}/I$ |
| {111}     | 38,5                          | 0,0929                                       | 21561                         | 156724           | 21,7                                   |
| {200}     | 44,8                          | 0,0587                                       | 285687                        | 3396686          | 1,0                                    |
| {220}     | 65,1                          | 0,0769                                       | 66400                         | 618317           | 5,5                                    |
| {311}     | 78,3                          | 0,0938                                       | 43957                         | 325839           | 10,4                                   |

## 1.4 Caractérisations mécaniques à température ambiante

La caractérisation des matériaux initiaux permet de connaître les propriétés exactes des nuances fournies pour la caractérisation de la jonction soudée par FSW. Les mesures à Température Ambiante (TA) permettront d'estimer les efforts sur l'outil à la température équivalant à la phase de plongée. La caractérisation en température ( $TA \leq T \leq 800 \text{ }^\circ\text{C}$ ) permet d'appréhender le comportement des matériaux pendant la phase de soudage. La loi de Hollomon est utilisée pour étudier le comportement en plasticité des matériaux  $\sigma = K\varepsilon^n$ , où  $n$  est le coefficient d'érouissage et  $k$  est déterminé par l'ordonnée à l'origine de la courbe  $\ln(\sigma) = K + n \ln(\varepsilon)$ .

### 1.4.1 Technique expérimentale commune

Les essais sont effectués sur une machine de caractérisation mécanique universelle Zwick double colonne avec une cellule de force de 100 kN. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre à baguettes céramiques avec un écartement initial de 15 mm. L'extensomètre permet aussi de réguler la vitesse de traction sur le domaine de déformation homogène fixée à un déplacement de la traverse de  $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ , soit  $\dot{\varepsilon} = 5,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Une pré-charge initiale est imposée à 5 MPa. Le design des éprouvettes est en accord avec les normes de l'ASTM *international* [117].

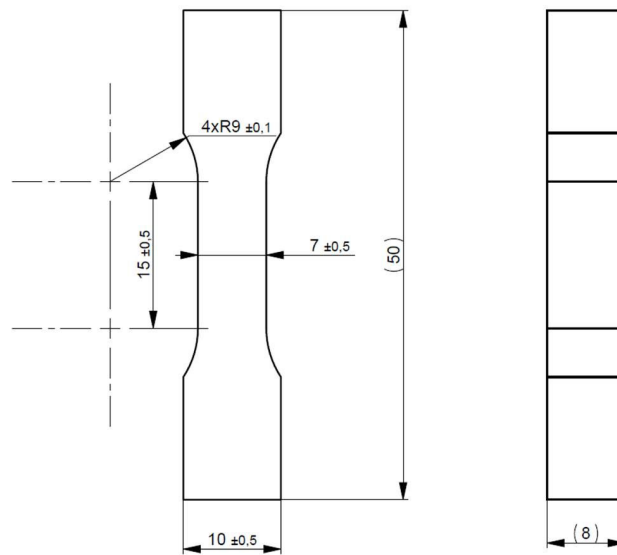


Figure 2.7 – Dimensions (en mm) des éprouvettes de traction pour la caractérisation mécanique du titane et de l'aluminium à l'état initial à température ambiante.

1.4.2 Résultats

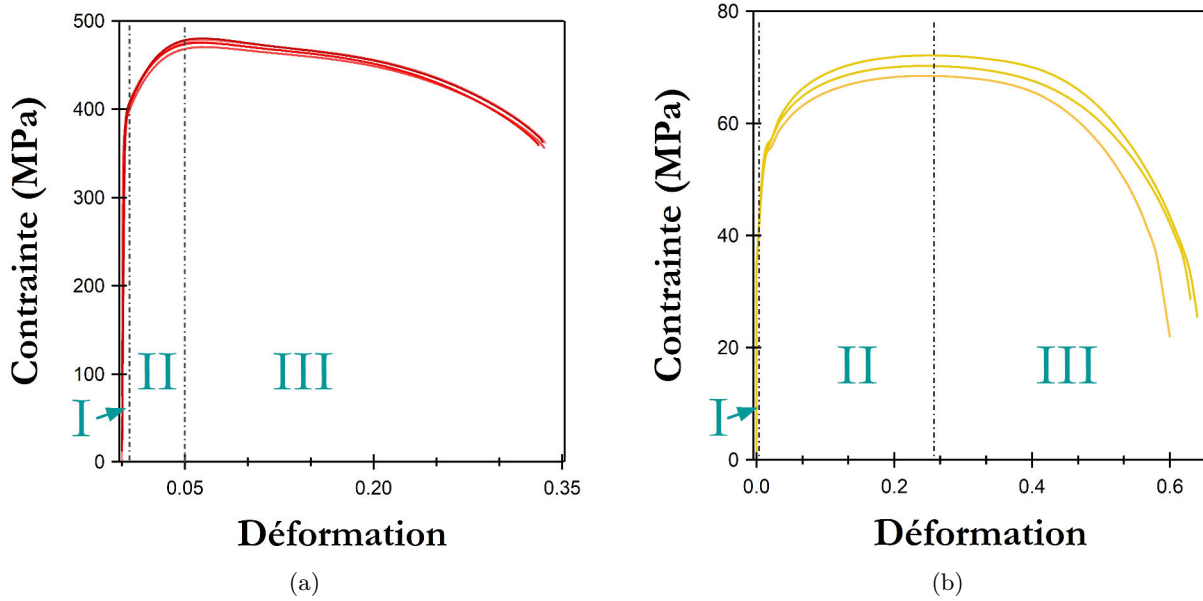


Figure 2.8 – Courbes de traction conventionnelles à température ambiante. (a) Titane. (b) Aluminium

La Figure 2.8 représente les courbes de traction conventionnelles du titane (Fig. 2.8(a)) et de l’aluminium (Fig. 2.8(b)). Les chiffres romains indiquent le stade de déformation : l’élasticité (I), la plasticité (II) et la déformation inhomogène (III).

La contrainte de limite d’élasticité des quatre courbes du titane est atteinte dès environ 0,4% de déformation (Fig. 2.8(a)). La contrainte maximum est atteinte à 5% de déformation et la rupture du matériaux se produit à 31% de déformation. Au-delà de 5% de déformation vraie, la striction, du titane est importante. Le coefficient de striction à la rupture (Éq. 2.1) est de  $Z_r(Ti) = 59,4\%$ . Les trois courbes de traction conventionnelles de l’aluminium ont une dispersion relative légèrement plus faible. L’entrée en plasticité du matériau se produit à environ 2% de la déformation de l’éprouvette. Le stade II se termine après 25% de déformation et la rupture est atteinte à  $\varepsilon_{rupture} = 60\%$ . Le coefficient de striction à la rupture (Éq. 2.1) est de  $Z_r(Al) = 90,7\%$ .

$$Z_r = \frac{S_0 - S_r}{S_0} \times 100 \tag{2.1}$$

avec  $S_r$  la section du faciès de rupture et  $S_0$  la section initiale de l’éprouvette.

Tableau 2.7 – Caractéristiques mécaniques (vraies) du Ti Gr.II et du Al1050-O à température ambiante.

| Matériau         | $\sigma_{max}^V$<br>(MPa) | $V_{\varepsilon_{rupture}}$ | $\sigma_y^{0.2}$<br>(MPa) | E<br>(GPa) | n          | k<br>(MPa) |
|------------------|---------------------------|-----------------------------|---------------------------|------------|------------|------------|
| <b>Titane</b>    | 460±22                    | 0,31±0,06                   | 381±9                     | 116±4      | 0,35±0,08  | 788±86     |
| <b>Aluminium</b> | 95±3                      | 0,6±0,01                    | 77±5                      | 46±1       | 0,157±0,04 | 75±19      |

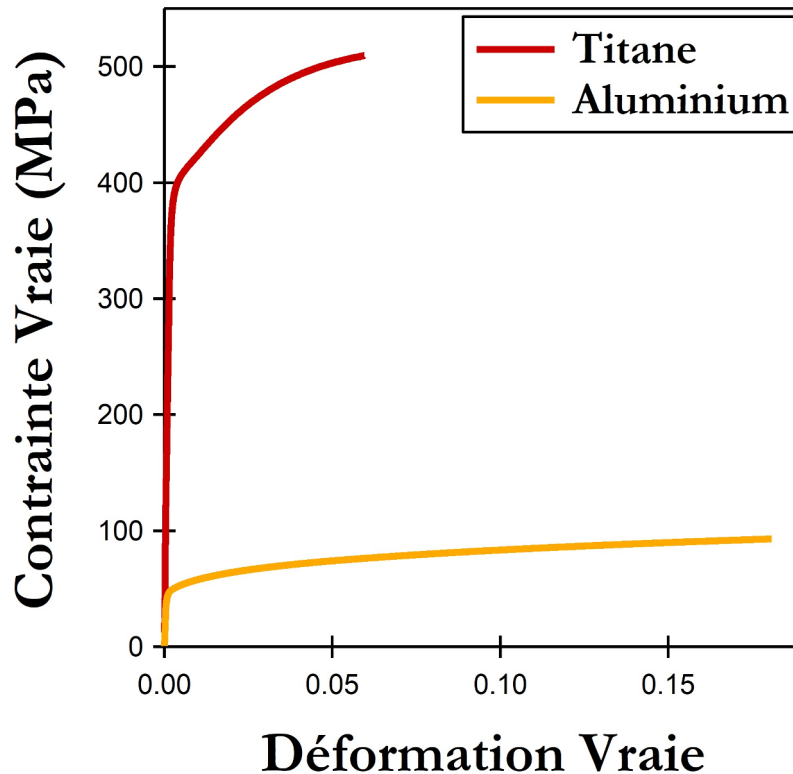


Figure 2.9 – Courbe de traction vraie typique du titane et de l’aluminium.

Tableau 2.7 liste les caractéristiques mécaniques des deux métaux à température ambiante. La Figure 2.9 représente une courbe de traction vraie typique obtenue pour le titane et l’aluminium. Ce dernier entre en comportement plastique après une très faible déformation et peu de force par rapport au titane. Le coefficient d’écrouissage  $n$  de l’aluminium est plus de deux fois plus faible que celui du titane.

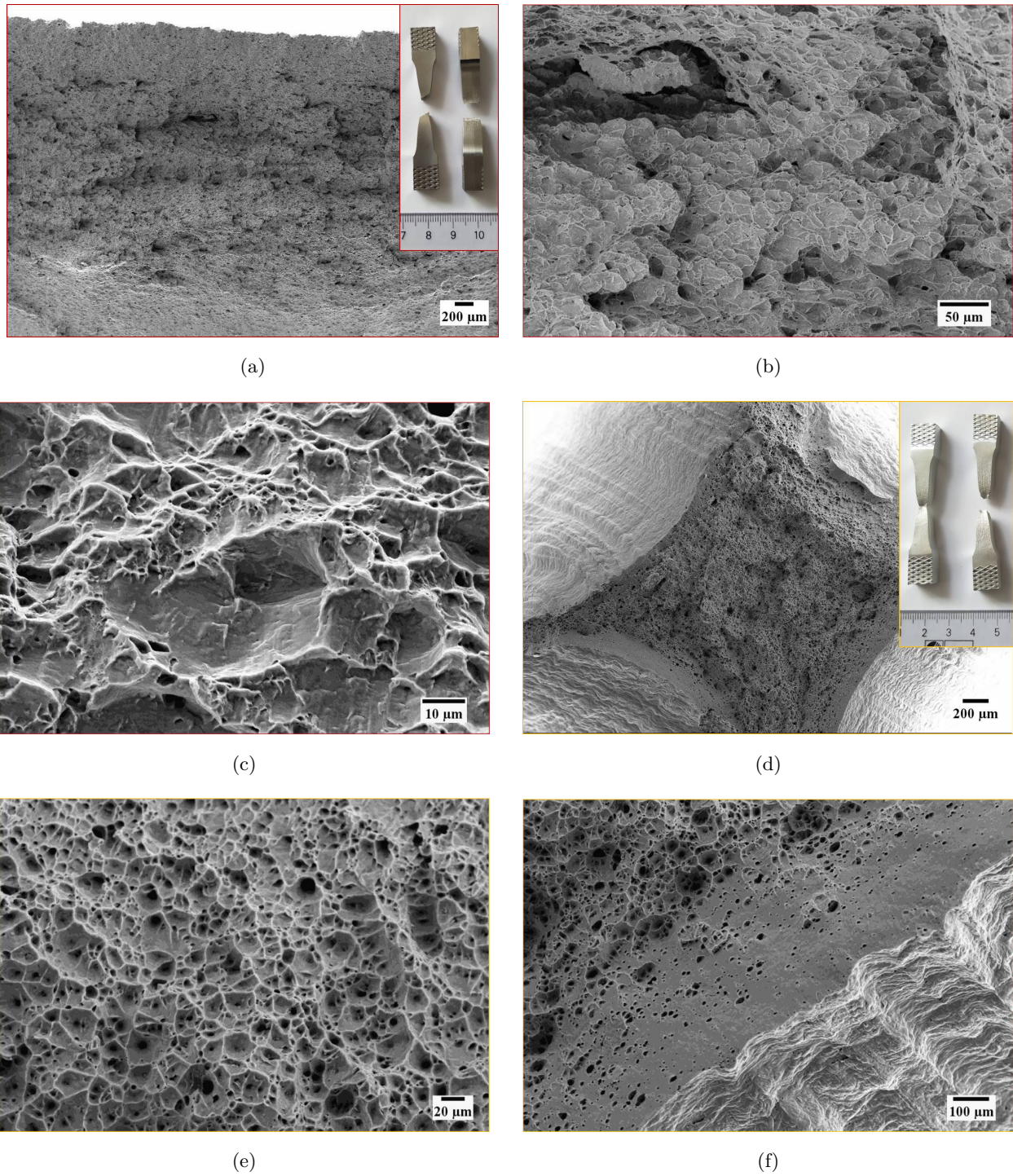
### 1.4.3 Fractographies du titane et de l’aluminium à TA

La Figure 2.10 représente l’étude fractographique du titane et de l’aluminium des éprouvettes de traction à température ambiante.

Pour le titane, le faciès de rupture est à  $45^\circ$  de l’axe de traction (Fig. 2.10(a)). Sa structure hexagonale compacte est plus dure à déformer avec seulement deux plans de glissement [118] et le plan prismatique est le principal [119]. Les microstructures des Figures 2.10(b) et 2.10(c) révèlent un comportement hétérogène avec une minorité de cupules issues d’une nature ductile au diamètre moyen de  $21 \mu\text{m}$  et une majorité de facettes lisses d’une taille moyenne de  $15 \mu\text{m}$  provenant d’un caractère fragile.

L’aluminium a un profil de rupture totalement ductile sur la Figure 2.10(d). Les éprouvettes sont déformées avec une rupture dans la zone de déformation inhomogène. La totalité de la surface de rupture est composée de cupules de  $15 \mu\text{m}$  de diamètre en moyenne (Fig. 2.10(e)). Sur les bords, la fractographie observée sur la Figure 2.10(f) est typique d’une rupture *cup and cone*. À la fin du processus de rupture, la fissure se propage rapidement vers les bords par mécanisme de cisaillement à  $45^\circ$  de l’axe de traction.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ



**Figure 2.10** – Fractographies d’essais de traction à température ambiante. Titane : (a) Vue d’ensemble du faciès et du profil de rupture en encart, (b), (c) microstructures du faciès de rupture. Aluminium : (d) Vue d’ensemble du faciès et du profil de rupture en encart, (e) microstructure sur le bord de striction, (f) microstructure au centre du faciès de rupture.

### 1.4.4 Synthèse

À température ambiante, les deux matériaux ont des résistances très différentes. L'aluminium a une très grande facilité à se déformer grâce à sa structure CFC. Dans son domaine de plasticité, la charge augmente faiblement en fonction de la déformation et il se forme une striction importante. Le titane HC est plus résistant à la déformation. La courbe de traction au stade **II** augmente avec un coefficient d'écrouissage deux fois plus élevé que l'aluminium. Un léger durcissement se produit à une déformation proche de la rupture [118].

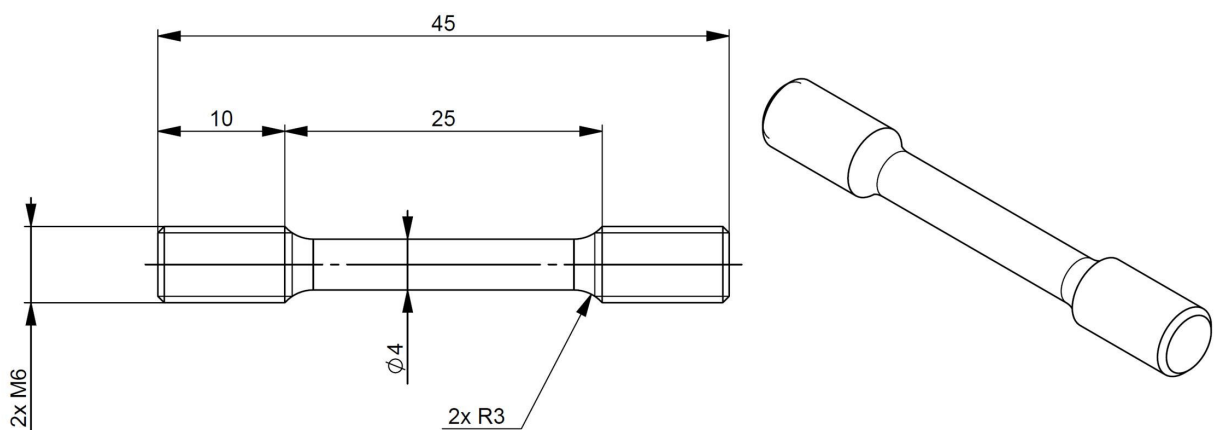
Cette caractérisation définit les matériaux lors de la phase de plongée. La forte tendance de l'aluminium à se déformer par rapport au titane justifie la configuration par recouvrement. Les données des matériaux serviront à établir des lois de comportement élastoplastiques. Pendant la caractérisation des jonctions soudées, l'aluminium semble être le premier matériau à pouvoir rompre si la soudure a une tenue mécanique supérieure aux matériaux à joindre.

## 1.5 Caractérisations mécaniques en température

Pour la caractérisation en température, le design des éprouvettes est différent de celui à TA. Avec le dispositif utilisé, les éprouvettes rondes et filetées permettent d'obtenir des résultats plus précis. Cependant, les propriétés mécaniques de l'aluminium Al1050-O et la taille des éprouvettes empêchent de faire entrer les têtes dans la filière pour usiner le filetage. Sous les efforts, l'éprouvette se déforme plastiquement et la rend obsolète pour la caractérisation. Chacun des matériaux est caractérisé avec une forme d'éprouvette sur mesure en s'inspirant des normes de l'ASTM *international* [117]. Un minimum de trois éprouvettes est caractérisée à la même température pour limiter la dispersion naturelle de résultats expérimentaux. Les essais de traction sont faits avec le même montage qu'en traction à température ambiante. La déformation est mesurée avec un extensomètre à baguettes en céramique avec un écart initial de 15 mm. Il permet aussi de réguler une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 5,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Le four utilisé est un four tri-zone contrôlé avec trois thermocouples au plus proche de l'éprouvette caractérisée.

### 1.5.1 Le titane

Les éprouvettes de traction en température du titane sont usinées sous forme d'haltères à têtes filetées (Fig. 2.11). Les essais de traction sont effectués après une montée en température aussi rapidement que le four le permet suivie d'une stabilisation de la consigne pendant 3 min pour une homogénéisation de la température de l'éprouvette à une pré-charge de 5 MPa. Les températures et les résultats de caractérisation mécanique du titane sont résumés dans le Tableau 2.8. Le module de Young est calculé avec la pente du domaine d'élasticité.



## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

Tableau 2.8 – Caractéristiques mécaniques du titane gr.II en fonction de la température.

| Température<br>(°C) | $\sigma_{\max}^V$<br>(MPa) | $\varepsilon_{\text{rupture}}$ | $\sigma_y^{0.2}$<br>(MPa) | E<br>(GPa) | n           | k<br>(MPa) |
|---------------------|----------------------------|--------------------------------|---------------------------|------------|-------------|------------|
| TA                  | 460±22                     | 0,31±0,06                      | 381±9                     | 116±4      | 0,35±0,08   | 788±86     |
| 200                 | 393±14                     | 0,39±0,05                      | 286±13                    | 109±11     | 0,114±0,01  | 614±7      |
| 300                 | 296±9                      | 0,44±0,00                      | 247±6                     | 108±13     | 0,098±0,004 | 597±2      |
| 400                 | 221±20                     | 0,39±0,03                      | 171±28                    | 98±2       | 0,108±0,013 | 574±5      |
| 500                 | 194±8                      | 0,28±0,01                      | 127±6                     | 84±6       | 0,100±0,009 | 567±12     |
| 600                 | 96±13                      | 0,35±0,07                      | 72±3                      | 67±14      | 0,098±0,026 | 490±23     |
| 700                 | 40±2                       | 0,50±0,05                      | 39±3                      | 33±2       | 0,016±0,005 | 370±12     |
| 800                 | 25±2                       | 1,24±0,12                      | 23±2                      | 18±2       | 0,016±0,001 | 325±1      |

Les courbes de traction brutes à chaque température sont représentées sur la Figure 2.12. Entre TA et 300 °C, le module de Young reste relativement stable. Dès l'augmentation de la température, la déformation à la rupture augmente et le coefficient d'érouissage chute à une valeur proche de l'aluminium à TA. La déformation à rupture passe de 0,31 à 0,39 et  $n$  varie de 0,35 à 0,11. Entre 200 et 500 °C  $E$  diminue de 0,2 GPa/°C.  $\varepsilon_{\text{rupture}}$  diminue pour revenir à la valeur du titane à TA tandis que  $\sigma_y$  et  $\sigma_{\max}$  chutent linéairement d'environ 0,6 MPa/°C.

Ces évolutions linéaires permettent de connaître les propriétés du titane pendant le FSW en mesurant la température. Le coefficient d'érouissage reste stable autour de  $n = 0,1$ . À partir de 700 °C les caractéristiques mécaniques se stabilisent à des valeurs basses. À 700 et 800 °C  $\sigma_y$  et  $\sigma_{\max}$  sont presque identiques. Le coefficient d'érouissage diminue brusquement à  $n = 0,1$ . Le matériau se déforme plus facilement et atteint des pourcentages de déformation à la rupture supérieur à 100%.

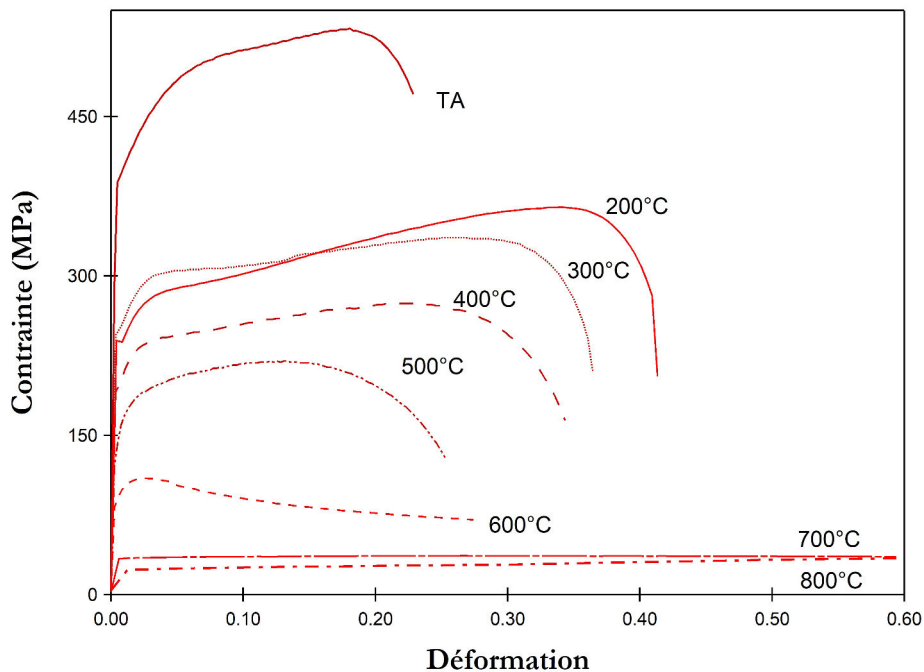


Figure 2.12 – Exemples de courbes de traction conventionnelles du titane aux différentes températures.



### 1.5.2 L'aluminium

Le design utilisé pour la caractérisation de l'aluminium est celui d'une éprouvette plate à tête trouée (Fig. 2.13) choisie en s'appuyant sur le document de l'ASTM *international* [117]. Les conditions de mesures sont établies de la même manière que pour le titane avec une stabilisation en température de 3 min et une pré-charge initiale de 2 MPa. Les températures de caractérisation sont listées avec les propriétés mesurées de l'aluminium 1050-O dans le Tableau 2.9.

Des mesures sont également faites à 470 °C pour les calculs du coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$ .

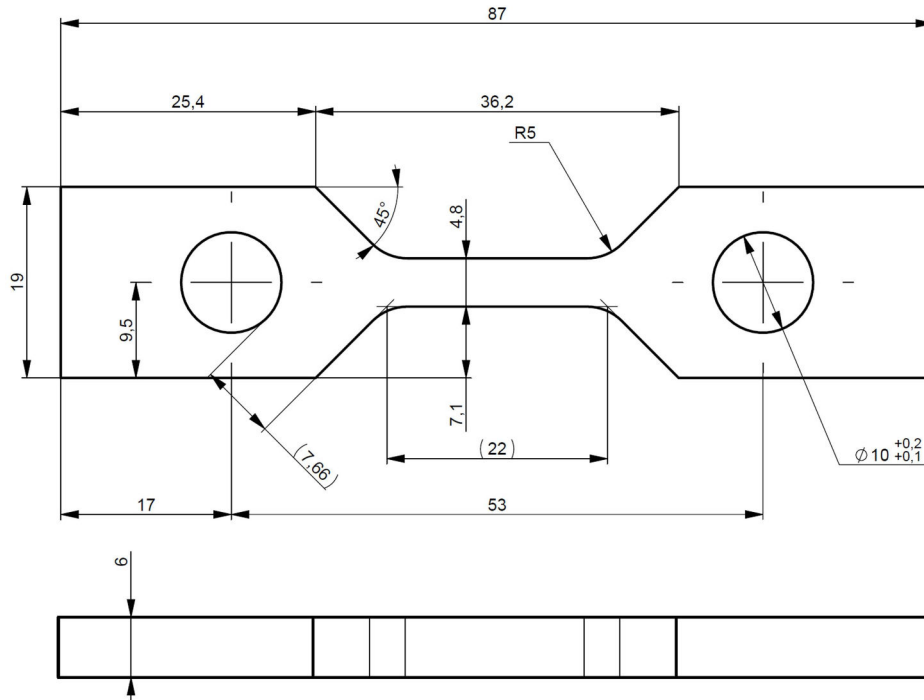


Figure 2.13 – Dimensions des éprouvettes de traction à chaud de l'aluminium.

Tableau 2.9 – Caractéristiques mécaniques de l'aluminium 1050-O en fonction de la température.

| Température<br>(°C) | $\sigma_{\max}^V$<br>(MPa) | $\varepsilon_{\text{rupture}}$ | $\sigma_y^{0.2}$<br>(MPa) | E<br>(GPa) | n           | k<br>(MPa) |
|---------------------|----------------------------|--------------------------------|---------------------------|------------|-------------|------------|
| TA                  | 95±3                       | 0,6±0,01                       | 77±5                      | 46±1       | 0,157±0,04  | 75±19      |
| 200                 | 54 ± 4,8                   | 0,59 ± 0,09                    | 52 ± 8,3                  | 40 ± 2,6   | 0,073±0,003 | 40±9       |
| 300                 | 24 ± 0,7                   | 0,55 ± 0,02                    | 36 ± 4,3                  | 24 ± 0,8   | 0,003±0,006 | 13±1       |
| 470                 | 11 ± 0,5                   | 0,52 ± 0,05                    | 17 ± 5,7                  | 11 ± 0.6   | 0,003±0,001 | 14±1       |

La Figure 2.14 regroupe les courbes de traction brutes typiques aux différentes températures de caractérisation. Avec l'augmentation de la température la limite d'élasticité chute brusquement et le module de Young diminue linéairement sur toute la plage de mesures de 0,13 MPa/ °C. La contrainte maximum mesurée chute plus rapidement après 200 °C. La déformation à la rupture de l'aluminium en fonction de la température reste relativement stable avec une très légère diminution (Tableau 2.9). À 200 °C, la force nécessaire à la déformation de l'aluminium reste constante avec une très légère diminution du coefficient d'écroutissage. Au-delà, les résistances du matériau en

comportement plastique chutent et se stabilisent autour de  $n = 0,03$  et  $k = 13$  MPa.

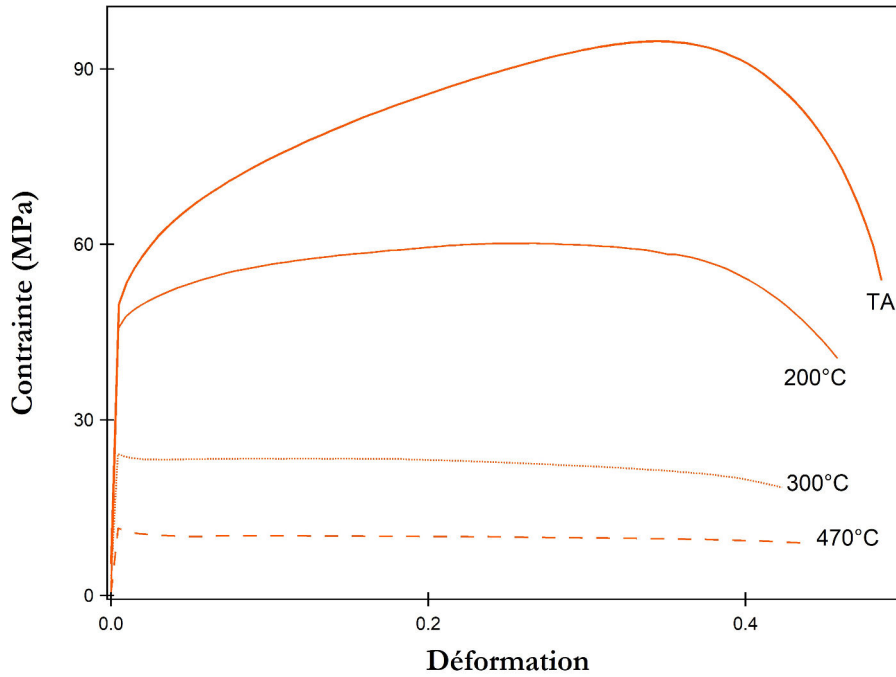


Figure 2.14 – Exemples de courbes de traction conventionnelles de l'aluminium aux différentes températures.

## 1.6 Synthèse

La Figure 2.15 regroupe les propriétés mécaniques (Module de Young, déformation à rupture limite d'élasticité et contrainte maximum) du titane et de l'aluminium en fonction de la température. Le titane pur est un élément avec une plus grande résistance mécanique que l'aluminium. Le module de Young du titane reste plus élevé quelle que soit la température de mesure (Fig. 2.15(a)). Entre 200 °C et 470 °C, la différence augmente avec la stabilisation de ce coefficient pour le titane.

La Figure 2.15(b) est la comparaison de la déformation à la rupture de Ti et Al en fonction de la température. L'aluminium reste plus ductile dans le domaine d'étude (Fig. 2.15(b)) et à 300 °C le titane a un allongement à la rupture qui se rapproche de la valeur relativement stable de l'aluminium. Ce n'est qu'au-dessus de 600 °C que le titane se déforme beaucoup plus avant la rupture.

La Figure 2.15(d) représente la différence de contrainte de limite d'élasticité et la différence de contrainte maximum entre les deux matériaux en fonction de la température. À température ambiante, les différences de propriétés physiques sont effectives pendant l'étape de plongée et pour la caractérisation mécanique de la jonction soudée. Ainsi, sur la Figure 2.15(c) on remarque que le titane est beaucoup plus résistant que l'aluminium ( $\Delta\sigma_y(TA) = 335$  MPa et  $\Delta\sigma_{max}(TA) = 365$  MPa). Avec la température, leurs différences de caractéristiques diminuent. Au-delà de 200 °C, l'aluminium fait apparaître une certaine stabilité contrairement au titane qui a ses résistances mécaniques ( $\sigma_y$  et de  $\sigma_{max}$ ) qui diminuent. Pendant le soudage en FSW, l'élévation de température ne dépassera pas la température de fusion de l'aluminium  $T_f(Al) = 660$  °C. Le titane reste donc plus résistant dans son domaine d'élasticité face à l'aluminium avec un module de Young supérieur à 75 GPa alors qu'à

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

température ambiante le module de Young de l'aluminium est de  $46 \pm 5$  GPa. Les deux matériaux gardent leur valeur de déformation à la rupture proche de leur valeur à température ambiante. Entre TA et 600 °C le titane voit ses propriétés mécaniques diminuer ( $\sigma_y$  et  $\sigma_{max}$ ) de manière plus importante que pour l'aluminium. Plus le soudage est chaud, plus le titane se comporte comme l'aluminium.

Pendant le procédé de FSW, la phase de pénétration dans la matière est à privilégier dans l'aluminium qui est plus facile à malaxer avec des résistances mécaniques moindres. Dans le cas d'une phase de plongée uniquement dans le titane, pour que l'outil subisse les mêmes contraintes que l'aluminium, le titane doit au moins être préchauffé à 500 °C. Cette différence de comportement oblige alors à privilégier pour ce couple une phase d'entrée pendant le procédé de FSW uniquement dans l'aluminium afin de limiter la dégradation ou la rupture de l'outil.

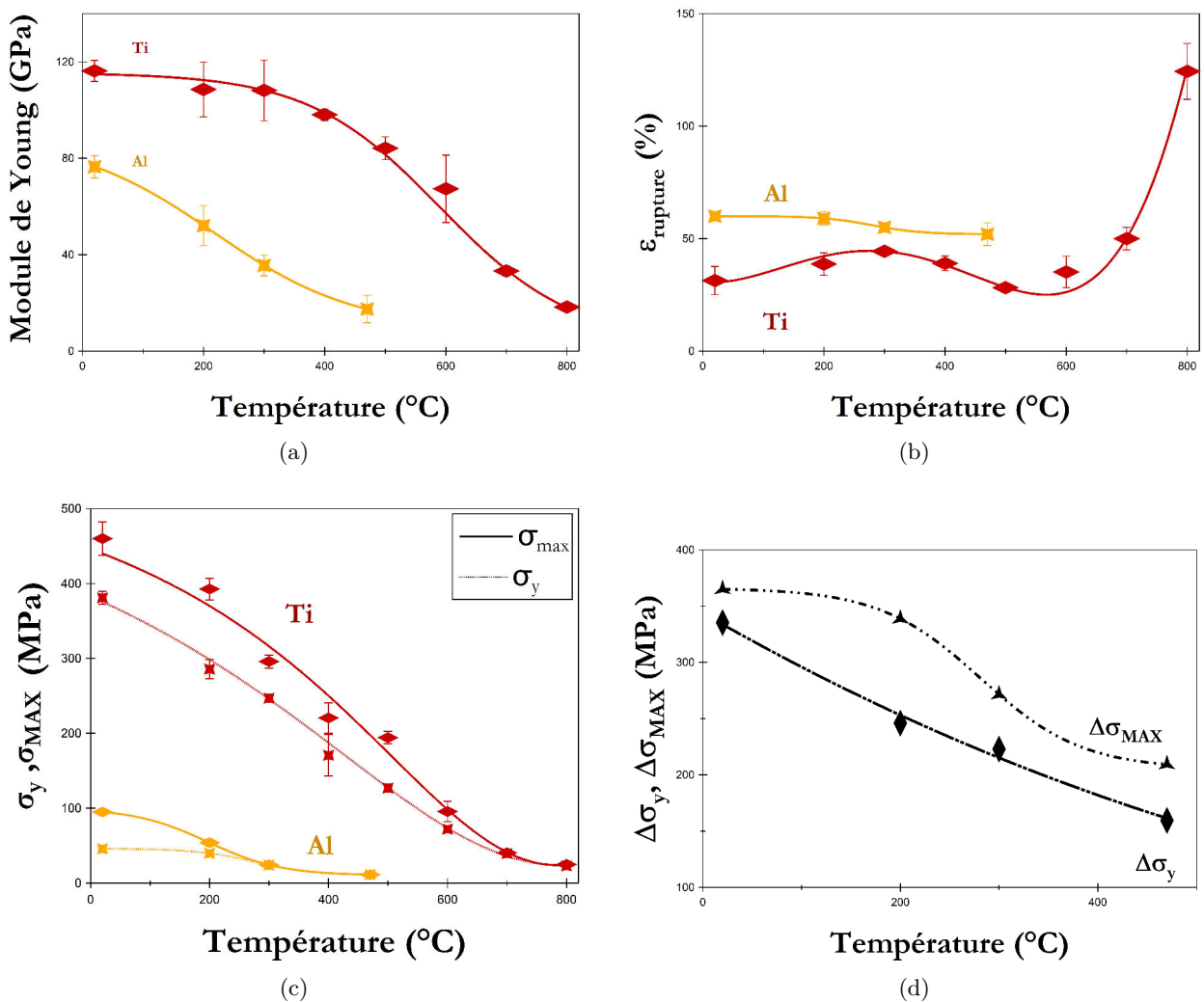


Figure 2.15 – Comparaison des propriétés mécaniques en fonction de la température du couple Ti-Al. (a) Module de Young, (b) déformation à rupture, (c) Contrainte maximale et limite d'élasticité, (d) différence de  $\sigma_{max}$  et  $\sigma_y$  en fonction de la température.

## 2 Méthodologie et configurations de soudage

Le titane fait partie des matériaux difficile à malaxer en FSW. Cela est dû à ses propriétés physiques plus élevées que les matériaux pour lesquels le procédé FSW est dédié (Al, Mg,...). La matière impose des efforts très importants lorsque l'outil entre dans la matière à température ambiante. En jonction hétérogène, les propriétés mécaniques et thermiques de l'aluminium 1050-O et du titane commercialement pur grade II sont très différentes. En FSW en configuration bout à bout, les efforts sont asymétriques, ils font dévier et rompre l'outil dans sa trajectoire sur l'interface.

### 2.1 Le soudage par transparence

La configuration de soudage par transparence se révèle comme une solution aux difficultés de la soudure bout à bout hétérogène par FSW. En recouvrant un premier matériau par le second, les efforts sont symétriques le long de l'axe  $y$ . À un même niveau sur l'outil, le pion malaxe la même matière et n'est pas dévié. Pendant la phase de plongée qui se déroule à température ambiante, si le matériau aux propriétés les plus faibles est en surface, l'outil subit moins d'efforts.

Tout au long de ce mémoire, l'étude de la soudure est faite en configuration par transparence avec l'aluminium venant recouvrir le titane. Lors de la première phase, l'outil FSW va donc entrer par l'aluminium et les efforts tribologiques vont augmenter progressivement la température de l'outil et de la matrice aux alentours. En fin de première phase, l'outil traverse entièrement l'aluminium pour malaxer en bout de pion le titane à une température plus élevée. Certaines études comme Elrefaey *et al.* [120] estiment pour le couple Al/Inox qu'il est plus optimal de pénétrer la matière qui est recouverte. Le mélange entre les deux matériaux offre une meilleure tenue mécanique de la jonction. Krutzlinger *et al.* [102] confirment cette tendance avec le couple Ti - Al. Ils ajoutent qu'en entrant dans le titane, l'outil va traverser et rompre la couche d'oxyde de la surface inférieure de l'aluminium et de la surface supérieure du titane. Ces couches rompues vont permettre un contact entre les deux matériaux purs et favoriser la formation d'une liaison chimique par diffusion.

Le montage de soudage est fait sur une fraiseuse universelle à 4 axes ( $x, y, z, \theta$ ) sur une table de bridage dessinée par l'entreprise et dédiée aux essais FSW. Plusieurs groupes de paramètres sont variables dans les essais de soudage et résumés dans le Tableau 2.10.

#### 2.1.1 Paramètres de la mise en œuvre

Quatre paramètres définissent les conditions de mise en œuvre du procédé FSW pour les essais effectués.

- La vitesse de soudage ( $v$ ) qui correspond à la vitesse de translation de l'outil tout au long de la phase de soudage donnée en  $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ .
- La vitesse de rotation de l'outil ( $\omega$ ) en tours/min.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

---

- L'angle de pénétration  $\theta$  entre l'axe de l'outil et la normale à la surface donnée en degrés.
- La profondeur de pénétration dans la matière recouverte ( $p$ ) en mm.

### 2.1.2 Dimensions de l'outil

L'outil est décrit selon ses deux parties :

- Le pion a été défini conique pour une meilleure résistance, et fileté pour un flux de matière idéalement dirigé vers le fond de la soudure. Ses dimensions sont fixées à 3,2 mm ou 5 mm selon les analyses à effectuer. Le diamètre à l'extrémité est de 4 mm. Cette dimension caractérise la valeur de la largeur de l'interface jointe.
- L'épaulement est la source principale de chaleur pendant le soudage. Sa dimension doit être suffisante pour que la chaleur apportée permette au volume du pion de malaxer sans effort et sans se dégrader. L'épaulement choisi est lisse avec un diamètre de 12 mm.

### 2.1.3 Dimensions des plaques dans la zone de soudage

En configuration par transparence, l'épaisseur de l'aluminium est définie par la longueur de l'outil et la profondeur de pénétration dans le titane. L'épaisseur du titane est moins importante, mais il est préférable d'avoir une épaisseur au moins deux fois plus grande que la valeur de pénétration du pion. Les plaques sont dimensionnées avec une épaisseur d'aluminium fixée à 3 mm ou 4,8 mm selon l'outil et à 4 mm pour le titane.

La pénétration de l'outil est régulée en profondeur (position selon l'axe  $z$ ), il est alors important de garantir un parallélisme des surfaces des tôles par leur usinage pour avoir une profondeur de malaxage constante tout au long du cordon. De plus, en usinant les surfaces qui forment l'interface, on assure un bon contact pour la jonction.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

**Tableau 2.10** – Données générales de mise en œuvre de la soudure du couple titane-aluminium par FSW.

| Mise en œuvre                            |                                      | Outil (Carbure de Tungstène) |                   |
|--|--------------------------------------|------------------------------|-------------------|
| Paramètre                                | Valeur                               | Paramètre                    | Dimension         |
| Vitesse de soudage                       | $(v)$ [11 ; 95] mm.min <sup>-1</sup> | Forme de l'épaulement        | plat et lisse     |
| Vitesse de rotation                      | $(\omega)$ [949 ; 2066] rpm          | Diamètre de l'épaulement     | 12 mm             |
| Angle de l'outil                         | $(\theta)$ [1; 3]°                   | Forme du pion                | conique et fileté |
| Profondeur de pénétration dans le titane | $(p)$ 0,35 mm                        | Longueur du pion             | 3,2 ou 5 mm       |
|  |                                      | Diamètre du pion             | 4 mm              |

## 2.2 Configurations pour les différents essais

L'application du procédé de FSW s'est faite sur le même système de bridage complet avec un blocage des degrés de liberté dans les trois dimensions. La Figure 2.16(a) est une vue du dessus du système de bridage indiquant chacun des axes bloqués. La Figure 2.16(b) représente une vue du montage juste avant le début du soudage. Les photos ont été prises sur des plaques usinées pour des essais de traction décrites par la suite. Le système permet qu'entre une et quatre pinces viennent s'appuyer sur les plaques pour les bloquer selon l'axe  $z$ . Pour éviter les mouvements des pièces selon l'axe  $y$ , des cales sont positionnées sous les pinces. Pour supprimer les mouvements selon l'axe  $x$  lors de la translation de l'outil pendant la phase de soudage des cales réglables (représentées à gauche sur la Figure 2.16(b)) sont positionnées à l'opposé de la zone de départ.

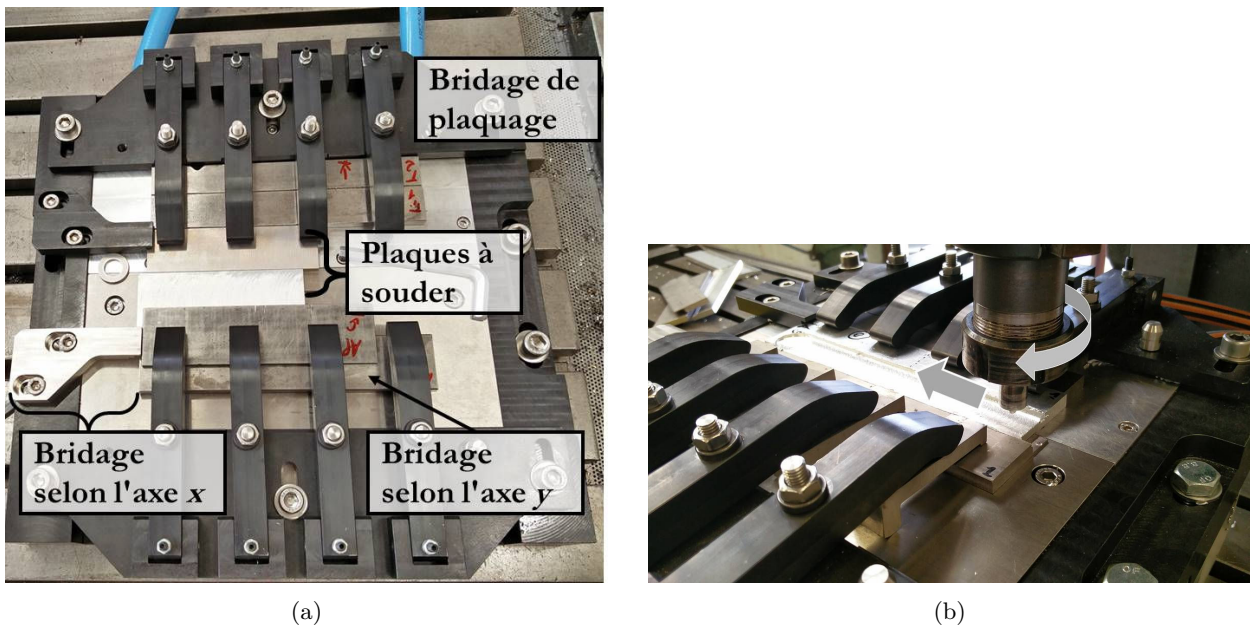


Figure 2.16 – Montage pour la mise en œuvre du procédé FSW. (a) Vue en plongée du montage avec les différents bridages, (b) Vue du bridage avant le début du procédé de soudage.

### 2.2.1 Configuration des plaques "formes complémentaires"

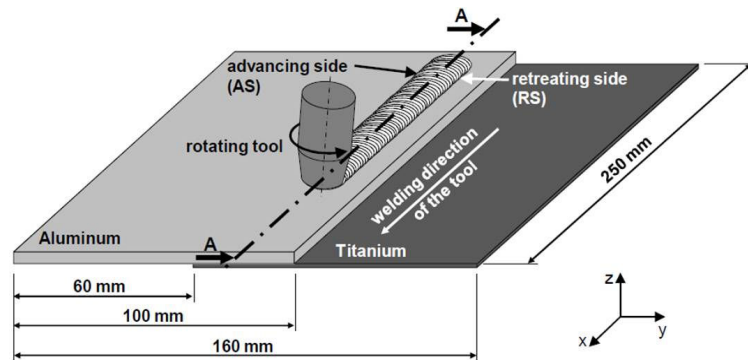


Figure 2.17 – Configuration par transparence pour la caractérisation mécanique avec un exemple de positionnement des plaques selon Krutzlinger *et al.* [102].

Afin de caractériser la jonction en traction il a fallu mettre au point un système où les mors de traction ne tiennent qu'un seul des deux matériaux. Le premier design simple est de superposer en décalé les deux tôles de la même façon que d'autres travaux (Fig. 2.17) mais les mors ne sont pas alignés. La configuration de superposition finale imaginée est alors de faire deux tôles de même épaisseur et aux formes complémentaires dans la zone de jonction pour avoir la configuration par recouvrement. La Figure 2.18 représente la forme des plaques avec la vue en coupe de la jonction en encart. Les deux plaques d'une épaisseur de 8 mm ont une forme complémentaire sur une de leur longueur. Ainsi, l'aluminium recouvre le titane sur 15 mm de large. L'outil de 12 mm de large a la totalité de son épaulement au-dessus de la zone de recouvrement en aluminium. En découpant perpendiculairement à la direction de soudage, on obtient des éprouvettes de largeur souhaitée (fixée à 20 mm pour les essais de traction) avec de chaque côté des épaisseurs de 8 mm de prise des mors qui seront alignés. Les efforts de traction sont indiqués par les flèches sur la Figure 2.18.

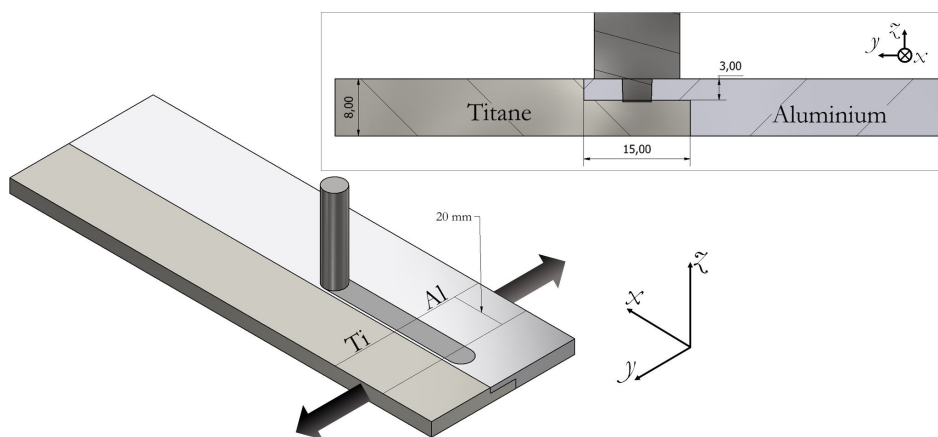


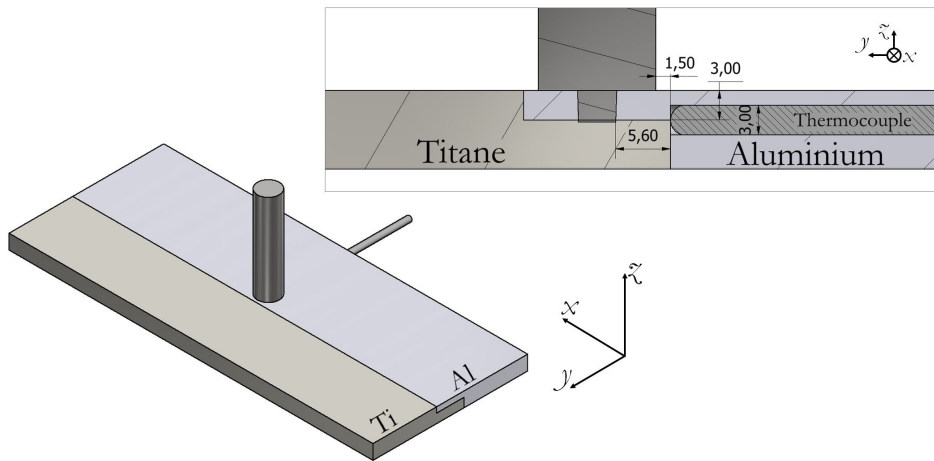
Figure 2.18 – Schéma des plaques aux formes complémentaires. La dimension des éprouvettes pour caractériser mécaniquement la jonction est tracée par les deux lignes parallèles espacées de 20 mm. Une vue en coupe de la zone du passage de l'outil est incrustée en haut à droite.



### 2.2.2 Configuration pour mesure de température

Afin de mesurer la température pendant le soudage, il a été mis au point différents montages. Le principe est de pouvoir mesurer la température proche d'un point de passage de l'outil pour y mesurer le pic de température que les matériaux subissent. La mesure se fait pendant les trois étapes de FSW puis durant la période de refroidissement afin connaître les différentes variations de température tout au long du procédé.

La Figure 2.19 représente la première configuration. La forme des plaques est issue de la configuration aux formes complémentaires. Le thermocouple (Type K – Chromel) est placé au milieu du trajet de l'outil selon l'axe  $x$ . Il traverse l'aluminium dans la largeur (axe  $y$ ) pour être en contact avec l'épaisseur de titane. L'extrémité du thermocouple (point de mesure de la température) est alors à 5,60 mm du bout du pion, à 1,50 mm du bord de l'épaulement de l'outil et à 3 mm de la surface.



**Figure 2.19** – Schéma du montage de mesure de température pendant la soudure avec un thermocouple (de type K). L'encart décrit la vue en coupe du passage de l'outil au niveau du thermocouple.

La Figure 2.20 représente la configuration de mesure de température avec trois thermocouples répartis dans l'épaisseur. Les trois thermocouples sont alignés selon  $z$  au milieu du trajet de l'outil (selon  $x$ ) afin de mesurer l'évolution thermique pendant le procédé et le refroidissement. Deux d'entre eux sont positionnés dans l'aluminium pour mesurer le gradient de température dans le matériau traversé par l'outil et en contact avec l'épaulement. Afin de ne pas endommager les thermocouples, leur extrémité est à 3 mm du bord de l'épaulement (selon  $y$ ) pour ne pas se retrouver dans la ZATM. Un troisième thermocouple est placé dans le titane avec le point de mesure à 2,9 mm de distance sous le bout du pion pour mesurer le pic de température au plus proche sans risquer de l'endommager.

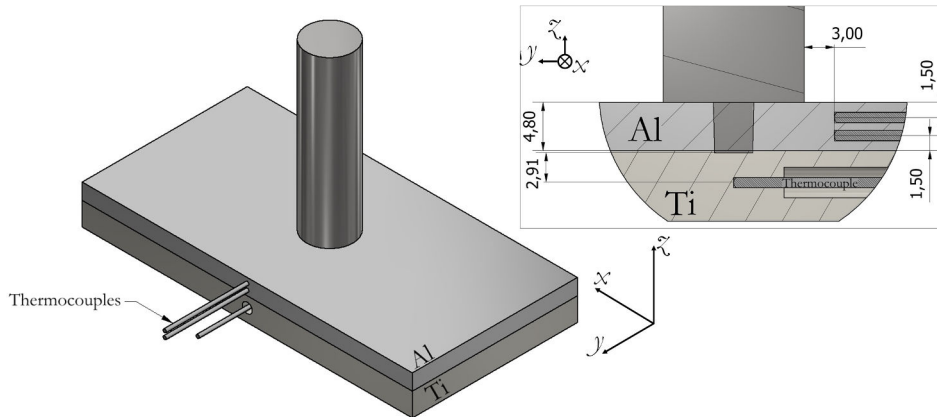


Figure 2.20 – Schéma du montage de mesure de température pendant la soudure avec trois thermocouples (de type K). L'encart décrit la vue en coupe du passage de l'outil au niveau des thermocouples.

### 2.2.3 Configuration pour analyses métallurgiques générales

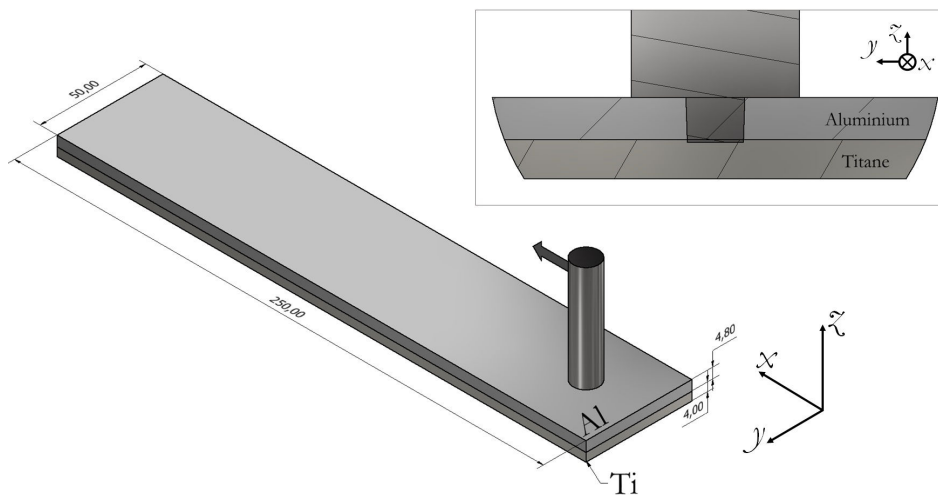


Figure 2.21 – Configuration par recouvrement pour analyses métallurgiques du procédé FSW. L'encart décrit la vue en coupe de l'interface au passage de l'outil.

Cette dernière configuration est le montage général pour les caractérisations métallurgiques et les observations à l'issue du soudage. La Figure 2.21 décrit la mise en place la plus classique de la configuration pour souder par transparence. L'aluminium a une épaisseur de 3 mm pour l'utilisation de l'outil avec un pion de 5 mm. Le titane a une épaisseur de 4 mm. Une fois un surfacage du cordon de soudure de 0,2 mm effectué pour effacer le passage de l'outil en surface, le titane et l'aluminium ont la même épaisseur. Cette configuration permet également de caractériser la jonction en flexion trois points. L'usinage des deux surfaces des tôles avant le soudage assure aussi un bon parallélisme des surfaces et un contact optimal entre les deux matériaux. Afin de pouvoir extraire un maximum d'échantillons et prendre en compte la dispersion des résultats, les plaques font une longueur de 250 mm pour obtenir un cordon de soudure d'une longueur minimum de 200 mm.

### 3 Essais de faisabilité

Afin d’avoir des échantillons avec le moins de défauts possibles, il était important de faire des séries d’essais pour déterminer la soudabilité de ces nuances ainsi que l’ensemble de paramètres de soudage permettant d’obtenir une soudure fiable. Des plans d’expériences ont permis d’optimiser cette jonction en sélectionnant une gamme de paramètres de FSW optimale. Les essais de faisabilité ont été pilotés à l’aide d’une méthode de plan d’expériences DoE (*Design of Experiments*). Le contexte industriel de l’étude de la soudure FSW de Ti-Al est d’obtenir une soudure fiable, résistante mécaniquement et étanche au vide. La Figure 2.22 donne une vue d’ensemble des paramètres principaux choisis dans la littérature. Le graphique regroupe la vitesse d’avance et la vitesse de rotation du procédé en soudure par transparence du couple Ti - Al, toutes nuances confondues, de la littérature.

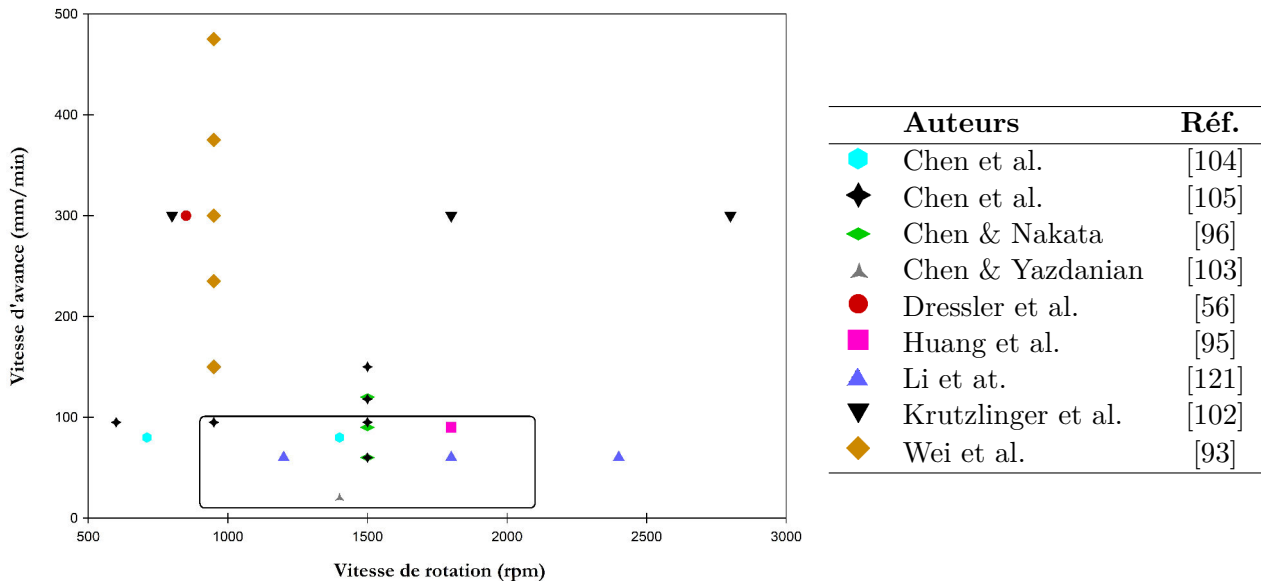


Figure 2.22 – Résumé d’application des paramètres en FSLW du couple Ti -Al. Le cadre noir représente la plage d’application des paramètres dans ce mémoire.

### 3.1 Méthode de plans d'expériences appliquée

Le but de ces essais est de diminuer et de supprimer le défaut tunnel de la soudure par transparence qui se forme à l'interface. Avec ces plans d'expériences il est plus aisé de comprendre les effets de chacun des paramètres du procédé et leurs impacts sur la formation du défaut avec un nombre d'essais le plus bas possible. La méthode de DoE utilisée est le plan d'expériences selon Taguchi [122]. Elle consiste en la création d'un plan d'action qui a pour but de déterminer l'influence des paramètres d'un procédé. Cette démarche permet d'estimer à la fois la faisabilité de soudage par friction malaxage entre le titane commercialement pur avec l'aluminium 1050-O et les paramètres ayant la plus grande influence sur la qualité de la soudure.

Trois paramètres (nommés facteurs) sont sélectionnés pour les essais de faisabilité : la vitesse d'avance, la vitesse de rotation et l'angle de l'outil. Ils ont été choisis d'après les travaux précédents effectués dans le laboratoire sur le couple aluminium – acier inoxydable [123]. Les deux premiers facteurs influencent aussi le coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$  (Eq. 1.8). Pour chacun des paramètres deux valeurs (modalités) sont sélectionnées.

Les Tableaux 2.11, 2.12 et 2.13 rassemblent les supports utilisés pour mettre en place les essais de faisabilité selon la méthode de DoE de Taguchi. Le Tableau 2.11 indique les possibilités pour résoudre le plan d'expériences en huit essais. Avec trois facteurs à deux modalités, le niveau de résolution est de  $V/V$ . Il correspond à l'indice de précision du protocole maximum de la méthode. Les colonnes utilisées de la table de Taguchi  $L_8$  (Tableau 2.12) sont alors les colonnes 1, 2 et 4. Les DoE sont programmés selon le Tableau 2.13 où 1 représente la modalité basse du facteur et 2 la modalité haute du facteur. Pour chaque essai, des coupes perpendiculaires au trajet de l'outil ont également permis d'observer l'état de la soudure. Dans la démarche de l'étude du DoE, la qualité de la soudure est quantifiée par la moyenne de la somme des aires des cavités observées à l'interface jointe.

Tableau 2.11 – Résolution d’une table  $L_8$ .

| Niveau de résolution | Nombre maximum de facteurs | Colonnes de la table $L_8$ à utiliser |
|----------------------|----------------------------|---------------------------------------|
| V                    | 3                          | 1, 2 et 4                             |
| IV                   | 4                          | 1, 2, 4 et 7 ou<br>1, 3, 5 et 7       |
| III                  | 7                          | toutes                                |

Tableau 2.12 – Table  $L_8$ .

|               |   | N° de la ligne |   |   |   |   |   |   |
|---------------|---|----------------|---|---|---|---|---|---|
|               |   | 1              | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| N° de l’essai | 1 | 1              | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
|               | 2 | 1              | 1 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2 |
|               | 3 | 1              | 2 | 2 | 1 | 1 | 2 | 2 |
|               | 4 | 1              | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 |
|               | 5 | 2              | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
|               | 6 | 2              | 1 | 2 | 2 | 1 | 2 | 1 |
|               | 7 | 2              | 2 | 1 | 1 | 2 | 2 | 1 |
|               | 8 | 2              | 2 | 1 | 2 | 1 | 1 | 2 |

Tableau 2.13 – DoE de huit essais pour trois paramètres.

|               |   | Facteur       | A | B | C |
|---------------|---|---------------|---|---|---|
|               |   | N° col. $L_8$ | 1 | 2 | 4 |
| N° de l’essai | 1 | 1             | 1 | 1 | 1 |
|               | 2 | 1             | 1 | 2 | 2 |
|               | 3 | 1             | 2 | 1 | 1 |
|               | 4 | 1             | 2 | 2 | 2 |
|               | 5 | 2             | 1 | 1 | 1 |
|               | 6 | 2             | 1 | 2 | 2 |
|               | 7 | 2             | 2 | 1 | 1 |
|               | 8 | 2             | 2 | 2 | 2 |

## 3.2 Résultats

Le graphique de superposition des DoE (Fig. 2.23) permet un aperçu général des effets moyens de chacun des paramètres sur la qualité de la soudure pour les deux DoE décrits par la suite. Il représente la courbe de tendance de la moyenne de l'aire totale des cavités mesurées à l'interface sur la section de la jonction en fonction de chacun des paramètres pris séparément. Le critère pour une soudure optimale et étanche est une aire de cavité égale à zéro. Sur ce graphique, aucun point n'atteint la valeur nulle. Un point correspond à la moyenne des aires mesurée sur les essais ayant une même modalité quelle que soit la valeur des autres modalités.

### 3.2.1 DoE 01 :

Ce premier plan d'expériences prend les paramètres extrêmes de la fraiseuse utilisée pour les essais de soudure et qui n'endommagent pas l'outil en carbure de Tungstène (Tableau 2.14).

**Tableau 2.14** – Modalités du plan d'expériences N°1 dans le domaine d'application de l'appareil.

| <b>Facteur</b>                   | <b>Modalité Basse</b>   | <b>Modalité Haute</b>   |
|----------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Angle ( $\theta$ )               | 1°                      | 3°                      |
| Vitesse de rotation ( $\omega$ ) | 949 rpm                 | 2066 rpm                |
| Vitesse d'avance ( $v$ )         | 11 mm.min <sup>-1</sup> | 95 mm.min <sup>-1</sup> |

Dans le domaine le plus large qu'il est possible de couvrir, le paramètre le plus influent sur la formation de cavités est la vitesse de rotation. La pente de la droite de tendance de ce facteur est la plus élevée des trois avec une moyenne d'aire mesurée la plus grande pour la modalité basse. Elle a aussi le point le plus faible de tous les facteurs pour la modalité haute. Une vitesse de rotation élevée est nécessaire pour une bonne qualité de soudure de Ti-Al par transparence. La deuxième droite du graphique de la figure montre que l'angle a une importance. La pente négative montre une meilleure soudure avec une plus faible valeur d'aire totale moyenne des cavités pour  $\theta = 3^\circ$ . La vitesse de soudage a une influence négligeable. La pente est quasi nulle même si on peut noter cependant qu'elle reste légèrement positive. Une vitesse de soudage basse tend vers une amélioration de la soudure.

3.2.2 DoE 02 :

Les résultats sont affinés avec le second plan d'expériences en fonction du DoE 01. Il s'établit alors avec les facteurs des modalités hautes du domaine d'application. En choisissant une modalité intermédiaire (Tableau 2.15), cette deuxième série d'essais précise l'influence des paramètres pour s'assurer d'une variation des résultats à une modalité intermédiaire des facteurs.

Tableau 2.15 – Modalités du plan d'expériences N°2 dans le domaine d'application de l'appareil.

| Facteur                          | Modalité Basse          | Modalité Haute          |
|----------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Angle ( $\theta$ )               | 2°                      | 3°                      |
| Vitesse de rotation ( $\omega$ ) | 1547 rpm                | 2066 rpm                |
| Vitesse d'avance ( $v$ )         | 60 mm.min <sup>-1</sup> | 95 mm.min <sup>-1</sup> |

La Figure 2.24 est un aperçu des différentes observations faites sur les interfaces et la mesure des cavités formées. Les plus importantes sont visibles au microscope optique, et peuvent être plus larges que le diamètre du pion qui malaxe le titane (Fig. 2.24(a) et 2.24(b)). D'autres sont visibles et mesurables au MEB (Fig. 2.24(c)). Ces cavités plus petites indiquent des paramètres plus optimaux (Fig. 2.24(d)).

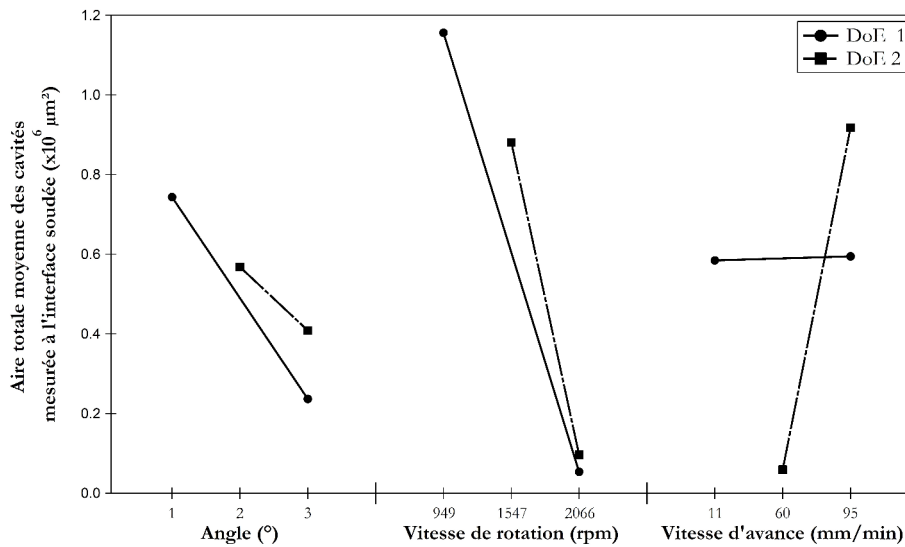
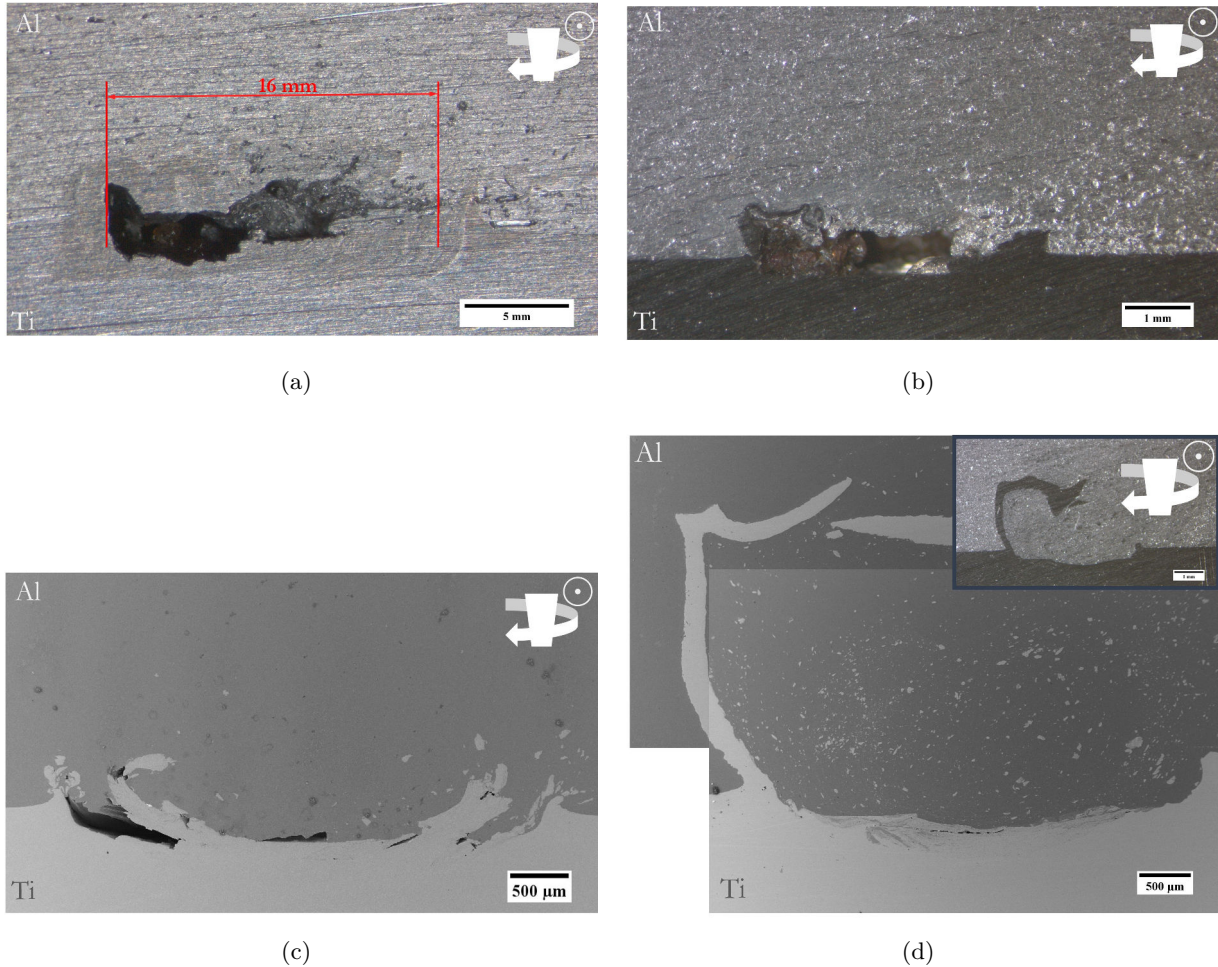


Figure 2.23 – Bilan des DoE par un graphique des effets moyens des paramètres sur la qualité de la soudure.



**Figure 2.24** – Observations des défauts des DoE à  $\theta = 3^\circ$ .

Microscope optique : (a)  $\omega = 949 \text{ rpm}$ ,  $v = 11 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  | (b)  $\omega = 949 \text{ rpm}$ ,  $v = 95 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ .

MEB : (c)  $\omega = 95 \text{ rpm}$ ,  $v = 2066 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  | (d)  $\omega = 2066 \text{ rpm}$ ,  $v = 11 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  (encart : microscope optique).

### 3.2.3 Ensemble des DoE

En rassemblant les DoE sur la Figure 2.23, la droite de tendance pour l'angle confirme qu'un angle élevé est préférable. Entre  $2^\circ$  et  $3^\circ$ , la variation de la qualité de la soudure est moins marquée mais un angle de  $\theta = 3^\circ$  est optimal. Les résultats montrent que la pente de la vitesse de rotation est élevée avec une mesure d'aire totale moyenne à la modalité haute de 2066 rpm. L'influence de la vitesse de rotation est donc très importante avec une bonne répétabilité entre les deux DoE. On peut relever sur la droite de tendance que la vitesse d'avance a une influence pour des valeurs intermédiaires de ce paramètre. En affinant les modalités de ce facteur avec le DoE 02, on observe une influence pour une valeur intermédiaire avec une diminution de l'aire totale moyenne pour  $v = 60 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Le choix des paramètres optimaux peut alors être affiné en couplant les facteurs.



3.2.4 Couplage des facteurs

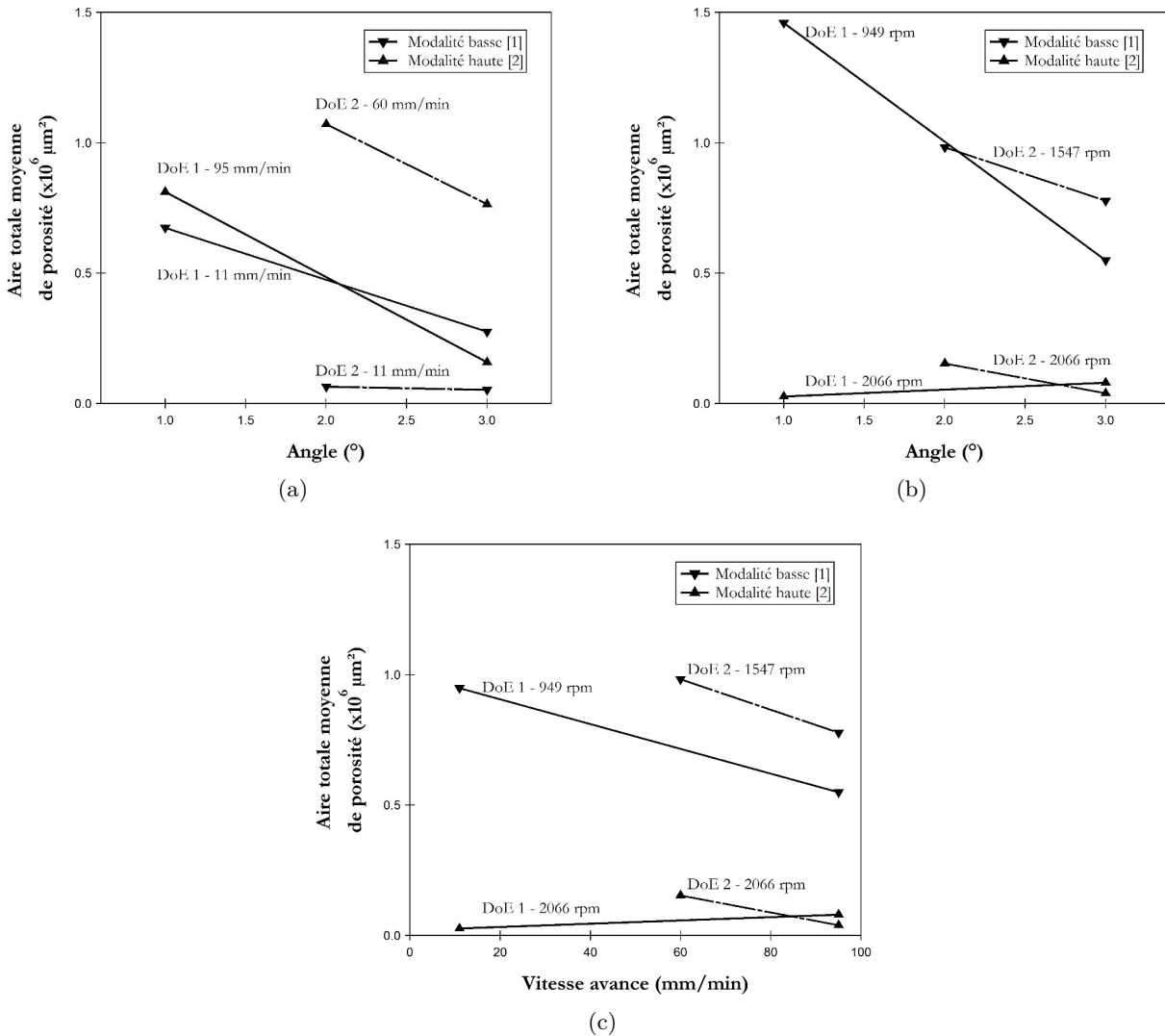


Figure 2.25 – Graphiques de couplage des facteurs FSW des DoE étudiés. Ils représentent les droites de tendance de l’aire totale moyenne : (a) des vitesses d’avance en fonction de l’angle, (b) des vitesses de rotation en fonction de l’angle et (c) des vitesses de rotation en fonction de la vitesse d’avance.

L’ensemble des résultats du couplage des comportements des facteurs peuvent être rassemblés sur la Figure 2.25. On peut alors observer l’effet d’un facteur sur la qualité de la soudure en fonction d’un second. Les Figures 2.25(a) et 2.25(b) représentent l’influence respective de la vitesse d’avance et de la vitesse de rotation couplée à un angle imposé et la Figure 2.25(c) décrit le couplage entre  $v$  et  $\omega$  qui interviennent dans l’évaluation du coefficient d’apport de chaleur  $Q^*$ .

Sur la Figure 2.25(a), on observe que les droites de 11 mm.min<sup>-1</sup> sont tracées à des valeurs plus basses que les autres vitesses d’avance. Une vitesse d’avance faible est à préférer quel que soit l’angle choisi.

## CHAPITRE 2. CARACTÉRISATIONS INITIALES ET APPLICATIONS DU PROCÉDÉ

---

Sur la Figure 2.25(b), une vitesse de rotation élevée est primordiale pour une qualité de soudure sans défaut "tunnel". À 949 rpm ou 1547 rpm l'aire des défauts est beaucoup plus grande qu'à 2066 rpm. Ce constat est visible même si pour un angle de  $1^\circ$ , une modalité élevée de ce facteur tend à avoir une soudure de moins bonne qualité.

En faisant le couplage de la vitesse de rotation en fonction de la vitesse d'avance (Fig. 2.25(c)), la tendance des droites orienterait le choix du paramètre de vitesse d'avance vers des valeurs élevées. Cette observation est minime puisque la vitesse de rotation semble découplée de la vitesse de déplacement.

### 3.3 Synthèse

Avec le graphique résumant les effets découplés (Fig. 2.23) et l'analyse de couplage (Fig. 2.25), on peut résumer l'impact des facteurs et conclure sur un choix de paramètres optimaux de la manière suivante :

- La vitesse de rotation a la plus forte influence sur la création de cavités à l'interface. Leur apparition est significativement diminuée ou supprimée avec l'augmentation de ce paramètre.
- L'angle reste un paramètre influant sur la formation des défauts à l'interface. Un angle à partir de  $2^\circ$  est optimal mais  $3^\circ$  est le mieux approprié pour de grandes vitesses de rotation (Fig. 2.25). Au-delà de  $3^\circ$ , l'outil forge la matière à l'arrière (suivant son sens de déplacement) et il creuse la surface en laissant la matière malaxée s'échapper sur les côtés pour former d'autres défauts tels que des bavures.
- La vitesse d'avance est le paramètre qui est le moins influent parmi les trois facteurs étudiés. Le choix de la vitesse d'avance est donc plutôt au jugement de l'opérateur. Une vitesse d'avance basse est préférable en prenant en compte l'effet de couplage entre ce paramètre et l'angle.

Pour résumer, un angle de  $3^\circ$ , une vitesse de rotation élevée et une vitesse d'avance basse est un paramétrage idéal pour la soudure du couple Ti-Al (Gr.II-Al1050-O) par FSW en configuration par recouvrement. Les paramètres  $\omega$  et  $v$  sont inclus dans le calcul de coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$ . Avec cette optimisation on peut remarquer que le défaut est sensible à la température de soudure. En choisissant  $\omega$  élevée et  $v$  faible, la soudure par FSW est considérée comme "chaude".

---

Ce chapitre permet d'établir les données de départ pour la compréhension générale de la technologie FSW. Chacun des matériaux provient respectivement d'une même coulée. En étudiant leur comportement initial, il est possible de connaître la variation des propriétés ou de la microstructure une fois les matériaux soudés.

- le titane est texturé avec une orientation basale dans le sens de l'épaisseur de la tôle avec une taille de grain proche de  $11 \mu\text{m}$ ,
- l'aluminium n'est pas texturé mais a deux populations de tailles de grains de  $\sim 21 \mu\text{m}$  et de  $\sim 140 \mu\text{m}$ ,
- les deux matériaux ont des comportements mécaniques éloignés à température ambiante,
- les propriétés mécaniques du couple à température plus élevée se rapprochent mais le titane garde des propriétés supérieures à l'aluminium,
- la résistance du titane face à l'aluminium en phase de plongée encourage à préférer la FSLW avec l'aluminium recouvrant le titane.

Par la suite, les plans d'expériences ont été décrits sur une gamme de paramètres communs aux études du même couple dans la littérature. Ces essais ont permis d'établir un protocole d'optimisation de la soudure pour son application industrielle et de connaître l'influence des paramètres sur la jonction :

- la vitesse de rotation est le facteur le plus important et génère moins de défauts à des valeurs hautes,
- un angle non nul est optimal,  $\theta = 3^\circ$  est idéal,
- la vitesse d'avance a peu d'influence mais une faible vitesse améliore la qualité de la jonction.

Ces observations servent ainsi à estimer la qualité de la soudure et à choisir les échantillons pour les caractérisations métallurgiques, chimiques et mécaniques du procédé Ti-Al par FSLW.

---



# 3

## CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION Ti - Al

---

- 1 Identification des conditions de soudage par un coefficient de chaleur
  - 2 Caractérisations mécaniques des jonctions soudées
    - 2.1 Traction-cisaillement
    - 2.2 Flexion trois points
    - 2.3 Synthèse
  - 3 Mesures thermiques pendant le FSW
    - 3.1 Mesures préliminaires
    - 3.2 Mesures dans l'épaisseur
    - 3.3 Synthèse
  - 4 Les mécanismes impliqués pendant le soudage
    - 4.1 Déformation de l'interface
    - 4.2 Interaction chimique hétérogène à l'interface Ti/Al
    - 4.3 Modifications microstructurales
    - 4.4 Synthèse
- 

Ce chapitre concerne la caractérisation de la soudure et les évolutions des matériaux suite au passage de l'outil pendant le soudage FSW.

La première partie rapporte les résultats de caractérisations mécaniques de la jonction soudée en traction et en flexion trois points. Différentes combinaisons de paramètres de soudage FSW sont testées. Elles ont été choisies selon les capacités de la fraiseuse utilisée et les résultats du Chapitre 2.

La seconde partie est l'étude thermique *in situ* du procédé. Des thermocouples ont été positionnés sur le trajet de l'outil pour analyser l'évolution thermique dans le système à son passage.

La troisième partie décrit les différentes évolutions microstructurales dans le passage de l'outil. Les analyses se concentrent sur la déformation du titane, les modifications de l'aluminium, sur les interactions des deux matériaux et la formation d'un unique intermétallique  $\text{TiAl}_3$  à l'interface.

# 1 Identification des conditions de soudage par un coefficient de chaleur

Afin de différencier les combinaisons de paramètres de soudage il est possible d'estimer le coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$  pour chaque échantillon. Tout au long de ce mémoire les échantillons sont nommés par la valeur simplifiée de  $\kappa$

$$\kappa = \log(Q^*) \quad (3.1)$$

où  $Q^*$  est calculé par la méthode de Roy et coll. [30] développée page 20 (Chapitre 1 Partie 3.2.5).

$$Q^* = \sigma_y^{80\%} A f \frac{C_p}{k} \times \frac{\omega}{v^2} \quad (3.2)$$

$k$  est le coefficient de conductivité thermique,  $\rho$  est la densité et  $C_p$  la chaleur spécifique.  $\sigma_y^{80\%}$  est la limite d'élasticité à 80% de la température du solidus de l'aluminium ( $T^{80\%}(\text{Al}) = 470$  °C) et  $A = 4,02 \cdot 10^{-4}$  m<sup>2</sup> l'aire de l'épaulement de l'outil en contact avec l'aluminium. L'outil est considéré comme entièrement en contact avec la matière sans prendre en compte son l'angle d'incidence et les différences de frottement entre l'avant et l'arrière. La moyenne des efforts tribologiques avec un angle d'incidence correspond aux efforts d'un contact sans angle. Les paramètres dépendants de la température sont choisis à [124]

$$\bar{T}_{Al} = \frac{T^{80\%} + T_{ini}}{2} = 518 \text{ K}. \quad (3.3)$$

Le Tableau 3.1 liste les valeurs des constantes à cette température. La combinaison des différentes vitesses de soudage et vitesses de rotation de l'outil permet de faire varier  $Q^*$  entre  $50 \cdot 10^6$  et  $9100 \cdot 10^6$  ainsi,  $\kappa \in [7, 7; 10, 0]$ . Le coefficient permet d'identifier chacun des échantillons et d'estimer la température de soudage.

Tableau 3.1 – Constantes pour le calcul de  $Q^*$ .

| Aluminium (Al1050-O)               |                    |                                    |                         | Outil (WC) [125]                   |                    |                                    |
|------------------------------------|--------------------|------------------------------------|-------------------------|------------------------------------|--------------------|------------------------------------|
| $k^{Al}$ [78]                      | $\rho^{Al}$ [126]  | $C_p^{Al}$ [127]                   | $\sigma_y^{80\%}$ [128] | $k^{WC}$                           | $\rho^{WC}$        | $C_p^{WC}$                         |
| W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> | g.cm <sup>-3</sup> | J.g <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> | MPa                     | W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> | g.cm <sup>-3</sup> | J.g <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> |
| 217,9                              | 2,662              | 0,57                               | 8                       | 110                                | 13,330             | 0,203                              |

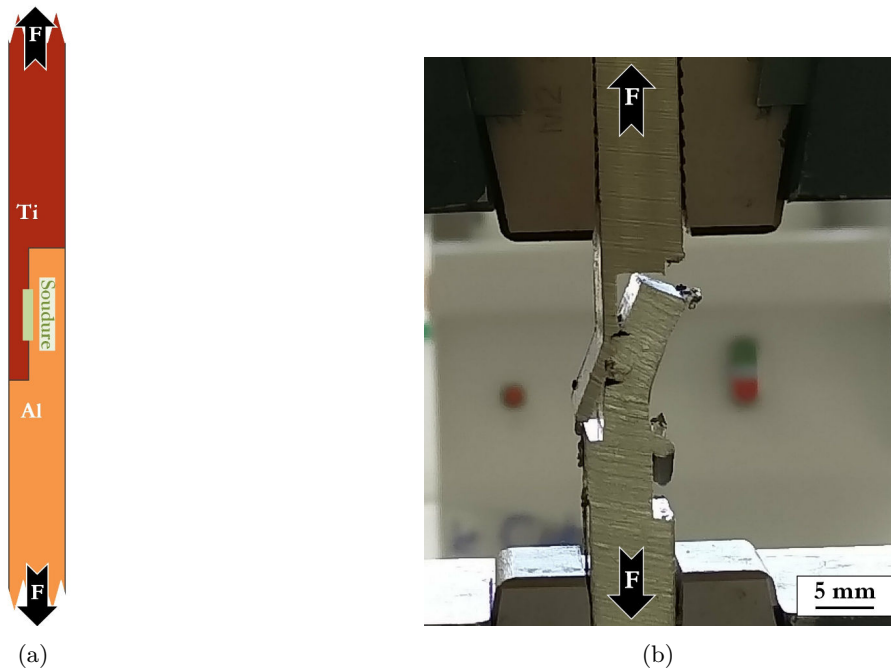
## 2 Caractérisations mécaniques des jonctions soudées

Afin de connaître la qualité de la soudure, les jonctions ont été caractérisées par des essais mécaniques d'abord en traction puis en flexion.

### 2.1 Traction-cisaillement

La configuration des plaques en formes complémentaires est utilisée pour les essais de caractérisations mécaniques (Partie 2.2.1). Pour chaque combinaison de paramètres de soudage, au moins trois échantillons en sont extraits afin de prendre en considération la dispersion naturelle des résultats. Les échantillons découpés à 20 mm de large permettent de caractériser le cordon sur 20 mm de long et 4 mm de large. La machine de caractérisation universelle est une INSTRON 5569 double colonne avec une vitesse de déplacement de  $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ .

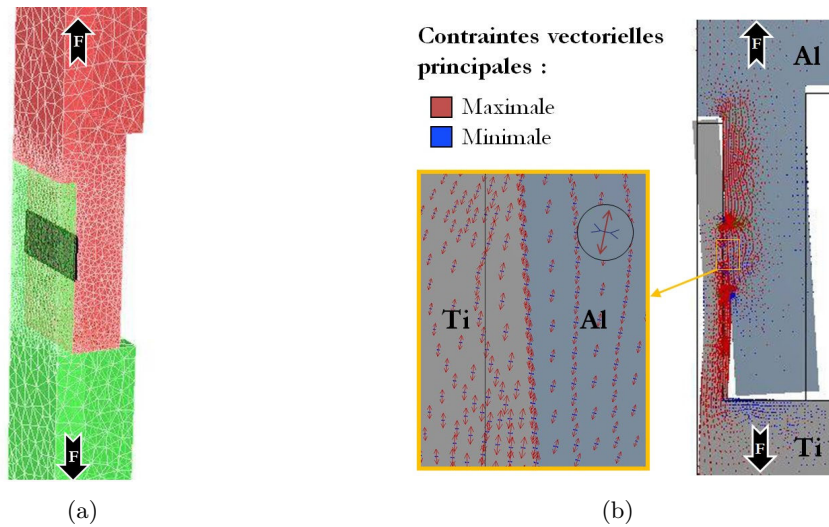
La Figure 3.1 illustre les conditions de caractérisation. Le cordon de soudure situé au milieu de la zone de recouvrement est aligné avec l'axe de traction des mors de l'appareil. On note plus particulièrement que, pendant les efforts, les deux matériaux vont solliciter la zone de jonction en cisaillement (Fig. 3.1(a)). Pendant le déplacement de la traverse, les deux parties recouvertes se déforment à l'image de la Figure 3.1(b), comme lors des essais précédents de Chen et Yazdanian [103].



**Figure 3.1** – Illustrations des essais de traction. (a) Position de la jonction sur un échantillon en essai de traction. (b) Photo d'illustration d'un essai de traction avec la déformation des parties superposées.

## CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

La Figure 3.2 illustre une simulation numérique par éléments finis<sup>†</sup> de la caractérisation en traction-cisaillement de la jonction. Les résultats sont obtenus en s'appuyant sur les lois de comportement en traction des matériaux initiaux (Chapitre 2, Partie 1). Un maillage plus fin est établi autour de la soudure modélisée par une plaquette rigide à l'interface (Fig. 3.2(a)). La Figure 3.2(b) permet d'obtenir un aperçu de la déformation du titane et de l'aluminium et du titane au moment de la rupture. Les deux matériaux se déforment de la même façon qu'expérimentalement, l'aluminium et le titane se soulèvent en leur extrémité. Cela confirme qu'il est impossible d'extraire une contrainte de cisaillement en MPa avec les mesures de chargement des essais mécaniques. La force maximum  $F_{\max}^i$  est alors extraite de chaque essai  $i$ . L'ensemble des caractérisations mécaniques des échantillons issus du même cordon donne une force maximum moyenne de la jonction  $F_{\max}$ . On peut alors comparer chaque série d'essais de soudage pour connaître l'influence des paramètres sur la tenue mécanique.



**Figure 3.2** – Résultats de la simulation numérique de validation expérimentale. (a) Maillage et représentation de la soudure (Ti en vert, Al en rouge). (b) Représentation vecteurs de contrainte principaux.

### 2.1.1 Résultats

**Tableau 3.2** – Résultats de traction/cisaillement en fonction des paramètres de soudage.

| $\kappa$          | 7,7  | 8,0  | 8,1  | 8,4  | 8,5  | 9,4  | 9,6  | 9,8  | 9,9  |
|-------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| $v$ (mm/min)      | 95   | 95   | 95   | 60   | 60   | 11   | 11   | 11   | 8,6  |
| $\omega$ (tr/min) | 949  | 1547 | 2066 | 1547 | 2066 | 574  | 949  | 1547 | 1090 |
| $F_{\max}$ (N)    | 2020 | 2873 | 3594 | 3356 | 3231 | 3452 | 2527 | 3216 | 2520 |

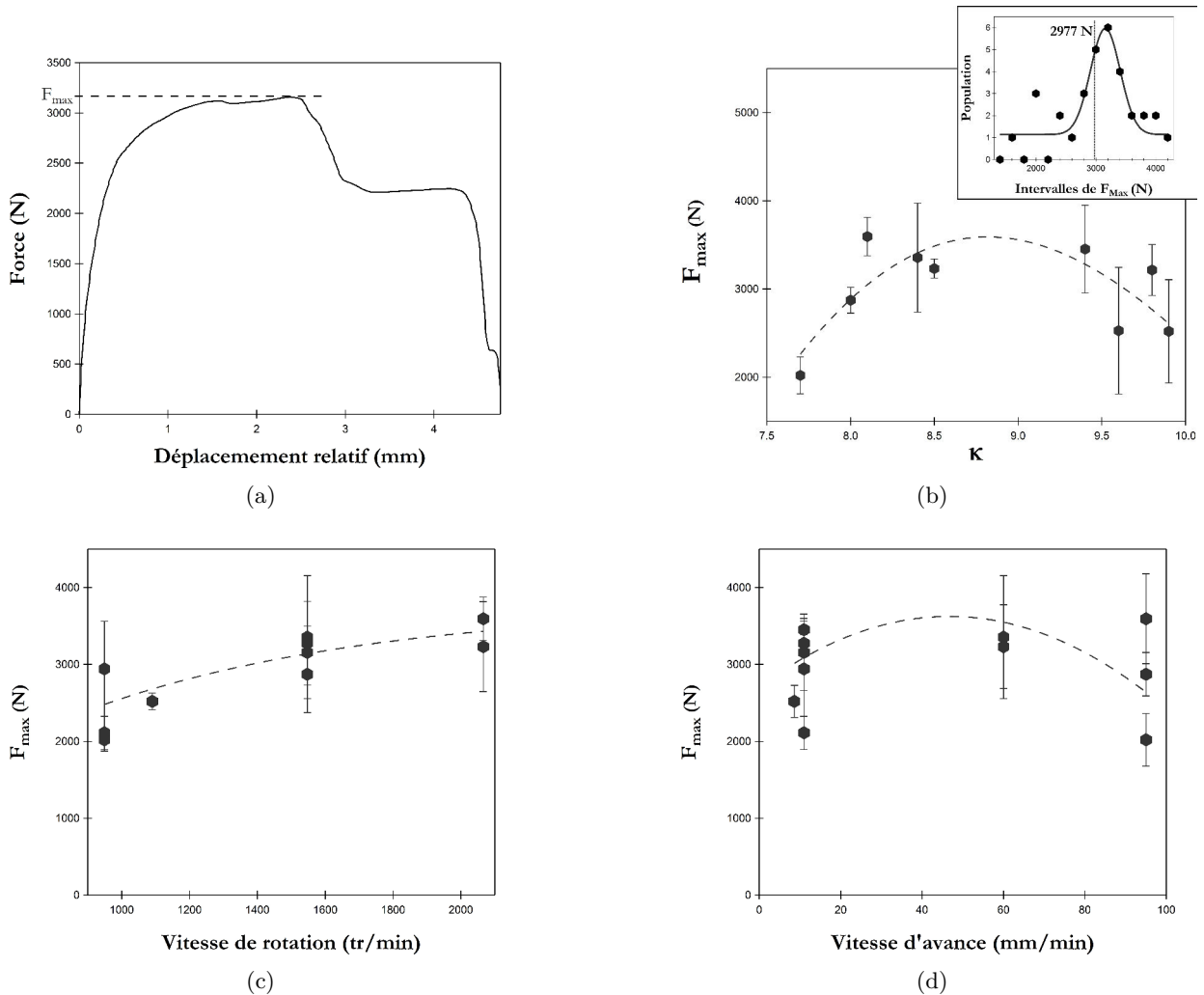
Le Tableau 3.2 liste les résultats obtenus en fonction des paramètres de soudage. La Figure 3.3 résume les résultats de traction/cisaillement des différents essais. La Figure 3.3(a) représente un exemple de résultats d'essai mécanique sur un échantillon pour extraire  $F_{\max}$ . Après avoir atteint cette valeur la force chute brusquement, cela correspond à la rupture partielle de la jonction.

<sup>†</sup>. Simulation et calculs numériques effectués par Dr. Oleksandr Kapikranyan avec Forge<sup>®</sup> NxT.



### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

Les matériaux se déforment comme sur la Figure 3.1(b). La seconde chute de force correspond à la rupture de l'interface et seuls les rubans de titane maintiennent mécaniquement la jonction. La dernière chute est la désolidarisation de l'ensemble. La soudure est considérée comme obsolète dès la première chute de force. La Figure 3.3(b) indique la force maximum moyenne des échantillons en fonction de  $\kappa$ . La distribution des populations d'échantillon est visible en encart. La répartition des valeurs suit une loi gaussienne centrée sur 3158 N. Il ne se dégage pas véritablement de valeur optimum. On observe des paramètres avec des résistances plus faibles que la moyenne ( $F_{moyen} = 2977$  N). Sur un ensemble de combinaisons de paramètres avec  $\kappa$  compris entre 8,1 et 9,4 la tenue mécanique de la jonction reste aux environs de  $F_{moyen}^{haut} = 3400$  N. La Figure 3.3(c) représente la tenue mécanique en fonction de la vitesse de rotation. La force maximum évolue en fonction de la vitesse de rotation. Les conditions de soudage avec une vitesse de rotation élevée tendent à sensiblement améliorer la qualité de la soudure. La vitesse d'avance semble n'avoir aucune influence sur l'état final de la jonction (Fig. 3.3(d)).



**Figure 3.3** – Graphiques des résultats de traction/cisaillement des jonctions. (a) Courbe de caractérisation mécanique typique. (b) Valeurs de  $F_{max}$  en fonction de  $\kappa$ . La distribution des valeurs de  $F_{max}$  est décrite en encart. (c) Valeur de  $F_{max}$  en fonction de la vitesse de rotation. (d) Valeur de  $F_{max}$  en fonction de la vitesse de soudage.

### 2.1.2 Fractographie

Des clichés MEB permettent d'observer les surfaces de rupture des jonctions. L'appareil utilisé est un Zeiss supra 55. Le détecteur SE2 révèle des observations topographiques tandis que le détecteur AsB (Angle selective Backscattered detector) permet d'avoir un contraste chimique pour différencier l'aluminium du titane. Le titane apparaît en gris clair et l'aluminium en gris sombre.

La Figure 3.4 regroupe les clichés du titane avec le détecteur SE2. La surface de rupture du titane présente une topographie relativement lisse et asymétrique entre la zone RS et la zone AS (Fig. 3.4(a)). La Figure 3.4(b) représente une observation de la zone AS plus lisse où l'on peut observer la rotation de l'extrémité du pion. Dans la zone RS de la Figure 3.4(c) le titane est composé de plus d'aspérités. Sur la Figure 3.5 les éléments qui composent la surface sont différenciés avec les détecteurs AsB. En comparant avec l'observation SE2 de la Figure 3.5(a) la composition des reliefs est un mélange de titane et d'aluminium (Fig. 3.5(b)). La surface présente alors des zones d'aluminium avec un profil de rupture d'un matériau ductile entourées de surfaces lisses. Sur la Figure 3.5(c), on observe les infiltrations de mélanges Ti-Al autour de ces surfaces. Les régions de fortes quantités d'aluminium sont observées sous forme de cupules de diamètre moyen de  $18 \pm 5 \mu\text{m}$  (Fig. 3.5(d)).

En observant la surface de rupture de l'aluminium, le matériau est plus déformé que le titane (Fig. 3.6(a)). Des parties du cordon affichent des formes de vagues d'aluminium (Fig. 3.6(b)). De larges particules lisses de titane se trouvent piégées entre ces mouvements de matières (Fig. 3.6(c)). En comparant les clichés avec les détecteurs SE2 et AsB (Fig. 3.7) les faces de rupture de la partie aluminium comportent aussi du titane dans les reliefs. Les zones plutôt lisses visibles sur la Figure 3.7(a) sont différenciées comme un mélange Ti-Al sur la Figure 3.7(b). On retrouve aussi des cupules d'une taille moyenne de  $21,5 \pm 3 \mu\text{m}$  (Fig. 3.7(c)) dans les zones de ruptures riches en aluminium (Fig. 3.7(d)).

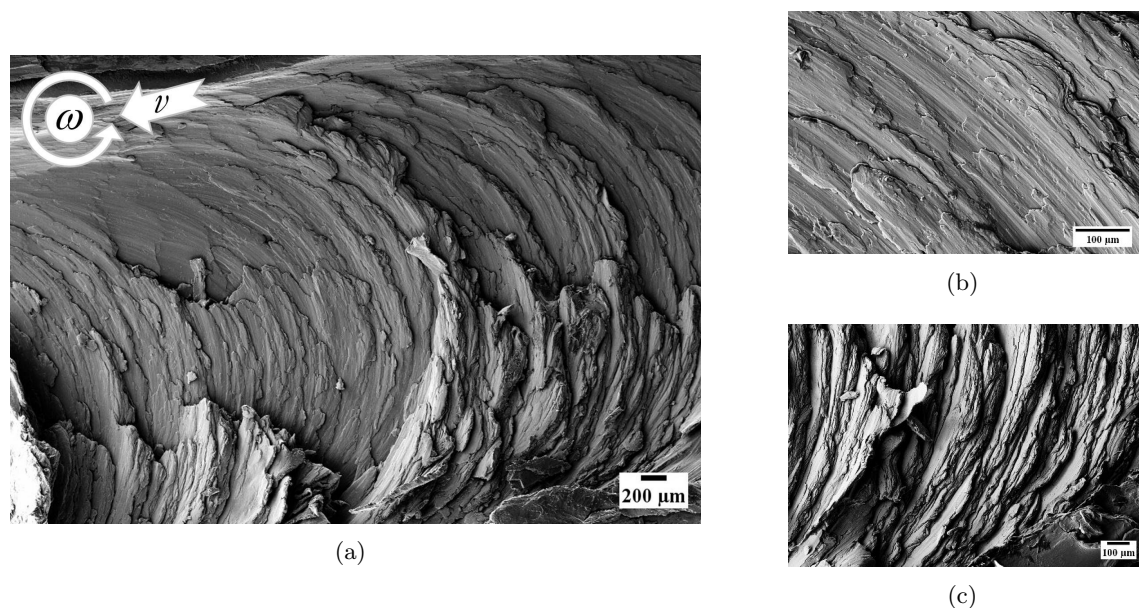


Figure 3.4 – Fractographies de la partie titane obtenues par MEB avec le détecteur topographique (SE2). (a) Vue sur la largeur du cordon. (b) Observations de la zone AS. (c) Observations de la zone RS.

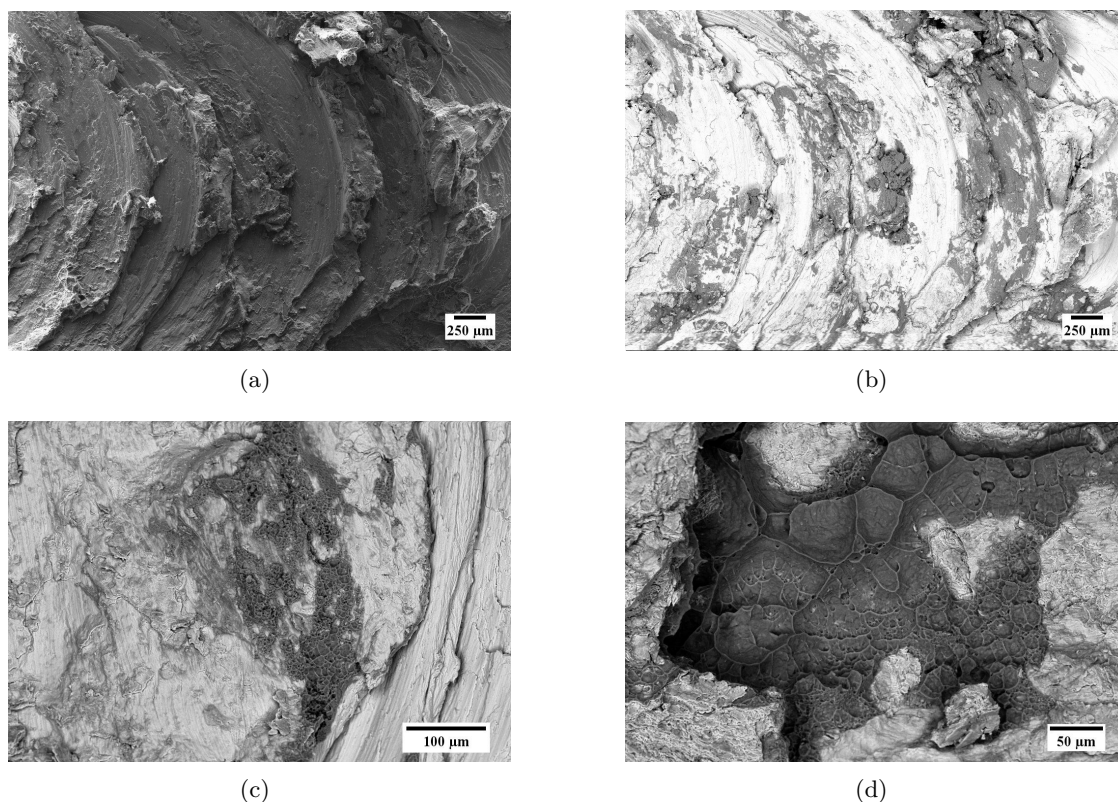


Figure 3.5 – Contrastes chimiques sur des clichés MEB des surfaces de rupture de la partie titane. (a) Observations au détecteur SE2. (b) Observations de la même zone avec le détecteur AsB. (c) Observations d'une zone de cupule entourée d'infiltrations d'aluminium dans le titane. (d) Détails sur une zone de cupules.

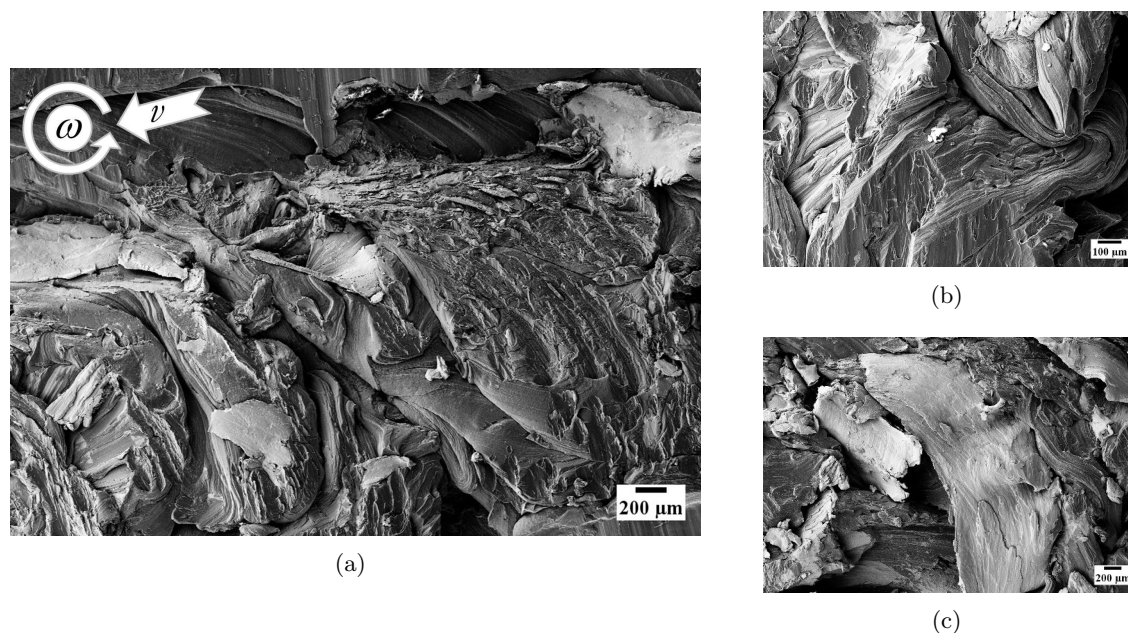


Figure 3.6 – Fractographies de la partie aluminium obtenues par MEB avec le détecteur topographique (SE2). (a) Vue générale sur la largeur du cordon. (b) Observations de l'aluminium. (c) Observations d'une particule de titane.

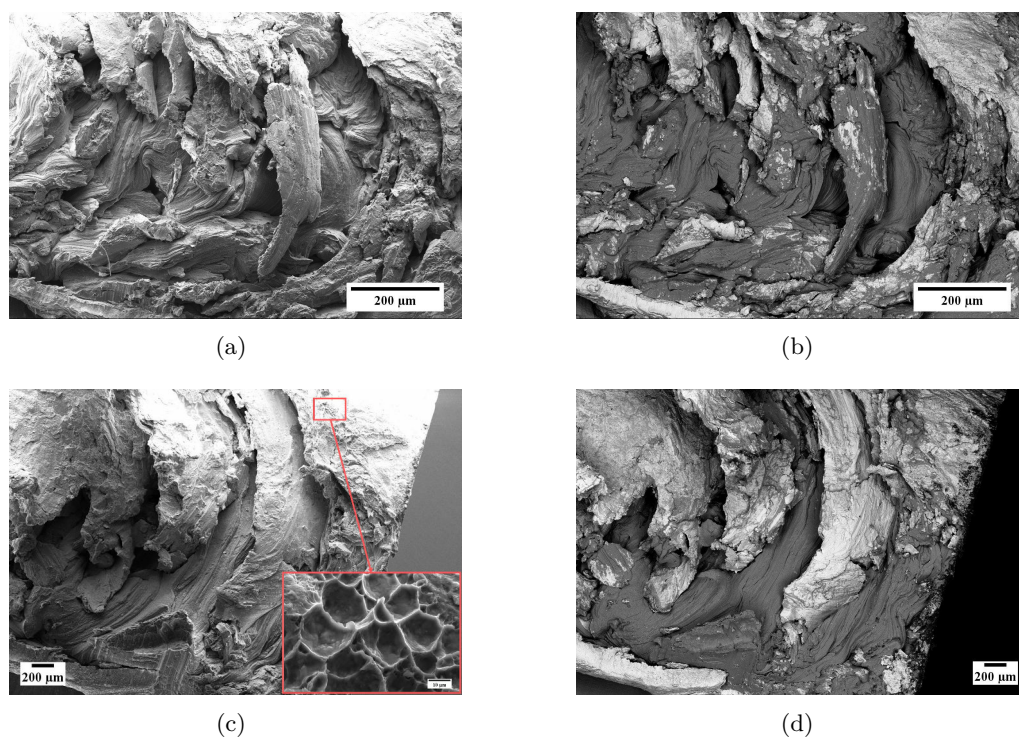


Figure 3.7 – Contrastes chimiques sur des clichés MEB des surfaces de rupture de la partie Aluminium. (a) Vue globale au détecteur SE2 en comparaison avec le cliché (b) en contraste chimique avec le détecteur AsB. (c) Observations d'une seconde zone en SE2 avec un détail sur des cupules. (d) Contraste chimique du même cliché.

## 2.2 Flexion trois points

### 2.2.1 Démarche scientifique

L'objectif est d'évaluer l'impact des différentes conditions de soudage sur la tenue mécanique en cisaillement de la soudure. Pour cela, nous allons utiliser une propriété particulière de la flexion trois points. En effet, la flexion trois points est un essai mécanique couramment employé pour caractériser certains matériaux comme les structures fibrées (composite époxy-carbone ou polyester-verre). L'analyse approfondie de ce type de chargement montre qu'en parallèle de la traction/compression vue par la pièce fléchie, il existe du cisaillement entre les fibres imprégnées qui peut mener à la rupture. Cette cisssion résulte des efforts tranchants centrés appliqués aux matériaux.

Dans le cas de notre système bimétallique, nous assimilerons l'interface entre les fibres et la matrice à la soudure. Ainsi, l'estimation de l'effort de cisaillement du cordon de chaque échantillon permettra d'extraire l'influence des paramètres du procédé. Les équations de la résistance des matériaux donne, par essais de flexion trois points, la contrainte de cisaillement moyennée sur toute la longueur de la soudure :

$$\tau_{moyen} = \frac{VQ}{It} \quad (3.4)$$

avec  $V$  l'effort tranchant,  $t$  la largeur du cordon. Le moment d'inertie de la surface de la section  $\bar{I}$  est calculé par le théorème des axes parallèles

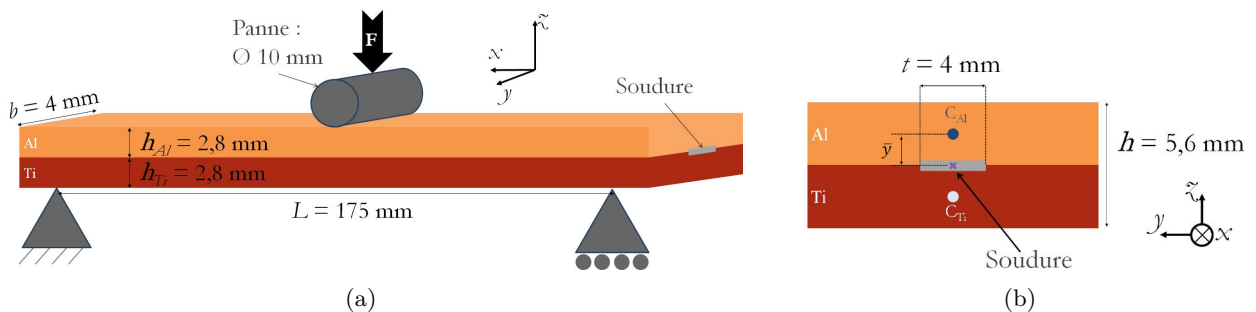
$$\bar{I} = \sum(I + Ad^2) \quad (3.5)$$

où  $I = \frac{1}{12}b \times h^3$ .  $b$  est la largeur et  $h$  est la hauteur du système.

$Q$  est le moment statique exprimé par

$$Q = A \times \bar{y} \quad (3.6)$$

avec  $A$  la surface de la section et  $\bar{y}$  la distance entre l'axe neutre de l'ensemble et celui de la pièce en contact avec la panne ( $C_{Al}$  sur la Figure 3.8(b)). Ces calculs sont uniquement applicables dans le domaine d'élasticité. Localement les efforts de cisaillement sont plus importants sous la panne et aux extrémités du cordon dans le sens de la largeur.



**Figure 3.8** – Schématisation des essais de flexion trois points. (a) Vue isométrique avec les dimensions des plaques soudées. (b) Vue en coupe.

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

Afin de confirmer les valeurs de contrainte de cisaillement obtenues par résistance des matériaux et leur distribution à la jonction soudée le système a été simulé par éléments finis<sup>†</sup>. La Figure 3.9 représente la simulation d'un quart du couple soudé pendant la caractérisation. Cette portion permet d'estimer la répartition complète des efforts par simple symétrie selon  $x$  et  $y$ .

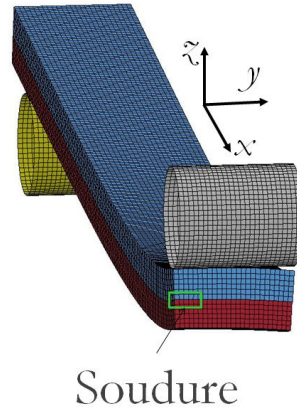


Figure 3.9 – Représentation numérique en 3D du quart du système.

Les résultats expérimentaux de la Partie 1 du Chapitre 2 ont permis d'extraire les lois de comportement élastoplastique du couple. La Figure 3.10 représente la contrainte de cisaillement longitudinale (selon l'axe  $x$ ) dans le plan du cordon sur la moitié de sa largeur. Les résultats indicatifs sont pris à un déplacement de la panne de 5 mm pour suffisamment observer les différences de contrainte. Ils confirment les estimations des efforts. La valeur la plus élevée se situe sous la zone d'appui de la panne, sur les bords de la jonction.

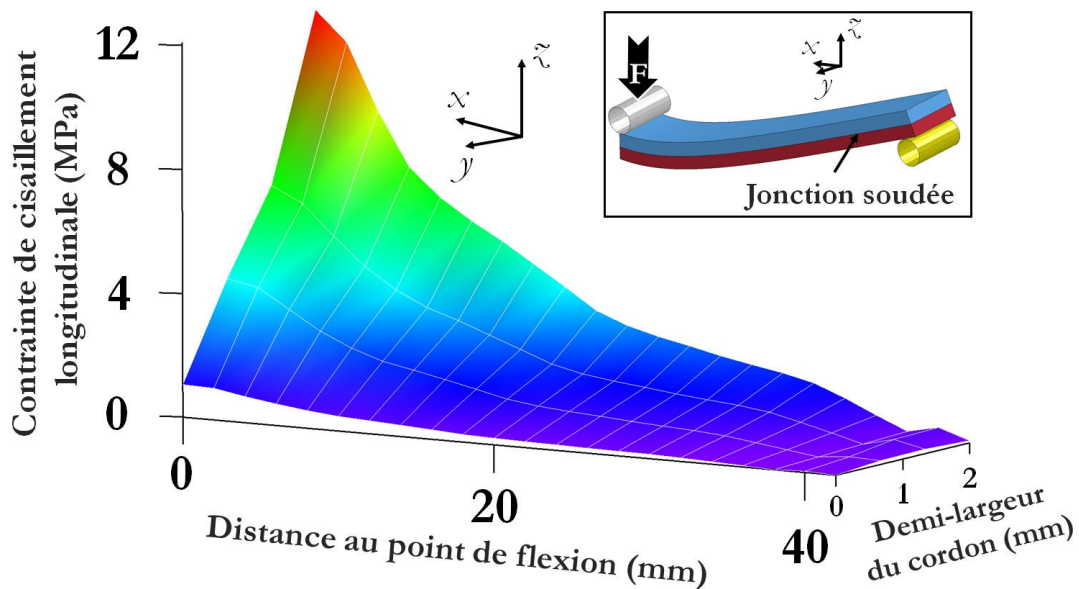


Figure 3.10 – Estimation de la contrainte de cisaillement à la jonction selon  $x$  à un déplacement de la panne de  $s = 5$  mm.

<sup>†</sup>. Simulation et calculs numériques effectués par Dr. Oleksandr Kapikranyan avec Forge<sup>®</sup> NxT.

### 2.2.2 Conditions et limites de l'essai

■ **But et méthode :**

Comme introduit précédemment, l'Équation 3.4 n'est valable que dans le domaine d'élasticité des matériaux. Il est alors nécessaire d'estimer le déplacement critique par lequel l'ensemble passe en régime plastique. Pour se faire, nous allons évaluer la flèche, au déplacement de la panne, par laquelle le système quitte le domaine élastique<sup>†</sup>

$$s_e = K \cdot \frac{F_e L^3}{Ebh^3} \quad (3.7)$$

$L$  correspond à la longueur de cordon entre les portées,  $E$  est le module de Young,  $b$  est la largeur et  $h$  la hauteur de l'échantillon.  $K$  est une constante dépendante de la configuration de la poutre calculée après la définition des limites en Annexe B.  $F_e$  est la force élastique maximale appliquée au cours de l'essai de flexion. Seule cette donnée est à calculer en tenant compte de deux éléments critiques : le type contrainte appliquée et le matériau.

La flexion trois points est un chargement complexe composé d'une part par une traction / compression et d'autre part par du cisaillement. Ainsi, il faut définir les limites d'élasticité en traction / compression du système  $F_e^{\text{tra.}}$  et en cisaillement  $F_e^{\text{cis.}}$  pour ensuite choisir la valeur critique qui est la plus faible. Chaque matériau a alors une sollicitation critique avec la force limite d'élasticité la plus faible. Parmi tous les matériaux la force la plus limitante est la plus basse d'entre toutes. À partir de ce chargement critique, le système n'est plus entièrement en comportement élastique. Le Tableau 3.3 liste les caractéristiques mécaniques des matériaux pour estimer  $F_e$  à partir des calculs de comportement d'une poutre (Annexe A).

**Tableau 3.3** – Propriétés mécaniques du titane et de l'aluminium pour les calculs de flèche critique.

| Donnée    | E   | $\tau_e$ | $\sigma_e$ |
|-----------|-----|----------|------------|
| Unité     | GPa | MPa      | MPa        |
| Aluminium | 46  | 25       | 77         |
| Titane    | 116 | 150      | 381        |

En cisaillement  $\tau = V/S = \frac{Fx}{Lbh}$  (Annexe A) avec  $V$  la force tranchante et  $S$  la surface.

$$F_e^{\text{cis.}} = \frac{Lbh}{x} \times \tau_e \quad (3.8)$$

avec  $x$ , la position où la force tranchante est la plus sévère (la plastification apparaîtra en ce point en premier).

La contrainte de traction/compression en flexion est  $\sigma = \frac{Mh}{2I} = \frac{3Fx^2}{Lbh^2}$  (Annexe A).

$$F_e^{\text{tra.}} = \frac{Lbh^2}{3x^2} \times \sigma_e \quad (3.9)$$

$x$  est choisi pour le moment fléchissant  $M$  le plus sévère.

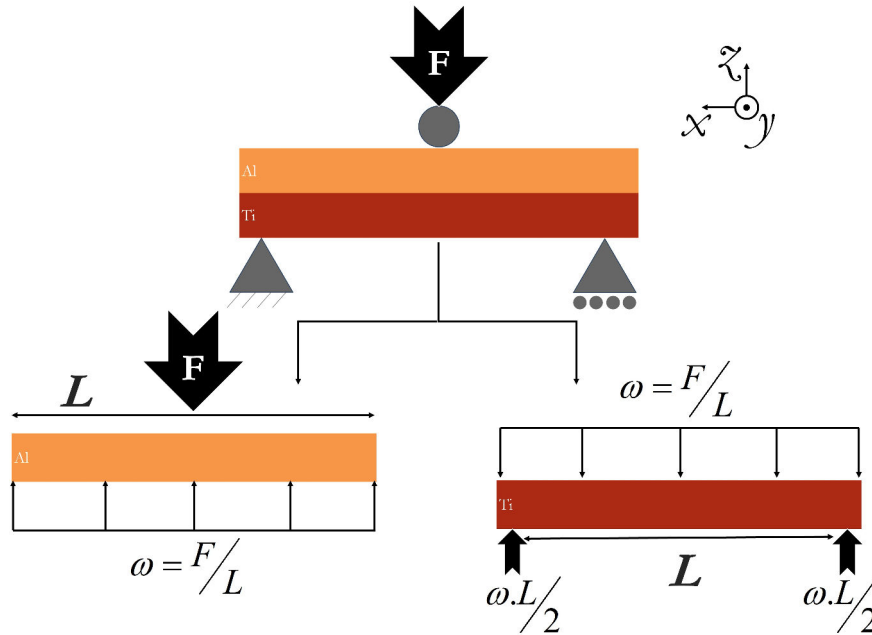
<sup>†</sup>. Dans cette partie toutes les valeurs de limite d'élasticité seront nommées par  $F_e$  pour éviter les confusions avec les efforts selon l'axe  $y$ .

## CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

### ■ Choix de $F_e$ et calcul de la flèche limite $s_e$ :

La force  $F_e$  est calculée pour  $x$  donnant  $M$  et  $V$  maximum. Pour estimer ces données il faut décomposer le système en deux parties (Fig. 3.11) :

- l'aluminium qui repose sur une surface avec une force localisée sur un point au centre ( $x = L/2$ ),
- le titane qui repose sur deux appuis (0 et  $L$ ) avec une force répartie sur toute la surface.



**Figure 3.11** – Schématisation des forces appliquées sur les deux éléments dans le système superposé (Annexe A).

Le Tableau 3.4 liste les forces en cisaillement et en traction/compression puis les flèches limites du domaine d'élasticité des matériaux à  $F_e$  le plus critique.

**Tableau 3.4** – Estimation de  $s_e$  des matériaux du couple en flexion trois points (Annexe B).

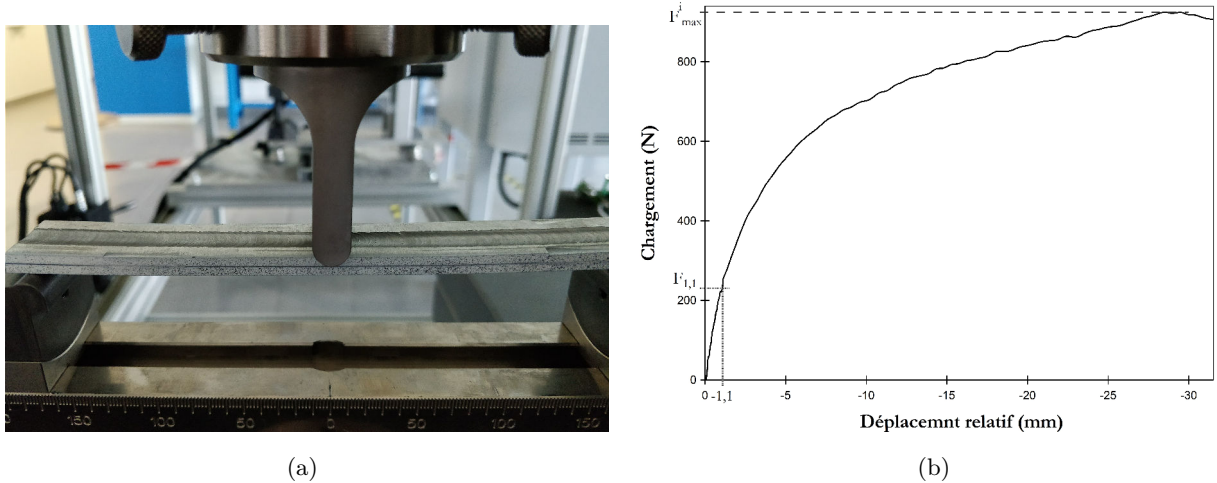
| Données   | Point critique sur $L$ |          | $F_e^{cis.}$<br>(N) | $F_e^{tra.}$<br>(N) | Force Critique<br>(N) | $s_e$<br>(mm) |
|-----------|------------------------|----------|---------------------|---------------------|-----------------------|---------------|
|           | M                      | V        |                     |                     |                       |               |
| Aluminium | $L/2$                  | $L/2$    | 225                 | 51,4                | $F_e^{tra.} = 51,4$   | -1,15         |
| Titane    | $L/2$                  | 0 ou $L$ | 13 500              | 392                 | $F_e^{tra.} = 392$    | -4,19         |

La force critique de chaque matériau est choisie pour la valeur la plus basse entre les efforts de compression/traction et de cisaillement. Les deux matériaux entrent en plasticité à des chargements plus faibles en traction/compression.  $s_e$  de chacun des matériaux est alors calculé avec cette force critique. Le système étudié garde un comportement entièrement élastique pour  $s \leq -1,15$  mm, en deçà, l'aluminium plastifiera. Ainsi, la comparaison de la résistance en cisaillement ( $\tau_{moyen}$ ) de l'ensemble de la jonction sera réalisé jusqu'à  $s = -1,1$  mm.



### ■ Mise en œuvre :

Le logiciel Aramis® a permis de faire un traitement numérique d'images pour mesurer *in situ* la déformation longitudinale et pour assister la mesure de la flèche. La surface longitudinale de l'échantillon a été peinte avec un mouchetis noir sur fond blanc pour l'analyse des captures.



**Figure 3.12** – Illustrations des essais de flexion sur la jonction. (a) Montage de l'essai. (b) Courbe de chargement en fonction du déplacement ( $\kappa = 8,5$ ).

La Figure 3.12 décrit les essais de flexions trois points. La Figure 3.12(a) est une photo du montage avant le lancement. Le mousetis est visible sur la face vers la caméra. Le taux de rafraîchissement de la caméra est de 1 Hz. Les essais débutent par une pré-charge de 1 N pour assurer le contact de la panne sur l'échantillon. Le déplacement est fixé à  $\nu_1 = 0,5$  mm/min jusqu'à  $s = -1,2$  mm puis  $\nu_2 = 5$  mm/min dans le domaine de plasticité pour assurer une bonne précision des mesures lors du comportement élastique du système. La Figure 3.12(b) représente une courbe typique de flexion des jonctions soudées par FSW. Il en est extrait la force maximum mesurée ( $F_{\max}^i$ ) et la force  $F_{1,1}$  à  $s = -1,1$  mm.

### 2.2.3 Résultats

Le Tableau 3.5 liste les résultats de l'ensemble des jonctions caractérisées. Pour prendre en compte la dispersion naturelle du procédé de soudage, trois cordons ont été caractérisés pour chaque  $\kappa$ .  $F_{\max}$  est la moyenne de la force maximum mesurée pour chaque cordon aux mêmes conditions de soudage.  $\tau_{moyen}$  est calculé selon l'Équation 3.4 en fonction de  $F_{\max}$ .

La Figure 3.13 compare les courbes de flexion typiques de chacune des combinaisons de soudage avec les données expérimentales. La Figure 3.13(a) représente la courbe de la force en fonction du déplacement calculé par éléments finis superposée avec les courbes expérimentales typiques sur l'ensemble du déplacement de la panne. L'estimation se superpose dans le domaine d'élasticité des essais et diverge à une valeur proche de l'entrée en comportement plastique du titane estimée à

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

Tableau 3.5 – Caractéristiques mécaniques extraites lors de la flexion trois points de la soudure.

| $\kappa$ | $F_{\max}$<br>(N) | $F_{1,1}$<br>(N) | $\tau_{moyen}$<br>(MPa) |
|----------|-------------------|------------------|-------------------------|
| 7,7      | $862 \pm 6$       | $214 \pm 5$      | $7015 \pm 665$          |
| 8,4      | $931 \pm 14$      | $233 \pm 4$      | $7651 \pm 247$          |
| 8,5      | $870 \pm 9$       | $213 \pm 1$      | $7265 \pm 165$          |
| 9,6      | $894 \pm 15$      | $221 \pm 3$      | $7342 \pm 107$          |
| 10       | $890 \pm 2$       | $224 \pm 2$      | $7029 \pm 68$           |

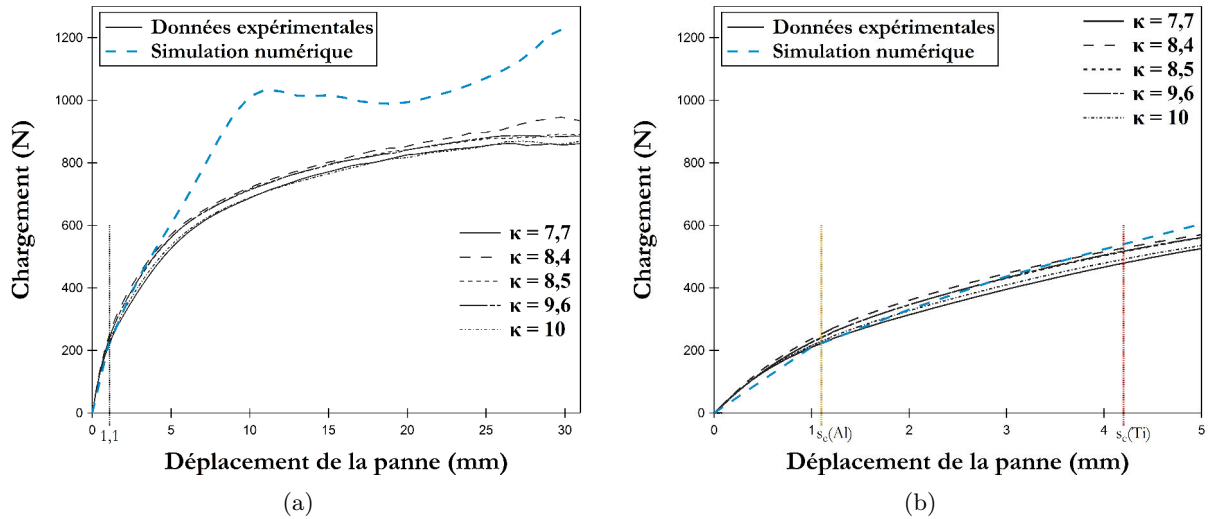
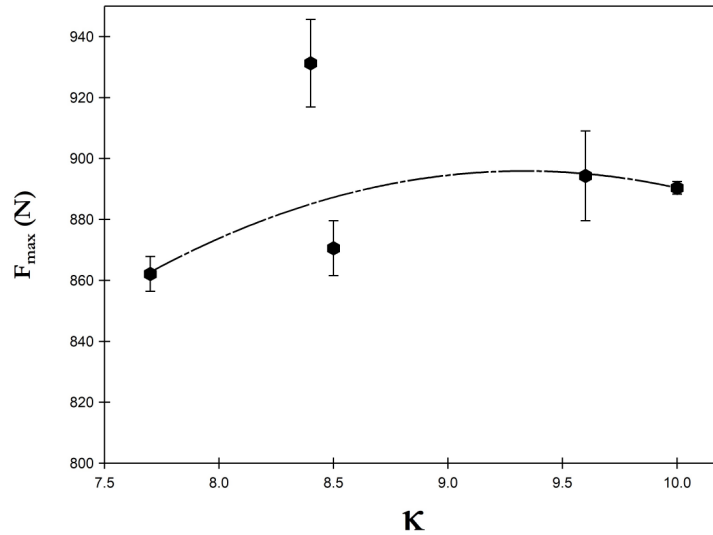
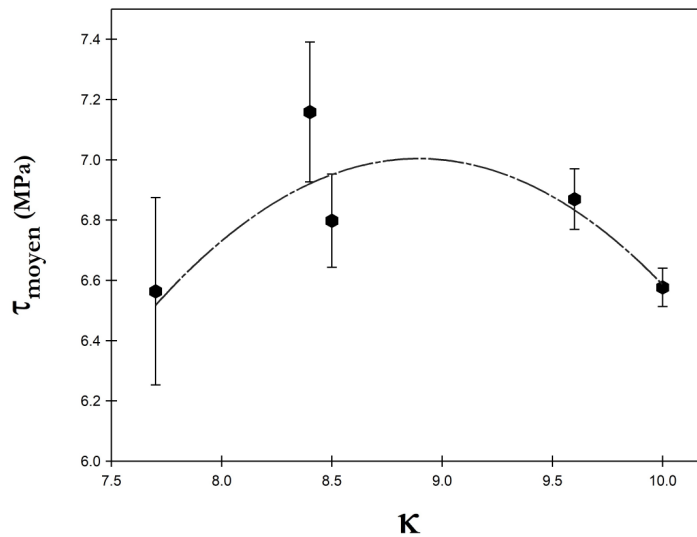


Figure 3.13 – Comparaison des courbes  $F = f(s)$  expérimentales avec la simulation numérique. (a) Données sur toute les valeurs de déplacement. (b) Données autour de la limite d'élasticité des matériaux avec  $s \in [0; 5]$ .

$s_e(Ti) \simeq 4,2$  mm. La Figure 3.13(b) représente le même graphique en détail autour pour  $s \in [0; 5]$  mm. La courbe de simulation se trouve en dessous des valeurs des résultats expérimentaux à  $s < s_e(Al) = 1,1$  mm puis augmente plus rapide pour avoir des valeurs supérieures à l'ensemble en comportement plastique ( $s < s_e(Ti) = 4,2$  mm). Ces écarts montrent une relativement bonne approximation en élasticité du système. La simulation omet plusieurs facteurs expérimentaux la rendant obsolète en plasticité des matériaux. Les contacts entre la machine de flexion et les matériaux ne sont pas inclus. Le titane est soumis à des frottements avec la portée et l'aluminium est en contact avec la panne. L'interface soudée est peu représentative de la réalité. Elle est le lieu de la cohésion entre les deux matériaux, mais pour des raisons de temps de calculs, le maillage n'est pas affiné dans cette zone. De plus, l'interface doit être simulée déformée (Partie 4.1) avec la formation d'un composé intermétallique (Partie 4.2) avec ses propres lois de comportement pour pouvoir être réaliste.



(a)



(b)

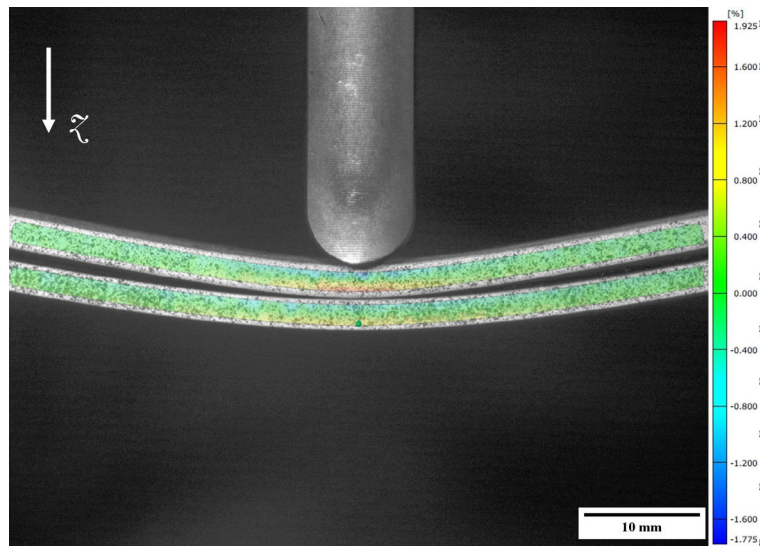
**Figure 3.14** – Caractéristiques mécaniques des essais de flexion sur les soudures. (a) Force maximale en fonction de l’apport de chaleur  $\kappa$ . (b) Cisaillement moyen de la soudure à  $s = -1,1$  mm en fonction de l’apport de chaleur  $\kappa$ .

La Figure 3.14 montre l’évolution des caractéristiques mécaniques en fonction de  $\kappa$ . la variation de  $F_{\max}$  (Fig. 3.14(a)) suit une courbe parabolique avec un optimum aux alentours de  $\kappa = 9$  avec une singularité à  $\kappa = 8,4$ . La variation de  $\tau_{\text{moyen}}$  est similaire (Fig. 3.14(b)). Une optimisation de la tenue mécanique pour cette caractérisation semble être à des conditions de soudage médians/chauds. Il est cependant important de noter l’échelle de mesure et la différence entre la condition de soudage la moins optimale et le meilleur résultat. La différence de  $F_{\max}$  est de 68 N pour une différence de contrainte de cisaillement moyen  $\tau_{\text{moyen}}$  d’environ 0,6 MPa.

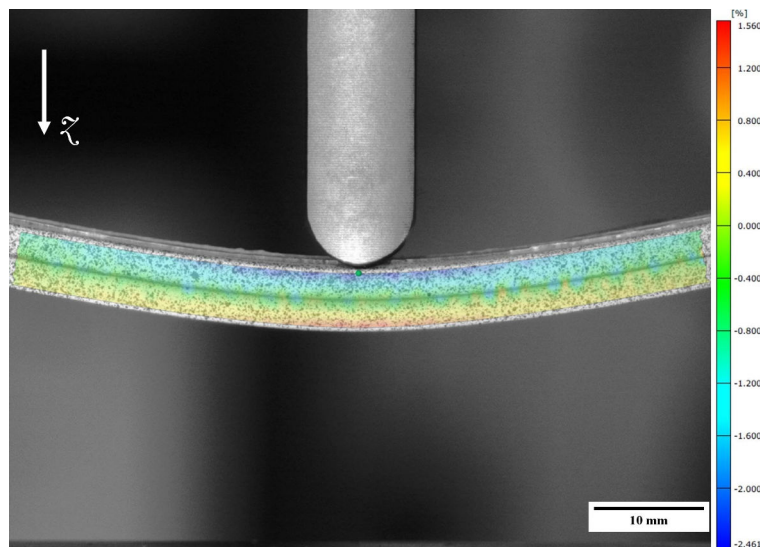
### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

La Figure 3.15 compare la déformation longitudinale pour  $s = -14$  mm entre un système soudé et un non soudé. La coloration rouge représente la déformation positive d'une traction et la couleur bleue représente une déformation négative représentative d'une compression. Le dégradé de couleur est caractéristique de la flexion où l'ensemble est décrit par une évolution linéaire de la contrainte en fonction de la position selon  $z$ .

Lorsque le couple est simplement superposé sans soudure (Fig. 3.15(a)), les deux plaques se comportent de manière indépendante. Chaque tôle est en compression longitudinale au dessus de l'axe neutre et en traction sous l'axe neutre. Le système soudé se comporte comme un seul et même corps (Fig. 3.15(b)). Les déformations passent progressivement d'une compression à une traction en s'éloignant de la panne dans le sens de l'épaisseur.



(a)



(b)

**Figure 3.15** – Observation des déformations longitudinales à l'aide du logiciel Aramis<sup>®</sup>. l'Aluminium recouvre le titane. (a) Système non soudé. (b) Système soudé  $\kappa = 8,5$ .

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

La Figure 3.16 décrit l'évolution de la position de la fibre neutre en fonction du déplacement de la panne.

Lorsque le système est non soudé (Fig. 3.16(a)), il existe deux positions dans l'épaisseur où la déformation est nulle. Les résultats confirment les observations de la Figure 3.15 et chaque matériau est en traction/compression de haut en bas. La comparaison avec la simulation numérique confirme le phénomène. Les approximations de l'interface, les omissions des conditions de l'essai citées précédemment et la précision de l'analyse d'image créent de petites divergences entre les mesures, et les estimations.

Lorsque le système est soudé, il se comporte comme un ensemble (Fig. 3.16(b)). Au début de l'essai, la position de l'unique fibre neutre est dans l'aluminium. Elle se déplace ensuite dans le titane après un déplacement de la panne de 5 mm. La présence du composé intermétallique à l'interface, rajoute de l'hétérogénéité de comportement dans le système et décale la fibre neutre de l'axe neutre. Les calculs par éléments finis confirment l'établissement de la continuité physique avec le soudage. La courbe obtenue indique une même tendance au déplacement de la fibre neutre. Cependant, sa position est estimée dans le titane dès le début de l'essai. L'écart de position est maximal pour les faibles valeurs de déplacement de la panne. Cela révèle des incertitudes sur les mesures et/ou sur la simulation. Dans le premier cas, la précision de la caméra et du traitement numérique n'est pas assez grande à faible déplacement. Dans le second cas, la simulation n'est pas assez précise et a besoin d'être complétée avec des lois de comportement pouvant mieux interpréter l'interface et l'intermétallique formé. La jonction est simulée par une plaque avec une continuité physique entre les deux parties. La similitude des résultats avec les essais prouve que la soudure joue le même rôle. Le système se comporte comme un unique corps avec une interface moins large.

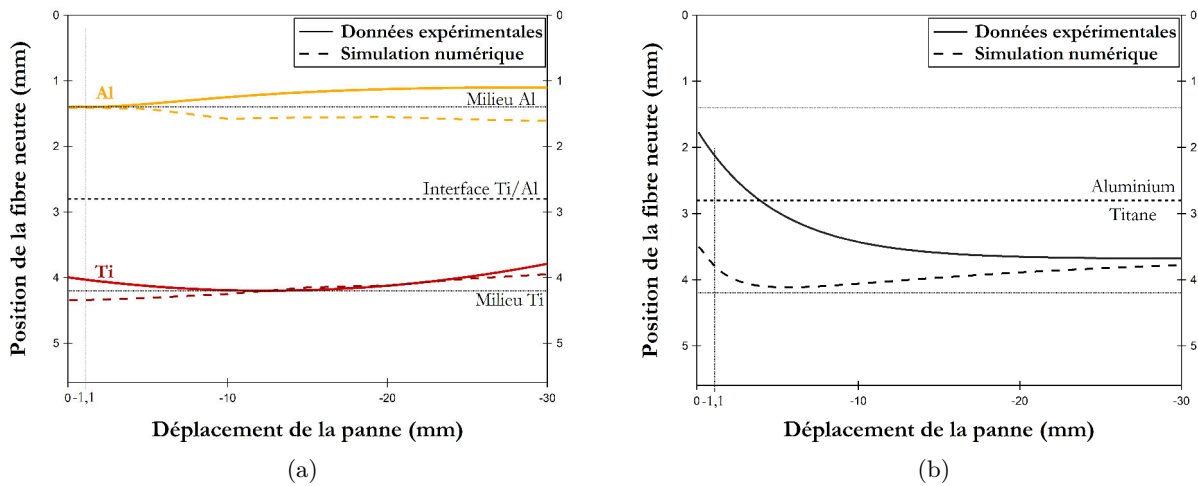


Figure 3.16 – Position de la fibre neutre en fonction du déplacement de la panne pendant l'essai de flexion trois points. (a) Système non soudé. (b) Système soudé ( $\kappa=8,5$ ).

## 2.3 Synthèse

Les essais mécaniques ont permis de caractériser les différentes conditions de soudage. En essai de traction ou de flexion trois points, l'interface n'est pas caractérisée selon des efforts conventionnels.

La modélisation de l'essai de traction montre que l'interface n'est pas simplement sollicitée en cisaillement. Il n'est pas possible de calculer une contrainte usuelle. Les résultats donnés alors en force ne présentent aucune tendance significative à l'optimisation de la tenue mécanique de la soudure en fonction du coefficient  $\kappa$ . La fractographie indique que la rupture a lieu dans le composé intermétallique (Fig. 3.17). On retrouve sur chaque surface de rupture le matériau opposé sur les reliefs. Ponctuellement, la rupture se produit dans l'aluminium en laissant des cupules visibles sur la surface de rupture du titane.

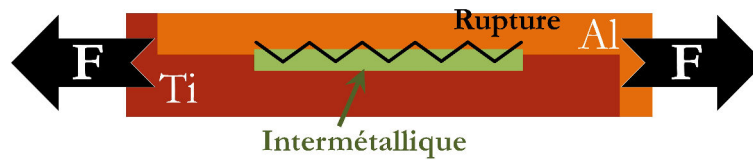


Figure 3.17 – Schématisation de la rupture dans l'intermétallique pendant un essai de traction.

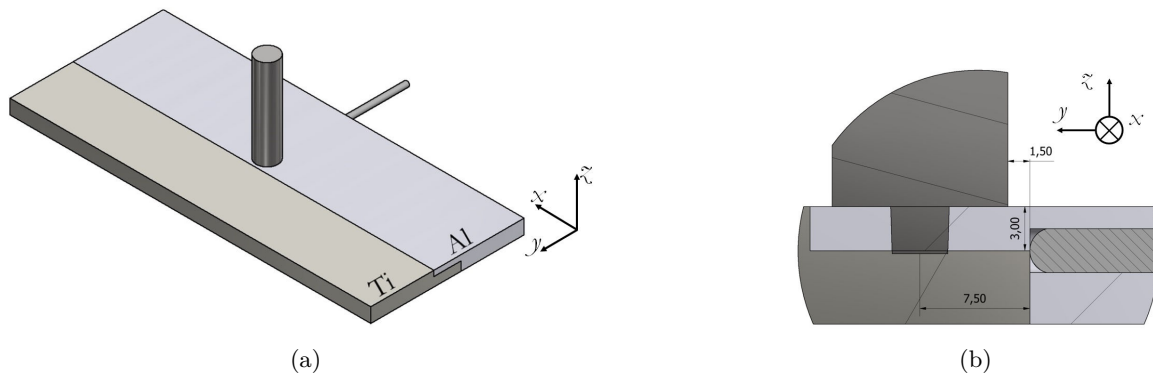
Durant les essais de flexion, le cisaillement moyen  $\tau_{moyen}$  de la jonction a été estimé en fonction du déplacement et de la force appliquée. La tenue mécanique est très peu influencée par les conditions de soudage et  $\kappa$ . Une courbe parabolique est observée mais sur une faible échelle variant de moins de 1 MPa. L'analyse numérique avec Aramis<sup>®</sup> confirme toutefois un rétablissement de la continuité physique lors du soudage. Il n'existe qu'une seule fibre neutre ; le gradient de contrainte dans l'épaisseur (compression vers traction) est continu et traverse l'interface sans discontinuité. Un gradient de comportement mécanique au sein d'un matériau peut modifier la position de la fibre neutre. Cela est principalement lié à la transition aluminium – titane puis mais également aux modifications de l'interface (Partie 4) : formation d'intermétallique, évolutions microstructurales.

## 3 Mesures thermiques pendant le FSW

Il est possible de relier le coefficient d'apport de chaleur à un pic de température dans le matériau lors du soudage.

### 3.1 Mesures préliminaires

Les premières mesures permettent d'estimer la température des matériaux autour du trajet de l'outil (Fig. 3.18). Les essais ont été faits aux  $\kappa$  extrêmes.

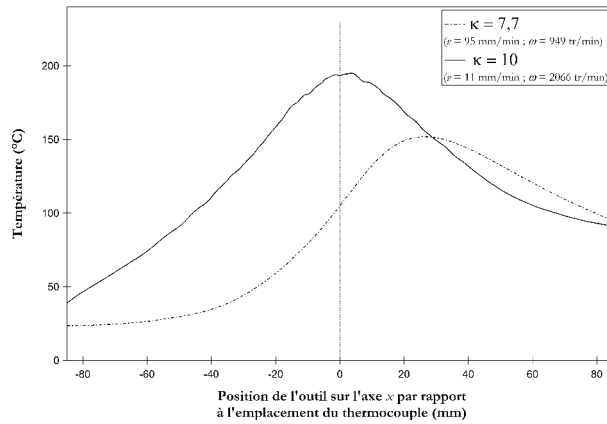


**Figure 3.18** – Positionnement du thermocouple sur le trajet de l'outil. (a) Vue isométrique, (b) vue en coupe de la zone des thermocouples au passage de l'outil FSW.

La Figure 3.19 représente la température mesurée en fonction de la position de l'outil par rapport à l'emplacement du thermocouple sur l'axe  $x$ . Le thermocouple est positionné dans l'aluminium à 5,5 mm de l'extrémité de l'outil selon l'axe  $y$  et à 3 mm de la surface selon l'axe  $z$ . La température maximum mesurée est de 152 °C pour  $\kappa = 7,7$  et de 195 °C pour  $\kappa = 10$ . Suivant les paramètres de soudage le pic de température évolue de la même manière que la valeur de  $\kappa$ .

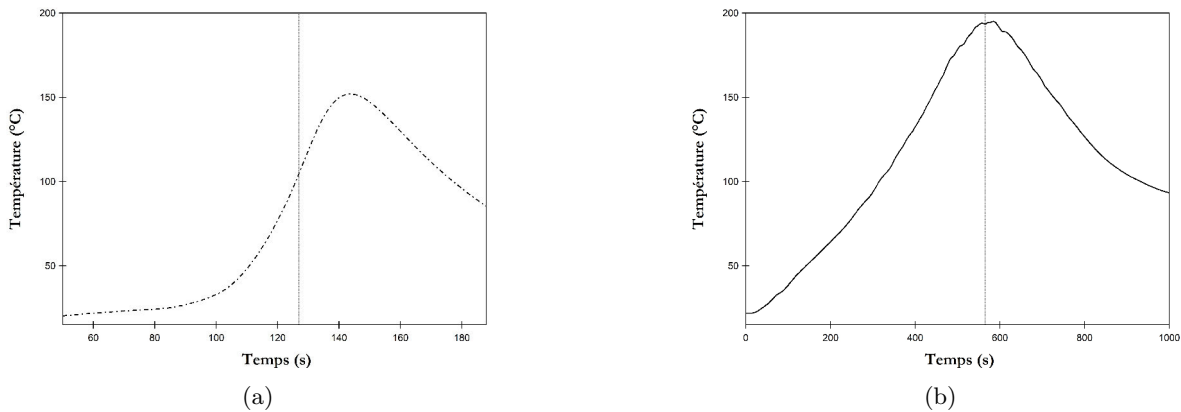
Pour la faible valeur de  $\kappa$ , la vitesse de déplacement est rapide ( $v = 95 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ ). L'outil a le temps de s'éloigner de la position du thermocouple avant que le pic de chaleur ne soit mesuré. Le pic de température est atteint 24s après que l'outil se soit trouvé au même niveau que le thermocouple. L'outil est alors à une distance de 25 mm selon l'axe  $x$  de la zone de mesure. C'est une fois la position  $x = 0 \text{ mm}$  passée que la montée en température est la plus grande avec une valeur de 4,3 °C/s. Après cela, le refroidissement est plus lent à  $-1,8 \text{ °C/s}$ .

## CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION



**Figure 3.19** – Courbe de mesure de température (1 thermocouple) en fonction de la position de l’outil sur son trajet (selon l’axe  $x$ ).

Pour la valeur de  $\kappa$  élevée, la vitesse de déplacement est la plus lente de la plage de paramètres avec  $v = 11 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Le pic de chaleur est mesuré quasiment lorsque le pion se trouve à la même position que le thermocouple. À  $x = 3,5 \text{ mm}$ , une partie de l’épaule se retrouve sur le même axe ( $y$ ) que le thermocouple. La température maximum est de  $T_{\text{max}} = 195 \text{ °C}$ . Elle est atteinte après le passage de l’outil ( $x = 0$ ) en 20s. Ce temps est similaire à la vitesse de déplacement la plus rapide. La pente d’augmentation de température est de  $0,5 \text{ °C/s}$ , elle est plus faible que pour la petite valeur de  $\kappa$ . La conduction thermique élevée de l’aluminium induit un refroidissement de  $-0,3 \text{ °C/s}$  immédiatement après le passage de l’outil.



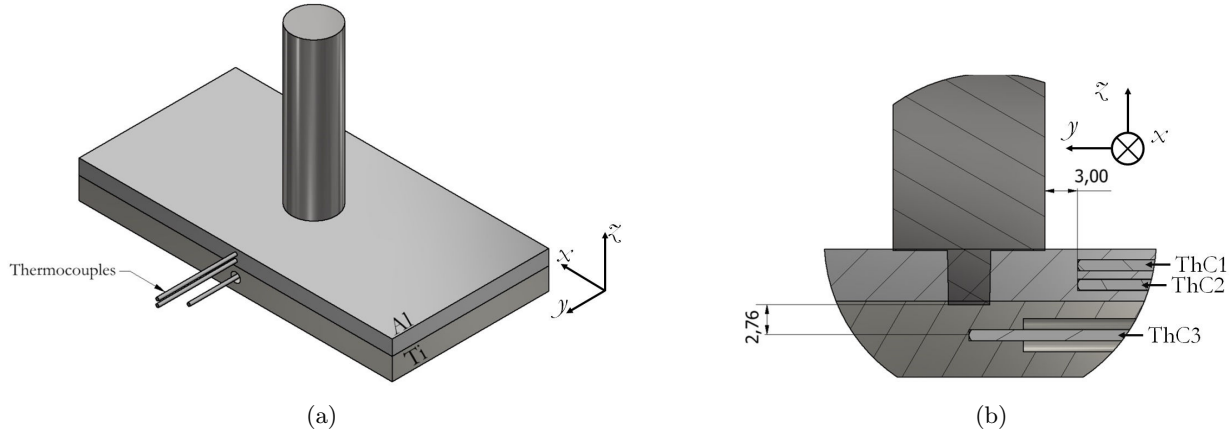
**Figure 3.20** – Mesure de température (1 thermocouple) en fonction du temps. La marque verticale représente le passage de l’outil devant le thermocouple. (a) M1T-1  $v = 95 \text{ mm/min}$ ,  $\omega = 949 \text{ tr/min}$   $\kappa=7,7$ . (b) M1T-2  $v = 11 \text{ mm/min}$ ,  $\omega = 2066 \text{ tr/min}$   $\kappa=10$ .

Avec ces premières mesures on remarque que l’élévation est très locale autour de l’outil. Si la vitesse de déplacement est grande, la montée en température est extrêmement rapide, la diffusion thermique n’est pas suffisante pour élever la température dans toute la pièce. La conduction thermique fait augmenter la température dans tout l’ensemble jusqu’à environ  $100 \text{ °C}$ . À un déplacement lent, le pic de température est observable lorsque l’outil est au même niveau que le thermocouple. Une fois la position passée ( $x = 0$ ), la température chute instantanément.



## 3.2 Mesures dans l'épaisseur

### 3.2.1 Mesures pendant le soudage



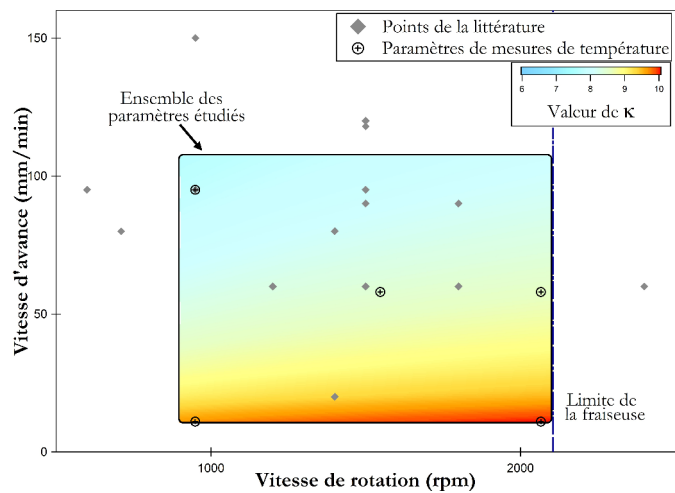
**Figure 3.21** – Positionnement des trois thermocouples sur le trajet de l'outil. (a) Vue isométrique, (b) vue en coupe de la zone des thermocouples au passage de l'outil FSW.

Les mesures plus fines ont été faites avec trois thermocouples placés dans l'épaisseur au milieu de la trajectoire de l'outil. En les positionnant ainsi, on obtient une acquisition plus précise du pic de température. Les thermocouples sont nommés ThC1, ThC2 et ThC3 (Fig. 3.21). ThC1 et ThC2 se trouvent dans l'aluminium et ThC3 est dans le titane proche du bout du pion.

Cinq combinaisons de vitesse de soudage et de rotation ont été sélectionnées (Tableau 3.6). La Figure 3.22 représente les combinaisons de paramètres mesurées dans la gamme de  $\kappa$ .

**Tableau 3.6** – Liste des paramètres associés au coefficient de chaleur pour la mesure de pics de température avec les trois thermocouples.

| $v$<br>(mm.min <sup>-1</sup> ) | $\omega$<br>(tr.min <sup>-1</sup> ) | $\kappa$ |
|--------------------------------|-------------------------------------|----------|
| 95                             | 949                                 | 7,7      |
| 58                             | 1547                                | 8,4      |
| 58                             | 2066                                | 8,5      |
| 11                             | 949                                 | 9,6      |
| 11                             | 2066                                | 10       |



**Figure 3.22** – Positions des combinaisons de paramètres pour les mesures de température. La valeur de  $\kappa$  est représentée en dégradé sur la zone d'étude.

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

---

Les Figures 3.23(a) à 3.23(e) représentent la température mesurée par les trois thermocouples en fonction de la position de l'outil sur l'axe  $x$ .  $\kappa = 7,7$  est la valeur de coefficient d'apport de chaleur étudiée la plus faible (Fig. 3.23(a)) et la température maximum mesurée est de 447 °C. La vitesse de déplacement est rapide ( $v = 95 \text{ mm.min}^{-1}$ ) et le pic de température est mesuré 1 seconde après le passage de l'outil devant les thermocouples. L'aluminium étant un bon conducteur thermique, la chaleur même très locale diffuse facilement à 3 mm de l'épaulement. La valeur de la pente de montée en température atteint 20 °C/s pour un refroidissement de  $-10 \text{ °C/s}$ . Le comportement de la courbe pour le second thermocouple est identique à celui de ThC1 à l'exception de la température maximale. La valeur de la température maximum est de 434 °C soit 10 °C de moins. Proche du pion, le thermocouple ThC3 mesure un pic de température de 389 °C dans le titane trois secondes après le pic de l'aluminium. Il y a une différence de température d'environ 88 °C.

Aux valeurs de  $\kappa$  intermédiaires (Fig. 3.23(b) à 3.23(d)) la température maximum est la plus élevée ( $T_{max} = 480 \text{ °C}$ ). L'écart entre les deux thermocouples dans l'aluminium et le thermocouple dans le titane est de  $\Delta T \in [30; 60] \text{ °C}$ . La montée en température mesurée par ThC3 est entre 11 et 16 °C/s.

À la valeur la plus élevée  $\kappa = 10$  (Fig. 3.23(e)), la vitesse de déplacement est la plus faible ( $v = 11 \text{ mm.min}^{-1}$ ). Cela laisse le temps aux matériaux d'atteindre leur température d'équilibre. Ainsi au pic de chaleur, la température du titane est proche de celle de l'aluminium ( $\Delta T = 10 \text{ °C}$ ). La chaleur a le temps de diffuser dans le titane qui a un coefficient de conductivité thermique plus faible. La rupture de pente avant et après le passage de l'outil au niveau des thermocouples reste autour de 10 mm. Il semblerait donc que l'apport de chaleur local est important à un rayon de 10 mm autour de l'outil.

La Figure 3.23(f) représente la température maximum mesurée par chacun des thermocouples en fonction du coefficient d'apport de chaleur. La température maximum la plus élevée dans l'aluminium est mesurée pour des combinaisons de paramètres intermédiaires. Elle ne dépasse pas 480 °C ( $T_{max} < 75\%T_f(Al)$ ). Dans le titane,  $T_{max}$  augmente avec la valeur de  $\kappa$  jusqu'à 455 °C. Pour  $\kappa = 7,7$  la différence de température entre les trois thermocouples est plus grande [ $T_{max}^1 - T_{max}^2$ ] = 26,7 °C et [ $T_{max}^1 - T_{max}^3$ ] = 87,9 °C. Plus la valeur du coefficient d'apport de chaleur est élevée, plus la température s'homogénéise avec [ $T_{max}^1 - T_{max}^2$ ] = 6,5 °C et [ $T_{max}^1 - T_{max}^3$ ] = 10,0 °C pour  $\kappa = 10$ .

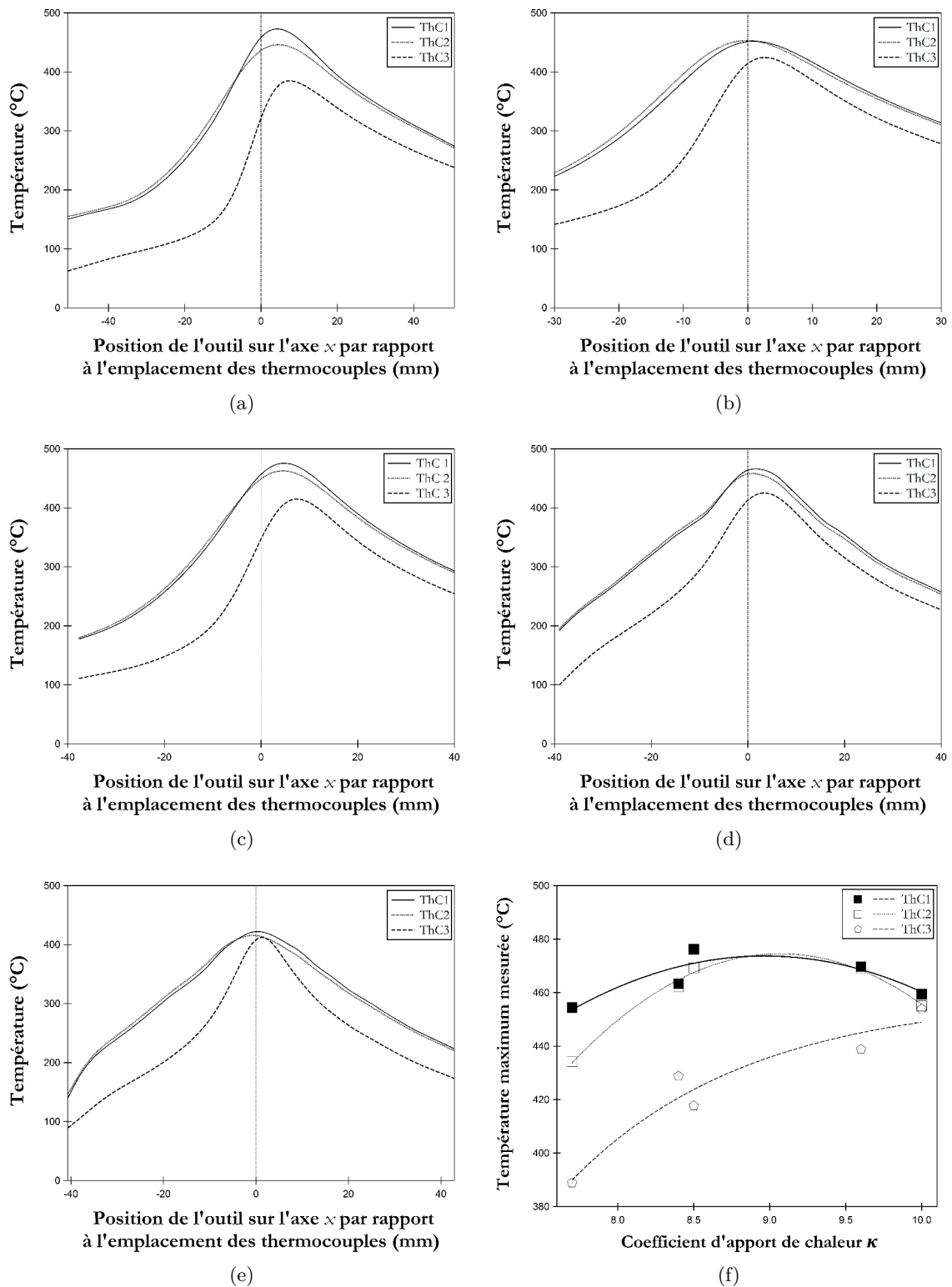


Figure 3.23 – Mesures de la température avec trois thermocouples. Acquisition en fonction de la position de l’outil par rapport à la position des thermocouples : (a)  $\kappa = 7,7$ ; (b)  $\kappa = 8,4$ ; (c)  $\kappa = 8,5$ ; (d)  $\kappa = 9,6$ ; (e)  $\kappa = 10,0$ . (f) Valeurs de la température maximum mesurées par les thermocouples en fonction du coefficient d’apport de chaleur  $\kappa$ .

## CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

La Figure 3.24 représente la température maximum mesurée par chacun des thermocouples en fonction d'un paramètre. Selon la vitesse de rotation (Fig. 3.24(a)) ou la vitesse d'avance (Fig. 3.24(b)), les thermocouples dans l'aluminium mesurent un pic de température plus grand pour des valeurs de paramètres intermédiaires. Dans le titane, la température augmente avec la vitesse de rotation (Fig. 3.24(a)). Elle atteint des valeurs proches de ThC2 à  $\omega_{max} = 2066 \text{ tr.min}^{-1}$  et la température le long de l'outil est aux alentours de  $445 \text{ }^\circ\text{C}$ . Sur la Figure 3.24(b) la courbe du titane a le même profil que l'aluminium. C'est en réduisant la vitesse de déplacement de l'outil que les différences de température diminuent. Cette différence peut se réduire jusqu'à  $7 \text{ }^\circ\text{C}$  entre les deux thermocouples dans l'aluminium et  $35 \text{ }^\circ\text{C}$  entre ThC1 et ThC3 à  $v_{min} = 11 \text{ mm.min}^{-1}$ .

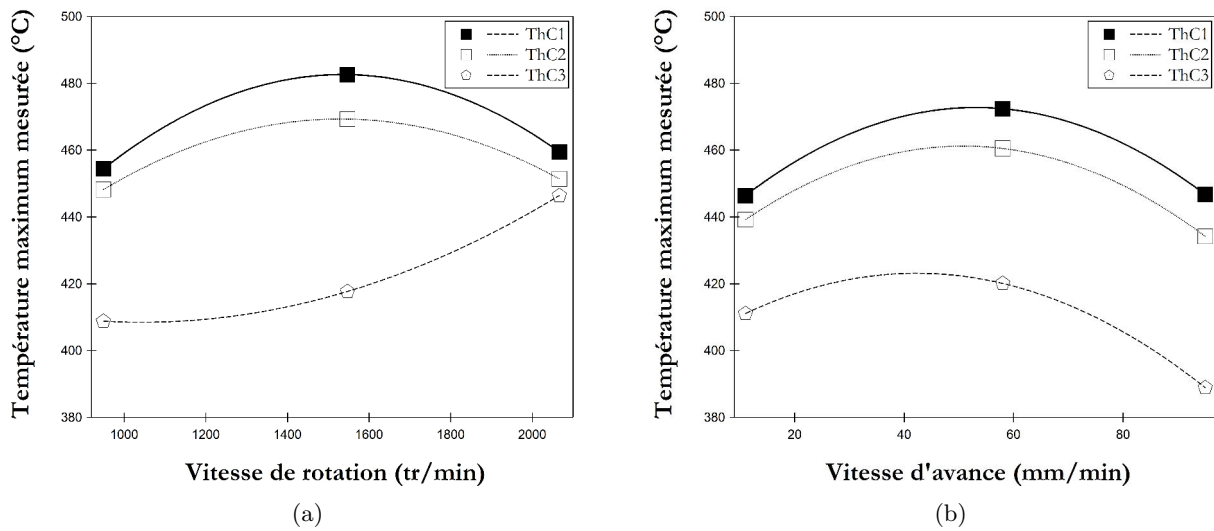


Figure 3.24 – Évolution de  $T_{max}$  en fonction des paramètres de soudage : (a) vitesse de rotation  $\omega$  et (b) vitesse d'avance  $v$ .

### 3.2.2 Mesures sans déplacement de l'outil

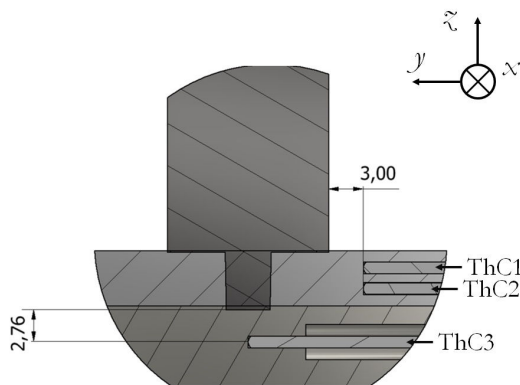


Figure 3.25 – Schéma de la coupe de mesure de température trois points à pion fixe.

Tableau 3.7 – Paramètres de mesures de température à pion fixe.

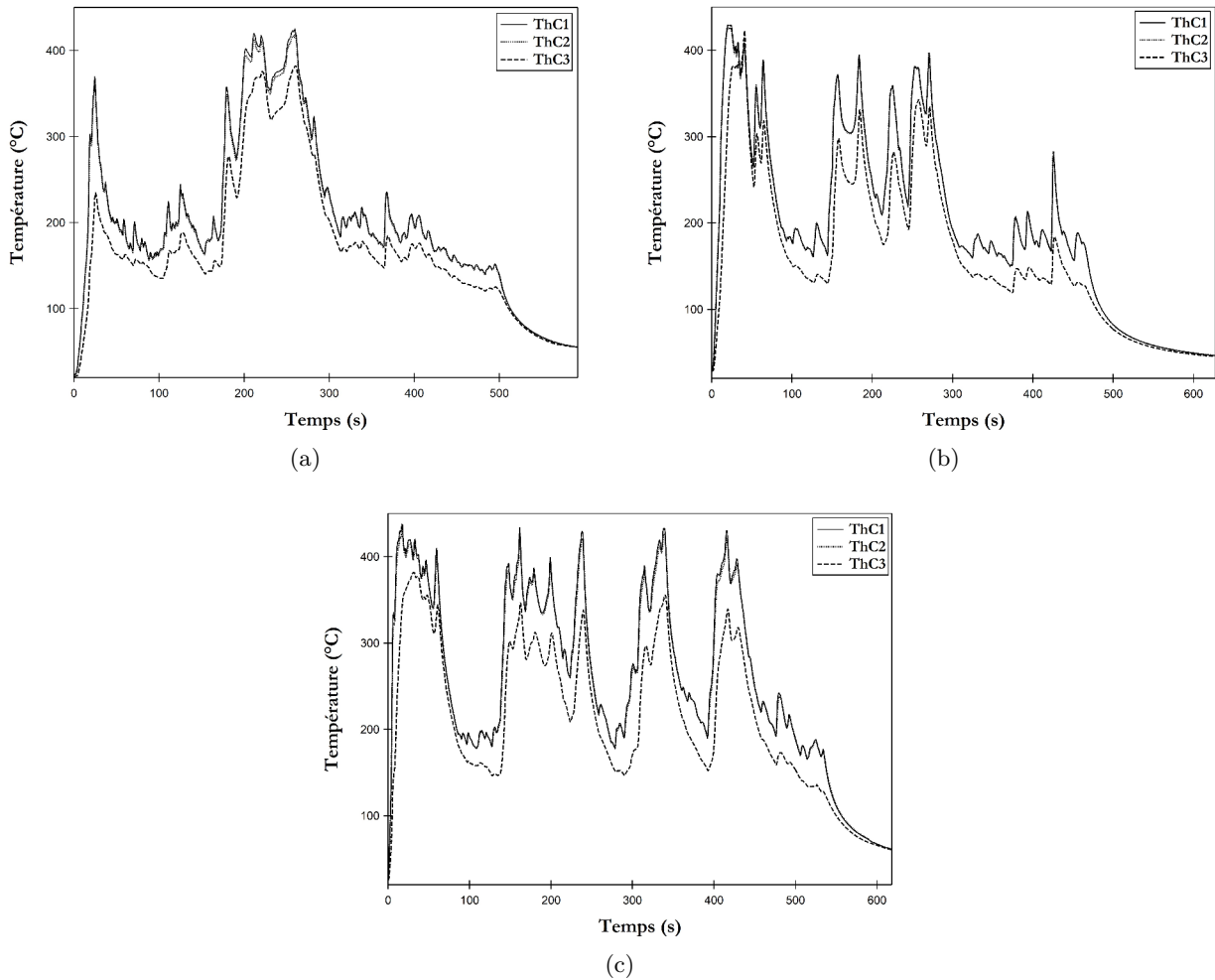
| Paramètre      | Unité  | Valeur |
|----------------|--------|--------|
| $\omega_{max}$ |        | 2066   |
| $\omega_{int}$ | tr/min | 1547   |
| $\omega_{min}$ | tr/min | 949    |

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

Dans cette configuration de mesure, l'outil est aligné avec les thermocouples à  $x = 0$  (Fig. 3.25). La température est alors mesurée par les trois thermocouples afin d'observer la montée en température et sa stabilisation. Les valeurs minimum, maximum et intermédiaire de la vitesse de rotation  $\omega$  sont sélectionnées (Tableau 3.7).

La Figure 3.26 représente les mesures de température des trois thermocouples en fonction du temps. Pour les trois paramètres, la température maximum ne dépasse pas 440 °C et correspond à 67% de la température de fusion de l'aluminium. Au moment de la phase de plongée de l'outil, la température atteint la température maximum en 40s quel que soit  $\omega$ . Une phase d'équilibre précède un chute de la température pour se stabiliser à environ 200 °C dans l'aluminium. Ensuite, la température va osciller entre ces deux paliers d'environ 440 °C et 200 °C. Quelle que soit la vitesse de rotation, le palier à 440 °C dure environ 100s. Plus la vitesse de rotation est élevée, plus le palier à 200 °C est court.

- À 949 tr/min,  $t_{bt}(949) \simeq 100$ s.
- À 1547 tr/min,  $t_{bt}(1547) \simeq 70$ s.
- À 2066 tr/min,  $t_{bt}(2066) \simeq 50$ s.



**Figure 3.26** – Mesures de températures à position fixe à différentes vitesses de rotation : (a)  $\omega = 949$  tr/min (b)  $\omega = 1547$  tr/min, (c)  $\omega = 2066$  tr/min.

Sur chacun des graphiques il existe un écart de température entre l'aluminium et le titane. L'écart devient le plus grand au moment des élévations rapides en température ( $\Delta T \simeq 150 \text{ °C}$ ) et il devient plus faible au moment des diminutions brusques de la température ( $\Delta T \simeq 15 \text{ °C}$ ). Pendant les périodes de température stable la différence est de  $\Delta T \simeq 35 \text{ °C}$ .

### 3.3 Synthèse

La température pendant le soudage n'est pas uniforme dans toute l'épaisseur. L'écart est le plus réduit à faible vitesse de soudage  $v$ . C'est dans un rayon d'environ 10 mm autour de l'outil que l'élévation de température est la plus grande. La différence de conduction thermique et l'apport de chaleur très local créent un gradient de température décroissant de la surface vers le titane. Il peut être diminué avec une vitesse de rotation élevée et une vitesse de soudage faible. La température pendant le procédé est la plus élevée ( $T_{max} = 480 \text{ °C}$ ) à une combinaison de paramètres intermédiaires. En mesurant à une position fixe de l'outil en face des thermocouples, la température de l'aluminium ne dépasse pas  $440 \text{ °C}$ , soit 67% de sa température de fusion. Le mouvement de déplacement de l'outil semble participer à l'élévation thermique.

On peut alors faire varier la température dans les matériaux, le gradient thermique et la taille de la zone affectée thermiquement avec la vitesse de rotation et la vitesse de soudage :

- une combinaison de paramètres avec  $v$  faible et  $\omega$  grand permet d'avoir une température moyenne mais homogène dans l'épaisseur,
- une combinaison de paramètres avec  $v$  faible et  $\omega$  faible donne un apport de chaleur faible avec un fort gradient,
- une combinaison de paramètres intermédiaires permet d'avoir une température élevée avec un gradient sur l'épaisseur.

## 4 Les mécanismes impliqués pendant le soudage

Lors du passage de l'outil en configuration par recouvrement, l'effet de malaxage du pion qui pénètre dans le titane engendre un mouvement de matière supplémentaire. Le couple titane - aluminium a de grandes différences de comportement selon les efforts et l'apport d'énergie thermique. On s'intéresse dans cette partie à l'interface entre les deux matériaux une fois joints.

### 4.1 Déformation de l'interface

#### 4.1.1 Profil de la configuration par recouvrement

La Figure 3.27 représente une vue générale d'une section du cordon de soudure coupé perpendiculairement à la trajectoire de l'outil. En gris clair est identifié le titane et en gris foncé est représenté l'aluminium. La surface de l'aluminium se trouve en dehors de la zone observée en haut de l'image. L'observation est l'interface d'une soudure FSLW typique avec une pénétration de l'outil dans la matière recouverte. On observe la largeur de l'outil délimitée par deux bandes de titane soulevées appelées *Cold Lap Defect* (CLD) [54]. La bande de la zone RS est plus grande que celle de la zone AS. Entre ces deux repères, l'interface est déplacée plus bas sur l'image de la distance de pénétration de l'outil dans le titane (ici  $p = 0,35$  mm). À l'intérieur du noyau, des particules de titane sont réparties et suivent les flux de matière.

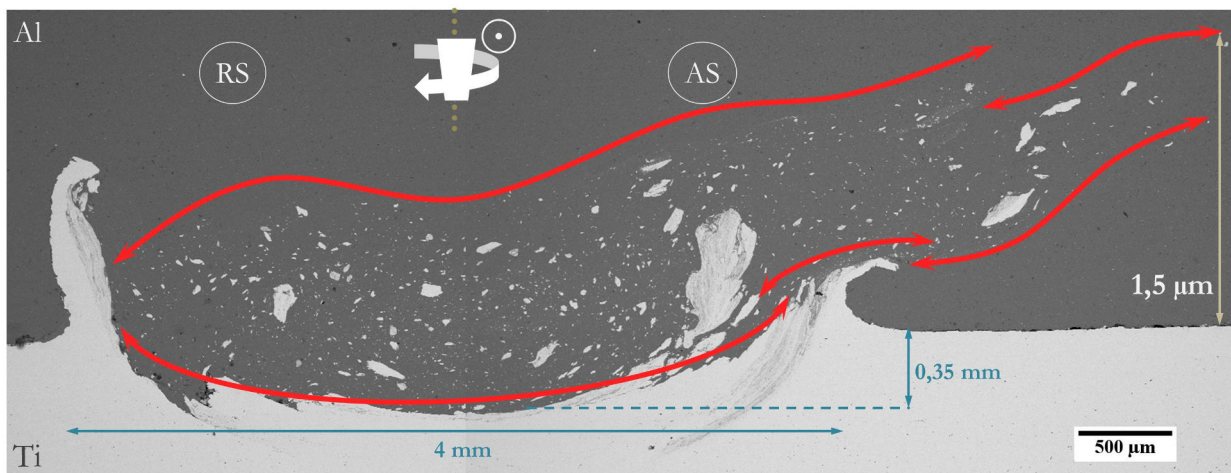


Figure 3.27 – Observations générales par MEB d'une coupe de l'interface soudée ( $\kappa = 10$ ). Cliché MEB, détecteur AsB.

Une fois la phase de plongée terminée les matériaux atteignent une température comprise entre 400 et 500 °C. Leur caractéristiques mécaniques restent différentes et pendant le malaxage ils ont alors un comportement divergent. La Figure 3.28 représente la courbe de traction vraie

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

à la température proche de celle mesurée dans chacun des matériaux. La courbe en pointillés représente les données conventionnelles de l'aluminium pendant la striction. Le titane rompt à une moyenne de 39% de déformation et l'aluminium à une valeur moyenne de 52% de déformation.

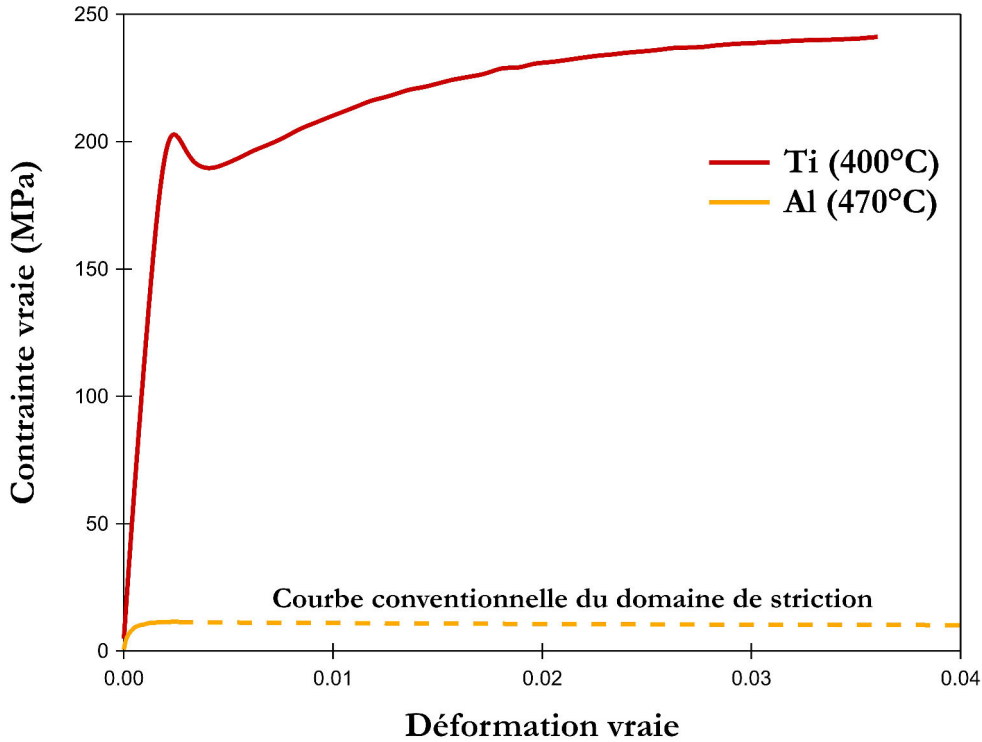


Figure 3.28 – Courbe de traction en température du titane à 400°C et de l'aluminium à 470°C.

Le Tableau 3.8 liste les caractéristiques du titane à 400 °C et de l'aluminium à 470 °C. Au passage de l'outil, l'aluminium se déforme facilement et à cette température il forme un flux de matière. Le matériau est thixotrope, son coefficient d'écrouissage est quasiment nul. La température du titane pendant le procédé est plus faible, le matériau a alors des valeurs de résistances mécaniques plus élevées et sa résistance à la déformation est plus grande. Pendant son malaxage, le matériau se cisaille. Il se rompt puis il est dispersé sous forme de particules plus ou moins fines suivant les paramètres de malaxage (Fig. 3.27).

Tableau 3.8 – Comparaison des propriétés mécaniques l'aluminium à 470 °C avec le titane à 400 °C.

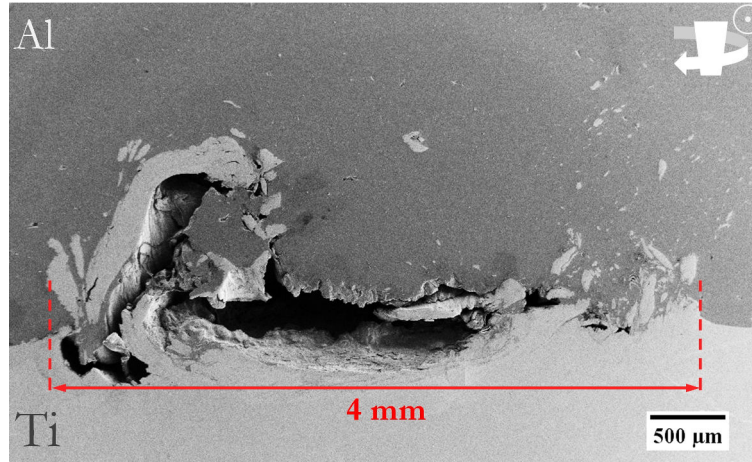
| Matériau & Condition | $\sigma_{\max}$<br>(MPa) | $\epsilon_{\text{rupture}}$ | $\sigma_y^{0.2}$<br>(MPa) | E<br>(GPa) | n     | K<br>(MPa) |
|----------------------|--------------------------|-----------------------------|---------------------------|------------|-------|------------|
| Aluminium (470 °C)   | 11                       | 0,52                        | 17                        | 11         | 0,003 | 14         |
| Titane (400 °C)      | 221                      | 0,39                        | 171                       | 98         | 0,108 | 574        |

On peut observer le mouvement de matière par la répartition des particules de titane provenant du malaxage. Une partie du titane migre en dehors de la zone du noyau vers la partie AS et se mélange vers la surface de l'aluminium. Ce déplacement peut être problématique en corrosion. Si le titane atteint la surface, les deux matériaux peuvent former une pile galvanique. Le potentiel

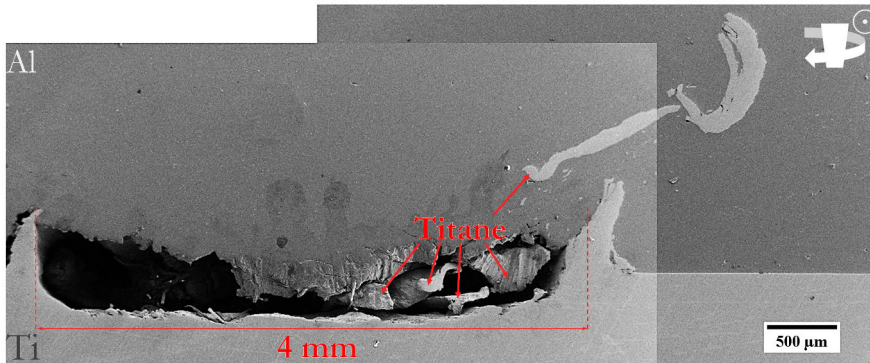


### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

électrochimique de corrosion de contact du titane est de  $E_{EMF}(Ti) = -60$  mV et celui de l'aluminium est de  $E_{EMF}(Al) = -750$  mV à 25 °C dans une solution aqueuse NaCl (électrode de référence : AgCl) [129]. Sur toute la gamme de combinaisons de paramètres, aucune particule de titane n'a été détectée dans le premier tiers d'épaisseur d'aluminium. Ce phénomène de montée de particules de titane est très peu probable selon les travaux sur le flux de matière sous l'épaulement de Guerra et coll. [25] (Partie 3.2.2).



(a)



(b)

**Figure 3.29** – Défauts de cavité en vues en coupe d'interfaces jointes par FSLW. Clichés MEB, détecteur SE2. (a) Cavité le long de l'interface et sous la bande de Ti arrachée. (b) Cavité sur toute la largeur et observation de deux grosses particules de Ti déplacé.

Le défaut principal observé pour le FSLW du couple Ti - Al est la formation de cavités à l'interface du couple. Issu d'un mauvais flux de matière, la zone malaxée n'assure plus l'étanchéité de la jonction. La Figure 3.29 représente des interfaces avec des cavités. Les plus importantes se forment sur toute la largeur du pion. Le volume de titane arraché (Fig. 3.29(b)) n'est pas comblé par l'aluminium. L'aluminium n'est pas assez malléable et semble coller à l'outil. Son flux n'est pas suffisant pour être amené en bout de pion pour former une interface fiable et étanche. On retrouve le titane déplacé dans l'aluminium sous forme de grosses particules d'environ 1 mm de long. Elles peuvent être le lieu de concentration de contraintes dans l'aluminium. Selon les résultats des DoE (Chapitre 2 Partie 3), ces défauts se forment particulièrement à des combinaisons de paramètres donnant lieu à des soudures "froides" aux valeurs de  $\kappa$  basses. Il faut alors privilégier les soudures

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

---

"chaudes" dans la gamme de paramètres étudiés.

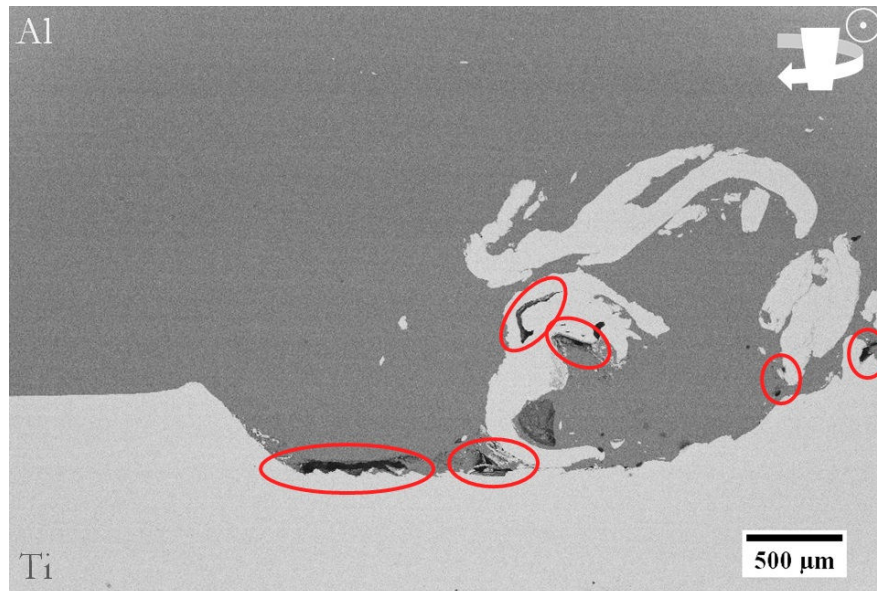
Le profil de jonction varie en fonction des conditions de soudage. La Figure 3.30 représente les profils de l'interface aux deux valeurs extrêmes de  $\kappa$ . Les CLD (Cold Lap Defect) et les particules dans la zone de soudage sont différents en fonction de l'apport de chaleur.

Lorsque l'apport de chaleur est faible ( $\kappa = 7,7$ ), le titane est beaucoup moins malléable. Au lieu de se déformer et s'allonger, les montées de titane se rompent et entrent dans la zone du noyau (Fig. 3.30(a)). La vitesse de rotation est faible et la vitesse d'avance est plus élevée ce qui ne laisse pas le temps à l'outil de malaxer ces particules. Le noyau est alors dépourvu de particules de titane. Autour de ces particules l'interface n'est pas nécessairement bien comblé et il se forme des poches creuses dans certains angles.

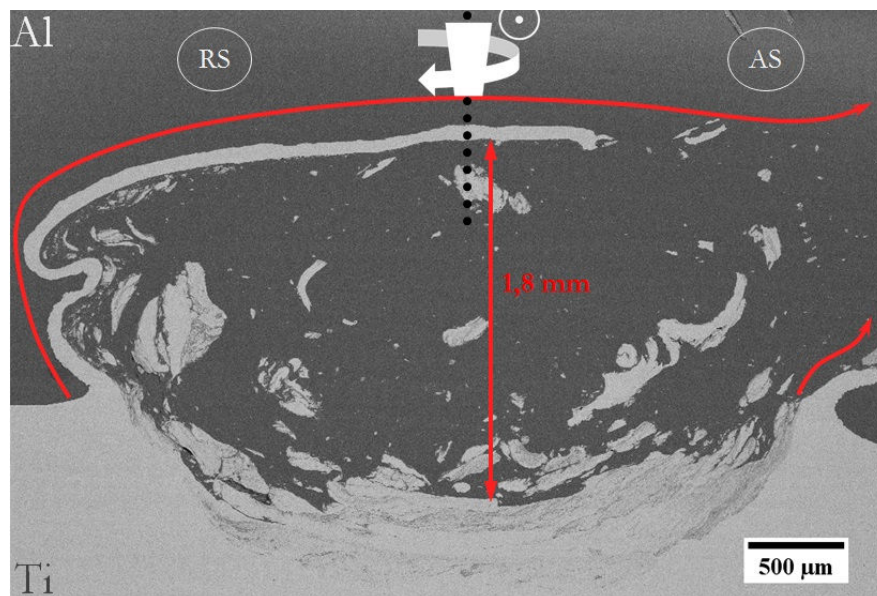
Si l'apport de chaleur augmente, les matériaux deviennent plus malléables. Les deux rubans de titane sont plus déformés, étirés et fins. Sur la Figure 3.30(b) on observe le CLD dans la zone RS déformé et allongé avec un mouvement dirigé vers la zone AS. Dans certains cas, le CLD de la zone de retrait (RS) passe entièrement au-dessus de l'interface malaxé. Le CLD de la zone AS est plus petit et se déforme en suivant le flux de matière. La vitesse de malaxage est plus importante et la vitesse de déplacement plus faible. Le pion reste donc plus longtemps sur le même volume. Une partie du titane est réduite en particules plus fines qui se répartissent dans le volume du noyau.

Quel que soit le coefficient d'apport de chaleur, les CLD sont asymétriques. Celui de la zone RS est plus développé que celui de la zone AS en raison du mouvement de matière. Cette asymétrie se retrouve sur la surface de rupture en traction/cisaillement de la partie 2.1. Dans la zone RS la surface a plus de relief. En se déplaçant, le pion arrache une profondeur de 0,35 mm de titane et ce volume est extrudé autour du pion contre la ZATM.

- si  $\kappa$  est faible, les rubans sont rompus puis emportés avec le flux d'aluminium vers la zone AS. Le titane est malaxé peu de temps et les particules arrachées sont plus grossières.
- Si  $\kappa$  est grand, le ruban de la zone RS est déformé. Le titane devient plus malléable et s'étire vers la zone AS en restant attaché à l'interface. Pour obtenir un  $\kappa$  élevé, la vitesse de déplacement doit être lente, ce qui laisse le temps au pion de malaxer le titane qui est rompu en particules plus fines.



(a)

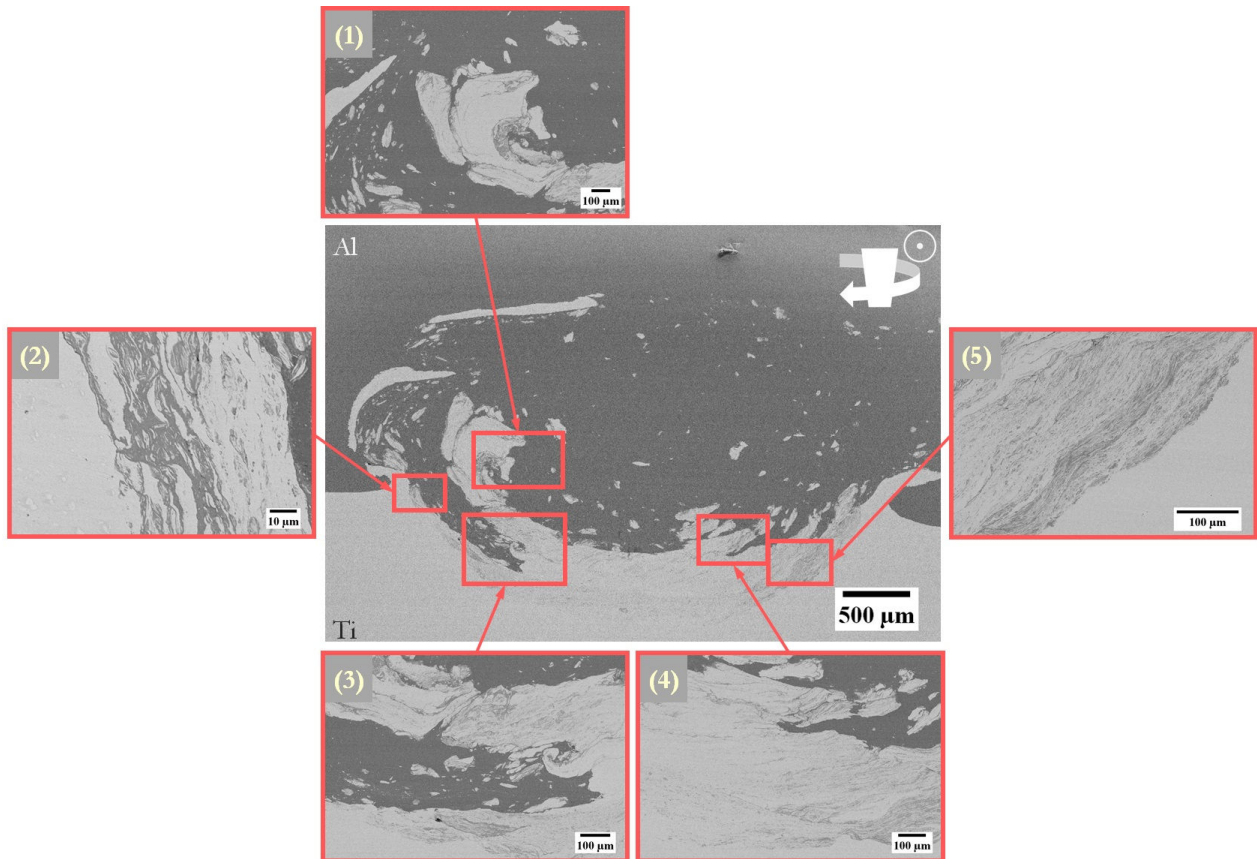


(b)

**Figure 3.30** – Observation des particules et CLD aux  $\kappa$  extrêmes. Clichés MEB, détecteur AsB. (a)  $v = 95$  mm/min,  $\omega = 949$  tr/min ( $\kappa = 7,7$ ). Mise en évidence des cavités à l'interface et autour des particules millimétriques. (b)  $v = 11$  mm/min,  $\omega = 2066$  tr/min ( $\kappa = 10,0$ ). Mise en évidence du ruban de titane qui suit le flux de matière à partir de la zone RS.

### 4.1.2 Observations de l'interface Ti - Al

La Figure 3.31 représente des observations sur des interfaces entre Ti et Al après le passage du pion. Sur l'interface horizontale le titane malaxé est déformé. Dans le cas d'un  $\kappa$  faible, la vitesse de déplacement de l'outil élevée ne permet pas de malaxer longtemps le titane. En diminuant  $v$  pour augmenter  $\kappa$ , l'interface est plus malaxée et réduit plus de volume de titane en plus petites particules.

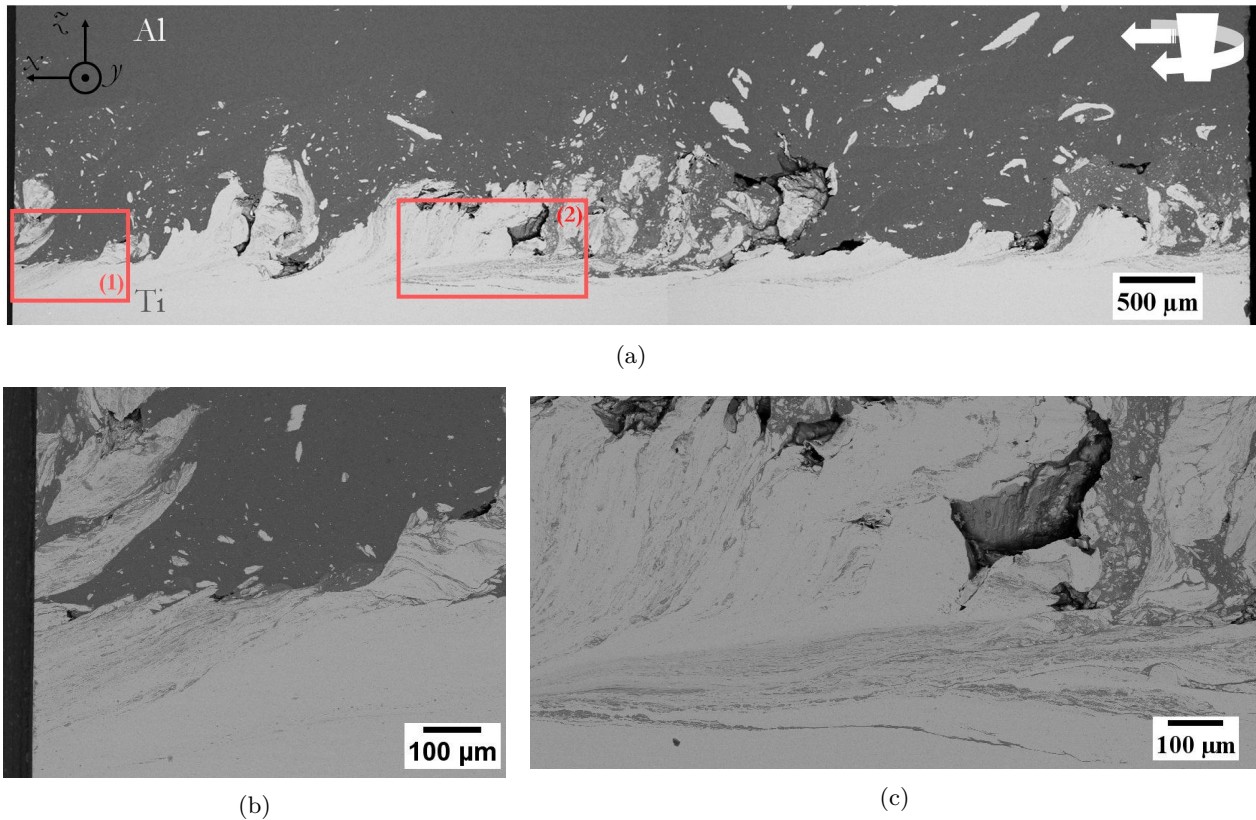


**Figure 3.31** – Observations sur les infiltrations dans le titane à différentes positions à l'interface ( $\kappa = 10, 0$ ). Clichés MEB, détecteur AsB.

Il est également possible de remarquer des infiltrations dans le titane. Ces dernières sont observées par le détecteur à contraste chimique AsB du MEB. Elles ont une couleur intermédiaire entre les deux matériaux purs et sont considérées comme un composé mixte entre le titane et l'aluminium. Cet intermétallique (IMC – InterMetallic Compound) est identifié à la suite de ce chapitre dans la partie 4.2. Dans la zone de malaxage, ces infiltrations sont très fines avec un profil dit "tourbillonnaire". Elles se répartissent en profondeur dans le titane avec une alternance de fines couches d'IMC et de Ti de  $1 \mu\text{m}$  à  $2 \mu\text{m}$  d'épaisseur. Dans la zone RS, le CLD est plus important et il se replie vers le centre. Des particules sont alors mélangées à l'aluminium formant un IMC (Fig. 3.31(1)). À l'interface de cette bande, les infiltrations sont plus larges et peu profondes dans le titane (Fig. 3.31(2)). Avec le mouvement de la zone RS vers la zone AS, le CLD se décolle avec un mouvement de pelage du titane. Il se forme des ouvertures dans le titane où de l'aluminium s'infiltré (Fig. 3.31(3)). La bande de titane soulevée dans le volume d'aluminium se compose d'infiltrations

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

dans toute son épaisseur (Fig. 3.31(3)). Dans la zone AS on observe des CLD de titane moins longs et moins épais (Fig. 3.31(4)). À sa base les infiltrations sont moins larges et un feuilletage fin dans le titane est observé sur la Figure 3.31(5). Au milieu de la largeur malaxée, un filet d'infiltrations peut être visible à une profondeur pouvant aller jusqu'à  $500 \mu\text{m}$ .



**Figure 3.32** – Observations de la coupe longitudinale d'un cordon de soudure de la zone RS ( $\kappa = 10, 0$ ). (a) Vue d'ensemble du cordon sur une longueur de 82 mm. (b) Zoom du cadre (1). (c) Zoom sur des infiltrations du cadre (2). Clichés MEB, détecteur AsB.

La Figure 3.32 est un ensemble de clichés d'une coupe longitudinale au milieu du trajet de l'outil vers la zone RS. Les observations de la zone AS sont similaires. L'outil s'est déplacé de la droite de l'image vers la gauche. La Figure 3.32(a) représente une longueur de cordon de 82 mm. On observe que l'interface n'est pas régulière sur le trajet. Statistiquement on peut observer des cavités formées autour du CLD. Des infiltrations sont visibles avec des formes aléatoires. Elles semblent se former à l'interface de manière périodique dans les creux de titane arraché. Les filaments se prolongent en profondeur dans le titane dans le sens du mouvement de l'outil.

La Figure 3.32(b) est une observation en détail de l'extrémité de l'échantillon. Les formes tourbillonnaires que l'on retrouve en profondeur d'une coupe transversale proviennent d'infiltrations à partir de l'interface en amont. Sur toute la longueur du trajet (Fig. 3.32(a)) les infiltrations partent de la surface du titane pour atteindre une certaine profondeur en suivant le trajet de l'outil. La Figure 3.32(c) montre en détail la profondeur de formation de cette structure au milieu du cliché général. Il est également possible d'observer une cavité de taille importante dans une zone composée d'un CLD.

## 4.2 Interaction chimique hétérogène à l'interface Ti/Al

### 4.2.1 Identification du composé intermétallique

D'après le système binaire Ti - Al, quatre intermétalliques sont susceptibles de se former à la température atteinte pendant le procédé FSW :  $Ti_3Al$ ,  $TiAl$ ,  $TiAl_2$  et  $TiAl_3$ . Le cinquième composé,  $Ti_2Al_5$ , présent sur le diagramme de phase (Fig. 3.33), est un composé métastable.

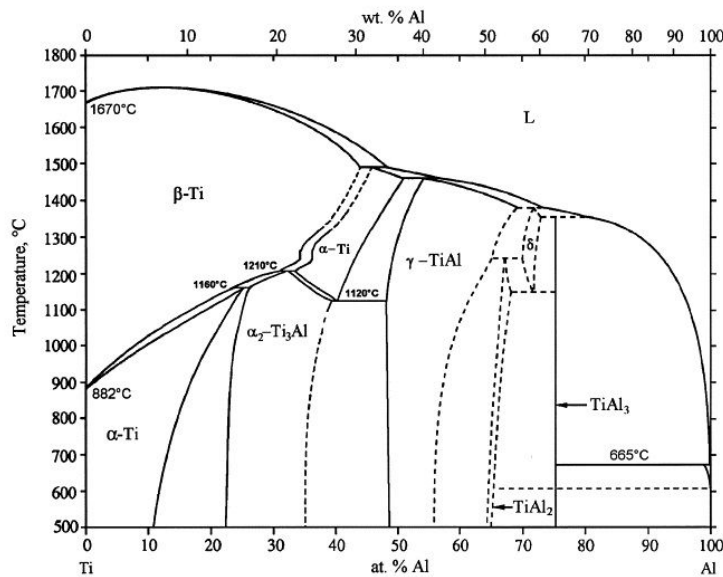
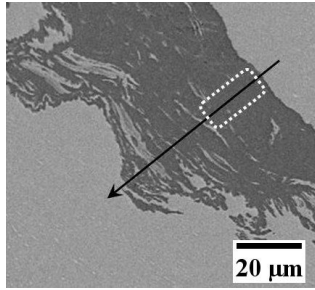


Figure 3.33 – Diagramme d'équilibre du couple titane-aluminium [83] ( $\delta = Ti_2Al_5$ ).

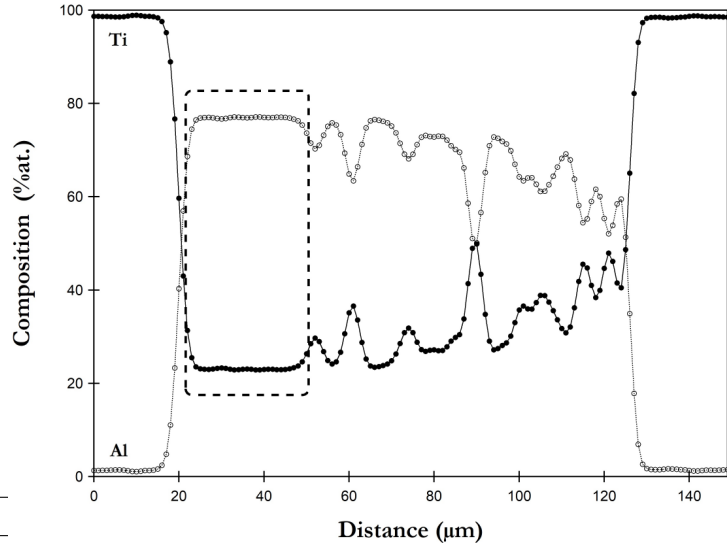
La Figure 3.34 résume les analyses EDS effectuées avec le MEB. Des mesures ponctuelles avec un temps d'acquisition plus long ont été faites sur plusieurs infiltrations comme dans la zone encadrée en pointillés (Fig. 3.34(a)). Un exemple de composition dans cette zone de 30  $\mu m$  de long est listé dans le Tableau 3.9. Une ligne de profil de mesure représentée sur le cliché MEB complète l'analyse de composition de la largeur d'une infiltration dans le titane. La Figure 3.34(b) représente le profil de composition. La poire d'interaction du détecteur EDS est de 2  $\mu m$  de diamètre pour un pas de 0,5  $\mu m$ . Dans l'infiltration, la composition mesurée dans la zone encadrée en pointillé correspond au  $TiAl_3$ . Le profil de composition oscille ensuite à cause de la fine alternance d'IMC et de Ti.



(a)

Tableau 3.9 – Composition atomique sur une zone fixe dans la surface en pointillés.

| Élément            | Al   | Ti   |
|--------------------|------|------|
| Composition (%at.) | 75,7 | 24,3 |



(b)

Figure 3.34 – Analyse EDS d’une infiltration dans le titane. (a) Cliché MEB avec le trajet du profil de mesure et la zone de quantification par pointillés. (b) Composition atomique le long du profil au détecteur EDS.

La Figure 3.35 représente le diffractogramme des rayons X entre  $30^\circ$  et  $90^\circ$  pendant une durée de quatre heures sur la largeur de 4 mm de l’interface soudée. Par comparaison les diffractogrammes du titane et de l’aluminium initiaux, respectivement en orange et rouge, sont tracés en dessous. Sur la jonction, on retrouve les pics associés au titane (■) et à l’aluminium (●). Un seul pic du  $TiAl_3$  est identifié à  $74,1^\circ$ . Aucun autre pic ne confirme la présence de l’intermétallique. Des mesures plus longues (4h) ont été réalisées sur deux plages angulaires susceptibles de faire apparaître des pics selon van Loo & Rieck [81] (Fig. 3.36). Les triangles (▽) indiquent la position théorique d’apparition des pics caractéristiques du  $TiAl_3$ . Les mesures ne permettent pas de mettre clairement en évidence la présence de cet intermétallique. Le diffractogramme correspond au mélange Ti - Al comme le suggère la Figure 3.37 d’après Novoselova *et al.* [116]. Toutefois, étant donné la relativement faible proportion de cet intermétallique, une identification sur des zones ciblées de plus petite taille au MET est plus judicieuse.

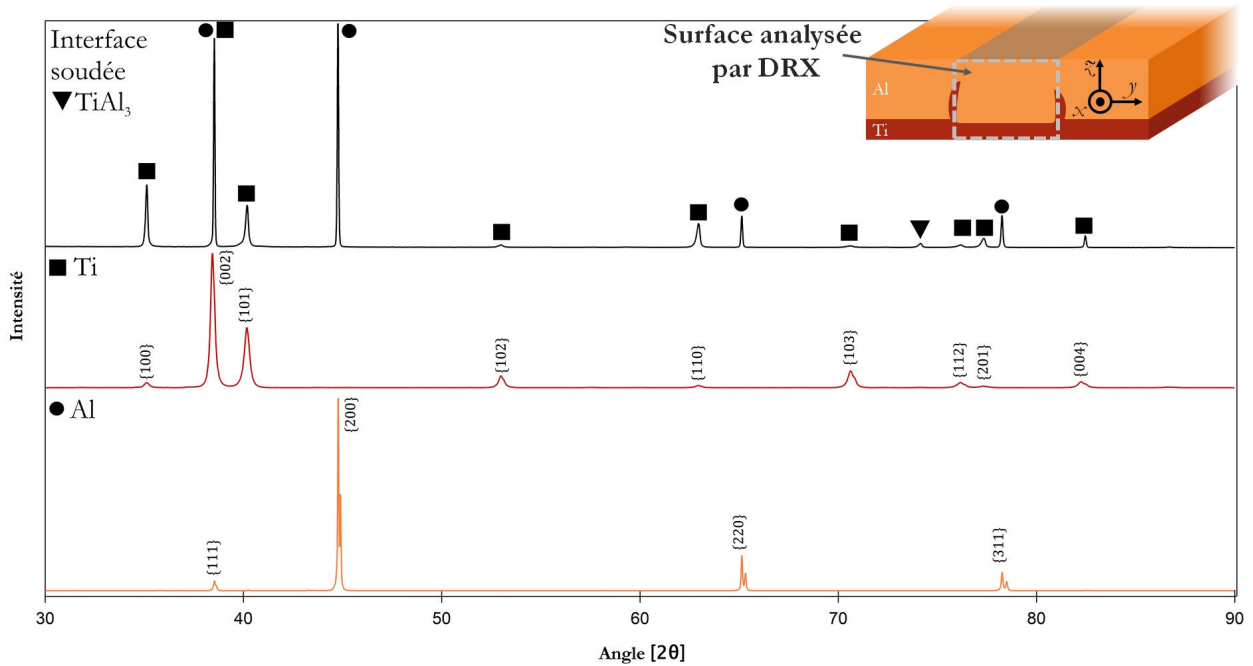


Figure 3.35 – Diffractogramme de rayon X de quatre heures en mode continu à 0,25°/min entre 30° et 90° de l'interface soudée (4 mm de large). L'anticathode utilisée est une CuK<sub>α</sub> monochromatique. L'analyse est superposée aux diffractogrammes du titane et de l'aluminium à l'état initial.

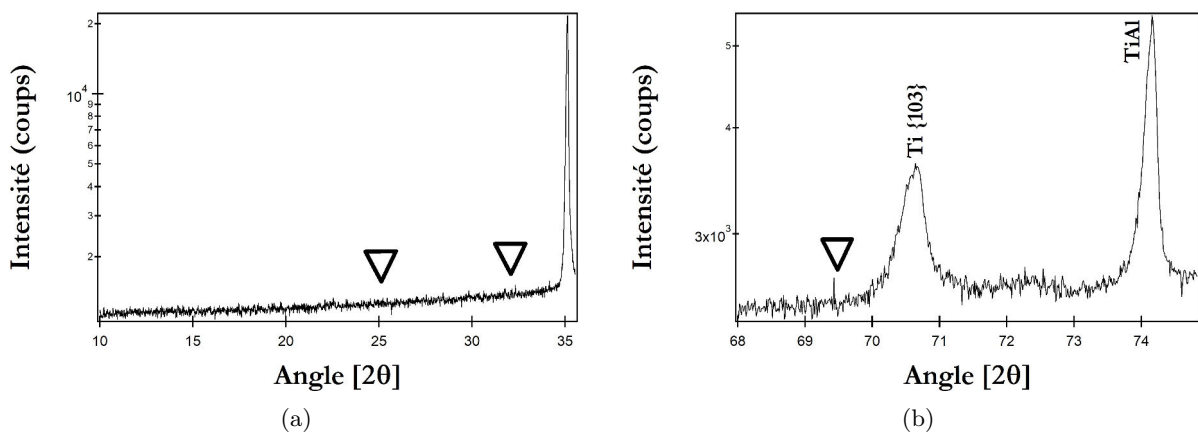


Figure 3.36 – Diffractogrammes de rayons X de l'interface soudée sur (a) [10; 38]° et (b) [68; 75]°. Mesures effectuées en mode continu avec une anticathode CuK<sub>α</sub> monochromatique.



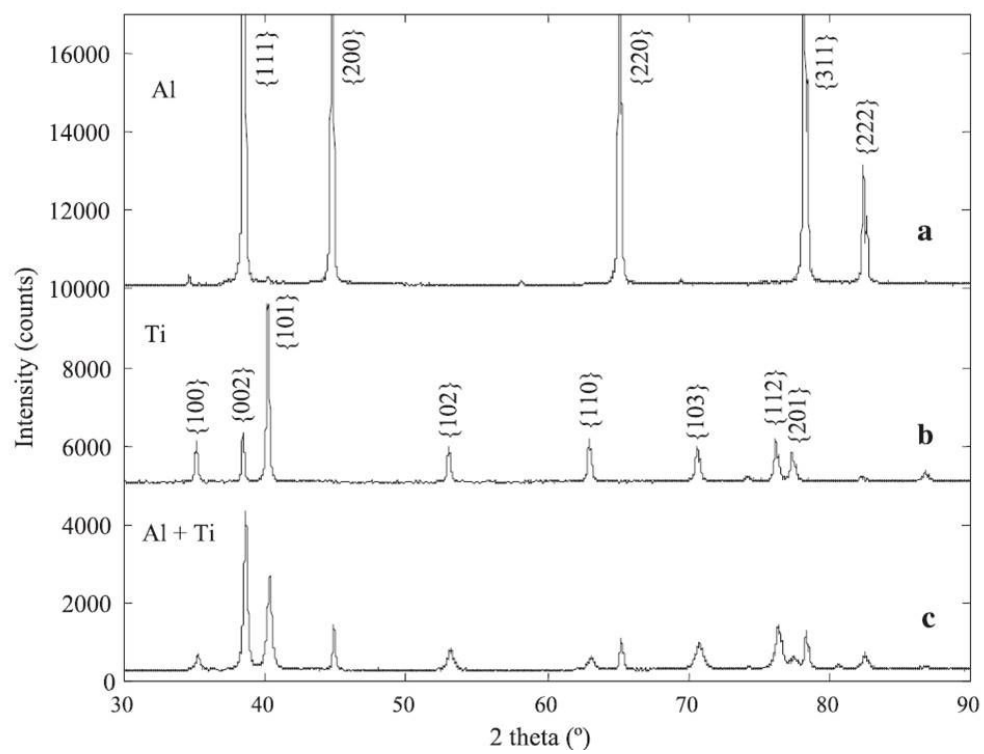
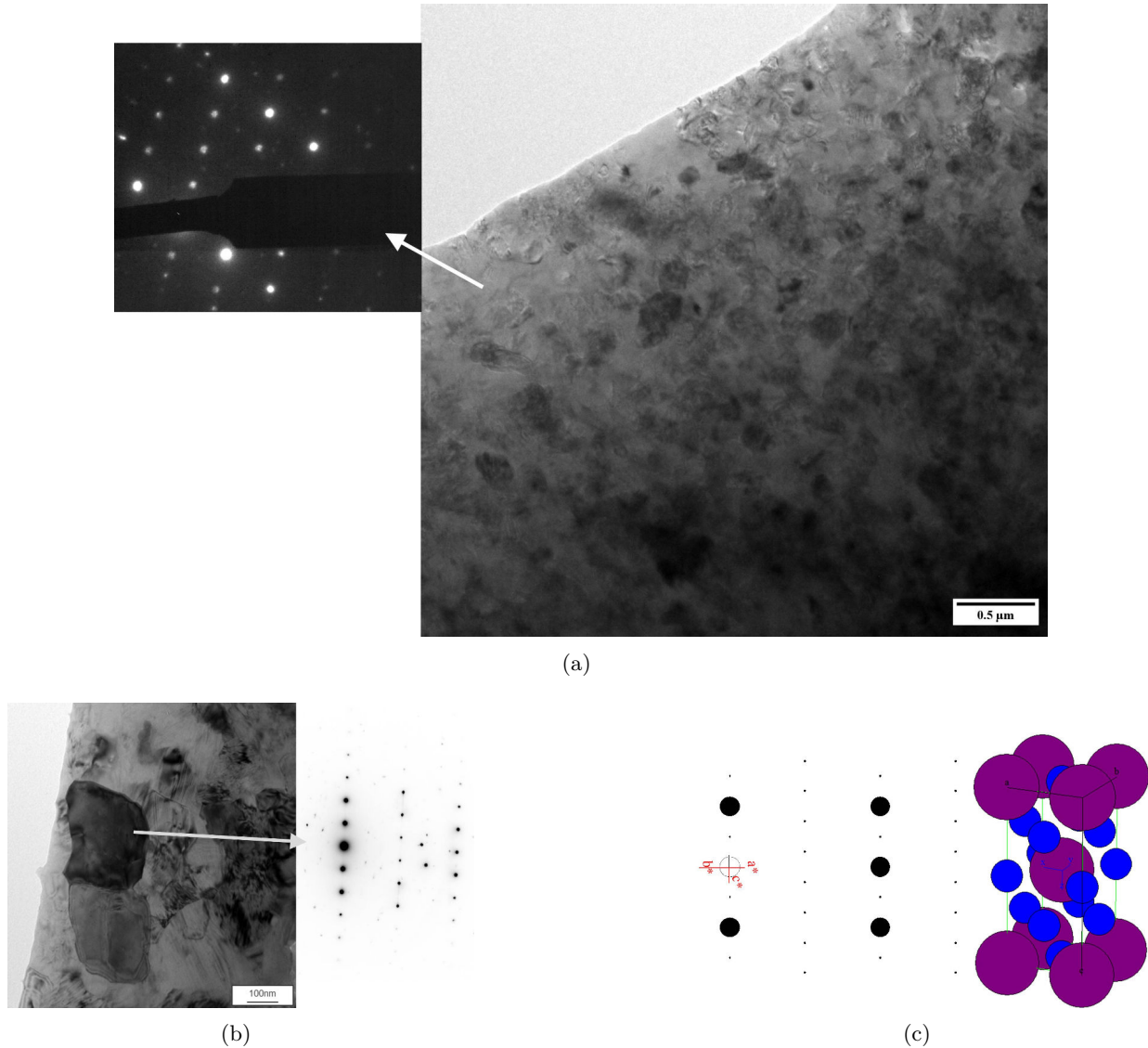


Figure 3.37 – Diffractogrammes de rayons X Ti-Al de référence de Novoselova *et al.* [116].

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

La Figure 3.38 représente des analyses au MET afin de confirmer le  $\text{TiAl}_3$  en ciblant les zones de croissance les infiltrations sous l'interface. Les lames sont amincies à la jonction par attaque électrolytique *dual jet*. Le MET utilisé pour ces observations est un JEOL 2010 à une tension de 200kV<sup>†</sup>. Sur le cliché MET associé à un cliché de diffraction, on observe une petite microstructure de  $\text{TiAl}_3$  (Fig. 3.38(a)). La Figure 3.38(b) est un cliché MET avec un grain de 280 nm observé selon son axe de zone. Le cliché de diffraction associé identifie le  $\text{TiAl}_3$  selon l'axe [210]. La structure est identifiée par équivalence à l'aide du logiciel CaRine (Fig. 3.38(c)). Le  $\text{TiAl}_3$  est sous sa forme quadratique  $D0_{22}$  [98,99].



**Figure 3.38** – Identification du  $\text{TiAl}_3$  par MET. (a) Cliché MET avec un cliché de diffraction associé. (b) Cliché MET d'un grain observé selon son axe de zone [210] et son cliché de diffraction associé. (c) Cliché de diffraction théorique du  $\text{TiAl}_3$  selon le même axe de zone et sa structure cristalline  $D0_{22}$ . Les atomes de titane sont représentés en violet et les atomes d'aluminium sont en bleu.

<sup>†</sup>. Manipulations du MET par Dr. Mayerling Martinez.

### 4.2.2 Séquence de formation des composés intermétalliques

TiAl<sub>3</sub> est l'unique aluminure du système binaire Ti/Al observé aux jonctions soudées par FSW. Un coefficient d'apport de chaleur élevé ne permet pas la germination d'autres IMC. Les infiltrations d'aluminium dans une matrice de titane ne font pas croître d'intermétalliques riches en Ti. Ce phénomène correspond aux différents procédés d'inter-diffusion du couple Ti - Al solide-solide et liquide-solide [81, 82]. Dans la préparation de multi-couches Ti-Ti<sub>3</sub>Al-TiAl-TiAl<sub>2</sub>-TiAl<sub>3</sub>-Al recuit à 625 °C pendant 15 heures, toutes les couches d'aluminure disparaissent au profit du TiAl<sub>3</sub> pour former un ensemble Ti-TiAl<sub>3</sub>-Al [81].

Trois équations permettent de calculer l'énergie libre de Gibbs  $G$  pour Al,  $\alpha Ti$ , Ti<sub>3</sub>Al, TiAl, TiAl<sub>2</sub>, TiAl<sub>3</sub> et Ti<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> [130].

Al,  $\alpha Ti$  sont décrits comme des solutions désordonnées de titane et d'aluminium :

$$\begin{aligned} G &= x_{Ti} \times G_{Ti}^0 + x_{Al} \times G_{Al}^0 \\ &+ R \times T \times [x_{Ti} \times \ln(x_{Ti}) + x_{Al} \times \ln(x_{Al})] \\ &+ x_{Ti} \times x_{Al} \times [G_0 + G_1 \times (x_{Ti} - x_{Al})] \end{aligned} \quad (3.10)$$

Où  $x_{Ti}$  et  $x_{Al}$  représentent la fraction atomique du Ti et de Al,  $G_{Ti}^0$  et  $G_{Al}^0$  sont les états de référence du titane et de l'aluminium. Les termes  $G_0$  et  $G_1$  sont des coefficients d'énergie de Gibbs en excès du composé.

Les composés TiAl<sub>2</sub> et Ti<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> sont des composés stœchiométriques décrits par

$$G = x_{Ti} \times G_{Ti}^0 + x_{Al} \times G_{Al}^0 + \Delta G^f \quad (3.11)$$

avec  $\Delta G^f$  l'enthalpie de formation du composé intermétallique (tableau 3.10).

Les composés Ti<sub>3</sub>Al, TiAl et TiAl<sub>3</sub> sont des composés ordonnés avec une répartition des atomes dans les sous-réseaux de leur maille quadratique. Il est défini deux sous-réseaux 1 et 2 et dans les compositions stœchiométriques les atomes de titane sont uniquement dans le sous-réseau 1 et les atomes d'aluminium occupent le sous-réseau 2. Kattner *et al.* [130] proposent l'énergie libre de Gibbs des IMC ordonnés sous la forme :

$$\begin{aligned} G &= x_{Ti} \times G_{Ti}^0 + x_{Al} \times G_{Al}^0 \\ &+ R \times T \times [n_{Ti}^1 \times \ln(n_{Ti}^1) + n_{Al}^1 \times \ln(n_{Al}^1) \\ &\quad + n_{Ti}^2 \times \ln(n_{Ti}^2) + n_{Al}^2 \times \ln(n_{Al}^2) \\ &\quad - N^1 \ln(N^1) - N^2 \ln(N^2)] \\ &+ \Delta G^f + n_{Ti}^2 \times G_{Ti}^2 + n_{Al}^1 \times G_{Al}^1 \\ &+ n_{Ti}^1 n_{Al}^1 (G_0^1 + (n_{Ti}^1 - n_{Al}^1) \times G_1^1) \\ &+ n_{Ti}^2 n_{Al}^2 (G_0^2 + (n_{Al}^2 - n_{Ti}^2) \times G_1^2) \\ &+ n_{Ti}^2 n_{Al}^1 \times G^{12} \end{aligned} \quad (3.12)$$

$G_0^1$ ,  $G_0^2$ ,  $G_1^1$  et  $G^{12}$  sont des coefficients de l'interaction polynomiale entre les atomes de même sous-réseau et sont nuls dans ce modèle.  $G^{12}$  est le coefficient des interactions entre les atomes de

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

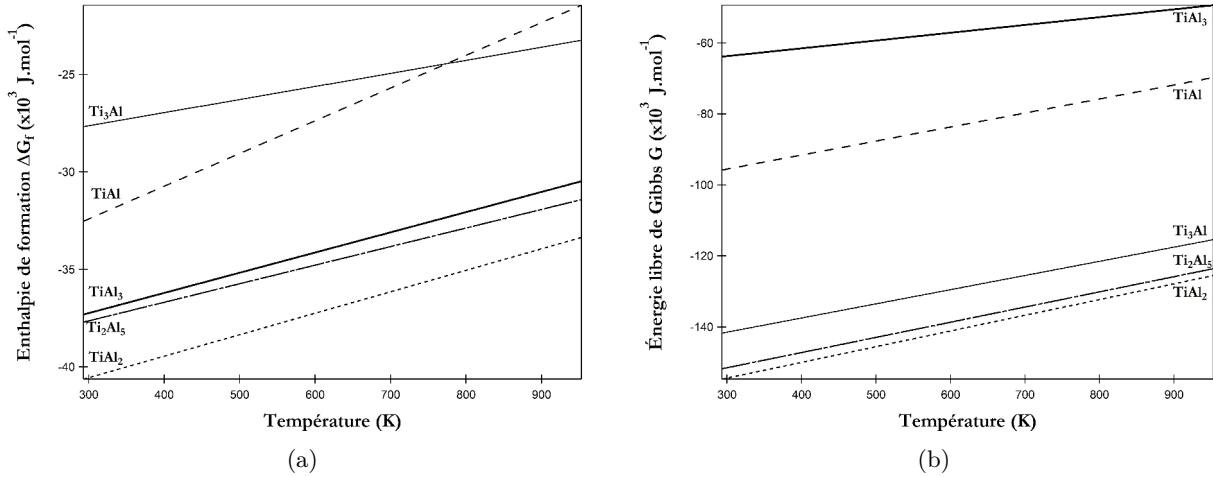
sous-réseaux différents.  $n^1$  et  $n^2$  représentent la fraction atomique des éléments dans les sous-réseaux respectifs. À la composition stœchiométrique, le sous-réseau 1 est occupé par le titane et le sous-réseau 2 est occupé par les atomes d'aluminium.

$$\begin{aligned} x_{Ti} &= n_{Ti}^1 + n_{Ti}^2 & x_{Al} &= n_{Al}^1 + n_{Al}^2 \\ N^1 &= n_{Ti}^1 + n_{Al}^1 & N^2 &= n_{Ti}^2 + n_{Al}^2 \end{aligned} \quad (3.13)$$

**Tableau 3.10** – Énergie de formation des composés intermétalliques du couple Ti - Al [130].

| Composé intermétallique         | Énergie de formation, $\Delta G_f^\dagger$ |
|---------------------------------|--|
| Ti <sub>3</sub> Al              | -29633, 6 + 6, 70801T                      |
| TiAl                            | -37445, 1 + 16, 79376T                     |
| TiAl <sub>3</sub>               | -40349, 6 + 10, 36525T                     |
| Ti <sub>2</sub> Al <sub>5</sub> | -40495, 4 + 9, 52964T                      |
| TiAl <sub>2</sub>               | -43858, 4 + 11, 02077T                     |

<sup>†</sup>Quantités données en J/mol d'atome



**Figure 3.39** – Courbes thermodynamiques des composés intermétalliques du couple Ti - Al entre 20 et 660 °C. (a) Enthalpie de formation en fonction de la température. (b) Énergie libre de Gibbs en fonction de la température à 50%at. d'Al.

La Figure 3.39 représente des énergies thermodynamiques des IMC du couple Ti - Al en fonction de la température où l'aluminium est à l'état solide. Les deux intermétalliques stœchiométriques TiAl<sub>2</sub> et Ti<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> présentent un  $\Delta G_f$  les plus négatifs (Fig. 3.39(a)). Ce sont les intermétalliques pouvant thermodynamiquement se former en premier. Cependant, ils se forment à partir du composé ordonné TiAl [131] qui a un  $\Delta G_f$  plus élevé que le TiAl<sub>3</sub>. Ce dernier est un des composés ordonnés et il croît à partir d'une interface Ti-Al.

La séquence de croissance des intermétalliques est dépendante de la cinétique atomique. Pretorius *et al.* [124] proposent un modèle de calcul de la chaleur effective de formation (EHF) capable de prédire l'ordre de croissance des aluminures. L'EHF prend en compte l'enthalpie  $H^\circ$ , la stœchiométrie des IMC ( $C_l$ ) et la concentration effective à l'interface ( $C_E$ ).

$$\Delta H' = \Delta H^\circ \left( \frac{C_E}{C_l} \right) \quad (3.14)$$

Ce modèle a été appliqué aux couples Zr - Al, Pt - Al [124], Cu - Al [132] et il peut être appliqué au couple Ti - Al [93]. Il rencontre cependant des difficultés à résoudre la séquence de formation en prenant en compte simultanément les composés ordonnés et non-ordonnés [131]. Les composés  $\text{Ti}_3\text{Al}$ ,  $\text{TiAl}$  et  $\text{TiAl}_3$  sont tous les trois ordonnés et permettent de connaître l'ordre de croissance des intermétalliques car le  $\text{Ti}_2\text{Al}_5$  et le  $\text{TiAl}_2$  croissent à partir du  $\text{TiAl}$ .

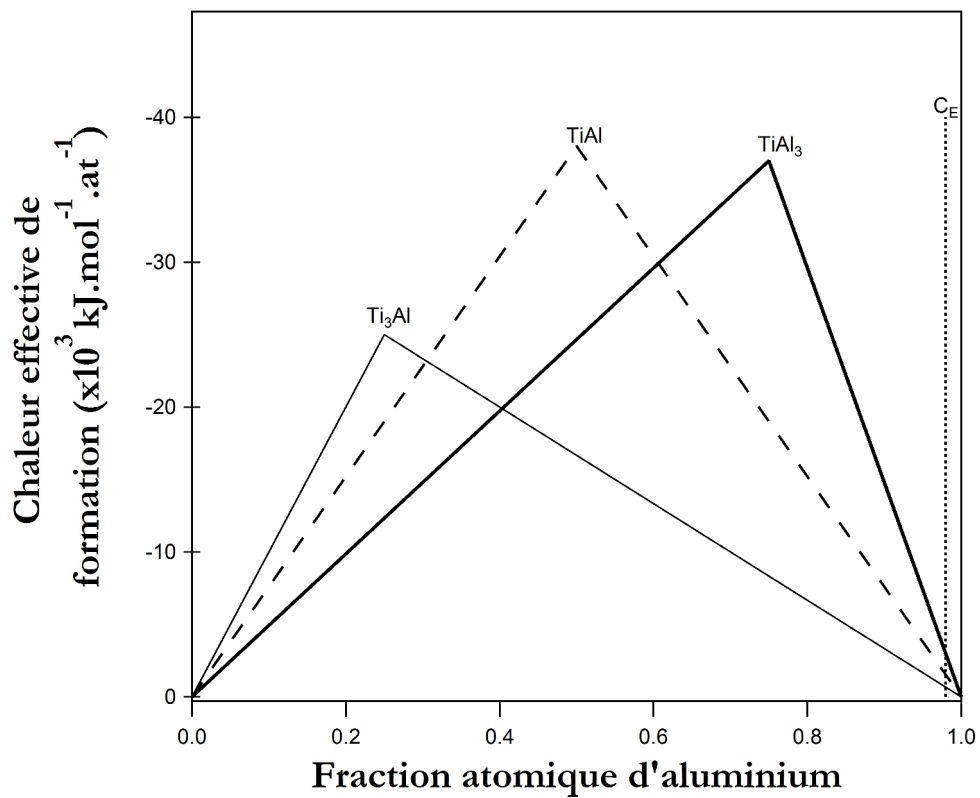
$C_E$  est choisi où les atomes ont la mobilité maximum (état liquide de l'aluminium) à la température la plus basse possible. Ce point se trouve alors le long de la ligne du liquidus. Sur le diagramme de phase Ti - Al, il correspond à la température de fusion de l'aluminium pur (Fig. 3.33). Il est donc choisi arbitrairement  $C_E = 0,98$  selon les recommandations de la méthode [124] et le titane est alors l'élément limitant.

**Tableau 3.11** – Données du modèle EHF [131] et valeurs du  $\Delta H'$  des trois IMC ordonnés à la composition  $C_E$ .

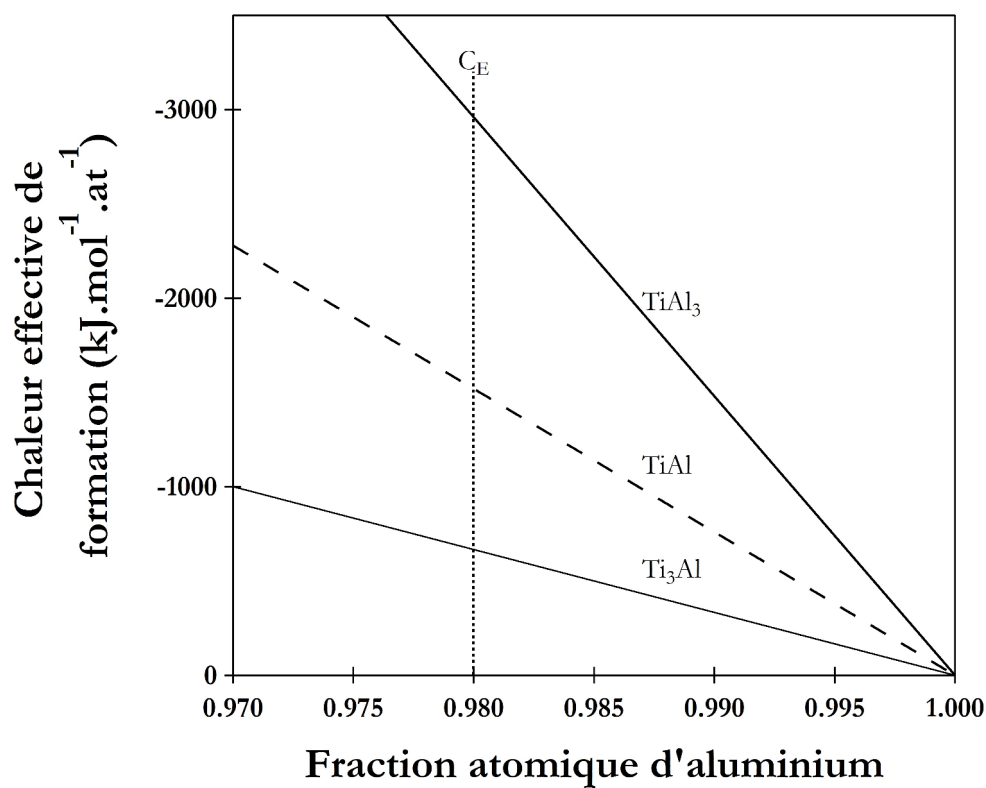
| IMC                    | Composition                          | $C_l$ | $\Delta H^\circ (\text{J.mol}^{-1}.\text{at.}^{-1})$ | $\Delta H'_{C_l} (\text{J.mol}^{-1}.\text{at.}^{-1})$ |
|------------------------|--------------------------------------|-------|--|---|
| $\text{Ti}_3\text{Al}$ | $\text{Ti}_{0,750}\text{Al}_{0,250}$ | 0,750 | -25000   | -2960   |
| $\text{TiAl}$          | $\text{Ti}_{0,500}\text{Al}_{0,500}$ | 0,500 | -38000   | -1520   |
| $\text{TiAl}_3$        | $\text{Ti}_{0,250}\text{Al}_{0,750}$ | 0,250 | -37000   | -667  |

La Figure 3.40 représente l'évolution de la chaleur effective de formation des intermétalliques en fonction de la fraction atomique d'aluminium. La Figure 3.40(a) représente le graphique sur l'ensemble de proportion en aluminium. La Figure 3.40(b) affiche en détail les droites des trois IMC ordonnés autour de la valeur  $C_E = 0,98$ . La prédiction du modèle de Pretorius *et al.* indique bien le  $\text{TiAl}_3$  comme étant le premier IMC à se former avec une valeur d'EHF la plus négative ( $\Delta H' = -2960 \text{ J.mol}^{-1}.\text{at.}^{-1}$ ) (Tableau 3.11). Le second intermétallique serait alors le  $\text{TiAl}$  pour ensuite faire croître soit les composés stœchiométriques soit le dernier IMC ordonné  $\text{Ti}_3\text{Al}$ .

Les perturbations liées au FSW ne modifient pas les interactions concernant la formation des IMC entre les deux éléments. La formation de l'intermétallique suit le modèle qui intègre la chimie et la mobilité atomique. L'énergie mécanique supplémentaire de la déformation plastique sévère et la pression apportées par l'outil ne permettent pas de former le second IMC prédit par le modèle EHF.



(a)



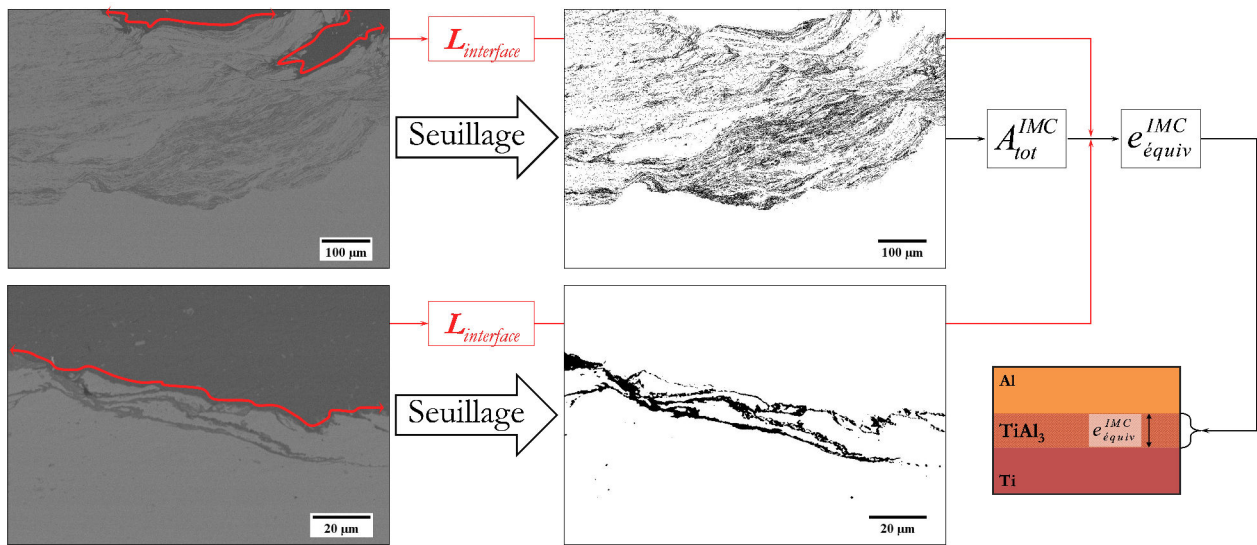
(b)

**Figure 3.40** – Chaleur effective de formation des IMC ordonnés (a) entre 0 et 100%at. d'aluminium, (b) entre 97%at. et 100%at. d'aluminium.

### 4.2.3 Étude de la croissance de l'intermétallique à l'interface soudé

Il est possible de mesurer la quantité d'intermétallique présent dans le titane sous l'interface par une méthode d'analyse d'images. À partir de clichés MEB par contraste chimique avec le détecteur AsB, un seuillage des niveaux de gris permet de discerner le  $\text{TiAl}_3$  et de mesurer la quantité d'intermétallique (Fig. 3.41). Les clichés sont obtenus avec un grossissement le plus élevé possible pour une meilleure précision des mesures. Un pixel est ramené par équivalence à une surface en  $\mu\text{m}^2$ . Avec la longueur d'interface mesurée  $L_{\text{interface}}$ , l'aire totale  $A_{\text{tot}}^{\text{IMC}}$  peut être convertie en une équivalence en épaisseur d'IMC compact

$$e_{\text{equiv}}^{\text{IMC}} = \frac{A_{\text{tot}}^{\text{IMC}}}{L_{\text{interface}}}. \quad (3.15)$$



**Figure 3.41** – Méthode de seuillage pour la quantification d'infiltrations de  $\text{TiAl}_3$  : du cliché MEB à l'estimation d'une épaisseur de  $\text{TiAl}_3$ . Clichés MEB avec un détecteur AsB et un grossissement optimal pour une mesure précise.

Les mesures d'aires sont faites sur une série d'échantillons avec une valeur de  $\kappa \in [7, 7; 10, 0]$  sur toute la longueur de l'interface entre les deux CLD. La Figure 3.42(a) corrèle l'épaisseur d'IMC en fonction du coefficient d'apport de chaleur. La formation d'intermétallique est de plus en plus importante avec le coefficient de chaleur. La Figure 3.42(b) représente la profondeur maximum des infiltrations en fonction du coefficient d'apport de chaleur  $\kappa$ . La précision de mesure est de l'ordre du pixel qui correspond à  $4,42 \mu\text{m}$ .

Avec l'apport de chaleur, la quantité de  $\text{TiAl}_3$  est croissante dans le titane. La profondeur à laquelle l'IMC se situe augmente elle aussi mais à hautes valeurs de  $\kappa$ , cette valeur tend vers une stabilisation. Ainsi, si l'apport de chaleur augmente trop, l'entrelacement  $\text{Ti}/\text{TiAl}_3$  sous forme tourbillonnaire peut disparaître au profit d'une épaisseur compacte d'intermétallique. Fragile, sa croissance exagérée peut réduire la ténacité de l'interface.

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

Tableau 3.12 – Mesure de la croissance du  $\text{TiAl}_3$  sous l'interface dans le titane.

| $\kappa$ | Épaisseur équivalente moyenne d'IMC<br>( $\mu\text{m}$ ) | Profondeur d'IMC observé au milieu de l'interface<br>( $\mu\text{m}$ ) |
|----------|--|--|
| 7,7      | 5,5  | 0,5  |
| 8,4      | 3,7  | 150  |
| 8,5      | 8,2  | 245  |
| 9,6      | 16,0   | 275  |
| 10,0     | 30,3   | 440  |

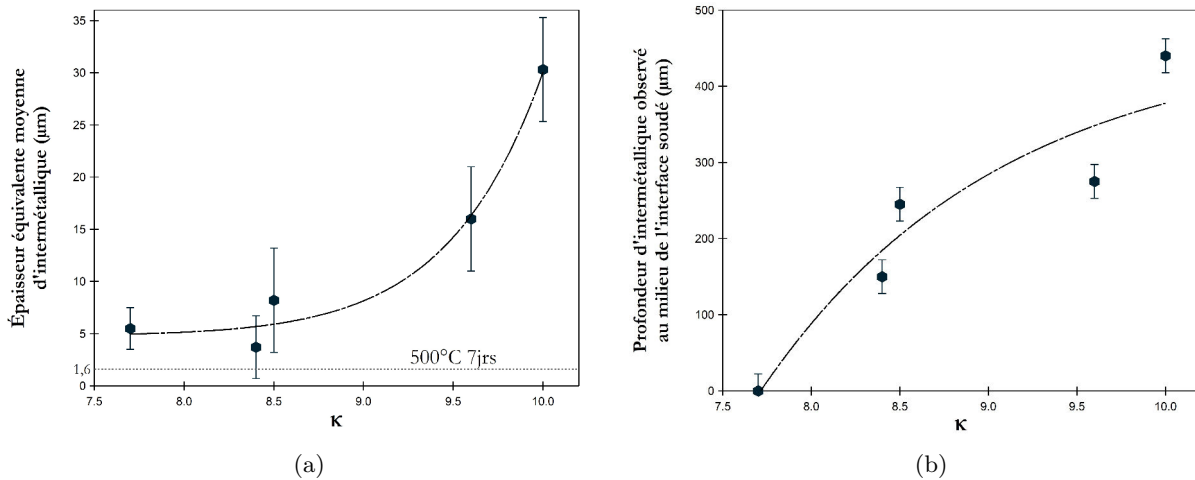


Figure 3.42 – Corrélation des mesures d'intermétallique dans le titane sous l'interface en fonction du coefficient d'apport de chaleur. (a) Épaisseur équivalente d'intermétallique dans le titane en fonction de  $\kappa$ . (b) Profondeur d'intermétallique observé au milieu de l'interface malaxée en fonction de  $\kappa$ .

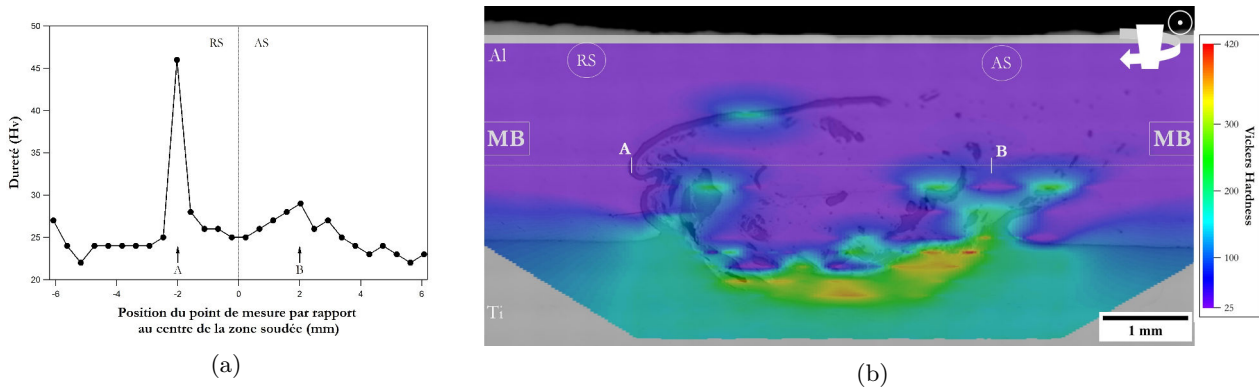
Le Tableau 3.12 résume les mesures de croissance du  $\text{TiAl}_3$  en fonction des conditions de soudage. La Figure 3.42 trace les estimations en fonction de  $\kappa$ . Des diffusions de contact inspirées d'autres études [82, 82] ont permis d'obtenir un point de comparaison pour la croissance de  $\text{TiAl}_3$  pendant le soudage. La procédure de diffusion est décrite dans l'Annexe C. À une température inférieure à 500 °C, il n'y a pas de diffusion significative [131]. Sur la Figure 3.42(a) la ligne horizontale indique la diffusion par contact à une température proche du procédé pendant 7 jours. À la valeur de  $\kappa$  la plus faible, la quantité de  $\text{TiAl}_3$  est supérieure à l'essai de diffusion. Le malaxage, la pression induite additionnés à la température pendant le procédé semble favoriser la formation de  $\text{TiAl}_3$ . De plus, la morphologie des infiltrations induit plus d'interfaces d'échanges entre les deux éléments.



## 4.3 Modifications microstructurales

### 4.3.1 Étude de la dureté

La Figure 3.43 représente les mesures de dureté dans l'ensemble de la section de la zone soudeée. Elles permettent d'estimer les modifications structurales influençant l'évolution de la dureté du matériau (Fig. 3.43(a)). Avec la différence de dureté entre le titane ( $\sim 175$  Hv), l'aluminium (25 Hv) et le  $\text{TiAl}_3$  (600 Hv) [133] on peut repérer de manière grossière les lieux de germination de l'intermétallique (Fig. 3.43(b)).



**Figure 3.43** – Mesures de dureté sur une vue en coupe du cordon de soudure ( $\kappa=10,0$ ). (a) Mesures sur une ligne positionnée dans le noyau marqué sur la figure (b). (b) Cartographie de dureté.

Sur la Figure 3.43(a), la dureté est mesurée dans l'aluminium de l'extérieur de la zone RS vers le matériau de base (MB) de la zone AS en traversant la zone du noyau. Les marques *A* et *B* délimitent les bords du noyau. Sur la marque *A* on remarque un pic d'augmentation de la dureté qui est dû à la mesure sur le ruban de titane de la zone RS (Fig. 3.43(b)). Sur la marque *B* une légère augmentation est observée. Les grains issus du noyau sont poussés contre la ZATM créant cette légère augmentation. En traversant le noyau, il n'y a pas de variation de dureté significative. La dureté reste aux alentours de 25 Hv, la valeur moyenne de l'aluminium à l'état initial.

Sur la Figure 3.43(b), la cartographie de dureté a été faite avec différentes matrices de points suivant les zones mesurées. Les points sont espacés d'au moins trois diagonales d'indent pour éviter les interférences entre chaque point. Dans le titane, la matrice a donc des empreintes plus rapprochées que dans le noyau et permet d'avoir une plus grande précision dans la région d'intérêt. Des zones avec un maximum de 420 Hv sont mesurées dans la structure tourbillonnaire du titane. Cette augmentation est attribuée à la présence du  $\text{TiAl}_3$ . Les indents sont cependant plus larges que les infiltrations d'intermétallique. La dureté n'atteint pas la valeur du  $\text{TiAl}_3$  mais une moyenne de la structure multi-couches  $\text{TiAl}_3$  - Ti. Cette augmentation de dureté significative est observable dans le titane aux interfaces avec la zone du noyau avec l'aluminium sous le passage de l'outil et dans les bandes de titane. Ailleurs, la dureté mesurée dans le titane reste inchangée aux alentours de 175 Hv.

Les parties de titane avec les filins de  $\text{TiAl}_3$  sont les plus proches du pion. Elles sont à proximité du mouvement de matière induit par le pion, de la pression et de l'élévation de chaleur. Ces

## CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

phénomènes sont alors propices à la germination de l'intermétallique. Cette augmentation locale de dureté rigidifie la jonction et apporte une cohésion plus forte, alliée à la continuité chimique par le composé intermédiaire  $\text{TiAl}_3$ .

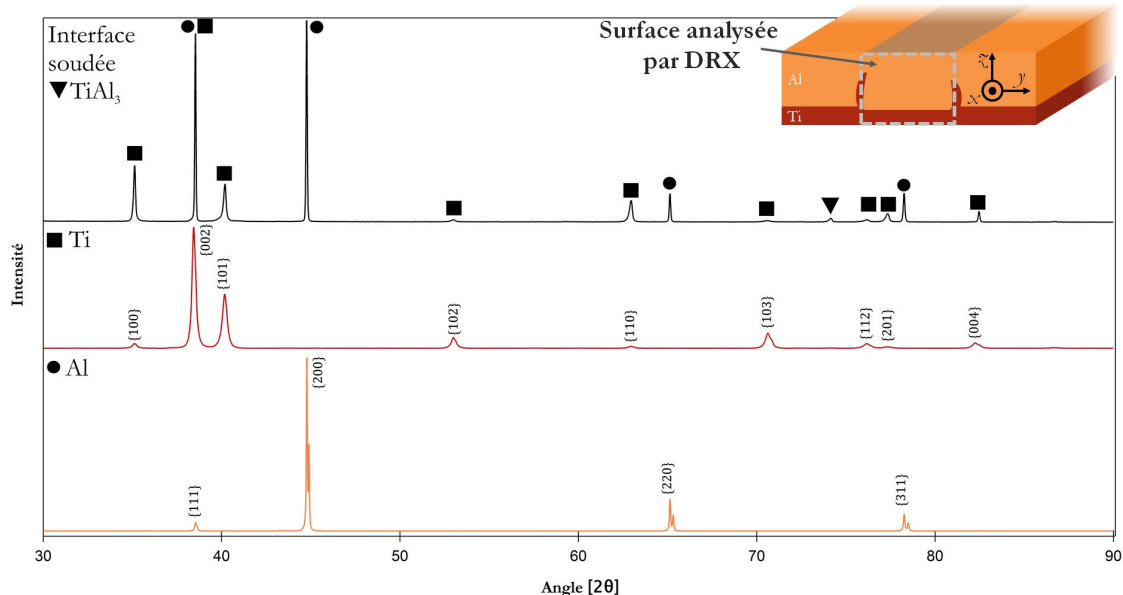
### 4.3.2 Microstructure du noyau

La Figure 3.44 représente le diffractogramme des rayons X de la section du cordon de soudure de la Partie 4.2. La surface sondée s'étend sur toute l'épaisseur des matériaux superposés (selon  $z$ ) et sur la largeur du cordon (selon  $y$ ).

Les dépouillements apportent une comparaison qualitative des matériaux avec leur état initial : Concernant le titane, la zone sondée englobe toute l'épaisseur dont 0,35 mm malaxée. Les pics associés ne sont pas décalés. La valeur des largeurs à mi-hauteur est divisée par deux. Cela révèle une modification de la taille de grain et/ou une évolution de la densité de contrainte interne suite au passage de l'outil. On remarque que les intensités des trois premières raies de diffraction ont varié. Le ratio d'intensité des diffractions  $\frac{I_{\{100\}}^{\text{ini}}}{I_{\{101\}}^{\text{ini}}}$  s'est inversé et passe de 0,08 à 1,57. Cette évolution révèle une modification de la texture du titane. La raie de diffraction  $\{002\}$  du titane s'étant additionnée à la raie  $\{111\}$  de l'aluminium, il est difficile d'en retirer une information particulière.

Concernant l'aluminium, la surface sondée correspond à toute son épaisseur sur la largeur du noyau. Les pics de diffraction associés à ce matériau ne se sont pas décalés et la largeur à mi-hauteur est inchangée. Sur la globalité de la mesure, l'analyse par DRX ne révèle ni des variations significatives de la taille de grains, ni des variations notables des contraintes internes dans ce matériau.

Les analyses DRX sont globales, elles ne permettent pas de connaître avec précision les évolutions microstructurales issues du malaxage des deux matériaux. Des analyses plus localisées par EBSD ou MET sont nécessaires pour quantifier plus finement les modifications.



**Figure 3.44** – Diffractogramme de rayon X de quatre heures entre 30° et 90° de l'interface soudée (4 mm de large). Mesures effectuées en mode continu avec une anticathode  $\text{CuK}\alpha$  monochromatique. L'analyse est superposée aux diffractogrammes du titane et de l'aluminium à l'état initial obtenus dans les mêmes conditions.

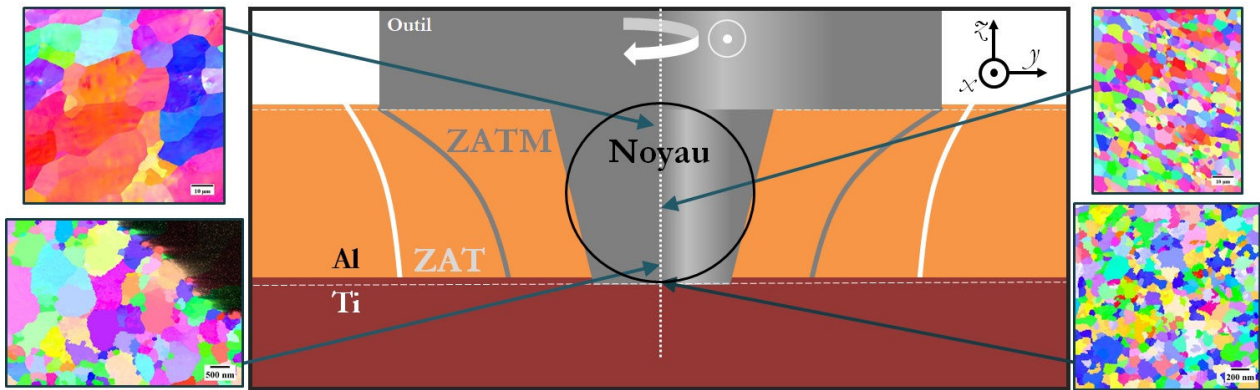


Figure 3.45 – Schéma d'une vue en coupe du passage de l'outil FSW. Chaque zone observée est illustrée par une cartographie en figures de pôles inverses.

La Figure 3.45 représente un profil schématique de la section du cordon de soudure (plan  $yz$ ). Des images de la microstructure sont analysées dans toute l'épaisseur. La Figure 3.46 est l'étude EBSD des grains d'aluminium du noyau proches de la surface en contact avec l'épaulement. Ces observations représentent l'évolution microstructurale de l'aluminium sous l'influence du mouvement de matière et de la température induits par l'outil.

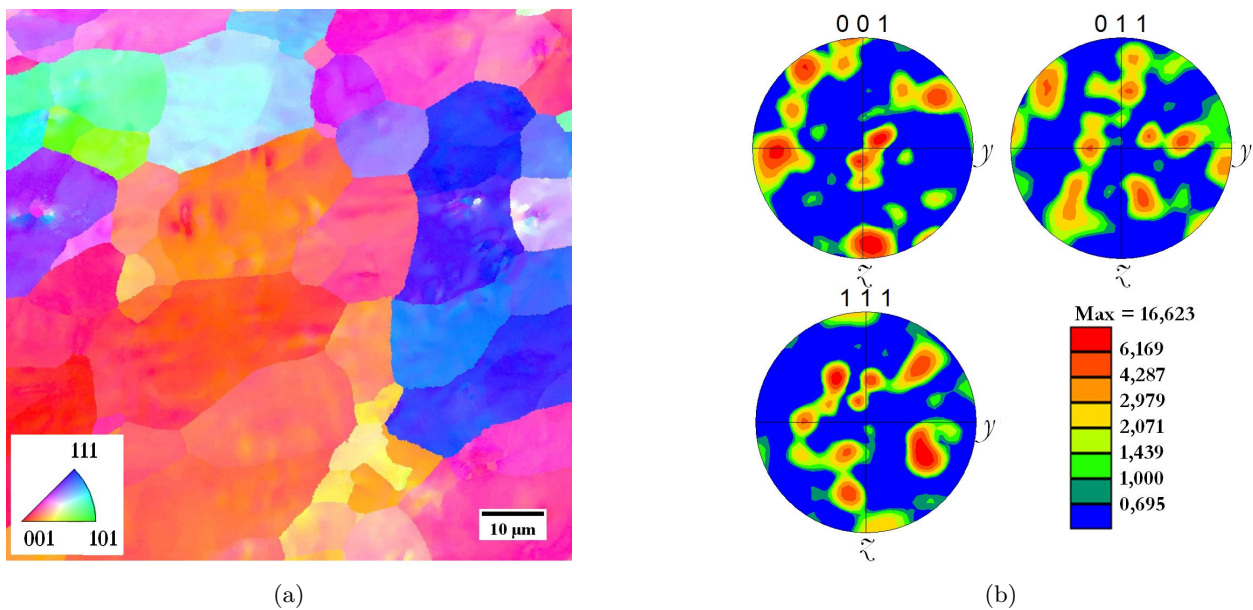
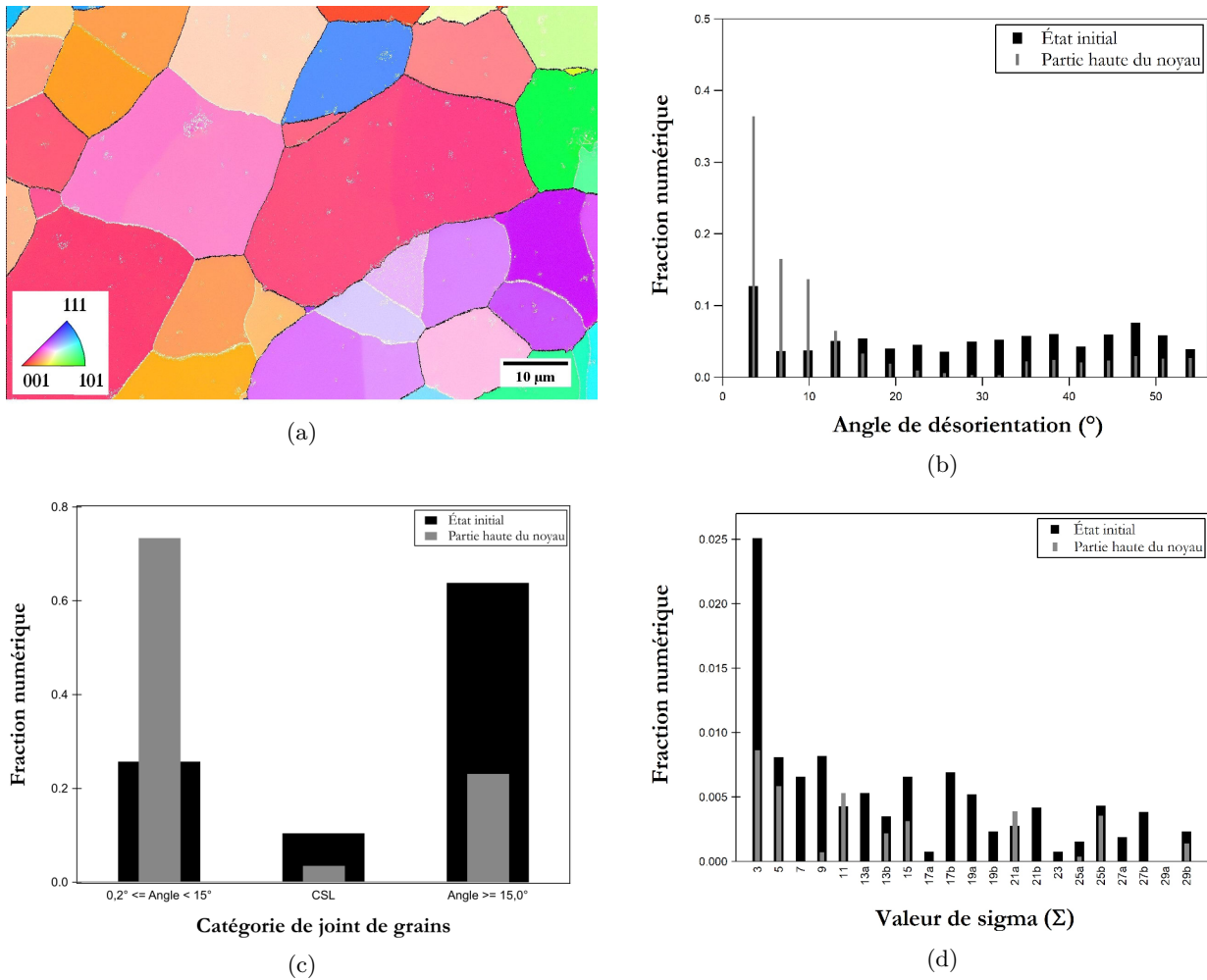


Figure 3.46 – Étude EBSD dans le noyau proche de la surface. (a) Cartographie EBSD. (b) Figures de pôles de l'aluminium.

La Figure 3.46(a) est une cartographie de figures de pôles inverses de cette zone proche. On remarque une taille de grains uniforme proche de  $29 \mu\text{m}$ . On n'observe plus la bi-modalité initiale. La coloration non uniforme des grains indique des contraintes résiduelles. Sur les figures de pôles (Fig. 3.46(b)) on ne remarque pas de texture privilégiée. Des zones à forte densité se distinguent, mais aucun motif n'est discernable. Elles sont dues au groupement de grains avec une orientation proche sur la cartographie.



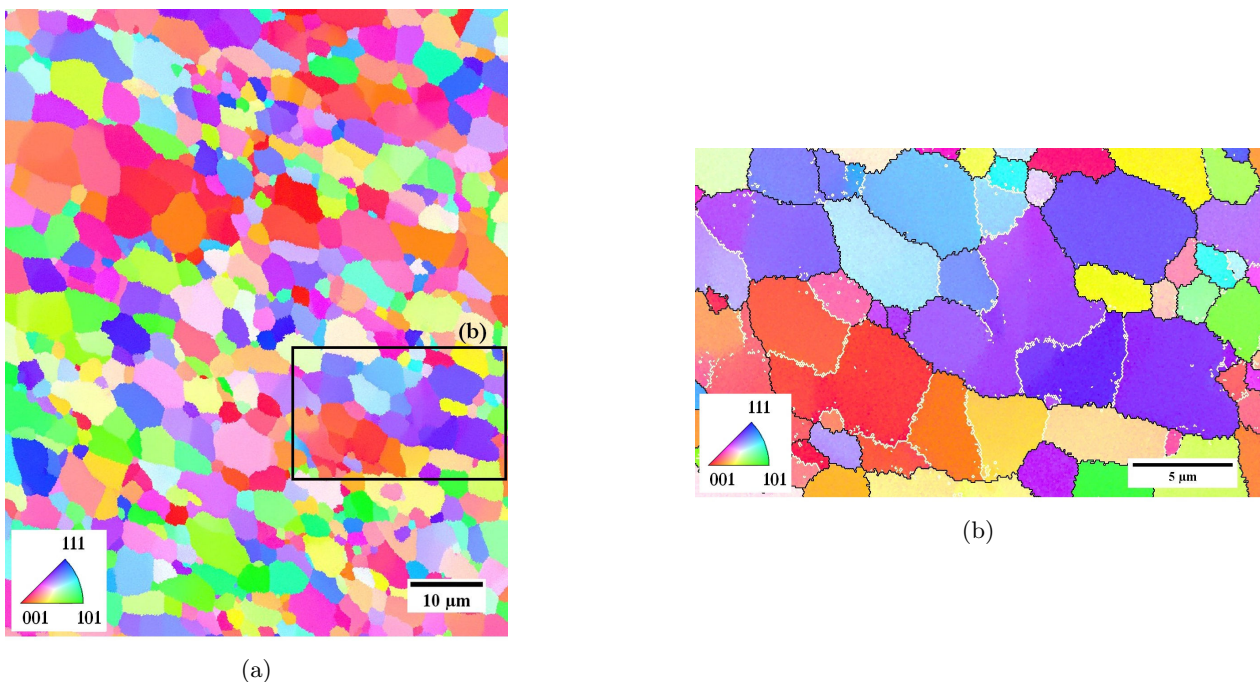
**Figure 3.47** – Étude de la désorientation. (a) Différentiations des désorientations sur la cartographie EBSD : en blanc pour un angle inférieur à 15° et en noir pour un angle supérieur ou égal à 15°. (b) Distribution des angles de désorientation. (c) Distribution de la catégorie des joints de grains. (d) Distribution des types de motifs CSL.

La Figure 3.47 représente l'étude des angles de désorientation des joints de grains et des contraintes résiduelles dans la zone du noyau. Sur la Figure 3.47(a) les segments de désorientation sont colorés selon leur valeur d'angle. En blanc est représentée une désorientation inférieure à 15° tandis que les tracés noirs incluent toutes les désorientations supérieures ou égales à 15°. Des groupes de grains sont délimités en noir et à l'intérieur les joints de grains sont surlignés en blanc. Par ailleurs, d'autres segments blancs sont visibles et proviennent des déformations plastiques sévères résiduelles. Elles sont révélées à l'intérieur du grain déformé et présentent une désorientation inférieure à 3°. La Figure 3.47(b) compare les populations d'angle de désorientation de cette zone du noyau (en gris) avec l'aluminium à l'état initial (en noir). Une très grande majorité des joints de grains ont un angle de désorientation de 10° ou moins. Ils sont issus de la déformation plastique sévère. La Figure 3.47(c) permet de discerner les différentes catégories de Joints De Grains (JdG) présents la zone proche de la surface. Les données de l'aluminium à l'état initial sont en noir et les mesures de la zone sont en gris. On remarque que la tendance de la répartition des catégories des joints de grains s'est inversée

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

au passage du pion sous l'influence du flux de matière. La fraction numérique des désorientations supérieures ou égales à  $15^\circ$  passe de 0,6 à 0,2. À l'inverse la fraction numérique des JdG de moins de  $15^\circ$  augmente de 0,25 à 0,7. On remarque qu'il y a moins de JdG formant des Coincidence Site Lattice (CSL). Cette catégorie de JDG est un espace où l'orientation cristalline des deux grains voisins se superposent pour former un nouveau motif [113]. Sur la Figure 3.47(d) la population des hautes valeurs de  $\Sigma$  diminue et pour certains tombent à zéro. Le motif  $\Sigma = 3$  le plus présent dans l'aluminium à l'état initial est 2,5 fois plus faible une fois malaxé.

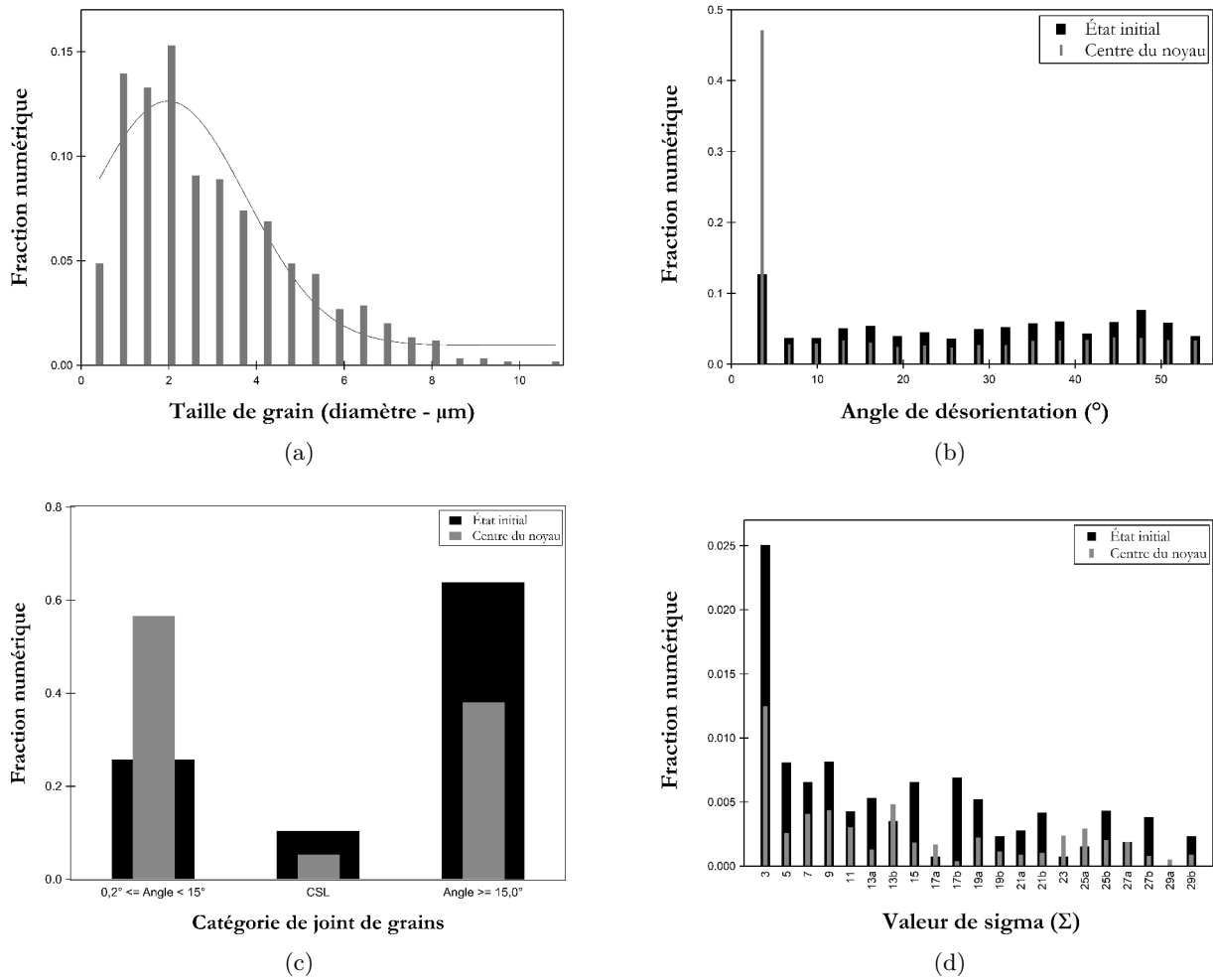
La Figure 3.48 représente l'analyse EBSD effectuée au centre du noyau. Avec une même échelle pour la cartographie (Fig. 3.48(a)), on remarque une taille de grain significativement réduite par rapport à la zone précédente (Fig. 3.46) et à l'aluminium initial. Ils ont une forme équiaxiale avec une taille de grain moyenne d'environ  $3 \mu\text{m}$  (Fig. 3.49(a)). Aucune texture n'est identifiée avec seulement des groupes de grains différenciés par une faible désorientation. La densité maximum des figures de pôles est 5,5. Sur la Figure 3.48(b) une vue détaillée donne un aperçu des différents groupes de JdG selon leur désorientation. En blanc sont indiquées les désorientations inférieures à  $15^\circ$  et en noir sont représentées les désorientations supérieures ou égales à  $15^\circ$ . Les groupements de taille moyenne de  $50 \mu\text{m}$  sont délimités par des JdG de forte désorientation. La dimension de ces groupes correspond à la taille moyenne de la première population de la taille de grains de l'aluminium à l'état initial. À l'intérieur les sous-joints de grains séparent une désorientation inférieure à  $15^\circ$ .



**Figure 3.48** – EBSD du centre du noyau. (a) Cartographie EBSD, (b) Différentiations des désorientations sur la cartographie EBSD : en blanc pour un angle inférieur à  $15^\circ$  et en noir pour un angle supérieur ou égal à  $15^\circ$ .

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

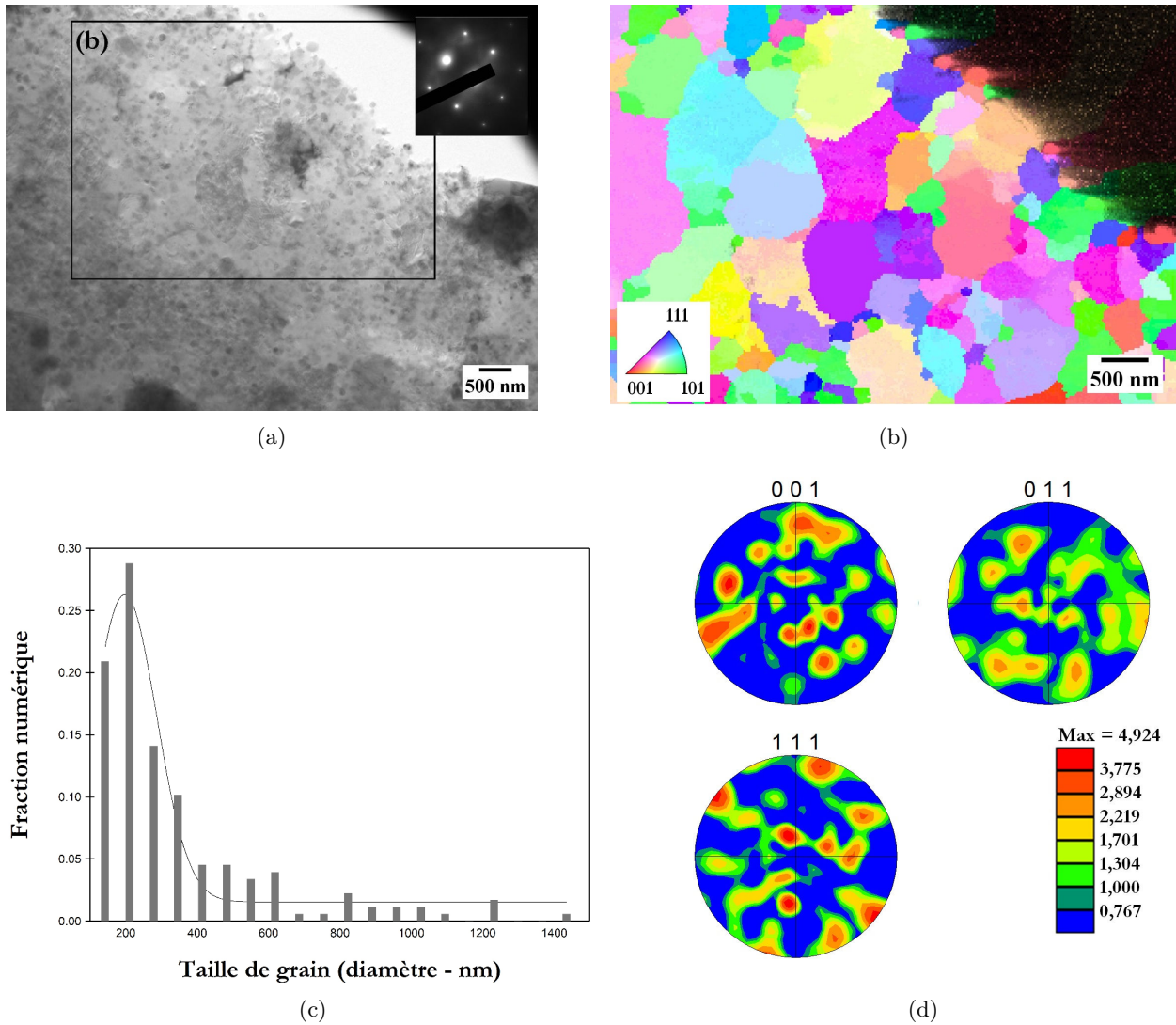
La Figure 3.49 décrit l'évolution des joints de grains malaxés au centre du noyau. La Figure 3.49(b) compare la distribution des angles de désorientation de la zone avec l'état initial. Après le passage de l'outil, la densité des faibles désorientations augmente encore plus significativement que pour la première zone. La répartition des catégories de joints de grains (Fig. 3.49(c)) évolue vers de faibles désorientations inférieures à  $15^\circ$ . Le phénomène est moins significatif que dans la zone précédente. La répartition des types de CSL dans le cœur du noyau est plus uniforme (Fig. 3.49(d)). La diminution générale de leur densité de population est moins importante. Le motif  $\Sigma = 3$  reste le plus présent.



**Figure 3.49** – Étude des grains dans le centre du noyau. Distribution (a) des tailles de grains, (b) des angles de désorientation, (c) des catégories des joints de grains, (d) des types de motifs CSL.

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

Plus proche de l'interface, l'aluminium atteint une échelle de taille de grains ultra-fins. La résolution du détecteur EBSD ne permet plus d'observer la microstructure. La méthode ASTAR<sup>TM</sup> couplée à la précession des électrons sur un MET permet les mêmes analyses sur une plus petite microstructure (Annexe D). La préparation des échantillons est faite par amincissement des lames par attaque électrolytique (double jet). Le MET utilisé est un Philips FEI technai à 300 kV<sup>†</sup>. Les acquisitions de données sont ensuite traitées avec la même procédure sur le même logiciel OIM que pour l'EBS.

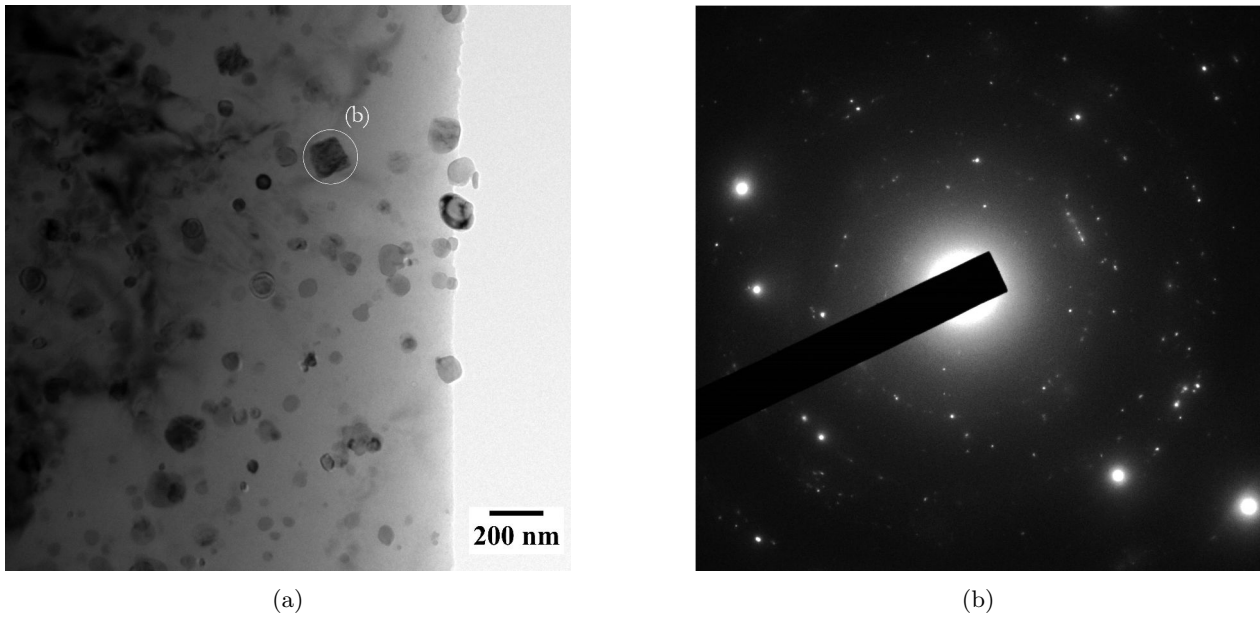


**Figure 3.50** – Étude de la microstructure de l'aluminium à l'interface. (a) Cliché MET. L'encart représente un cliché de diffraction de la zone. (b) Cartographie en figure de pôles inverses par la méthode ASTAR<sup>TM</sup>. (c) Distribution de la taille de grains. (d) Figures de pôles dans le plan ( $yz$ ).

<sup>†</sup>. Manipulations du MET par Dr. Mayerling Martinez et Dr Florent Moisy.

### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION

La Figure 3.50 représente l'analyse ASTAR™ de l'aluminium du noyau. La Figure 3.50(a) est un cliché MET. L'encadré est un cliché de diffraction par zone sélectionnée (SAED - *Selective Area Electron diffraction*) et correspond à la structure CFC de l'aluminium. La Figure 3.50(b) est une cartographie en figure de pôles inverses de cette même zone. Pour les analyses, cette zone n'est pas comptabilisée. La Figure 3.50(c) représente la distribution de la taille de grains. La diminution par le procédé semble plus importante et la taille de grains atteint une moyenne de 193 nm avec une majorité des valeurs comprise entre < 100 et 400 nm. Les figures de pôles (Fig. 3.50(d)) ne présentent aucune texture significative. La valeur maximum de densité de pôle ne dépasse pas 5 sans motifs discernés.

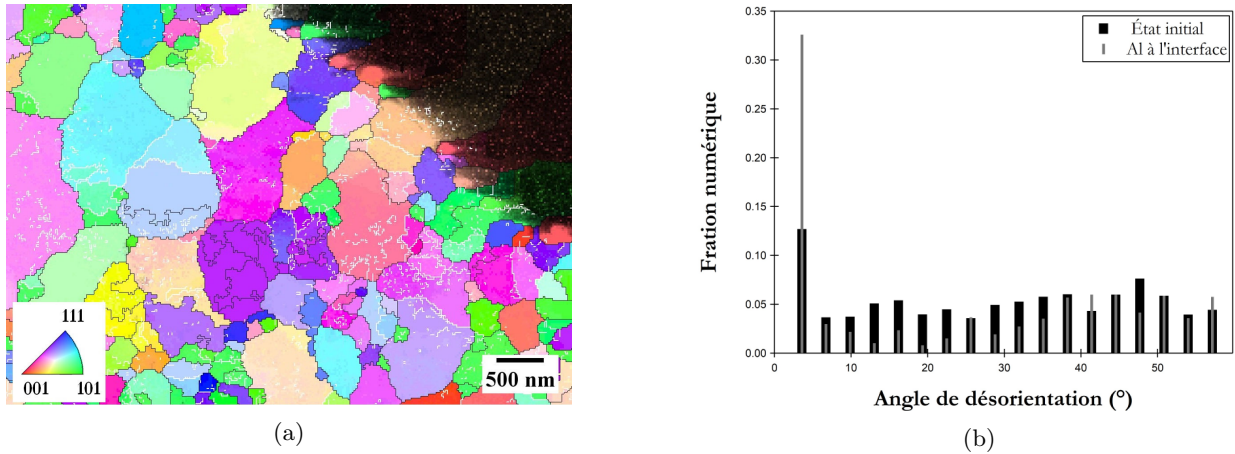


**Figure 3.51** – Observations des particules dans l'aluminium à l'interface. (a) Cliché MET. (b) Cliché de diffraction sur une particule.

La Figure 3.51 est une analyse plus détaillée de l'aluminium. Des particules d'une taille comprise en 150 et 50 nm (Fig. 3.51(a)) sont observées dans toute la lame MET. Leur forme arrondie laisse supposer un processus de nucléation que l'on peut assimiler au  $\text{TiAl}_3$ . Le composé se formerait à partir de particules de titane dispersées pendant le malaxage. La Figure 3.51(b) est un exemple de cliché de diffraction en SAED sur une de ces particules. Il ne permet pas de l'identifier clairement car plusieurs motifs se superposent. La détection d'élément titane par EDS sous MET ou par spectroscopie de perte d'énergie (*Electron Energy Loss Spectroscopy* - EELS) permettraient de confirmer la composition de ces nanoparticules. De plus, cette dernière technique est sensible à l'environnement analysé et permet de connaître la nature du composé analysé (intermétallique, oxyde, élément pur, ...).

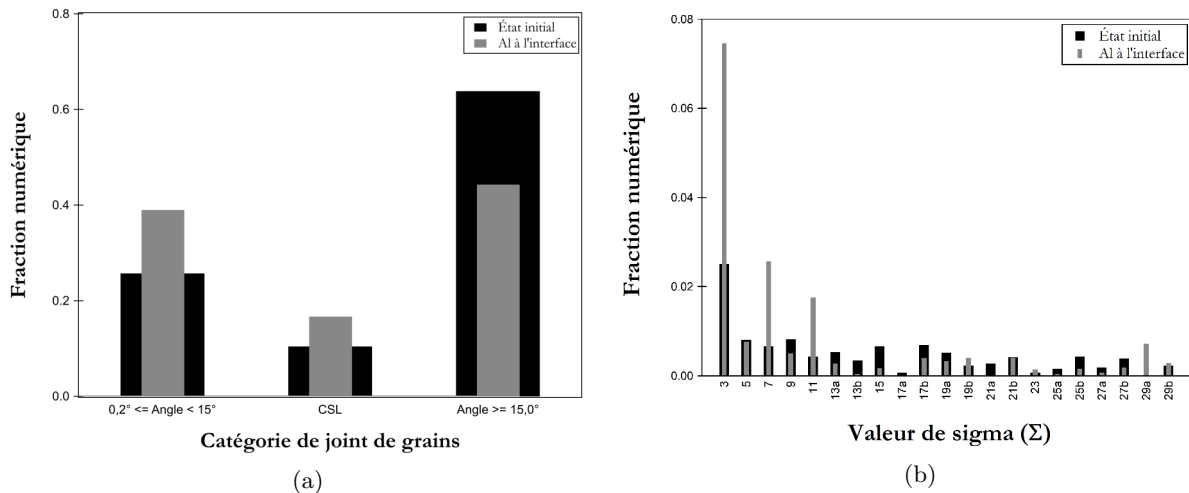


### CHAPITRE 3. CARACTÉRISATIONS MÉCANIQUES ET ÉVOLUTIONS DE LA JONCTION



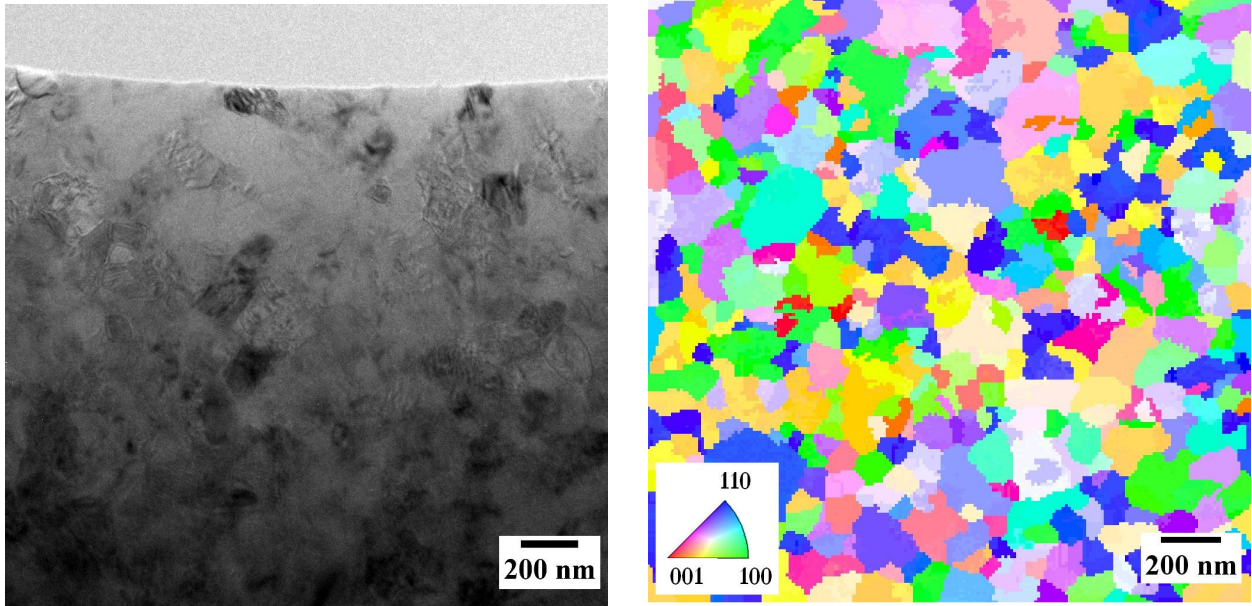
**Figure 3.52** – Identification des désorientations. (a) Différentiation des désorientations sur la cartographie ASTAR® : en blanc pour un angle inférieur à 15° et en noir pour un angle supérieur ou égal à 15°. (b) Distribution des angles de désorientation.

La Figure 3.52 discerne les populations de joints de grains en fonction de leur angle de désorientation. Sur la Figure 3.52(a) les segments en blanc représentent un angle inférieur à 15° et les segments noirs représentent un angle supérieur ou égal à 15°. Les grains sont majoritairement séparés de joints de grains avec une forte désorientation. Les segments blancs sont des contraintes internes. Les groupements de grains aux orientations proches sont moins visibles. La Figure 3.52(b) représente la distribution des angles de désorientation. Il reste une grande densité de segments de faible désorientation. Cependant si l'on prend uniquement en compte les joints de grains, 93,2% d'entre eux ont un angle supérieur ou égal à 15°.



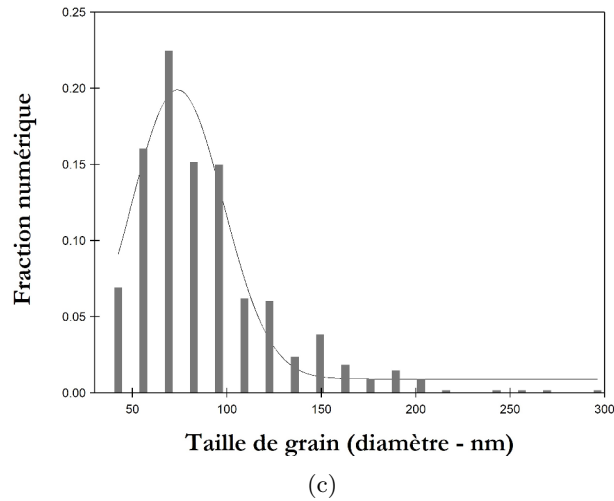
**Figure 3.53** – Étude des types de joints de grains. (a) Distribution des catégories de joints de grains. (b) Distribution des CSL.

La différenciation des types de joint de grains de la Figure 3.53 confirme le réarrangement cristallographique des grains après le FSW. Une plus grande population de JdG sont des CSL (Fig. 3.53(a)). La majorité sont une configuration de joint de grains  $\Sigma = 3$ , le moins énergétique de cette catégorie (Fig. 3.53(b)).



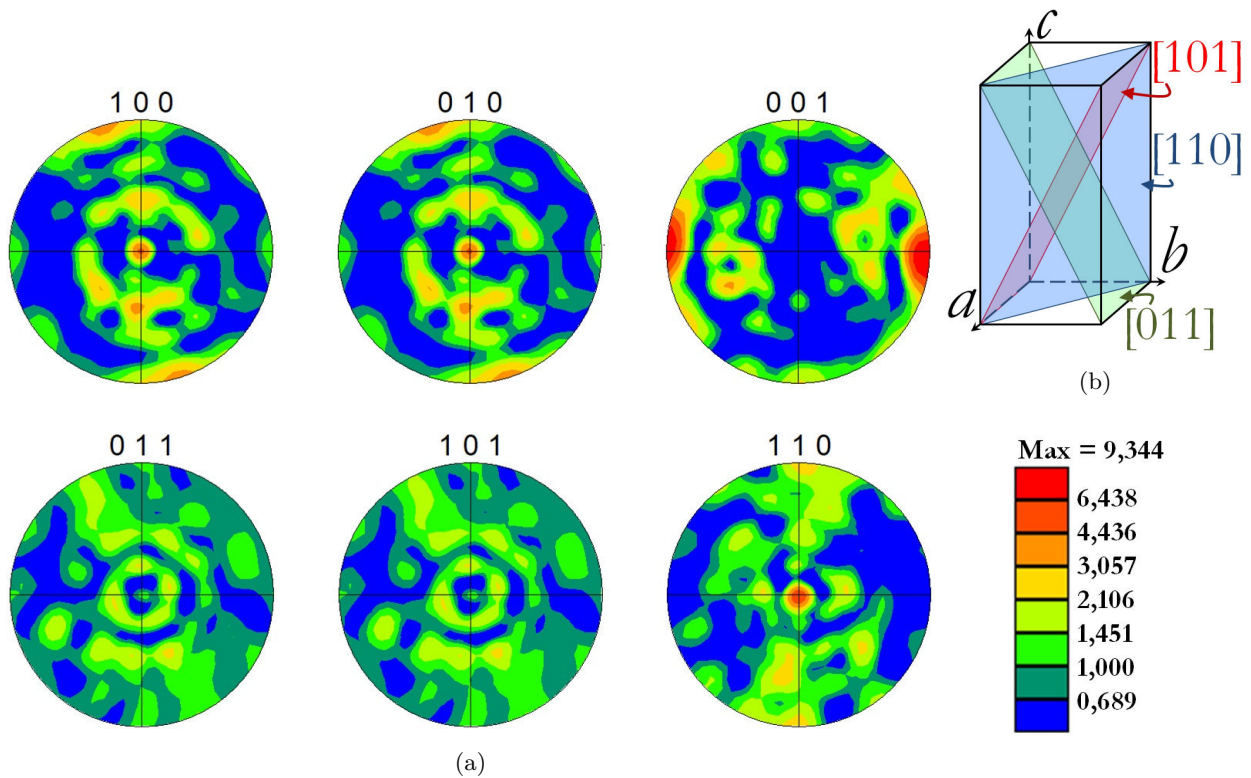
(a)

(b)



**Figure 3.54** – Étude MET dans l’intermétallique  $\text{TiAl}_3$  sous l’interface. (a) Cliché MET, (b) Cartographie en figures de pôles inverses par la méthode ASTAR<sup>TM</sup>. (c) Distribution de la taille de grains de la zone étudiée.

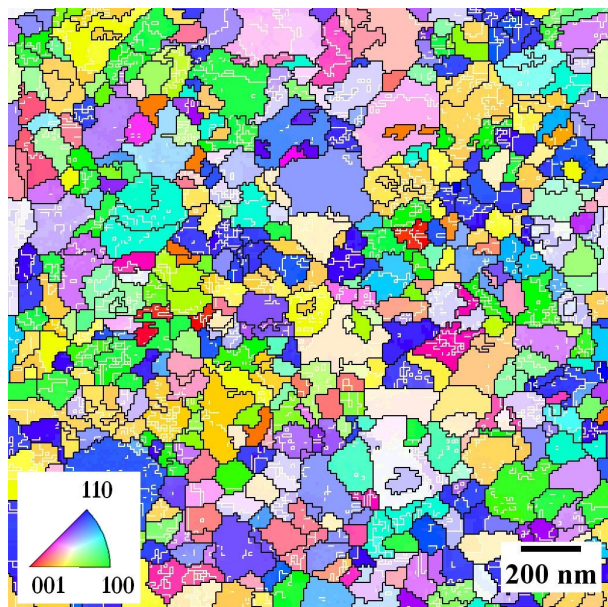
La Figure 3.54 est l’étude microstructurale de l’autre côté de l’interface dans le titane et sa structure tourbillonnaire  $\text{TiAl}_3$  - Ti. Le cliché MET de la Figure 3.54(a) décrit l’interface. La Figure 3.54(b) est la cartographie en figures de pôles inverses d’une zone composée de  $\text{TiAl}_3$ . Une résolution de 10 nm est utilisée pour obtenir une distribution de la taille de grains (Fig. 3.54(c)). La taille de grains est mesurée aux alentours de 70 nm.



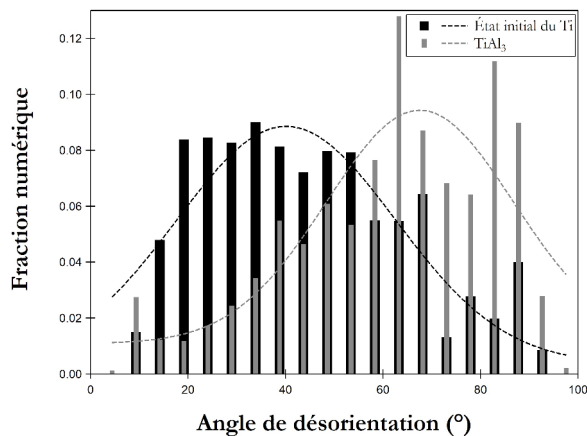
**Figure 3.55** – Figures de Pôles du  $\text{TiAl}_3$  des infiltrations dans le plan ( $yz$ ). (a) Figures de pôles. (b) Représentation des plans  $[011]$ ,  $[101]$  et  $[110]$  de la maille quadratique du  $\text{TiAl}_3$ .

Les figures de pôles (Fig. 3.55(a)) révèlent une texture principalement sur les plans de type  $\{110\}$  puis sur les plans  $[100]$  et  $[101]$  de la maille quadratique de  $\text{TiAl}_3$  (Fig. 3.55(b)). Le composé se forme et croît selon une orientation préférentielle où l'axe  $c$  appartient au plan ( $yz$ ).

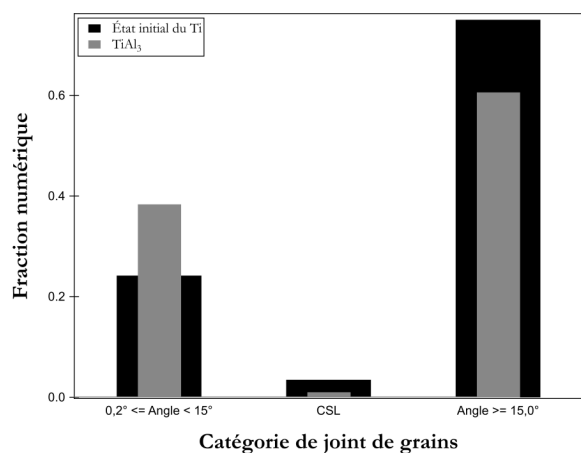
La Figure 3.56 décrit les joints de grains. La distribution des angles de désorientation des joints de grains (Fig. 3.56(b)) montre une valeur moyenne d'angle de  $60^\circ$ . Près de 38% des JdG sont de faible désorientation et 1% sont des CSL (Fig. 3.56(c)). Seulement un maximum d'environ 0,8% des joints de grains sont des CSL à  $\Sigma = 5$  (Fig. 3.56(d)). La nucléation forme des grains de  $\text{TiAl}_3$  bien définis, de taille nanométrique, soumis à une déformation. Les plus gros grains sont pourvus de contraintes internes discernées par les segments blancs.



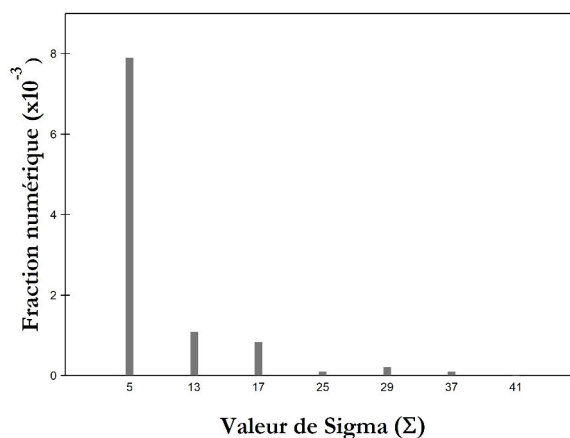
(a)



(b)



(c)

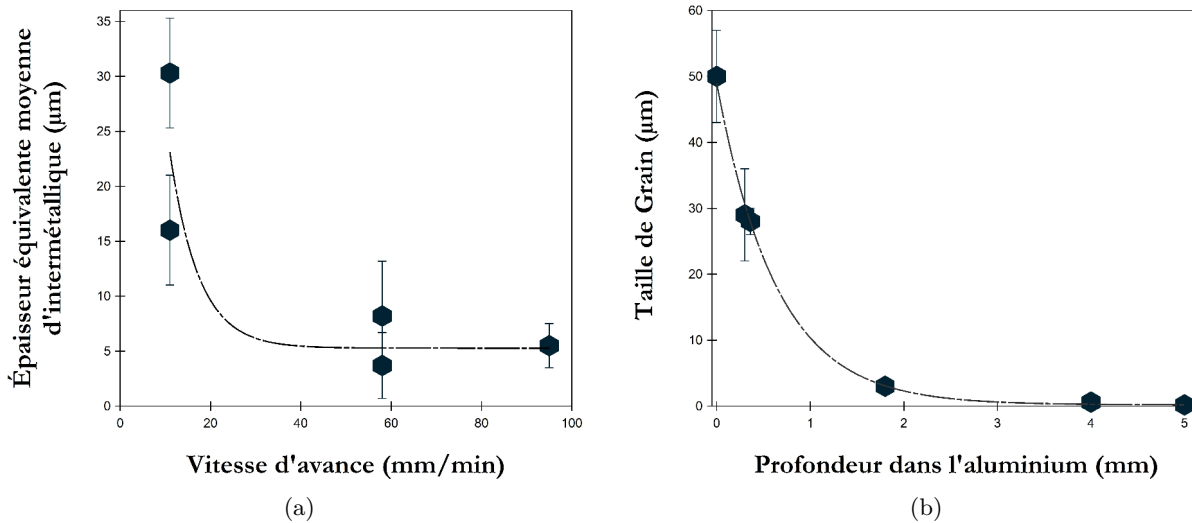


(d)

**Figure 3.56** – Étude des joints de grains dans la zone composée de  $\text{TiAl}_3$  sous l'interface. (a) Différentiation des désorientations sur la cartographie par ASTAR<sup>®</sup> : en blanc pour un angle inférieur à  $15^\circ$  et en noir pour un angle supérieur ou égal à  $15^\circ$ . (b) Distribution des angles de désorientation entre les grains du  $\text{TiAl}_3$  comparé au Ti à l'état initial. (c) Distribution de la catégorie des joints de grains. (d) Distribution des types de motifs CSL.

## 4.4 Synthèse

Sous l'effet du passage de l'outil les matériaux sont soumis à des contraintes thermiques et mécaniques modifiant leur structure de manière significative. Le titane malaxé présente une résistance à la déformation élevée pendant le soudage et il se rompt en particules dans le noyau. Autour du passage du pion, il est arraché sous forme de bandes qui montent dans le volume d'aluminium. En se soulevant, le Ti se fissure sous l'ouverture des CLD. Il se formerait alors des micro-fissures à partir des angles entre les rubans et l'interface. Elles sont ensuite comblées par l'aluminium qui forme des infiltrations grâce à la pression, la chaleur et le mouvement de matière appliqués par l'outil. L'apport d'énergie mécanique et thermique favorise alors la germination d'un unique intermétallique ordonné  $TiAl_3$ . Cette croissance suit le modèle chimique thermocinétique de chaleur effective de formation (EHF). À  $\kappa$  élevé, la vitesse d'avance est lente et le  $TiAl_3$  a suffisamment de temps et d'énergie pour se former sous l'interface dans le titane (Fig. 3.57(a)). De plus, l'outil malaxe plus longtemps le même volume, déforme les CLD et réduit la taille des particules de titane. La figure (Fig. 3.57(b)) représente l'évolution de la taille de grains en fonction de la profondeur de la zone d'aluminium malaxé. Elle diminue en se rapprochant de l'interface Ti/Al selon le gradient de température. La taille de grains du matériau est réduite de manière plus importante en profondeur, lorsque la température est plus faible.



**Figure 3.57** – Graphiques de synthèses. (a) Épaisseur équivalente moyenne d'intermétallique dans le titane en fonction de la vitesse d'avance  $v$  du procédé. (b) Évolution de la taille de grains de l'aluminium en fonction de la profondeur dans le noyau du passage de l'outil FSW.

---

Ce chapitre a permis de caractériser et de comprendre le soudage du couple Ti - Al par le procédé FSLW.

Les caractérisations mécaniques ne révèlent pas de réelle optimisation de la tenue mécanique. Il n'y a pas de résistance optimale dans le domaine de paramètres de soudage sans défaut. Cependant, au passage de l'outil les matériaux évoluent. La taille de grains est diminuée, il se forme un gradient de la taille décroissant dans l'épaisseur, l'interface est déformée et il se forme un intermétallique  $\text{TiAl}_3$ . Ce dernier assure la liaison de l'interface et une continuité physique. Lors des essais de traction/cisaillement, la rupture a particulièrement lieu dans ce composé et ponctuellement dans l'aluminium.

Les mesures thermiques *in situ* aux différentes valeurs de  $\kappa$  montrent une température maximum entre 454 °C et 476 °C proche de l'épaulement. L'élévation de la température est localisée et elle est importante sous l'épaulement. Un gradient de température décroissant est décrit suivant l'épaisseur. Cette différence de température entraîne un gradient de microstructure de l'aluminium avec une diminution de la taille de grain dans l'épaisseur en se rapprochant de l'interface. Cette différence de température est plus grande lorsque l'outil se déplace plus rapidement.

Même si l'outil reste sur place, la température se stabilise à 450 °C avec un gradient quelle que soit la vitesse de rotation. On observe une oscillation entre deux paliers : un plus froid proche de 200 °C et un chaud aux alentours 450 °C. Le gradient de température reste cependant présent.

À l'interface, le titane se rompt en particules et se déforme sur les bords. Il suit le mouvement de matière du noyau pendant le malaxage. Les observations révèlent la formation d'un unique intermétallique  $\text{TiAl}_3$  en accord avec des lois thermocinétiques. Ce composé assure la jonction avec une continuité physique et chimique. Plus le coefficient d'apport de chaleur est important, plus la quantité d'IMC mesurée sous l'interface est grande.

---

# 4

## DISCUSSION ET COMPLÉMENTS D'ÉTUDE

---

- 1 **Relations entre les propriétés mécaniques et l'évolution de l'interface soudée**
  - 2 **Évolution microstructurale de l'aluminium**
    - 2.1 La déformation plastique sévère de l'aluminium
    - 2.2 Réarrangement des sous-joints de grains d'aluminium
  - 3 **Comparaisons entre les couples Ti/Al et Acier Inoxydable/Al**
    - 3.1 Observations de l'interface
    - 3.2 Corrélation entre les propriétés mécaniques et les observations de l'interface
    - 3.3 Comparaison et synthèse
- 

Le FSW modifie l'interface et la microstructure de manière significative. Ces évolutions varient en fonction des conditions de soudage et pourtant peu de variations des propriétés mécaniques de la jonction sont mesurées. Dans ce chapitre chaque partie tente d'apporter des éléments de compréhension supplémentaires pour expliquer les conclusions de ces analyses.

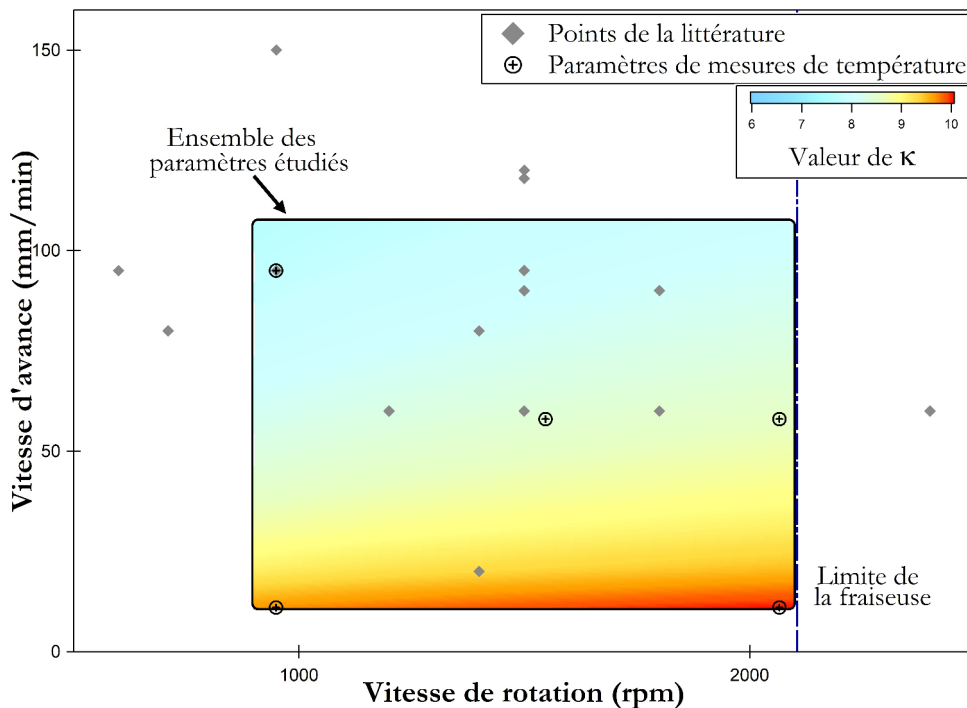
La première partie établit une synthèse pour lier toutes les caractérisations et les observations issues du FSLW avec les résistances mécaniques de la jonction. Le profil, la germination de l'intermétallique, la microstructure, varient avec les conditions et s'équilibre pour une tenue mécanique constante.

La seconde partie décrit la recristallisation et la restauration dynamique du noyau d'aluminium par observations au MET. Malgré une microstructure en gradient selon l'épaisseur, les phénomènes de réorganisations de la structure cristalline de l'aluminium pendant le soudage ne modifient pas la dureté.

La dernière partie compare ces analyses avec les observations des travaux sur le couple 316L - Al5083. En évaluant les origines des modifications des propriétés mécaniques, il est possible d'estimer les facteurs influençant la fiabilité d'une jonction hétérogène assemblée par FSLW.

# 1 Relations entre les propriétés mécaniques et l'évolution de l'interface soudée

Lors du FSW, les paramètres choisis vont modifier la température autour de l'outil pendant le procédé. La vitesse de rotation ( $\omega$ ) et la vitesse de soudage ( $v$ ) sont celles qui influencent le plus l'apport de chaleur selon les études thermiques [29–31, 134–136]. Ces paramètres sont pris en compte par le coefficient d'apport de chaleur sans unité établi par Roy *et al.* [30]. Pour ce couple et dans cette configuration, le domaine de combinaison des paramètres pour une jonction fiable reste très faible (Fig. 4.1). Les essais de faisabilité décrivent une jonction adéquate, sans défaut de type tunnel pour un  $\kappa \in [7, 7; 10, 0]$ . C'est particulièrement la température générée pendant le procédé qui va influencer le comportement des matériaux en soudage et l'état final du cordon de soudure.



**Figure 4.1** – Gamme d'application des paramètres FSW établis sans défaut dans le cadre comparés à la littérature FSW Ti - Al. Le dégradé de couleur indique l'apport de chaleur estimé pendant les essais de ce mémoire.

Les mesures thermiques révèlent une température maximum  $T_{max}$  comprise entre 447 et 480 °C soit 67 à 72% de la température de fusion de l'aluminium. L'élévation reste locale et décroît très rapidement grâce à la conduction thermique de l'aluminium. Dans le sens de la largeur et de la longueur, le pic de température dure environ 22 secondes après le passage de l'outil. Dans le sens de l'épaisseur, un gradient de 15 °C est aussi mesuré dans l'aluminium. Une différence de 90 °C est



observée entre la surface en contact avec l'épaulement et le titane. Ces mesures rapportent alors l'influence très locale du soudage par friction malaxage sur les deux matériaux.

Les mesures à position fixe révèlent un plafonnement de la température à 450 °C même pour une longue période. Dans ces conditions, l'aluminium a de très faibles propriétés mécaniques ( $\sigma_y^{\text{Al}}(450^\circ) = 11 \text{ MPa}$ ) et un module de Young autour de  $E^{\text{Al}}(450^\circ) = 15 \text{ GPa}$ . Pendant la phase de plongée, l'élévation de température permet au titane d'atteindre une température où son comportement mécanique est proche de celui de l'aluminium à température ambiante. Le Tableau 4.1 récapitule la comparaison mécanique entre l'aluminium à température ambiante et le titane pendant le soudage (450 °C). Les valeurs de ce dernier restent trop élevées pour le pénétrer entièrement et la configuration par transparence est alors optimale dans la réduction des efforts.

Lors de la caractérisation mécanique d'un matériau, plusieurs attributs permettent de prédire son comportement et ses capacités : sa géométrie, sa composition et sa microstructure. Cette analogie peut être faite sur l'étude de la jonction bimétallique hétérogène Ti - Al où chaque attribut est modifié par les conditions de soudage.

**Tableau 4.1** – Comparaison Al(TA)/Ti(450 °C).

| <b>Matériau</b> | <b>Température<br/>(°C)</b> | <b><math>E</math><br/>(GPa)</b> | <b><math>\sigma_y</math><br/>(MPa)</b> | <b><math>\sigma_{max}</math><br/>(MPa)</b> | <b><math>n</math></b> | <b><math>K</math><br/>(MPa)</b> |
|-----------------|-----------------------------|---------------------------------|--|--|-----------------------|---------------------------------|
| Aluminium       | TA                          | 46                              | 77                                     | 95   | 0,157                 | 75                              |
| Titane          | 450                         | 91                              | 150                                    | 207  | 0,104                 | 585                             |

## Influence de la géométrie

Le profil de l'interface soudée varie en fonction des paramètres de soudage ( $\omega$  et  $v$ ) et de manière indirecte via la chaleur générée. Pour un coefficient de chaleur trop faible, les essais de faisabilité ont montré la présence d'une cavité à l'interface. L'aluminium n'est pas assez malléable, il a un comportement collant entre l'outil et le noyau, le flux de matière selon l'axe  $z$  n'est pas adéquat pour venir combler l'espace créé après le passage de l'outil.

Les CLD de titane vont être plus longs et déformés à des paramètres ayant un apport de chaleur élevé. Un CLD développé est considéré comme une zone de concentration de contraintes réduisant l'épaisseur de l'aluminium et sa résistance. C'est aussi un point d'accroche physique participant à la consolidation de la jonction. Avec un coefficient de chaleur plus bas, le CLD est plus large mais il a tendance à se briser pendant le malaxage. Il y a une perte de l'accroche mécanique mais la réduction d'épaisseur effective d'aluminium est supprimée.

Quel que soit  $\kappa$ , des particules de titane issues des CLD se répartissent dans l'aluminium. Elles peuvent avoir un effet similaire à une dispersion de particules dures dans une matrice plus ductile d'un matériau composite. Si la vitesse de déplacement est lente, les particules sont fines mais elles vont remonter dans l'épaisseur et se déplacer dans la ZATM de la zone AS. Si la vitesse de déplacement est rapide, les particules sont plus grossières et restent dans la partie basse du noyau.

## Influence de la composition

La germination et la croissance du  $\text{TiAl}_3$  influence les propriétés mécaniques de l'interface. Les intermétalliques sont une classe de matériaux avec à la fois les caractéristiques d'un métal et celles d'une céramique. La combinaison des liaisons covalentes d'une céramique et des liaisons métalliques apporte de hautes valeurs de résistances mécaniques [80]. En soudage hétérogène, leur présence à l'interface permet de rétablir la continuité chimique.

Le  $\text{TiAl}_3$  est un alliage intermétallique fragile, ordonné avec une grande distance d'ordre. Le nombre réduit de plans de glissement dans la structure quadratique  $D0_{22}$  (base cubique faces centrées) et la haute valeur énergétique des liaisons covalentes ne facilite pas la formation et le déplacement des dislocations [80]. Pour un coefficient d'apport de chaleur trop faible, la formation du défaut de cavité ne permet pas de faire croître d'IMC. En augmentant  $\kappa$ , le tunnel formé à l'extrémité de l'emplacement de l'outil est inexistant. L'interdiffusion permet la germination et la croissance de  $\text{TiAl}_3$ . Ce dernier croît sous la forme de filins dans le titane autour du passage du pion à  $T \in [384; 425]$  °C avec l'assistance de la pression appliquée par l'outil (Fig. 4.2). L'IMC à lui seul a un comportement fragile. La structure de croissance en feuillets alternants Ti/ $\text{TiAl}_3$  limite cette fragilisation de l'interface. La quantité d'intermétallique et la profondeur maximum d'infiltration du  $\text{TiAl}_3$  dans le titane augmentent avec l'apport de chaleur dû aux paramètres de soudage. Une petite quantité de  $\text{TiAl}_3$  est un bon compromis pour une jonction continue, résistante et fiable.

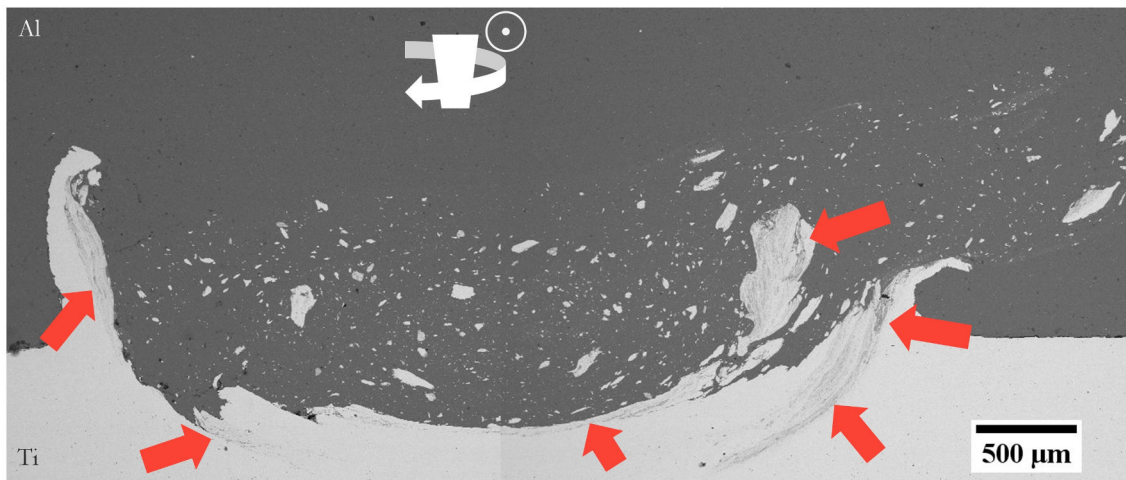


Figure 4.2 – Repérage des lieux de croissance du  $\text{TiAl}_3$  symbolisé par les flèches rouges.

## Influence de la microstructure

La microstructure des matériaux est modifiée au passage de l'outil. Elle peut modifier le comportement de la jonction lors de sollicitations mécaniques. Les deux matériaux évoluent vers des grains de forme équiaxe. Le titane n'est pas texturé une fois malaxé mais  $TiAl_3$  a une croissance préférentielle où l'axe  $c$  de sa maille quadratique appartient au plan  $(yz)$  du repère. La bimodalité de la taille de grains de l'aluminium n'est plus observée. L'évolution des populations de types de joints de grains correspond à la déformation plastique sévère de l'aluminium décrit par Huang *et al.* [137] : peu d'énergie est nécessaire pour faire évoluer la microstructure. La déformation plastique sévère à basse température par le procédé de FSW réduit la taille de grains des deux matériaux malaxés. La valeur de la taille de grains forme un gradient décroissant de la surface vers l'interface. Il évolue de la même manière que le gradient de température mesuré pendant le soudage.

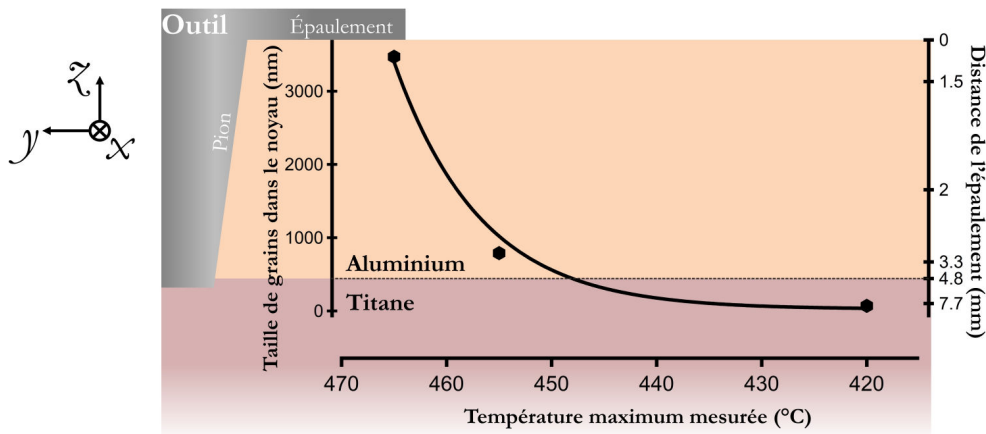


Figure 4.3 – Évolution de la taille de grains en fonction du pic de température pendant le FSW.

La Figure 4.3 représente la taille de grains moyenne en fonction du pic de température mesuré par les trois thermocouples pendant le soudage. La réduction de la taille de grains est très influencée par la température : plus on est proche de l'épaulement, plus les grains proches de la source de chaleur sont de taille importante. Pour un pic de température à 455 °C les grains proches de la surface ont une taille moyenne de 30  $\mu m$ . À l'endroit le plus éloigné de la source de chaleur, le pic de température est d'environ 430 °C pour une taille moyenne de 0,6  $\mu m$  dans l'aluminium. L'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques n'est pas constatée pour l'aluminium 1050. Les alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage peuvent être plus sensibles à la microstructure. La taille de grains suit le même principe que l'évolution de la température dans l'épaisseur en fonction des paramètres :

- Pour une combinaison de paramètres avec  $v$  faible et  $\omega$  grand, la température et la taille de grains sont plus homogènes dans l'épaisseur,
- Pour une combinaison de paramètres avec  $v$  faible et  $\omega$  faible, la température et la taille de grains forment un fort gradient dans l'épaisseur,
- À une combinaison de paramètres intermédiaires, la température pendant le procédé et la microstructure obtenue forment un gradient moins important.

## Description de l'équilibre

Les paramètres de soudage influencent les conditions du procédé. Les matériaux et l'interface en configuration par transparence vont évoluer selon la combinaison de paramètres et la chaleur qu'elle induit. Malgré toutes ces variations, le comportement mécanique est quasiment constant dans le domaine de faisabilité. Les attributs principaux qui gouvernent les propriétés mécaniques ont tendance à s'équilibrer de manière à avoir une certaine stabilité de comportement macroscopique. Le Tableau 4.2 résume l'équilibre des propriétés mécaniques de la jonction par rapport aux caractéristiques dépendantes des conditions de soudage. Chaque terme est accompagné d'un symbole indiquant l'influence positive ou négative sur les propriétés de la jonction.

- À  $\kappa$  faible, le malaxage sur une même zone est court avec peu de rotations. L'interface est composée de peu d'intermétallique à l'interface et les CLD de titanes sont larges, parfois brisés et détachés de l'interface de titane. De grosses particules et des morceaux de CLD se retrouvent dans le noyau d'aluminium. La microstructure est réduite avec un fort gradient dans l'épaisseur.

- À  $\kappa$  intermédiaire, l'interface a plus d'intermétallique et les CLD sont entiers, déformés et légèrement moins larges. Des particules de titane de taille moyenne se trouvent dans le noyau. La microstructure du noyau est pourvue d'un fort gradient dans l'épaisseur.

- À  $\kappa$  élevé, l'interface est plus homogène. Le malaxage du volume est plus long avec un grand nombre de rotations. Il y a beaucoup plus d'intermétallique encadré par des CLD très déformés, longs et fins. Les particules de titane sont fines et le flux a eu le temps de les emporter dans la ZATM de la zone AS. La microstructure dépendante de la température est fortement réduite.

Tableau 4.2 – Influences de conditions de soudages sur la jonction.

| Caractéristiques<br>de la jonction | Conditions de soudage                              |             |  |         |   |          |    |
|------------------------------------|--|-------------|--|---------|---|----------|----|
|                                    | $\kappa$ faible<br>( $\omega\nabla$ et $v\Delta$ ) |             | $\kappa$ médian<br>( $\omega\Diamond$ et $v\Diamond$ ) |         | $\kappa$ élevé<br>( $\omega\Delta$ et $v\nabla$ ) |          |    |
|                                    | Obs.   | Effet       | Obs.   | Effet   | Obs.  | Effet    |    |
| Géométrie                          | - CLD  | Très larges | +  | Larges  | ++  | Allongés | □  |
|                                    | - Particules                                       | Grossières  | -  | Moyenne | +   | Fines    | ++ |
| Composition                        | - Quantité d'IMC                                   | Faible      | ++   | Moyenne | +   | Élevée   | -  |
|                                    | - Profondeur                                       | Faible      | ++   | Médiane | +   | Élevée   | ++ |
| Microstructure                     | - Température                                      | Faible      | □  | Modérée | □   | Élevée   | □  |
|                                    | - Gradient   | Faible      | □  | Élevé   | □   | Faible   | □  |

Valeur :  $\Delta$  haute,  $\Diamond$  intermédiaire,  $\nabla$  basse

Effet : ++ très positif, + positif, □ non établi, - négatif

## 2 Évolution microstructurale de l'aluminium

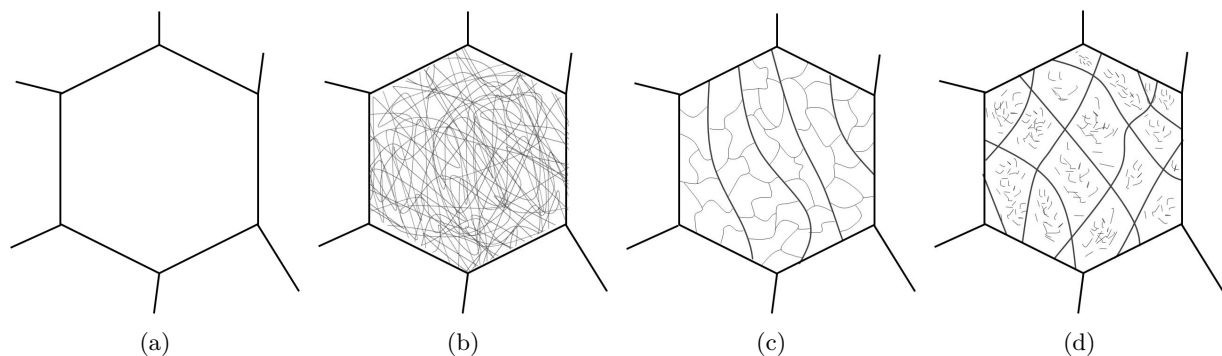
Deux phénomènes entrent en compétition pendant le FSW :

- le mouvement de malaxage, assimilé à de la déformation plastique sévère (SPD – *Severe Plastic Deformation*)
- la friction, qui génère suffisamment d'énergie thermique pour permettre une restauration et une recristallisation dynamique

Les mécanismes décrits par la suite sont typiques de l'aluminium pur. Ils se déroulent à des niveaux d'avancement différents suivant la position d'observation dans l'épaisseur.

### 2.1 La déformation plastique sévère de l'aluminium

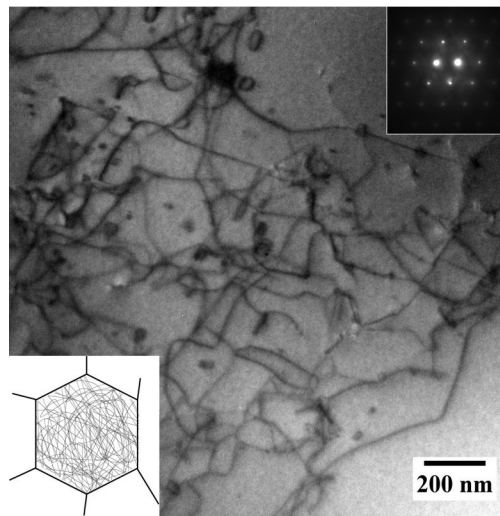
La SPD se distingue par trois états d'accumulation continue de défauts (dislocations et lacunes) au sein d'un grain. Ce processus est décrit par Dhal *et al.* [138] pour le cas de l'aluminium pur. Les défauts sont issus de la rupture des liaisons atomiques dans le réseau. Ils se localisent plus particulièrement autour des joints de grains initiaux. Plus la température de déformation sévère est basse, plus les défauts vont s'accumuler sans s'annihiler. La Figure 4.4 illustre les trois étapes à partir d'un grain vierge de dislocation (Fig. 4.4(a)). Celles-ci sont brièvement décrites dans les paragraphes suivants.



**Figure 4.4** – Évolution de la microstructure d'un grain d'aluminium sous une déformation plastique sévère. (a) Grain recuit idéalement. (b) Entrelacement avancé des dislocations dans un grain. (c) Formation des groupements de cellules appartenant au même système de glissement délimités par les Geometrically Necessary Boundaries (GND). (d) Formation des cellules rhombiques composées de dislocations.

## Étape 1 : Entrelacement des dislocations

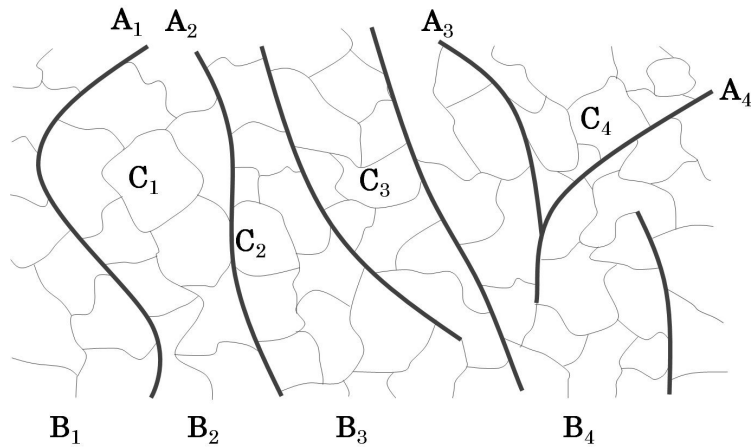
Les défauts s'accumulent et se répartissent dans le grain. Ils s'introduisent dans le volume du grain sans arrangement spécifique (Fig. 4.4(b)). Des mécanismes de cran et de dérochement des dislocations se produisent pendant leurs mouvements. Dans un même grain, on observe alors un enchevêtrement de dislocations. La Figure 4.5 est un cliché de cet état dans l'aluminium. L'encart est le cliché de diffraction dans cette zone selon l'axe de zone [110]. Dans le cordon de soudure, peu de zones de cette étape sont observables dans l'aluminium. En effet l'énergie apportée par le FSW favorise fortement le mouvement des défauts conduisant rapidement à la deuxième étape.



**Figure 4.5** – Cliché MET d'enchevêtrement des dislocations dans un grain d'aluminium du noyau. En encart sont ajoutés l'étape de la SPD et le cliché de diffraction associé selon l'axe de zone [110].

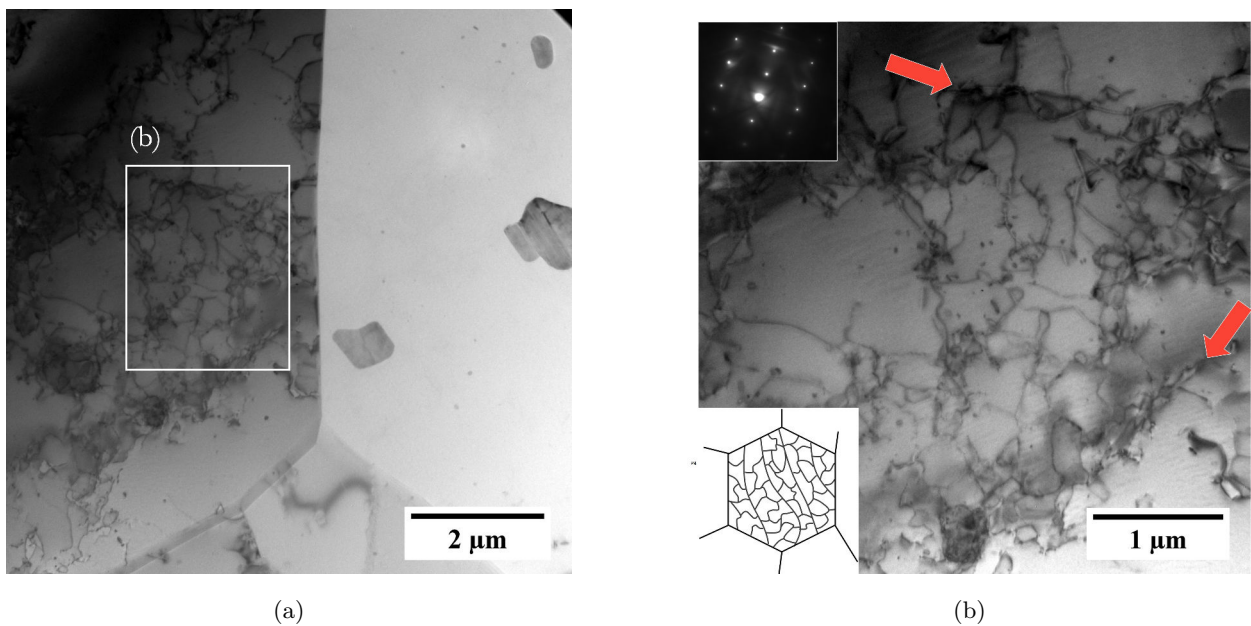
## Étape 2 : Formation de réseaux de dislocations

L'évolution de la déformation fait cohabiter deux phénomènes antagonistes. Le premier est l'augmentation de la densité de dislocations avec l'empilement des nouvelles sur celles existantes. Le deuxième est le mécanisme de cran des dislocations vis. Ce dernier se produit à cause de la haute valeur de l'énergie de faute d'empilement de l'aluminium ( $113 - 154 \text{ mJ/m}^2$  [139]). Il est donc assimilé à une restauration dynamique mécanique et s'il est prépondérant, la densité de dislocation diminue. Sans précipité, le mouvement des dislocations dans le grain est libre et il se produit alors des glissements multiples. Des groupements de cellules se forment dans le grain. On peut observer à l'intérieur de ces formes géométriques des dislocations mutuellement piégées sans arrangement spécifique mais avec une configuration énergétiquement faible (Fig. 4.4(c)). Chaque groupe a en commun le même système de glissement et est séparé par des murs à haute densité de dislocation et de microbandes. Ce réseau est ce que l'on appelle GND (Geometrically Necessary Boundary) [140], il est issu de l'accommodation du cristal à la déformation (Fig. 4.6).



**Figure 4.6** – Exemple d’une microstructure sous déformation plastique sévère. Les microbandes sont désignées par la lettre (A). Les groupements de cellules sont indiqués par la lettre (B). Les cellules de dislocations sont repérées par la lettre (C).

La Figure 4.7 décrit cette étape dans le noyau du cordon de soudure. En se plaçant selon l’axe de zone [112] du grain de gauche de la Figure 4.7(a), on observe le début de la formation des GND. Des particules de titane emportées pendant le FSW sont visibles dans le grain de droite. Les cellules de dislocations sont délimitées par des microbandes fléchées (Fig. 4.7(b)).

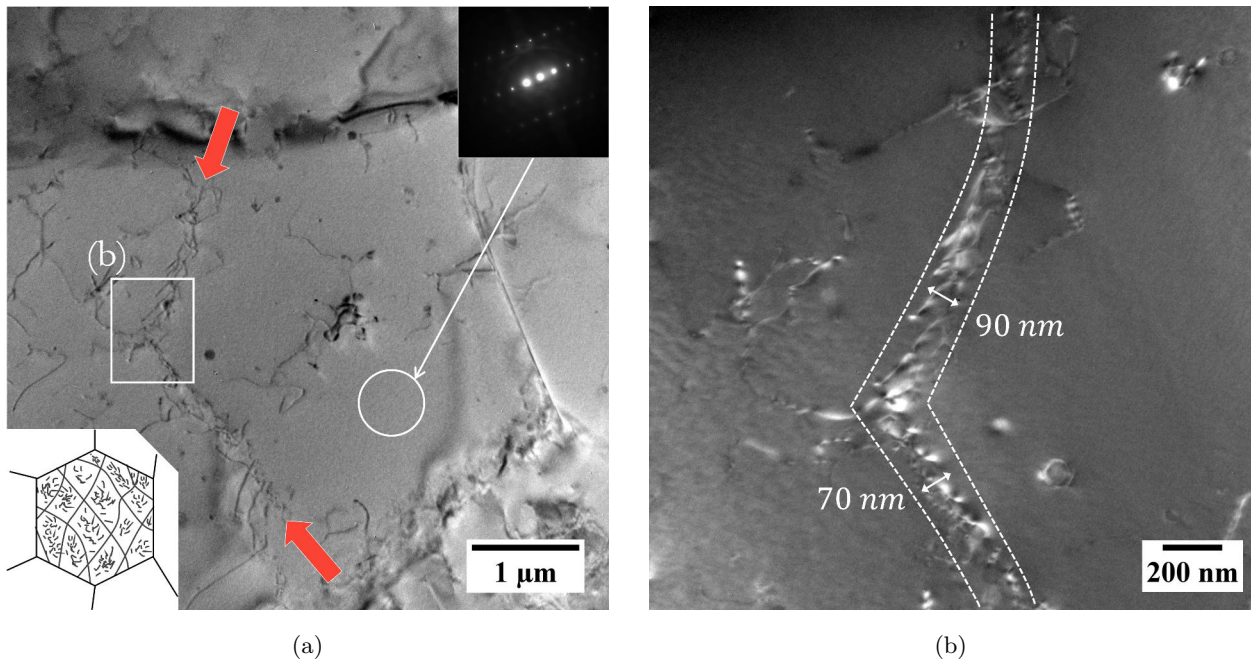


**Figure 4.7** – Observations de GND en cliché MET. (a) Vue générale centrée sur un joint de grain. (b) Observation du grain de gauche selon son axe de zone [112]. Les flèches rouges pointent les microbandes autour des cellules de dislocations.

## Étape 3 : Accumulation des dislocations

L'insertion de défauts par déformation se poursuit par une interaction entre les groupements de cellules (Fig. 4.4(d)). Elles sont alors subdivisées par de nouveaux réseaux sous forme rhombique. La densité des dislocations restantes à l'intérieur de ces formes diminue par annihilations mutuelles des cellules.

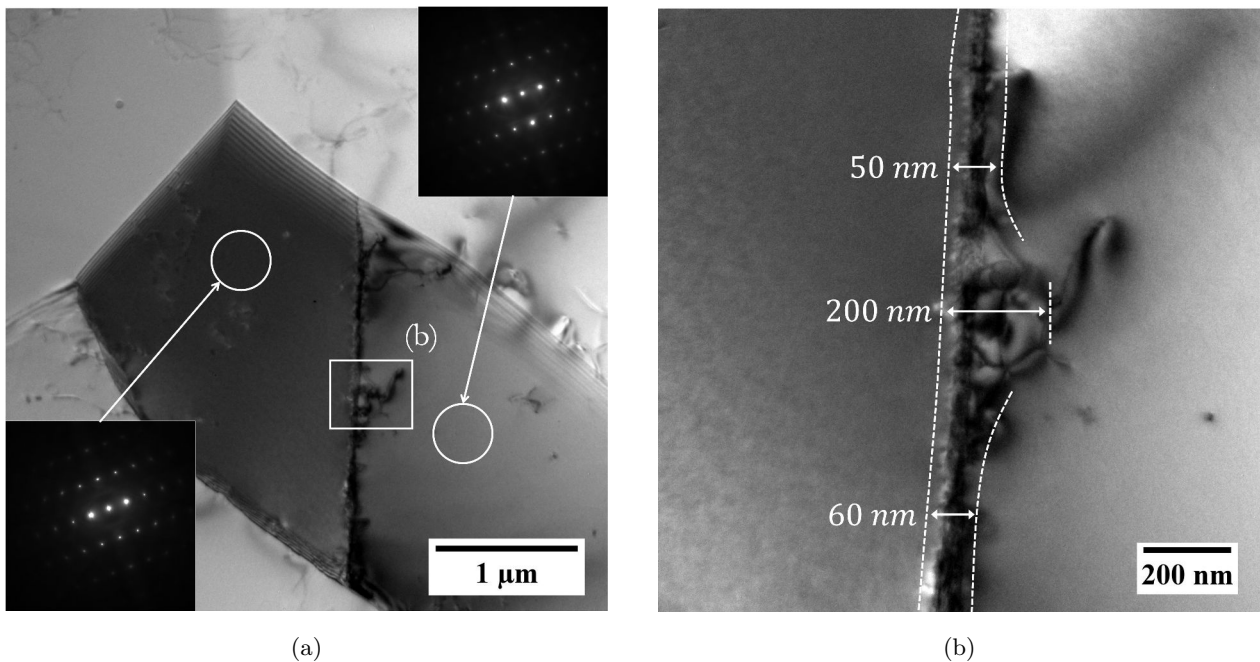
La Figure 4.8 met en évidence cette étape qui est la plus fréquente dans le noyau. Un sous-joint de grain sépare le grain principal (Fig. 4.8(a)). Autour de l'accumulation des dislocations, le grain est appauvri en défaut (Fig. 4.8(b)).



**Figure 4.8** – Observations MET d'un sous-joint de grain. (a) Vue d'ensemble du grain avec le sous-joint de grain désigné par les flèches. Le cliché de diffraction selon l'axe de zone [102] et l'étape de la SPD sont associés. (b) Vue en détail du sous-joint de grain.

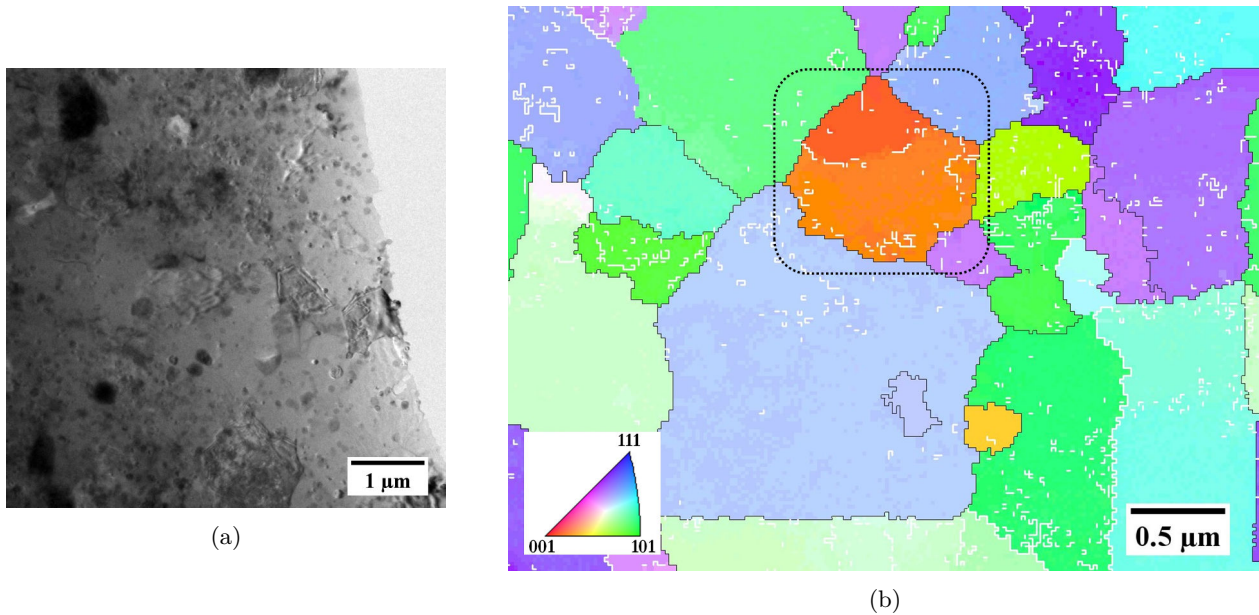


La Figure 4.9 représente une autre observation de cette étape au centre du noyau. La Figure 4.9(a) décrit un sous joint de grain séparant un grain d'aluminium initial. Il existe une faible désorientation de part et d'autre du sous-joint de grain. L'image est obtenue en se positionnant selon un axe de zone du grain [112]. La Figure 4.9(b) est une observation avec plus de détails du groupement de dislocations. Les clichés de diffractions révèlent une faible désorientation cristalline de l'ordre de 1 à quelques degrés. Autour de ce grain la différence d'orientation est supérieure à  $15^\circ$ . On peut relier cette microstructure à celle observée par EBSD dans la Partie 4.3.2 du Chapitre 3. Les groupes de grains avec une faible différence d'orientation cristalline sont les grains initiaux subdivisés par des sous-joints de grains formés par les mécanismes de la SPD.



**Figure 4.9** – Observations MET d'un grain avec un sous-joint de grains. (a) Observation du grain avec le cliché de diffraction des deux parties du grain séparé par un regroupement de dislocations. L'axe de zone représenté sur les deux clichés est le [112] (b) Détails sur le groupe de dislocations.

La Figure 4.10 représente une analyse des désorientations dans l'aluminium malaxé proche de l'interface par la méthode ASTAR<sup>TM</sup>. La Figure 4.10(a) représente un cliché MET de la zone analysée et la Figure 4.10(b) est la cartographie de figures de pôles inverses. Les joints de grains sont surlignés par les segments noirs qui indiquent une désorientation supérieure ou égale à  $15^\circ$ . À l'intérieur de ces grains, on retrouve bien quelques contraintes résiduelles indiquées par les segments blancs. Leur angle de désorientation est inférieur à  $15^\circ$ . Il reste aussi des traces de sous-joints de grains comme dans le grain encadré.



**Figure 4.10** – Observations des dislocations et des joints de grains dans l’aluminium proche de l’interface. (a) Observation MET de la zone analysée par ASTAR™. (b) Cartographie de figures de pôles inverses obtenue par ASTAR™. Les segments blancs représentent les faibles désorientations inférieures à  $15^\circ$  et les segments noirs représentent les désorientations supérieures ou égales à  $15^\circ$ .

À la fin de cette troisième étape, on observe l’importance de la valeur de l’énergie de faute d’empilement dans l’aluminium. Sa valeur élevée stabilise la densité de dislocation dans le cristal à des taux de déformation relativement faibles. Pendant la déformation plastique sévère, la formation des sous-joints de grains est gouvernée par l’équilibre entre l’accumulation des dislocations et la restauration mécanique.

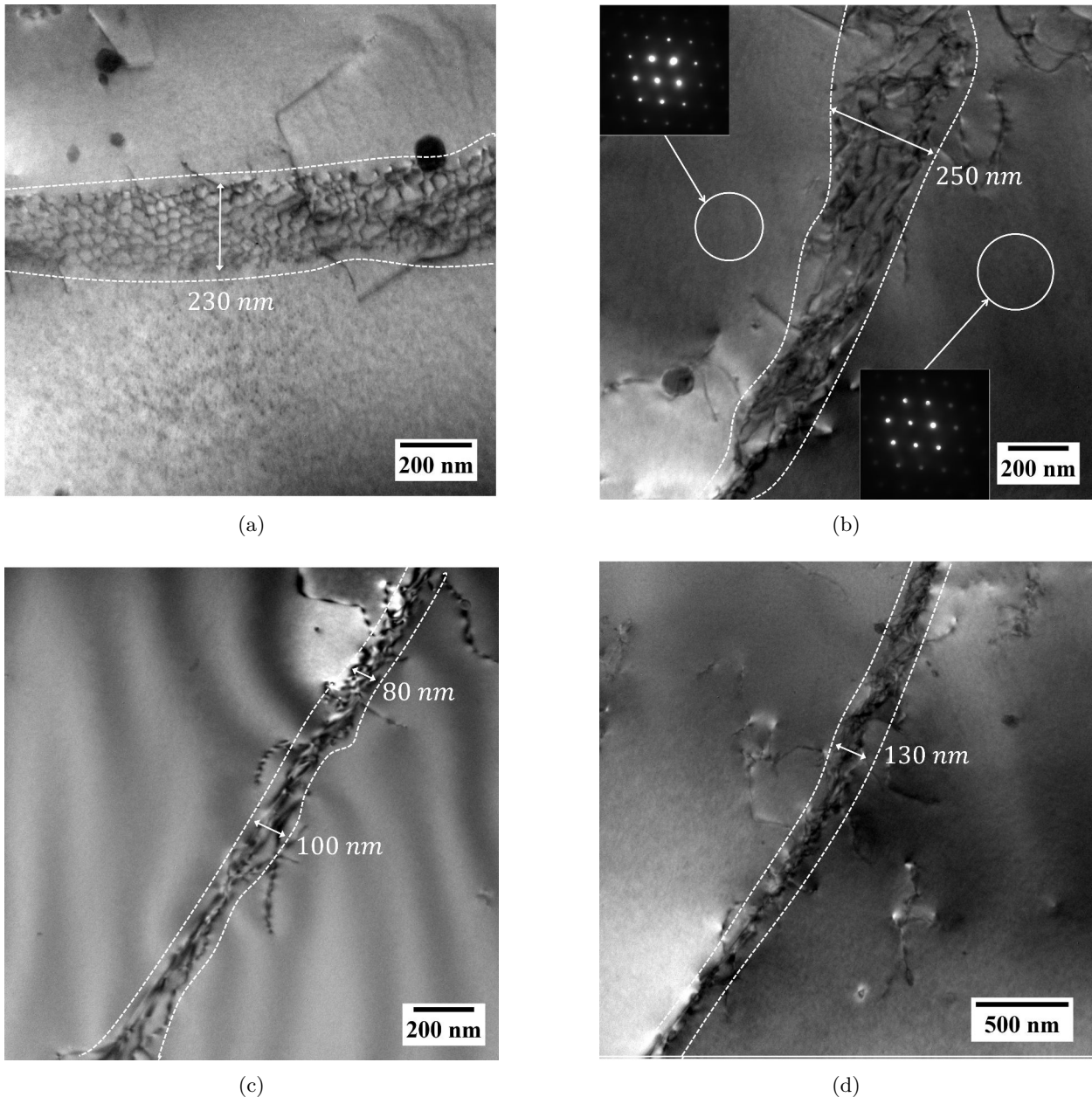
## 2.2 Réarrangement des sous-joints de grains d’aluminium

En même temps que la SPD, l’apport de chaleur est suffisant pour favoriser le mouvement des défauts dans l’aluminium. Le titane joue le rôle d’enclume pour l’aluminium car son coefficient de conduction thermique est plus faible que l’aluminium. Il maintient la température et diminue la vitesse de refroidissement du système. La SPD forme les sous-joints de grains et l’élévation de la température permet leur mouvement et une recristallisation.

Dès  $300^\circ\text{C}$  il se produit une restauration de l’aluminium par une relaxation des dislocations et il est possible d’observer une variation de la désorientation relative entre les grains. La croissance granulaire est en revanche quasi inexistante. Au-delà de cette température, le phénomène de rotation est tel qu’il entraîne une coalescence granulaire [141]. La rotation des joints de grains est thermodynamiquement favorable quand elle peut libérer de l’énergie emmagasinée dans la microstructure suite à l’érouissage (désorientation, densité de dislocations). Ces mécanismes de réarrangement vont privilégier les sous-joints de grains de forte désorientation au détriment des sous-joints de

grains de faible désorientation. Les joints de torsion disparaissent au profit des joints de flexion symétrique. La valeur de l'angle de désorientation des larges joints de grains diminue pour favoriser une augmentation de l'angle de désorientation des joints de grains moins larges.

De plus, dans le noyau ces mécanismes de restauration ne sont pas complets. La Figure 4.11 représente des observations des configurations de joints de grains constatés dans cette zone. On observe quelques sous-joints de grains de torsion visibles avec une différence d'orientation supérieure  $15^\circ$  (Fig. 4.11(a)). Il reste de larges sous-joints de grains (Fig. 4.11(b)) dans une majorité de sous-joints de grains fins (Fig. 4.11(c) et 4.11(d)).



**Figure 4.11** – Observation MET des joints de grains dans le noyau de soudure. (a) Joints de torsion. (b) Sous-joint de grains large séparant une faible désorientation. (c), (d) Joints de grains plus fins.

## 3 Comparaisons entre les couples Ti/Al et Acier Inoxydable/Al

Dans des travaux débutés avant l'étude du couple Ti/Al, de mêmes études se sont portées sur la jonction de l'aluminium 5083 à l'acier inoxydable austénitique 316L pour un besoin industriel de Sominex<sup>†</sup>. Cette étude est la base du cheminement d'analyse de cette thèse. Les résultats publiés [123] décrivent la corrélation entre la température du FSLW, la croissance des IMC et les propriétés mécaniques. Des essais de faisabilité par plans d'expériences ont défini les paramètres pour obtenir une interface soudée sans défaut pour la configuration par transparence. L'aluminium recouvre le 316L pour les mêmes raisons de réduction d'efforts pendant la phase de plongée. L'outil en carbure de tungstène est muni d'un pion conique fileté de 4 mm de diamètre et long de 5 mm. L'épaulement plat a un diamètre de 12 mm. Le domaine de valeurs des paramètres est plus grand que pour le couple Ti/Al. La vitesse d'avance ( $v$ ) est comprise entre 10 et 100 mm.min<sup>-1</sup> et la vitesse de rotation ( $\omega$ ) est efficace entre 600 et 2100 rpm. L'angle optimal ( $\theta$ ) est de 3° pour ce couple aussi.

Les combinaisons de paramètres ont aussi été identifiées avec le coefficient d'apport de chaleur [61].  $Q^*$  (Eq. 3.2) est dépendant des propriétés mécaniques et thermiques des matériaux. Au cours de cette discussion, les différentes analyses et observations du couple SS/Al (*Stainless Steel/Aluminum*) sont comparées avec le comportement du couple Ti/Al en fonction de la chaleur pendant le procédé.  $Q^*$  augmente avec la vitesse de rotation et diminue avec la vitesse de déplacement de l'outil.

### 3.1 Observations de l'interface

#### 3.1.1 Déformation de l'interface

Le profil de l'interface soudée est similaire pour les deux couples. Lorsque  $Q^*$  augmente, implicitement  $v$  diminue et  $\omega$  augmente. La Figure 4.12 décrit les interfaces aux coefficients d'apport de chaleurs extrêmes. Comme pour le couple Ti/Al, à un coefficient faible (Fig. 4.12(a)) le matériau recouvert est décomposé en particules grossières. Elles restent proches de l'interface entre les deux montées d'acier inoxydable. En revanche, ces dernières ne sont pas rompues et restent droites dans la matrice aluminium. À  $Q^*$  élevé (Fig. 4.12(c)), les particules sont très fines. Les vitesses de déplacement lente et de rotation rapide laissent le temps au flux de matière autour de l'outil de les emporter le titane brisé dans la zone AS. En comparant les CLD de 316L aux deux combinaisons de paramètres, on remarque que celles à  $Q^*$  sont plus fines. Le matériau est moins malléable à basse température et il s'effrite contre l'outil pour être répandu sous forme de grosses particules.

---

<sup>†</sup>. Projet Sominex commencé en 2015

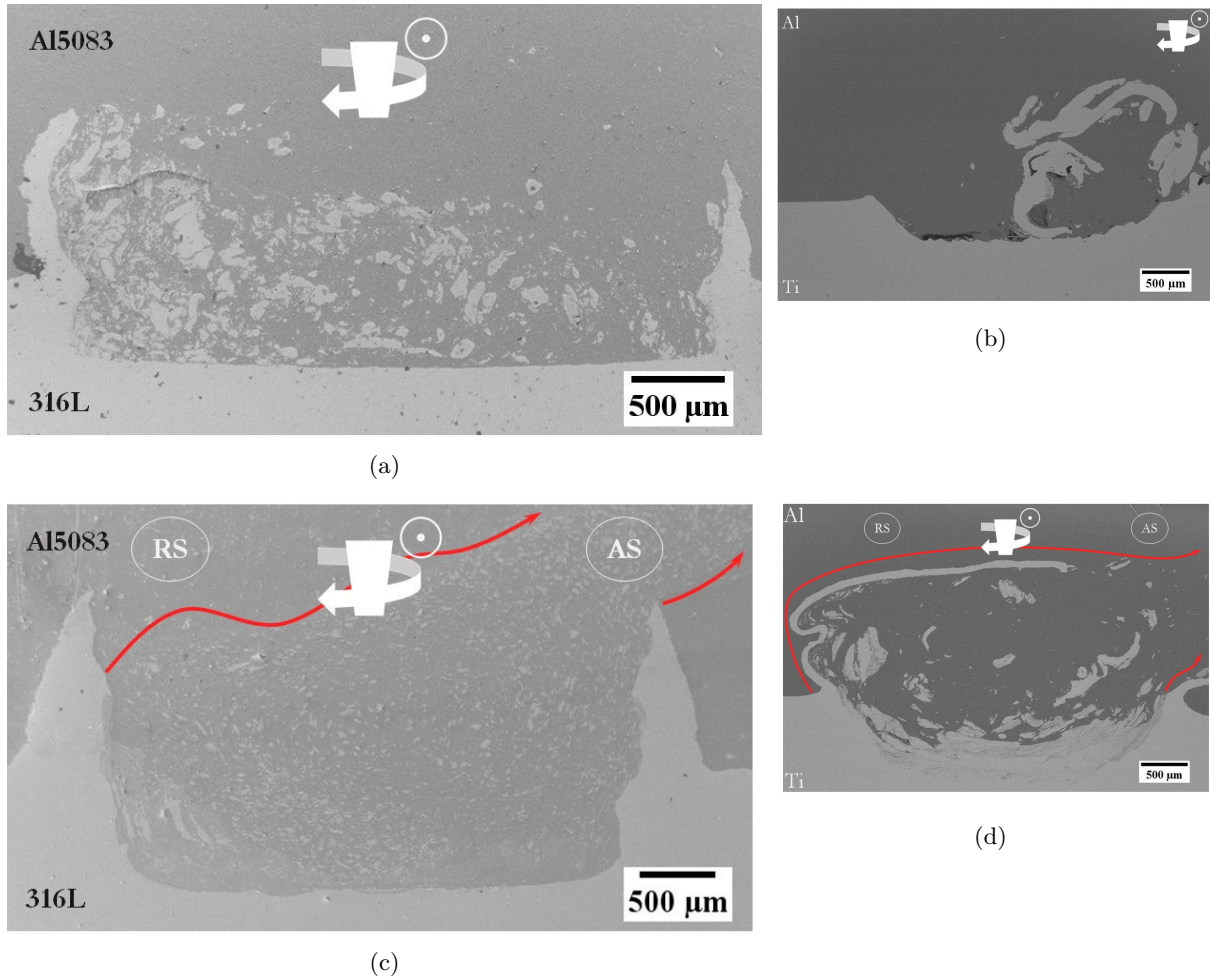


Figure 4.12 – Comparaisons des interfaces 316L/5083 aux  $Q^*$  extrêmes. (a) Interface avec des particules grossières ( $Q^*$  faible). (b) comparaison Ti/Al avec  $Q^*$  faible. (c) Interface avec des particules fines ( $Q^*$  élevé). (d) Comparaison Ti/Al avec  $Q^*$  élevé.

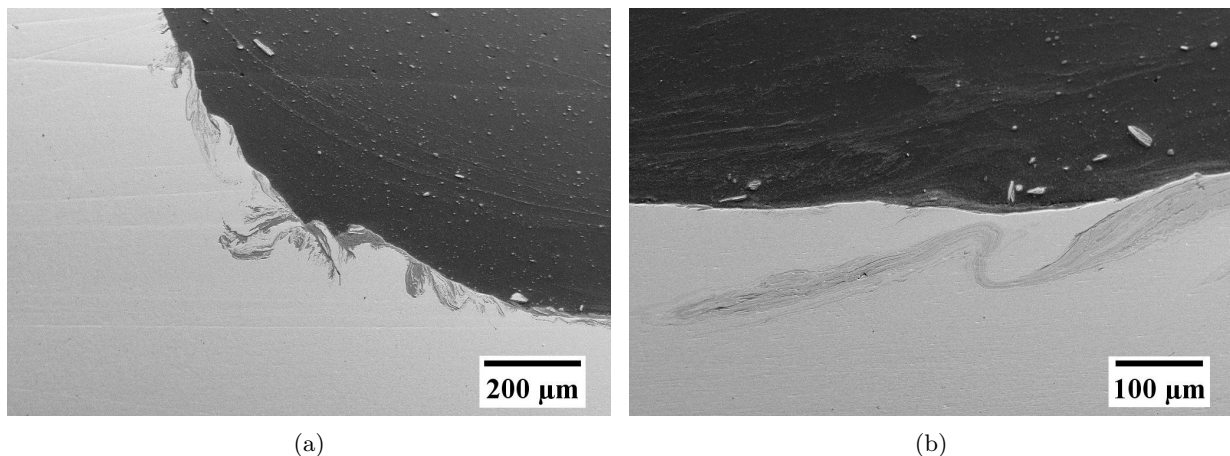
Tableau 4.3 – Comparaisons des propriétés mécaniques entre le cp-Ti et le 316L [142] à TA et 450 °C.

| Température ambiante             |                          |                                |                           |            |      |            |
|----------------------------------|--------------------------|--------------------------------|---------------------------|------------|------|------------|
| Matériau                         | $\sigma_{\max}$<br>(MPa) | $\varepsilon_{\text{rupture}}$ | $\sigma_y^{0.2}$<br>(MPa) | E<br>(GPa) | n    | K<br>(MPa) |
| cp-Ti                            | 460                      | 0,31                           | 381                       | 116        | 0,35 | 788        |
| 316L                             | 625                      | 0,53                           | 275                       | 193        | 0,38 | 1100       |
| Température de soudage (~450 °C) |                          |                                |                           |            |      |            |
| Matériau                         | $\sigma_{\max}$<br>(MPa) | $\varepsilon_{\text{rupture}}$ | $\sigma_y^{0.2}$<br>(MPa) | E<br>(GPa) | n    | K<br>(MPa) |
| cp-Ti                            | 91                       | 0,34                           | 150                       | 207        | 0,10 | 585        |
| 316L                             | 200                      | 0,37                           | 175                       | 169        | 0,55 | 1100       |

Les légères différences entre les deux couples sont dues au comportement des matériaux recouverts et à leurs montées dans l'aluminium. À faible apport de chaleur le titane tend à se rompre entièrement en particules pour ne laisser que la différence de hauteur d'interface visible. Les CLD en acier inoxydable restent visibles mais se décomposent et deviennent plus fins. Le Tableau 4.3 compare les propriétés mécaniques des deux matériaux recouverts. À plus haute température, le titane se déforme, et s'allonge dans le noyau avec un mouvement vers la zone AS. Les CLD d'acier inoxydable perdent de leur capacité à se déformer et résistent aux effets du malaxage. Ils sont seulement déformés sur les bords en contact avec le pion.

### 3.1.2 Croissance des intermétalliques

De la même manière que le couple Ti/Al, des infiltrations de composés intermédiaires sont observées dans l'acier inoxydable sous l'interface. La Figure 4.13 illustre ses fines formes visibles tout le long de l'interface dans le noyau. Elles sont identifiées comme des composés intermétalliques issus de l'interdiffusion des deux matériaux par Kimapong et Watanabe [143] pour le couple SS400/Al5083. Les formes d'intermétalliques ont tendance à être plus larges (Fig. 4.13(a)) et à moins s'étendre en profondeur par rapport au couple Ti/Al (Fig. 4.13(b)).



**Figure 4.13** – Observations MEB des infiltrations à l'interface Al/acier inoxydable. (a) Infiltrations épaisses à la base d'un CLD. (b) Fines infiltrations.

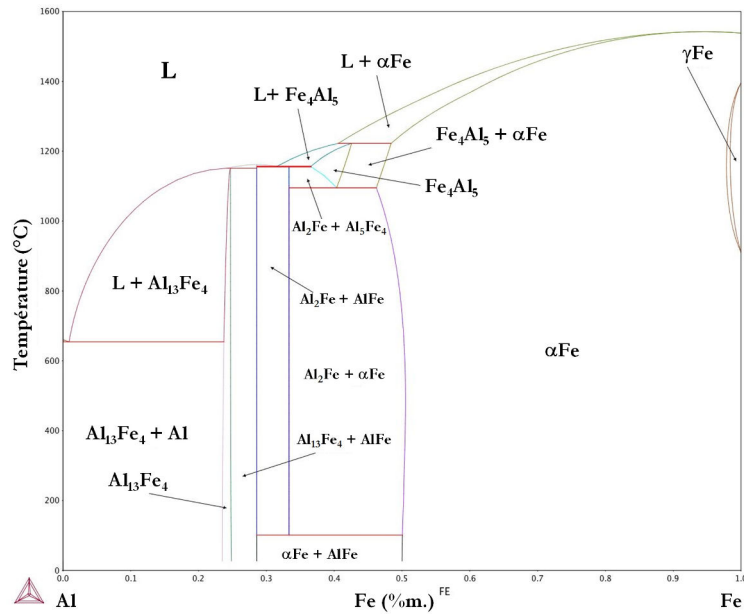
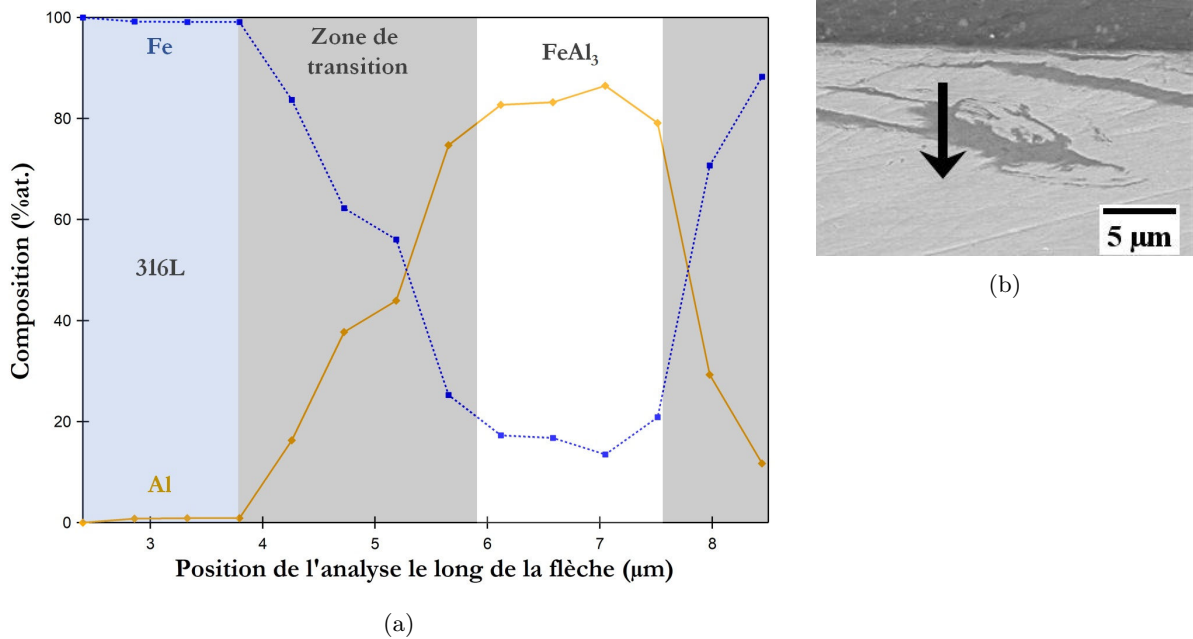


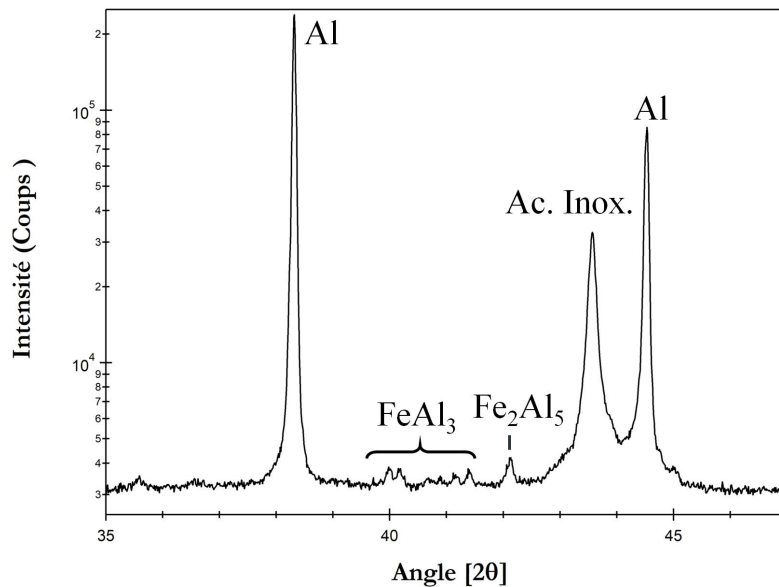
Figure 4.14 – Diagramme de phase Fe/Al.

Le diagramme de phase Fe/Al (Fig. 4.14) contient cinq intermétalliques différents : un composé riche en fer  $\text{Fe}_3\text{Al}$ , un composé équiatomique  $\text{FeAl}$  et trois composés riches en aluminium  $\text{FeAl}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\text{FeAl}_3$ . Lors de mise en contact du fer solide avec l'aluminium liquide pendant une soudure par voie liquide les deux aluminiures  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  et  $\text{FeAl}_3$  sont observés [22]. La couche  $\text{FeAl}_3$  se forme côté aluminium tandis que la couche  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , plus épaisse, se forme côté fer. Une fois ces deux couches formées, les atomes de fer et d'aluminium diffusent plus rapidement dans le  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ . Ce dernier IMC va croître préférentiellement au détriment de  $\text{FeAl}_3$  [144].

Les Figures 4.15, 4.16 et 4.17 présentent les analyses de la composition dans les infiltrations. Les mesures EDS révèlent la présence de l'IMC  $\text{FeAl}_3$  (Fig. 4.15(a) et 4.15(b)). Des analyses DRX représentées sur la Figure 4.16 indiquent une présence du second intermétallique  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  mais seulement pour des valeurs de coefficient de chaleur élevées.



**Figure 4.15** – Analyse EDS de la composition d’une infiltration dans l’acier inoxydable. (a) Composition de le long de la ligne EDS. (b) Image MEB de la ligne analysée (détecteur SE2).



**Figure 4.16** – Diffractogramme des rayons X de l’interface soudée entre 35 et 47° à 0,05°/min avec une anticathode  $\text{CuK}_\alpha$  monochromatique.



## CHAPITRE 4. DISCUSSION ET COMPLÉMENTS D'ÉTUDE

La Figure 4.17 est une analyse d'une lame MET. L'image inférieure représente une vue générale de l'interface. Sur la droite, la partie claire est identifiée comme l'aluminium 5083 par le cliché de diffraction typique d'une structure CFC. Le matériau a une taille de grains moyenne de  $3 \mu\text{m}$ . Il comporte des particules micrométriques d'un composé intermétallique riche en fer. À gauche, l'acier inoxydable est identifié avec un cliché de diffraction représentatif du  $\gamma\text{Fe}$  à  $6 \mu\text{m}$  de l'interface. Sur  $0,35 \text{ mm}$  d'épaisseur à partir de l'interface, l'acier inoxydable est nanostructuré et au-delà, il est composé de grains ultra-fins. Une dernière zone délimitée en pointillés est détaillée sur l'image supérieure. La composition et la forme sont identiques aux infiltrations observées précédemment. De chaque côté de l'image supérieure de la Figure 4.17 des clichés de diffractions sont obtenus par SAED (diffraction des électrons sur zone sélectionnée). Les motifs de diffraction de grains avec de multiples orientations se superposent. L'identification de l'intermétallique nanostructuré n'est pas possible. Seul L'EDS sous MET donne des compositions approximatives de la zone.

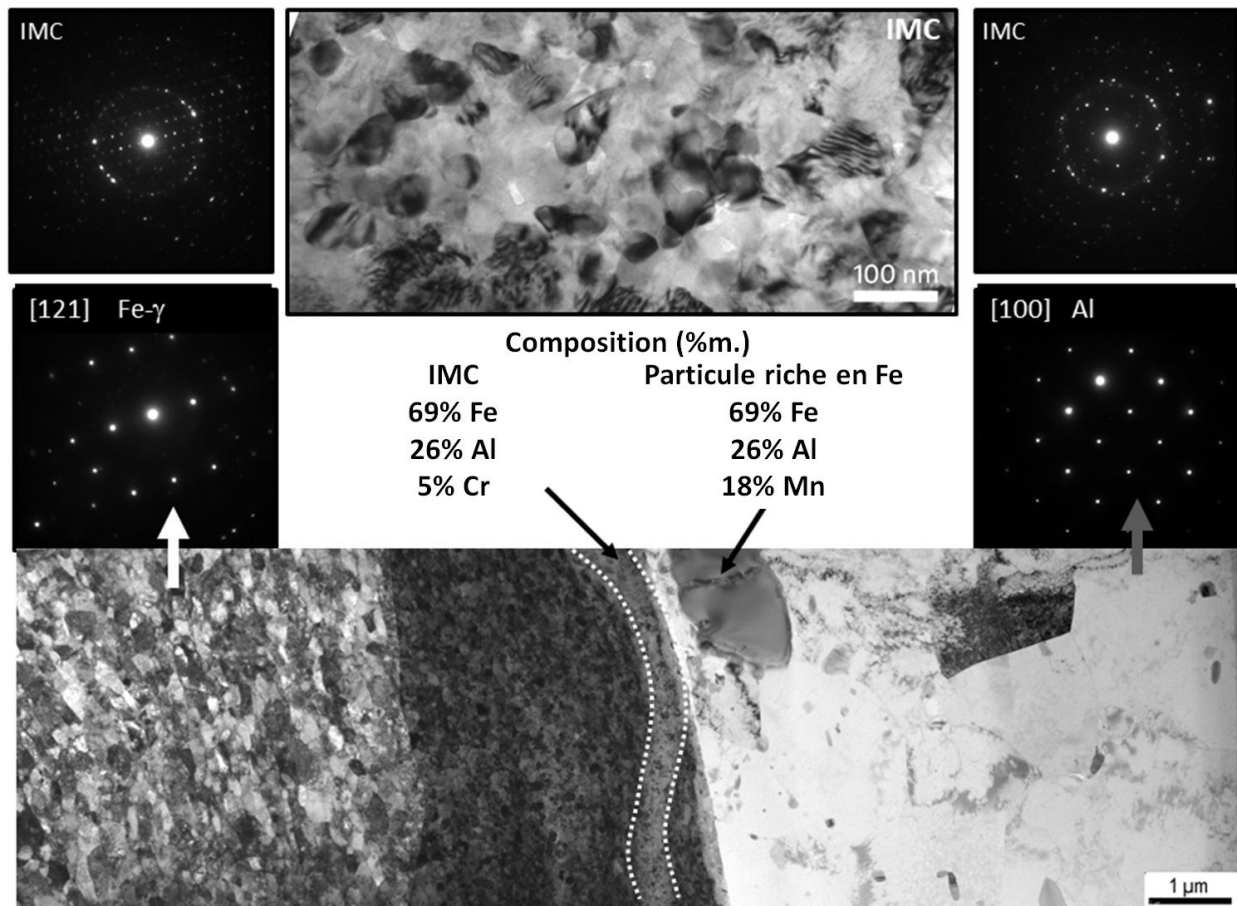
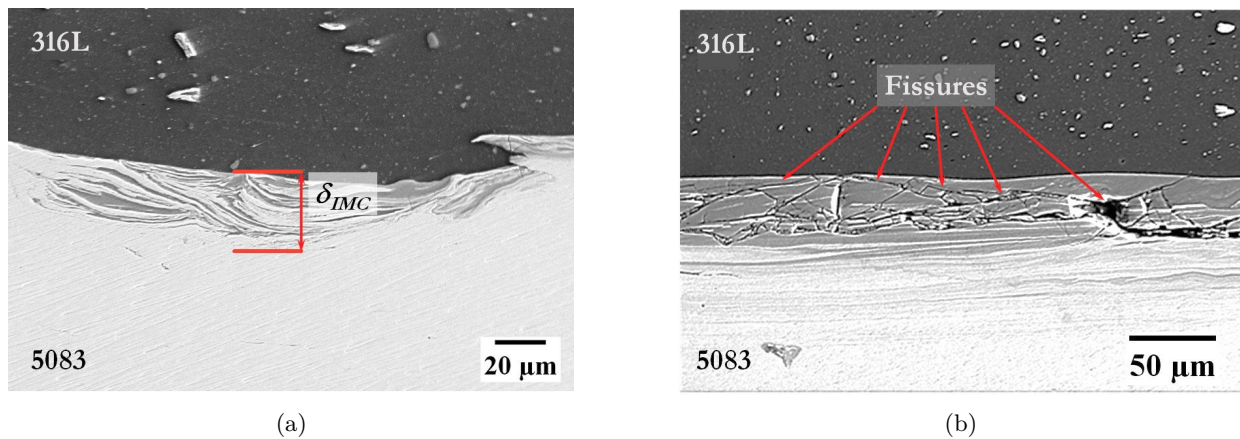


Figure 4.17 – Identification des intermétalliques  $\text{FeAl}_3$  et  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  par MET.

À la différence du couple Ti/Al commercialement pur, l'étude chimique de la soudure des deux alliages ne permet pas d'identifier clairement les deux intermétalliques. Il est possible de confirmer la présence de seulement ces deux IMC aux ratios stoechiométriques proches. Leur microstructure est nanométrique et augmente la difficulté de lecture des clichés de diffraction. Leur présence correspond cependant à la séquence de croissance des intermétalliques du couple Fe/Al en soudage traditionnel par voie liquide [145]. La diffusion est ainsi très rapide : le  $Fe_2Al_5$  doit se former après le  $FeAl_3$  puis croître aux dépens de ce dernier alors que l'EDS détecte uniquement du  $FeAl_3$ .

Pour les deux couples, le procédé réduit la taille de grains. Les deux aluminiums et le titane atteignent une microstructure avec des grains ultra-fins et l'acier inoxydable est nanostructuré.



**Figure 4.18** – Observations MEB des intermétalliques dans l'acier inoxydable 316L. (a) Structure tourbillonnaire et mesure de l'épaisseur affectée par les infiltrations  $\delta_{IMC}$ . (b) Cliché des fissures propagées dans les IMC de forte épaisseur après le refroidissement de l'interface soudée.

Quels que soient les paramètres de soudage et leur combinaison, les intermétalliques vont croître sur toute la largeur du passage de l'outil. À faible coefficient d'apport de chaleur, les IMC vont se former de la même manière que l'aluminium dans le titane. L'alliage Al5083 s'infiltré dans le 316L sous forme tourbillonnaire pour créer une alternance de fines épaisseurs IMC/316L. Dans le cas des deux couples hétérogènes, la croissance des aluminures s'accroît avec l'évolution de  $Q^*$ . L'épaisseur affectée par les intermétalliques  $\delta_{IMC}$  dans l'acier inoxydable (Fig. 4.18(a)) a été mesurée en fonction de  $Q^*$ . La croissance des IMC va d'autant plus s'accroître avec l'apport de chaleur pour former des couches continues sous l'interface. La différence de coefficient de dilatation thermique entre l'acier ( $\alpha_{SS} = 16 - 18 \mu m.m^{-1}.K^{-1}$ ), l'aluminium ( $\alpha_{Al} = 23,4 \mu m.m^{-1}.K^{-1}$ ) et les aluminures (par exemple  $\alpha_{FeAl_3} = 14 \mu m.m^{-1}.K^{-1}$ ) donne lieu à des contraintes résiduelles lors du refroidissement. Des fissures peuvent alors apparaître le long de l'interface en se propageant au travers des IMC fragiles (Fig. 4.18(b)).

## 3.2 Corrélation entre les propriétés mécaniques et les observations de l'interface

La méthode de caractérisation des alliages soudés est identique au couple Ti/Al en traction/cisaillement (Ch. 3, Partie 2.1). Les conditions sont similaires et sont détaillées dans la publication dédiée [123]. Pendant les essais, les matériaux ne se déforment pas et il est possible de calculer la contrainte de cisaillement  $\tau_{max} = F_{max}/S$  avec  $F_{max}$  la force maximum mesurée pendant la caractérisation mécanique. Contrairement aux résultats de caractérisations mécaniques du couple titane - aluminium, le soudage hétérogène FSLW des deux alliages (316L/Al5083) est fortement influencé par les conditions de soudage. La valeur du coefficient  $Q^*$  est comprise entre 0,21 et 64. Le Tableau 4.4 liste les moyennes de cisaillement maximum les plus pertinentes en fonction du coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$ .  $\tau_{max}$  augmente sensiblement avec l'apport de chaleur et atteint un maximum aux alentours de  $Q^* = 2,5$ . Au-delà, la tenue mécanique diminue jusqu'à 62 MPa puis augmente à nouveau autour de 124 MPa.

**Tableau 4.4** – Moyenne de la contrainte de cisaillement maximum des jonctions 316L/Al5083 en fonction du coefficient  $Q^*$ .

| $Q^*$              | <b>0,21</b> | <b>0,39</b> | <b>0,86</b> | <b>2,5</b> | <b>3,4</b> | <b>48,0</b> | <b>23,4</b> | <b>56,4</b> | <b>64,1</b> |
|--------------------|-------------|-------------|-------------|------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| $\tau_{max}$ (MPa) | 95 ± 20     | 127 ± 12    | 106 ± 25    | 130 ± 12   | 92 ± 7     | 83 ± 3      | 70 ± 4      | 62 ± 15     | 124 ± 4     |

La variation des propriétés mécaniques est liée au profil de l'interface. Le critère majeur qui semble influencer la tenue mécanique est la germination des intermétalliques. Il est difficile de mesurer sa quantité dans l'acier inoxydable.  $\delta_{IMC}$  est un paramètre qui permet d'estimer de manière reproductible l'épaisseur sous l'interface affectée par les IMC quelle que soit leur forme de croissance (Fig. 4.18(a)).

La Figure 4.19(a) relie  $\delta_{IMC}$  à  $Q^*$ . Trois stades de profils d'intermétalliques se distinguent sur l'histogramme. Pour  $Q^* \in [0, 25; 2, 5]$  le profil de croissance des IMC est au stade I. La combinaison d'un malaxage modéré et d'une température basse permet une croissance des intermétalliques. La germination et la croissance des aluminures sont lentes et contrôlées et la valeur de  $\delta_{IMC}$  reste relativement constante autour de 9  $\mu\text{m}$ . À une valeur d'apport de chaleur dépassant  $Q^* = 2,5$ , le stade II correspond à la forte croissance des intermétalliques dans le 316L. Les infiltrations s'étendent et gagnent en épaisseur dans l'acier inoxydable. Le stade III est observé à partir de hautes valeurs de coefficient d'apport de chaleur ( $Q^* > 48$ ). Les infiltrations s'étendent moins en profondeur et croissent de manière parallèle à l'interface. La valeur de  $\delta_{IMC}$  diminue fortement alors que la largeur des infiltrations augmente. À  $Q^* = 64$ ,  $\delta_{IMC} \simeq 10 \mu\text{m}$ , la valeur proche de celle au stade I. Pendant ce dernier stade,  $\delta_{IMC}$  correspond à une unique couche d'intermétalliques. Ce profil de croissance se rapporte au mécanisme d'interdiffusion de Boltzmann–Matano pour un système binaire [146].

La Figure 4.19(b) représente la contrainte de cisaillement  $\tau_{max}$  en fonction de  $\delta_{IMC}$ . Sa valeur augmente significativement pour atteindre  $\tau_{max} = 130 \text{ MPa}$  pour  $\delta_{IMC} = 15 \mu\text{m}$ . La tenue mécanique de la jonction soudée par transparence est intimement liée à la croissance des IMC. Au-delà de

$\delta_{\text{IMC}} = 15 \mu\text{m}$ , la valeur de la contrainte de cisaillement maximum chute et se stabilise à  $\tau_{\text{max}} = 80 \text{ MPa}$ . À partir de  $\delta_{\text{IMC}} \geq 20 \mu\text{m}$  les intermétalliques sont en trop grande quantité et forment une jonction fissurée et non cohésive. L'asymptote de 80 MPa est alors attribuée à l'ancrage mécanique des montées de 316L dans l'alliage d'aluminium.

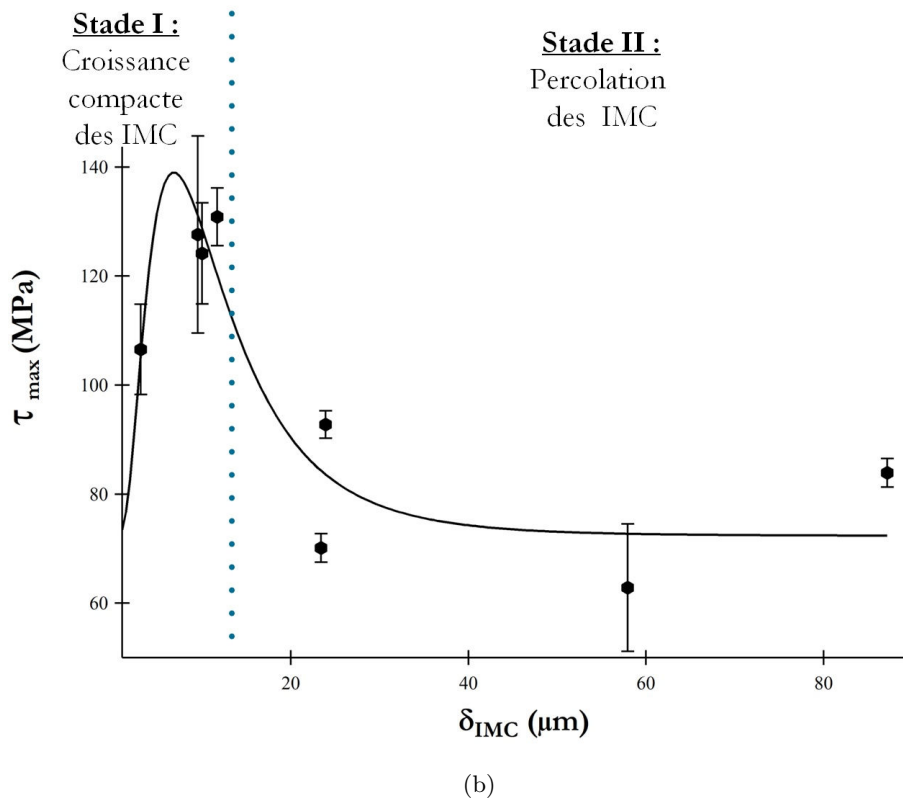
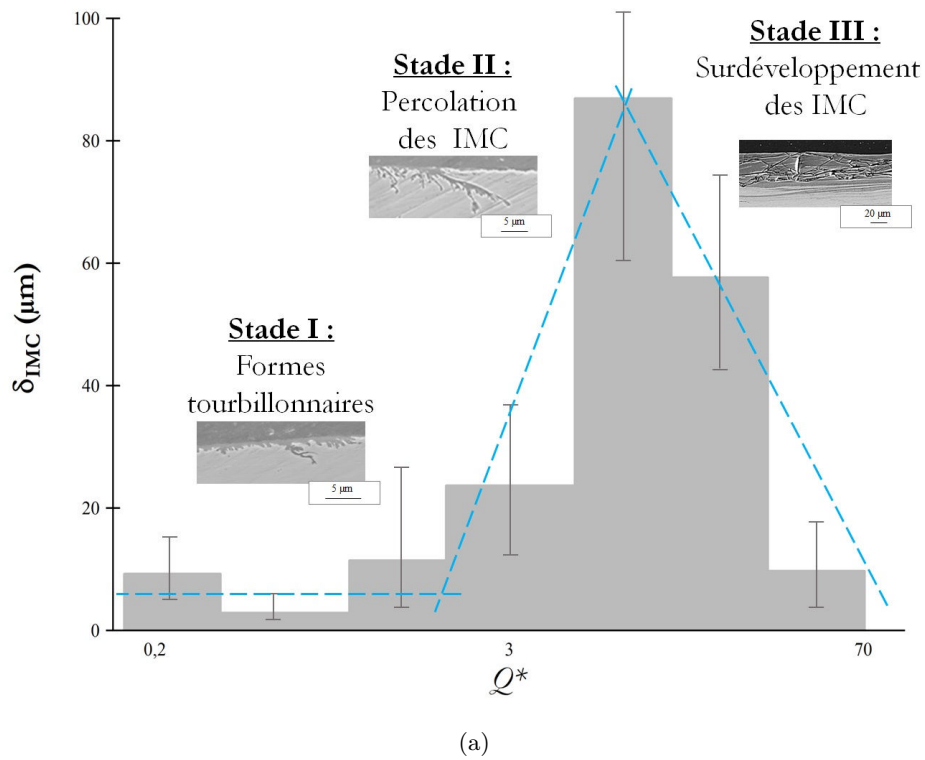


Figure 4.19 – Corrélation entre  $\tau_{max}$ ,  $Q^*$  et  $\delta_{IMC}$ . (a)  $\delta_{IMC}$  en fonction du coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$  (en échelle logarithmique). (b) Cisaillement maximum en fonction de  $\delta_{IMC}$ .

### 3.3 Comparaison et synthèse

Il est possible de comparer les couples Ti/Al1050 et 316L/Al5083 sur chaque aspect observé précédemment.

Le profil de l'interface jointe en FSLW a le même comportement pour les deux couples. La pénétration de l'outil forme les CLD asymétriques. À basses valeurs de  $Q^*$  ces montées ont tendance à rompre pour se répartir en grosses particules dans l'aluminium. L'acier austénitique 316L a des propriétés mécaniques supérieures au cp-Ti. Les CLD restent intacts pour la majorité des combinaisons de paramètres. À haute valeur de  $Q^*$ , les CLD se déforment et les particules issues du titane ou de l'acier inoxydable sont plus fines ( $v$  bas et  $\omega$  élevé). Les propriétés mécaniques du cp-Ti à plus haute température lui permettent de se déformer plus et les CLD sont plus longs que pour le 316L.

Pour chacun des couples, les apports multiples d'énergie permettent l'interdiffusion de l'aluminium infiltré dans le matériau recouvert. L'énergie thermique générée par la friction et l'énergie mécanique du malaxage sont suffisantes pour former des aluminures. Pour le cas du soudage des alliages, le mélange complexe des éléments d'alliage ne permet pas d'identifier précisément les aluminures formés.  $\text{FeAl}_3$  est facilement quantifié par EDS et des traces de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  sont mesurées par DRX et MET. Ces identifications correspondent à la séquence de nucléation des intermétalliques en soudage par voie liquide et en interdiffusion par contact entre le fer et l'aluminium. L'étude de cp-Ti joint à Al1050 permet une compréhension plus aisée. La méthode de prédiction de la séquence de nucléation en thermocinétique par Pretorius *et al.* [124] est possible. Seul le premier IMC  $\text{TiAl}_3$  de la séquence de nucléation se forme. C'est aussi le seul composé à se former en soudure par voie liquide et en essais de diffusion solide/solide et liquide/solide [81, 82].

Les deux couples se différencient lors de la croissance des intermétalliques. Le couple Al/ac. inox. diffuse dans toutes les conditions. Sa croissance rapide est décomposée en trois stades extrêmement dépendants de la température de soudage définie par  $Q^*$ . À une valeur élevée de ce coefficient, la croissance des IMC Fe/Al du stade III est similaire à la diffusion de contact avec un front de croissance. À contrario, le couple Ti/Al diffuse peu et difficilement, il a besoin des conditions de soudage idéales pour former l'aluminure  $\text{TiAl}_3$ . Les formes observées sont uniquement assimilées au stade I et II et restent plus fines et tourbillonnaires. Le stade III n'est jamais atteint.

Les propriétés mécaniques de la jonction 316L/Al5083 sont très dépendantes de la forme et de la croissance des intermétalliques. Le profil de croissance idéal est pour une épaisseur affectée par les intermétalliques de  $\delta_{\text{IMC}} = 15 \mu\text{m}$  au début du stade II. Implicitement la cohésion de l'interface est donc dépendante de la température de soudage. Une vitesse de rotation et une vitesse d'avance modérément basses sont idéales. La jonction Ti/Al ne révèle pas de tenue mécanique optimisée par les combinaisons de soudage. La croissance et la forme de  $\text{TiAl}_3$  varient très peu avec  $Q^*$ . Il reste sous forme de filins peu épais et il ne s'étend que légèrement en profondeur avec la chaleur du procédé. Ainsi, la tenue mécanique peu variante de la jonction Ti/Al s'explique en partie par l'invariance de la croissance des intermétalliques.

---

Ce chapitre a permis d'apporter les informations complémentaires à la compréhension du soudage hétérogène Ti - Al par FSLW. Il synthétise les mesures et les observations de la jonction liées à la température de soudage et explique la faible variance des propriétés mécaniques de la soudure de ce couple. Les différents aspects que le FSW impacte se compensent. Ils forment un équilibre et influencent la tenue mécanique de manière à rester constants.

L'aluminium recouvre le titane. De ces deux matériaux, il est le plus modifié par le passage du pion dans la zone du noyau. Sa structure cristallographique spécifique crée un gradient microstructural selon la température inhomogène. Toutes les étapes de restauration et de recristallisation dynamique sont observées au MET. L'aluminium est alors composé de nouveaux sous-joints de grains délimitant une faible désorientation. Cela explique la microstructure des différentes populations de joints de grains observées en EBSD et la constance de dureté de l'A11050.

En comparant cette étude au couple d'alliages 316L/A15083, une meilleure compréhension de la constance des propriétés mécaniques et de leurs influences est apportée. Les propriétés mécaniques de la jonction des alliages sont dépendantes de la forme et des dimensions des IMC présents sous l'interface. Ces derniers croissent différemment selon la température de soudage. Or dans le cas du couple Ti/Al, la forme de l'IMC varie très peu en fonction de l'apport de chaleur. Par conséquent, les résistances mécaniques de la jonction diffèrent faiblement par rapport aux conditions de soudage.

---





# Conclusions et perspectives

---

Les travaux de la thèse ont permis de joindre le titane à l'aluminium par friction malaxage et de comprendre les phénomènes impliqués. Ce couple peut être assemblé sans défaut dans une gamme de paramètres industrialisables. Pendant le procédé, les combinaisons de paramètres influencent la température, modifient l'interface et font évoluer la microstructure. Pourtant, les caractérisations mécaniques ne révèlent aucune optimisation évidente du procédé en fonction des paramètres. Toutes les conclusions de ces travaux sont développées dans cette ultime partie.

La différence des propriétés mécaniques et thermiques des deux matériaux les caractérise comme insoudables. Leur différence de dilatation thermique et l'écart entre leur température de fusion ne permettent pas d'obtenir des soudures fiables par voie liquide. Le FSW est une solution de soudage par voie solide capable de déjouer ces difficultés. Les caractéristiques mécaniques du titane à température ambiante encouragent la configuration d'assemblage par recouvrement.

La température pendant le procédé reste inférieure au point de fusion de l'aluminium mais est au cœur du comportement des deux matériaux pendant le procédé. Le coefficient d'apport de chaleur  $Q^*$  illustre la dépendance de la température générée aux paramètres de mise œuvre du FSW. Sa valeur indique l'impact de la vitesse de rotation  $v$  et de vitesse d'avance  $\omega$  sur l'énergie thermique générée pendant le FSW. Diminuer la vitesse d'avance accroît  $Q^*$  tandis qu'une vitesse de rotation élevée augmente  $Q^*$ .

L'application de cette technologie pour Ti - Al a été validée par les plans d'expériences selon la méthode de Taguchi. Ils ont permis de comprendre l'influence de chacun des paramètres et leur réglage optimal. La vitesse de rotation  $\omega$  a l'influence la plus importante et doit être élevée. La vitesse d'avance  $v$  a une influence minime mais une valeur basse favorise une bonne soudure. L'angle d'incidence  $\theta$  est optimal à  $3^\circ$ . Le cordon est dépourvu de cavité à partir d'une température du procédé supérieure à 67% du point de fusion de l'aluminium. Les résultats permettent une utilisation polyvalente de ces conclusions pour d'autres couples.

Il sera important d'appliquer le FSW aux alliages industriels Ti et Al afin de tester le comportement en utilisation de la jonction soudée avec ces paramètres. La soudure doit pouvoir être sollicitée en condition cryogénique, en fluage, ou dans un milieu humide et corrosif. Ces études permettront ainsi de qualifier la soudure pour la valider selon les normes des différents domaines d'application.

Si l'outil se déplace trop vite et que sa vitesse de rotation est trop lente, l'apport de chaleur est insuffisant. L'interaction de la matière avec l'outil est trop collante. Elle adhère au pion et ne forme pas le flux descendant dirigé vers l'interface. À cette température, le titane malaxé est soulevé et brisé en grosses particules qui participent à la formation d'une cavité à l'interface. Les éléments n'ont pas la possibilité de diffuser et d'établir une continuité chimique.

Si l'outil se déplace moins vite et que sa vitesse de rotation est plus grande, la température de

soudage est plus élevée et le flux est adéquat. La matière est dirigée vers l'interface où l'interaction chimique permet une diffusion entre les deux éléments. L'unique intermétallique  $\text{TiAl}_3$  est observé sous l'interface en de fines infiltrations dans une structure en feuillet  $\text{TiAl}_3/\text{Ti}$ . Sa croissance est influencée par la température de soudage mais elle reste contrôlée et varie très peu. Sa nucléation augmente la dureté autour du passage de l'outil sous l'interface.

L'élévation de la température est très locale et la forte augmentation est mesurée dans un rayon de 10 mm autour de l'axe de passage de l'outil dans la matière. Dans l'épaisseur sur la longueur du pion, un gradient thermique est mesuré avec une différence de 80 °C entre le niveau de l'épaulement et l'extrémité du pion. Il peut être minimisé à des valeurs de paramètres intermédiaires. Le passage de l'outil efface la texture initiale des matériaux et diminue la taille de grains. La différence de température forme un gradient de microstructure pour atteindre l'échelle de grains ultra-fins avec une taille moyenne de l'aluminium d'environ 200 nm. Au bout de l'outil, la microstructure du titane malaxé et nucléation de  $\text{TiAl}_3$  atteint une moyenne de taille de grains de 70 nm. Pendant le FSW les mécanismes liés à la déformation plastique sévère sont en concurrence avec les mécanismes de restauration/recristallisation dynamiques de l'aluminium. L'énergie de faute d'empilement élevée de l'aluminium permet un réarrangement des dislocations aisé et la dureté n'est pas affectée. Chacune des étapes est observée dans tout le noyau à des densités fréquences différentes.

Les cordons de soudure ont été testés en configuration de traction et de flexion trois points. Les sollicitations pour les deux cas étaient en cisaillement. En traction les efforts sont mixtes et ne permettent pas de calculer une contrainte. En flexion la contrainte de cisaillement  $\tau$  est inhomogène sur la largeur et la longueur caractérisée mais une valeur moyenne  $\tau_{\text{moyen}}$  a pu être extraite. La comparaison entre toutes les conditions de soudage n'a révélé aucune combinaison optimale de paramètres. Une procédure plus adéquate permettrait d'approfondir la caractérisation mécanique de la jonction de manière mieux appropriée. Cependant, les résultats de ces deux méthodes révèlent l'impact favorable sur la formation du  $\text{TiAl}_3$ . L'étude de la fibre neutre en flexion trois points confirme l'établissement de la continuité physique du couple par le FSW. Et la fractographie des essais de traction montre l'intermétallique comme l'élément qui assure la jonction.

Toutes les observations de la microstructure de la zone soudée sont influencées par les paramètres de soudage et par la température pendant le procédé. Parmi cela,  $\text{TiAl}_3$  est à l'origine de la cohésion de l'interface hétérogène et sa croissance est peu influencée par les conditions de soudage. Sa forme de feuillet est toujours similaire et la quantité de  $\text{TiAl}_3$  formée pendant le procédé évolue faiblement avec l'apport de chaleur. La résistance mécanique de la jonction varie aussi très peu avec  $Q^*$ , de la même manière que la croissance des intermétalliques. Cependant, par comparaison le couple 316L/5083 révèle une forte corrélation entre la température de soudage, la croissance des intermétalliques (forme et quantité) et la tenue mécanique. La tenue mécanique de la jonction hétérogène par FSLW est donc dépendante du profil de croissance et de la quantité d'intermétalliques à l'interface. Pour confirmer cette dépendance de la tenue mécanique du cordon de soudure à la croissance des aluminures, il serait intéressant de faire les mêmes travaux sur l'aluminium soudé à un autre métal.

- [1] Alain MICHEL : Pièces mécaniques soudées - Rappels et définitions. *Ed. Techniques Ingénieur*, pages 1–12, 2006.
- [2] Norme ISO : ISO/TR 581 :2005 - Soudabilité – Matériaux métalliques – Principes généraux, 2005.
- [3] Rajiv Sharan MISHRA, Partha Sarathi DE et Nilesh KUMAR : *Friction Stir Welding and Processing*. Springer International Publishing, Cham, 2014.
- [4] S. SHAWN LEE, Tae HYUNG KIM, S. JACK HU, Wayne W. CAI, Jeffrey A. ABELL et Jing-jing LI : Characterization of joint quality in ultrasonic welding of battery tabs. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 135(2):021004.1–021004.13, 2013.
- [5] C.Q. ZHANG, J.D. ROBSON et P.B. PRANGNELL : Dissimilar ultrasonic spot welding of aerospace aluminum alloy AA2139 to titanium alloy TiAl6V4. *Journal of Materials Processing Technology*, 231:382–388, 2016.
- [6] G. M. SHENG, J. W. HUANG, B. QIN, B. ZHOU, S. Y. QIU et C. LI : An experimental investigation of phase transformation superplastic diffusion bonding of titanium alloy to stainless steel. *Journal of Materials Science*, 40(24):6385–6390, 2005.
- [7] G. MAHENDRAN, V. BALASUBRAMANIAN et T. SENTHILVELAN : Developing diffusion bonding windows for joining AZ31B magnesium–AA2024 aluminium alloys. *Materials & Design*, 30(4): 1240–1244, 2009.
- [8] G. MAHENDRAN, V. BALASUBRAMANIAN et T. SENTHILVELAN : Developing diffusion bonding windows for joining AZ31B magnesium and copper alloys. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 42(7-8):689–695, 2009.
- [9] S. RAJAKUMAR et V. BALASUBRAMANIAN : Diffusion bonding of titanium and AA7075 aluminum alloy dissimilar joints—process modeling and optimization using desirability approach. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 86(1-4):1095–1112, 2016.
- [10] D.M. FRONCZEK, J. WOJEWODA-BUDKA, R. CHULIST, A. SYPIEN, A. KORNEVA, Z. SZULC, N. SCHELL et P. ZIEBA : Structural properties of Ti/Al clads manufactured by explosive welding and annealing. *Materials & Design*, 91:80–89, 2016.
- [11] I. A. BATAEV, A. A. BATAEV, V. I. MALI, D. V. PAVLYUKOVA, P. S. YARTSEV et E. D. GOLOVIN : Nucleation and growth of titanium aluminide in an explosion-welded laminate composite. *The Physics of Metals and Metallography*, 113(10):947–956, 2012.
- [12] R.N. RAOELISON, D. RACINE, Z. ZHANG, N. BUIRON, D. MARCEAU et M. RACHIK : Magnetic pulse welding : Interface of Al/Cu joint and investigation of intermetallic formation effect on the weld features. *Journal of Manufacturing Processes*, 16(4):427–434, 2014.
- [13] Haiping YU, Haiqing DANG et Yanan QIU : Interfacial microstructure of stainless steel/aluminum alloy tube lap joints fabricated via magnetic pulse welding. *Journal of Materials Processing Technology*, 250:297–303, 2017.
- [14] M.-N. AVETTAND-FÈNOËL, G. RACINEUX, L. DEBEUGNY et R. TAILLARD : Microstructural characterization and mechanical performance of an AA2024 aluminium alloy — Pure copper joint obtained by linear friction welding. *Materials & Design*, 98:305–318, 2016.
- [15] C. H. MURALIMOHAN, V. MUTHUPANDI et K. SIVAPRASAD : The influence of aluminium intermediate layer in dissimilar friction welds. *International Journal of Materials Research*, 105(4):350–357, 2014.

- [16] W. M. THOMAS, E. D. NICHOLAS, J. C. NEEDHAM, M. G. MURCH, P. TEMPLE-SMITH et C. J. DAWES : Friction stir butt welding. *Brevet (GB) no.9125978*: 8, 1991.
- [17] P. L. THREADGILL : Terminology in friction stir welding. *Science and Technology of Welding and Joining*, 12(4):357–360, 2007.
- [18] W. M. THOMAS, P. L. THREADGILL et E. D. NICHOLAS : The feasibility of friction stir welding steel. *Science and Technology of Welding and Joining*, 4(6):365–372, 1999.
- [19] C. J. DAWES et W. M. THOMAS : Friction stir process welds aluminium alloys : The process produces low-distortion, high-quality, low-cost welds on aluminium. *Welding Journal*, 75(3): 41–45, 1996.
- [20] T. J. LIENERT, W. L. STELLWAG JR, B. B. GRIMMETT et R. W. WARKE : Friction stir welding studies on mild steel. *Welding Journal – New-York*, 82(1):1–S–9–S, 2003.
- [21] Anthony P. REYNOLDS : Visualisation of material flow in autogenous friction stir welds. *Science and technology of welding and joining*, 5(2):120–124, 2000.
- [22] Mitsuhiro WATANABE, Keyan FENG, Yoshio NAKAMURA et Shinji KUMAI : Growth manner of intermetallic compound layer produced at welding interface of friction stir spot welded aluminum/steel lap joint. *Materials transactions*, 52(5):953–959, 2011.
- [23] G. BUFFA, J. HUA, R. SHIVPURI et L. FRATINI : A continuum based FEM model for friction stir welding—model development. *Materials Science and Engineering : A*, 419(1-2):389–396, 2006.
- [24] William J. ARBEGAST : Ch. 13 - Application of friction stir welding and related technologies. *In Friction Stir Welding and Processing*, pages 273–308. ASM International, asm international édition, 2007.
- [25] M GUERRA, C SCHMIDT, J.C MCCLURE, L.E MURR et A.C NUNES : Flow patterns during friction stir welding. *Materials Characterization*, 49(2):95–101, 2002.
- [26] K. COLLIGAN : Material flow behavior during friction welding of aluminum. *Welding Journal*, 75(7):229s–237s, 1999.
- [27] J. H. OUYANG et R. KOVACEVIC : Material flow and microstructure in the friction stir butt welds of the same and dissimilar aluminum alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 11(1):51–63, 2002.
- [28] S. XU, Xiaomin DENG, Anthony P. REYNOLDS et T. U. SEIDEL : Finite element simulation of material flow in friction stir welding. *Science and Technology of Welding and Joining*, 6(3):191–193, 2001.
- [29] H. SCHMIDT, J. HATTEL et J. WERT : Analytical model for the heat generation in friction stir welding. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 12(1):143–157, 2003.
- [30] G. G. ROY, R. NANDAN et T. DEBROY : Dimensionless correlation to estimate peak temperature during friction stir welding. *Science and Technology of Welding and Joining*, 11(5):606–608, 2006.
- [31] R NANDAN, T DEBROY et H BHADSHIA : Recent advances in friction-stir welding – Process, weldment structure and properties. *Progress in Materials Science*, 53(6):980–1023, 2008.
- [32] William J. ARBEGAST et P. J. HARTLEY : Friction stir weld technology development at Lockheed Martin Michoud space systems—An overview. *In Proceeding - The Fifth International Conference on Trends in Welding Research*, pages 558–562, Pine Mountain, GA, US, 1998.
- [33] R.S. MISHRA et Z.Y. MA : Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 50(1-2):1–78, 2005.
- [34] A. GHAZI, A. IMAD, B. BOUCHOUICHA et M. MAZARI : Influence des paramètres du procédé de soudage par friction malaxage (FSW) sur les propriétés mécaniques des assemblages. *In 12ème congrès de Mécanique*, pages 1–3, Casablanca (Maroc), 2015.

- [35] H S. CARSLAW et J C. JAEGER : *Conduction of Heat in Solids*. Oxford University Press, England, 2nde édition, 1959.
- [36] K. N. KRISHNAN : On the formation of onion rings in friction stir welds. *Materials science and engineering : A*, 327(2):246–251, 2002.
- [37] C. DALLE DONNE et Gerhard BIALLAS : Fatigue and fracture performance of friction stir welded 2024-T3 joints. In *Proceedings : European Conference on Spacecraft Structure*, pages 309–314, Braunschweig, Germany, 1998.
- [38] R.S. MISHRA, Murray W. MAHONEY, S.X. MCFADDEN, N.A. MARA et A.K. MUKHERJEE : High strain rate superplasticity in friction stir processes 7075 Al alloy. *Scripta Materialia*, 42:163–168, 2000.
- [39] Y KWON : Mechanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process. *Scripta Materialia*, 49(8):785–789, 2003.
- [40] E. O. HALL : The deformation and ageing of mild steel : II characteristics of the lüders deformation. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64(9):747–753, 1951.
- [41] N.J. PETCH : The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 174:25–28, 1953.
- [42] Indrajit CHARIT, Rajiv S. MISHRA et Murray W. MAHONEY : Multi-sheet structures in 7475 aluminum by friction stir welding in concert with post-weld superplastic forming. *Scripta Materialia*, 47(9):631–636, 2002.
- [43] Sa BENAVIDES, Ya LI, LEa MURR, Da BROWN et JCa MCCLURE : Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum. *Scripta materialia*, 41(8):809–815, 1999.
- [44] M. WADE et A. P. REYNOLDS : Friction stir weld nugget temperature asymmetry. *Science and Technology of Welding and Joining*, 15(1):64–69, 2010.
- [45] Hanadi G. SALEM, Anthony P. REYNOLDS et Jed S. LYONS : Microstructure and retention of superplasticity of friction stir welded superplastic 2095 sheet. *Scripta Materialia*, 46:337–342, 2002.
- [46] N. SAITO, I. SHIGEMATSU, T. KOMAYA, T. TAMAKI, G. YAMAUCHI et M. NAKAMURA : Grain refinement of 1050 aluminum alloy by friction stir processing. *Journal of materials science letters*, 20(20):1913–1915, 2001.
- [47] Beate HEINZ et Birgit SKROTZKI : Characterization of a friction-stir-welded aluminum alloy 6013. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 33(3):489–498, 2002.
- [48] William J. ARBEGAST : A flow-partitioned deformation zone model for defect formation during friction stir welding. *Scripta Materialia*, 58(5):372–376, 2008.
- [49] Y. MORISADA, T. IMAIZUMI et H. FUJII : Clarification of material flow and defect formation during friction stir welding. *Science and Technology of Welding and Joining*, 20(2):130–137, 2015.
- [50] Ravi RANJAN, Aaquib Reza KHAN, Chirag PARIKH, Rahul JAIN, Raju Prasad MAHTO, Sri-kanta PAL, Surjya K. PAL et Debashish CHAKRAVARTY : Classification and identification of surface defects in friction stir welding : An image processing approach. *Journal of Manufacturing Processes*, 22:237–253, 2016.
- [51] Sandra ZIMMER : *Contribution à l'industrialisation Du Soudage Par Friction Malaxage*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2009.
- [52] Y.G. KIM, H. FUJII, T. TSUMURA, T. KOMAZAKI et K. NAKATA : Three defect types in friction stir welding of aluminum die casting alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 415(1-2):250–254, 2006.
- [53] Noor Zaman KHAN, Arshad Noor SIDDIQUEE, Zahid A. KHAN et Suha K. SHIHAB : Investigations on tunneling and kissing bond defects in FSW joints for dissimilar aluminum alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 648:360–367, 2015.

- [54] Huijie LIU, Yanying HU, Yaoxing PENG, Chao DOU et Zhiguo WANG : The effect of interface defect on mechanical properties and its formation mechanism in friction stir lap welded joints of aluminum alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 238:244–254, 2016.
- [55] S. W. KALLEE : Ch. 5 - Industrial applications of friction Stir welding. In Daniela LOHWASSER et Chen ZHAN, éditeurs : *Friction Stir Welding – From Basics to Applications*, pages 118–163. Woodhead Publication, 2010.
- [56] Ulrike DRESSLER, Gerhard BIALLAS et Ulises ALFARO MERCADO : Friction stir welding of titanium alloy TiAl6V4 to aluminium alloy AA2024-T3. *Materials Science and Engineering : A*, 526(1-2):113–117, 2009.
- [57] W.M. THOMAS et E.D. NICHOLAS : Friction stir welding for the transportation industries. *Materials & Design*, 18(4-6):269–273, 1997.
- [58] H. ZHANG, S.B. LIN, L. WU, J.C. FENG et Sh.L. MA : Defects formation procedure and mathematic model for defect free friction stir welding of magnesium alloy. *Materials & Design*, 27(9):805–809, 2006.
- [59] P. L. THREADGILL, A. J. LEONARD, H. R. SHERCLIFF et P. J. WITHERS : Friction stir welding of aluminium alloys. *International Materials Reviews*, 54(2):49–93, 2009.
- [60] Christina BONNINGTON : The tech behind apple’s impossibly thin new iMacs. <https://www.wired.com/2012/10/imac-tech/>, 2012.
- [61] T. DEBROY, A. DE, H. K. D. H. BHADOSHIA, V. D. MANVATKAR et A. ARORA : Tool durability maps for friction stir welding of an aluminium alloy. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 468(2147):3552–3570, 2012.
- [62] Marion GIRARD, Bertrand HUNEAU, Cécile GENEVOIS, Xavier SAUVAGE et Guillaume RACINEUX : Friction stir diffusion bonding of dissimilar metals. *Science and Technology of Welding & Joining*, 15(8):661–665, 2010.
- [63] C. GENEVOIS, M. GIRARD, B. HUNEAU, X. SAUVAGE et G. RACINEUX : Interfacial Reaction during Friction Stir Welding of Al and Cu. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(8):2290–2295, 2011.
- [64] Pooya POURAHMAD et Mehrdad ABBASI : Materials flow and phase transformation in friction stir welding of Al 6013/Mg. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 23(5):1253–1261, 2013.
- [65] Marie-Noëlle AVETTAND-FÈNOËL et Aude SIMAR : A review about Friction Stir Welding of metal matrix composites. *Materials Characterization*, 120:1–17, 2016.
- [66] A. IBRAHIM, R.S. LIMA, C.C. BERNDT et B.R. MARPLE : Fatigue and mechanical properties of nanostructured and conventional titania (TiO<sub>2</sub>) thermal spray coatings. *Surface and Coatings Technology*, 201(16-17):7589–7596, 2007.
- [67] AWS : *Structural Welding Code - Titanium*. American Welding Society, 1 édition, 2007.
- [68] Matthew J. DONACHIE : *Titanium : A Technical Guide*. ASM, Materials Park, Ohio, 1 édition, 1988.
- [69] M. J. RUSSELL, C. BLIGNAULT, N. L. HORREX et C. S. WIESNER : Recent developments in the Friction Stir Welding of titanium alloys. *Welding in the World*, 52(9-10):12–15, 2008.
- [70] Won-Bae LEE, Chang-Young LEE, Woong-Seong CHANG, Yun-Mo YEON et Seung-Boo JUNG : Microstructural investigation of friction stir welded pure titanium. *Materials Letters*, 59(26):3315–3318, 2005.
- [71] Nan XU, Qining SONG, Yefeng BAO, Yongfeng JIANG, Jun SHEN et Xia CAO : Twinning-induced mechanical properties’ modification of CP-Ti by friction stir welding associated with simultaneous backward cooling. *Science and Technology of Welding and Joining*, 22(7):610–616, 2017.

- [72] Kapil GANGWAR et M. RAMULU : Friction stir welding of titanium alloys : A review. *Materials & Design*, 141:230–255, 2018.
- [73] Stephen C. CARNIGLIA et Gordon L. BARNA : Ch.8 - The working refractory product line - Classification of working refractories. In *Handbook of Industrial Refractories Technology. Principles, Types, Properties and Applications*, pages 271–305. Noyes Publications, 2<sup>e</sup> édition, 1992.
- [74] S. K. TIWARI, Dinesh Kumar SHUKLA et R. CHANDRA : Friction stir welding of aluminum alloys : A review. *International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering*, 7(12):2403–2408, 2013.
- [75] M.S. KENEVISI, S.M. MOUSAVI KHOIE et M. ALAEI : Microstructural evaluation and mechanical properties of the diffusion bonded Al/Ti alloys joint. *Mechanics of Materials*, 64:69–75, 2013.
- [76] Woong H. SOHN, Ha H. BONG et Soon H. HONG : Microstructure and bonding mechanism of Al/Ti bonded joint using Al–10Si–1Mg filler metal. *Materials Science and Engineering : A*, 355(1-2):231–240, 2003.
- [77] A. WINIOWSKI et D. MAJEWSKI : Braze Welding TIG of Titanium and Aluminium Alloy Type Al – Mg. *Archives of Metallurgy and Materials*, 61(1):133–142, 2016.
- [78] C. BOUCHER : *L'aluminium et Ses Alliages : Soudabilité, Métallurgie Du Soudage*. Institut de Soudure. Publications du soudage et de ses applications, 2000.
- [79] Christoph LEYENS et Manfred PETERS : Ch. 1 - Structure and properties of titanium and titanium alloys. In *Titanium and Titanium Alloys : Fundamentals and Applications*, pages 1–36. Wiley-VCH, Weinheim, 2<sup>de</sup> réimp., 1<sup>e</sup> édition, 2005.
- [80] Altaf HUSSAIN, Salman MEHMOOD, Nasir RASOOL, Neng LI et C. C. DHARMAWARDHANA : Electronic Structure, Mechanical and Optical Properties of TiAl<sub>3</sub> (L12 & D022) via First-Principles Calculations. *Chinese Journal Of Physics*, 54(1), 2016.
- [81] F.J.J. VAN LOO et G.D. RIECK : Diffusion in the titanium-aluminium system—I. Interdiffusion between solid Al and Ti or Ti-Al alloys. *Acta Metallurgica*, 21(1):61–71, 1973.
- [82] F.J.J. VAN LOO et G.D. RIECK : Diffusion in the titanium-aluminium system-II. Interdiffusion in the composition range between 25 and 100 at.% Ti\*. *Acta Metallurgica*, 21:73–84, 1973.
- [83] Y. MISHIN et Chr. HERZIG : Diffusion in the Ti–Al system. *Acta Materialia*, 48(3):589–623, 2000.
- [84] Adrian P MOURITZ : Titanium alloys for aerospace structures and engines. In *Introduction to Aerospace Materials*, page 636. Amer Inst of Aeronautics, 2012.
- [85] Daria V. LAZURENKO, Ivan A. BATAEV, Iliia S. LAPTEV, Alexey A. RUKTUEV, Iulia N. MALIUTINA, Mikhail G. GOLKOVSKY et Anatoly A. BATAEV : Formation of Ti-Al intermetallics on a surface of titanium by non-vacuum electron beam treatment. *Materials Characterization*, 134:202–212, 2017.
- [86] Y. ZHANG, H. LI et K. ZHANG : Investigation of the laser melting deposited TiAl intermetallic alloy on Titanium alloy. *Advanced Materials Research*, 146-147:1638–1641, 2011.
- [87] S MRIDHA, H. S ONG, L. S POH et P CHEANG : Intermetallic coatings produced by TIG surface melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 113(1):516–520, 2001.
- [88] Baogang GUO, Jiansong ZHOU, Shitang ZHANG, Huidi ZHOU, Yuping PU et Jianmin CHEN : Phase composition and tribological properties of Ti–Al coatings produced on pure Ti by laser cladding. *Applied Surface Science*, 253(24):9301–9310, 2007.
- [89] Yang LIU, Dongpo WANG, Caiyan DENG, Lixing HUO, Lijun WANG et Rui FANG : Novel method to fabricate Ti–Al intermetallic compound coatings on Ti–6Al–4V alloy by combined ultrasonic impact treatment and electrospark deposition. *Journal of Alloys and Compounds*, 628:208–212, 2015.

- [90] J. CIZEK, O. MAN, P. ROUPCOVA, K. LOKE et I. DLOUHY : Oxidation performance of cold spray Ti–Al barrier coated  $\gamma$ -TiAl intermetallic substrates. *Surface and Coatings Technology*, 268:85–89, 2015.
- [91] Masao MIYAKE, Seiya TAJIKARA et Tetsuji HIRATO : Fabrication of TiAl<sub>3</sub> coating on TiAl-based alloy by Al electrodeposition from dimethylsulfone bath and subsequent annealing. *Surface and Coatings Technology*, 205(21):5141–5146, 2011.
- [92] Y.C. CHEN et K. NAKATA : Microstructural characterization and mechanical properties in friction stir welding of aluminum and titanium dissimilar alloys. *Materials & Design*, 30(3): 469–474, 2009.
- [93] Yanni WEI, Jinglong LI, Jiangtao XIONG, Fu HUANG, Fusheng ZHANG et Syed Hamid RAZA : Joining aluminum to titanium alloy by friction stir lap welding with cutting pin. *Materials Characterization*, 71:1–5, 2012.
- [94] Yuhua CHEN, Wenming CAO, Shuhan LI, Chao CHEN et Jilin XIE : Microstructure and mechanical Properties of friction stir weld of dissimilar Ti-6Al-4V titanium alloy to AA2024 aluminum alloy. In Shanben CHEN, Yuming ZHANG et Zhili FENG, éditeurs : *Transactions on Intelligent Welding Manufacturing*, pages 153–162. Springer Singapore, Singapore, 2018.
- [95] Yongxian HUANG, Zongliang LV, Long WAN, Junjun SHEN et Jorge F. DOS SANTOS : A new method of hybrid friction stir welding assisted by friction surfacing for joining dissimilar Ti/Al alloy. *Materials Letters*, 207:172–175, 2017.
- [96] Shuhai CHEN, Liqun LI, Yanbin CHEN et Jihua HUANG : Joining mechanism of Ti/Al dissimilar alloys during laser welding-brazing process. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(3):891–898, 2011.
- [97] Rajiv S. MISHRA et Murray W. MAHONEY, éditeurs. *Friction Stir Welding and Processing*. ASM International, 2007.
- [98] Yu. V. MILMAN, D.B. MIRACLE, S.I. CHUGUNOVA, I.V. VOSKOBOINIK, N.P. KORZHOVA, T.N. LEGKAYA et Yu.N. PODREZOV : Mechanical behaviour of Al<sub>3</sub>Ti intermetallic and L1\_{2} phase on its basis. *Intermetallics*, 9:839–845, 2001.
- [99] Hai HU, Xiaozhi WU, Rui WANG, Zhihong JIA, Weiguo LI et Qing LIU : Structural stability, mechanical properties and stacking fault energies of TiAl<sub>3</sub> alloyed with Zn, Cu, Ag : First-principles study. *Journal of Alloys and Compounds*, 666:185–196, 2016.
- [100] Weiping CHEN, Huaqiang XIAO, Zhiqiang FU, Sicong FANG et Dezhi ZHU : Reactive hot pressing and mechanical properties of TiAl<sub>3</sub>/Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in situ composite. *Materials & Design*, 49:929–934, 2013.
- [101] T. J. LIENERT : Ch. 7 - Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Welded Titanium Alloys. In Rajiv S. MISHRA et Murray W. MAHONEY, éditeurs : *Friction Stir Welding and Processing*, pages 123–154. ASM International, 2007.
- [102] Markus KRUTZLINGER, Roland MARSTATT, Sahin SUENGER, Johannes LUDERSCHMID, Michael Friedrich ZAEH et Ferdinand HAIDER : Formation of Joining Mechanisms in Friction Stir Welded Dissimilar Al-Ti Lap Joints. *Advanced Materials Research*, 966-967:510–520, 2014.
- [103] Z.W. CHEN et S. YAZDANIAN : Microstructures in interface region and mechanical behaviours of friction stir lap Al6060 to Ti–6Al–4V welds. *Materials Science and Engineering : A*, 634:37–45, 2015.
- [104] Z. W. CHEN, S. YAZDANIAN et G. LITTLEFAIR : Effects of tool positioning on joint interface microstructure and fracture strength of friction stir lap Al-to-steel welds. *Journal of Materials Science*, 48(6):2624–2634, 2013.
- [105] Yu-hua CHEN, Quan NI et Li-ming KE : Interface characteristic of friction stir welding lap joints of Ti/Al dissimilar alloys. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(2):299–304, 2012.



- [106] David R. LIDE : *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC press, 84ème édition, 2003.
- [107] Yves COMBRES : Propriétés du titane et de ses alliages. *Ed. Techniques Ingénieur*, pages 1–16, 2010.
- [108] Christoph LEYENS et Manfred PETERS : *Titanium and Titanium Alloys : Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons, 2006.
- [109] A. SCIALPI, M. DE GIORGI, L.A.C. DE FILIPPIS, R. NOBILE et F.W. PANELLA : Mechanical analysis of ultra-thin friction stir welding joined sheets with dissimilar and similar materials. *Materials & Design*, 29(5):928–936, 2008.
- [110] H. BISADI, M. TOUR et A. TAVAKOLI : The influence of process parameters on microstructure and mechanical properties of friction stir welded Al 5083 Alloy lap joint. *American journal of Materials science*, 1(2):93–97, 2011.
- [111] Y.N WANG et J.C HUANG : Texture analysis in hexagonal materials. *Materials Chemistry and Physics*, 81(1):11–26, 2003.
- [112] K. J. KIM, S.-T. WON et J.-H. PARK : Texture analysis of 5182 aluminum alloy sheets for improved drawability by rolling process. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 43(5): 373–378, 2012.
- [113] Valerie RANDLE : The coincidence site lattice and the ‘sigma enigma’. *Materials Characterization*, 47(5):411–416, 2001.
- [114] Shao-Ju SHIH, Myung-Beom PARK et David JH COCKAYNE : The interpretation of indexing of high  $\Sigma$  CSL grain boundaries from ceramics. *Journal of microscopy*, 227(3):309–314, 2007.
- [115] David M SAYLOR, Bassem S EL DASHER, Anthony D ROLLETT et Gregory S ROHRER : Distribution of grain boundaries in aluminum as a function of five macroscopic parameters. *Acta Materialia*, 52(12):3649–3655, 2004.
- [116] T. NOVOSELOVA, P. FOX, R. MORGAN et W. O’NEILL : Experimental study of titanium/aluminium deposits produced by cold gas dynamic spray. *Surface and Coatings Technology*, 200(8):2775–2783, 2006.
- [117] ASTM E8 / E8M-16A : Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, 2016.
- [118] J. BÉNARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT : *Métallurgie Générale*. Masson, 2 édition, 1984.
- [119] Zhen ZHANG, David LUNT, Hamidreza ABDOLVAND, Angus J. WILKINSON, Michael PREUSS et Fionn P.E. DUNNE : Quantitative investigation of micro slip and localization in polycrystalline materials under uniaxial tension. *International Journal of Plasticity*, 2018.
- [120] A. ELREFAEY, M. GOUDA, M. TAKAHASHI et K. IKEUCHI : Characterization of Aluminum/Steel Lap Joint by Friction Stir Welding. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 14(1):10–17, 2005.
- [121] Bo LI, Zhenhua ZHANG, Yifu SHEN, Weiye HU et Lei LUO : Dissimilar friction stir welding of Ti–6Al–4V alloy and aluminum alloy employing a modified butt joint configuration : Influences of process variables on the weld interfaces and tensile properties. *Materials & Design*, 53:838–848, 2014.
- [122] Genichi TAGUCHI, Subir CHOWDHURY et Wu YUIN : *Taguchi’s Quality Engineering Handbook*. Shin Taguchi and Hiroshi Yano, 1 édition, 2005.
- [123] Florent PICOT, Antoine GUEYDAN, Mayerling MARTINEZ, Florent MOISY et Eric HUG : A Correlation between the Ultimate Shear Stress and the Thickness Affected by Intermetallic Compounds in Friction Stir Welding of Dissimilar Aluminum Alloy–Stainless Steel Joints. *Metals*, 8(3):179, 2018.

- [124] R. PRETORIUS, A. M. VREDENBERG, F. W. SARIS et R. DE REUS : Prediction of phase formation sequence and phase stability in binary metal-aluminum thin-film systems using the effective heat of formation rule. *Journal of applied physics*, 70(7):3636–3646, 1991.
- [125] K. LIU, X.P. LI, M. RAHMAN et X.D. LIU : CBN tool wear in ductile cutting of tungsten carbide. *Wear*, 255(7-12):1344–1351, 2003.
- [126] J.E. JENSEN, R.G. STEWART et H. BRECHNA : Sections XIV -Density. In *Brookhaven National Laboratory Selected Cryogenic Data Notebook*, volume II. Brookhaven National Laboratory, New-York, 1980.
- [127] Edgar H. BUYCO et Fred E. DAVIS : Specific heat of aluminum from zero to its melting temperature and beyond. Equation for representation of the specific heat of solids. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 15(4):518–523, 1970.
- [128] John Gilbert KAUFMAN : *Properties of Aluminum Alloys : Tensile, Creep, and Fatigue Data at High and Low Temperatures*. ASM international, 1999.
- [129] V. V. SHTEFAN, B. I. BAIRACHNYI, G. V. LISACHUK, O. Yu. SMYRNOVA, V. A. ZUYOK, R. O. RUD' et O. V. VORONINA : Corrosion of Aluminum in Contact with Oxidized Titanium and Zirconium. *Materials Science*, 51(5):711–718, 2016.
- [130] U. R. KATTNER, J.-C. LIN et Y. A. CHANG : Thermodynamic assessment and calculation of the Ti-Al system. *Metallurgical Transactions A*, 23(8):2081–2090, 1992.
- [131] L. XU, Y.Y. CUI, Y.L. HAO et R. YANG : Growth of intermetallic layer in multi-laminated Ti/Al diffusion couples. *Materials Science and Engineering : A*, 435-436:638–647, 2006.
- [132] Antoine GUEYDAN, Bernadette DOMENGÈS et Eric HUG : Study of the intermetallic growth in copper-clad aluminum wires after thermal aging. *Intermetallics*, 50:34–42, 2014.
- [133] T MATSUBARA, T SHIBUTANI, K UENISHI et K. F KOBAYASHI : Fabrication of a thick surface layer of Al<sub>3</sub>Ti on Ti substrate by reactive-pulsed electric current sintering. *Intermetallics*, 8(7):815–822, 2000.
- [134] M. Z. H. KHANDKAR, J. A. KHAN et A. P. REYNOLDS : Prediction of temperature distribution and thermal history during friction stir welding : Input torque based model. *Science and Technology of Welding and Joining*, 8(3):165–174, 2003.
- [135] T. SHINODA, Y. KATSURAGI et K. TANI : Simplified temperature measurement system at tool tip and shoulder during FSW and Spot FSW. In *Proceedings of the 1st International Joint Symposium on Joining and Welding*, pages 173–176. Elsevier, 2014.
- [136] W. TANG, X. GUO, J. C. MCCLURE, L. E. MURR et A. NUNES : Heat Input and Temperature Distribution in Friction Stir Welding. *Journal of Materials Processing & Manufacturing Science*, 7(2):163–172, 1998.
- [137] J.C HUANG, I.C HSIAO, T.D WANG et B.Y LOU : Ebsd study on grain boundary characteristics in fine-grained Al alloys. *Scripta Materialia*, 43(3):213–220, 2000.
- [138] A. DHAL, S.K. PANIGRAHI et M.S. SHUNMUGAM : Insight into the microstructural evolution during cryo-severe plastic deformation and post-deformation annealing of aluminum and its alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 726:1205–1219, 2017.
- [139] L. H. LIU, J. H. CHEN, T. W. FAN, Z. R. LIU, Y. ZHANG et D. W. YUAN : The possibilities to lower the stacking fault energies of aluminum materials investigated by first-principles energy calculations. *Computational Materials Science*, 108:136–146, 2015.
- [140] Qing LIU et Niels HANSEN : Geometrically necessary boundaries and incidental dislocation boundaries formed during cold deformation. *Scripta metallurgica et materialia*, 32(8):1289–1295, 1995.
- [141] James C. M. LI : Possibility of Subgrain Rotation during Recrystallization. *Journal of Applied Physics*, 33(10):2958–2965, 1962.

## BIBLIOGRAPHIE

---

- [142] Raghuram Karthik DESU, Hansoge NITIN KRISHNAMURTHY, Aditya BALU, Amit Kumar GUPTA et Swadesh Kumar SINGH : Mechanical properties of Austenitic Stainless Steel 304L and 316L at elevated temperatures. *Journal of Materials Research and Technology*, 5(1):13–20, 2016.
- [143] Kittipong KIMAPONG et Takehiko WATANABE : Lap joint of A5083 aluminum alloy and SS400 steel by friction stir welding. *Materials transactions*, 46(4):835–841, 2005.
- [144] V. N. YEREMENKO, Ya V. NATANZON et V. Io DYBKOV : The effect of dissolution on the growth of the Fe 2 Al 5 interlayer in the solid iron-liquid aluminium system. *Journal of Materials Science*, 16(7):1748–1756, 1981.
- [145] M. MOVAHEDI, A.H. KOKABI, S.M. SEYED REIHANI, H. NAJAFI, S.A. FARZADFAR, W.J. CHENG et C.J. WANG : Growth kinetics of Al–Fe intermetallic compounds during annealing treatment of friction stir lap welds. *Materials Characterization*, 90:121–126, 2014.
- [146] G. V. KIDSON : Some aspects of the growth of diffusion layers in binary systems. *Journal of Nuclear Materials*, 3(1):21–29, 1961.



# Annexes



# A

## DÉMONSTRATIONS DES CALCULS DES SOLLICITATIONS EN FLEXIONS TROIS POINTS

### 1 Montage et décomposition des éléments

Pendant la caractérisation en flexions trois points les deux matériaux sont sollicités en cisaillement et en traction/compression. On cherche à connaître les efforts les plus sévères sur la longueur  $L$  entre les deux appuis de la portée.

Pendant caractérisation du couple soudé, le titane est recouvert par l'aluminium. Les forces appliquées sur les deux matériaux sont alors différentes. En isolant les deux matériaux (Fig. A.1) il est possible de calculer les efforts de cisaillement  $F_{\max}^{\text{cis.}}$  et de traction/compression  $F_{\max}^{\text{tra.}}$  qu'ils subissent.

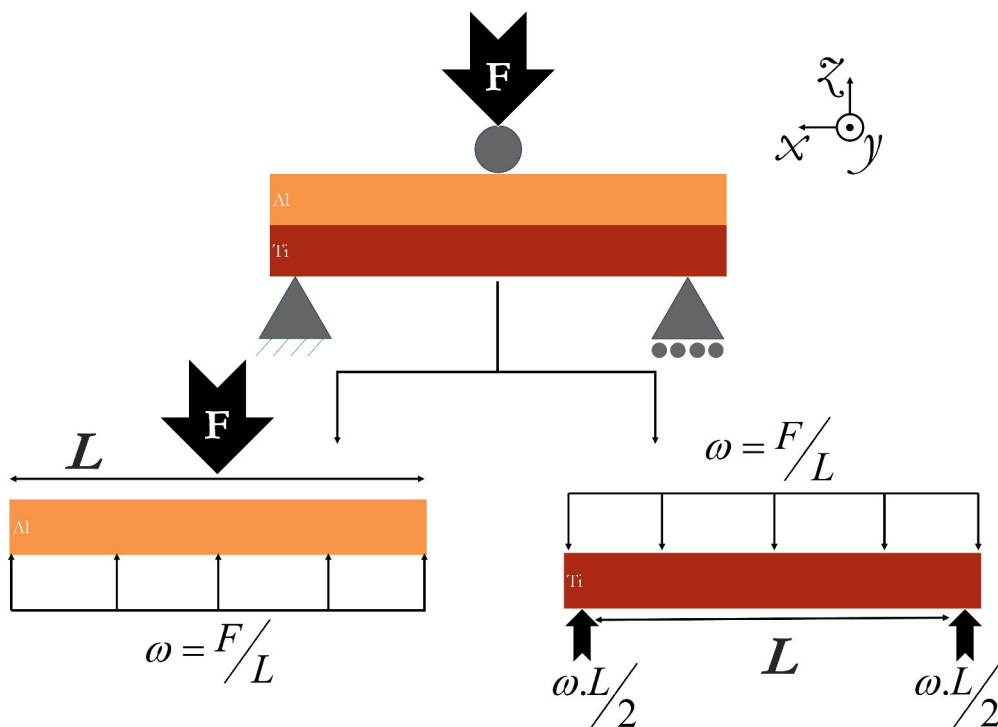


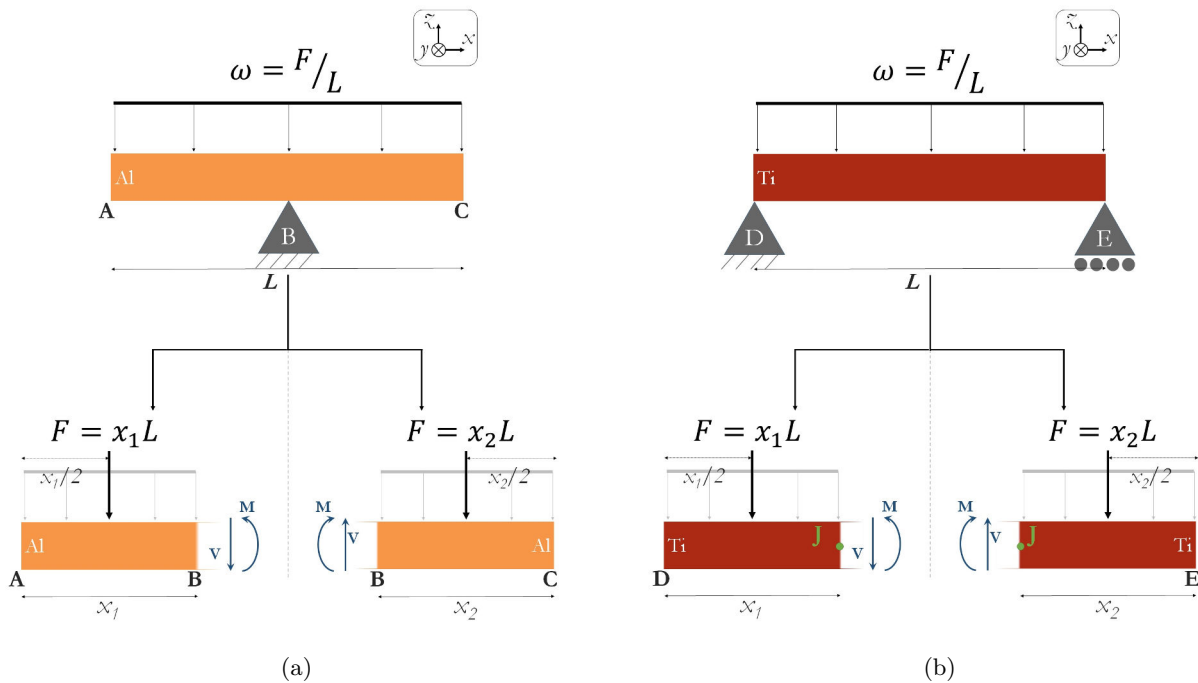
Figure A.1 – Schématisation des forces appliquées sur les deux éléments dans le système superposé.

## ANNEXE A. DÉMONSTRATIONS DES CALCULS DES SOLLICITATIONS EN FLEXIONS TROIS POINTS

La panne applique une force  $F$  en  $B$  sur l'aluminium qui repose sur une surface avec une force de réaction uniforme  $\omega$  sur toute la longueur. Pour les calculs, le système est retourné (Fig. A.2(a)) : une force uniforme  $w$  est appliquée sur une poutre qui repose sur un seul appui  $B$  au centre. La sollicitation  $\omega$  équivaut à une force  $F = \omega x$  localisée en un point au centre de la longueur considérée  $x$ .

$$\sum F_z = 0 = -\omega L + B \quad \text{donc} \quad B = \omega L = F$$

On peut assimiler le titane à une poutre soumise à une même force uniforme répartie  $\omega$  sur la surface de longueur  $L$  qui repose sur deux appuis  $D$  et  $E$  (Fig. A.2(b)).



**Figure A.2** – Décomposition des efforts de la flexion de l'ensemble. (a) Partie aluminium. (b) Partie titane.



## 2 L'aluminium

### 2.1 Calculs de $M$ et $V$

- À gauche du point  $B$  (Fig. A.2(a)) :

la somme des moments est de  $\sum M_B = 0 = M_B + M = +\omega x_1 \times \frac{x_1}{2} + M$  alors,

$$M = +\frac{\omega x_1^2}{2} \quad (\text{A.1})$$

et la somme des forces est de  $\sum F_z = 0 = F - V = -\omega x_1 - V$ , la force tranchante est exprimée par

$$V = -\omega x_1. \quad (\text{A.2})$$

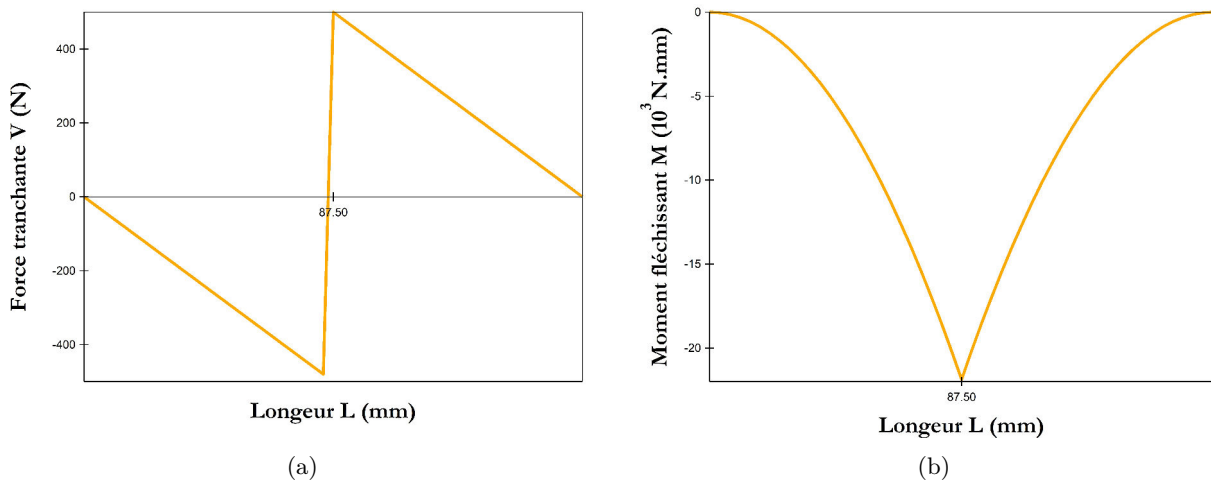
- À droite du point  $B$  (Fig. A.2(a)) :

$$M = -\frac{\omega x_2^2}{2} \quad (\text{A.3})$$

et

$$V = +\omega x_2 \quad (\text{A.4})$$

La Figure A.3 représente la valeur de la force tranchante (Fig. A.3(a)) et du moment fléchissant (Fig. A.3(b)) en fonction de la longueur  $L = 175$  mm.



**Figure A.3** – Calculs de la force tranchante et du moment fléchissant de l'aluminium à  $F = 1000$  N. (a)  $V$  et (b)  $M$ .

## 2.2 Formules des forces

- La contrainte de cisaillement s'exprime par  $\tau = \frac{V}{S}$  alors

$$\tau = \frac{\omega x_1}{bh} = \frac{F}{L} \times \frac{x_1}{bh}$$

où  $b$  est la largeur de la poutre et  $h$  sa hauteur La valeur absolue de  $V$  est la plus élevée à  $x_1 = L/2$  alors (Fig. A.3(a)),

$$F_{\max}^{\text{cis}}(\text{Al}) = 2bh \times \tau. \quad (\text{A.5})$$

- La contrainte de traction/compression est exprimée par  $\sigma = \frac{Mh}{2I}$  et  $I = \frac{bh^3}{12}$

$$\sigma = \frac{\omega x_1^2 \times h}{2 \times 2} \times \frac{12}{bh^3} = \frac{F x_1^2 h}{4L} \times \frac{12}{bh^3}.$$

Le moment fléchissant  $M$  est le plus sévère à  $x_1 = L/2$  alors (Fig. A.3(b)),

$$F_{\max}^{\text{tra.}}(\text{Al}) = \frac{4bh^2}{3L} \times \sigma. \quad (\text{A.6})$$

## 3 Le titane

### 3.1 Calculs de $M$ et $V$

- À gauche du point  $J$  (Fig. A.2(b)) :

la somme des moments en  $J$  est de  $\sum M_J = 0 = M_D + M_F + M = -\frac{\omega L x_1}{2} + \omega x_1 \times \frac{x_1}{2} + M$  alors,

$$M = +\frac{\omega}{2} \times (Lx_1 - x_1^2). \quad (\text{A.7})$$

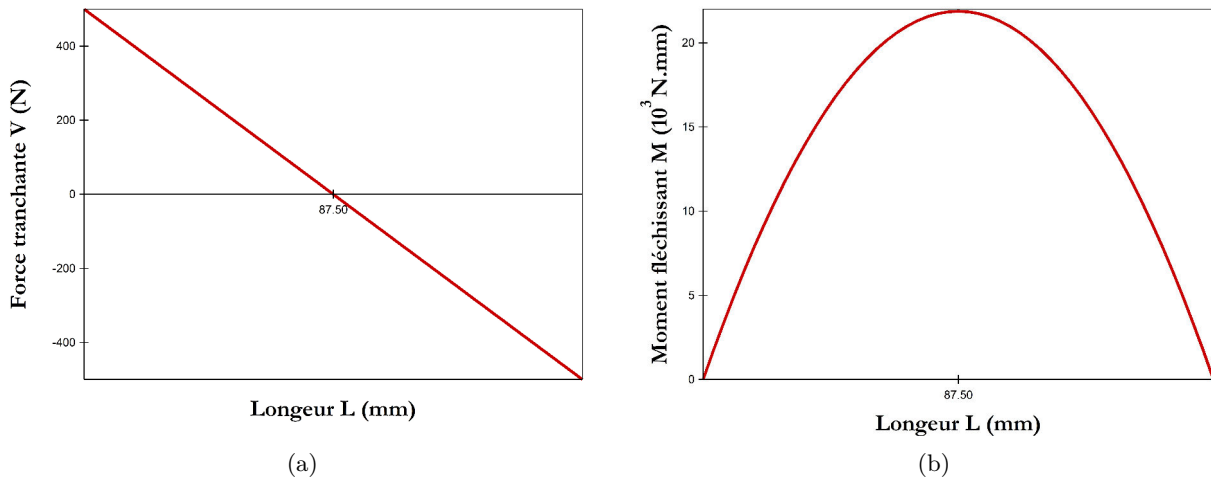
La somme des forces est de  $\sum F_z = 0 = F + F_D - V = \frac{\omega L}{2} - \omega x_1 - V$ , la force tranchante est exprimée par

$$V = +\omega \left( \frac{L}{2} - x_1 \right). \quad (\text{A.8})$$

- Par symétrie, à droite du point  $J$  :

les formules du moment fléchissant  $M$  et de la force tranchante  $V$  sont identiques (Fig. A.2(b)).

La Figure A.4 représente les valeurs de  $V$  et  $M$  en fonction de la longueur  $L$ .



**Figure A.4** – Calculs de la force tranchante et du moment fléchissant du titane à  $F = 1000$  N. (a)  $V$  et (b)  $M$ .

## 3.2 Formules des forces

- La contrainte de cisaillement s'exprime par  $\tau = \frac{V}{S}$  alors

$$\tau = \frac{\omega \left( \frac{L}{2} - x_1 \right)}{bh} = \frac{F(L/2 - x_1)}{Lbh}.$$

La valeur la plus grande de  $V$  est pour  $x_1 = 0$  alors (Fig. A.4(a)),

$$F_{\max}^{\text{cis}}(\text{Ti}) = 2bh \times \tau. \quad (\text{A.9})$$

- La contrainte de traction/compression est exprimée par  $\sigma = \frac{Mh}{2I}$  et  $I = \frac{bh^3}{12}$

$$\sigma = \frac{12h\omega}{2bh^3} \times (Lx_1 - x_1^2) = \frac{12hF}{4Lbh^3} \times (Lx_1 - x_1^2).$$

$M$  est le plus élevé à  $x_1 = L/2$  alors (Fig. A.4(b)),

$$F_{\max}^{\text{tra.}}(\text{Ti}) = \frac{4bh^2}{3L} \times \sigma. \quad (\text{A.10})$$

# B

## ESTIMATION DE $s_e$ POUR CHACUN DES MATÉRIAUX

On cherche à estimer la formule de la flèche  $s$  en fonction de la force  $F$  pour déterminer  $s_{\max}$ , la flèche où la force critique (Annexe A) est la plus sévère. Il est ensuite possible de calculer  $s_e$ , la flèche à la limite d'élasticité de chacun des matériaux. On sait que :

$$\frac{d^2z}{dx^2} = \frac{M(x)}{EI} \quad (\text{B.1})$$

avec  $M(x)$  le moment fléchissant en fonction de la position prise sur la longueur de la poutre,  $E$  le module de Young et  $I$  le moment d'inertie.

## 1 Cas de l'aluminium

L'aluminium est en contact avec la panne et recouvre le titane (Annexe A).

$$|M| = \frac{\omega x^2}{2}$$

et

$$|V| = \omega x$$

Les conditions limites choisies sont les suivantes :

- pour  $x = L/2$ ;  $z = 0$  et  $\theta = 0$
- pour  $x = 0$  ou  $x = L$ ;  $M = 0$

$z$  est la flèche et  $\theta$  est l'angle entre la fibre neutre et la tangente en  $x$  (Fig. B.1).

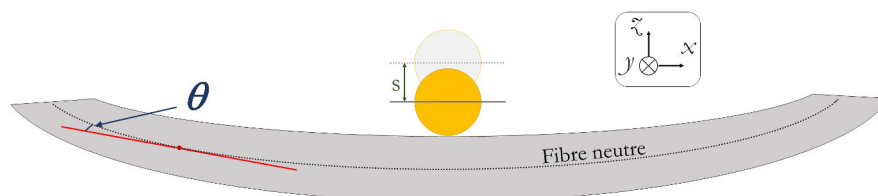


Figure B.1 – Illustration de la flexion d'une poutre.

La Figure B.2 schématise une poutre sollicitée de la même manière que l'aluminium.

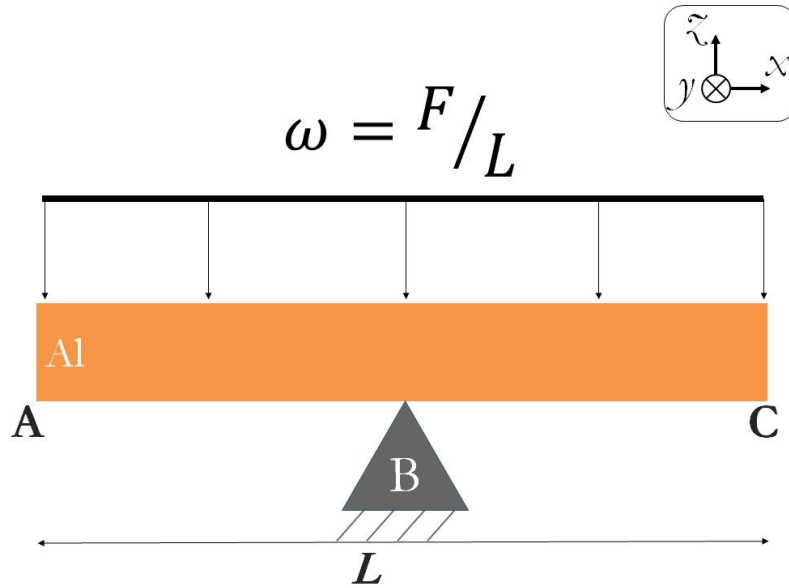


Figure B.2 – Poutre représentant l'aluminium

À gauche du point  $B$  (Fig. B.2) :

$$M = -\frac{\omega x^2}{2} \text{ pour } 0 < x < L/2.$$

Une fois le point  $B$  passé (Fig. B.2) :

$$\sum M = 0 = \frac{\omega x^2}{2} - \omega L \left( x - \frac{L}{2} \right) + M$$

$$M = +\omega Lx - \frac{\omega x^2}{2} - \frac{\omega L^2}{2} \text{ pour } L/2 < x < L.$$

## 1.1 Résolution de l'Équation B.1

À gauche du point  $B$  (Fig. B.2) :  $0 < x < L/2$

$$EI \frac{\partial^2 z_1}{\partial x^2} = M(x) = \frac{-\omega x^2}{2}$$

$$\begin{cases} EI \frac{\partial z_1}{\partial x} = EI\theta = \frac{\omega x^3}{64} + C_1 \\ EI z_1 = \frac{-\omega x^4}{24} + xC_1 + C_2 \end{cases}$$

Aux conditions limites :  $x = L/2$ ;  $z_1 = 0$  et  $\theta = 0$ .

$$EI z_1 = 0 = \frac{-\omega L^4}{384} + \frac{C_1 L}{2} + C_2 \quad (\text{B.3})$$

$$EI\theta = -\frac{\omega L^3}{48} + C_1 = 0 \quad (\text{B.4})$$

donc,

$$C_1 = \frac{\omega L^3}{48} \quad (\text{B.5})$$

Une fois le point  $B$  passé (Fig. B.2) :  $L/2 < x < L$

$$EI \frac{\partial^2 z_2}{\partial x^2} = M(x) = \omega Lx - \frac{\omega L^2}{2} - \frac{\omega x^2}{2}$$

$$\begin{cases} EI z_2 = \frac{\omega Lx^3}{6} - \frac{\omega L^2 x^2}{4} - \frac{\omega x^4}{24} + xC_3 + C_4 \\ EI \frac{\partial z_2}{\partial x} = EI\theta = \frac{\omega Lx^2}{2} - \frac{\omega L^2 x}{2} - \frac{\omega x^3}{6} + C_3 \end{cases}$$

Aux conditions limites :  $x = L/2$ ;  $z_2 = 0$  et  $\theta = 0$ .

$$z_2 = 0 = \frac{\omega L^4}{48} - \frac{\omega L^4}{16} - \frac{\omega L^4}{384} + \frac{C_3 L}{2} + C_4 \quad (\text{B.6})$$

$$\theta = 0 = \frac{\omega L^3}{8} + \frac{\omega L^3}{4} + \frac{\omega L^3}{48} + C_3 \quad (\text{B.7})$$

$$\begin{aligned} C_3 &= -\frac{\omega L^3}{8} + \frac{\omega L^3}{4} + \frac{\omega L^3}{48} \\ &= \frac{1}{48} \times (-6\omega L^3 + 12\omega L^3 + \omega L^3) \end{aligned}$$

$$C_3 = \frac{7\omega L^3}{48} \quad (\text{B.8})$$

$$\begin{aligned}
 C_2 &= \frac{\omega L^4}{384} - \frac{C_1 L}{2} \\
 &= \frac{\omega L^4}{384} - \frac{\omega L^3}{48} \times \frac{L}{2} \\
 C_2 &= -\frac{3\omega L^4}{384}
 \end{aligned} \tag{B.9}$$

$$\begin{aligned}
 C_4 &= -\frac{\omega L^4}{48} + \frac{\omega L^4}{16} + \frac{\omega L^4}{384} - \frac{C_3 L}{2} \\
 C_4 &= -\frac{11\omega L^4}{384}
 \end{aligned} \tag{B.10}$$

## 1.2 Résolution de $s_{\max}$

La valeur de  $z$  est la plus grande pour  $x = 0$  ou  $x = L$ . Dans le premier cas, à partir de l'Équation B.3

$$\begin{aligned}
 EIz &= -\frac{3\omega L^4}{384} \\
 s_{\max} = z_{\max}(A1) &= -\frac{36FL^3}{384Ebh^3}
 \end{aligned} \tag{B.11}$$



## 2 Cas du titane

Le titane est recouvert par l'aluminium et repose sur deux appuis.

$$M = \frac{\omega}{2} (Lx - x^2)$$

et

$$V = \omega (L/2 - x)$$

Les conditions limites sont les suivantes : pour  $x = 0$  ou  $x = L$  ;  $z = 0$  et  $M = 0$ .  
La Figure B.3 schématise la poutre sollicitée de la même manière que le titane.

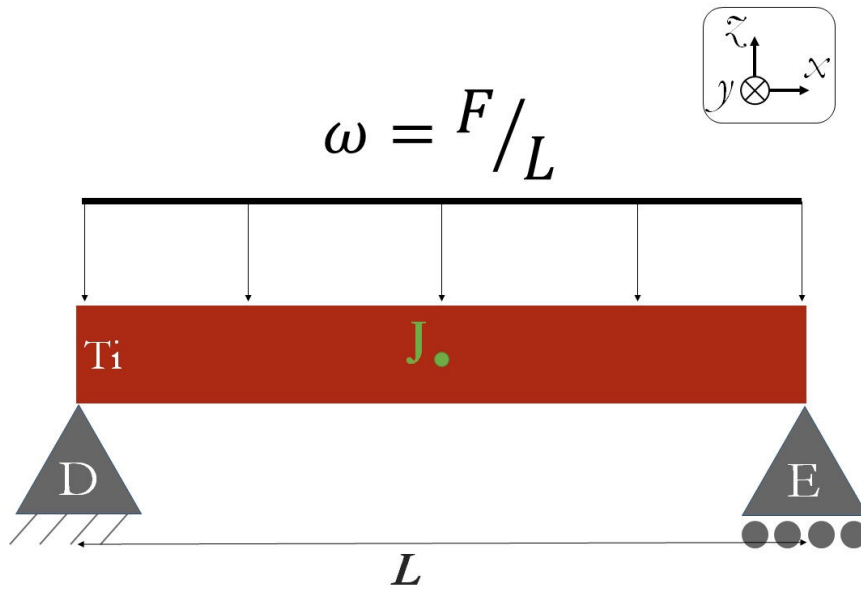


Figure B.3

### 2.1 Résolution de l'Équation B.1

Trois équation sont développées :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial^2 z}{\partial x^2} = \frac{M(x)}{EI} = \frac{\omega (Lx - x^2)}{2EI} \\ \frac{\partial z}{\partial x} = \theta = \frac{\omega Lx^2}{4EI} - \frac{\omega x^3}{6EI} + C_1 \\ z = \frac{\omega Lx^3}{12EI} - \frac{\omega x^4}{24EI} + xC_1 + C_2 \end{array} \right.$$

Pour  $x = 0$ ,  $z = 0$  et  $M = 0$

$$C_2 = 0$$

(B.12)

Pour  $x = L$ ,  $z = 0$  et  $M = 0$

$$\frac{\omega L^4}{12EI} - \frac{\omega L^4}{24EI} + LC_1 = 0$$

$$C_1 = -\frac{\omega L^3}{24EI} \quad (\text{B.13})$$

Alors,

$$\begin{cases} EI\theta = \frac{\omega Lx^2}{4} - \frac{\omega x^3}{6} - \frac{\omega L^3}{24} \\ EIz = \frac{\omega Lx^3}{12} - \frac{\omega x^4}{24} - \frac{\omega L^3x}{24} + 0 \end{cases}$$

Sur tout la longueur de la poutre  $x \in [0; L]$ ,

$$z = \frac{\omega}{24EI} (2Lx^3 - x^4 - L^3x)$$

$$z = \frac{F}{2ELbh^3} (2Lx^3 - x^4 - L^3x) \quad (\text{B.14})$$

et

$$\theta = \frac{\omega}{24EI} (6Lx^2 - 4x^3 - L^3)$$

$$\theta = \frac{F}{2ELbh^3} (6Lx - x^3 - L^3) \quad (\text{B.15})$$

## 2.2 Résolution de $s_{\max}$

La valeur de  $z$  est la plus grande pour  $x = L/2$  ( $\theta = 0$ ) et se formule à partir de l'Équation B.14.

$$z(\text{Ti}) = \frac{F}{2ELbh^3} (2Lx^3 - x^4 - L^3x)$$

$$s_{\max} = z_{\max}(\text{Ti}) = -\frac{5FL^3}{32Ebh^3} \quad (\text{B.16})$$

### 3 Estimation de $s_e$

Le Tableau B.1 résume les données pour calculer  $s_e$ . Cette valeur correspond à la flèche à laquelle le matériau entre en plasticité. La sollicitation la plus critique en flexion trois point est la traction/compression. La valeur de  $F_e^{\text{trac.}}$  est plus faible que  $F_e^{\text{cis.}}$ . Leur valeur est estimée au point de mesure sur la longueur  $x$  où  $M$  et  $V$  est sont les plus sévères.

**Tableau B.1** – Résumé des données pour les estimations en flexion trois points.

| Données   |       |      |      |      |                        |          |
|-----------|-------|------|------|------|------------------------|----------|
| Matériau  | $E$   | $L$  | $b$  | $h$  | Point critique sur $L$ |          |
|           | (GPa) | (mm) | (mm) | (mm) | M                      | V        |
| Aluminium | 46    | 175  | 15   | 2.8  | $L/2$                  | $L/2$    |
| Titane    | 116   |      |      |      | $L/2$                  | 0 ou $L$ |

| Propriétés mécaniques |          |            |                     |                     |                     |                            |
|-----------------------|----------|------------|---------------------|---------------------|---------------------|----------------------------|
| Matériau              | $\tau_e$ | $\sigma_e$ | $F_e^{\text{cis.}}$ | $F_e^{\text{tra.}}$ | Force Critique      | Formule $s_e$              |
|                       | (MPa)    | (MPa)      | (N)                 | (N)                 |                     |                            |
| Aluminium             | 25       | 77         | 225                 | 51,4                | $F_e^{\text{tra.}}$ | $-\frac{36FL^3}{384Ebh^3}$ |
| Titane                | 150      | 381        | 13 500              | 392                 | $F_e^{\text{tra.}}$ | $-\frac{5FL^3}{32Ebh^3}$   |

$$s_e(\text{Al}) = -\frac{36F_e^{\text{tra.}}L^3}{384Ebh^3} = -1,15 \text{ mm} \quad (\text{B.17})$$

$$s_e(\text{Ti}) = -\frac{5F_e^{\text{tra.}}L^3}{32Ebh^3} = -4,19 \text{ mm} \quad (\text{B.18})$$

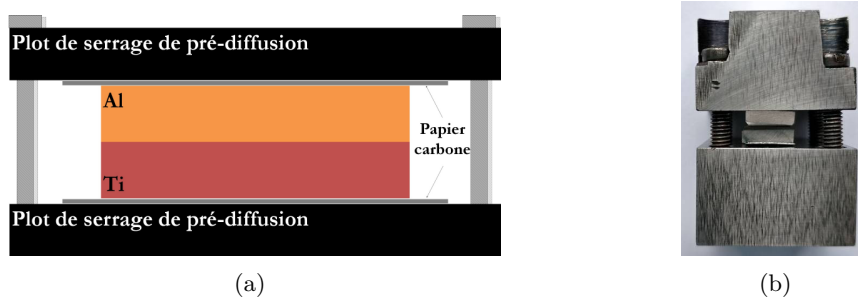
L'ensemble des deux matériaux (Al sur Ti) n'est plus entièrement en comportement élastique à partir d'un déplacement de la panne de 1,15 mm.



# C

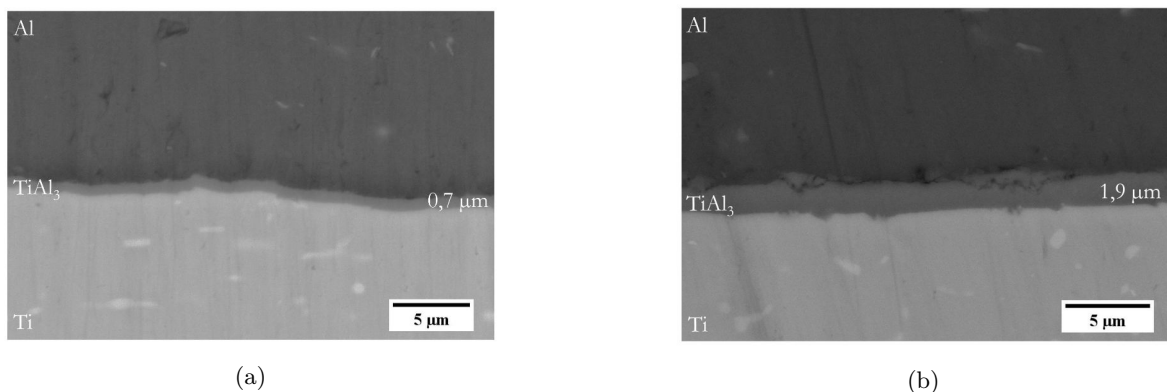
## ESSAIS DE DIFFUSION PAR CONTACT

Les essais d'interdiffusion ont été fait dans un four à vide dans chambre tubulaire en quartz et à une température entre 300 °C et 500 °C entre 48h et 7 jours. Chaque couple a d'abord été soumis à un traitement de pré-diffusion à 300°C pendant 3h serré avec quatre vis au tourne-vis dynamométrique (Fig. C.1).



**Figure C.1** – Montage de pré-diffusion pour la mesure d'interdiffusion du couple Ti - Al. (a) Schéma du plot de pré-diffusion avec annotation. (b) Photo du montage.

Une fois découpés et polis avec le même protocole que pour les ensembles soudés, les échantillons sont observés au MEB avec le détecteur ASB pour un meilleur contraste chimique. La Figure C.2 représente des sections de l'interface avec des mesures d'épaisseur de  $\text{TiAl}_3$ . À une température inférieure à 500 °C aucune croissance n'est observée. La littérature [131] à les mêmes conclusions et mesure de la diffusion solide/solide entre 500 °C et 650 °C. Les atomes de titane et d'aluminium diffusent tous les deux et majoritairement au travers des joints de grains (JdG). La vitesse de diffusion est alors dépendante de la taille de grains. Il est alors difficile d'avoir des valeurs d'énergie d'activation et l'exposant cinétique de la croissance du  $\text{TiAl}_3$  universelle à toutes les formes de Ti et Al purs.



**Figure C.2** – Interfaces d'échantillons d'interdiffusion. (a) Échantillon recuit à 500 °C pendant 48h. (b) Échantillon recuit à 500 °C pendant 7 jours.



# D

## MÉTHODE DE RÉOLUTION DE CARTOGRAPHIES D'ORIENTATION PAR TEM : ASTAR™

On peut assimiler les résultats d'analyse de l'ASTAR™ à un EBSD sous MET†. Cette technique permet elle aussi d'obtenir les informations sur l'orientation cristalline du matériau mais avec une meilleure résolution pouvant aller jusqu'à 1 nm. La préparation de l'échantillon est celle d'une lame MET. La Figure D.1 résume les étapes de la méthode. Le faisceau d'électrons condensé va venir balayer la zone souhaitée avec un diamètre et un pas définis. À chaque pas de quelques nanomètres, un cliché de diffraction est généré puis enregistré par une caméra placée en dehors de la colonne. Le logiciel va par la suite estimer l'orientation cristalline de chaque cliché de diffraction par comparaison avec une base de données.

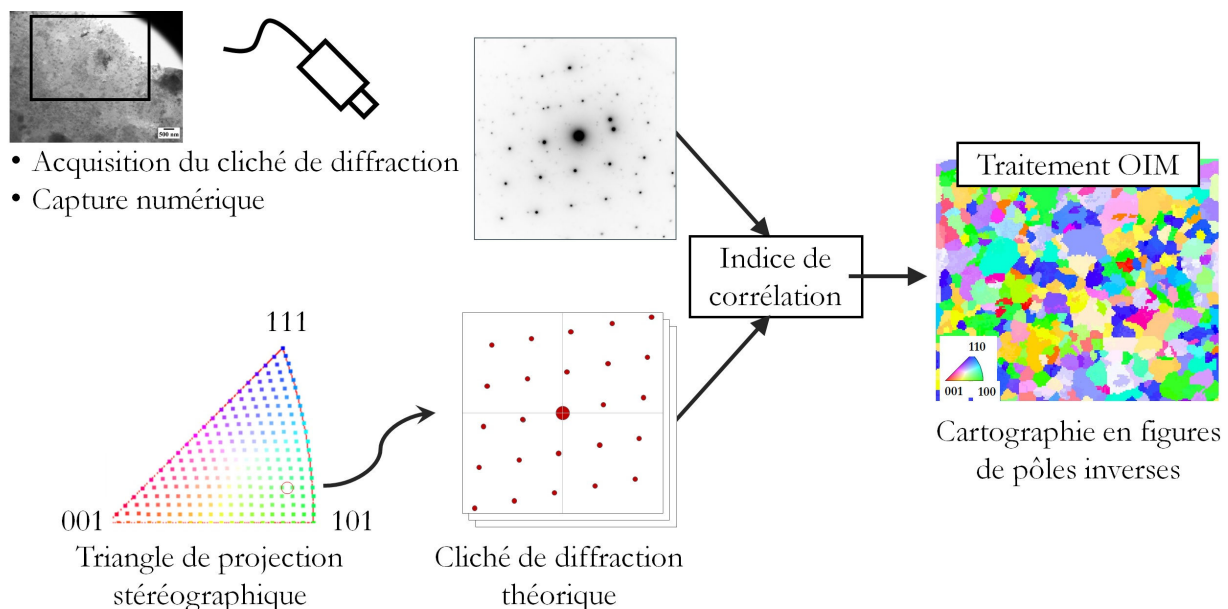


Figure D.1 – Étapes de la méthode ASTAR™.

La méthode ASTAR™ est couplée à la précession des électrons††. En DRX, les cristaux de taille nanométrique sont caractérisés par des pics de diffraction larges. Les lignes de Kikuchi apparaissent sur les clichés et réduisent la précision de mesure. La précession des électrons est la modification du faisceau incident pour le mettre en rotation autour de l'axe normal à la surface de la lame avec un angle fixé entre 0 et 50 mrad. Les tâches sont fixes et les lignes se déplacent. En moyennant les images à différentes positions autour de l'axe, les lignes sont alors confondues dans le bruit de fond et les tâches restent facilement discernables.

†. [www.nanomegas.com](http://www.nanomegas.com)

††. [nanocrystallography.research.pdx.edu/home/](http://nanocrystallography.research.pdx.edu/home/)





# Liste des tableaux

---

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 1.1  | Paramètre $\delta$ pendant le procédé FSW. . . . .  | 19  |
| 1.2  | Résumé des avantages du FSW en trois catégories. . . . .  | 27  |
| 1.3  | Comparaison des propriétés impliquées dans la soudure du couple Ti-Al. . . . .                  | 32  |
| 1.4  | Propriétés de l'intermétallique $TiAl_3$ . . . . .  | 35  |
| 2.1  | Propriétés du titane commercialement pur grade II. . . . .                                      | 43  |
| 2.2  | Composition du titane grade II (CP-Ti). . . . .   | 44  |
| 2.3  | Propriétés de l'aluminium pur AA1050-O. . . . .   | 45  |
| 2.4  | Composition de l'aluminium Al1050. . . . .  | 46  |
| 2.5  | Dureté des matériaux initiaux. . . . .  | 47  |
| 2.6  | Données DRX des matériaux initiaux. . . . .   | 55  |
| 2.7  | Caractéristiques mécaniques (vraies) du Ti Gr.II et du Al1050-O à température ambiante. . . . . | 57  |
| 2.8  | Caractéristiques mécaniques du titane en fonction de la température. . . . .                    | 62  |
| 2.9  | Caractéristiques mécaniques de l'aluminium en fonction de la température. . . . .               | 63  |
| 2.10 | Données générales de mise en œuvre de la soudure FSW de Ti-Al. . . . .                          | 68  |
| 2.11 | Résolution d'une table $L_8$ . . . . .  | 75  |
| 2.12 | Table $L_8$ . . . . .   | 75  |
| 2.13 | DoE de huit essais pour trois paramètres. . . . .   | 75  |
| 2.14 | Modalités du plan d'expériences N°1. . . . .  | 76  |
| 2.15 | Modalités du plan d'expériences N°2. . . . .  | 77  |
| 3.1  | Constantes pour le calcul de $Q^*$ . . . . .  | 84  |
| 3.2  | Résultats de traction/cisaillement en fonction des paramètres de soudage. . . . .               | 86  |
| 3.3  | Propriétés mécaniques du titane et de l'aluminium pour les calculs de flèche critique. . . . .  | 93  |
| 3.4  | Estimation de $s_e$ des matériaux du couple en flexion trois points (Annexe B). . . . .         | 94  |
| 3.5  | Caractéristiques mécaniques extraites lors de la flexion trois points de la soudure. . . . .    | 96  |
| 3.6  | Liste des paramètres pour des mesures à trois thermocouples. . . . .                            | 103 |
| 3.7  | Paramètres de mesures de température à pion fixe. . . . .                                       | 106 |
| 3.8  | Comparaison des propriétés mécaniques l'aluminium à 470 °C avec le titane à 400 °C. . . . .     | 110 |
| 3.9  | Composition atomique d'une mesure EDS sur une zone fixe. . . . .                                | 117 |
| 3.10 | Énergie de formation des composés intermétalliques du couple Ti - Al. . . . .                   | 122 |
| 3.11 | Données du modèle EHF. . . . .  | 123 |
| 3.12 | Mesure de la croissance du $TiAl_3$ sous l'interface dans le titane. . . . .                    | 126 |
| 4.1  | Comparaison Al(TA)/Ti(450 °C). . . . .  | 143 |
| 4.2  | Influences de conditions de soudages. . . . .   | 146 |
| 4.3  | Comparaisons des propriétés mécaniques entre le cp-Ti et le 316L. . . . .                       | 155 |
| 4.4  | Moyenne de la contrainte de cisaillement maximum des jonctions 316L/Al5083. . . . .             | 161 |



# Table des figures

---

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1    | "Le chien à bélière". . . . .  | 1  |
| 2    | Illustrations de la bride CF. . . . .  | 3  |
| 3    | Application du FSW à Sominex. . . . .  | 4  |
| 4    | Répartition du titane et de l'aluminium dans les avions. . . . .                           | 4  |
| 1.1  | Étapes du procédé de FSW. . . . .  | 12 |
| 1.2  | Schémas généraux de l'application de la soudure par friction malaxage. . . . .             | 12 |
| 1.3  | Exemple de géométries de pion. . . . .   | 13 |
| 1.4  | Configuration de soudure par friction malaxage. . . . .                                    | 14 |
| 1.5  | Axes et paramètres du procédé FSW. . . . .   | 15 |
| 1.6  | Vue en coupe d'une soudure Al-Al par friction malaxage. . . . .                            | 16 |
| 1.7  | Flux de matière autour du pion. . . . .  | 17 |
| 1.8  | Illustration des cercles concentriques selon les plans. . . . .                            | 21 |
| 1.9  | Illustrations des différences de transition de taille de grain. . . . .                    | 22 |
| 1.10 | Domaines d'apparition des défauts en FSW. . . . .  | 23 |
| 1.11 | Défauts liés à l'apport de chaleur. . . . .  | 24 |
| 1.12 | Défauts liés au procédé. . . . .   | 24 |
| 1.13 | Défauts de FSW par transparence. . . . .   | 25 |
| 1.14 | Diagramme d'équilibre du couple titane-aluminium. . . . .                                  | 33 |
| 1.15 | Interface Ti-Al soudé en bout à bout. . . . .  | 34 |
| 1.16 | Observations de l'interface Ti-Al soudée par FSLW. . . . .                                 | 36 |
| 1.17 | Illustrations de la littérature de la configuration FSLW. . . . .                          | 37 |
| 1.18 | Observations du comportement de l'interface en caractérisation mécanique. . . . .          | 37 |
| 2.1  | Dénomination des faces des tôles de titane ou d'aluminium. . . . .                         | 42 |
| 2.2  | Analyse métallographique du titane. . . . .  | 49 |
| 2.3  | Analyse métallographique de l'aluminium. . . . .   | 51 |
| 2.4  | Catégorisation des joints de grain des matériaux à l'état initial. . . . .                 | 53 |
| 2.5  | DRX du titane et de l'aluminium à l'état initial. . . . .                                  | 54 |
| 2.6  | Comparaison DRX du titane initial. . . . .   | 55 |
| 2.7  | Éprouvette de traction à température ambiante de Ti et Al à l'état initial. . . . .        | 56 |
| 2.8  | Courbes de traction conventionnelles à température ambiante. . . . .                       | 57 |
| 2.9  | Courbe de traction vraie typique du titane et de l'aluminium. . . . .                      | 58 |
| 2.10 | Fractographies du titane et de l'aluminium à température ambiante. . . . .                 | 59 |
| 2.11 | Éprouvette de traction à chaud du titane. . . . .  | 61 |
| 2.12 | Exemples de courbes de traction conventionnelles du Ti à différentes températures. . . . . | 62 |
| 2.13 | Éprouvette de traction à chaud de l'aluminium. . . . .                                     | 63 |
| 2.14 | Exemples de courbes de traction conventionnelles de Al à différentes températures. . . . . | 64 |
| 2.15 | Comparaison du titane et de l'aluminium en fonction de la température. . . . .             | 65 |
| 2.16 | Montage de la soudure. . . . .   | 69 |
| 2.17 | Configuration FSLW pour la caractérisation mécanique. . . . .                              | 70 |
| 2.18 | Schéma du montage des plaques de formes complémentaires à souder. . . . .                  | 70 |
| 2.19 | Montage de mesure de température (1 thermocouple). . . . .                                 | 71 |
| 2.20 | Montage de mesure de température (3 thermocouples). . . . .                                | 72 |
| 2.21 | Configuration par recouvrement pour analyses métallurgiques. . . . .                       | 72 |
| 2.22 | Résumé de la littérature des paramètres en FSLW du couple Ti -Al. . . . .                  | 73 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 2.23 | Bilan des DoE par un graphique des effets moyens. . . . .                                     | 77  |
| 2.24 | Observations des défauts des DoE. . . . .   | 78  |
| 2.25 | Graphiques de couplage de paramètres FSW. . . . .   | 79  |
|      |   |     |
| 3.1  | Illustrations des essais de traction. . . . .   | 85  |
| 3.2  | Résultats de la simulation numérique de validation expérimentale. . . . .                     | 86  |
| 3.3  | Graphiques des résultats de traction/cisaillement des jonctions. . . . .                      | 87  |
| 3.4  | Fractographies de la partie titane obtenues par MEB. . . . .                                  | 89  |
| 3.5  | Contrastes chimiques sur des clichés MEB des surfaces de rupture de la partie titane. . . . . | 89  |
| 3.6  | Fractographies de la partie aluminium obtenues par MEB. . . . .                               | 90  |
| 3.7  | Comparaisons en contraste chimique des surfaces de rupture de la partie Aluminium. . . . .    | 90  |
| 3.8  | Schématisation des essais de flexion trois points. . . . .                                    | 91  |
| 3.9  | Représentation numérique en 3D du quart du système. . . . .                                   | 92  |
| 3.10 | Courbe du cisaillement de la jonction à $s = 5$ mm. . . . .                                   | 92  |
| 3.11 | Schématisation des forces appliquées sur les deux éléments. . . . .                           | 94  |
| 3.12 | Illustrations des essais de flexion. . . . .  | 95  |
| 3.13 | Comparaison des courbes $F = f(s)$ expérimentales avec la simulation numérique. . . . .       | 96  |
| 3.14 | Caractéristiques mécaniques des essais de flexion sur les soudures. . . . .                   | 97  |
| 3.15 | Observation des déformations longitudinales à l'aide du logiciel Aramis®. . . . .             | 98  |
| 3.16 | Position de la fibre neutre pendant la flexion trois points. . . . .                          | 99  |
| 3.17 | Schématisation de la rupture dans l'intermétallique pendant un essai de traction. . . . .     | 100 |
| 3.18 | Positionnement de l'unique thermocouple. . . . .  | 101 |
| 3.19 | Courbe de température (1 thermocouple) en fonction de la position de l'outil. . . . .         | 102 |
| 3.20 | Mesure de température (1 thermocouple) en fonction du temps. . . . .                          | 102 |
| 3.21 | Positionnement des trois thermocouples. . . . .   | 103 |
| 3.22 | Combinaisons des paramètres de soudage pour les mesures de température. . . . .               | 103 |
| 3.23 | Mesures de la température avec trois thermocouples. . . . .                                   | 105 |
| 3.24 | Évolution de $T_{max}$ en fonction des paramètres de soudage $v$ et $\omega$ . . . . .        | 106 |
| 3.25 | Schéma de la coupe de mesure de température trois points à pion fixe. . . . .                 | 106 |
| 3.26 | Mesures de températures sur place. . . . .  | 107 |
| 3.27 | observation générale par MEB d'une vue en coupe de l'interface soudée. . . . .                | 109 |
| 3.28 | Courbe de traction en température du titane à 400°C et de l'aluminium à 470°C. . . . .        | 110 |
| 3.29 | Défauts de cavité en vues en coupe d'interfaces jointes par FSLW. . . . .                     | 111 |
| 3.30 | Observation des particules et CLD à différents $\kappa$ . . . . .                             | 113 |
| 3.31 | Observations sur les infiltrations dans le titane à l'interface. . . . .                      | 114 |
| 3.32 | Observations de la coupe longitudinale d'un cordon de soudure. . . . .                        | 115 |
| 3.33 | Diagramme de phase Ti/Al. . . . .   | 116 |
| 3.34 | Analyse EDS d'une infiltration. . . . .   | 117 |
| 3.35 | Diffractionogramme de rayon X de l'interface soudée. . . . .                                  | 118 |
| 3.36 | Diffractionogrammes de rayons X de l'interface soudée sur des angles précis. . . . .          | 118 |
| 3.37 | Référence DRX pour le couple Ti-Al. . . . .   | 119 |
| 3.38 | Identification du $TiAl_3$ par MET. . . . .   | 120 |
| 3.39 | Courbes thermodynamiques des composés intermétalliques du couple Ti - Al. . . . .             | 122 |
| 3.40 | Chaleur effective de formation des IMC ordonnés. . . . .                                      | 124 |
| 3.41 | Méthode de seuillage pour la quantification d'infiltrations de $TiAl_3$ . . . . .             | 125 |
| 3.42 | Corrélation des mesures d'intermétallique en fonction de $\kappa$ . . . . .                   | 126 |
| 3.43 | Mesures de dureté sur une vue en coupe du cordon de soudure. . . . .                          | 127 |
| 3.44 | Diffractionogramme de rayon X de l'interface soudée. . . . .                                  | 128 |
| 3.45 | Schéma d'une vue en coupe du passage de l'outil FSW. . . . .                                  | 129 |
| 3.46 | Étude EBSD dans le noyau proche de la surface. . . . .  | 129 |
| 3.47 | Étude de la désorientation dans la zone du noyau proche de la surface. . . . .                | 130 |

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 3.48 | EBSD du centre du noyau. . . . .   | 131 |
| 3.49 | Étude des grains dans le centre du noyau. . . . .  | 132 |
| 3.50 | Étude de la microstructure de l'aluminium à l'interface. . . . .                                 | 133 |
| 3.51 | Observations des particules dans l'aluminium à l'interface. . . . .                              | 134 |
| 3.52 | Identification des désorientations de l'aluminium à l'interface. . . . .                         | 135 |
| 3.53 | Étude des types de joints de grains. . . . .   | 135 |
| 3.54 | Étude MET dans l'intermétallique $\text{TiAl}_3$ sous l'interface. . . . .                       | 136 |
| 3.55 | Figures de Pôles du $\text{TiAl}_3$ dans les infiltrations. . . . .                              | 137 |
| 3.56 | Étude des joints de grains dans la zone composée de $\text{TiAl}_3$ sous l'interface. . . . .    | 138 |
| 3.57 | Graphiques de synthèse de la partie 4.3. . . . .   | 139 |
| 4.1  | Gamme d'application des paramètres FSW. . . . .  | 142 |
| 4.2  | Repérage des lieux de croissance du $\text{TiAl}_3$ . . . . .                                    | 144 |
| 4.3  | Évolution de la taille de grains en fonction de la température. . . . .                          | 145 |
| 4.4  | Évolution de la microstructure d'un grain sous une déformation plastique sévère. . . . .         | 147 |
| 4.5  | Cliché MET d'enchevêtrement des dislocations dans l'aluminium. . . . .                           | 148 |
| 4.6  | Description des GND dans l'aluminium sous SPD. . . . .   | 149 |
| 4.7  | Observations MET des GND sur trois grains. . . . .   | 149 |
| 4.8  | Observations MET d'un sous-joint de grain. . . . .   | 150 |
| 4.9  | Observations MET d'un grain du centre du noyau. . . . .  | 151 |
| 4.10 | Observations des dislocations et des joints de grains dans l'aluminium à l'interface. . . . .    | 152 |
| 4.11 | Observation MET des joints de grains dans le noyau de soudure. . . . .                           | 153 |
| 4.12 | Comparaisons des interfaces 316L/5083 aux $Q^*$ extrêmes. . . . .                                | 155 |
| 4.13 | Observations des infiltrations à l'interface Al/acier inoxydable. . . . .                        | 156 |
| 4.14 | Diagramme de phase Fe/Al. . . . .  | 157 |
| 4.15 | Analyse EDS d'une infiltration dans l'acier inoxydable. . . . .                                  | 158 |
| 4.16 | Diffractogramme des rayons X de l'interface soudée entre 35 et 47°. . . . .                      | 158 |
| 4.17 | Identification des intermétalliques $\text{FeAl}_3$ et $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ par MET. . . . . | 159 |
| 4.18 | Observations des intermétalliques à l'interface. . . . .   | 160 |
| 4.19 | Corrélation entre $\tau_{max}$ , $Q^*$ et $\delta_{\text{IMC}}$ . . . . .                        | 163 |

# Résumé

---

## Optimisation des conditions de mise en œuvre de la jonction Ti/Al par FSW. Influences des propriétés mécaniques et métallurgiques aux interfaces

Ces travaux de thèse portent sur le soudage par friction-malaxage hétérogène entre le titane (Ti grade II) et l'aluminium (AA1050). La recherche est axée sur la configuration de l'assemblage par recouvrement afin de limiter les contraintes pendant le procédé. La méthode de plans d'expérience de Taguchi a permis de déterminer l'influence des paramètres pour une jonction sans défaut. La vitesse de rotation de l'outil a été identifiée comme le paramètre influençant le plus la génération de défauts. Les combinaisons de paramètres sont liées à un coefficient d'apport de chaleur. La différence de conductivité thermique entre les deux matériaux conduit à un gradient thermique dans l'épaisseur jusqu'à 80 °C. Aucune optimisation de la résistance mécanique des jonctions n'a été révélée par les tests de traction et de flexion trois points.

Des analyses microstructurales ont été réalisées sur la jonction soudée afin de mieux comprendre les propriétés mécaniques. Un seul composé intermétallique  $\text{TiAl}_3$  se forme dans le volume de titane et assure la continuité chimique de l'interface. D'autres analyses par EBSD (MEB) et par la méthode ASTAR<sup>TM</sup> (MET) pour les plus petites échelles ont complété les observations. Le processus génère une déformation plastique sévère de l'aluminium qui induit une réduction de la taille des grains avec un gradient suivant l'épaisseur.

Toutes les observations ont fournis des moyens pour comprendre le phénomène de soudage par friction-malaxage conduisant à une évolution microstructurale pour réaliser un meilleur lien entre la microstructure finale et les propriétés macroscopiques du cordon de soudure.

**Mots clés :** Procédé FSW, aluminium, titane, composé intermétallique, caractérisations mécaniques, analyses microstructurales.

## Abstract

---

### Bonding optimization of Ti/Al joined by FSW. Metallurgical and mechanical influences of interfaces

These PhD works are about heterogeneous friction stir welding between titanium (Ti grade II) and aluminum (AA1050). Research is focused on lap joining configuration in order to limit the process stress. Taguchi's design of experiments determined parameters influence for a defectless welded junction. The rotational speed of the tool has been identified as the parameter which influences the most the defects generation. Parameters combinations are linked to a heat input coefficient. The thermal conductivity difference between the two material leads to a thermal gradient in the thickness up to 80 °C. No junction mechanical strength optimization has been revealed by tensile and bending tests.

Microstructural analyses were performed on the welded junction in order to understand the mechanical properties. One single intermetallic compound  $\text{TiAl}_3$  nucleates in the titanium volume and ensures interface chemical continuity. Further analyses with EBSD (SEM) supplemented by ASTAR<sup>TM</sup> (TEM) method for the smaller scales have completed the observations. The process generates aluminum severe plastic deformation which induces a grain size reduction with a gradient following the configuration thickness.

All observations brought clues to understand friction stir welding phenomenon leading to microstructural evolution to realize a better link between resulting microstructure and macroscopic properties.

**Key words :** FSW process, aluminum, titanium, intermetallic compounds, mechanical characterization, microstructural analyses.