



HAL
open science

Echangeur de chaleur obtenu par soudage-diffusion : simulation des déformées et prédiction de la tenue mécanique des interfaces.

Matthieu Maunay

► To cite this version:

Matthieu Maunay. Echangeur de chaleur obtenu par soudage-diffusion : simulation des déformées et prédiction de la tenue mécanique des interfaces.. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2018. Français. NNT : 2018GREAI038 . tel-02628499

HAL Id: tel-02628499

<https://theses.hal.science/tel-02628499>

Submitted on 26 May 2020

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTE UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux et mécanique**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Matthieu MAUNAY

Thèse dirigée par **Laurent BRIOTTET, HDR, Université Grenoble
Alpes, CEA LITEN**

préparée au sein du **CEA Grenoble LITEN/DTBH/SCTR/LCA**
dans **l'École Doctorale I-MEP2**

Échangeur de chaleur obtenu par soudage- diffusion : simulation des déformées et prédiction de la tenue mécanique des interfaces

Thèse soutenue publiquement le **6 Avril 2018**, devant le jury composé de :

Mr Marc BERNACKI

Professeur, CEMEF Mines Paris, **Président**

Mr Damien FABREGUE

Professeur, INSA MATEIS, **Rapporteur**

Mr Bernard VIGUIER

Professeur, ENSIACET CIRIMAT, **Rapporteur**

Mr Jean-Michel MISSIAEN

Professeur, INP Phelma, **Examineur**

Mme Isabelle MORO

Ingénieur, CEA LITEN, **Encadrante**

Mr Laurent BRIOTTET

HDR, CEA LITEN, **Directeur de thèse**

Mr Emmanuel RIGAL

Ingénieur, CEA LITEN, **Invité**



Avant-propos

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été entièrement réalisés au LCA (Laboratoire Conception et Assemblage) du CEA LITEN à Grenoble. Je dois donc le bon déroulement de ma thèse à **Olivier MAILLIART** et **Philippe EMONOT** qui se sont succédés en tant que chef de laboratoire et m'ont permis de travailler dans de très bonnes conditions.

Je souhaite remercier Messieurs **Marc BERNACKI** (président du jury), **Damien FABREGUE** (rapporteur), **Bernard VIGUIER** (rapporteur) et **Jean-Michel MISSIAEN** (examineur), pour le temps consacré à l'évaluation de mon manuscrit. L'intérêt qu'ils ont montré pour ce sujet a permis une riche discussion lors de ma soutenance de thèse.

Je tiens à mettre en avant l'encadrement de qualité que j'ai reçu pendant ces trois ans. Je remercie donc mon directeur de thèse **Laurent BRIOTTET**, mes encadrants **Isabelle MORO** et **Emmanuel RIGAL** pour le temps qu'ils m'ont consacré. De par leur disponibilité, leurs connaissances scientifiques et leur rigueur de travail, ils ont grandement contribué à la qualité et à la clarté de ce manuscrit ainsi qu'à la mise en valeur de mes résultats.

J'ai aussi été très bien accompagné par les ingénieur(e)s et technicien(ne)s du LCA qui entretiennent une ambiance conviviale au laboratoire. Plus particulièrement, je voudrais remercier **Fabien VIDOTTO** pour les heures passées à souder mes maquettes, **Bruno RICCETTI** et **José CALAPEZ** pour les heures passées en pause-café ainsi que sur mes essais mécaniques, **Carole MOLLARD** pour les observations microscopiques qu'elle m'a aidé à réaliser en urgence en fin de thèse. Je remercie aussi **Sébastien CHOMETTE** pour sa disponibilité et ses connaissances sur le 316L et les échangeurs, **Jean-Marie GENTZBITTEL** et **Hervé SASSOULAS** pour les heures de discussion et conseils aussi bien métallurgiques que montagnards.

Enfin, le quotidien a été grandement simplifié par la bonne humeur de mes collègues de bureau et maintenant amis : **Simon**, **Meryem**, **Damien** et **Hamza**.

Merci à **Mélanie**, à **mes proches** et à **mes parents** toujours présents et positifs.

Table des matières

Introduction générale	7
Chapitre 1 : Bibliographie	11
I. Introduction	12
II. Caractéristiques des tôles laminées en acier 316L	12
II.1. Généralités	12
II.2. Fabrication des tôles	18
III. Comportement mécanique macroscopique des aciers 316L/316LN	19
III.1. Observation phénoménologique du comportement	19
III.2. Modélisation du comportement mécanique de l'acier	24
IV. Le soudage-diffusion	26
IV.1. Présentation du soudage-diffusion	26
IV.2. Réduction de la porosité aux interfaces	29
IV.3. Franchissement de l'interface	41
V. Conclusions	44
Chapitre 2 : Matériau et techniques expérimentales	47
I. Introduction	48
II. Matériau	48
II.1. Choix du matériau	48
II.2. Géométrie des tôles	49
II.3. Etat de surface	49
II.4. Observation de la microstructure	52
III. Réalisation des maquettes par soudage-diffusion	54
III.1. Protocole de réalisation des maquettes	54
III.2. Maquettes et échantillons	56
IV. Techniques expérimentales	61
IV.1. Mesure de la déformée	61
IV.2. Essais mécaniques	62
IV.3. Traitements thermiques	66
IV.4. Protocole de caractérisation microscopique des interfaces	66
Chapitre 3 : Prédiction des déformations macroscopiques d'un échangeur à tôles soudées-diffusées74	
I. Introduction	75
II. Etude des paramètres influant sur la déformée	75
II.1. Présentation de la maquette Diademo	75
II.1. Présentation de la méthode de calcul par éléments finis	77
II.2. Recherche des paramètres numériques adaptés à la modélisation de l'assemblage	77
II.3. Influence de la prise en compte des congés des canaux sur les résultats numériques	83
II.4. Défauts d'empilement des tôles	84
II.5. Synthèse de l'étude numérique	92
III. Amélioration de la description du comportement mécanique du matériau	93
III.1. Comparaison entre les déformées numériques et expérimentales pour Diademo	93
III.2. Identification de l'origine des écarts entre résultats numériques et expérimentaux	95
III.3. Evaluation des paramètres matériau de la loi de comportement	100
III.4. Conclusion	103
Chapitre 4 : Prédiction de la tenue mécanique des interfaces soudées-diffusées	105
I. Introduction	106

II. Etude expérimentale des interfaces soudées-diffusées.....	107
II.1. Présentation des maquettes réalisées	107
II.2. Caractérisation optique des interfaces	109
II.3. Caractérisation mécanique des interfaces	122
II.4. Porosité résiduelle de maquettes avec canaux (maquettes A)	128
II.5. Synthèse de l'étude expérimentale	129
III. Déformation viscoplastique des rugosités au cours de cycle de CIC	130
III.1. Simulation de l'écrasement d'interfaces « réelles »	130
III.2. Influence du profil modélisé	131
III.3. Simulation numérique du soudage des maquettes	132
III.4. Bilan.....	133
Chapitre 5 : Modélisation analytique de l'évolution du TSS aux interfaces pendant la CIC	134
I. Discussion des hypothèses du modèle de Hill et Wallach	135
I.1. Rappel des hypothèses du modèle	135
I.2. Discussion des hypothèses de déformations planes et du chargement mécanique	135
I.3. Hypothèse d'un comportement plastique parfait	136
I.4. Influence de la géométrie de la cavité initiale considérée	137
I.5. Synthèse.....	139
II. Prédiction des TSS expérimentaux à partir du modèle de Hill et Wallach.....	140
II.1. Flux de matière et cinétiques associées	140
II.2. Méthode de résolution	141
II.3. Détermination d'une géométrie initiale de cavité représentative.....	143
II.4. Comparaison du TSS entre les résultats expérimentaux et prédits par le modèle	145
II.5. Contributions respectives des mécanismes physiques dans la cinétique de fermeture	146
II.6. Importance des différents mécanismes.....	149
II.7. Bilan.....	152
Chapitre 6 : Méthodologie proposée pour l'optimisation du cycle de CIC	154
I. Présentation de la méthodologie.....	154
II. Application aux échangeurs ASTRID	156
II.1. Ecrasement de la structure.....	156
II.2. Tenue mécanique.....	156
Conclusion générale et perspectives	159
Bibliographie	161
Annexe A	166
I. Données matériaux	166
II. Correction apportée aux mécanismes 4 et 5 du modèle de Hill et Wallach.....	166
III. Expression du flux associé à la viscoplasticité.....	168
III.1. Modèle pour le fluage secondaire	168
III.2. Pris en compte de l'écroutissage isotrope.....	168
Annexe B	169
I. Plan des maquettes A6	169
II. Dessins techniques des éprouvettes.....	169
Annexe C	172

Introduction générale

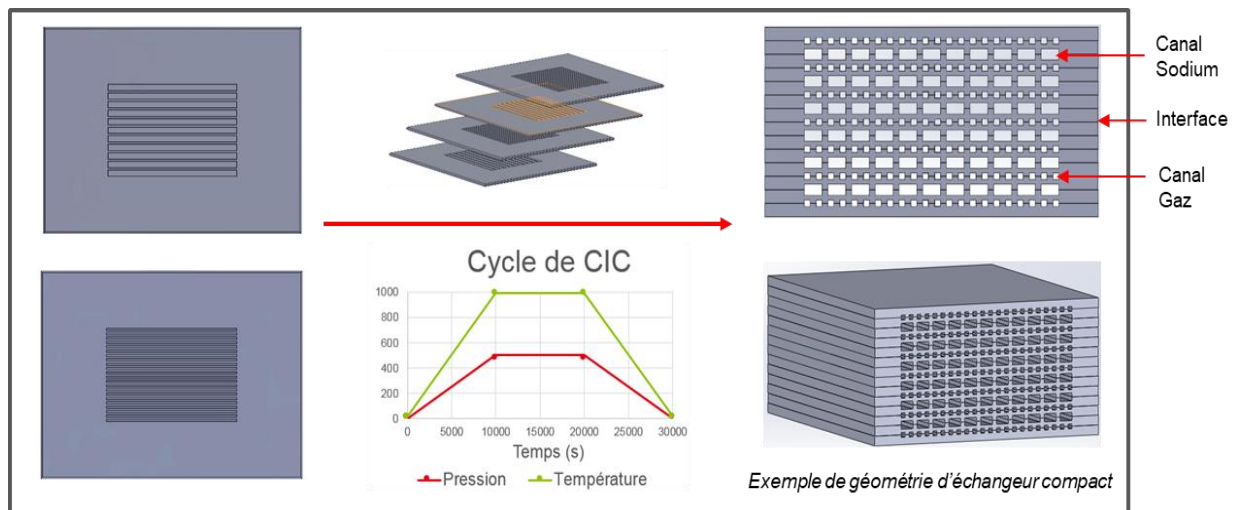
En 2000, le forum international Generation IV nouvellement créé, a sélectionné six concepts de réacteurs nucléaires pouvant répondre aux objectifs de durabilité, de sûreté et de compétitivité économique. Parmi eux, trois systèmes dits « à neutrons rapides » (RNR) présentent l'intérêt de maximiser l'énergie issue de l'uranium naturel et de recycler les déchets du combustible MoX en fissionnant l'ensemble des isotopes créés.

Dans ce contexte, la France a porté son choix sur un RNR refroidi au sodium liquide (RNR-Na) plutôt qu'au plomb (RNR-Pb) ou au gaz (RNR-G). L'intérêt du sodium est d'une part, le retour d'expérience sur les anciens RNR français (Rhapsodie, Phénix, Superphénix) et d'autre part, ses caractéristiques matériaux intéressantes : bonnes propriétés thermiques, faible viscosité et compatibilité avec les matériaux de structure [1].

Depuis 2010, le CEA est chargé par la France de mener des études de conception d'un démonstrateur technologique de 4^e génération de type RNR-Na (baptisé ASTRID pour *Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration*) et d'y apporter des innovations techniques en termes de sécurité et d'efficacité.

L'une de ces innovations est un échangeur de chaleur sodium/gaz (ECSG) à canaux rectangulaires développé pour remplacer les échangeurs standard tubulaires sodium/eau. Dans ces derniers, la chaleur du sodium liquide est transmise à de l'eau plus froide et en cas de fissuration de la structure de l'échangeur le risque d'explosion est important. Pour éviter ce problème, le CEA propose de remplacer l'eau par un gaz (argon ou azote) non réactif avec le sodium. Cependant, les échanges thermiques avec un gaz sont beaucoup moins performants qu'avec l'eau (facteur 1000). Afin de conserver une efficacité thermique élevée tout en limitant l'encombrement, une nouvelle géométrie innovante est développée nécessitant de remplacer les tubes par des canaux de petite section.

Pour réaliser la géométrie complexe d'un ECSG, le laboratoire LCA travaille sur un concept d'échangeur compact à plaques. Comme le montre la figure suivante, des tôles millimétriques, dans lesquelles des canaux ont été gravés (chimiquement ou mécaniquement), sont empilées et soudées-diffusées lors d'un cycle de compression isostatique à chaud (CIC). Le procédé de soudage-diffusion permet de souder à l'état solide plusieurs pièces de grandes dimensions (typiquement de l'ordre du mètre) en créant une jonction homogène et résistante.



La technologie d'échangeur compact à plaques présente un réel intérêt pour la réalisation des ECSG, mais s'applique aussi à d'autres technologies à haute valeur ajoutée comme les échangeurs solaires ou les méthaneurs.

Ce procédé nécessite des améliorations pour les applications visées et une double problématique subsiste lors du cycle de CIC :

- **Une pression et une température trop élevées entraînent une déformation macroscopique de la structure, entraînant une fermeture partielle ou totale des canaux,**

qu'il est nécessaire de limiter. Les calculs thermo-hydrauliques mettent en évidence la perte d'efficacité de l'échangeur en cas de déformations importantes des canaux. Actuellement, un écrasement maximal de 10% est accepté. De plus, des décalages au niveau des isthmes et des déformées inhomogènes dans la structure sont observées. Ils sont responsables de pertes de charges dans l'échangeur difficiles à maîtriser. Actuellement, ces phénomènes ne sont pas modélisés par les simulations numériques et les déformées sont sous-estimées. Le besoin de fabriquer des composants avec des critères géométriques de plus en plus fins implique que la précision des prédictions doit être améliorée ;

- **Une pression et une température trop faibles conduisent, en revanche, à de mauvaises propriétés mécaniques de l'interface**, non acceptables pour des raisons de sécurité. Des études précédentes [2] ont permis de montrer que la présence de porosité résiduelle à l'interface et un mauvais franchissement de l'interface par les joints de grains sont des phénomènes responsables de la faible tenue mécanique de la jonction.

Ainsi, la réalisation d'un échangeur compact nécessite une optimisation des paramètres de CIC (pression, temps, température), ce qui requiert des campagnes expérimentales longues et onéreuses. De plus, en l'absence d'outils prédictifs, ces campagnes expérimentales seront à répéter pour tout nouveau design d'un composant.

L'objectif de cette thèse est de **mettre au point une méthode d'optimisation du procédé de fabrication d'un échangeur de chaleur compact**. Pour une géométrie donnée, elle doit permettre de prédire :

- la déformation macroscopique de la structure de l'échangeur au cours de l'assemblage par CIC avec une précision suffisante (erreur sur l'écrasement des canaux inférieure à 10%) ;
- la tenue mécanique de l'ensemble des interfaces soudées-diffusées de l'échangeur.

Les travaux réalisés dans ce travail ont donc cherché à **améliorer la maîtrise des déformations macroscopiques d'un assemblage de tôles minces en acier inoxydable 316L, ainsi que celle des mécanismes impliqués dans la formation des interfaces soudées-diffusées**. La méthodologie développée est transposable à tout autre matériau susceptible d'être utilisé pour la réalisation d'un échangeur.

Le 316L est le matériau de référence pour cette étude, choisi pour sa facilité d'approvisionnement et sa composition chimique très proche du matériau retenu pour la fabrication des ECSG : le 316L(N).

Les six parties de ce manuscrit sont décrites ci-dessous.

Le chapitre 1 est une revue bibliographique constituée de trois sous parties. La première détaille les propriétés chimiques et microstructurales des aciers inoxydables austénitiques ainsi que le procédé de fabrication par laminage de tôles minces.

La seconde présente le comportement mécanique des aciers type 316L/316LN à haute température. La loi de comportement utilisée pour modéliser le comportement viscoplastique du matériau est présentée et le manque de données bibliographiques est mis en évidence.

Une troisième partie décrit le procédé de soudage-diffusion d'une jonction et les moyens de mise en œuvre. Les mécanismes physiques permettant la fermeture des cavités présentes aux interfaces sont discutés ainsi que les modèles analytiques existants pour les modéliser. Les mécanismes de franchissement de l'interface par les joints de grains sont aussi présentés.

Le chapitre 2 est dédié à la présentation du matériau d'étude, des maquettes expérimentales assemblées par soudage-diffusion et des essais mécaniques utilisés tout au long de ce travail. Il présente de plus l'ensemble des protocoles expérimentaux développés et mis en œuvre pour l'obtention des résultats présentés dans la suite.

Le chapitre 3 répond à la problématique de prédiction de la déformée. Dans la première partie, une étude numérique est menée afin de déterminer l'origine des écarts entre la simulation par éléments finis et les déformées observées expérimentalement sur des maquettes. La seconde partie est consacrée à l'étude du comportement mécanique des tôles en 316L. En effet, la réalisation de maquettes expérimentales montre la nécessité d'identifier le comportement mécanique modélisé directement sur le matériau utilisé pour les échangeurs du fait du manque de données bibliographiques à haute température. Ainsi, l'importance de l'anisotropie et du vieillissement thermique sont étudiés. Puis, une campagne d'essais de traction et de fluage est réalisée pour améliorer le jeu de données utilisé dans la loi viscoplastique considérée (modèle de Chaboche) entre 20°C et 1040°C.

Le chapitre 4 est une approche expérimentale de la problématique de tenue mécanique des interfaces. Il s'intéresse à l'évolution microstructurale d'une interface au cours du soudage-diffusion : la porosité résiduelle, le franchissement par les joints de grains, la résistance à la traction et la résilience de 18 interfaces, obtenues sous des conditions de soudage différentes, sont observés et quantifiés. Une corrélation entre la longueur d'interface soudée et la tenue mécanique a pu ainsi être établie. Une évolution similaire des interfaces situées dans les isthmes et au cœur de maquettes avec canaux est observée.

Le chapitre 5 traite de la prédiction du taux de surface soudée des interfaces. Le modèle de Hill et Wallach est utilisé pour modéliser l'évolution de la porosité résiduelle en considérant les mécanismes viscoplastique et diffusifs mis en jeu. Les hypothèses de ce modèle sont discutées à partir de la simulation de l'écrasement de rugosités par éléments finis. Le modèle est ensuite appliqué dans les conditions des cycles de CIC réalisés au chapitre 4. Il permet de prédire les taux de surface soudée des interfaces qui sont comparés aux taux mesurés expérimentalement lors de cycle à basse pression. Enfin, des propositions sont apportées afin d'améliorer la prédiction du modèle pour les cycles à haute pression.

Le dernier chapitre présente la méthodologie proposée pour l'optimisation du cycle de CIC. Elle permet la prédiction de la déformée et de la tenue mécanique d'un échangeur pour un matériau et une géométrie donnée. Elle est appliquée à une maquette récemment réalisée au laboratoire.

Ce manuscrit se termine par les conclusions mais aussi les perspectives que permettent d'entrevoir ce travail.

Chapitre 1 : Bibliographie

I. Introduction.....	12
II. Caractéristiques des tôles laminées en acier 316L.....	12
II.1. Généralités	12
II.1.1. Aciers inoxydables.....	12
II.1.2. Aciers austénitiques	13
(a) Avantages	13
(b) Composition chimique.....	14
(c) Précipités.....	15
(d) Ferrite delta résiduelle.....	17
II.2. Fabrication des tôles	18
II.2.1. Elaboration et coulée.....	18
II.2.2. Laminage.....	18
II.2.3. Finition et état de surface 2B.....	19
III. Comportement mécanique macroscopique des aciers 316L/316LN	19
III.1. Observation phénoménologique du comportement	19
III.1.1. Elasticité	19
III.1.2. Propriétés mécaniques.....	20
(a) Limite d'élasticité $R_{p0,2}$	20
(b) Contrainte maximale	20
III.1.3. Effet du taux d'azote sur les propriétés mécaniques	21
(a) Jusqu'à 850°C.....	21
(b) Au-delà de 850°C.....	22
III.1.4. Viscoplasticité du 316L.....	22
III.2. Modélisation du comportement mécanique de l'acier	24
III.2.1. Choix de la loi de comportement	24
III.2.2. Application à l'étude du comportement des tôles en 316L.....	25
IV. Le soudage-diffusion.....	26
IV.1. Présentation du soudage-diffusion	26
IV.1.1. Principe	26
(a) Description du processus.....	26
(b) Evolution des propriétés l'interface	26
IV.1.2. Mise en œuvre du soudage-diffusion : CUC et CIC	27
IV.1.3. Avantages et inconvénients de la CIC	28
IV.2. Réduction de la porosité aux interfaces.....	29
IV.2.1. Description des mécanismes de fermeture de la porosité lors du soudage-diffusion ...	29
(a) Evolution des cavités durant le soudage-diffusion.....	29
(b) Mécanismes physiques intervenant dans la fermeture de pores lors du soudage-diffusion	30
IV.2.2. Modélisation des mécanismes de fermeture des cavités	32
(a) Géométrie des cavités et mécanismes de fermeture associés	32
(b) Principaux paramètres et hypothèses du modèle	33
(c) Mise en équation des mécanismes intervenants dans la fermeture des cavités	34
(d) Application du modèle au soudage-diffusion du cuivre et du fer γ	37
(e) Améliorations du modèle.....	38
IV.2.3. Influence des paramètres du cycle de soudage-diffusion sur le taux de surface soudée	40
IV.2.4. Influence de la rugosité sur la porosité résiduelle après soudage-diffusion	40
IV.3. Franchissement de l'interface	41
(a) Mécanismes physiques d'amorçage.....	41
(b) Effet du franchissement sur la tenue mécanique d'une interface soudé-diffusée	43
V. Conclusions.....	44

I. Introduction

Ce premier chapitre est une revue bibliographique apportant les informations nécessaires à la compréhension des différentes problématiques de la thèse.

Une première partie est consacrée à une présentation générale, en termes de composition chimique et de microstructure, des aciers inoxydables austénitiques. Les nuances utilisées pour le nucléaire et leur intérêt sont développés. Elle se conclut par la description du procédé de fabrication des tôles laminées en acier 316L utilisées dans le cadre de cette thèse.

Une seconde partie est dédiée au comportement mécanique de ces tôles, et plus généralement des aciers de type 316/316LN. Une description des propriétés élastiques, plastiques et viscoplastiques est effectuée dans une large gamme de température (de 20°C à 1040°C). Enfin, la loi de comportement utilisée pour l'identification du comportement des tôles et implantée dans les simulations par éléments finis est discutée.

Une troisième et dernière partie présente le procédé de soudage-diffusion. Les moyens de mise en œuvre ainsi que les différents mécanismes physiques intervenant dans le soudage de deux surfaces sont décrits. Un historique des modèles analytiques développés pour modéliser la réduction de la porosité aux interfaces est présenté, avec une description détaillée du modèle utilisé dans la suite.

II. Caractéristiques des tôles laminées en acier 316L

II.1. Généralités

II.1.1. Aciers inoxydables

La dénomination « acier inoxydable » désigne des alliages ferreux résistant à la plupart des milieux corrosifs dans une grande gamme de température. Le caractère inoxydable est conféré par l'élément chrome, toujours présent à plus de 11%, qui permet la formation d'un film de passivation en surface du matériau. Le diagramme de phase Fe-Cr, présenté Figure 1-1, montre l'existence à haute température de deux structures :

- La ferrite (ou fer α) qui a une maille cubique centrée ;
- L'austénite (ou fer γ) qui a une maille cubique à faces centrées.

Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables dépendent fortement de leur structure ferritique ou austénitique. Le chrome étant un élément alphagène, il favorise la structure α et, au-delà de 12-13% de chrome, seule cette structure existe. Pour stabiliser la structure γ , du nickel peut être ajouté en quantité importante (autour de 10% en moyenne et jusqu'à 20%) afin d'élargir le domaine austénitique, Figure 1-1.

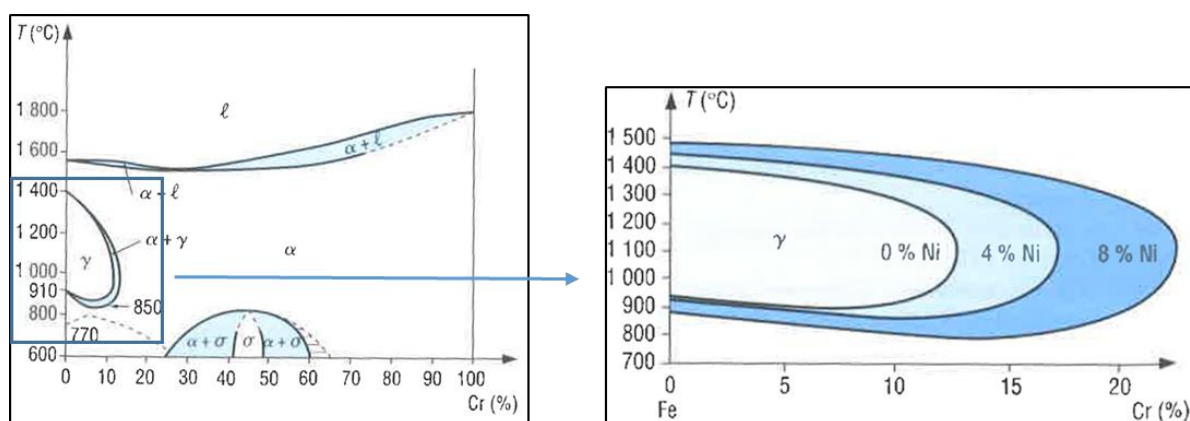


Figure 1-1 : Diagramme Fe-Cr (à gauche) et évolution du domaine austénitique en fonction du taux de nickel (à droite) [3].

Les aciers inoxydables sont également constitués d'éléments d'alliages supplémentaires (Mo, Cu, Si, Ti, Nb...) qui améliorent leurs propriétés. Ceux-ci ont un effet soit alphagène (Cr, Si, Mo) soit gammagène (Ni, Mn, C, N). Des solutions ont été proposées pour connaître la ou les phases dominantes d'un alliage en fonction de sa composition chimique. Ainsi, le diagramme de Schaeffler [4] est utilisé pour les alliages bruts de solidification et, pour les produits laminés, il faut se référer au diagramme de

Pryce et Andrews [5], Figure 1-2. Tous deux se basent sur la notion de chrome équivalent et de nickel équivalent pour quantifier l'effet alphagène et gammagène d'un élément. L'Équation 1-1 et l'Équation 1-2 correspondent aux relations empiriques proposées par Pryce et Andrews [5]. Pour l'acier de type X2CrNiMo17-12-2 (316L) utilisé dans cette thèse, les quantités de chrome et de nickel équivalent calculées sont d'environ 20% et 12% respectivement ce qui correspond à une structure austénitique (point rouge, Figure 1-2).

$$(\text{Cr})_{\text{éq}} = (\% \text{ Cr}) + 3(\% \text{ Si}) + (\% \text{ Mo}) \quad \text{Équation 1-1}$$

$$(\text{Ni})_{\text{éq}} = (\% \text{ Ni}) + 0,5(\% \text{ Mn}) + 21(\% \text{ C}) + 11,5(\% \text{ N}) \quad \text{Équation 1-2}$$

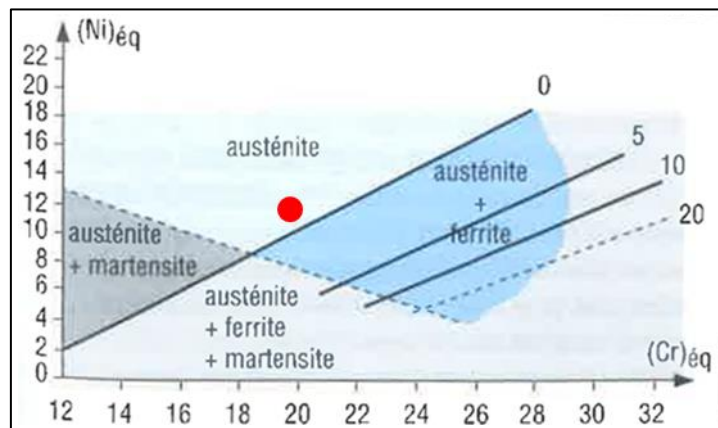


Figure 1-2 : Diagramme de Pryce et Andrews [3], en rouge l'acier X2CrNiMo17-12-2 étudié dans cette thèse.

II.1.2. Aciers austénitiques

La norme NF EN10088-1 définit les nuances d'aciers inoxydables. Elles sont classées en cinq catégories : ferritiques et semi-ferritiques, martensitiques, austénitiques, à durcissement par précipitation et austéno-ferritiques. Les nuances ferritiques, austénitiques et martensitiques sont les plus utilisées aujourd'hui car plus anciennes.

Chaque nuance possède ses avantages et inconvénients. L'avantage des aciers inoxydables austénitiques par rapport aux ferritiques et martensitiques est d'abord discuté. Leur composition chimique et les nuances choisies pour les structures nucléaires sont ensuite présentées.

(a) Avantages

De manière générale, les aciers austénitiques possèdent de très bonnes propriétés mécaniques à haute température ($T > 450^{\circ}\text{C}$) et présentent un excellent compromis résistance mécanique/ductilité à basse et haute température. La Figure 1-3 compare l'évolution des contraintes d'écoulement en fonction de la température et de la déformation pour les aciers inoxydables austénitiques et ferritiques. Une chute de la limite d'élasticité peut être observée pour l'acier inoxydable ferritique à partir de 400°C tandis que la capacité de durcissement par écrouissage de l'acier inoxydable austénitique est mise en évidence.

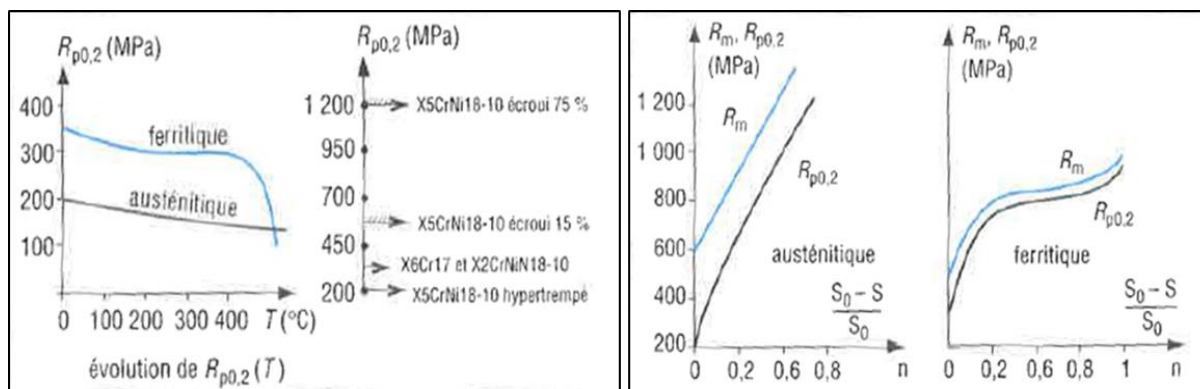


Figure 1-3 : Comparaison de la contrainte d'écoulement des aciers inoxydables ferritiques et austénitiques (courbes noires) [3].

Dans le domaine nucléaire, les aciers austénitiques sont choisis pour certains composants de structure. Leurs avantages par rapport aux aciers inoxydables martensitiques et ferritiques sont résumés dans le Tableau 1-1.

Austénitique	Ferritique	Martensitique
Bonnes propriétés mécaniques à haute température	Mauvaises propriétés mécaniques à haute température	Sensible à la fissuration
Bonne soudabilité	Fragilisation à 475°C (démixtion du chrome)	Faible ductilité
Retour d'expérience important	Fragilisation rapide par la phase sigma	Faible ténacité
Fragilisation par la phase sigma	Difficulté de soudage à cause du grossissement de grain	

Tableau 1-1 : Quelques caractéristiques des aciers inoxydables justifiant le choix des aciers austénitiques pour les applications nucléaires [6]

(b) Composition chimique

Les aciers austénitiques possèdent une composition chimique stabilisant la structure γ . Ceux communément utilisés dans l'industrie sont présentés dans le Tableau 1-2 avec leur composition chimique. Leur dénomination est donnée selon la norme NF EN 10088-1 ainsi que par la désignation américaine AISI (pour American Iron and Steel Institute) qui est aussi couramment utilisée.

NF EN 10088-1	C*	Si*	Mn*	P*	S*	Cr	Mo	Ni	N*	AISI**
X5CrNi18-10	0,07	1,00	2,00	0,045	0,015	17,5 à 19,5	-	8,0 à 10,5	0,10	304
X2CrNi18-9	0,03	1,00	2,00	0,045	0,015	17,5 à 19,5	-	8,0 à 10,5	0,10	304L
X5CrNiMo17-12-2	0,07	1,00	2,00	0,045	0,015	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 13,0	0,10	316
X2CrNiMo17-12-2	0,03	1,00	2,00	0,045	0,015	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 13,0	0,10	316L
X2CrNiMoN17-12-2	0,03	1,00	2,00	0,045	0,015	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 12,5	0,12 à 0,22	316LN

* % maximum autorisé

** équivalent selon la désignation américaine AISI

Tableau 1-2 : Nom et composition chimique (% massique) de certains aciers inoxydables selon la norme EN 10088-2 : 2014.

Historiquement, les aciers 304 et 316 ont été les premiers aciers inoxydables utilisés pour la fabrication des composants de structure des réacteurs nucléaires. Le 304 est préféré pour les structures soumises

à des milieux peu corrosifs et à températures modérées (< 450°C) car l'absence de molybdène les rend moins coûteuses.

Les nuances 316L (et 304L), appauvries en carbone, ont ensuite été développées afin de réduire la précipitation des carbures lors du soudage et ainsi de diminuer les risques de corrosion intergranulaire. Cette baisse du taux de carbone génère une meilleure aptitude à la mise en forme au détriment de la résistance mécanique.

Pour compenser cette chute, les nuances 304LN et 316LN, qui possèdent un taux d'azote compris entre 0,1% et 0,2%, ont été développées. En plus d'améliorer les caractéristiques mécaniques, l'azote permet de limiter le grossissement de grains [7], ce qui permet de conserver une microstructure plus fine. Toutefois, l'ajout d'azote a aussi pour conséquence de diminuer la soudabilité.

Pour le démonstrateur ASTRID, une nuance particulière est définie par le code nucléaire RCC-MRx. Cette nuance nucléaire a pour désignation X2CrNiMo 17-12-2 à azote contrôlé, désignation qui est donc identique à celle de l'acier inoxydable 316L, et **sera dénommée par la suite « 316L(N) »**. La Figure 1-4 présente les spécifications chimiques pour l'acier 316L(N). Elles diffèrent de celles de l'acier 316L par un taux d'azote minimum plus élevé (0,06%), et de l'acier 316LN par un taux maximum d'azote autorisé plus faible (0,08%). La composition chimique plus restreinte du 316L(N) permet de limiter la dispersion des propriétés mécaniques en fonction des coulées [6].

En pratique, il est possible de trouver des aciers 316L ou 316LN répondant aux spécifications de l'acier 316L(N). Finalement, la différence de composition entre les aciers 316L, 316L(N) et 316LN réside donc principalement dans leurs taux d'azote respectifs.

Désignation : X2 CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé	
Éléments	Sur coulée et sur produit (%)
Carbone -----	≤ 0,030
Manganèse-----	1,60 - 2,00
Silicium -----	≤ 0,50
Phosphore-----	≤ 0,030
Soufre-----	≤ 0,015
Chrome-----	17,00 - 18,00
Nickel -----	12,00 - 12,50
Molybdène-----	2,30 - 2,70
Cobalt-----	selon la classe (1)
Azote-----	0,060 - 0,080
Bore -----	≤ 0,0020
Cuivre-----	≤ 1,00

(1) La classe à considérer pour la teneur en cobalt est précisée dans la **Spécification d'Équipement**, en accord avec **RB, RC, RD, RK et RL 2400**.

Figure 1-4 : Composition chimique (% massique) de la nuance nucléaire 316L(N) [8].

Les études présentées dans les chapitres 3 et 4 de cette thèse sont réalisées à partir de tôles en acier 316L mais certaines données de la loi de comportement (chapitre 3) ou du modèle analytique (chapitre 4) proviennent de nuances 316L(N) ou 316LN. Le comportement en diffusion entre cet acier et les 316L(N) et 316LN peut-être supposé similaire car les écarts de composition sont très faibles. En revanche, des différences de comportement mécanique peuvent être observées à cause de la quantité d'azote présente en solution solide dans la matrice. Ce point est discuté dans le § III.1.3.

(c) Précipités

La structure purement austénitique est conservée à température ambiante grâce à un traitement d'hypertrempe qui empêche la formation de ferrite ainsi que la précipitation de carbures et d'intermétalliques pouvant apparaître lors du refroidissement. Les éléments d'alliage comme l'azote ou le carbone n'ont pas le temps de diffuser et se retrouvent en solution solide dans la matrice austénitique : la structure est métastable [9]. Lors de recuits, réalisés entre 600 et 900°C, ces éléments vont de nouveau pouvoir diffuser et précipiter. Ces précipités entraînent une sensibilisation à la corrosion ainsi qu'une modification des propriétés mécaniques de l'acier (durcissement et/ou fragilisation) [2], [10], [11]. Par exemple, l'état d'équilibre d'un acier 304L à température ambiante est une structure triphasée : austénite, ferrite et carbures de chrome (Figure 1-5). La structure purement austénitique est présente

uniquement au-dessus de 1000°C. Lors d'un refroidissement lent, l'austénite se transforme en partie en ferrite et des carbures $Cr_{23}C_6$ peuvent se former. Lors d'une hypertrempe, la structure austénitique est totalement conservée mais est métastable : un traitement thermique entraînera la précipitation des carbures de chrome.

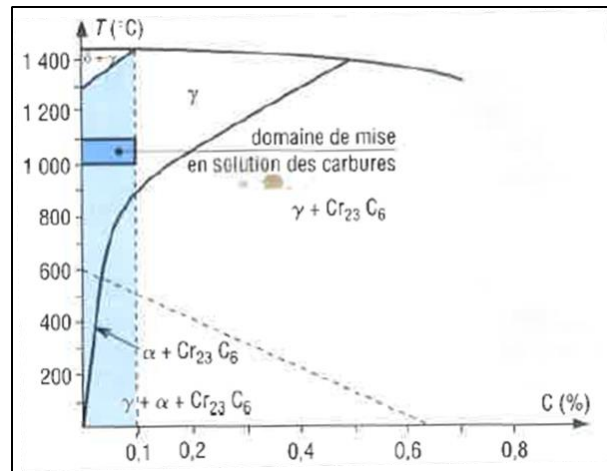


Figure 1-5 : Constitution d'un acier 304L selon la température et le taux de carbone [3].

Pour conserver la structure austénitique, il est donc nécessaire de connaître les conditions de temps et température pour lesquelles les différentes phases vont apparaître. Les aciers peuvent subir un traitement thermique :

- Lors du recuit d'austénitisation à la fin du procédé d'élaboration d'un produit. L'intérêt est de recristalliser le matériau, maîtriser les phases en présence ainsi que la taille de grains ;
- Lors de l'utilisation du produit ;
- Lors de la caractérisation mécanique du matériau ;
- Lors des phases de montée en température et de refroidissement du cycle de soudage-diffusion.

Les principaux précipités qui peuvent être observés dans ces aciers sont décrits ci-dessous.

❖ **$M_{23}C_6$** :

Les carbures métalliques $M_{23}C_6$ sont les précipités les plus rapides à apparaître. La Figure 1-6-a présente le diagramme TTT (transformation, température, temps) pour l'acier inoxydable 316L. La précipitation des carbures débute aux joints de grains pour des temps de maintien en température supérieurs à une heure et à des températures comprises entre 570 et 900°C. Elle a lieu ensuite aux parois des macles incohérentes au-delà d'une dizaine d'heures puis à l'intérieur des grains. Ces durées sont relativement longues mais peuvent être réduites lorsque le matériau a été préalablement déformé à froid [12]. Les dislocations et les fautes d'empilement sont des sites de germination supplémentaires qui augmentent la cinétique de précipitation. D'après la Figure 1-6-b, la précipitation des carbures a lieu en quelques minutes seulement pour des matériaux déformés à 20% à froid après un recuit à 1090°C (alloy 3). L'augmentation de la température du recuit à 1260°C (alloy 4) entraîne une recristallisation plus importante qui augmente encore la cinétique de précipitation.

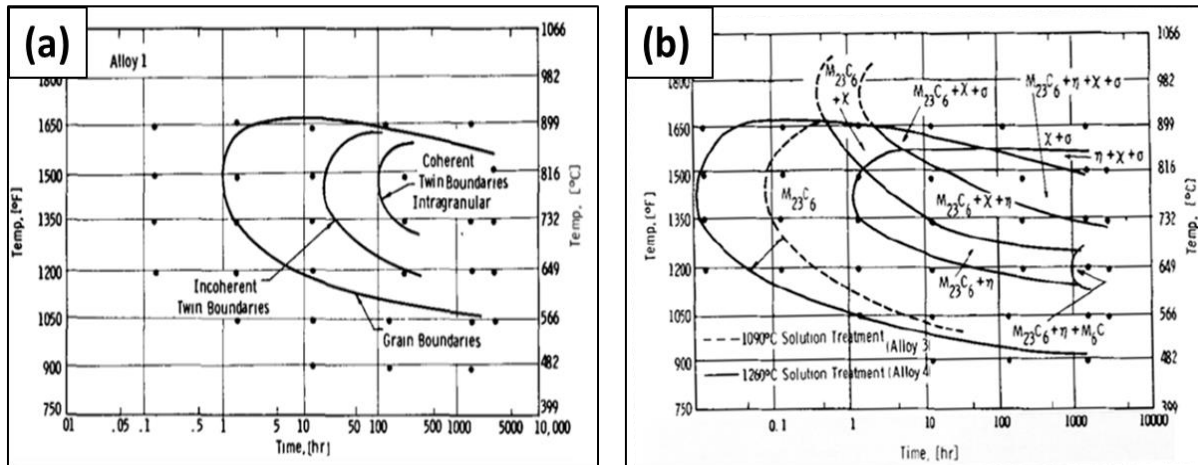


Figure 1-6 : Diagramme TTT d'un acier 316L pour la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ non écroui (a) et écroui à froid (b) [12].

Une solution pour réduire le risque de précipitation est l'utilisation de nuances à bas taux de carbone. La Figure 1-5 illustre la réduction du domaine de stabilité des carbures $M_{23}C_6$ avec la baisse du taux de carbone dans le matériau.

❖ Autres précipités :

Les autres phases pouvant précipiter sont des intermétalliques (Figure 1-6-b): phase sigma (σ), phase Chi (χ) et phase de Laves (η). Comme pour les carbures $M_{23}C_6$, leur cinétique de précipitation augmente avec la déformation à froid et après la recristallisation [13]. Toutefois, les durées requises pour la précipitation restent supérieures à quelques heures. Ces phases peuvent être observées lorsqu'un traitement thermique de plusieurs heures est effectué entre 570°C et 900°C.

Ainsi, les phases les plus rapides à précipiter pour l'acier 316L sont les carbures métalliques. Lors d'une hypertrempe, le refroidissement est de plusieurs degrés par seconde ce qui limite fortement le risque de précipitation. Lors des cycles de Compression Isostatique à Chaud d'échangeurs en 316L, les températures de soudage dépassent 900°C, les précipités éventuellement formés lors de la chauffe sont alors dissous. Les vitesses de refroidissement sont de l'ordre de 2 à 20°C/min selon l'enceinte utilisée et la taille des pièces. La précipitation des carbures métalliques est donc possible lors des refroidissements les plus lents.

(d) Ferrite delta résiduelle

La ferrite δ est stable à très haute température ($T > 1300^\circ\text{C}$ pour le 304L par exemple, Figure 1-5) dans les aciers inoxydables dont le rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} est supérieur à 1,25 [14]. Elle se forme lors de la solidification de l'acier. Au cours du refroidissement, elle est transformée en austénite γ ou conservée. La transformation en austénite est en théorie totale dans les aciers austénitiques. Toutefois, de la ferrite δ résiduelle peut encore être observée à température ambiante (dans le 316L par exemple [2], [15]). Deux phénomènes permettent de l'expliquer : la vitesse rapide de solidification de la coulée et les hétérogénéités locales de composition chimique dans le matériau.

Lorsque le refroidissement de la coulée est trop rapide, la ferrite δ n'a pas le temps de se dissoudre complètement. A température ambiante, la cinétique de transformation est trop lente pour avoir lieu. De plus, le recuit d'austénitisation effectué après la mise en forme d'un acier, a une durée trop courte (quelques minutes vers 1100°C en général [9]) pour dissoudre la ferrite δ résiduelle.

Ce phénomène est aggravé par les hétérogénéités de composition. La Figure 1-2 montre que l'acier 316L est à la limite avec le domaine austénite + ferrite. Les hétérogénéités de composition chimique stabilisent localement la ferrite.

Ainsi, l'apparition de la ferrite δ peut être localisée dans une zone particulière, liée à la structure de solidification du lingot de coulée.

II.2. Fabrication des tôles

L'échangeur de chaleur développé dans le cadre du projet ASTRID devra être fabriqué à partir de tôles d'épaisseur millimétrique en acier inoxydable 316L(N). Le procédé d'élaboration de ces tôles nécessite les opérations suivantes :

- élaboration de la nuance souhaitée ;
- coulée ;
- transformation thermomécanique par laminage à chaud puis à froid ;
- finition de surface.

Pour optimiser le rendement du procédé de fabrication, des lignes continues ont été développées : les différentes opérations se déroulent à la suite, de la coulée à la finition. Actuellement aucune coulée continue n'a été réalisée à partir de l'acier 316L(N). Les tôles étudiées dans ce manuscrit sont en 316L (X2CrNiMo 17-12-2) et ont été élaborées selon ce procédé d'élaboration.

La Figure 1-7 décrit la succession des étapes de fabrication. L'ensemble de ces étapes a déjà bien été expliqué par Bouquet [2]. Une présentation rapide avec les principaux intérêts de chacune d'entre elles est ici effectuée.

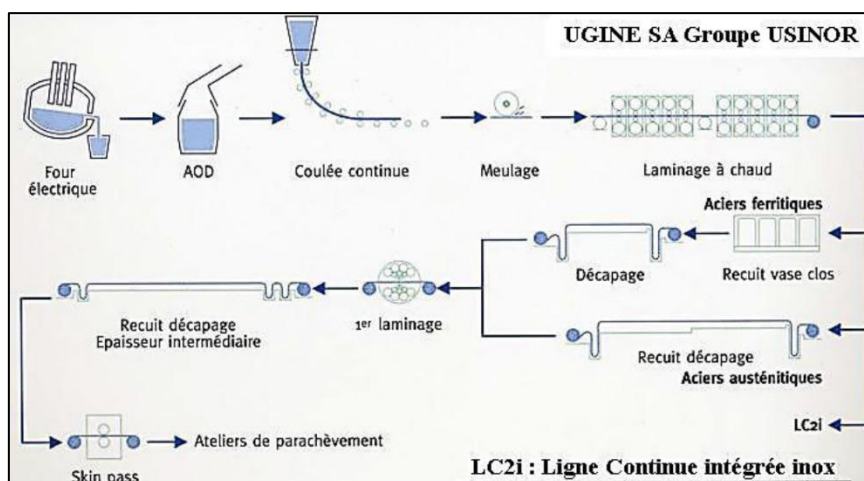


Figure 1-7 : Procédé de fabrication des tôles en acier inoxydable en coulée continue (UGINE SA Groupe USINOR).

II.2.1. Elaboration et coulée

L'élaboration s'effectue en deux temps : des ferrailles et ferroalliages riches en chrome, molybdène et nickel sont fondus dans un four électrique à arc, puis le métal liquide est décarburé et réduit dans un convertisseur AOD (Argon-Oxygen-Decarburization) pour diminuer la teneur en carbone et ajuster la teneur des éléments d'alliage.

Une coulée continue est réalisée en lingotière de cuivre nickelé pour obtenir des brames (d'épaisseur 150 à 250 mm et de largeur 600 à 1600 mm) ou des blooms (de section carrée entre 100 et 250 mm de côté).

II.2.2. Laminage

Les brames sont laminées à chaud entre 1100°C et 1200°C afin de ramener leur épaisseur entre 2 et 14 mm. Un recuit est ensuite réalisé pour recristalliser la microstructure. La couche d'oxyde présente en surface (calamine) est enlevée par voie mécanique (planage sous traction, grenailage) et chimique (décapage).

Le laminage à froid est effectué sur des laminoirs réversibles multicylindres. La réduction de l'épaisseur peut atteindre 80 à 90% grâce à une succession de plusieurs passes. Le laminage à froid permet d'obtenir les exigences dimensionnelles (épaisseur, planéité, profil transversal rectangulaire) et d'améliorer l'état de surface (rugosité, défauts) des tôles.

C'est à partir de cette étape qu'un produit semi-fini est appelé « tôle ». Une tôle est un produit laminé à froid en laissant libre la déformation des rives avec une largeur minimale de 600 mm (norme ISO 6929 : 2013), à la différence des bandes, qui sont immédiatement enroulées (formation d'une bobine).

II.2.3. Finition et état de surface 2B

Des traitements thermiques et mécaniques spécifiques sont réalisés sur l'état laminé. L'objectif est d'améliorer la planéité, réduire les défauts en surface et oxydes résiduels des tôles.

Le traitement thermique est un recuit entre 1030°C et 1110°C permettant de recristalliser le matériau et de maîtriser la taille des grains. Sa durée n'est que de quelques minutes afin de limiter le grossissement de grains. Il est suivi d'une hypertrempe qui doit être suffisamment rapide (15-20°C/s) pour éviter la précipitation des carbures de chrome aux joints de grains qui pourrait entraîner une corrosion intergranulaire.

Après le recuit, une couche d'oxyde étant formée en surface, un décapage chimique est effectué pour la supprimer. Enfin, l'état de surface final (rugosité et planéité) est obtenu par une opération de laminage appelée skin-pass. Pour cette étape, le taux de corroyage est très faible : 1,5% d'allongement seulement. La rugosité des cylindres de travail est transférée à la surface de la tôle et est bien maîtrisée. Cela augmente aussi la planéité des tôles. Si nécessaire un planage sous traction supplémentaire peut être effectué. L'état de surface ainsi obtenu est appelé « 2B ». Il donne aux tôles un état de surface sans oxydes, avec une rugosité arithmétique faible (quelques centaines de micromètres), favorable à la formation de l'interface lors du soudage-diffusion.

III. Comportement mécanique macroscopique des aciers 316L/316LN

Les tôles laminées puis rainurées constituent la structure de l'échangeur. Si aucune précaution n'est prise lors du soudage-diffusion, les canaux peuvent être totalement refermés. Pour pouvoir maîtriser et modéliser la déformation de l'échangeur lors du cycle de CIC, il est donc nécessaire de connaître le comportement mécanique de ces tôles, jusqu'à plus de 1000°C, pour un chargement monotone.

Comme l'ensemble des aciers inoxydables, le matériau constitutif des tôles possède un comportement élasto-viscoplastique. Les résultats présentés concernent des aciers 316L(N) ou 316LN (qui répondent aussi aux spécifications de l'acier 316L(N)). De nombreuses études ont été réalisées sur ces aciers à basse et moyenne température (20 à 700°C) pour leurs utilisations nucléaires. En revanche, les études au-delà de 750°C restent plus rares.

III.1. Observation phénoménologique du comportement

Dans cette partie, le comportement élasto-viscoplastique des aciers 316L est présenté ainsi que l'effet du taux d'azote sur les propriétés mécaniques.

III.1.1. Elasticité

Le comportement élastique, supposé isotrope, se caractérise par deux paramètres : le coefficient de poisson et le module d'Young. La valeur utilisée pour le coefficient de poisson est de 0,3 et est supposée varier peu avec la température [16]. Pour un acier 316L(N), le module d'Young (E) peut être estimé entre 20°C et 700°C par l'Équation 1-3 [8].

$$E = 201\,660 - 84,8 T$$

Équation 1-3

E en MPa et T la température en °C.

Au-delà de 700°C, la diminution du module d'Young avec la température s'accélère pour devenir nulle à la température de fusion. Cela est illustré par la Figure 1-8 grâce aux mesures réalisées par Martinez sur un acier 316L(N) forgé [17].

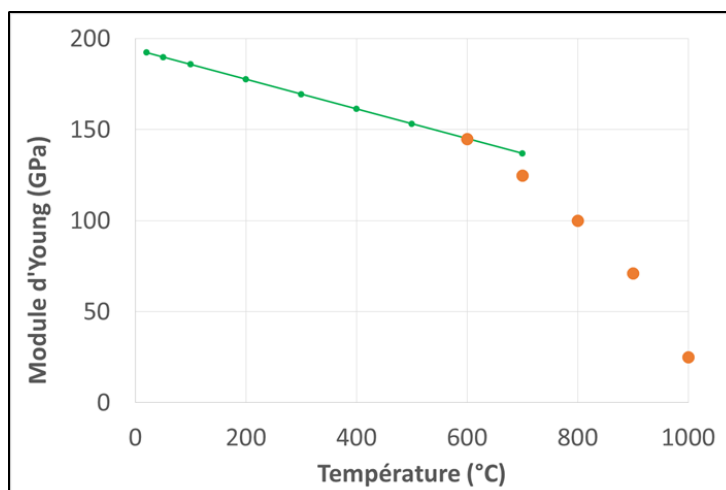


Figure 1-8 : Evolution du module d'Young avec la température selon le code RCC-MRx (vert) [8] puis pour un acier 316L(N) forgé [17].

Ces valeurs du module d'Young sont supposées être aussi valables pour l'acier 316L. Elles seront comparées aux valeurs obtenues lors de la caractérisation des tôles dans le chapitre 3.

III.1.2. Propriétés mécaniques

(a) Limite d'élasticité $R_{p0,2}$

La limite d'élasticité à 0,2% « $R_{p0,2}$ » est mesurée lors d'un essai de traction uniaxial réalisé à une vitesse de $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, comme conseillé par la norme NF EN ISO 6892-1 (2016). De nombreux essais de traction ont été réalisés par Tavassoli [18] sur l'acier 316L(N) entre 20°C et 1000°C à une vitesse de $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Il a ainsi pu établir une corrélation entre $R_{p0,2}$ et la température (Équation 1-4) :

$$R_{p0,2} = 289,75 - 0,90431 T + 0,003499 T^2 - 1,0297 \cdot 10^{-5} T^3 + 1,7738 \cdot 10^{-8} T^4 - 1,4968 \cdot 10^{-11} T^5 + 4,7016 \cdot 10^{-15} T^6 \quad \text{Équation 1-4}$$

$R_{p0,2}$ en MPa et T la température en °C.

(b) Contrainte maximale

La relation établie par Tavassoli entre la contrainte maximale (R_m) de l'acier 316L(N) et la température est présentée en Équation 1-5.

$$R_m = 609,11 - 1,816 T + 0,007805 T^2 - 1,3904 \cdot 10^{-5} T^3 + 9,4773 \cdot 10^{-9} T^4 - 2,1127 \cdot 10^{-12} T^5 \quad \text{Équation 1-5}$$

R_m en MPa et T la température en °C.

L'évolution de $R_{p0,2}$ et R_m avec l'augmentation de la température est illustrée sur la Figure 1-9. Les valeurs tracées correspondent à des moyennes obtenues sur un grand nombre d'essais mais avec des microstructures différentes (liées à des traitements thermiques préalables réalisés par l'auteur) et des matériaux issus de différentes coulées.

Toutefois, des tendances générales sont observées :

- une gamme de température de 200 à 500°C où les propriétés mécaniques évoluent peu ;
- une baisse rapide de la résistance mécanique au-delà de 500°C et de la limite d'élasticité au-delà de 700°C.

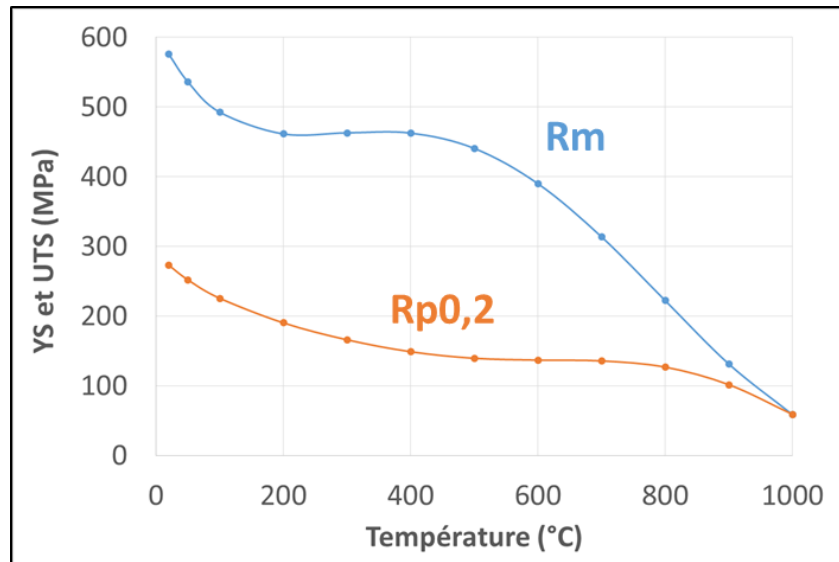


Figure 1-9 : Limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et contrainte maximale (R_m) moyenne pour l'acier 316L(N) selon les équations de Tavassoli [18].

Une dispersion importante a été observée par l'auteur qui l'explique par les variations de teneur en éléments chimiques (principalement azote et carbone) des échantillons étudiés, par un vieillissement thermique variable ou encore des tailles et des formes de produits différentes.

Ainsi, ces données ne sont pas applicables directement aux tôles en 316L utilisées dans cette étude, mais elles seront comparées aux valeurs obtenues lors des essais de traction réalisés dans le chapitre 3.

III.1.3. Effet du taux d'azote sur les propriétés mécaniques

Quelques études fournissent des données à haute température sur le comportement mécanique de l'acier 316LN ; moins sur l'acier 316L. Les différences de comportement entre ces deux aciers sont attribuées à l'azote. Elles empêchent d'utiliser les données obtenues sur un acier 316LN pour caractériser un acier 316L. L'effet de l'azote est discuté ci-dessous.

(a) Jusqu'à 850°C

Ledbetter [19] a étudié l'effet du carbone et de l'azote en solution solide sur les constantes d'élasticité de l'acier inoxydable austénitique 304 à température ambiante. Il observe qu'une augmentation de 1% de la quantité de carbone et/ou d'azote présent(s) en solution solide diminue le module d'Young d'environ 0,5%. Un faible effet est donc mesuré. Toutefois les variations de carbone et d'azote entre les aciers 316L/316LN sont de l'ordre de 0,2% maximum. Les conséquences sur le module d'Young peuvent donc être négligées et les valeurs de module d'Young présentées Figure 1-8 sont aussi valables pour un acier 316L.

Le rôle durcisseur de l'azote a été largement étudié entre 20°C et 700°C. La Figure 1-10 présente les résultats obtenus par Ganesh Kumar et al. [20] sur l'acier 316LN. L'augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance maximale de l'acier avec l'augmentation du taux d'azote est mise en évidence jusqu'à 800°C. Ces écarts importants justifient l'impossibilité d'identifier le comportement du 316L à partir du 316LN sur cette gamme de température.

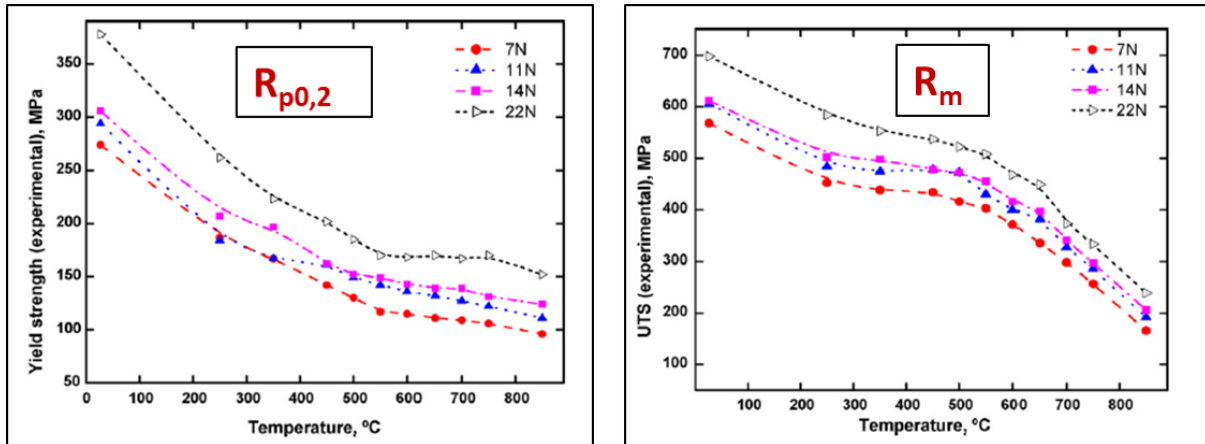


Figure 1-10 : Effet du taux d'azote (0,07%, 0,11%, 0,14% et 0,22%) sur la limite d'élasticité et la résistance maximale d'un acier 316LN [20].

(b) Au-delà de 850°C

Solberg a montré qu'au-delà de 850°C, l'effet de l'azote sur les propriétés en fluage de l'acier 316LN devenait limité voir nul, du fait de l'augmentation de la mobilité de l'azote à haute température qui diminuerait son effet de freinage sur les dislocations [21]. La Figure 1-11 présente les résultats de Guo et al. [22] sur des essais de traction au-delà de 800°C. Le comportement mécanique est très semblable pour les deux taux d'azote étudiés (0,08% et 0,17%).

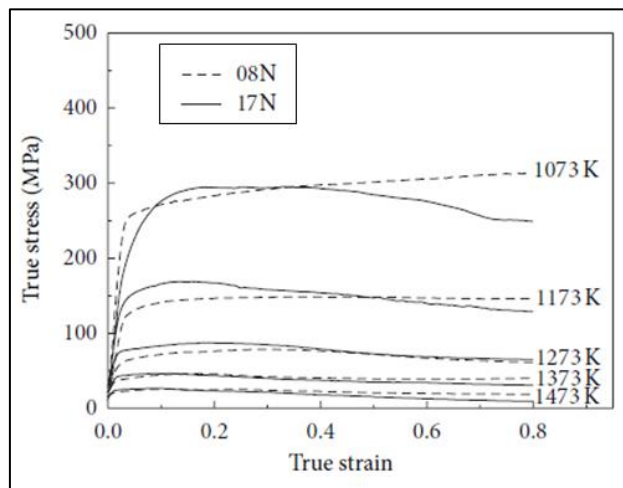


Figure 1-11 : Courbes rationnelles obtenues par essais de traction à $10^{-3}s^{-1}$ sur deux aciers 316LN (avec 0,08% et 0,17% d'azote) entre 800°C et 1200°C [22].

Ainsi, les différences existantes ne permettent pas d'identifier le comportement des tôles en 316L à partir d'essais réalisés sur l'acier 316LN. En revanche, au-delà de 900°C, les comportements de ces deux aciers ont tendance à se rapprocher.

III.1.4. Viscoplasticité du 316L

La viscoplasticité est caractérisée par des déformations irréversibles dépendantes de la vitesse de sollicitation et du temps. Elle apparaît, en général, dans les matériaux métalliques lorsque la température dépasse un tiers de la température de fusion.

Les aciers de type 316L/316LN ont un comportement viscoplastique original par rapport aux autres matériaux métalliques. La Figure 1-12 présente des essais de traction et de relaxation pour plusieurs températures.

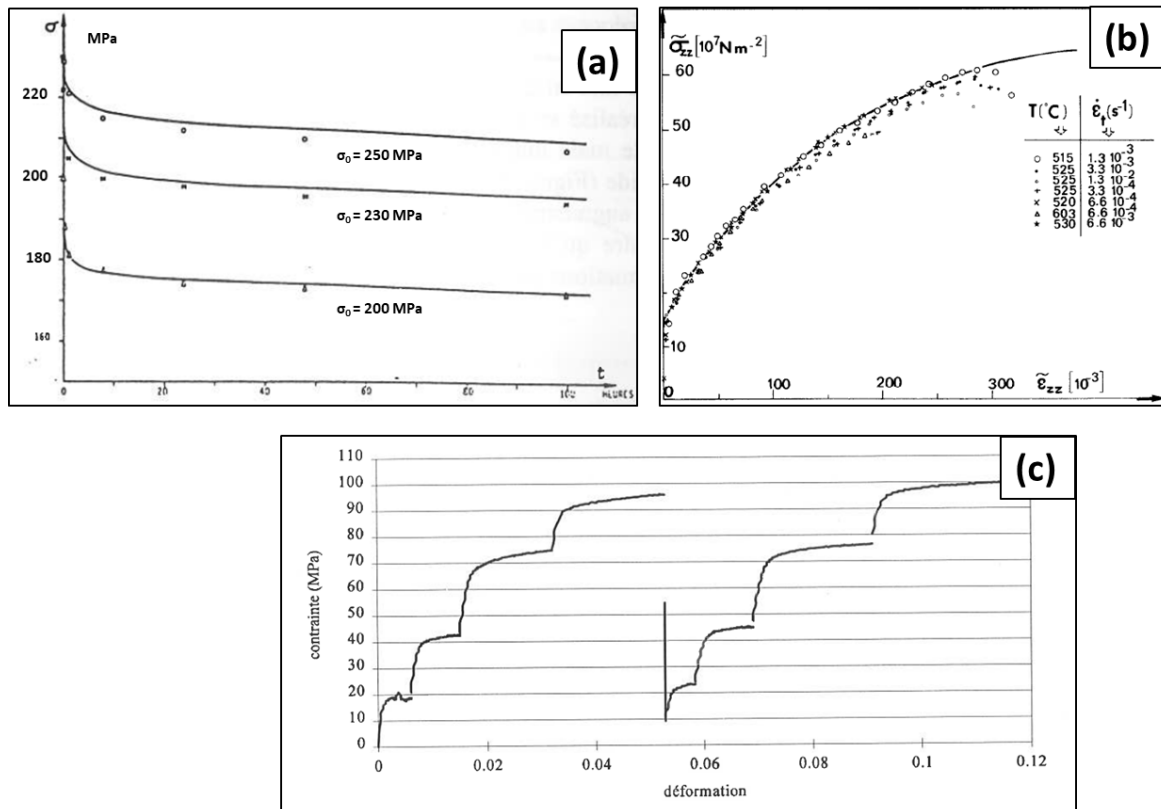


Figure 1-12 : Essais de relaxation à 20°C sur un acier 316L [23] (a), de traction autour de 520°C [24] (b) et à 900°C avec sauts de vitesses ($5,5 \cdot 10^{-6}$ / $5,5 \cdot 10^{-5}$ / $5,5 \cdot 10^{-4}$ / $1,2 \cdot 10^{-3}$ s⁻¹) [25] (c).

Il est mis en évidence :

- Une légère relaxation des contraintes dès la température ambiante ;
- Une insensibilité à la vitesse de sollicitation autour de 500°C ;
- Une forte sensibilité à la vitesse de sollicitation autour de 900°C.

Ainsi, la viscoplasticité peut être observée à température ambiante mais reste faible jusqu'à 500°C. Pour l'identification de la loi de comportement réalisée dans le chapitre 3, le comportement sera imposé élasto-plastique jusqu'à 540°C. Au-delà, le comportement sera considéré élasto-viscoplastique.

Lors de sollicitations mécaniques à contrainte imposée comme en CIC, l'essai le plus adapté pour caractériser la viscoplasticité est l'essai de fluage. Une charge constante est appliquée sur une éprouvette et sa déformation est mesurée au cours du temps. L'évolution de la déformation se décompose en trois étapes : le fluage primaire, secondaire et tertiaire (Figure 1-13 [26]).

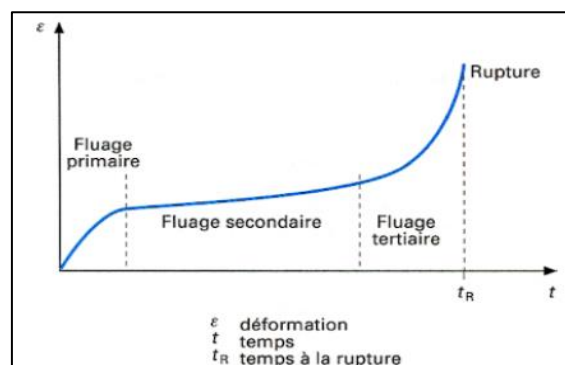


Figure 1-13 : Illustration des trois étapes du fluage : primaire, secondaire et tertiaire [26].

Lors du fluage primaire la vitesse de déformation diminue au cours du temps. Il y a une augmentation de la densité de dislocations dans le matériau provoquant un durcissement. Le fluage secondaire correspond à une vitesse de déformation constante : la création et l'annihilation des dislocations se

compensent. Enfin, le fluage tertiaire est associé à l'apparition de l'endommagement et mène rapidement à la rupture de l'éprouvette.

Afin de modéliser l'écoulement viscoplastique, de nombreuses lois ont été développées. Elles relient toutes la vitesse de déformation « $\dot{\varepsilon}$ », la contrainte « σ » et le temps. D'autres variables d'écrouissage et de restauration peuvent aussi être ajoutées. Pour des chargements uniaxiaux, la relation la plus courante est la loi de Norton :

$$\dot{\varepsilon}(\sigma, T) = \frac{\sigma^{n(T)}}{K(T)} \quad \text{Équation 1-6}$$

Avec : K (MPaⁿ.s) et n des paramètres du matériau dépendant de la température

Cette loi omet le fluage primaire. Selon le matériau et la température, les déformations liées au fluage primaire peuvent être négligeables. Toutefois, dans l'étude de la déformée d'un échangeur de chaleur, les déformations attendues sont relativement faibles (entre 0 et 20% selon les zones). La modélisation du fluage primaire est donc primordiale pour la précision des simulations. La loi d'écoulement utilisée pour la modélisation du comportement viscoplastique des tôles est présentée dans la partie suivante.

III.2. Modélisation du comportement mécanique de l'acier

III.2.1. Choix de la loi de comportement

Afin de choisir la loi de comportement la plus appropriée à la problématique, les points suivants sont considérés :

- le matériau sera supposé isotrope (et ce sera vérifié dans la partie III.2.2(c) du chapitre 3) – le critère sera basé sur l'utilisation de la contrainte équivalente de Von Mises ;
- une loi de comportement unique permettra la description du comportement depuis la température ambiante jusqu'à 1040°C. Pour ce faire, une loi viscoplastique de type Chaboche a été choisie [27], [28]. Certains paramètres seront adaptés aux basses températures pour rendre la loi de comportement quasi indépendante du temps.

La loi de comportement viscoplastique proposée par Chaboche, avec un écrouissage isotrope et deux écrouissages cinématiques, se présente de la façon suivante :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \frac{3}{2} \left\langle \frac{J(\underline{\sigma} - \underline{X}) - R - \sigma_y}{K} \right\rangle^n \frac{\underline{s} - \underline{X}'}{J(\underline{\sigma} - \underline{X})} \quad \text{Équation 1-7}$$

- $J(\underline{\sigma})$ représente la contrainte équivalente de Von Mises : $J(\underline{\sigma}) = \sqrt{\frac{3}{2} (\underline{s} : \underline{s})} = \sigma_{VM}$. Dans l'espace des contraintes, c'est la distance entre l'état de contrainte et le centre du repère (Figure 1-14) ;
- \underline{s} est la partie déviatorique du tenseur $\underline{\sigma}$: $\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3} Tr(\underline{\sigma}) \mathbf{1}$;
- $\langle \rangle$ symbolise la partie positive ;
- $\underline{X} = \underline{X}_1 + \underline{X}_2$ (cas avec deux écrouissages cinématiques) ;
- \underline{X}' est la partie déviatorique du tenseur \underline{X} ;
- σ_y est la limite élastique.

Les évolutions des paramètres d'écrouissage R , X_1 et X_2 sont définies par les équations ci-dessous :

$$\dot{R} = \beta (Q - R) \dot{p} \quad \text{Équation 1-8}$$

β est le coefficient d'écrouissage isotrope, Q l'écrouissage isotrope pour une déformation infinie et \dot{p} la

vitesse de déformation plastique cumulée : $\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\dot{\varepsilon}}^p : \underline{\dot{\varepsilon}}^p}$

$$\underline{\dot{X}}_1 = C_1 \underline{\alpha}_1 \quad \text{et} \quad \underline{\alpha}_1 = \underline{\dot{\varepsilon}}^p \quad \text{Équation 1-9}$$

$$\underline{\dot{X}}_2 = C_2 \underline{\alpha}_2 \quad \text{et} \quad \underline{\alpha}_2 = \underline{\dot{\varepsilon}}^p - D \underline{\alpha}_2 \dot{p} \quad \text{Équation 1-10}$$

C_1 , C_2 et D sont les coefficients d'écroissage cinématique.

La contrainte visqueuse caractéristique d'un comportement viscoplastique s'écrit alors :

$$\sigma_v = J(\underline{\sigma} - \underline{X}) - R - \sigma_y \quad \text{Équation 1-11}$$

Elle est représentée, ainsi que la contribution des écroissages isotropes et cinématiques, dans l'espace des contraintes principales, et illustrée pour un essai de traction uniaxial sur la Figure 1-14.

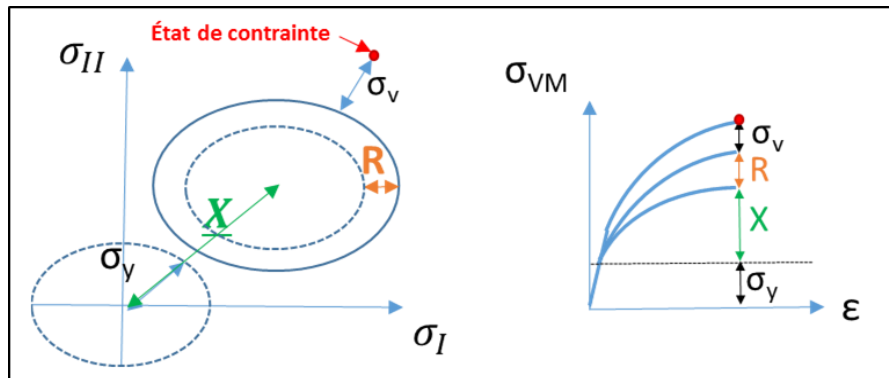


Figure 1-14 : Représentation dans l'espace des deux premières contraintes principales des variables décrivant l'écoulement viscoplastique (à gauche) et décomposition pour un essai de traction uniaxial de la contrainte visqueuse et des écroissages isotrope et cinématique.

III.2.2. Application à l'étude du comportement des tôles en 316L

A partir de la loi d'écoulement présentée en Équation 1-7, le comportement en traction, en fatigue et en fluage des aciers type 316 est correctement décrit [28]. Cette loi a été utilisée par Lemaître [29] pour identifier le comportement d'un acier 316 (à 20°C et 600°C) et par Martinez [17] pour un acier 316LN forgé (entre 20°C et 1000°C avec une identification tous les 100°C).

Toutefois, ces résultats ne sont pas suffisants pour modéliser le comportement des tôles laminées du fait de la finesse recherchée pour la prédiction de la déformée des canaux. En effet, des études ont été menées au laboratoire sur des tôles en 316L d'épaisseur 3 mm et 4 mm. Elles montrent que, pour certaines contraintes, la cinétique de fluage à 1000°C des aciers 316L peut varier du simple au double entre ces tôles [30]. Il est donc important que le comportement à haute température soit identifié sur les tôles servant à la fabrication de l'échangeur de chaleur.

Les résultats de Martinez peuvent tout de même servir de référence pour l'identification qui sera réalisée dans le chapitre 3. Celle-ci sera effectuée jusqu'à 1040°C avec des températures rapprochées autour de 1000°C pour garantir une bonne précision car aux températures où l'identification n'aura pas été réalisée, les paramètres seront calculés par interpolation linéaire.

Lors d'un cycle de soudage-diffusion, le chargement est en général monotone. Dans ce cas, un seul type d'écroissage peut être considéré. Dans la suite de ces travaux, la loi présentée sur l'Équation 1-12 sera utilisée en ne prenant en compte que l'écroissage isotrope.

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \frac{3}{2} \left\langle \frac{J(\underline{\sigma}) - R - \sigma_y}{K} \right\rangle^n \frac{\underline{s}}{J(\underline{\sigma})} \quad \text{Équation 1-12}$$

IV. Le soudage-diffusion

Le procédé utilisé pour la réalisation de l'assemblage des échangeurs thermiques est le soudage-diffusion. Lorsque les deux pièces soudées possèdent la même composition chimique et la même microstructure, le soudage-diffusion est dit « homogène ». Seul ce cas est discuté dans ce manuscrit car les tôles sont toutes identiques.

Le procédé est maintenant présenté et les mécanismes physiques intervenant dans la disparition de l'interface sont décrits.

IV.1. Présentation du soudage-diffusion

IV.1.1. Principe

(a) Description du processus

Le soudage-diffusion est une technique de soudage en phase solide permettant d'assembler deux matériaux, différents ou identiques. L'application de pressions (typiquement $0,2$ à $0,9 \sigma_y$, avec σ_y la limite d'élasticité la plus faible des deux matériaux) et de températures élevées ($0,6$ à $0,9 T_f$, avec T_f la température de fusion la plus faible des matériaux) crée une déformation viscoplastique des aspérités de l'interface et une diffusion atomique autour des cavités formées. Ces mécanismes mènent à la disparition des pores puis à la jonction des interfaces. La Figure 1-15 illustre les étapes successives de la formation d'une interface soudée-diffusée.

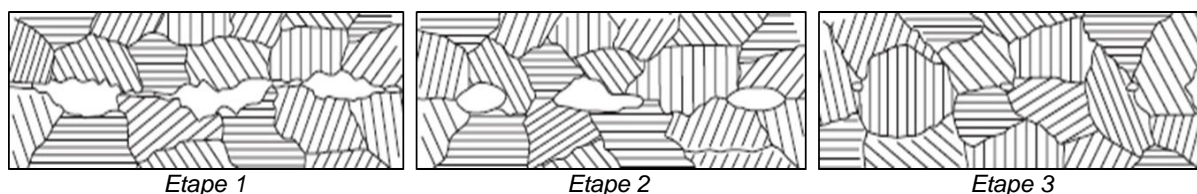


Figure 1-15 : Formation d'une interface soudée-diffusée [31].

Etape 1 : La mise en contact des aspérités de surface entraîne localement une déformation plastique instantanée qui augmente la surface de contact entre les matériaux. Il en résulte un réseau de cavités connectées.

Etape 2 : Au cours du temps, les mécanismes de fluage et de diffusion diminuent la taille des cavités et les rendent sphériques. La tortuosité du réseau de cavités augmente jusqu'à créer une porosité fermée, isolant les cavités les unes des autres.

Etape 3 : Les dernières microcavités sont éliminées par diffusion et/ou fluage selon les matériaux. Les grains croissent et franchissent l'interface qui tend à disparaître.

(b) Evolution des propriétés l'interface

Le soudage-diffusion est un processus dépendant du temps ce qui permet de suivre l'évolution des propriétés de l'interface au cours du soudage.

Les travaux de Zhang et al. [32] sur le soudage de deux pièces forgées en acier martensitique ($1Cr11Ni2W2MoV$) ont permis de quantifier l'évolution, au cours du soudage-diffusion, de la longueur d'interface formée (c'est-à-dire sans présence de porosité) et de la résistance au cisaillement (l'interface étant positionnée dans le plan de cisaillement) des deux pièces. La température et la pression lors du palier de soudage sont respectivement de $1000^\circ C$ et $20 MPa$. La Figure 1-16 présente les mesures effectuées pour des durées de maintien de 10, 30, 60 et 90 minutes.

La réduction de la porosité résiduelle est mise en évidence par l'augmentation de la longueur d'interface. Les pores sont présents sur 70% de la longueur d'interface après 10 minutes de soudage et ont presque complètement disparu après 90 minutes. Cette disparition des cavités est associée à une amélioration de la résistance au cisaillement qui passe de $450 MPa$ après 10 minutes à plus de $800 MPa$ pour 90 minutes de maintien. La résistance du matériau forgé est alors atteinte.

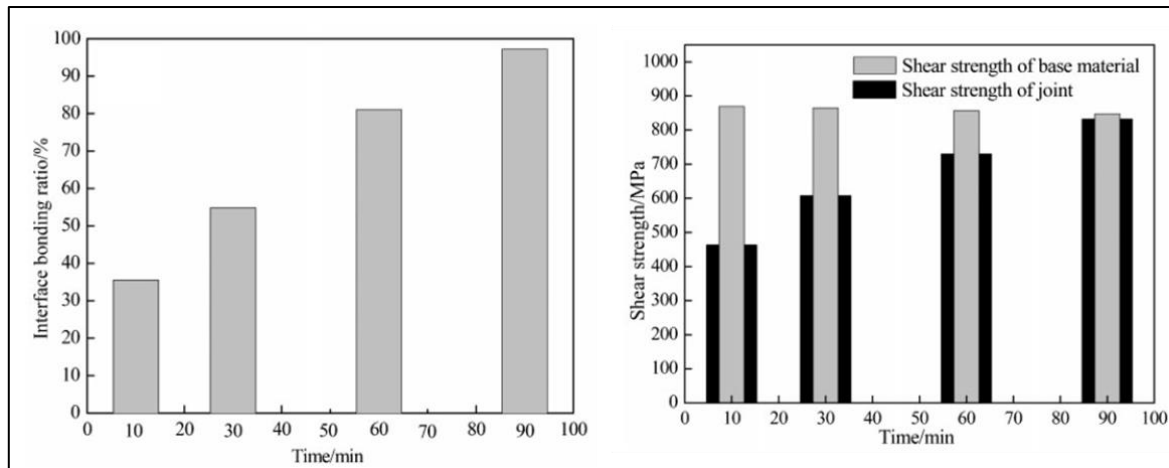


Figure 1-16 : Evolution de la longueur d'interface formée (à gauche) et de la contrainte maximale de cisaillement (à droite) au cours du palier de soudage [32].

L'évolution de la microstructure de l'interface entre le début et la fin du soudage est présentée sur la Figure 1-17. Une réduction de la porosité et un franchissement de l'interface par les joints de grains sont effectivement observés. Ainsi, ces deux processus ont lieu simultanément lorsque la température est suffisamment élevée pour permettre le mouvement des joints de grains.

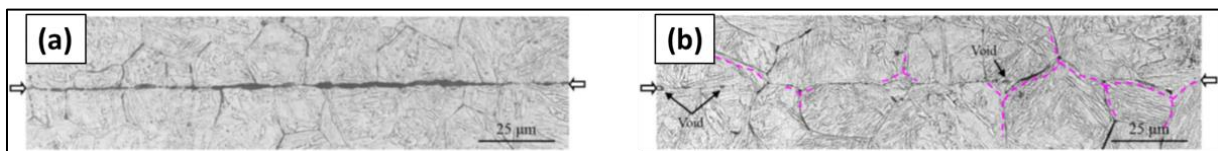


Figure 1-17 : Microstructure de l'interface après 10 (a) et 90 (b) minutes de palier [32].

Dans un contexte d'optimisation des propriétés mécaniques d'une interface soudé-diffusée, la réduction de la porosité et le franchissement des joints de grains sont deux facteurs importants à maîtriser.

IV.1.2. Mise en œuvre du soudage-diffusion : CUC et CIC

La Compression Uniaxiale à Chaud (CUC) et la Compression Isostatique à Chaud (CIC) sont deux méthodes de mise en forme et d'assemblage à chaud développées durant la seconde moitié du XX^e siècle. La première enceinte de CIC a été réalisée à la fin des années 1950 dans le but de souder un revêtement de Zircalloy sur un combustible nucléaire [33].

Ces procédés sont cependant lourds et coûteux, ce qui limite actuellement l'utilisation de cette technologie d'assemblage à des pièces à haute valeur ajoutée. Les principales applications concernent les filières pétrolières, aérospatiales, la métallurgie des poudres ou encore le nucléaire, pour la réalisation des panneaux de première paroi du réacteur ITER par exemple. Plus généralement, le procédé est utilisé pour [33]:

- La densification de pièces coulées (réduction des macroporosités et des microporosités) ;
- La densification de poudres (augmentation de la densité) ;
- La densification et l'amélioration du soudage de revêtements ;
- Le soudage-diffusion de jonctions.

Ces techniques sont possibles grâce aux pressions et aux températures élevées appliquées simultanément aux pièces lors des cycles de compression. Les trois paramètres principaux d'un cycle de compression à chaud (Pression P, Température T et temps t) peuvent chacun varier dans une large gamme :

- Une enceinte de CIC fonctionne entre 10 et 200MPa et une enceinte de CUC entre 1 et 50MPa ;
- Un four de CIC peut monter à 2000°C et un four de CUC à 1500°C ;
- Pour les deux procédés la durée d'un cycle varie entre une dizaine de minutes et plusieurs heures selon la taille des pièces.

Le chargement thermomécanique appliqué aux pièces permet l'activation de mécanismes de diffusion intervenant à l'échelle microscopique dans la réduction de la porosité résiduelle et dans le soudage-diffusion des jonctions.

La différence essentielle entre le procédé de CUC et de celui de CIC est la méthode d'application de la pression comme illustré sur la Figure 1-7. En CIC, un fluide (généralement argon ou azote) est sous pression et chauffé par résistance à l'intérieur d'un autoclave. Il exerce donc une pression isostatique sur la structure et permet une bonne homogénéité thermique lorsque la pression est élevée. Toutefois, cela nécessite la mise sous vide en conteneur des pièces à souder. Sans cela, le gaz situé aux interfaces empêcherait tout soudage. En CUC, la force uniaxiale est transmise par des vérins à l'intérieur d'une enceinte sous vide secondaire. Le chauffage peut être résistif ou inductif. Aucun conteneur n'est requis, mais la mise sous vide est tout de même nécessaire afin d'éviter l'oxydation des surfaces.

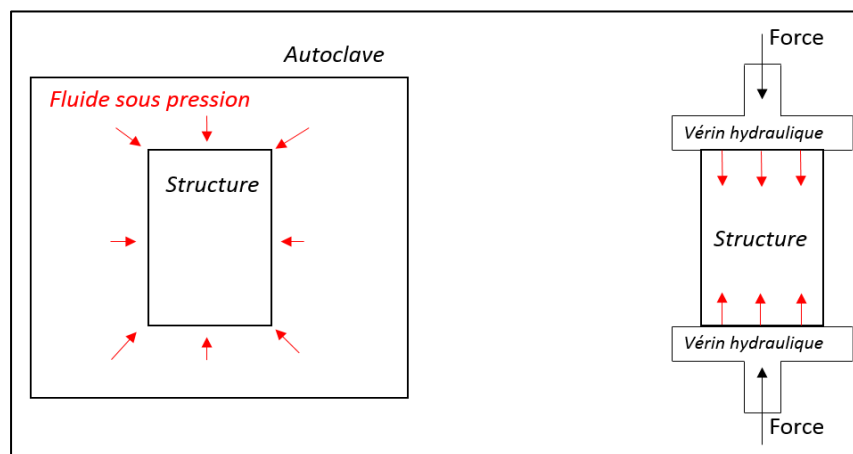


Figure 1-18 : Comparaison CIC et CUC.

De plus, même si le procédé de CIC est plus lourd à utiliser, il présente des possibilités techniques plus importantes. Ces avantages sur la CUC sont les suivants :

- La pression appliquée est indépendante de la taille de la pièce ce qui permet de travailler sur des pièces de plus grandes dimensions qu'en CUC (typiquement jusqu'à un facteur 10) ;
- Appliquer une plus forte pression permet de diminuer la température de soudage et ainsi, si besoin, de mieux maîtriser la microstructure des matériaux ;
- La pression hydrostatique permet la densification et le soudage de géométries complexes tout en limitant leur déformation.

Ainsi, la méthode de CIC est préférée pour le soudage-diffusion d'échangeur de chaleur à plaques.

IV.1.3. Avantages et inconvénients de la CIC

Le soudage diffusion par CIC présente plusieurs avantages par rapport aux procédés de soudage conventionnels comme le brasage ou le soudage par fusion :

- L'absence de discontinuités microstructurales liées à une zone fondue (ou affectée thermiquement). De plus, la structure est chauffée dans son ensemble ce qui limite les problèmes liés aux gradients thermiques (contraintes résiduelles, retraits...) ;
- L'assemblage de structures complexes comme les échangeurs de chaleurs : soudage de grandes interfaces inaccessibles, faibles épaisseurs de matières disponibles ;
- L'assemblage de matériaux difficiles à souder par d'autres méthodes (céramique/métal, superalliages ODS...).
- Un soudage possible sur de grandes surfaces, permettant généralement d'obtenir une bonne tenue mécanique des interfaces par rapport à un soudage local.

En revanche, de par son coût, le développement du procédé à l'échelle industrielle est lent et des inconvénients subsistent :

- Une production limitée par le nombre d'enceintes disponibles et la durée souvent importante de chaque cycle de CIC ;
- Des dimensions de pièces limitées par la taille des autoclaves.
- Un vieillissement thermique de toute la structure lors des cycles de longues durées (augmentation irréversible de la taille de grain pour les aciers austénitiques, apparition de phases non souhaitées...);
- Une longue période de développement nécessaire pour déterminer le cycle de CIC le plus adapté pour chaque nouvelle application ou nouveau matériau utilisé.
- Un contrôle important de la qualité des états de surface. La pollution par des poussières ou des oxydes est néfaste pour la tenue mécanique [34]. Des traitements chimiques et mécaniques de la surface sont parfois requis préalablement au cycle de CIC afin d'assurer un état de surface optimal pour le soudage-diffusion.

IV.2. Réduction de la porosité aux interfaces

Dans cette partie, les différents mécanismes impliqués dans la fermeture des cavités à l'interface vont être décrits. Puis les modèles analytiques permettant de prévoir les cinétiques de disparition de la porosité sont discutés.

IV.2.1. Description des mécanismes de fermeture de la porosité lors du soudage-diffusion

L'étude des mécanismes intervenant lors du soudage-diffusion d'une interface a débuté à la fin des années 1960 sur des alliages de titane (TA6V). L'observation 3D des cavités étant complexe, notamment du fait de leur taille souvent très réduite, les études se concentrent sur une observation 2D. Pour faciliter la compréhension et la modélisation de la fermeture des cavités, une préparation de la surface par polissage mécanique est, en général, préalablement réalisée. L'objectif est de créer un motif uniforme le long de l'interface. Le polissage crée de longues rainures qui peuvent être supposées infinies. Ainsi, une observation 2D normale à la direction de la section étudiée donne une image représentative de l'ensemble de la porosité présente aux interfaces. De plus, les modèles analytiques permettant de décrire la fermeture de pores lors du soudage-diffusion sont développés en déformations planes, ce qui est compatible avec cette géométrie particulière.

(a) Evolution des cavités durant le soudage-diffusion

L'évolution de la forme des cavités au cours du soudage est aujourd'hui bien connue grâce à l'accumulation des observations réalisées depuis les années 1960. La Figure 1-19 présente l'évolution de la géométrie de cavités à l'interface de tôles en TA6V [35] et en acier inoxydable martensitique 1Cr11Ni2W2MoV [36].

L'évolution de la géométrie est semblable pour les deux matériaux. Zhang [36] décrit une succession de quatre formes géométriques (Figure 1-19) :

- Surface irrégulière ;
- Ellipse plate (« penny-shape » en anglais) ;
- Ellipse ;
- Cercle.

Les mécanismes de fermeture des cavités, détaillés par la suite, permettent d'expliquer cette évolution géométrique.

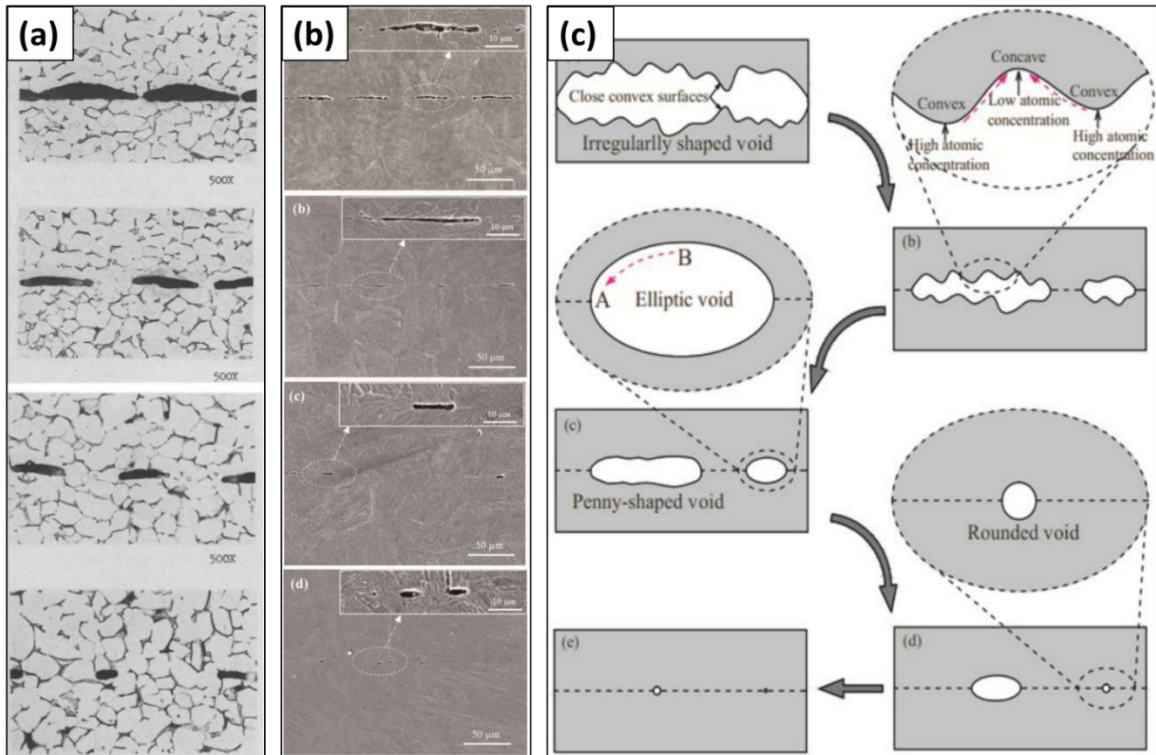


Figure 1-19 : Evolution des cavités pour le TA6V [35] (a), un acier inoxydable (b) et schématisation associée (c) [36].

(b) Mécanismes physiques intervenant dans la fermeture de pores lors du soudage-diffusion

Les mécanismes proposés pour expliquer la réduction de la porosité lors du soudage-diffusion sont issus des études de frittage en métallurgie des poudres. En effet, les conditions de pression et de température sont proches pour la densification de poudre et le soudage diffusion avec des températures comprises entre 0,5 et 0,8 fois la température de fusion et des pressions de l'ordre de 10 à 100 MPa. La Figure 1-20 regroupe l'ensemble des mécanismes proposés par Ashby [37] pour le frittage. Ces mécanismes peuvent être répartis en trois groupes selon la source de matière : la diffusion depuis la surface de la cavité, la diffusion depuis l'interface et l'écoulement (visco)plastique.

Mechanism No.	Transport path	Source of matter**	Sink of matter**
1	Surface diffusion	Surface	Neck
2	Lattice diffusion	Surface	Neck
3	Vapor transport	Surface	Neck
4	Boundary diffusion	Grain boundary	Neck
5	Lattice diffusion	Grain boundary	Neck
6	Lattice diffusion	Dislocations	Neck

** Sintering problems can be formulated in terms either of the flow of matter, or of the counterflow of vacancies. It is more convenient to focus on the flow of matter.

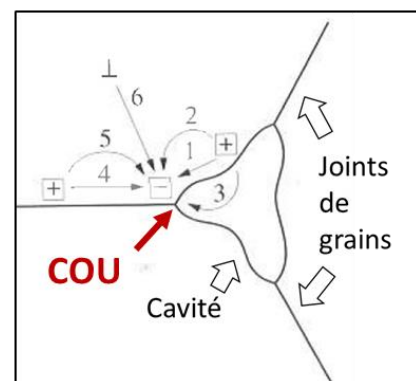


Figure 1-20 : Les six mécanismes diffusifs intervenant dans la réduction des cavités [37] et illustration associée [38].

Historiquement, le premier mécanisme qui a été associé au frittage de poudre est l'écoulement plastique et visqueux [39]. La plasticité est un phénomène associé à la formation et au mouvement de dislocations (défauts linéaires) dans la structure cristalline [40]. La viscoplasticité, par définition dépendante du temps, est engendrée par différents mécanismes possibles [41] :

- le fluage-dislocation (la déformation est liée aux glissements de dislocations, activés thermiquement) ;

- le fluage-diffusion (la déformation est due à un transport de matière par diffusion dans chaque grain).

En fonction des conditions de température et de contrainte appliquée, le mécanisme prépondérant n'est pas le même comme le montrent les cartes d'Ashby [42] (Figure 1-21). Dans des conditions typiques du soudage-diffusion :

- le cycle dure quelques heures
- les déformations varient entre quelques % et plusieurs dizaines de % (localement au niveau des rugosités) ;
- la température est autour de 1000°C.

Ainsi, c'est le fluage-dislocation qui est prépondérant (Figure 1-21).

Les dislocations créées par les contraintes de pression transportent la matière depuis le cœur du matériau vers le cou et le volume des pores diminue au cours du temps.

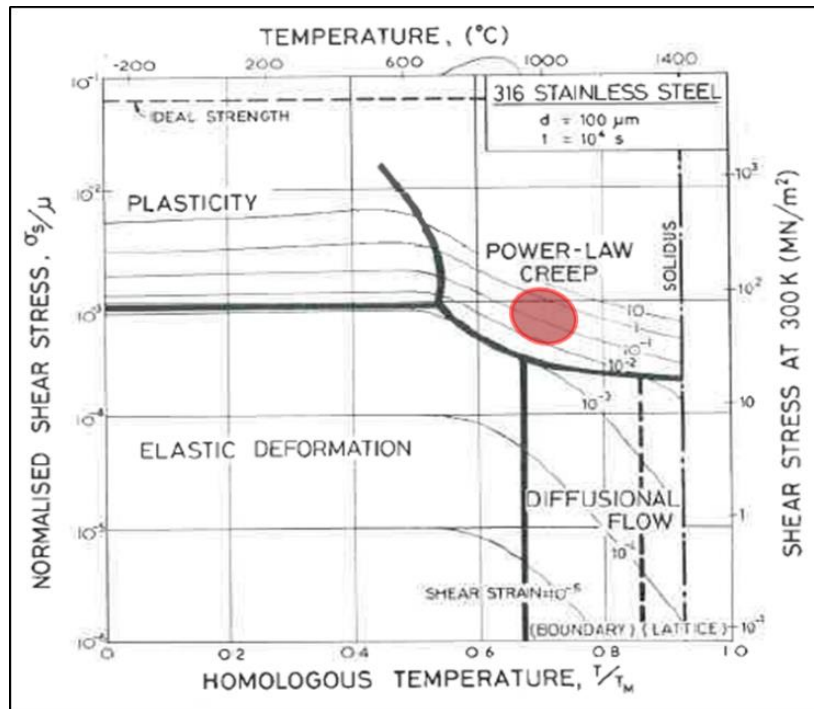


Figure 1-21 : Carte des mécanismes de déformation d'Ashby de l'acier 316L pour une durée de trois heures [42]. En rouge, le domaine associé aux conditions de CIC correspond au fluage-dislocation.

L'évolution de la forme des pores étant mal prise en compte par les mécanismes de plasticité et de viscoplasticité, des mécanismes de *diffusion depuis la surface* des cavités vers le cou des particules ont été proposés [43], [44]. La force motrice de ces mécanismes est le gradient de potentiel chimique en surface des cavités. Ce gradient provient de la courbure de la surface qui, d'après l'équation de Laplace, crée un excès ou un défaut de pression dans la matière lorsque la surface est respectivement concave ou convexe [16]. Ainsi, en fonction de la courbure locale, le potentiel chimique varie et plus une cavité est allongée, plus la force motrice et donc le flux de matière sont importants. L'équilibre des potentiels chimiques en surface va tendre à uniformiser la courbure en surface des pores, donc à les rendre sphériques. Pour ce faire, plusieurs modes de transport de la matière sont possibles :

- La *diffusion depuis la surface* de la cavité le long de cette surface (mécanisme n°1). Les atomes se déplacent le long de la surface depuis les zones convexes (potentiel chimique en excès) vers les zones concaves (potentiel chimique en défaut).
- La *diffusion depuis la surface* par le volume (mécanisme n°2). La matière se déplace à travers la matrice depuis les zones convexes vers les zones concaves.
- La *diffusion depuis la surface* par évaporation-condensation (mécanisme n°3). Le transfert de matière a lieu sous forme gazeuse. Un flux s'établit depuis les zones convexes (pression de vapeur d'équilibre élevée) vers les zones concaves (pression de vapeur d'équilibre faible) [45].

Lorsque la surface de la cavité est entièrement concave, le flux de matière se poursuit depuis les zones de faible courbure vers les zones de courbure plus élevée. Les mécanismes de *diffusion depuis la surface* modifient la forme des pores (sphéroïdisation) sans modifier leur volume.

Enfin, la contribution des mécanismes de *diffusion depuis l'interface* vers le cou des pores a été mise en évidence plus tard [46], [47]. Elle était jusqu'alors supposée négligeable. La force motrice de ces mécanismes est le gradient de potentiel chimique le long de l'interface. La courbure de la cavité crée un défaut de pression dans la matière (zone concave). Ainsi, plus le rayon de courbure est faible, plus la force motrice et le flux de matière sont importants. L'équilibre des potentiels chimiques le long de l'interface entraîne un flux de matière depuis l'interface vers la surface du pore. Deux modes de transport de la matière sont possibles :

- La diffusion depuis l'interface par le joint de grain (mécanisme n°4). Les atomes diffusent le long de l'interface vers la surface du pore ;
- La diffusion depuis l'interface par le volume (mécanisme n°5). Les atomes diffusent à travers la matrice.

Les mécanismes de diffusion réduisent le volume des cavités et peuvent modifier la forme. Par la suite, une interface pourra être soit un joint de grain, soit le joint de phase entre deux matériaux à souder.

IV.2.2. Modélisation des mécanismes de fermeture des cavités

Des modèles analytiques 2D ont été développés afin de décrire les mécanismes détaillés ci-dessus. Ceux discutés ci-dessous ont été développés dans le cas d'interfaces soudées-diffusées par compression uniaxiale à chaud. Dans ce manuscrit, ils seront appliqués à la compression isostatique à chaud en supposant que seule la contrainte normale à l'interface intervient dans la fermeture des cavités (cette hypothèse sera discutée dans les chapitres 4 et 5).

(a) Géométrie des cavités et mécanismes de fermeture associés

Le premier modèle ne tenant compte que de la plasticité du matériau vise à quantifier l'évolution des cavités d'une interface soudée-diffusée ; il a été proposé par Hamilton [35]. Il assimile la rugosité de la surface à une série de longues arêtes à section triangulaire, Figure 1-22. Ce modèle a permis une première estimation des contraintes à appliquer pour fermer les cavités. Cependant, il est trop simplifié car il ne prend pas en compte les mécanismes dépendant du temps.

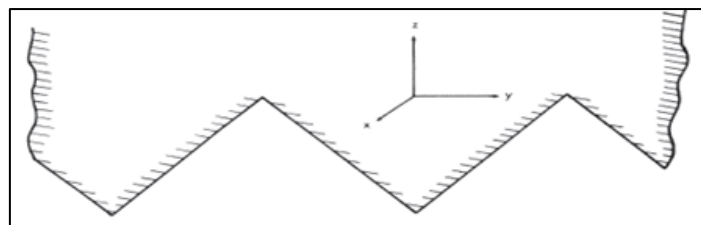


Figure 1-22 : Géométrie des aspérités de surface modélisée par Hamilton [35].

Garmond propose une amélioration de ce modèle en y incluant une seconde étape [48]. Il considère que des micro-aspérités ondulées (quelques μm) subsistent après l'écrasement plastique. Elles sont assimilées à des cylindres qui sont réduits par la combinaison des mécanismes de fluage et de diffusion aux joints de grains. Leurs cinétiques ont été mises en équation par Coble [49]. La géométrie utilisée est présentée Figure 1-23. Ce modèle plus complet permet d'estimer les vitesses de fermeture des cavités. Toutefois, il ne permet pas de modéliser la forme 2D des cavités la plus couramment observée : des ellipses.

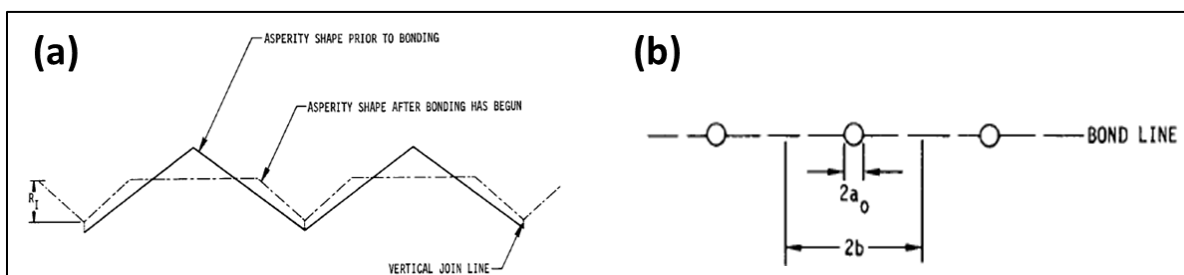


Figure 1-23 : Géométries des aspérités modélisées par Garmond (a : étape 1, b : étape 2) [48].

Le premier modèle à intégrer l'ensemble des mécanismes présentés Figure 1-21 est celui de Derby et Wallach [50] [51]. Il est constitué de deux étapes (Figure 1-24). Pour la première, une géométrie à côtés droits et bords arrondis est modélisée. Pour la seconde étape, la géométrie considérée est un cylindre.

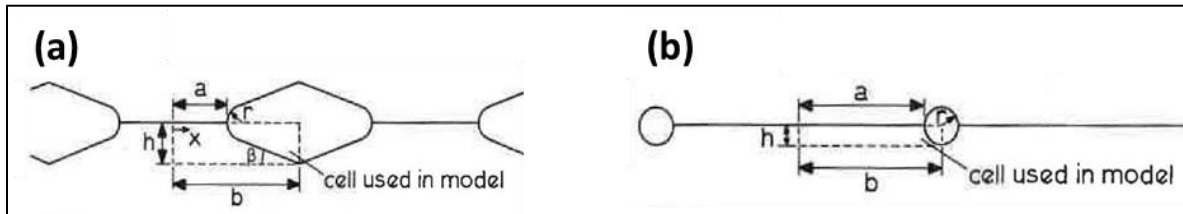


Figure 1-24 : Géométries des aspérités modélisées par Derby et Wallach (a : étape 1, b : étape 2) [50].

Le changement de géométrie a pour conséquence une discontinuité dans la prédiction de l'évolution de la forme des cavités. Hill et Wallach [52] ont alors adapté ce modèle pour une géométrie elliptique ; une ellipse pouvant être transformée en cercle sans discontinuité. De plus, la section des cavités observées expérimentalement est le plus souvent elliptique (Figure 1-19), ce modèle est donc en meilleure adéquation avec les observations expérimentales.

D'autres modèles intègrent, pour des géométries de cavités différentes, l'ensemble des mécanismes physiques de fermeture des cavités :

- Pilling propose une géométrie circulaire qu'il justifie par le fait que la diffusion surfacique peut être suffisamment forte pour maintenir le pore sphérique [53] ;
- Orhan propose une géométrie de surface sinusoïdale [54]. Il se base sur les travaux de Klaphaak [55] et Takashi [56].

Klaphaak stipule que l'état de surface obtenu par polissage peut être assimilé à une forme sinusoïdale. Takashi reporte l'observation expérimentale d'une diffusion inverse à celle attendue : la matière se déplace depuis le cou vers le pore. Ce phénomène est synonyme d'une surface localement convexe.

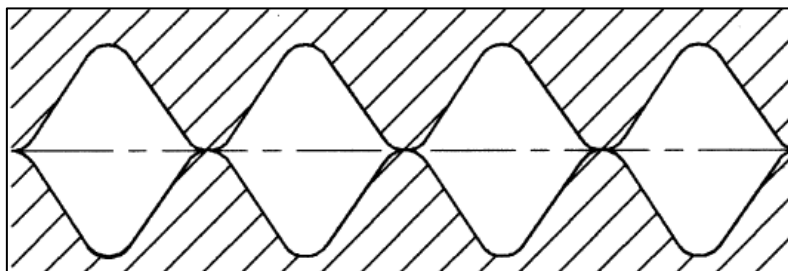


Figure 1-25 : Géométrie sinusoïdale modélisée par Orhan [54].

Ces deux géométries ne sont toutefois pas observées expérimentalement sur des surfaces réelles (forgées ou laminées). Ainsi, depuis 1984, c'est le modèle de Hill et Wallach qui est le plus couramment repris dans les travaux sur le soudage-diffusion [36], [57]–[59]. Ce modèle est aussi le plus adapté à la problématique étudiée dans ce manuscrit.

(b) Principaux paramètres et hypothèses du modèle

Afin de comparer les prédictions de leur modèle à l'expérience, Hill et Wallach effectuent une préparation de surface par polissage mécanique des interfaces soudées-diffusées. La géométrie de la surface obtenue est constituée de longues rainures de hauteur « h » comprise entre 0,2 et 2 μm et de largeur « $2b$ » comprise entre 30 et 70 μm (Figure 1-26). Le modèle suppose que les deux surfaces sont en contact pic à pic formant ainsi des cavités elliptiques de demi petit-axe initial « h » et demi grand-axe initial « b ». Cette hypothèse maximise la taille initiale des cavités. L'influence de la taille initiale des cavités est discutée dans la partie IV.2.4.

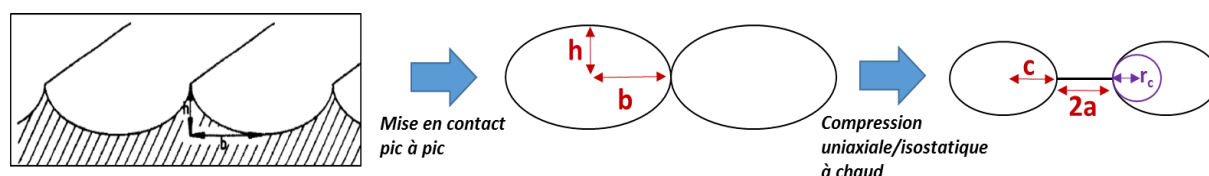


Figure 1-26 : Géométrie après la préparation de surface (à gauche), modélisée par Hill et Wallach (au centre et à droite).

Le modèle requiert des paramètres matériaux concernant les propriétés de diffusion (tension de surface, coefficients de diffusion surfacique, volumique, interfacique) et les propriétés mécaniques (limite d'élasticité et vitesses de fluage) pour calculer les flux de matière issus des différents mécanismes. Les cinétiques de diffusion peuvent être obtenues jusqu'à haute température grâce aux données présentes dans la littérature. Les propriétés mécaniques en revanche sont souvent extrapolées étant donné le fait que les matériaux sont peu caractérisés au-delà de 0,5 fois leur température de fusion.

Le modèle se base sur de nombreuses hypothèses (déformations planes, comportement plastique parfait du matériau, volume de matière modélisé constant, géométrie représentative...). Elles sont discutées dans la partie I du chapitre 5 à l'aide de simulation par éléments finis.

Une hypothèse forte du modèle est le choix du motif représentatif : Figure 1-27. La taille de ce motif est fixée par la hauteur et la largeur initiales de la cavité. Cela implique que le volume de matière disponible pour fermer une cavité est constant.

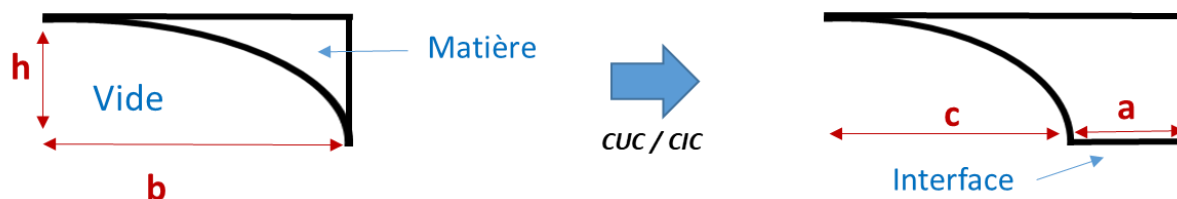


Figure 1-27 : Boîte de matière modélisée par Hill et Wallach

Un cycle de compression uniaxiale à chaud constitué d'un palier de soudage (pression et température constante) est modélisé. Les auteurs ne prennent pas en compte la rampe de montée en température et supposent que le soudage-diffusion débute au début du palier de soudage, ce qui sous-estime probablement la fermeture des cavités. L'évolution de la fraction d'interface formée est le principal paramètre étudié. Elle est donnée par le rapport « a/b » (Figure 1-27). Une fraction de 100% signifie donc que les cavités ont totalement disparu.

(c) Mise en équation des mécanismes intervenants dans la fermeture des cavités

Les chemins de diffusion de la matière pour chaque mécanisme sont illustrés sur la Figure 1-28 pour la géométrie elliptique du modèle de Hill et Wallach.

Les équations présentées ont été initialement développées par Derby et Wallach pour une géométrie triangulaire à bord arrondi [50] puis adaptées par Hill et Wallach à une géométrie elliptique [52]. Seul le mécanisme viscoplastique ne provient pas de ces auteurs.

L'objectif est de calculer la vitesse d'évolution de « a » (longueur d'interface) et « h » (demi petit-axe) induite par chacun des mécanismes, indépendamment des autres, et à chaque instant.

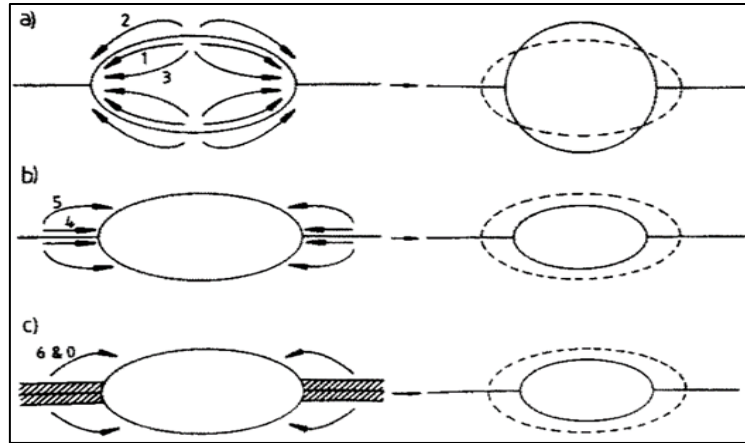


Figure 1-28 : Illustration des chemins de diffusion de la matière des mécanismes de fermeture sur une cavité elliptique (1 : diffusion depuis la surface par la surface, 2 : diffusion depuis la surface par la matrice, 3 : évaporation-condensation, 4 : diffusion depuis l'interface par le joint, 5 : diffusion depuis l'interface par la matrice et 0&6 : Plasticité et viscoplasticité) [52].

❖ Plasticité :

La plasticité est le seul mécanisme instantané considéré. Après la déformation plastique, la longueur d'interface augmente afin d'équilibrer la pression imposée et les contraintes à l'interface. Pour obtenir le champ de contrainte le long de l'interface, l'équation analytique calculée par Johnson [60], à l'aide de la théorie des lignes de glissement [61], est utilisée. Elle est valable pour un matériau parfaitement plastique, en supposant qu'il n'y a pas de discontinuités du champ à travers l'interface. La longueur d'équilibre après plasticité « a_y » est calculée selon l'Équation 1-13. Par conservation du volume de matière, la hauteur d'équilibre après plasticité « h_y » est calculée selon l'Équation 1-14.

$$a_y = \frac{\sqrt{3}(Pb - \gamma)}{2\sigma_y \left(1 + \frac{r_c}{a_y}\right) \ln \left(1 + \frac{a_y}{r_c}\right)} \quad \text{Équation 1-13}$$

$$h_y = h \frac{b - \frac{\pi}{4}(b - a_0)}{b - \frac{\pi}{4}(b - a_y)} \quad \text{Équation 1-14}$$

Avec P la pression appliquée normalement à l'interface, γ la tension de surface

❖ Diffusion depuis la surface de la cavité :

Les auteurs supposent que la force motrice est le gradient de potentiel chimique créée par la différence de courbure des surfaces. L'expression du flux de matière a été établie par Kuczynski pour le frittage de deux particules sphériques [44], puis adaptée à une cavité 2D par Derby et Wallach.

Les deux mécanismes de transport proposés sont la diffusion surfacique et volumique. Pour la première, la matière est supposée circuler uniquement en surface de l'ellipse, sur une fine couche d'épaisseur « δ_s », ce qui permet de calculer le flux de matière maximal selon l'Équation 1-15. Pour la seconde, la matière se déplace dans le volume de l'élément mais elle est supposée se déposer uniquement sur le cou de l'ellipse dont la hauteur équivaut au rayon de courbure « r_c ». Ainsi, le flux maximal de matière peut être calculé selon l'Équation 1-16.

$$\dot{V}_1 = \frac{2\Omega\delta_s D_s \gamma}{r_c kT} \left(\frac{c}{h^2} - \frac{h}{c^2} \right) \quad \text{Équation 1-15}$$

$$\dot{V}_2 = \frac{2\Omega D_v \gamma}{kT} \left(\frac{c}{h^2} - \frac{h}{c^2} \right) \quad \text{Équation 1-16}$$

Avec Ω le volume atomique, D_s et D_v les coefficients de diffusion surfacique et volumique, k la constante de Boltzmann.

Pour chaque mécanisme, la vitesse d'évolution du demi petit-axe « h » est calculée selon l'Équation 1-17, puis par conservation du volume de la cavité, la vitesse d'évolution de la longueur « a » est déduite selon l'Équation 1-18.

$$\dot{h}_i = \frac{4\dot{V}_i}{\pi c} \quad (i = 1,2) \quad \text{Équation 1-17}$$

$$\dot{a}_i = \frac{\dot{h}_i c}{h} \quad (i = 1,2) \quad \text{Équation 1-18}$$

Un troisième mécanisme « évaporation-condensation » est induit par la différence de courbure au sein de l'ellipse. Cependant, il n'est que rarement repris dans les modèles car sa contribution pour les métaux est très faible à cause des valeurs de pression saturante relativement faible lorsque la température est inférieure à 0,8 fois la température de fusion [51], [54], [57]. Il ne sera pas pris en compte pour cette étude.

❖ **Diffusion depuis l'interface :**

La diffusion à l'interface dépend à la fois de la pression et de la température. La force motrice est le gradient de potentiel chimique créé par la pression externe appliquée et la différence de courbure au cou de l'ellipse. L'expression du flux de matière a été établie par Johnson pour le frittage de deux particules sphériques [47], puis adaptée à une cavité 2D par Derby et Wallach.

Les deux mécanismes de transport proposés sont la diffusion au joint de grain et volumique. Pour la première, la matière est supposée circuler uniquement en surface de l'ellipse, sur une fine couche d'épaisseur « δ_b », ce qui permet de calculer le flux de matière maximal selon l'Équation 1-19. Pour la seconde, la matière se déplace dans le volume de l'élément mais elle est supposée se déposer uniquement sur le cou de l'ellipse dont la hauteur équivaut au rayon de courbure « r_c ». Ainsi, le flux maximal de matière peut être calculé selon l'Équation 1-20.

Toutefois, une correction a été apportée sur le signe du dernier terme (voir Annexe A). Celui-ci représente l'effet de la courbure « r_c » de la cavité sur le flux de matière. Il a été montré que lorsque le rayon de courbure diminuait, le flux de matière depuis l'interface vers le cou d'une cavité augmentait [38]. La tension de surface et le rayon de courbure étant ici considérés positifs, un signe positif devant ce terme est requis. Il est négatif dans les équations proposées par Hill et Wallach.

$$\dot{V}_4 = \frac{3\Omega\delta_b D_b}{2kTa} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} + \frac{\gamma}{r_c} \right) \quad \text{Équation 1-19}$$

$$\dot{V}_5 = \frac{3\Omega r_c D_v}{kTa} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} + \frac{\gamma}{r_c} \right) \quad \text{Équation 1-20}$$

Avec D_b le coefficient de diffusion à l'interface

Pour chaque mécanisme, la vitesse d'évolution du demi petit-axe « h » est calculée selon l'Équation 1-21, puis par conservation du volume de matière de la cellule, la vitesse d'évolution de la longueur « a » est déduite selon l'Équation 1-22.

$$\dot{h}_i = -\frac{\dot{V}_i}{a} \quad (i = 4,5) \quad \text{Équation 1-21}$$

$$\dot{a}_i = \frac{\dot{h}_i}{h} \left[b \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) + a \right] \quad (i = 4,5) \quad \text{Équation 1-22}$$

❖ **Viscoplasticité :**

Les pressions et températures élevées des cycles de CIC engendrent un micro-fluage local au niveau des cavités qui déforme leur géométrie. Le modèle utilisé pour déterminer la contribution du fluage a été développé par Orhan pour une géométrie 2D en forme de sinusoïde [54] puis a été adapté par Ma pour une ellipse [57]. Ils supposent un comportement viscoplastique sans écoulement (fluage secondaire) : la vitesse de déformation est calculée selon l'Équation 1-23. La vitesse d'évolution du demi petit-axe est calculée selon l'Équation 1-24 puis par conservation du volume de matière, la vitesse d'évolution de l'interface est déduite selon l'Équation 1-25.

$$\dot{\epsilon} = \left| \frac{P}{K} \right|^n \quad \text{Équation 1-23}$$

$$\dot{h}_6 = - \left| \frac{P}{K} \right|^n \int_0^h \left[\frac{b}{b - c \sqrt{1 - \frac{z^2}{h^2}}} \right]^n dz \quad \text{Équation 1-24}$$

$$\dot{a}_6 = - \frac{\dot{h}_6}{h} \left[b \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) + a \right] \quad \text{Équation 1-25}$$

(d) Application du modèle au soudage-diffusion du cuivre et du fer γ

Les résultats obtenus par Hill et Wallach pour le soudage-diffusion du cuivre et du fer γ sont présentés sur la Figure 1-29. Le modèle permet de déterminer les mécanismes prépondérants en fonction des conditions de pression et/ou température. Ainsi pour le cuivre, la diffusion depuis la surface par la surface (mécanisme 1) est prépondérante sur un large domaine en dessous de 1000°C tandis qu'au-delà, la viscoplasticité domine (mécanisme 6). Pour le fer γ , le mécanisme 1 domine lorsque le taux de surface soudée (« fraction of bonded area ») reste inférieur à 90%. Au-delà, c'est la viscoplasticité qui est prépondérante pour finir de fermer les porosités.

La prédiction du taux de surface soudée (**TSS**) est donnée pour différentes durées de palier 1, 10 et 60 minutes pour le cuivre, 10 et 60 minutes pour le fer γ . Les prédictions sont en accord avec les résultats expérimentaux (points rouges et bleus) obtenus par les auteurs pour le fer γ .

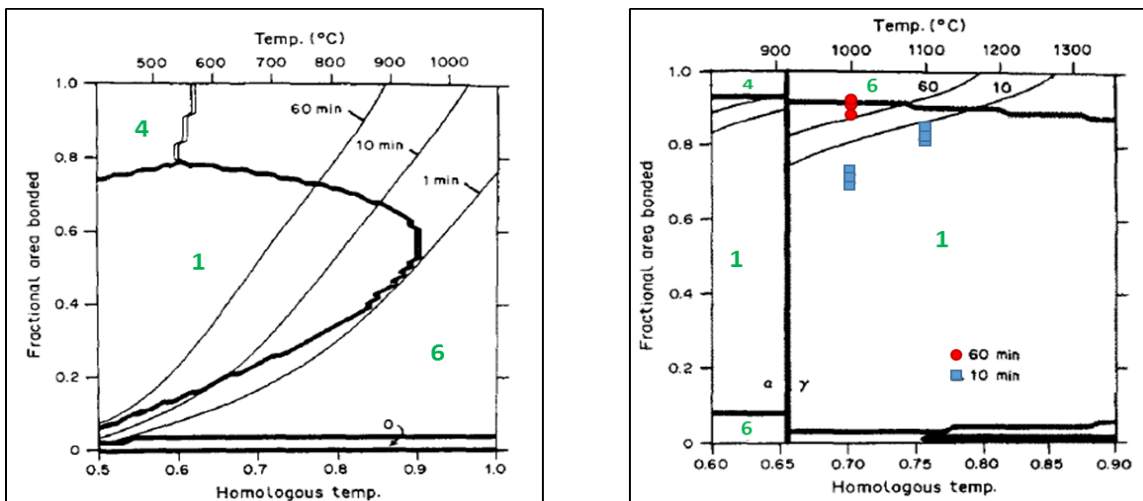


Figure 1-29 : Domaine de prédominance des mécanismes (numéros en vert), taux de surface soudée modélisé (courbe noire) et mesuré expérimentalement (ronds rouges et carrés bleus) pour le cuivre (à gauche) et le fer γ (à droite) [52].

Ainsi, le modèle permet de prédire, au cours du temps, l'évolution d'une géométrie de cavité représentative dans différentes conditions de pression et de température. Il décrit précisément l'évolution de la forme d'une cavité ; toutefois le seul paramètre discuté dans la littérature est la fraction d'interface formée. L'étude de l'évolution de la forme de l'ellipse est complexe à comparer aux

observations expérimentales, mais fournirait des informations importantes pour la validation des mécanismes physiques intervenant. Une telle étude est proposée dans le chapitre 4.

(e) Améliorations du modèle

Une première amélioration du modèle a été effectuée par Hill et Wallach eux-mêmes [52], en se basant sur les travaux de Pilling réalisés pour une cavité de géométrie sphérique [53] avec un matériau TA6V. La taille de grains de ce matériau pouvant être très faible (entre 1 et 5 μm), il est possible qu'une cavité soit en contact avec plusieurs grains simultanément (Figure 1-30).

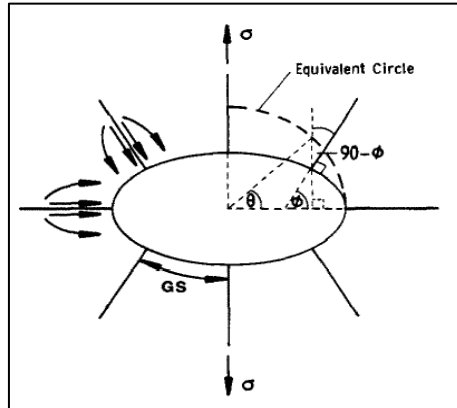


Figure 1-30 : Prise en compte de joints de grains multiples [52].

Le mécanisme de *diffusion depuis l'interface* ayant lieu le long des joints de grains, sa contribution augmente avec le nombre de joints. Cet effet a été intégré dans le calcul du flux de la diffusion depuis l'interface. Logiquement, il n'est pas nécessaire de le prendre en compte lorsque la taille de grains est supérieure à la taille des cavités observées. La Figure 1-31 montre qu'effectivement une faible taille de grains augmente la vitesse de réduction d'une cavité (la pression et la température ne sont pas données par les auteurs). Ainsi pour le cuivre, 60 % de l'interface est formée après 10 minutes de palier de soudage lorsque la taille de grains est de 1 μm ; et seulement 40% lorsqu'elle est de 10 μm . De plus, lorsque la taille de grains est grande, elle n'influe plus sur la vitesse de réduction des cavités car chaque cavité n'est plus en contact qu'avec un seul grain. L'observation des interfaces dans le chapitre 4 montrera que le diamètre moyen des grains (16 μm) est supérieur à la taille de la plupart des cavités (1 à 10 μm). Cette amélioration ne sera donc pas prise en compte.

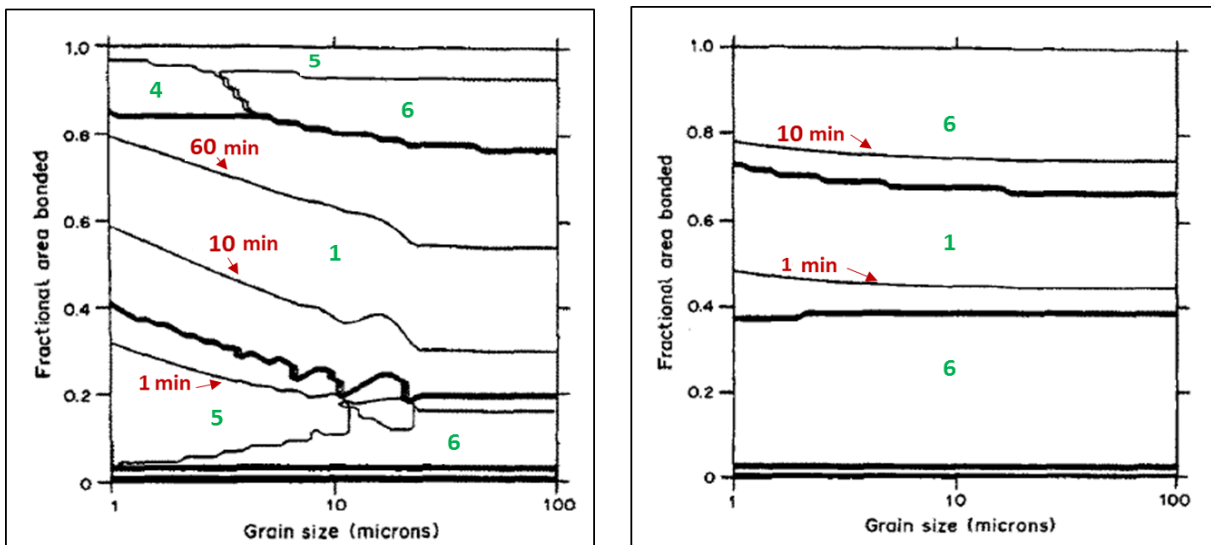


Figure 1-31 : Effet de la taille de grains sur la prédiction du TSS pour le cuivre (à gauche) et le fer γ (à droite) [52].

D'autre part, Wu et al. [58] introduisent la notion de « longueur maximale de diffusion » au modèle de Hill et Wallach. Ils considèrent que si la durée de soudage n'est pas suffisamment longue, la matière

n'a pas le temps de diffuser depuis le haut de l'ellipse jusqu'au cou. Ils calculent donc la longueur maximale sur laquelle peut diffuser la matière pendant la durée du soudage. Cette longueur correspond au segment AB sur la Figure 1-32. Les flux de matière des mécanismes 1, 2 et 3 (diffusion depuis la surface) sont alors calculés à partir de la différence de courbure entre le point A et B et non plus entre le point B (cou) et le haut de l'ellipse.

Cette longueur de diffusion maximale sera introduite au modèle à la fin du chapitre 5.

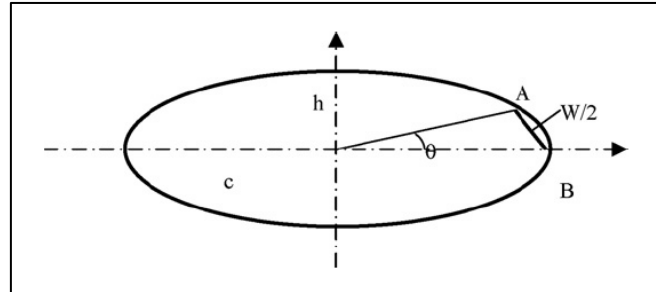


Figure 1-32 : Longueur de diffusion maximale introduite par Wu et al. pour les mécanismes de diffusion depuis la surface.

Une notion semblable peut être utilisée pour la diffusion depuis l'interface, basée sur « la longueur caractéristique de diffusion ». Elle est introduite au modèle de Hill et Wallach par Ma [57] en reprenant les travaux déjà effectués par Pilling pour une cavité de géométrie sphérique [53]. La longueur de diffusion caractéristique est définie comme la longueur d'interface sur laquelle il existe un gradient de contrainte, comme illustré sur la Figure 1-33. Dans le modèle de Hill et Wallach, cette longueur correspond en fait à celle de toute l'interface. Cependant Pilling, puis Ma, montrent que cette longueur (notée « l ») peut être inférieure à la longueur d'interface (région I) : lorsque la longueur d'interface augmente, une zone apparaît (région II) où le gradient de contrainte est nul et donc le flux de matière aussi, réduisant ainsi la contribution des mécanismes 4 et 5 (diffusion depuis l'interface).

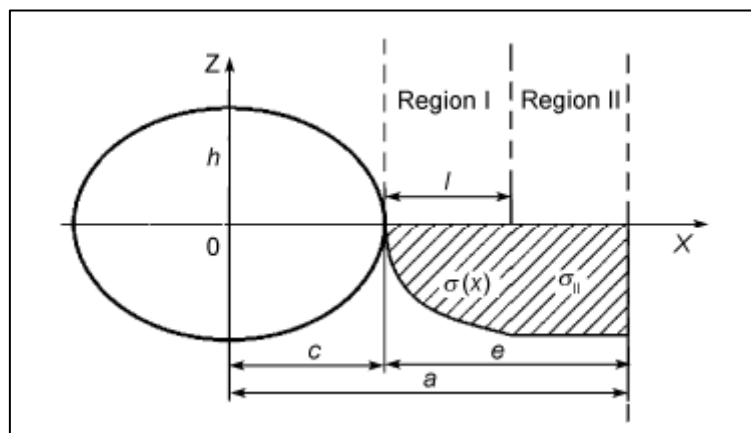


Figure 1-33 : Critère pour la diffusion depuis l'interface basé sur la longueur caractéristique de diffusion.

Ma montre que ces notions de longueurs maximales de diffusion réduisent fortement les cinétiques de fermeture des cavités. Il compare ces résultats à ceux obtenus avec le modèle de Hill et Wallach pour un alliage TC4 dont l'interface, préalablement polie mécaniquement, est soudé-diffusée lors d'une compression uniaxiale à chaud effectuée à 850°C sous 10 MPa. La Figure 1-34 montre que le modèle de Hill et Wallach surestimait fortement la fraction de longueur en contact tandis que les résultats de Ma sont en accord avec les mesures expérimentales.

Cette longueur caractéristique de diffusion ne sera pas introduite au modèle car la cinétique des mécanismes de diffusion depuis l'interface sera relativement faible (chapitre 5).

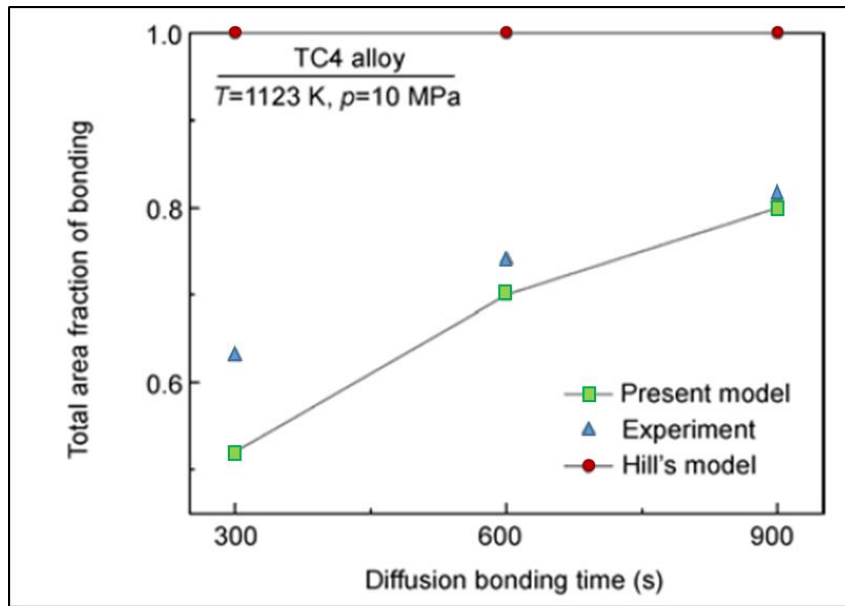


Figure 1-34 : Comparaison du modèle de Hill et Wallach (ronds rouges) et du modèle modifié par Ma (triangles bleus) aux mesures expérimentales obtenues par Ma (carrés verts) sur un alliage TC4 [57].

IV.2.3. Influence des paramètres du cycle de soudage-diffusion sur le taux de surface soudée

Les travaux de Wu et al. sur le soudage-diffusion de deux pièces forgées en TA6V sont ici présentés [58]. Les auteurs ont mesuré l'évolution de la longueur d'interface formée (c'est-à-dire sans présence de cavités) au cours du palier de soudage. La Figure 1-35 compare l'évolution de cette longueur au cours du temps pour différentes pressions et températures de palier. Le TSS augmente avec le temps, la température et la pression. Chaque paramètre possède une forte influence sur la réduction de la porosité résiduelle, influence qui peut être quantifiée.

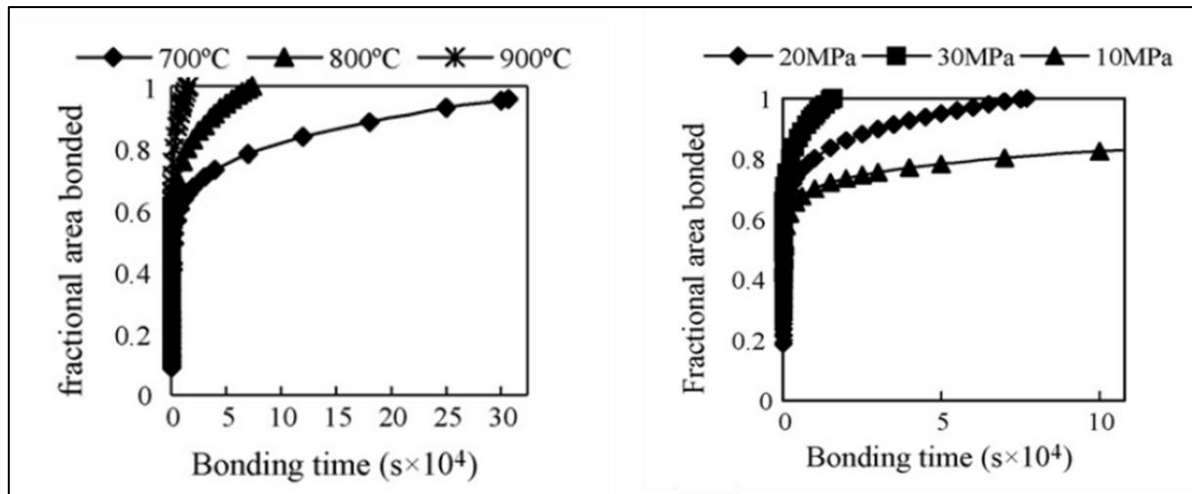


Figure 1-35 : Evolution du TSS formée au cours du temps pour différentes températures à 20 MPa (à gauche) et différentes pressions à 800°C (à droite) de soudage, cas du TA6V.

IV.2.4. Influence de la rugosité sur la porosité résiduelle après soudage-diffusion

Li et al. se sont intéressés à l'effet de la rugosité initiale sur le soudage-diffusion de deux pièces forgées en TA6V [59]. Ils ont réalisé plusieurs assemblages avec différentes rugosités (R_a compris entre

0,33 μm et 0,45 μm) obtenues par polissage mécanique. Le cycle de soudage appliqué est un palier à 900°C, d'une durée de 15 minutes avec des pressions de 5 MPa et 10 MPa.

Les valeurs obtenues pour la fraction d'interface formée et la surface moyenne des cavités (mesurée en 2D) sont présentées en fonction de la rugosité initiale des surfaces (Figure 1-36).

Les auteurs montrent ainsi que l'augmentation du R_a (hauteur moyenne des valeurs absolues du profil de rugosité) entraîne des cavités plus volumineuses qui sont plus longues à se fermer lors du soudage-diffusion. Ils montrent ensuite que lorsque le $R_{\lambda q}$ (distance moyenne entre deux pics) diminue (c'est le cas pour l'assemblage avec $R_a=0,45 \mu\text{m}$, Figure 1-36), les cavités sont moins volumineuses et se ferment plus rapidement.

Ainsi, la rugosité des surfaces mises en contact influe fortement sur l'évolution de la porosité résiduelle. Elle doit donc être mesurée avant le procédé de soudage et sera un des paramètres initiaux de tout modèle de prédiction du taux de surface soudée.

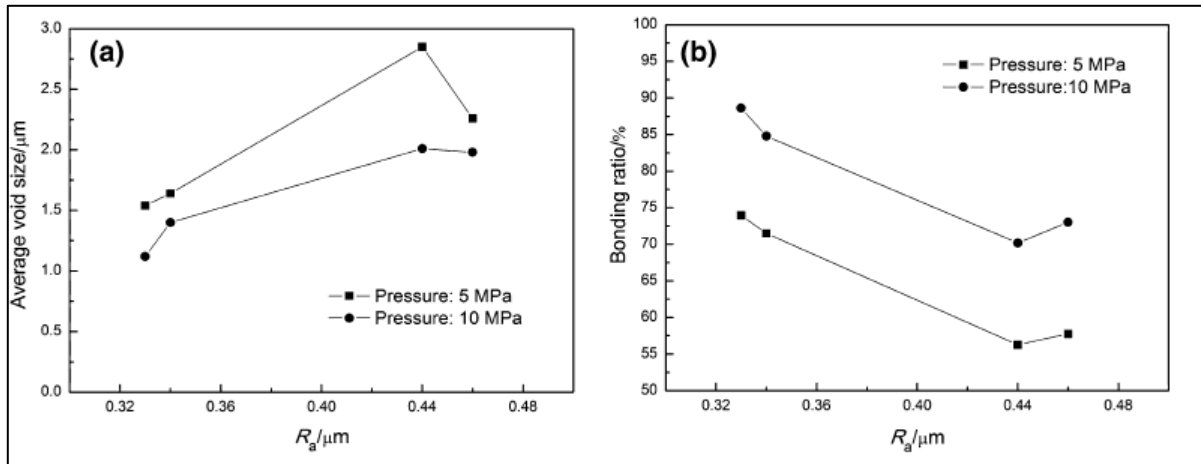


Figure 1-36 : Evolution de la taille des cavités (à gauche) et de la fraction d'interface formée pour deux pressions de soudage (à droite) en fonction de la rugosité initiale des tôles.

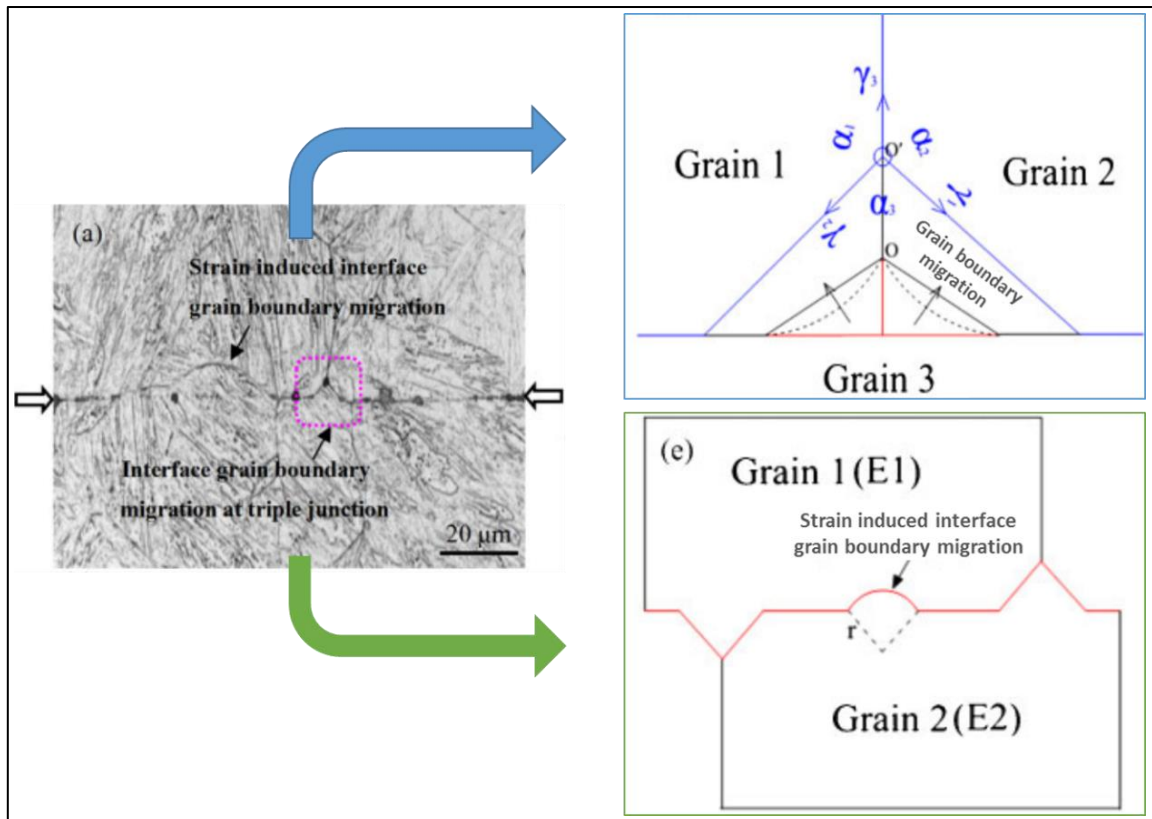
IV.3. Franchissement de l'interface

Le franchissement de l'interface par les joints de grains est un processus du soudage-diffusion pouvant avoir lieu simultanément avec la réduction des cavités. Il entraîne la disparition du joint formé lors de cette réduction. Il se compose de deux étapes : l'amorçage et la généralisation par grossissement de grains.

(a) Mécanismes physiques d'amorçage

Les mécanismes de franchissement de l'interface par les joints de grains ont été peu étudiés dans la littérature. Les travaux de Zhang sur des aciers inoxydables martensitiques apportent toutefois une explication des mécanismes responsables du franchissement [32]. Deux mécanismes, illustrés sur la Figure 1-37 sont ainsi discutés par l'auteur :

- la migration induite par la déformation ;
- la migration aux joints triples.



❖ **Migration aux joints triples :**

La force motrice associée à la migration aux joints triples est l'énergie élevée des interfaces en « T » (en rouge sur la Figure 1-37). L'équation d'équilibre au joint triple est [62]:

$$\frac{\gamma_1}{\sin \alpha_1} = \frac{\gamma_2}{\sin \alpha_2} = \frac{\gamma_3}{\sin \alpha_3} \quad \text{Équation 1-26}$$

α est l'angle du joint et γ est l'énergie du joint

L'énergie des joints de grains pour un acier 316L étant considérée isotrope ($\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma_3$), la géométrie d'équilibre correspond à $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 120^\circ$. Afin de minimiser l'énergie de la jonction « T », l'interface migre vers sa position d'équilibre pour former des angles de 120° au point triple (en bleu sur la Figure 1-37) ce qui entraîne un franchissement local.

❖ **Migration induite par la déformation :**

Pour ce mécanisme, la force motrice est liée à une différence d'énergie stockée « ΔE » entre les deux côtés du joint. Elle s'explique par une inhomogénéité de la densité de dislocations de part et d'autre du joint. Cela entraîne le « gonflement », vers le grain avec l'énergie la plus forte, d'une partie du joint comme illustré sur la Figure 1-37.

La migration du joint réduit la différence d'énergie stockée « ΔE » et augmente l'énergie du joint de grain jusqu'à l'équilibre du système.

Soit E_b l'énergie du joint de grain associée au gonflement :

$$E_b = 4 \pi \gamma r^2 \quad \text{Équation 1-27}$$

Soit E_s l'énergie libérée par la migration du joint :

$$E_s = \frac{4}{3} \pi \Delta E r^3 \quad \text{Équation 1-28}$$

Selon Zhang, la migration a lieu tant que $\frac{dE_s}{dr} > \frac{dE_b}{dr}$. Pour cela, il montre que le rayon « r » du gonflement du joint (Figure 1-37) doit rester inférieur à une certaine valeur :

$$r < \frac{2\gamma}{\Delta E} \quad \text{Équation 1-29}$$

γ est l'énergie du joint et ΔE est la différence d'énergie stockée entre les deux côtés du joint par unité de volume.

Les deux mécanismes précédents permettent l'amorçage du franchissement par les joints de grains. Une fois un état d'équilibre atteint, ces mécanismes n'interviennent plus dans le franchissement et celui-ci se poursuit grâce au grossissement des grains [2].

(b) Effet du franchissement sur la tenue mécanique d'une interface soudé-diffusée

Huang a mis en évidence la contribution du franchissement dans l'amélioration des propriétés mécaniques d'une interface [63]. Il a soudé-diffusé par CUC un l'alliage d'aluminium superplastique 7075 à différentes températures proches de 500°C. Pour l'ensemble des assemblages réalisés, aucune porosité résiduelle n'est observée aux interfaces. Toutefois, il observe une amélioration de la résistance au cisaillement de l'interface avec l'augmentation de la température et de la durée du soudage. Une croissance simultanée de la taille de grains est observée. (Figure 1-38).

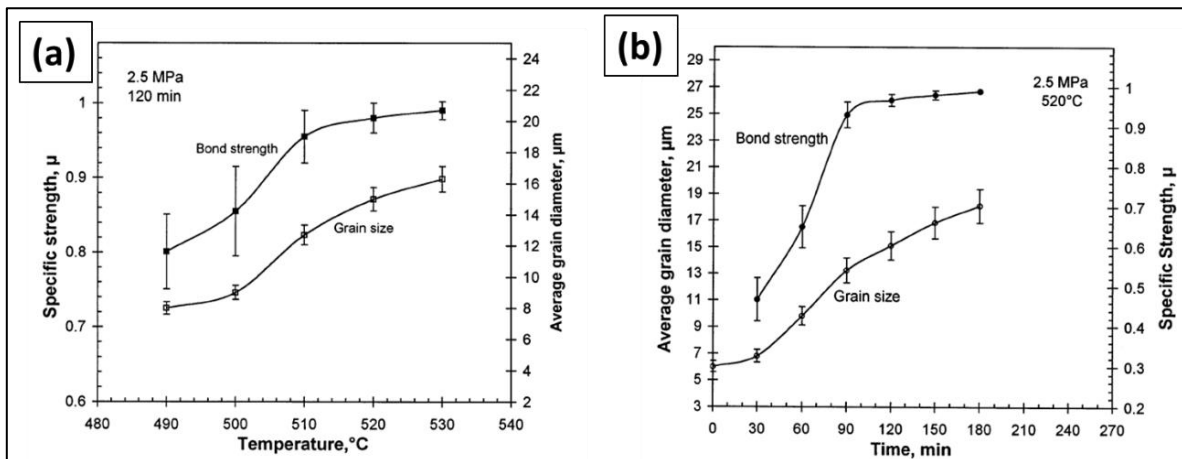


Figure 1-38 : Evolution de la tenue mécanique et de la taille des grains en fonction de la température (a) et de la durée (b) du soudage [63].

Dans un premier temps, la résistance au cisaillement augmente à taille de grains constante : c'est l'amorçage du franchissement. Puis, la taille de grains augmente rapidement et l'amélioration de la résistance au cisaillement s'accélère encore : c'est la généralisation du franchissement. Il observe également le franchissement des interfaces simultanément au grossissement des grains sans toutefois quantifier le phénomène. Selon Huang, le franchissement est le seul mécanisme expliquant l'amélioration de la résistance au cisaillement de l'interface.

Plus récemment, Bouquet a proposé une méthode de quantification du franchissement [2]. Il considère qu'une interface est franchie lorsque le joint de grain a dépassé l'interface de 2 µm, Figure 1-39. Cette méthode lui permet de quantifier le franchissement de tôles en acier 316L soudées-diffusées. La valeur choisie pour le franchissement n'a pas de signification physique mais permet une mesure claire du franchissement sur une longueur importante d'interface à l'aide d'un microscope optique et d'obtenir ainsi un protocole de comparaison des résultats pour différents cycles de CIC.

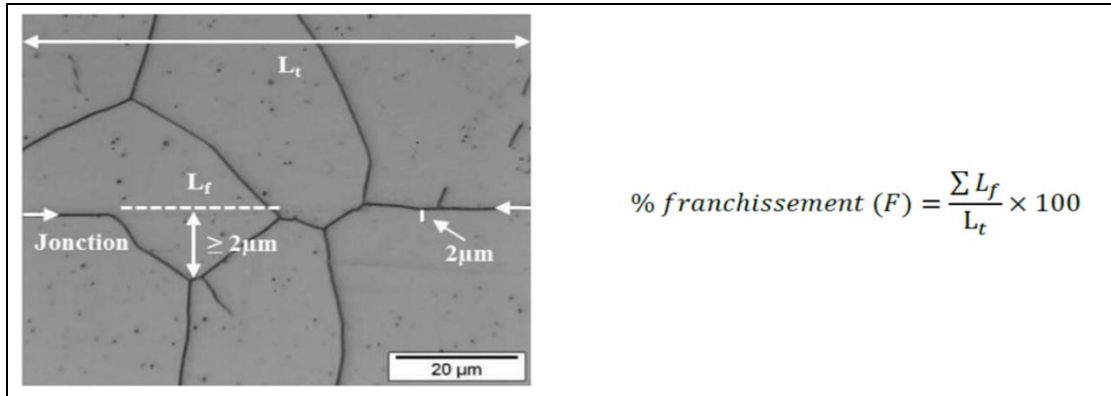


Figure 1-39 : Méthode de quantification du franchissement proposée par Bouquet [2].

En parallèle, l'auteur mesure la résilience des interfaces grâce à des essais de flexion par choc sur éprouvette Charpy. La Figure 1-40 présente l'évolution de la résilience et du franchissement d'une interface soudée-diffusée au cours du cycle de soudage. L'amélioration de la résilience débute en même temps que le franchissement sans toutefois observer de grossissement des grains. Après 15 minutes de palier de soudage, la porosité résiduelle n'est plus observée. Les propriétés de résilience atteignent alors 90% de la valeur maximale. Par la suite, l'amélioration de la résilience est associée uniquement au franchissement des interfaces par les joints de grains. Le grossissement des grains est alors important et favorise le franchissement.

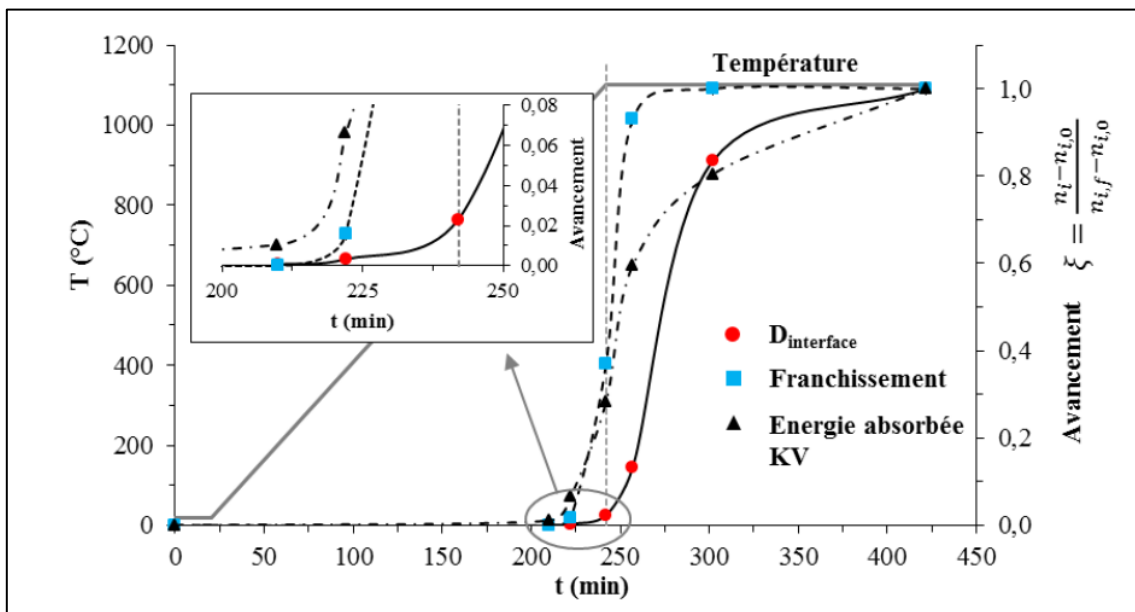


Figure 1-40 : Evolution de la taille des grains au niveau des jonctions soudées-diffusées, du franchissement et de la résilience au cours d'un cycle de soudage-diffusion [2].

Ces résultats confirment que le franchissement participe à l'amélioration des propriétés mécaniques d'une interface. La maîtrise de ce paramètre, associée à la disparition de la porosité résiduelle, pourra contribuer aux bonnes propriétés mécaniques d'un assemblage.

V. Conclusions

Dans la littérature, les processus de réduction de la porosité résiduelle par soudage-diffusion sont bien connus [44] et ont été quantifiés, en CUC, par Hill et Wallach pour des états de surface présentant une géométrie modélisable en déformation plane [57], [52]. Toutefois, ils n'ont pas été quantifiés dans le cas du soudage-diffusion par CIC de tôles industrielles. Les mécanismes de franchissement de

l'interface par les joints de grains ont été observés mais aucun modèle de prédiction n'a encore été validé.

Cette revue bibliographique a permis d'introduire les notions et problématiques relatives au soudage-diffusion de tôles en acier inoxydable austénitique 316L.

La technologie de compression isostatique à chaud employée requiert de travailler à des températures élevées (0,5 à 0,8 fois la température de fusion du matériau). Le risque de précipitation a été présenté, justifiant le fait de travailler à des températures supérieures à 1000°C pour empêcher la formation de phases secondaires et dissoudre les traces de ferrite δ résiduelle.

Le comportement viscoplastique du matériau a aussi été discuté : quelques études ont été réalisées sur ce type d'acier dans le cadre de la compaction de poudre, mais peu d'auteurs ont cherché à caractériser le fluage primaire de ce matériau, nécessaire à la bonne prédiction de petites déformations. De plus, les informations présentes dans la littérature concernent principalement le 316LN. L'effet durcisseur de l'azote a été discuté : il n'est pas possible de caractériser le comportement des tôles en 316L avec des données issues d'aciers 316LN. Cela justifie la nécessité de caractériser mécaniquement les tôles et d'identifier une loi d'écoulement viscoplastique à partir de ces essais. Un modèle de type Chaboche avec un écrouissage isotrope sera utilisé.

Le procédé de fabrication des tôles permet d'optimiser l'état de surface (propreté, rugosité) pour faciliter la disparition de la porosité lors du soudage-diffusion. Le franchissement de l'interface par les joints de grains permet ensuite de faire disparaître l'interface formée et de retrouver les propriétés mécaniques du matériau forgé.

La disparition des cavités à l'interface peut être prédite grâce au modèle de Hill et Wallach qui repose sur une description des mécanismes physiques mis en jeu. Il nécessite des hypothèses simplificatrices (déformations planes, pression uniaxiale...) qui devront être discutées pour notre étude et confrontées aux résultats expérimentaux. Ainsi, l'évolution de la porosité résiduelle doit être caractérisée au cours du soudage, afin de valider ce modèle et les mécanismes physiques intervenants. Le franchissement de l'interface par les grains sera aussi quantifié au cours du soudage pour aider à sa compréhension puisque peu d'études ont actuellement effectué ce travail.

Chapitre 2 : Matériau et techniques expérimentales

I. Introduction.....	48
II. Matériau.....	48
II.1. Choix du matériau.....	48
II.2. Géométrie des tôles.....	49
II.3. Etat de surface.....	49
II.3.1. Etat de surface 2B.....	49
II.3.2. Ecart géométrique.....	50
II.4. Observation de la microstructure.....	52
II.4.1. Microstructure initiale.....	52
II.4.2. Croissance des grains.....	52
II.4.3. Protocole d'observation microstructurale et de mesure de taille de grains.....	53
III. Réalisation des maquettes par soudage-diffusion.....	54
III.1. Protocole de réalisation des maquettes.....	54
III.2. Maquettes et échantillons.....	56
III.2.1. Maquettes A.....	56
III.2.2. Maquette C.....	58
III.2.3. Maquettes E.....	58
III.2.4. Maquettes N.....	60
III.2.5. Epruvettes B.....	60
IV. Techniques expérimentales.....	61
IV.1. Mesure de la déformée.....	61
IV.2. Essais mécaniques.....	62
IV.2.1. Traction à température ambiante.....	62
IV.2.2. Traction à chaud.....	62
IV.2.3. Fluage.....	64
IV.2.4. Résilience.....	65
IV.3. Traitements thermiques.....	66
IV.4. Protocole de caractérisation microscopique des interfaces.....	66
IV.4.1. Préparation des surfaces.....	67
IV.4.2. Mesure du Taux de Surface Soudée.....	68
IV.4.3. Longueur d'analyse représentative.....	70
IV.4.4. En résumé.....	71

I. Introduction

Ce second chapitre est dédié à la présentation du matériau choisi, des maquettes assemblées et des méthodes expérimentales utilisées dans la suite de l'étude.

La première partie présente les propriétés physiques et chimiques des tôles laminées, en acier inoxydable 316L, utilisées au cours de cette thèse. La rugosité et la croissance de grains seront décrites en détail puisqu'elles jouent un rôle primordial dans la formation des interfaces lors du soudage-diffusion.

La seconde partie est dédiée aux maquettes réalisées par soudage-diffusion. Elles sont utilisées pour la validation de la prédiction des déformations (maquettes « A »), l'étude du comportement mécanique des tôles (maquettes « C ») et l'étude de la formation des interfaces soudées-diffusées et de leurs caractéristiques mécaniques (maquettes « E »). Le procédé de fabrication est d'abord expliqué, puis chaque empilement est présenté individuellement en détaillant géométrie, cycle de CIC et éprouvettes associés.

La dernière partie regroupe les moyens expérimentaux et d'analyse mis en œuvre dans la thèse, à savoir : les protocoles mis au point pour la mesure des déformées des maquettes A, l'observation des grains et la mesure des cavités résiduelles aux interfaces des maquettes E, ainsi que les techniques expérimentales (essais mécaniques et traitements thermiques).

II. Matériau

Le matériau étudié dans cette thèse est une tôle laminée en acier inoxydable 316L avec un état de surface 2B. Le protocole d'obtention de ces tôles a été présenté dans le §II.2 du chapitre 1. Leurs caractéristiques sont ici détaillées.

II.1. Choix du matériau

Le code nucléaire RCC-MRx impose l'utilisation d'un acier 316L(N) dit « à azote contrôlé » pour la conception des échangeurs de chaleur. Toutefois, les études réalisées dans cette thèse se basent sur des tôles en acier 316L déjà étudiées dans une thèse au laboratoire [2]. Trois raisons justifient ce choix : la différence de coût, les ressemblances de composition chimique et de comportement mécanique.

En effet, l'acier 316L(N) est plus difficile à approvisionner, et plus coûteux, qu'un acier « commercial » comme le 316L. Leurs compositions chimiques sont aussi très proches comme le montre le Tableau 2-1.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N
Spe. 316 L (1.4404)	≤0,03	≤1,00	≤2,00	≤0,045	≤0,015	16,5 à 18,5	2,00 à 2,50	10,0 à 13,0	≤0,11
Spe.316L(N)	≤0,03	≤0,50	1,60 à 2,00	≤0,030	≤0,015	17,0 à 18,0	2,30 à 2,70	12,0 à 12,5	0,06 à 0,08
Tôle reçue	0,021	0,290	1,279	0,035	0,002	16,744	2,063	10,132	0,035

Tableau 2-1 : Composition chimique (%massique) des tôles donnée par le certificat d'inspection du fournisseur et spécifications pour les aciers 316L et 316L(N) selon les normes EN 10088-2 : 2014 et le code RCC MRx [8] respectivement.

La composition chimique exacte des tôles est en accord avec les spécifications du 316L mais ne respecte pas celles du 316L(N) pour le manganèse, le phosphore, le chrome, le molybdène, le nickel et l'azote. Malgré ces écarts, le chrome et le nickel équivalents sont proches et la structure cristalline de ces deux aciers reste austénitique (Diagramme de Pryce et Andrews [3], §II.1.1, chapitre 1).

Irvine [64] a établi une relation entre la composition chimique d'un acier austénitique et ses propriétés en traction (limite d'écoulement et résistance maximale) à température ambiante. L'Équation 2-1 et l'Équation 2-2 montrent que les taux de carbone et d'azote ainsi que la taille de grains sont des facteurs influant sur les propriétés mécaniques d'un acier austénitique.

$$R_{p0,2} \text{ (MPa)} = 63,5 + 496(\%N) + 356,5(\%C) + 20,1(\%Si) + 3,7(\%Cr) + 14,6 (\%Mo) + 18,6(\%V) + 4,5(\%W) + 40,3(\%Nb) + 26,3(\%Ti) + 12,7(\%Al) + 2,5(\%\delta) + 7,1d^{-1/2} \quad \text{Équation 2-1}$$

$$R_m \text{ (MPa)} = 449,5 + 852,5(\%N) + 542,5(\%C) + 34,2(\%Si) - 1,5(\%Ni) + 18,6(\%Mo) + 77,5(\%Nb) + 46,5(\%Ti) + 18,6(\%Al) + 2,2(\%\delta) + 12,7 t^{1/2} \quad \text{Équation 2-2}$$

d est le diamètre moyen des grains en mm, δ la quantité de ferrite δ résiduelle et t la quantité de plans de macles par millimètre.

Le taux d'azote des tôles est plus faible que celui spécifié pour l'acier 316L(N). Le rôle de l'azote, présent en solution solide dans la structure cristalline des aciers, a été discuté dans le §III.1.3 du chapitre 1. Il augmente la résistance mécanique jusqu'à 850 °C et freine la croissance de grains. Au-delà de 900°C, son rôle de durcisseur devient plus limité [7] [21] [20].

La température de soudage appliquée lors des cycles de CIC dépasse les 1000°C. Ainsi, à ces températures, les mécanismes de diffusion et de viscoplasticité des tôles en 316L diffèrent peu de ceux du 316L(N). Seule la cinétique de croissance de grains pourra varier.

II.2. Géométrie des tôles

Les tôles proviennent d'une bande de 1500x3000 mm² découpée par sciage en plaques de 200x150 mm² dont les chants ont été repris par fraisage. La mesure de l'épaisseur effectuée au palpeur micrométrique montre que sa moyenne est de 2.975 mm +/- 5 µm. Une cinquantaine de mesures réparties sur cinq tôles différentes ont été effectuées. L'épaisseur des tôles est un paramètre important à connaître dans la mesure où elle servira pour estimer :

- la géométrie initiale des canaux des maquettes A ;
- la position précise des interfaces dans un empilement (maquettes C et E).

La Figure 2-1 montre les trois directions principales de la tôle et leurs appellations : sens long (SL), travers (ST) et travers-court (TC).

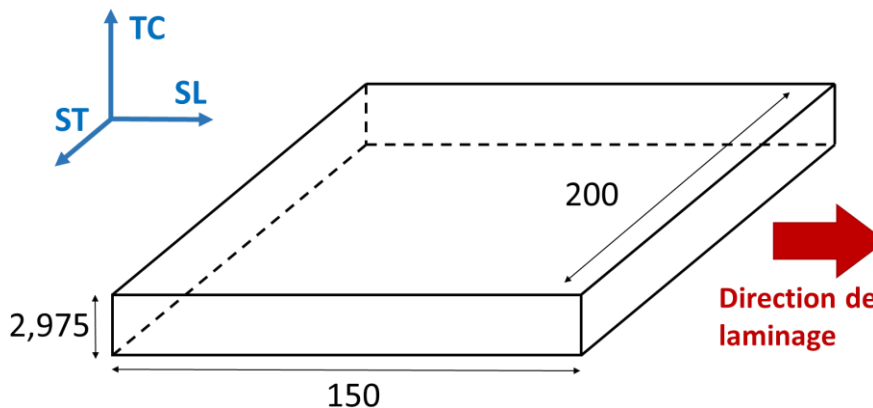


Figure 2-1: Schéma des différentes orientations de la tôle.

II.3. Etat de surface

II.3.1. Etat de surface 2B

La norme NF EN 10088-2 : 2005 propose de nombreux états de surfaces pour les tôles. Parmi cet ensemble, Bouquet [2] a étudié les états de surface 2B et 2R qui sont couramment utilisés pour la finition des aciers 316L et procurent le meilleur compromis entre planéité, défauts de surface et oxydes résiduels. Il montre que la préparation d'un état de surface 2R entraîne la présence d'aluminium et de nitrures de bore néfastes à l'établissement d'une jonction par soudage-diffusion [65]. Pour ces raisons, l'état de surface 2B est considéré comme se prêtant le mieux au procédé de soudage-diffusion.

II.3.2. Ecarts géométriques

La caractérisation de l'état de surface des tôles est nécessaire pour maîtriser deux paramètres importants :

- **l'écart de forme** de la surface qui pourrait empêcher la mise en contact des tôles sur toute leur longueur. Sa connaissance permet de la prendre en compte dans les calculs par éléments finis des déformés des assemblages (chapitre 3) et ainsi de quantifier son influence sur la déformée après CIC ;
- **la rugosité** à l'origine d'une porosité résiduelle aux interfaces lorsque les pressions, températures et durées des cycles de CIC ne sont pas suffisamment élevées. Sa connaissance permet d'estimer la géométrie initiale moyenne des cavités résiduelles lors de la mise en contact des tôles. Elle est une donnée d'entrée dans le modèle analytique de prédiction de la fermeture des cavités au cours du cycle de CIC (chapitre 4).

Pour les déterminer, le profil de surface (ou *profil primaire*) est mesuré. Il correspond à la courbe résultant de l'intersection de la surface réelle et d'un plan spécifié. Il est constitué d'écart géométriques d'ordre 1, 2 et 3. Ces écarts géométriques du profil se nomment « **écart de forme** » s'ils sont d'ordre 1 (la distance entre les pics dépasse quelques millimètres), « **rugosité** » s'ils sont d'ordre 3 (ie la distance entre les pics est inférieur au millimètre), et « **ondulation** » s'ils sont d'ordre 2 (pour des distances intermédiaires entre les pics) [66].

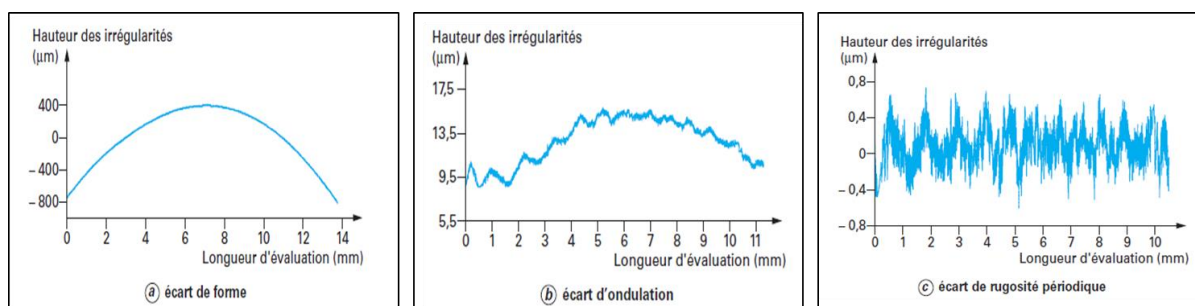


Figure 2-2 : Les écarts géométriques d'un profil [66].

Le profil de surface est mesuré à l'aide d'un microscope optique 3D (Infinite Focus) qui permet d'observer de grandes zones, jusqu'à un grossissement x100, par assemblage d'images et focalisation automatique. Les conditions d'utilisation pour la mesure de l'écart de forme sont un grossissement x10 avec un éclairage de 60 mS et un contraste de 1. La résolution verticale théorique est de 1 µm. Les conditions d'utilisation pour la mesure de rugosité sont un grossissement x100 avec un éclairage de 500 ms et un contraste de 3. La résolution verticale théorique est de 10 nm.

Les mesures sont effectuées dans les deux directions du plan principal de la tôle, sur des longueurs respectives de 120 mm et 4 mm, répétées plusieurs fois par direction, pour l'écart de forme et la rugosité. Aucune ondulation n'étant observée sur le profil de surface, elle est donc supposée négligeable. Un exemple du profil primaire obtenu est présenté sur la Figure 2-3.

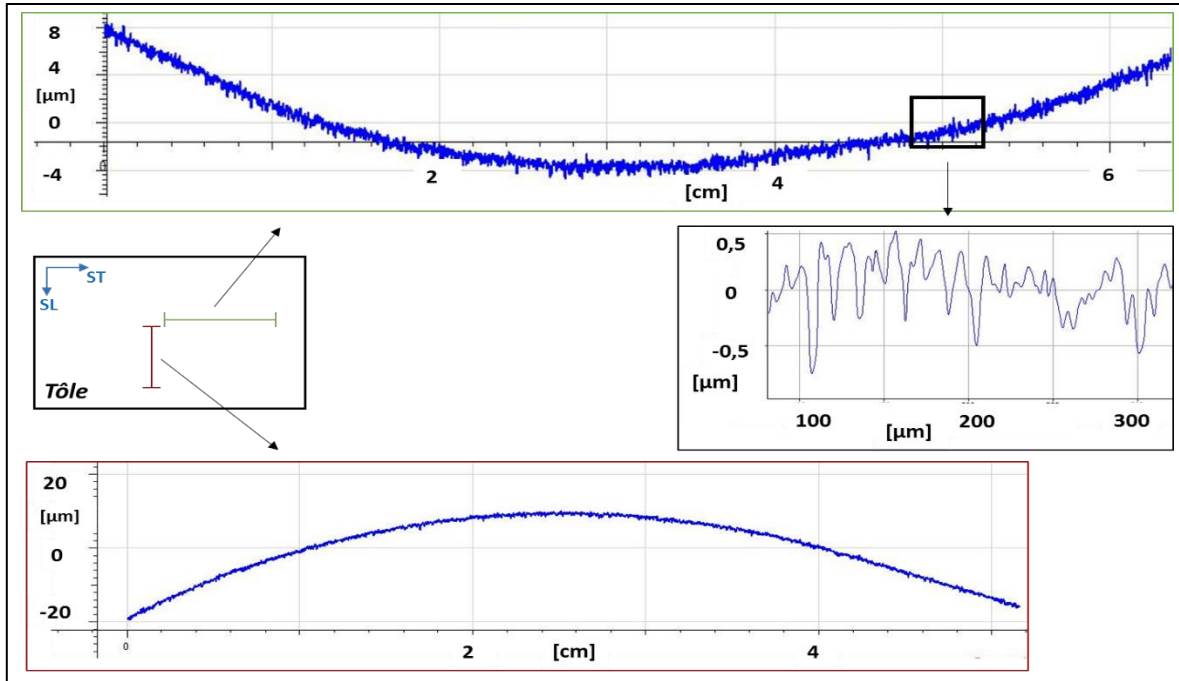


Figure 2-3 : Présentation du profil primaire des tôles dans les deux directions du plan (cadre rouge et vert) et de la rugosité dans le sens ST (cadre noir).

Le profil de rugosité dérive du profil primaire de surface auquel les composantes de grandes longueurs d'onde ont été supprimées. En pratique, une longueur d'onde de coupure « λ_c » est calculée pour filtrer les ondulations et les écarts de forme. C'est une longueur théorique qui permet de séparer la rugosité de l'écart de forme et de l'ondulation. En fonction de l'estimation du paramètre de rugosité mesuré, la norme donne la valeur λ_c à appliquer. Ainsi, pour un R_a (définition ci-dessous) compris entre 0,1 et 2 μm la longueur d'onde de coupure vaut 0,8 mm.

Pour caractériser la rugosité, la norme NF EN ISO 4287 définit plusieurs paramètres « R », dont :

- R_a : moyenne arithmétique des valeurs absolues des ordonnées de la *longueur de base* ;
- R_t : somme de la hauteur de la saillie et de la profondeur maximale du profil observé ;
- R_z : somme de la hauteur de la saillie et de la profondeur maximale de la *longueur de base* ;
- R_{sm} : moyenne des largeurs des éléments du profil à l'intérieur d'une *longueur de base* ;

La *longueur de base* est prise égale à la longueur d'onde de coupure du profil de rugosité : λ_c [66].

La méthode de caractérisation de l'écart de forme est différente car la longueur d'onde représentative est supérieure à la longueur de la tôle : aucune moyenne ne peut donc être effectuée sur un seul profil. Ainsi, une *courbure* de la tôle est calculée en partant de l'hypothèse que le profil de surface représente un arc de cercle de rayon R comme décrit Figure 2-4.

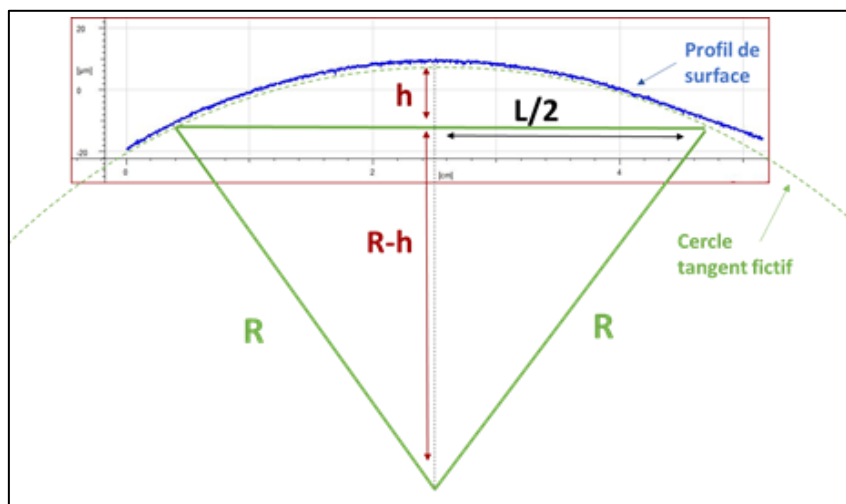


Figure 2-4 : Schématisation de la méthode utilisée pour le calcul de la courbure.

Le rayon du cercle peut alors être calculé selon l'Équation 2-3.

$$R = \frac{4 * h^2 + L^2}{8 * h} \quad \text{Équation 2-3}$$

La courbure de la tôle est l'inverse du rayon du cercle tangent.

L'ensemble des mesures d'écart de forme et de rugosité seront présentées dans les chapitres 3 et 4 respectivement. Un exemple de valeurs, obtenues pour des longueurs analysées de 50 mm (courbure C_{SL}) et de 4 mm (rugosité), est présenté Tableau 2-1.

$C_{SL} (m^{-1})$	$Ra (\mu m)$	$Rt (\mu m)$	$Rz (\mu m)$	$Rsm (\mu m)$
$9,6 * 10^{-2}$	0,195	2,30	1,76	69,0

Tableau 2-2 : Exemple de courbure et de rugosités mesurées dans le sens long (SL) d'une tôle.

II.4. Observation de la microstructure

Une étude microstructurale des tôles a été réalisée dans la thèse de Bouquet [2]. Les principaux résultats sont présentés dans cette partie.

II.4.1. Microstructure initiale

La microstructure initiale est caractérisée par des grains polyédriques équiaxes, la présence de bandes de ferrite δ résiduelle et d'inclusions non métalliques (Figure 2-5) [31]. Les grains ont un diamètre moyen d'environ $17 \mu m$ et une distribution de tailles allant de $5 \mu m$ à plus de $40 \mu m$.

L'étude de la taille de grains équivalente moyenne en fonction de la position dans l'épaisseur de la tôle montre une hétérogénéité locale avec un diamètre moyen plus faible au niveau du cœur de la tôle ($15 \mu m$ au cœur contre $21 \mu m$ en surface). Cela s'explique par la présence de bandes de ferrite δ résiduelle qui freinent la croissance des grains. Après laminage à froid, le traitement thermique d'hypertrempe permet la recristallisation du matériau et la croissance de grains débute. Les grains entourés de ferrite δ grossissent moins que les autres.

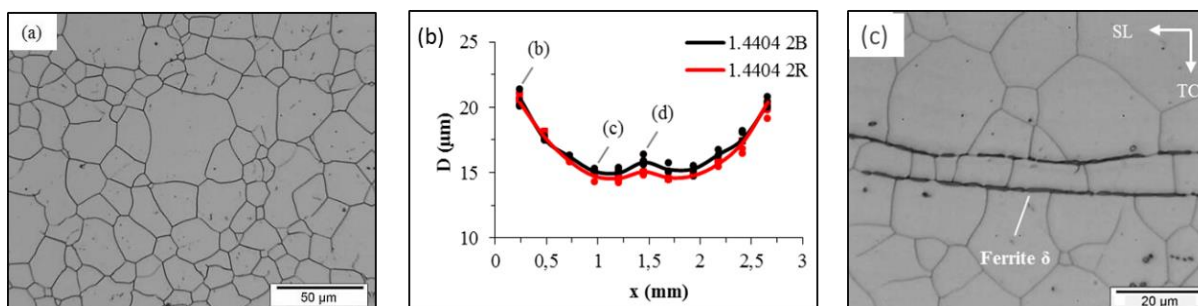


Figure 2-5 : Observation des grains au MO dans le plan (a) et diamètre moyen des grains dans le plan ST-TC selon la distance au cœur (b) [31].

II.4.2. Croissance des grains

La maîtrise de la croissance de grains est importante dans l'étude du soudage-diffusion car d'une part la taille de grains pendant et après un cycle de CIC va influencer sur le comportement du matériau et d'autre part, le mouvement des joints de grains participe au franchissement de l'interface et à l'amélioration de sa tenue mécanique (§ IV.3, chapitre 1).

Les mécanismes de croissance de grains dans le 316L s'amorcent vers $950^{\circ}C$, mais la croissance reste très lente en dessous de $1000^{\circ}C$ [67]. Lors des cycles de CIC définis dans cette étude, la température est comprise entre $1000^{\circ}C$ et $1100^{\circ}C$ et la croissance de grains a donc été étudiée à ces températures. Les résultats regroupés sous forme de courbes iso-valeurs dans la Figure 2-6, montrent plusieurs caractéristiques :

- Une croissance lente jusqu'à 1010°C ;
- Un grossissement anormal (quelques grains ont une cinétique de croissance très élevée) jusqu'à 1050°C ;
- Une croissance rapide et normale au-delà de 1050°C.

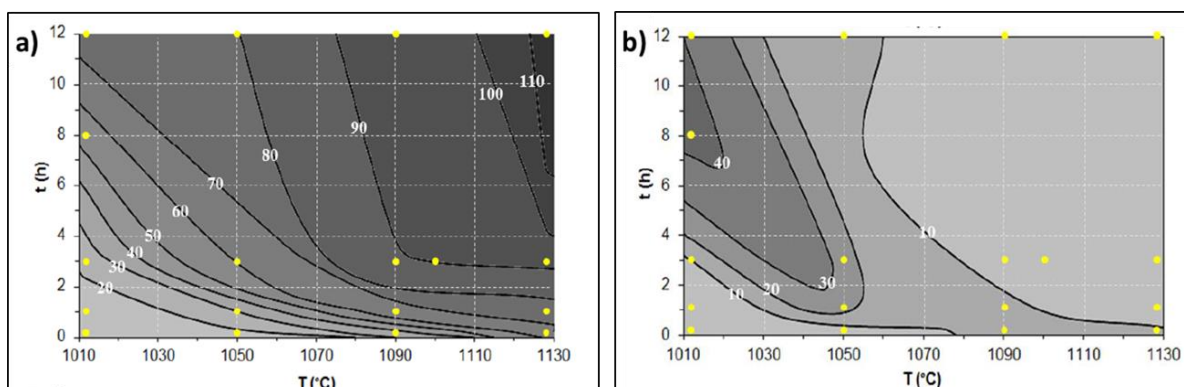


Figure 2-6 : Courbes iso-valeurs de la taille de grains moyenne (μm) (a) et de l'aire de croissance anormale (%) (b) dans le plan ST-TC [2]. Les points jaunes correspondent aux mesures effectuées.

La réalisation de cycles de CIC à 1010°C d'une durée inférieure à trois heures aura donc peu d'influence sur la microstructure du matériau. En revanche, un cycle à 1100°C augmente la taille de grains moyenne d'un facteur 5 en seulement trois heures.

II.4.3. Protocole d'observation microstructurale et de mesure de taille de grains

L'évolution microstructurale des tôles en fonction du traitement thermique subi est bien connue grâce aux travaux présentés précédemment. Toutefois, des observations seront effectuées dans le chapitre 4, sur plusieurs échantillons issus des maquettes expérimentales, afin de s'assurer du bon déroulement des essais ainsi que pour observer le comportement des joints de grains au niveau des interfaces. Un protocole d'observation a été défini pour cela. La préparation des échantillons est décrite dans la partie IV.4. Les protocoles d'observation et de mesure de la taille de grains sont présentés ci-dessous.

Pour permettre l'observation de la microstructure, les joints des grains sont révélés par attaque électrochimique dans une solution d'acide nitrique diluée (60% HNO_3 et 40% H_2O) durant 60 secondes sous une tension de 1,5 V.

L'observation est réalisée au microscope optique (InfiniteFocus) sur les mêmes échantillons ayant servi à l'étude des interfaces. Pour chaque échantillon, deux zones de $1,5 \times 1,5 \text{ mm}^2$ allant du cœur de la tôle jusqu'à l'interface sont observées. Le nombre de grains analysés varie entre 500 et 10 000 selon les échantillons (la norme ASTM E 112 recommande d'avoir au minimum 500 grains mesurés pour être représentatif d'un échantillon).

Un traitement d'image est mené à l'aide du logiciel ImageJ pour calculer une taille moyenne de grains. Le protocole utilisé a été développé lors du stage de D. Tresallet au laboratoire [68]. Il est illustré par la Figure 2-7 et est constitué de trois étapes principales : le seuillage de l'image, l'élimination des défauts et l'amincissement de l'épaisseur des joints de grains. Entre ces étapes, des inversions de couleurs sont réalisées.

Le **seuillage de l'image (b)** est effectué en deux temps. L'image est convertie en nuances de gris et l'outil « convolve » est utilisé pour recalculer le niveau de gris de chaque pixel en fonction des pixels voisins, ce qui permet d'accentuer les détails et notamment les joints de grains. Ensuite, le seuillage est réalisé par l'opération « Threshold » pour ne conserver que des pixels noirs ou blancs.

L'**élimination des défauts (c)** avec l'opération « fill holes » remplit de noir l'intérieur d'un contour blanc fermé (donc le bruit à l'intérieur des grains). Les phases secondaires et les impuretés présentes en surface sont ainsi éliminées. En revanche, les rayures de polissage sont en général au contact des joints de grains et ne peuvent être supprimées par cette méthode ; il est nécessaire de les désolidariser manuellement du joint de grain.

L'**amincissement de l'épaisseur de joints de grains** permet de calculer plus précisément la taille d'un grain. Il est réalisé avec l'outil « skeletonize » qui amincit le joint de grains à un seul pixel. Ensuite, la fonction « erode » ajoute un contour blanc (dont l'épaisseur en pixel est choisie avec « count ») autour des joints afin de s'assurer qu'ils soient fermés. L'épaisseur du joint est ainsi ramenée à 3 pixels soit environ 1 μm (avec un grossissement x20).

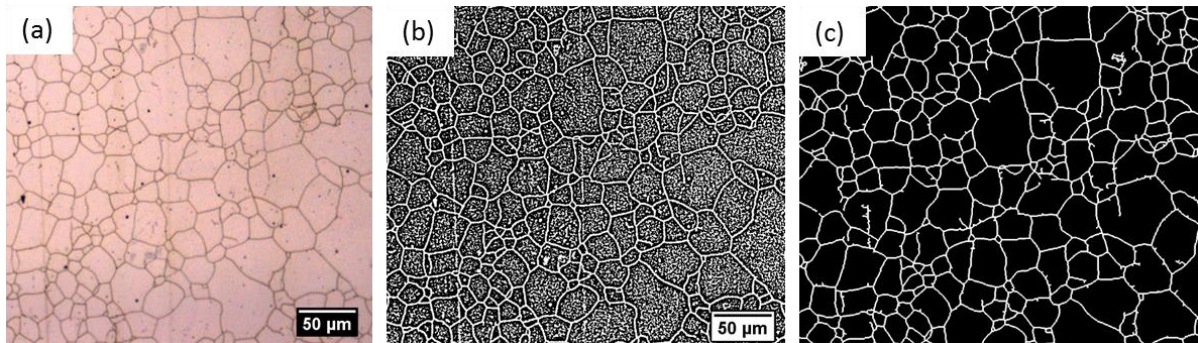


Figure 2-7 : Etapes du traitement d'image : (a) image au microscope optique, (b) seuillage de l'image et (c) suppression des défauts et amincissement des joints de grains.

Une fois le traitement d'image terminé, l'outil « analyse particule » mesure l'aire de chaque grain. Seuls les grains dont l'aire est supérieure à $10 \mu\text{m}^2$ sont conservés. Les grains supprimés correspondent à 0,3% de la surface totale et sont supposés être des artefacts numériques. Un diamètre moyen équivalent est calculé selon l'Équation 2-4.

$$D_{moy} = \sqrt{A_{moy}} \quad \text{Équation 2-4}$$

III. Réalisation des maquettes par soudage-diffusion

La terminologie « maquette » désigne ici un empilement de tôles soudées-diffusées à l'intérieur d'un conteneur. Ces maquettes sont fabriquées afin d'aider à l'étude de diverses problématiques, présentées dans les chapitres 3 et 4, telles que :

- la modélisation de la déformation des canaux ;
- la compréhension du soudage des interfaces ;
- l'étude du comportement mécanique des tôles dans la direction TC.

Le protocole permettant la réalisation de ces maquettes, de l'usinage des tôles jusqu'au cycle de soudage par CIC, est détaillé dans un premier temps. Dans un second temps, la géométrie des maquettes et les cycles de CIC associés sont détaillés.

III.1. Protocole de réalisation des maquettes

La fabrication des maquettes suit un protocole précis, régulièrement utilisé au laboratoire pour des assemblages destinés au soudage-diffusion. Il comporte sept étapes allant de l'usinage jusqu'au cycle de CIC.

L'usinage des tôles se fait par découpe au laser. Autant que possible, cette technique est privilégiée car elle coûte moins cher et ne nécessite pas de reprise mécanique sur les surfaces usinées. Cependant, elle n'est applicable que pour des échantillons d'épaisseur inférieure à 10 mm et des motifs d'usinage débouchant (à travers toute l'épaisseur de la tôle).

Le nettoyage des surfaces est primordial pour réaliser des interfaces résistantes. La présence d'impuretés (oxydes, poussière, précipités...) dégrade fortement la tenue mécanique des interfaces soudées-diffusées [2] [34]. Des moyens adaptés à la problématique de soudage-diffusion ont été développés au laboratoire mais ne seront pas détaillés dans cette thèse pour des raisons de confidentialité.

Le soudage du conteneur est réalisé par soudage TIG (ou soudage à l'électrode réfractaire) sans apport de métal. Ce procédé est utilisé en raison de sa qualité et de sa précision : il permet de travailler sur de petites zones, ce qui limite le volume de matière affecté thermiquement [69]. En effet, les zones à proximité des arêtes soudées peuvent présenter des évolutions microstructurales liées à la température élevée ainsi qu'une oxydation des surfaces, néfaste pour la suite du procédé.

Le conteneur est en acier inoxydable 304L ou 316L pour éviter les risques de contamination chimique et assurer un comportement mécanique proche de celui de l'empilement. Il est voulu aussi fin que possible afin de ne pas rigidifier l'empilement, ce qui réduirait la transmission des forces de pression vers les interfaces. Un queusot est soudé sur le conteneur pour permettre sa mise sous vide.

Un test à l'hélium est effectué pour vérifier l'étanchéité des soudures. De l'hélium est insufflé à l'extérieur du conteneur, à proximité des soudures, et un détecteur relié au queusot permet de vérifier l'absence de fuite.

La mise sous vide est assurée par un groupe de pompage (pompe primaire et pompe turbomoléculaire) relié au queusot. La durée peut varier d'une nuit à quelques jours selon la taille de la maquette. L'obtention d'un vide secondaire (10^{-3} mbar) est également une condition nécessaire au bon soudage des interfaces. Sans cela, lors du cycle de CIC, la température élevée et la présence d'oxygène entraînerait la formation d'oxydes aux interfaces ce qui nuirait à la tenue mécanique de l'assemblage.

Le cycle de CIC est la dernière étape, et celle qui permet de réaliser l'assemblage de l'empilement à proprement parler. Il se caractérise principalement par un palier de plusieurs heures à haute température ($>1000^{\circ}\text{C}$) avec une pression pouvant aller de 100 bar à 1000 bar. Il est réalisé dans une enceinte autoclave au laboratoire ou chez un industriel selon la dimension et le nombre des maquettes.

Dans l'étude présente, les maquettes réalisées sont séparées en deux catégories : celles de petites tailles (maquettes A et E) assemblées dans l'enceinte du laboratoire, et celle de grande taille (maquette C) dont le cycle de CIC est effectué en enceinte industrielle. En outre, la méthode employée pour la réalisation de certaines étapes diffère entre les petites et les grandes maquettes comme expliqué ci-dessous.

❖ Petites maquettes :

Les maquettes de petite taille permettent de réaliser les cycles de CIC dans l'enceinte autoclave du laboratoire, qui est plus disponible et permet de réaliser des cycles plus courts. En effet, l'enceinte autoclave du laboratoire étant plus petite que les enceintes industrielles, le chauffage et le refroidissement peuvent être plus rapides et chaque cycle dure moins d'une journée. De plus, une petite maquette présente une plus faible inertie thermique ce qui permet de mieux maîtriser son homogénéité thermique pendant la CIC.

Les contraintes géométriques de l'enceinte de CIC du laboratoire sont le diamètre (100 mm maximum) et la hauteur (200 mm maximum). Dans notre cas, elle n'est pas limitante en termes de température et de pression maximale puisqu'elle peut fonctionner jusqu'à 2000°C et 2000 bar, température et pression largement supérieures à celles couramment utilisées pour l'assemblage par CIC d'échangeurs en 316L. L'inconvénient des petites maquettes est, d'une part, la proximité des soudures avec le cœur de la maquette, où les échantillons et les mesures sont réalisés ; et d'autre part, la rigidification du conteneur qui est proportionnellement plus importante si l'empilement est petit à même épaisseur de conteneur. Par conséquent, le conteneur utilisé pour ces maquettes fait seulement 1 mm d'épaisseur ce qui permet de limiter à la fois la quantité de chaleur apportée pour sa fusion lors du soudage TIG, et la rigidification de l'empilement.

Les tôles sont ensuite empilées manuellement dans le conteneur en 316L qui est constitué de six tôles d'un millimètre d'épaisseur. Il est fermé par soudage TIG de l'ensemble des arêtes (Figure 2-8). En général, les conteneurs possèdent des lèvres (cf. paragraphe suivant) pour éloigner la soudure de l'empilement et ainsi réduire les échauffements. Le conteneur des petites maquettes ne possède pas de lèvres. D'une part, la soudure d'une tôle de seulement un millimètre d'épaisseur entraîne un échauffement limité de la matière, d'autre part, les lèvres rigidifient la structure ; l'objectif étant uniquement de s'intéresser au comportement des tôles, l'impact du conteneur sur l'empilement doit être ici minimisé.

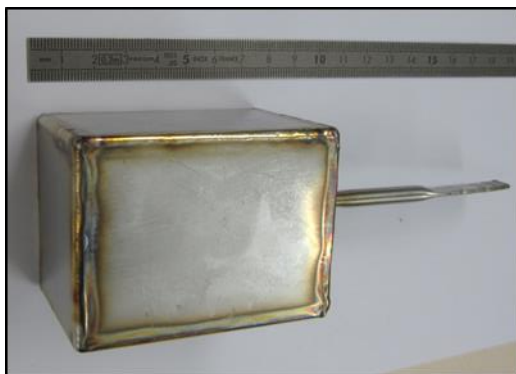


Figure 2-8 : Exemple d'un conteneur pour les maquettes E.

❖ **Grande maquette :**

La procédure de réalisation des grandes maquettes est un peu différente. La surface à nettoyer étant importante, une procédure de nettoyage spécifique a été développée au laboratoire [70].

Le conteneur est réalisé à l'avance par pliage d'une tôle en 304L d'épaisseur 2 mm. Il contient des lèvres de 20 mm afin d'éloigner la zone de soudure de l'empilement pour le protéger de l'échauffement et de l'oxydation. Le couvercle est fermé au laboratoire par soudage TIG (Figure 2-9). Le cycle de CIC est réalisé dans une enceinte industrielle par Bodycote en Allemagne.



Figure 2-9 : Exemple d'un conteneur avant et après l'assemblage pour la maquette C.

III.2. Maquettes et échantillons

III.2.1. Maquettes A

Ce lot de maquettes sert à la validation expérimentale des calculs par éléments finis développés dans le chapitre 3, ainsi qu'à l'étude de l'anisotropie des tôles et du vieillissement thermique. Les maquettes sont constituées de canaux qui seront déformés lors de l'application de cycles de CIC. Les déformées mesurées seront comparées aux simulations numériques.

❖ **Géométrie :**

Chaque maquette est constituée de trois canaux, de section rectangulaire (9x6 mm²) et d'une longueur de 42 mm, séparés par deux isthmes de 3 mm d'épaisseur. Les canaux sont voulus plus grands que ceux des échangeurs classiquement réalisés dans ASTRID (en général inférieurs à 5x3 mm²) afin d'observer des déplacements importants, et ainsi de minimiser les erreurs de mesure. La géométrie complète est présentée en Annexe B.

Elle est réalisée avec deux directions d'empilements différentes, afin de solliciter les tôles dans des directions différentes. Le premier empilement, nommé « A6 », est constitué de 6 tôles (4 pleines et 2 avec canaux) et les isthmes sont sollicités dans la direction TC (Figure 2-10).

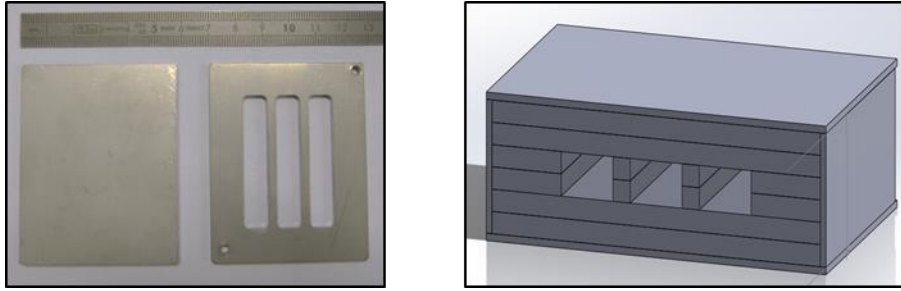


Figure 2-10 : Présentation de l'empilement A6.

Le second empilement, nommé « A19 », est constitué de 19 tôles (10 pleines et 9 avec canaux). Les isthmes sont sollicités dans la direction ST (Figure 2-11). Il est utilisé pour l'étude de l'anisotropie puisque pour la même géométrie, les tôles sont sollicitées dans une direction différente.

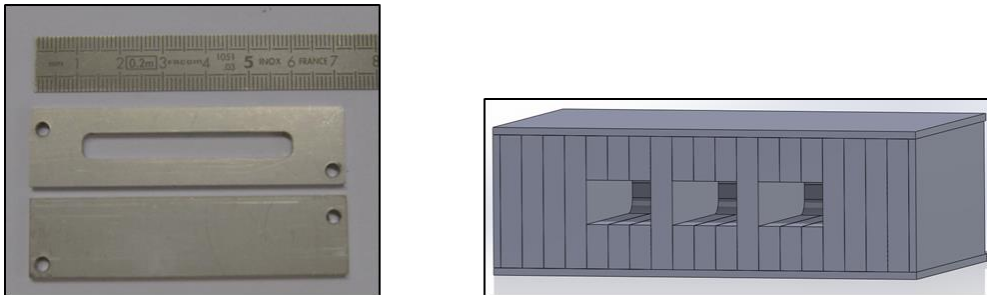


Figure 2-11 : Présentation de l'empilement A19.

Les perçages usinés dans chaque tôle servent à passer un pion de centrage qui empêche tout glissement entre les tôles lors de la mise en conteneur ou pendant le cycle de CIC, et permet également un meilleur positionnement des tôles entre elles.

❖ **Traitement thermique pré-CIC :**

Certaines maquettes subissent un traitement thermique avant assemblage par CIC, l'objectif étant d'étudier l'importance des contraintes résiduelles de fabrication des tôles ainsi que l'effet du début de la croissance de grains sur les déformées des maquettes. Les cycles, réalisés à 1010°C dans le four PYROX sous vide (présenté § IV.3), sont constitués d'un unique palier d'une durée comprise entre 45 et 180 minutes.

❖ **Cycles de CIC :**

Après une pressurisation initiale de l'enceinte, un chauffage à 5°C/min environ est appliqué jusqu'à une température de palier de 1010°C. Ce palier dure 180min et la pression vaut de 75 à 125 bar.

❖ **Usinage :**

Après CIC, les maquettes sont découpées par électroérosion au fil dans le plan orthogonal à la direction des canaux, à mi-longueur. La technique consiste à faire passer un courant électrique dans un fil métallique très fin (environ 100 µm) relié à deux électrodes. Sous l'effet de la température, la pièce est très localement fondue. Cette méthode permet de faire des coupes très fines avec peu de perte de matière [71]. Cependant, les surfaces extérieures sont légèrement oxydées et la microstructure modifiée sur une faible épaisseur.

L'aspect de la maquette est présenté sur la Figure 2-12 après usinage. La méthode de mesure de la géométrie déformée est présentée partie IV.1

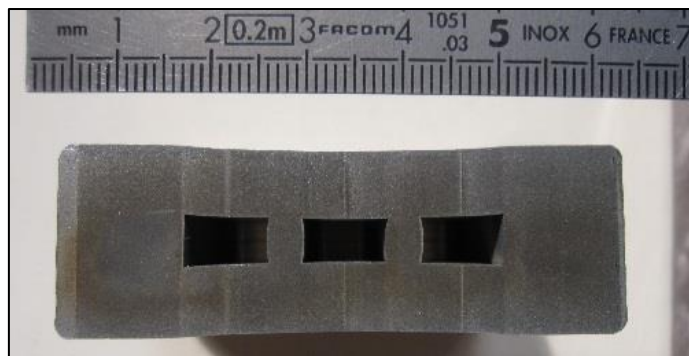


Figure 2-12 : Maquette A6_100 après découpe au fil.

III.2.2. Maquette C

Cette maquette, de taille plus importante mais sans canaux, permet de prélever des éprouvettes de traction, de fluage et de résilience dans la direction TC des tôles, utilisées pour la caractérisation mécanique (chapitre 3 § II.5) et pour la caractérisation des interfaces (chapitre 4 § 0).

❖ Géométrie :

La maquette est un empilement de 37 tôles pleines de dimensions 200x150x3 mm³, soit un empilement de 111 mm de haut, sans canal. Avec un conteneur de 2 mm d'épaisseur, la hauteur totale de la maquette passe à 114 mm. La géométrie est choisie pour permettre l'usinage d'éprouvettes de traction plates dans la direction TC dont la longueur fait 114 mm.

❖ Cycle de CIC :

Le cycle de CIC est un palier à 1000 bar et 1010°C d'une durée de trois heures. Il doit permettre :

- d'assurer une très bonne tenue mécanique des jonctions pour permettre la réalisation des essais d'évaluation du comportement mécanique du matériau dans le sens TC (traction et fluage) sans avoir une rupture prématurée aux interfaces ;
- de conserver la microstructure initiale du matériau afin de caractériser les propriétés des tôles à l'état brut de laminage.

Pour cela, la température ne doit pas dépasser 1010°C pour éviter une croissance de grains trop importante (§ II.4.2) [2].

❖ Usinage et dénomination :

Des éprouvettes de traction plates sont découpées par électroérosion au fil. Les congés et la partie utile plate sont usinés par fraisage. Elles sont utilisées pour la caractérisation du comportement en traction des tôles dans la direction TC à température ambiante et à chaud jusqu'à 1040°C.

Des éprouvettes de fluage axisymétriques sont découpées par électroérosion au fil. Les congés et la partie utile plate sont usinés par tournage. Elles sont utilisées pour la caractérisation du comportement en fluage des tôles dans la direction TC entre 940°C et 1040°C.

❖ Traitement thermique :

Des traitements thermiques seront de plus réalisés sur certaines éprouvettes de traction pour étudier le comportement mécanique du matériau après vieillissement thermique. Le traitement est un palier haute température (entre 1010°C à 1100°C pour faire grossir le grain), effectué dans le four PYROX sous vide présenté partie IV.3.

III.2.3. Maquettes E

Ce lot de maquettes permet de prélever des éprouvettes de traction et de résilience dans la direction TC des tôles pour la caractérisation des interfaces dans le Chapitre 4 (§ II.3). Pour cela, les maquettes

subiront différents cycles de CIC afin d'obtenir des interfaces plus ou moins avancées en termes de soudage.

❖ **Géométrie :**

Chaque maquette est constituée d'un empilement de 18 tôles pleines rectangulaires (73x49 mm²). La longueur des tôles correspond à la direction SL de laminage. Le nombre de tôles est choisi afin de pouvoir usiner des éprouvettes de résilience (55 mm de longueur) dans la direction TC. Avec le conteneur d'un millimètre d'épaisseur, la hauteur totale de la maquette est de 56 mm.

❖ **Cycle de CIC :**

Le cycle est similaire à celui des maquettes A. Selon les maquettes la pression, le temps, et la température sont modifiés pour étudier l'effet de chaque paramètre, Tableau 2-3.

Le refroidissement est rapide (10°C/min) avec une diminution de la pression à 40 bar en 20 minutes.

Nom	Durée palier (min)	Température palier (°C)	Pression palier (bar)
E1	5	1010	100
E2	180	1010	100
E3	30	1010	100
E4	180	1010	300
E5	180	1050	100

Tableau 2-3 : Présentation des différentes maquettes E.

❖ **Usinage :**

Une tranche de 5 mm est découpée selon le plan ST-TC au centre de la maquette par électroérosion au fil. Les ébauches des éprouvettes (traction et résilience) ainsi que la tranche sont découpées par électroérosion au fil. Une face de la tranche est reprise par fraisage fin pour la préparer au polissage pour l'observation. L'entaille des éprouvettes de résilience est usinée par fraisage. Ces échantillons sont présentés en Figure 2-13 et leurs plans en Annexe B.

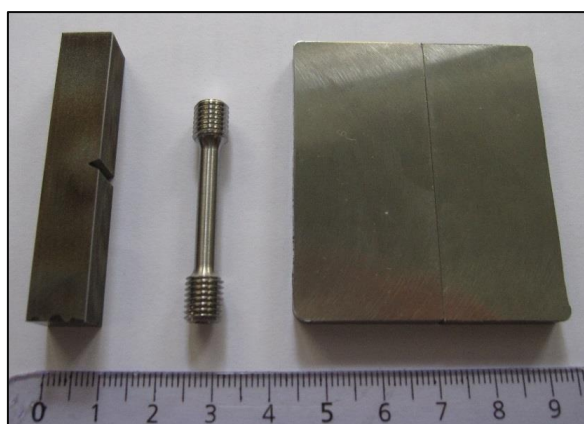


Figure 2-13 : Photos des échantillons usinés dans chaque maquette E.

❖ **Traitements thermiques post-CIC :**

Des traitements thermiques sont réalisés sur certaines éprouvettes prélevées dans les maquettes E. L'objectif est d'étudier l'évolution de l'interface et de ses propriétés mécaniques en l'absence de pression. Ces éprouvettes sont dénommées « E.TT ». Le cycle thermique est le suivant :

- une montée en 90 minutes à la température de palier ;
- un palier à haute température présenté dans le Tableau 2-4 ;
- un refroidissement à environ 30°C/min.

Maquette source	Nom associé aux éprouvettes traitées	Traitement thermique
E1	E1TT	175 min / 1010°C
E2	E2TT	90 min / 1100°C
E3	E3TT	150 min / 1010°C
E4	E4TT	90 min / 1100°C
E5	E5TT	90 min / 1100°C

Tableau 2-4 : Description des traitements thermiques effectués sur les maquettes E.

Les traitements sont effectués dans un four Pyrox sous vide secondaire.

❖ **Dénomination :**

Pour l'observation des interfaces, les échantillons issus de la tranche sont nommés « E.TT + A ou B ». Les éprouvettes de résilience sont nommées « E.TT + C + n° essai ». Enfin, les éprouvettes de traction sont nommées « E.TT + T + n° essai ».

III.2.4. Maquettes N

Les maquettes « N » ont été réalisées lors d'une thèse précédente [2] à partir des mêmes tôles que celles utilisées dans cette étude. Ces maquettes et leurs assemblages sont similaires à ce qui a été fait pour la maquette C ; seule la géométrie est légèrement différente puisque les empilements réalisés mesurent 150×100×80 mm³. Elles ont été assemblées dans une enceinte industrielle par un cycle de CIC similaire à celui vu par la maquette C. Les caractéristiques des cycles de CIC pour les trois maquettes étudiées sont présentées dans le Tableau 2-5.

Nom	Palier du cycle de CIC
Nref	1000 bar / 1100°C / 180 min
NA1	1000 bar / 1040°C / 180 min
NA2	100 bar / 1100°C / 180 min

Tableau 2-5 : Présentation des trois maquettes « N » et des cycles de CIC associés.

Ces cycles sont complémentaires à ceux effectués sur les maquettes E (Tableau 2-3). Ainsi, les résultats des essais de résilience et de traction sont réutilisés pour compléter ceux obtenus dans cette thèse. De plus, des échantillons de matière sont prélevés dans chaque maquette pour l'observation des interfaces au microscope optique.

III.2.5. Eprouvettes B

Ces éprouvettes permettent la caractérisation du comportement mécanique dans le plan des tôles (chapitre 3, § II.5) ; aucun assemblage n'est donc nécessaire. Ce sont des éprouvettes de traction plates découpées au laser directement dans la tôle, dans les directions SL et ST, dont la géométrie est donnée en Annexe B et discutée dans le paragraphe IV.2. Certaines éprouvettes subissent un traitement thermique avant l'essai de traction pour étudier l'effet du vieillissement microstructural sur le comportement en traction.

IV. Techniques expérimentales

Dans cette partie, les protocoles relatifs à la mesure des déformations des maquettes après assemblage, aux essais mécaniques, aux traitements thermiques et à l'observation des interfaces sont présentés. De plus, la géométrie des éprouvettes évoquée précédemment est justifiée et détaillée au cours des paragraphes décrivant les essais mécaniques associés.

IV.1. Mesure de la déformée

Comme il a été dit précédemment, la prédiction de la géométrie finale des canaux des échangeurs à plaques est un objectif important. Pour caractériser cette géométrie finale, deux paramètres principaux ont été choisis : l'écrasement « h » et la largeur finale « L » des isthmes, représentés en Figure 2-14. L'écrasement des canaux est mesuré avec un profilomètre à contact, constitué d'une bille en saphir couplée à un dispositif de balayage latéral. La bille parcourt automatiquement une surface tout en entrant régulièrement en contact avec celle-ci à une fréquence programmée. Les coordonnées 3D de chaque point de contact sont mesurées avec une précision de +/- 1 µm. La surface extérieure de la maquette et la surface intérieure des canaux sont balayées dans le plan orthogonal à la direction des canaux, ce qui permet de retracer la section déformée.

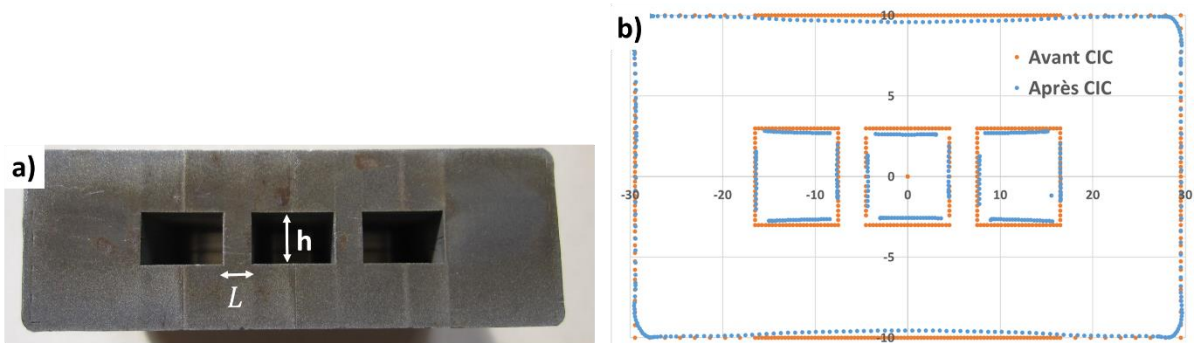


Figure 2-14 : Section de la maquette A6_100 après CIC (a) et profils obtenus au profilomètre à contact (b).

Pour l'empilement A6, la hauteur initiale des canaux (5,950 mm +/- 10 µm) est déduite de l'épaisseur des tôles (2,975 mm +/- 5 µm). La largeur des isthmes (2,97 mm +/- 10 µm) a été mesurée au pied à coulisse avant l'assemblage. En revanche pour l'empilement A19, la largeur de l'isthme correspond à l'épaisseur d'une tôle tandis que sa hauteur est mesurée au pied à coulisse (6,00 mm +/- 10 µm). Les dimensions après la déformation sont calculées à partir du profil obtenu avec une précision de +/- 5 µm. La comparaison entre la simulation et les résultats expérimentaux se fait sur la variation de hauteur du canal central « Δh » et sur la variation de la largeur des isthmes « ΔL », moyennées sur les deux isthmes. Elles sont calculées à partir des Équation 2-5 et Équation 2-6 :

$$\Delta h = h_i - h_f \quad \text{Équation 2-5}$$

$$\Delta L = \frac{2 * L_i - L_{f1} - L_{f2}}{2} \quad \text{Équation 2-6}$$

Avec :

- h_i et h_f les hauteurs initiales et finales les plus courtes mesurées dans le canal central (m) ;
- L_i la largeur initiale de chaque isthme (m) ;
- L_{f1} et L_{f2} les largeurs finales maximales de chaque isthme (m).

Pour l'empilement A6, les incertitudes de mesure sur Δh et ΔL sont de 15 µm. Pour A19, l'incertitude sur ΔL est de 10 µm.

L'erreur relative de la simulation par rapport aux mesures expérimentales est calculée à partir de l'Équation 2-7 pour la hauteur du canal et l'Équation 2-8 pour la largeur de l'isthme respectivement.

$$e_h = 100 * \left(\frac{\Delta h_{exp} - \Delta h_{sim}}{\Delta h_{exp}} \right) \quad \text{Équation 2-7}$$

$$e_L = 100 * \left(\frac{\Delta L_{exp} - \Delta L_{sim}}{\Delta L_{exp}} \right) \quad \text{Équation 2-8}$$

Avec :

Δh les variations de hauteur du canal central expérimentales ou simulées (m) ;
 ΔL les variations de largeur des isthmes expérimentales ou simulées (m).

IV.2. Essais mécaniques

Les essais mécaniques réalisés sont des essais de traction (à température ambiante et à chaud), de fluage et de résilience. Ils servent à caractériser le comportement mécanique des tôles et la tenue des interfaces.

IV.2.1. Traction à température ambiante

La caractérisation mécanique en traction d'une tôle impose de travailler avec des éprouvettes plates dont l'épaisseur maximale est celle de la tôle.

Les essais sur éprouvettes plates (issues des maquettes B et C) sont effectués sur une machine de traction MAYES (Figure 2-15), à 20°C jusqu'à rupture. Le déplacement imposé est piloté sur la traverse et calculé pour avoir une vitesse de déformation initiale de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Deux capteurs sont utilisés successivement pour mesurer le déplacement. Le premier capteur possède une amplitude de 10 mm avec une erreur relative inférieure à 0.1%. Au-delà d'un déplacement de 10 mm de la traverse, le pilotage passe sur le second capteur qui possède une amplitude de 105 mm avec une erreur relative inférieure à 1%. La rigidité de la structure n'étant pas infinie, la vitesse de déformation réelle dans l'éprouvette est légèrement plus faible. Celle-ci est recalculée grâce à un extensomètre : elle est en moyenne 15% plus faible que la vitesse souhaitée. L'extensomètre est fixé sur la partie utile de l'éprouvette (marque EPSILON, amplitude 5 mm, erreur relative inférieure à 0,2%). Pour la mesure de la force, une cellule de 10 kN avec une précision de +/- 25N est utilisée.

La géométrie des éprouvettes de traction plate est identique pour les essais à froid et à chaud (partie suivante). Elle a été imposée par les exigences suivantes :

- Une épaisseur inférieure ou égale à 2,85 mm, imposée par la structure des mors ;
- Une longueur utile supérieure à 25 mm pour y placer les deux tiges en quartz de l'extensomètre ;
- Une longueur totale supérieure à 110 mm ;
- Une largeur utile inférieure ou égale à 4 mm pour limiter la section utile et ainsi réduire la déformation des goupilles des mors en TZM.

Les essais sur éprouvettes axisymétriques (issues de maquettes E) sont effectués sur la machine ADAMEL DY 36 à température ambiante. Le déplacement imposé est piloté sur la traverse (amplitude de 300 mm) et calculé pour avoir une vitesse de déformation de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Un extensomètre est utilisé pour mesurer les déformations (marque EPSILON, amplitude de 6,25mm en traction, erreur relative inférieure à 0.2%). Pour la mesure de la force, une cellule de 10 kN avec une précision de +/-25 N est utilisée.

La géométrie des éprouvettes axisymétriques est normée (NF EN ISO 6892-1).

IV.2.2. Traction à chaud

Ces essais sont effectués dans un four sous vide, entre 350°C et 1040°C, sur la machine de traction MAYES (Figure 2-15). Le chauffage est assuré par des résistances en graphite. Pour la mesure de la force, la cellule utilisée monte jusqu'à 10 kN avec une précision de mesure de +/- 25N.

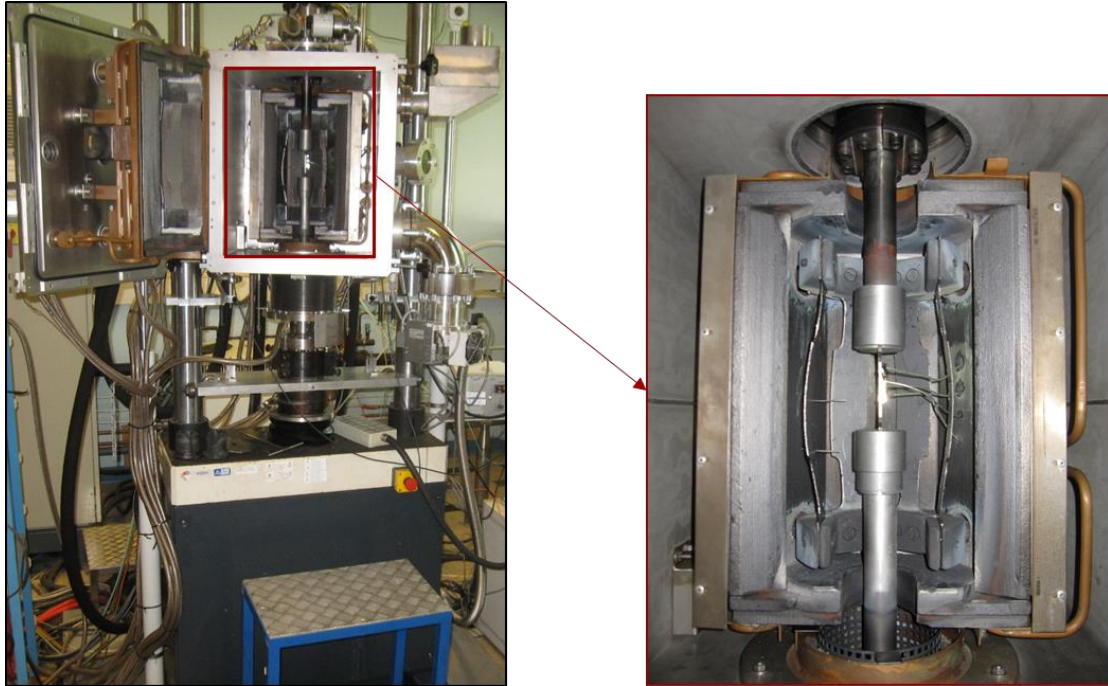


Figure 2-15 : Machine de traction Mayes.

A haute température, le comportement du matériau devient très sensible aux variations de température. Une étude thermique préalable a montré que l'écart maximal de température, à 1040°C, le long de la partie utile était de 10°C entre le centre et le haut de la partie utile (mesurée à l'aide de quatre thermocouples, Figure 2-15). La température est maximale au centre car les tirants sont proches du refroidissement hydraulique, ce qui refroidit faiblement les extrémités de l'éprouvette par conduction.

Le chargement thermique est adapté selon les essais pour répondre à deux problématiques :

- Débuter l'essai avec une bonne stabilité thermique dans l'éprouvette et sur toute la ligne, pour que la dilatation des matériaux n'impacte pas les mesures de déplacement ;
- Avant le début de l'essai, éviter un maintien trop long entre 600°C et 940°C ainsi qu'au-delà de 980°C, pour limiter respectivement les phénomènes de précipitation (voir §II.1.2(c) chapitre 1) et de croissance de grains (voir §II.4.2).

Ainsi, différents chargements thermiques sont effectués selon la température de l'essai :

- $T^\circ < 600^\circ\text{C}$: une montée directe à la température d'essai à environ 15°C/min, puis un palier d'homogénéisation thermique de 30 minutes à la température de l'essai (Figure 2-16-a) ;
- $600^\circ\text{C} < T^\circ < 950^\circ\text{C}$: un palier de 30 minutes à 540°C entre deux montées en température, puis un palier d'homogénéisation thermique de 30 minutes à la température de l'essai (Figure 2-16-b) ;
- $T^\circ > 950^\circ\text{C}$: un palier de 30 minutes à 940°C entre deux montées en température, puis un palier d'homogénéisation thermique de 30 minutes à la température de l'essai (Figure 2-16-c).

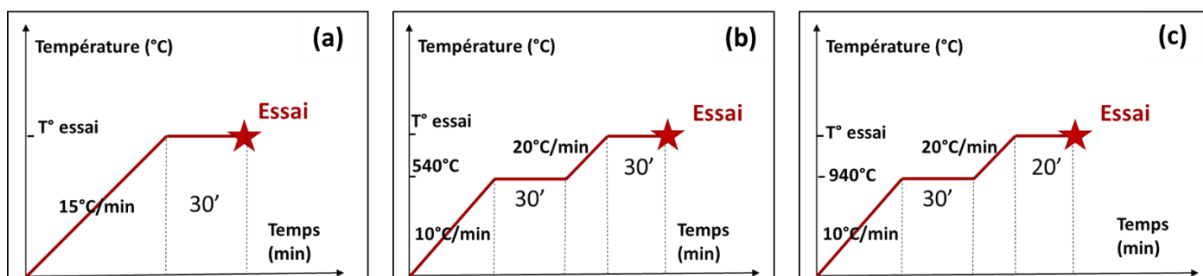


Figure 2-16 : Chargements thermiques appliqués selon la température de l'essai de traction.

A partir des essais de traction, les courbes conventionnelles et rationnelles sont tracées. L'allongement de la partie utile est calculé à l'aide des données de l'extensomètre jusqu'à son amplitude maximale puis à l'aide des données des capteurs fixés sur la traverse. La rigidité machine n'est alors pas prise en compte car dans cette zone du domaine plastique la force évolue peu et les déplacements mesurés

proviennent donc principalement de l'éprouvette. Les déformations et contraintes conventionnelles et rationnelles sont données par l'Équation 2-9 et Équation 2-10 respectivement.

$$\epsilon_{\text{ing}} = \frac{\Delta L}{L_u} \quad \text{et} \quad \sigma_{\text{ing}} = \frac{F}{S_0} \quad \text{Équation 2-9}$$

$$\epsilon_{\text{rat}} = \ln \left(1 + \frac{\Delta L}{L_u} \right) \quad \text{et} \quad \sigma_{\text{rat}} = \frac{F}{S_0} * \left(1 + \frac{\Delta L}{L_u} \right) \quad \text{Équation 2-10}$$

Avec :

- ΔL l'allongement (m) ;
- L_u la longueur utile de l'éprouvette (m) ;
- F la force (N) ;
- S_0 la section initiale dans la partie utile (m²).

IV.2.3. Fluage

Ces essais sont effectués dans un four de fluage LPA sous vide entre 940 et 1040°C (Figure 2-17). La température est contrôlée à l'aide de trois thermocouples permettant une précision de +/-2 °C sur toute la longueur de l'éprouvette. Un capteur LVDT est relié au mors par une ligne rigide de 40 cm pour suivre l'allongement de l'éprouvette.

Les charges utilisées sont des masses déposées manuellement sur un plateau, avec un intervalle régulier de cinq secondes. Une attention particulière est prise afin de limiter les chocs lors de la dépose des masses ce qui peut modifier les déformations mesurées par la suite.

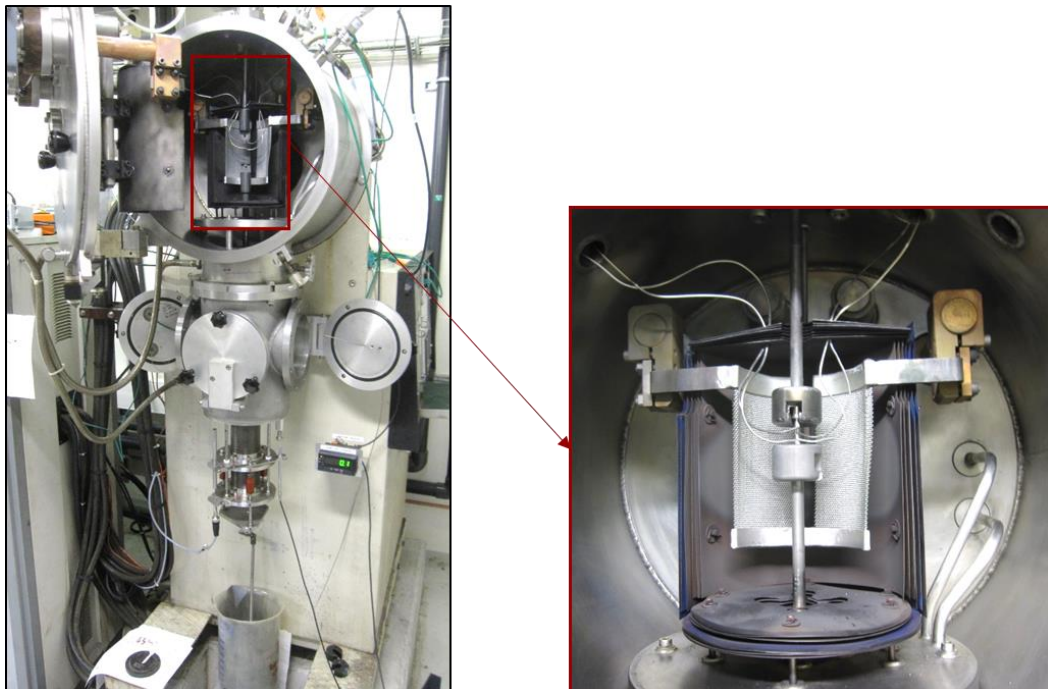


Figure 2-17 : Four de fluage LPA.

L'essai de fluage est plus sensible à la stabilité thermique que l'essai de traction car les vitesses de déformations sont beaucoup plus faibles et les durées d'essais plus longues. Si les outils de la machine continuent à se dilater au début de l'essai, les déplacements mesurés ne correspondront pas uniquement à la déformation de l'éprouvette. Un chargement thermique adapté est donc tout aussi important que pour les essais de traction. Ainsi, deux paliers d'homogénéisation thermique sont effectués au cours de la montée en température (Figure 2-18).

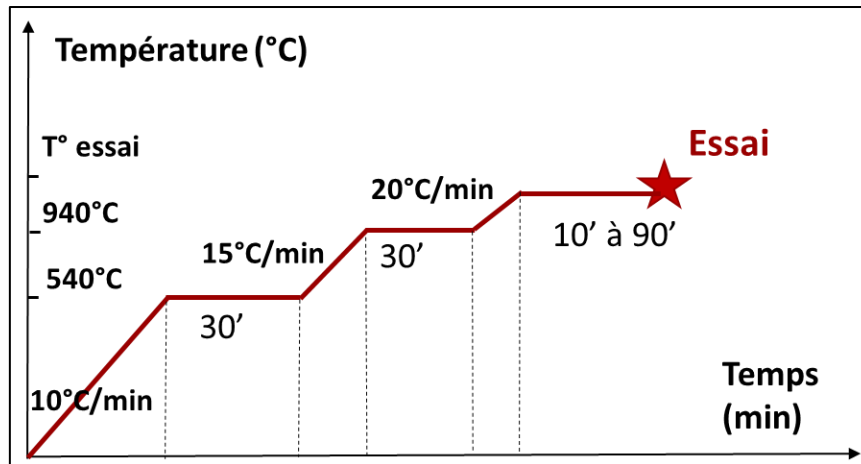


Figure 2-18 : Chargement thermique appliqué pour chaque essai de fluage.

L'application de la charge débute lorsque la vitesse de déplacement mesurée par le LVDT (liée à la dilatation de la ligne et de l'éprouvette) devient négligeable devant la vitesse de fluage secondaire, ce qui correspond à une stabilisation de la thermique de l'ensemble du dispositif. Pour un fluage secondaire de l'ordre de 10^{-7} s^{-1} , il faut attendre que l'allongement mesuré par le LVDT devienne inférieur à $0,5 \mu\text{m}/\text{min}$ soit en pratique 1h30 de palier à haute température.

Un capteur de force, situé dans la partie intérieure de l'enceinte sous vide, permet de mesurer la charge réelle subie par l'éprouvette. En effet, des soufflets sont utilisés pour permettre le déplacement de la ligne de charge au cours de l'allongement de l'éprouvette tout en restant sous vide. Ils fonctionnent comme des ressorts et exercent une force ($F=Ku$) qui s'oppose aux poids lorsque l'éprouvette s'allonge. La précision du capteur est de $\pm 150\text{g}$ soit 0,05% de la charge maximale mesurable (300kg).

La géométrie de l'éprouvette est choisie pour avoir un diamètre relativement élevé ($\phi=5 \text{ mm}$) ce qui permet de travailler avec des charges importantes et ainsi réduire l'impact des forces parasites (liées aux soufflets notamment).

IV.2.4. Résilience

Les mesures de résilience sont effectuées sur une machine Zwick/Rockwell présentée en Figure 2-19 avec un bras de capacité maximum de 300J.

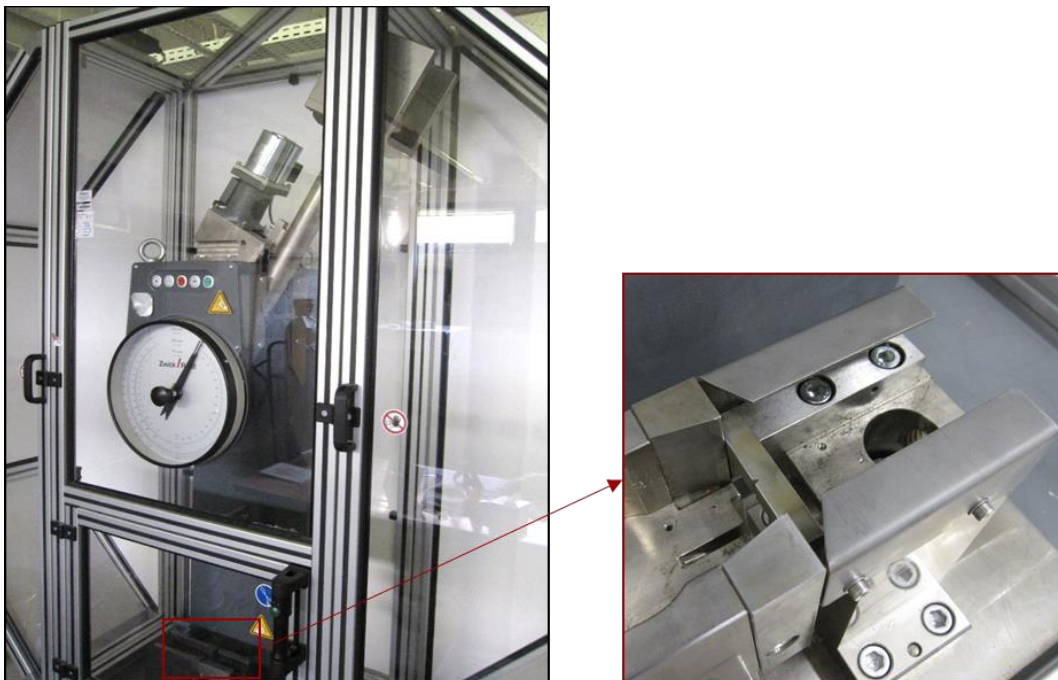


Figure 2-19 : Mouton Charpy et support de l'éprouvette.

Les éprouvettes Charpy utilisées possèdent une entaille en V centrée sur une interface entre deux tôles. Les tôles sont en moyenne 2.975 ± 0.005 mm d'épaisseur et le contour 0.970 ± 0.005 mm. Le fond d'entaille est donc positionné à 27.9 mm de hauteur ($27.89 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$), au niveau d'une interface. La direction de propagation des fissures est la direction SL. Des études précédentes [2] ont montré que pour les tôles utilisées (316L, 3mm, état de surface 2B) les valeurs de résilience sont proches pour les directions de propagation de fissures SL et ST. La résilience dans la direction SL est légèrement meilleure, dû au fait que les inclusions d'aluminosilicates sont elles aussi alignées dans la direction SL, ce qui facilite la propagation de la fissure dans la direction ST.

IV.3. Traitements thermiques

Les traitements thermiques sont réalisés dans un four PYROX sous vide secondaire (environ 10^{-6} mbar) qui est présenté sur la Figure 2-20. Le chauffage est assuré par des résistances situées autour du tube à vide. Les échantillons sont posés dans un creuset en céramique, lui-même placé dans un panier à trous. Pour contrôler la température, un thermocouple est mis en contact des échantillons.

Les cycles thermiques appliqués sont constitués de :

- Une montée en température à une vitesse d'environ $10^\circ\text{C}/\text{min}$;
- Un palier à haute température ;
- Un refroidissement rapide (circuit de refroidissement hydraulique sous vide ou trempe à l'air).

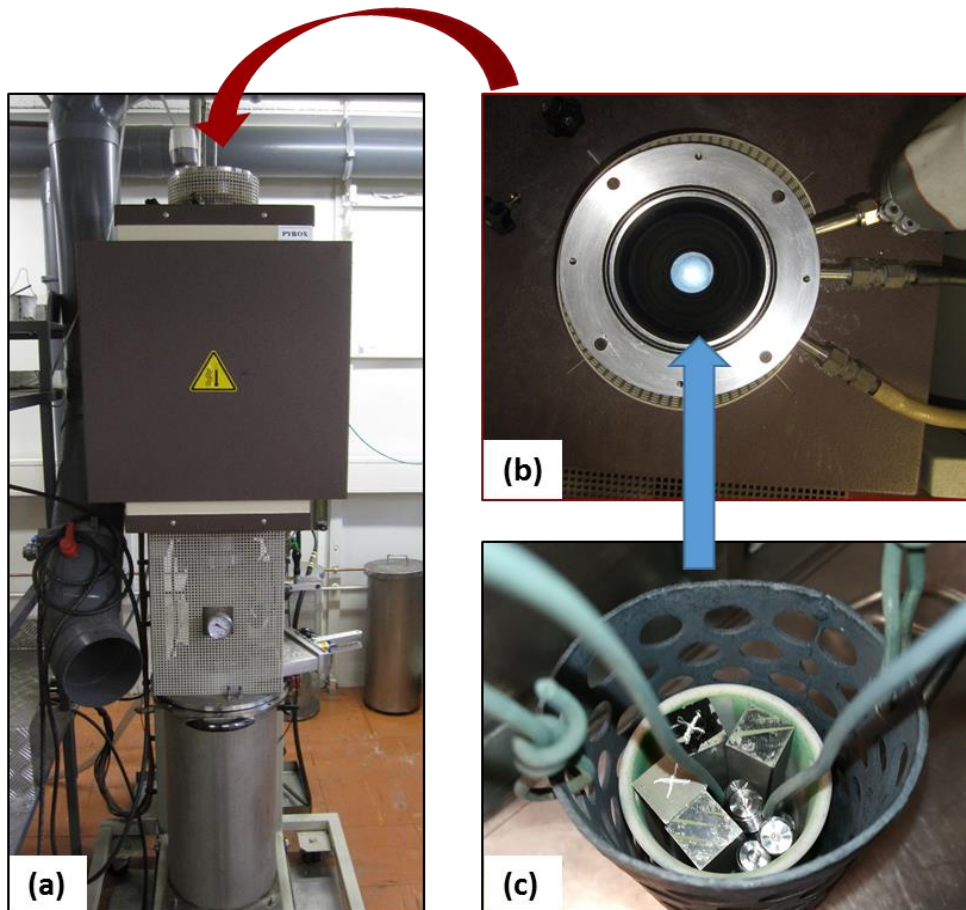


Figure 2-20 : Four Pyrox de traitement thermique sous vide (a), enceinte du four (b) et support des échantillons (c).

IV.4. Protocole de caractérisation microscopique des interfaces

L'observation de cavités micrométriques et leur quantification requièrent un protocole particulier. La principale problématique est de révéler proprement les cavités. En effet lors du polissage, la ductilité du matériau entraîne un phénomène de beurrage des trous par la matière, pouvant les masquer ou impacter la mesure de leur forme et surface.

IV.4.1. Préparation des surfaces

Pour chaque maquette, une tranche de 5 mm est découpée au fil, ce qui a pour conséquence d'oxyder la matière en surface. La face observée est donc fraisée finement pour supprimer cette couche d'oxyde. Ensuite, la tranche est coupée en deux parties similaires dont l'une subit un traitement thermique supplémentaire, ce qui permet notamment d'étudier l'influence de celui-ci sur l'évolution de la taille et de la forme des cavités. Les échantillons ont une section d'environ 10x15 mm² et sont éloignés des bords de la maquette. Ils sont enrobés à chaud (150°C, 290bar) dans une résine époxy par une presse automatique. Enfin, chaque échantillon est poli mécaniquement avec une polisseuse automatique (Struers TegraPol-21) sur papier abrasif SiC puis sur table vibrante. Entre chaque étape les échantillons sont rincés à l'eau puis passés au bac à ultrasons dans un bain d'éthanol. Pour chaque condition, deux échantillons « A » et « B » sont préparés. Le protocole de découpe des échantillons est schématisé sur la Figure 2-21 et les détails du polissage mécanique sont présentés Tableau 2-6.

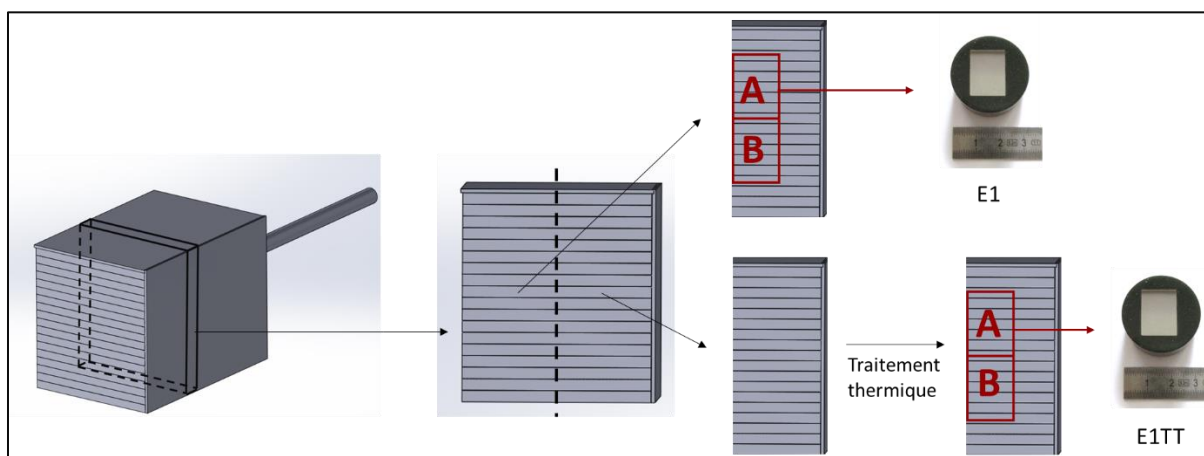


Figure 2-21 : Schéma du protocole de préparation des échantillons E1 et E1TT pour l'observation des interfaces au microscope optique.

Papier	Grain (µm)	Durée	Suspension	Rotation (ou fréquence)	Force normale (N)
800	22	2 min	Eau	150 tr/min	20 N
1200	15	2 min	Eau	150 tr/min	20 N
2000	10	3 min	Eau	150 tr/min	20 N
4000	5	3 min	Eau	150 tr/min	20 N
Table vibrante	1	16 h environ (1 nuit)	Solution d'alumine colloïdale de 0,05µm	20 Hz	Pas de poids

Tableau 2-6 : Etapes de polissage mécanique pour la préparation des interfaces à observer.

Avant l'étape de polissage sur la table vibrante, les cavités ne sont pas encore observables au microscope optique car le polissage mécanique précédent a bouché les cavités par beurrage. Cette dernière étape permet de retirer en douceur la matière qui recouvre les cavités (voir Figure 2-22). Pour révéler les cavités complètement, la durée minimale de polissage à la table vibrante est de 6 heures. De plus, une durée supérieure de polissage (20h) ne modifie pas l'aspect des cavités : le polissage par table vibrante n'a pas tendance à agrandir les cavités.

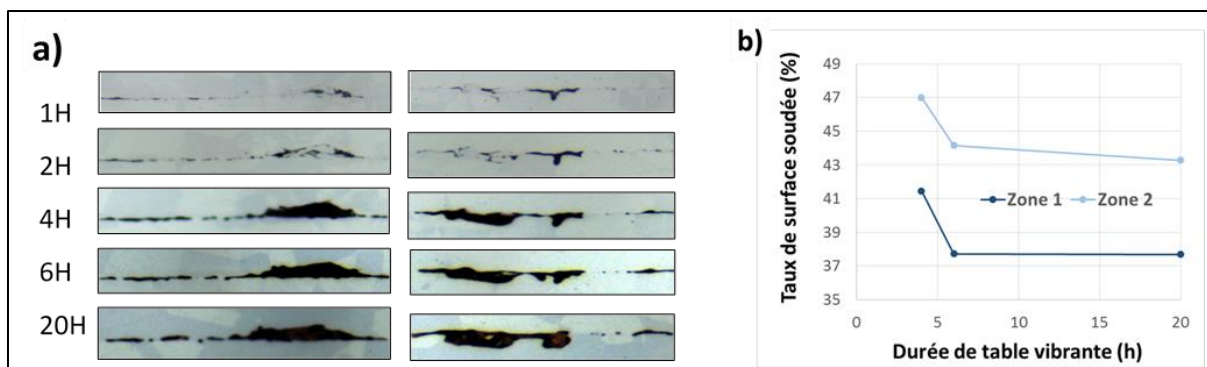


Figure 2-22 : Evolution de l'aspect des cavités (a) et du taux de surface soudée (b) avec la durée de polissage à la table vibrante.

L'observation des interfaces au microscope électronique à balayage (Figure 2-23) est effectuée avec un grossissement x12 000 et révèle deux informations importantes. D'une part, les cavités possèdent des arêtes saillantes ce qui confirme qu'il n'y a pas « d'ouverture mécanique » des cavités lors du polissage à la table vibrante, mais uniquement une suppression de la matière qui les recouvrait. D'autre part, le grossissement utilisé au MEB ne met pas en évidence de nouvelles cavités de petit diamètre. L'observation au grossissement x50 avec le microscope optique est donc jugée suffisante dans la suite de ce travail pour caractériser la totalité des cavités.

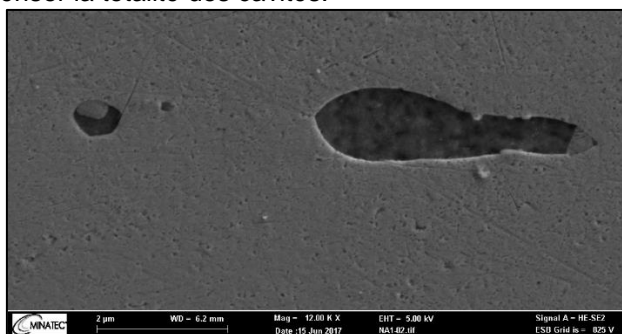


Figure 2-23 : Cavité résiduelle à l'interface observée au MEB avec un grossissement X12000.

IV.4.2. Mesure du Taux de Surface Soudée

La porosité résiduelle est quantifiée indirectement par le Taux de Surface Soudée (TSS). Pour cette étude, une surface soudée est définie comme une zone de l'interface exempte de cavité. Cette notion est discutée dans le chapitre 4 §II.2.2. L'observation des interfaces se fait avec un microscope optique 3D (InfiniteFocus standard d'Alicona). Celui-ci dispose d'un dispositif d'assemblage d'images automatisé fonctionnant en 2D et 3D qui permet de constituer facilement une image de l'interface sur plusieurs millimètres avec un grossissement suffisamment important pour distinguer les plus petites cavités (< 500 nm). Les paramètres optimaux pour distinguer les cavités sont : un grossissement x 50, une luminosité de 350 ms et un contraste de 3. Le microscope est utilisé en mode 2D. Pour chaque échantillon, quatre zones de longueur 4 mm sont analysées. Elles sont choisies aléatoirement sur les différentes interfaces, à une distance minimale de 1 mm des bords.

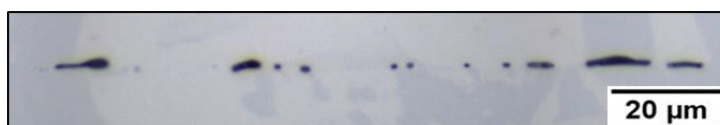


Figure 2-24 : Image au microscope optique de l'interface E2 avec un grossissement x50.

Les micrographies obtenues sont traitées sur le logiciel d'analyse d'images « ImageJ ». La binarisation de l'image laisse apparaître nettement les cavités résiduelles en noir et la matière en blanc.

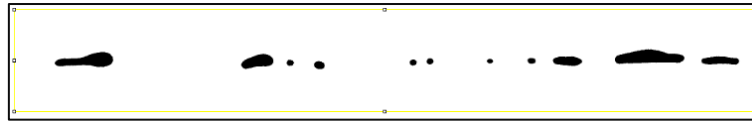


Figure 2-25 : Image binarisée avec le logiciel Image J.

Le taux de surface soudée correspond au ratio entre la longueur d'interface sans cavité (sans pixel noir) et la longueur totale d'interface. Pour le calculer, un profil de niveau de gris est tracé le long de l'interface : il permet de détecter la présence de cavité le long de l'interface.

Pour cela, il faut encadrer la zone à analyser, puis sélectionner Analyse > Plot profile > List. Cette zone est rectangulaire. A chaque abscisse, le nombre de pixels noirs et blancs dans la direction verticale est mesuré. Le niveau de gris pour une abscisse donnée est le rapport du nombre de pixels noirs sur le nombre de pixels total à cette abscisse, multiplié par 255. Il est compris entre 0 et 255. Ainsi, un niveau de gris non nul signifie qu'une cavité est située en abscisse x. Un graphique et un tableau de données associés au niveau de gris le long de l'interface sont créés (Figure 2-26).

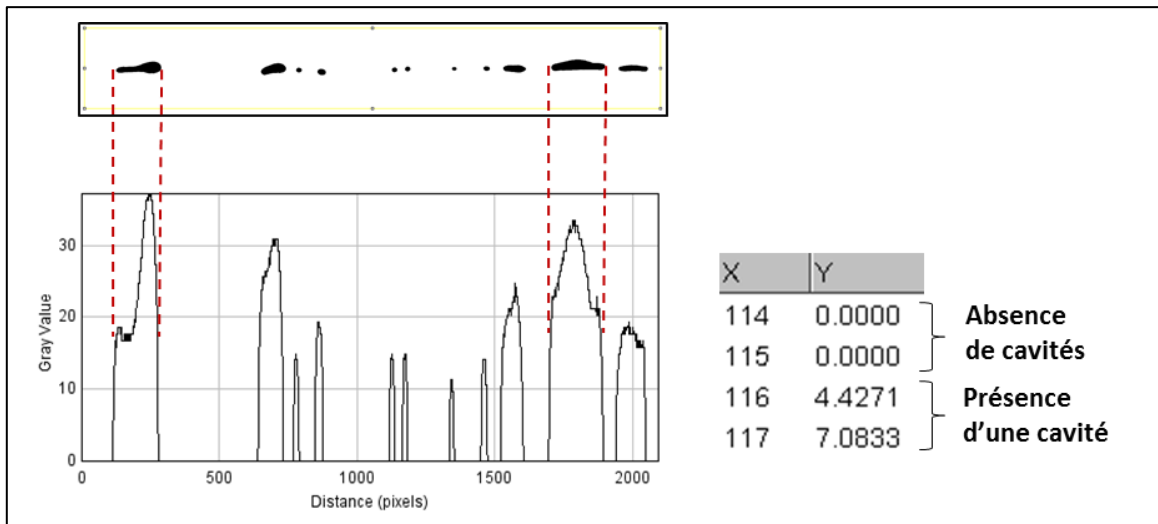


Figure 2-26 : Données obtenues par Image J sur le niveau de gris de la zone sélectionnée le long de l'interface.

Ainsi, le TSS est calculé selon l'Équation 2-11 :

$$\text{TSS (\%)} = 100 * \left(\frac{\text{longueur avec un niveau de gris nul}}{\text{longueur totale}} \right) \quad \text{Équation 2-11}$$

La forme des cavités est aussi étudiée par analyse d'image. Une assimilation des cavités à une géométrie mathématique facilite la comparaison entre les différents échantillons. La forme géométrique la plus représentative des cavités en 2D est l'ellipse. De plus, elle est relativement simple et reprise dans le modèle analytique développé par Hill et Wallach [52] et utilisé dans le chapitre 5.

Dans ImageJ, les étapes suivantes permettent d'obtenir l'ellipse la plus proche de la forme de la cavité réelle : appliquer sur l'image binarisée : Analyse > Analyse particules > Show > Ellipses (et préalablement cocher la case « Fit ellipse » dans Analyse > Analyse set measurements).



Figure 2-27 : Transformation des cavités en ellipses .

Un tableau est créé avec, pour chaque ellipse, les valeurs de l'aire, du grand axe et du petit axe. Le grand axe est aligné avec la direction de l'interface. Certaines ellipses sont faiblement inclinées par rapport à cette direction.

	Area	Major	Minor	Angle	XStart	YStart
1	405	45.229	11.401	0.646	1784	132
2	339	39.854	10.830	4.494	222	142

Tableau 2-7 : Informations relatives à chaque ellipse (encadré en rouge : grand axe « major » et petit axe « minor »).

Ces mesures comportent une erreur liée principalement à l'erreur faite lors de la binarisation. Certains pixels peuvent être binarisés en noir alors qu'ils représentent la matière ou en blanc alors qu'ils représentent la cavité.

A partir de la Figure 2-28, l'erreur de binarisation est supposée être de plus ou moins 1 pixel soit une erreur de plus ou moins deux pixels lors de la mesure d'une longueur. Pour un grossissement de x50 (celui utilisé avec le microscope), 1 pixel correspond à une zone de $0,17 \times 0,17 \mu\text{m}^2$. Ainsi l'erreur de mesure sur une longueur est estimée à plus ou moins $0,34 \mu\text{m}$.



Figure 2-28 : Observation de l'erreur de binarisation.

IV.4.3. Longueur d'analyse représentative

La représentativité d'une zone est caractérisée par l'écart du TSS calculé dans cette zone par rapport au TSS moyen de l'échantillon.

Une étude de dispersion des mesures est réalisée. Pour deux échantillons avec des conditions de soudage différentes, des zones de longueurs différentes sont observées. Chaque zone représente une longueur d'interface de 4 mm. Leurs TSS sont calculés par la méthode décrite précédemment. Au sein de ces zones, des mesures supplémentaires sont réalisées sur des longueurs de 0,5 mm, 1 mm ou 2 mm. Pour chaque mesure, un TSS est calculé.

La dispersion des mesures est visible sur la Figure 2-29. Elle est élevée lorsque la longueur d'interface analysée est inférieure à 1 mm : avec une dispersion de +/- 10% il n'est pas possible de comparer entre eux les différents échantillons. En revanche, si la longueur d'interface analysée est de 4 mm la dispersion diminue à +/- 2 ou 3 % selon l'échantillon. Cette précision est acceptable car suffisante pour pouvoir distinguer les TSS de deux maquettes différentes.

L'étude de dispersion montre aussi que les interfaces éloignées des bords sont homogènes car les TSS de zones éloignées et choisies aléatoirement restent proches.

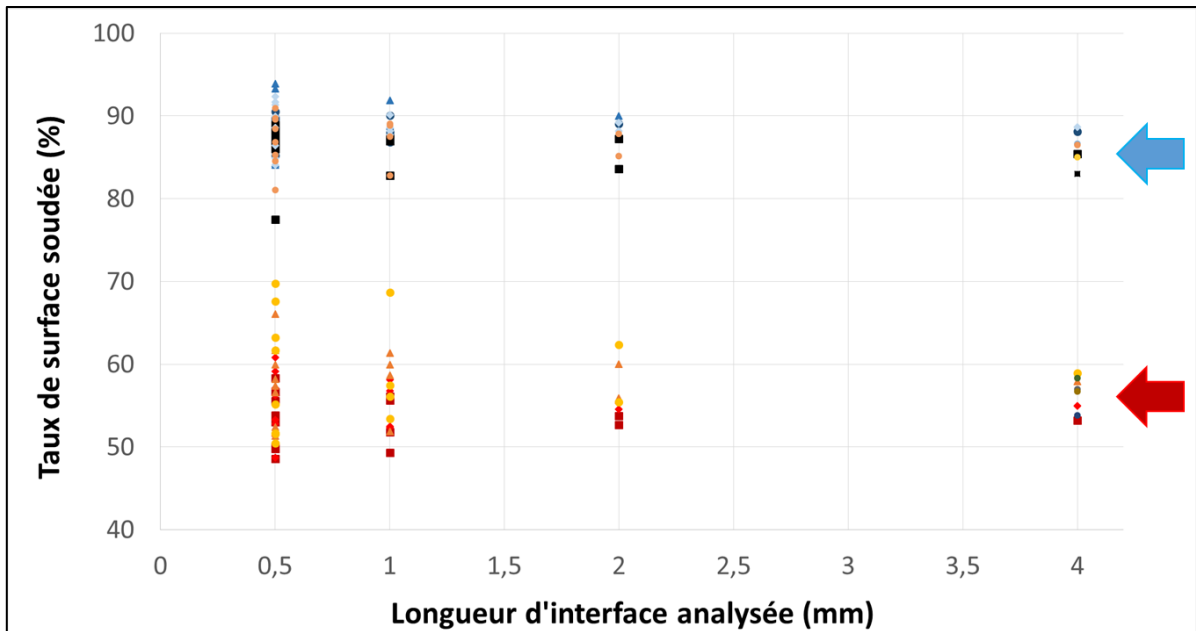


Figure 2-29 : Dispersion des TSS selon la longueur d'interface analysée, observée sur deux maquettes soudées dans des conditions de CIC différentes (bleu et rouge).

Idéalement, en analysant une longueur d'interface suffisamment importante, une seule observation par échantillon suffirait pour déterminer le taux de surface soudé pour chaque maquette. Cependant, la planéité des échantillons observés n'est pas parfaite et lors du déplacement de l'oculaire le long de l'interface, la zone observée n'est plus focalisée : l'image devient floue et non analysable. En moyenne, une longueur de 2 mm seulement peut être observée en conservant une focalisation acceptable pour l'analyse d'image.

IV.4.4. En résumé

Cette étude montre que pour que le TSS mesuré sur une zone soit représentatif de l'ensemble de l'échantillon à +/- 3%, il faut considérer une longueur d'interface d'au moins 4 mm de long. Les étapes importantes de ce protocole sont les suivantes :

- Réaliser un polissage doux aux papiers abrasifs : 800, 1200, 2000 et 4000 ;
- Finir par un polissage à la table vibrante (6h) avec une solution d'alumine colloïdale pendant 6h minimum sans poids ajoutés ;
- Pour chaque échantillon, observer au microscope optique trois interfaces différentes, sur une longueur minimale de 4 mm chacune (l'erreur sur la mesure est ainsi inférieure à 3%) ;
- Maximiser les contrastes entre les cavités et la matière pour faciliter le traitement d'image par la suite.

Plusieurs problématiques peuvent survenir : des solutions sont proposées dans le Tableau 2-8 pour les éviter.

Problème	Cause	Solution
Cavités mal révélées.	La matière a été incrustée à l'intérieur, probablement lors des étapes de polissage précédentes.	Augmenter la durée de table vibrante et/ou la fréquence de polissage.
Impossible d'observer une longueur de 4 mm tout en conservant une focalisation correcte.	L'échantillon n'est pas suffisamment plan.	Diviser l'interface en plusieurs longueurs plus courtes (exemple : 4 longueurs de 1 mm) sur lesquelles la focalisation restera correcte.
Inclusions ou rayures confondues par le logiciel avec les cavités	Contraste insuffisant entre les rayures et les cavités.	Rogner l'image pour n'en conserver que l'épaisseur de l'interface : la quantité

		d'inclusions ou de rayures est alors considérablement diminuée.
--	--	---

Tableau 2-8 : Problèmes et solutions liés au protocole d'observation de la porosité résiduelle.

IV.4.5. Mesure du franchissement par les joints de grains

Après l'observation de la porosité résiduelle, les joints des grains sont révélés par attaque électrochimique dans une solution d'acide nitrique diluée (60% HNO₃ et 40% H₂O) durant 60 secondes sous une tension de 1,5 V.

L'observation du franchissement est réalisée au microscope optique (InfiniteFocus), sur une longueur d'interface de 2 mm. La représentativité de cette longueur n'a pas été étudiée. Les conditions d'utilisation du microscope sont un grossissement x50, une luminosité de 300 ms et un contraste de 3. A l'aide du logiciel Image J, une analyse d'image est effectuée dans le but de calculer un taux de franchissement de l'interface par les joints de grains. La Figure 2-30 illustre les étapes de traitement de l'image. Une zone de 10 µm de hauteur, centrée sur l'interface, est sélectionnée en conservant toute la longueur de l'interface. Cette zone est binarisée, puis les éléments non associés à des joints de grains (piqûres liées à l'attaque, poussières, pores...) sont peints en blanc manuellement afin de ne conserver que les joints de grains en noir.

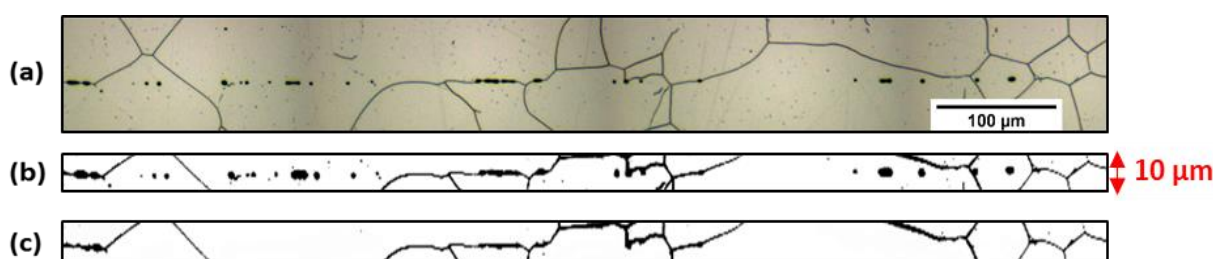


Figure 2-30 : Image obtenue au microscope optique (a), découpée et binarisée (b) puis « nettoyée » pour ne conserver que les joints de grains (c).

Ainsi, lorsque le joint n'est plus observable, il est considéré avoir franchi l'interface, soit un dépassement de 5 µm. Cette valeur est supérieure à celle proposée par Bouquet afin de permettre un traitement d'image facilité sur la longueur d'interface analysée. Ce choix permettra une comparaison qualitative du franchissement des interfaces.

L'outil « plot profile » est utilisé pour obtenir le niveau de gris en fonction de l'abscisse (Figure 2-31). La présence d'une interface implique un niveau de gris non nul puisque celle-ci est représentée par des pixels noirs. Un niveau de gris nul montre qu'aucune interface n'est présente et donc que le franchissement est assuré pour cette abscisse.

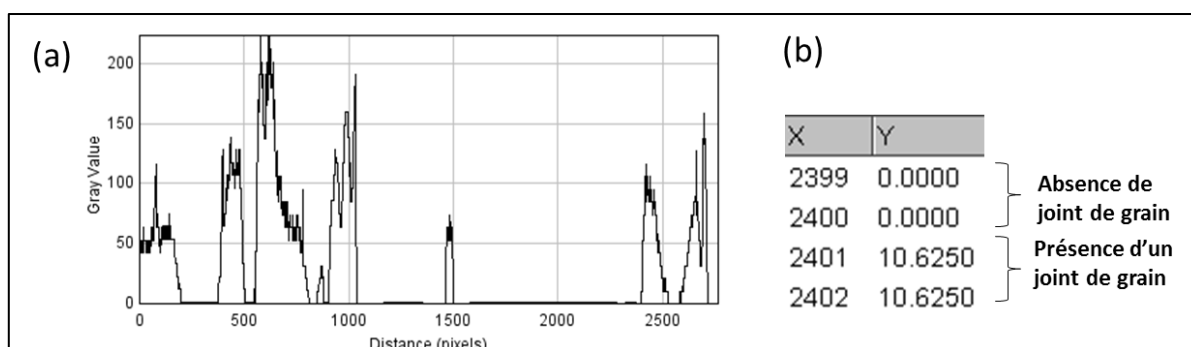


Figure 2-31 : Niveau de gris en fonction de l'abscisse sous forme de graphique (a) et de tableau (b).

Le taux de franchissement est défini comme le rapport de la longueur d'interface franchie sur la longueur totale d'interface observée. Il est calculé selon l'Équation 2-12.

$$F (\%) = 100 * \left[\frac{\text{longueur avec un niveau de gris nul}}{\text{longueur totale observée}} \right] \quad \text{Équation 2-12}$$

Chapitre 3 : Prédiction des déformations macroscopiques d'un échangeur à tôles soudées-diffusées

I. Introduction	75
II. Etude des paramètres influant sur la déformée	75
II.1. Présentation de la maquette Diademo	75
II.1.1. Géométrie	75
II.1.2. Analyse de l'écrasement lors du cycle d'assemblage par CIC	76
II.1. Présentation de la méthode de calcul par éléments finis	77
II.2. Recherche des paramètres numériques adaptés à la modélisation de l'assemblage	77
II.2.1. Conditions de simulation	77
II.2.2. Choix des éléments de maillage adaptés à la problématique	78
(a) Présentation des éléments disponibles	78
(b) Précision et temps de calcul	78
(c) Problèmes numériques introduits par les éléments	79
(d) Choix des éléments	80
II.2.3. Maillage	81
II.2.4. Critère de tolérance viscoplastique	82
II.2.5. Synthèse sur les paramètres numériques adaptés à l'étude	83
II.3. Influence de la prise en compte des congés des canaux sur les résultats numériques	83
II.4. Défauts d'empilement des tôles	84
II.4.1. Modélisation du frottement et du contact	84
(a) Le frottement	84
(b) Modélisation du contact dans ABAQUS	85
II.4.2. Effet d'un décalage des tôles sur la déformée de la structure	86
II.4.3. Glissement d'une tôle décalée lors du cycle de CIC	87
II.4.4. Conséquences de l'ondulation des tôles sur le décalage	89
(a) Simulation de l'assemblage de tôles ondulées pleines	89
(b) Application à la maquette Diademo	91
II.5. Synthèse de l'étude numérique	92
III. Amélioration de la description du comportement mécanique du matériau	93
III.1. Comparaison entre les déformées numériques et expérimentales pour Diademo	93
III.1.1. Quantification de la déformée expérimentale	93
III.1.2. Quantification de la déformée numérique	94
III.1.3. Origines potentielles des écarts entre les résultats numériques et expérimentaux	95
III.2. Identification de l'origine des écarts entre résultats numériques et expérimentaux	95
III.2.1. Déformées après assemblage des maquettes A	95
(a) Description des maquettes A	95
(b) Comparaison des déformées expérimentales et numériques après assemblage	96
III.2.2. Etude du vieillissement thermique et de l'anisotropie du matériau	97
(a) Description de la campagne expérimentale	97
(b) Effet du vieillissement thermique du matériau sur son comportement mécanique	98
(c) Quantification de l'anisotropie du matériau	99
III.3. Evaluation des paramètres matériau de la loi de comportement	100
III.3.1. Description de la loi de comportement et méthode d'identification des paramètres	100
III.3.2. Campagne d'essais mécaniques pour l'identification de la loi de comportement	101
(a) Résumé des conditions expérimentales des essais de traction	101
(b) Résumé des conditions expérimentales des essais de fluage	101
III.3.3. Paramètres matériau entre 20°C et 1040°C	102
III.3.4. Validation de l'identification des paramètres matériau	102
(a) Simulation de l'assemblage par CIC des maquettes A	102
(b) Simulation de l'assemblage par CIC de la maquette Diademo	103
III.4. Conclusion	103

I. Introduction

Dans le cadre de la réalisation d'un échangeur de chaleur sodium / gaz pour le réacteur ASTRID, des maquettes, destinées à des tests thermomécaniques sur une boucle implantée à Cadarache, ont été assemblées par soudage-diffusion au laboratoire. Leur structure a subi des déformations non prévues par les calculs numériques lors du cycle d'assemblage par CIC [72], [73].

Ce troisième chapitre aborde la problématique de prédiction des déformations au sein d'un échangeur lors du cycle d'assemblage par une simulation via un logiciel d'éléments finis. Il est important de pouvoir prédire la déformée de la structure pour, d'une part, optimiser les paramètres de soudage (pression, température, temps) afin de limiter la déformée des canaux (écrasement total inférieur à 10%), et d'autre part, fournir une géométrie précise pour les calculs thermohydrauliques (écart inférieur à 10% entre l'écrasement simulé et celui obtenu expérimentalement).

Dans une *première partie*, l'analyse post-mortem de la section d'une maquette nommée « Diademo » servira de référence pour l'optimisation des simulations. Des travaux sur la compréhension des erreurs de prédiction sont réalisés. Pour cela, les paramètres numériques adaptés à ce type de simulations sont définis, puis des calculs intégrant les défauts potentiels d'empilements de la structure (décalage, glissement et ondulation des tôles) sont effectués pour reproduire les décalages observés sur les isthmes de la maquette Diademo.

La *seconde partie* est consacrée à l'amélioration de la loi de comportement afin de réduire l'erreur de prédiction des simulations. Une caractérisation mécanique (en traction et en fluage) des tôles a été réalisée afin d'identifier les paramètres de la loi de comportement.

II. Etude des paramètres influant sur la déformée

II.1. Présentation de la maquette Diademo

La géométrie de cette maquette est utilisée dans les parties II.4 et III.1.1 afin d'étudier les phénomènes responsables des décalages observés et de quantifier l'écrasement des canaux.

II.1.1. Géométrie

Cette maquette a été réalisée à partir de tôles en acier 316L de nuance 1.4404 [73]. Le procédé de fabrication par laminage de ces tôles est présenté dans le chapitre 1 (§ II.2) et le matériau dans le chapitre 2 (§ II).

La géométrie est illustrée sur la Figure 3-1. L'empilement est constitué de 25 tôles de dimensions (1400x200x4 mm³) réparties de la façon suivante :

- 6 plaques pleines ;
- 1 plaque gravée monoface ;
- 11 plaques gravées recto verso ;
- 1 plaque gravée monoface ;
- 6 plaques pleines.

Les canaux sodium sont longilignes avec une section rectangulaire (5,75x3 mm²) et les canaux gaz sont en zigzag avec une section carrée (2x2 mm²). Cet empilement est inséré dans un conteneur en 304L de 2 mm d'épaisseur afin d'effectuer une mise sous vide puis un cycle de CIC pour souder les interfaces.

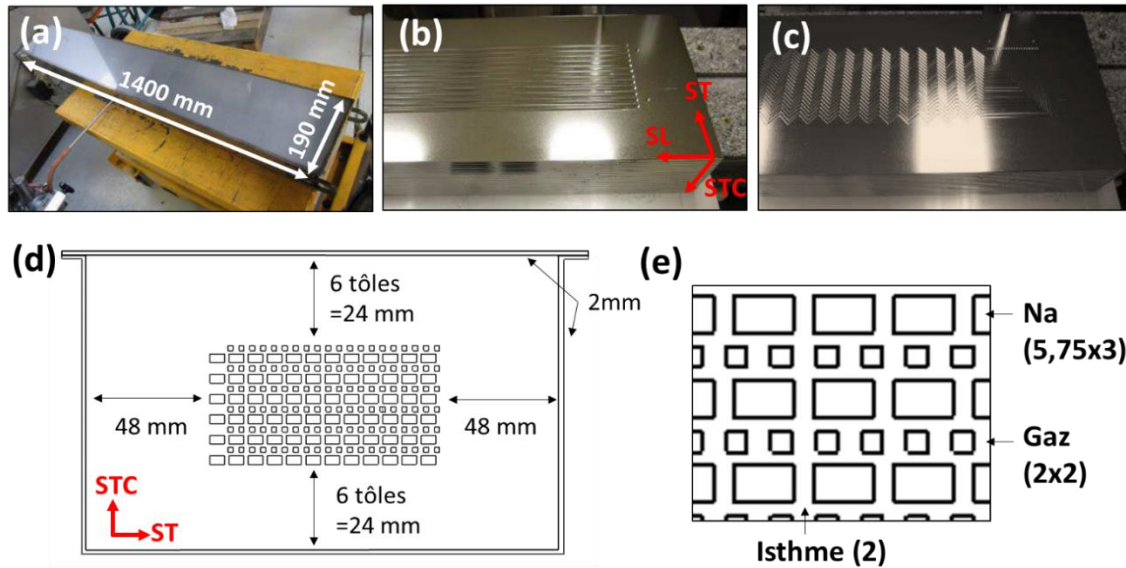


Figure 3-1 : Dimensions de la maquette Diademo (a), plaques sodium (b), plaques gaz (c), section (d) et dimension des canaux (e) [73].

II.1.2. Analyse de l'écrasement lors du cycle d'assemblage par CIC

Après la réalisation des tests thermohydrauliques à Cadarache, la maquette a été usinée pour être analysée au laboratoire. Une coupe dans le plan ST-TC est présentée sur la Figure 3-2. La déformée est importante et hétérogène : certains canaux et isthmes ont conservé leur forme initiale tandis que d'autres ont été écrasés. Un décalage au niveau des isthmes peut aussi être observé. L'hétérogénéité des déformations a pour conséquence un écoulement différent du fluide selon les canaux, et ce quelle que soit la pression d'entrée appliquée aux fluides. Le rendement de l'échangeur de chaleur est alors diminué.

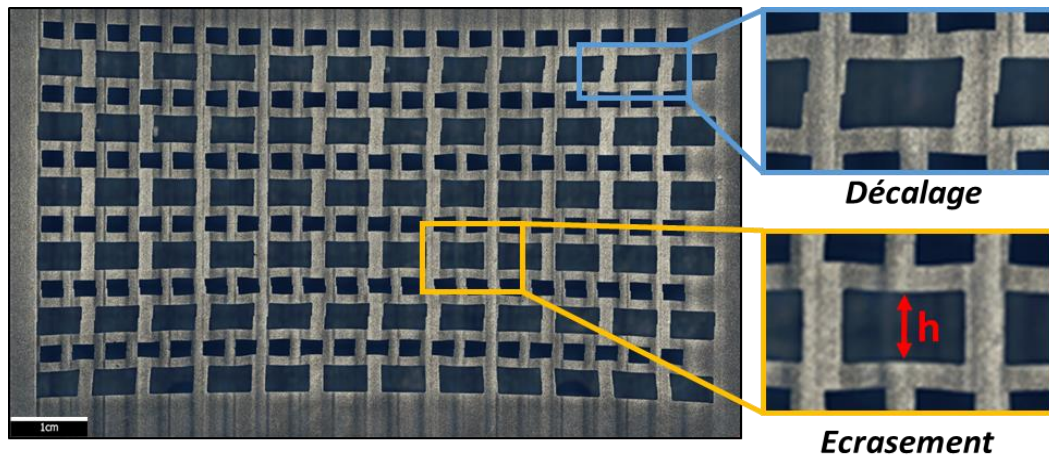


Figure 3-2 : Déformée de la maquette Diademo observée dans le plan ST-TC après CIC.

Ces phénomènes n'avaient pas été prévus par les simulations numériques modélisant le procédé d'assemblage par CIC de cette maquette, et doivent être correctement prédits pour être pris en compte dans les calculs thermohydrauliques. L'objectif fixé pour la prédiction des déformées est de réduire à moins de 10% l'écart entre les résultats numériques et expérimentaux concernant l'écrasement des canaux. Pour rappel, l'écrasement d'un canal est défini comme la variation de hauteur du canal sur sa hauteur initiale h_0 :

$$e = \frac{h_0 - h}{h_0}$$

La hauteur h est la distance verticale la plus courte mesurée.

II.1. Présentation de la méthode de calcul par éléments finis

L'ensemble des simulations numériques sont réalisées à l'aide du logiciel de calcul par éléments finis ABAQUS sous sa version 6.14.

Afin d'optimiser les paramètres physiques impliqués dans les simulations (partie 0), il faut dans un premier temps définir et comprendre l'ensemble des paramètres numériques utilisés pour éviter toute erreur potentielle due à un mauvais choix des outils de calculs. Cela fait l'objet de la partie II.2.

Les choix faits dans ce chapitre sont justifiés à l'aide de l'*Abaqus theory guide* [27] et de l'*Analysis Abaqus user's guide* [28], et des études numériques réalisées sur un modèle de référence simplifié.

II.2. Recherche des paramètres numériques adaptés à la modélisation de l'assemblage

Cette partie est consacrée à la recherche des paramètres optimaux pour une modélisation précise de la déformation d'échangeur lors du cycle de CIC, tout en limitant le temps de calcul. Les études comparent l'effet sur la déformation d'un canal :

- des éléments utilisés ;
- du raffinement du maillage ;
- du critère viscoplastique appliqué ;
- de la dimension des congés des canaux.

II.2.1. Conditions de simulation

Les premiers calculs seront réalisés avec la géométrie présentée sur la Figure 3-3. Elle comporte deux canaux droits et deux isthmes afin de travailler sur un modèle représentatif de la maquette Diademo (Figure 3-1). L'objectif est d'étudier l'effet de plusieurs paramètres numériques sur l'écrasement des canaux. Les canaux les plus déformés sur Diademo sont les canaux sodium. Ils sont rectilignes et supposés très longs ce qui permet de travailler en 2D avec l'hypothèse des déformations planes généralisées. Cette extension des déformations planes permet d'appliquer une contre-pression dans la direction normale à la section en plus des pressions appliquées dans le plan : une pression isostatique peut ainsi être reproduite. Elle autorise de plus une déformation suivant cette direction mais impose de conserver la section plane. En pratique, les déformations de l'échangeur ont effectivement lieu dans les trois directions de l'espace mais les sections étant petites devant la longueur de l'échangeur, elles restent quasiment planes. Les équations régissant le déplacement dans la troisième direction en déformations planes généralisées sont détaillées en Annexe C.

Le cycle de CIC appliqué est le cycle expérimental subi par la maquette Diademo. La courbe de température est présentée sur la Figure 3-3.

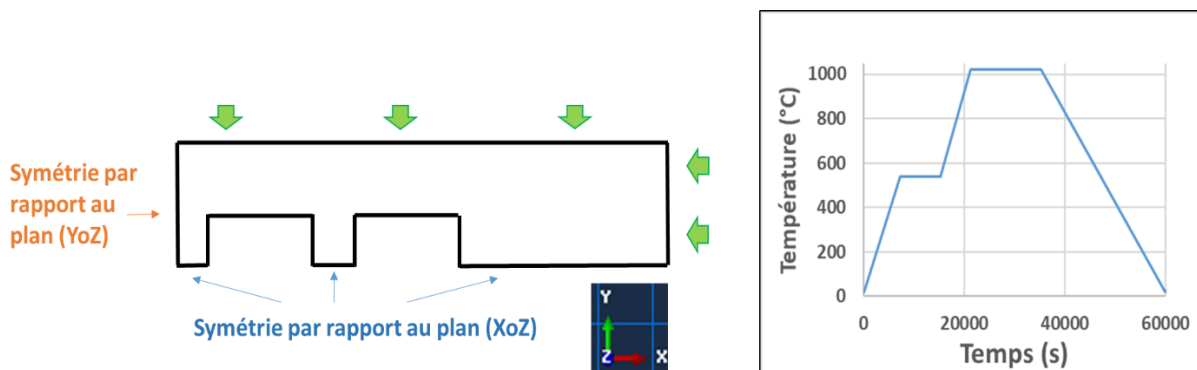


Figure 3-3 : Géométrie et température modélisées.

La loi de comportement utilisée pour décrire le comportement élasto-viscoplastique du matériau est une loi de type Norton avec un écrouissage isotrope. Les paramètres de cette loi ont déjà été présentés dans le chapitre 1 (§III.2.2).

Le module d'Young provient de l'étude bibliographique (Figure 1-8). Le coefficient de Poisson vaut 0,3 et est supposé indépendant de la température. Les paramètres d'érouissage et de fluage sont présentés dans le Tableau 3-1.

T (°C)	20	350	600	700	750	800	850	950	965	1020
E (GPa)	200	172	151	142	138	100	85	50	45	25
σ_y (MPa)	140	104	12,6	10,5	0	0	0	0	0	0
Q (MPa)	222	215	200	85,5	0	0	0	0	50	17
β	2,93	5,66	7,39	26,8	0	0	0	0	13	10
n	10	10	9,07	7,06	9,35	6,75	6,55	5,88	4,38	4
K (MPa.s ^{-1/n})	30	30	214	260	605	586	403	264	210	220

Tableau 3-1 : Jeu de données utilisé dans la loi de comportement.

II.2.2. Choix des éléments de maillage adaptés à la problématique

(a) Présentation des éléments disponibles

Le maillage des structures peut être réalisé à partir d'éléments triangulaires ou rectangulaires, du premier ordre (ou « linéaire », un côté est défini par deux nœuds) ou du second ordre (« quadratique », un côté est défini par trois nœuds).

Pour cette étude, ces éléments sont de type « CPEGT » (notation spécifique à ABAQUS). Pour ceux à intégration réduite, le symbole « R » est ajouté.

Éléments solides (continus) « C » :

Ce sont les éléments les plus communément utilisés pour mailler des structures en volume. Ils peuvent être utilisés pour la plupart des analyses mais le temps de calcul augmente rapidement avec la complexité de la géométrie et la finesse du maillage.

En 2D, ces éléments possèdent deux degrés de liberté (DL 1 et 2) pour les translations X et Y, et un degré de liberté pour la rotation autour de l'axe Z (DL 6).

Déformations planes généralisées « PEG » :

Ces éléments permettent de travailler avec l'hypothèse des déformations planes généralisées (voir Annexe C).

Thermique « T » :

Un degré de liberté supplémentaire est ajouté pour la température à chaque nœud (DL 11).

Intégration réduite « R » :

Les éléments à intégration réduite se différencient des éléments à intégration complète par le fait que le schéma d'intégration est d'un ordre inférieur. Le nombre de points d'intégration (ou points de Gauss) nécessaires pour calculer la matrice de rigidité K est donc plus faible qu'en intégration complète. Il en résulte un gain sur le temps de calcul.

(b) Précision et temps de calcul

L'influence des éléments utilisés (et des autres paramètres numériques par la suite) est étudiée. La structure est maillée par six types d'éléments différents, illustrés en Figure 3-4 :

- T3 (triangle linéaire)
- T6 (triangle quadratique)
- Q4 (rectangle linéaire)
- Q4R (rectangle linéaire à intégration réduite)
- Q8 (rectangle quadratique)
- Q8R (rectangle quadratique à intégration réduite)

Pour chaque maillage, la taille des éléments est identique (5 éléments dans la largeur de l'isthme).

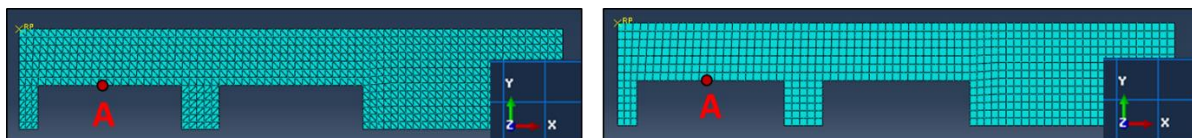


Figure 3-4 : Maillage à base de triangles (à gauche) ou de rectangles (à droite).

La structure modélisée est soumise à un chargement thermo-mécanique présenté en Figure 3-3. Pour les différents maillages, le déplacement du point A selon l'axe Y est mesuré à la fin du cycle. Il caractérise l'écrasement du canal sous l'effet de la pression. Les valeurs sont normalisées par rapport au déplacement obtenu avec un maillage très raffiné afin de quantifier la précision de l'élément. Le temps de calcul est également reporté pour étudier le compromis temps/précision. La Figure 3-5 présente les déplacements normalisés obtenus pour chaque type d'élément.

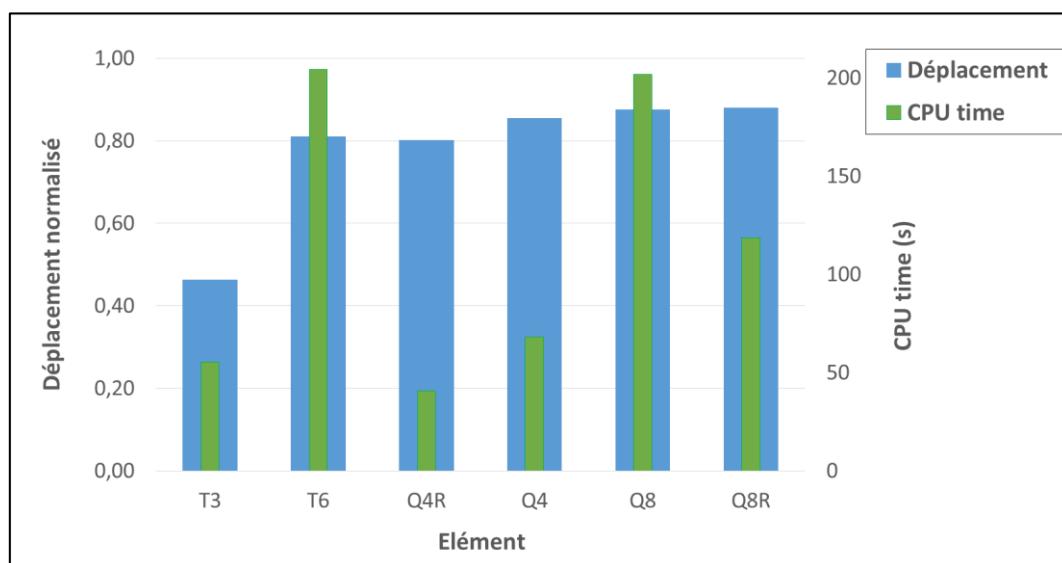


Figure 3-5 : Comparaison de la précision des éléments et du temps de calcul associé.

Les triangles linéaires (T3) possèdent un mauvais rapport précision/coût. Ils sont recommandés pour mailler des zones où les champs de contraintes sont faibles et relativement homogènes (i.e. telles que les rives des échangeurs). Les triangles quadratiques (T6) sont plus précis mais très coûteux en termes de temps de calcul. Dans le cas de structures complexes à mailler, les triangles quadratiques peuvent être utilisés mais les temps de calcul seront très longs.

Les éléments rectangulaires ont une bonne précision. Le temps de calcul est plus faible pour les éléments linéaires et dans une moindre mesure pour les éléments quadratiques réduits. Ces derniers restent cependant très précis.

Les éléments quadratiques Q4, Q4R et Q8R sont tous acceptables pour effectuer un calcul précis avec un temps réduit. Cependant, ces éléments peuvent introduire des problèmes numériques exposés ci-dessous.

(c) Problèmes numériques introduits par les éléments

Trois problématiques numériques sont associées à ces éléments.

❖ **Hourglassing ou le « mode zéro énergie » :**

Ce phénomène peut introduire une flexibilité excessive des éléments linéaires à intégration réduite (qui ne possèdent donc qu'un seul point d'intégration).

À l'application d'un effort, les contraintes normales et de cisaillement sont calculées au point d'intégration de l'élément. Lors d'une flexion, un mode de déformation possible (Figure 3-6) entraîne des contraintes et déformations nulles au point d'intégration A.

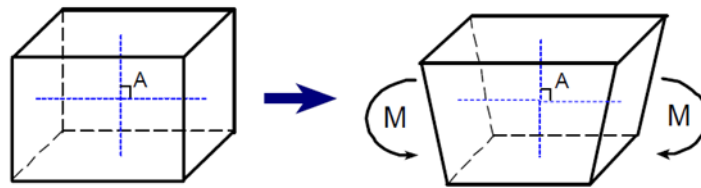


Figure 3-6 : Illustration du phénomène « hourglassing » [76].

L'angle A reste droit, l'énergie de déformation calculée pour cet élément est alors nulle d'où le terme de « mode zéro énergie ». Pour un maillage grossier, ce mode peut se propager sur plusieurs éléments et produire des résultats sans aucun sens physique.

Pour les éléments quadratiques à intégration réduite, le phénomène *hourglassing* peut se produire lorsqu'une unique couche d'élément est utilisée.

❖ **Shear locking :**

Ce problème numérique concerne les éléments linéaires à intégration complète. Il introduit des contraintes de cisaillement fausses dans l'élément.

Lors d'une flexion pure de l'élément, une ligne horizontale « imaginaire » doit se courber tandis qu'une ligne verticale restera rectiligne. Ainsi, l'angle "A" reste égal à 90°. Ce phénomène est illustré en Figure 3-7.

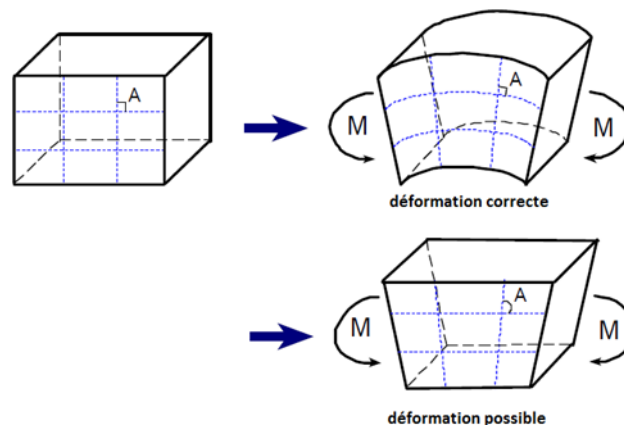


Figure 3-7 : Illustration du phénomène « shear locking » [76].

Avec des éléments linéaires, les bords ne peuvent pas se courber et demeurent rectilignes. L'angle A change et des contraintes de cisaillement « artificielles » sont générées, ce qui crée une énergie de déformation en cisaillement au lieu de la flexion. Les conséquences sont une rigidité trop importante en flexion, voir un blocage de la déformation.

(d) **Choix des éléments**

Les éléments choisis pour la suite sont les rectangles quadratiques à intégration réduite en raison de leur très bon rapport temps de calcul/précision (§ II.2.2(b)) et permettent d'éviter les problématiques précédemment discutées (§II.2.2(c)). Dans Abaqus, ils portent le nom « CPEG8RHT ». Le symbole H désigne les éléments hybrides.

Hybride « H »

Contrairement aux éléments réguliers, les hybrides utilisent une interpolation indépendante pour calculer la pression hydrostatique. Cette méthode réduit le « volumetric locking » qui se produit avec les matériaux quasiment incompressibles sur les éléments quadratiques à intégration complète, et intégration réduite dans une moindre mesure.

Les triangles quadratiques sont utilisés lorsque la géométrie est complexe à mailler et dans les zones non-déformées. Dans Abaqus, ils portent le nom « CPEG6MHT ». Le symbole M indique des éléments modifiés.

Modifiés « M »

Cette forme est imposée par le logiciel ABAQUS lorsqu'il existe un couplage entre la température et les propriétés mécaniques (procédure « coupled temperature-displacement »). Les triangles modifiés possèdent deux variables de déplacement supplémentaires. Ils possèdent une propriété de pression de contact uniforme qui les rend fiables pour les problèmes de contact.

II.2.3. Maillage

Le raffinement et la qualité du maillage sont deux critères importants pour assurer un résultat fiable. La qualité est en général maîtrisée par le mailleur automatique implanté dans ABAQUS, et si des éléments sont trop distordus l'utilisateur en est averti. Le raffinement dépend du problème étudié et des éléments utilisés. Il n'existe pas de règle spécifiant la dimension à donner aux éléments, c'est à l'utilisateur de trouver le meilleur compromis précision/coût.

Pour ce faire, la géométrie de la Figure 3-8 est réalisée avec des raffinements de maillage différents, basés sur le nombre d'éléments présents dans la largeur de l'isthme.

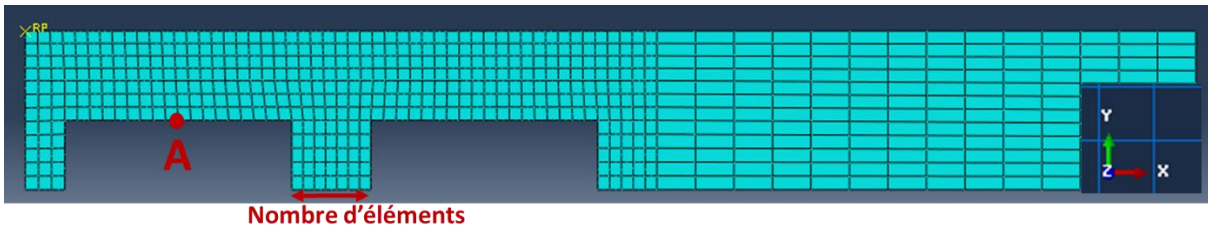


Figure 3-8 : Géométrie utilisée pour l'étude du maillage.

L'écrasement d'un canal, caractérisé par le déplacement u_y du point A, quantifie l'écrasement des canaux lors du cycle de CIC. Il est évalué à la fin du calcul pour les différents maillages réalisés. La même pression est appliquée sur les bords de la maquette ainsi que dans la 3^e direction grâce aux déformations planes généralisées. La Figure 3-9 présente les valeurs de déplacement en fonction du raffinement du maillage. Elles sont normalisées par rapport au déplacement obtenu pour 10 éléments rectangulaires dans l'isthme.

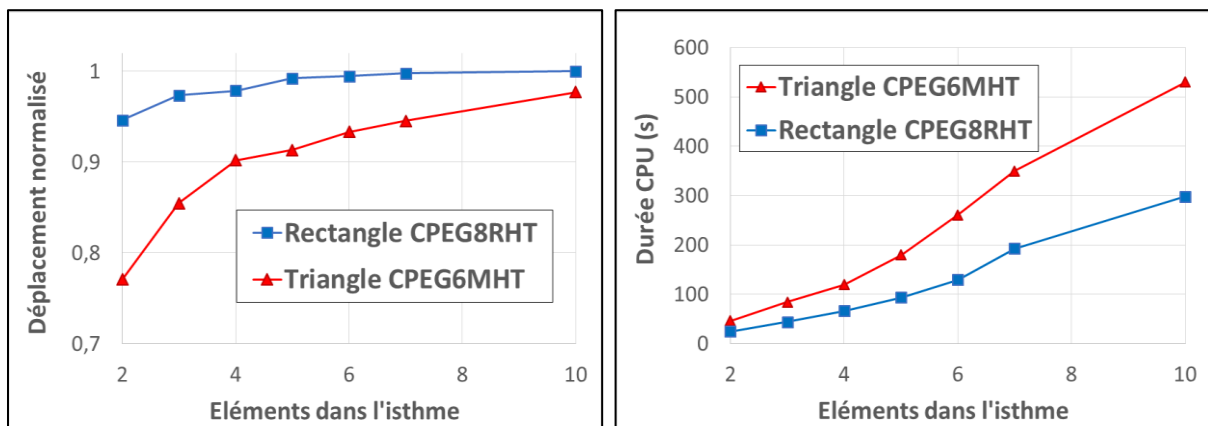


Figure 3-9 : Précision (à gauche) et durée (à droite) du calcul selon le nombre d'éléments dans l'isthme.

L'assouplissement de la structure avec le raffinement du maillage est mis en évidence. Comme cela pouvait être pressenti dans l'étude précédente (Figure 3-5), les rectangles quadratiques réduits convergent plus vite vers un résultat stable (ici l'écrasement total du canal) avec une erreur faible même pour un maillage grossier. A partir de 5 éléments dans l'isthme, la sous-estimation de l'écrasement total devient inférieure à 1%.

Les éléments CPEG6MHT (triangles quadratiques) nécessitent un raffinement beaucoup plus important pour obtenir une précision proche des CPEG8RHT. Dans le cas présent, l'écrasement continue d'évoluer même au-delà de dix éléments dans l'isthme. En pratique, il est rare que le maillage soit si fin, et l'utilisation de ces éléments impliquera généralement une sous-estimation de l'écrasement total bien supérieure à 1%.

Alors que l'allure des courbes d'écrasement est logarithmique, les courbes représentant la durée du calcul augmentent linéairement. Le compromis précision/coût prend ici tout son sens.

Ces courbes confirment que les triangles quadratiques sont coûteux en termes de temps de calcul (déjà mis en évidence §II.2.2(b)), contrairement aux rectangles quadratiques. Ces propriétés sont importantes lorsque la complexité des modèles augmente : les durées de calcul peuvent varier d'un ou deux ordres de grandeurs selon l'élément utilisé.

En pratique, les CPEG8RHT seront privilégiés avec 5 éléments dans une largeur d'isthme.

II.2.4. Critère de tolérance viscoplastique

Le critère de tolérance viscoplastique (nommé CETOL dans Abaqus) est un paramètre de contrôle lors de l'intégration implicite du fluage [75]. Il limite la valeur maximale de l'incrément de déformation viscoplastique $\Delta \varepsilon^{cr}$ à chaque incrément de temps en imposant la condition :

$$CETOL > (\varepsilon^{cr}_{t+\Delta t} - \varepsilon^{cr}_t) \Delta t.$$

Lorsque ce paramètre n'est pas défini, la procédure de calcul ne peut pas passer en mode implicite et reste en mode explicite, ce qui rallonge souvent les durées de calcul et peut augmenter les erreurs. La vitesse de fluage étant fixée par le chargement imposé, CETOL agit donc sur l'incrément de temps.

La valeur de CETOL est propre au problème étudié. Il peut être estimé en divisant une erreur acceptable sur la contrainte par le module d'Young soit :

$$CETOL = \frac{\sigma_{err}}{E}.$$

Ainsi, il est influencé par l'ordre de grandeur de la contrainte équivalente de Von Mises (dans cette étude 5 à 50MPa en viscoplasticité) et le module d'Young (pour l'acier 316L, $E \approx 100$ GPa à haute température). Une erreur acceptable de 2% sur la contrainte (soit dans cette étude : 0,1 à 1 MPa) mène à une valeur faible du CETOL (10^{-7} à 10^{-6}) allongeant la durée du calcul.

Cette étude vise à montrer que l'utilisation d'un CETOL d'ordre supérieur permet d'obtenir des résultats relativement proches, pour une durée de calcul largement inférieure.

Pour étudier l'influence de CETOL, la méthode des parties II.2.2(b) et II.2.3 est utilisée. Deux maillages raffinés sont réalisés avec les éléments choisis précédemment :

- des rectangles quadratiques à intégration réduite (CPEG8RHT) ;
- des triangles quadratiques (CPEG6MHT).

Le déplacement du point A après le cycle de CIC est mesuré pour différents CETOL imposés. Les déplacements, normalisés par rapport au déplacement obtenu pour un CETOL de 10^{-9} avec les éléments rectangulaires, sont présentés dans la Figure 3-10.

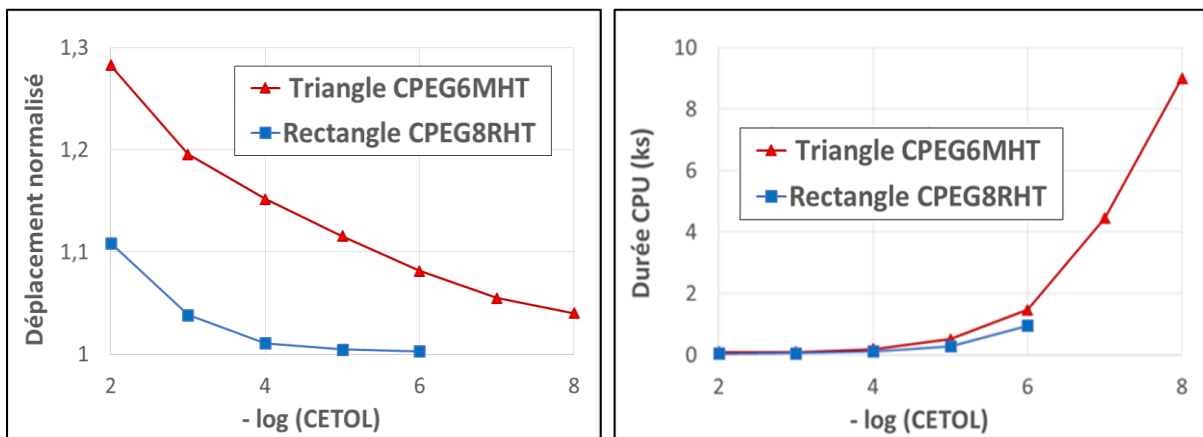


Figure 3-10 : Précision (à gauche) et durée (à droite) du calcul selon les valeurs du CETOL et le type d'élément.

La convergence des calculs avec la diminution de CETOL est observée. L'augmentation du temps de calcul est exponentielle ce qui met en évidence le besoin de maîtriser ce paramètre.

A partir d'un CETOL de 10^{-4} , la courbe du CPEG8RHT a convergé (+/- 1%) et le temps de calcul reste relativement faible.

L'élément CPEG6MHT présente une convergence très lente et une augmentation de la durée de calcul importante. Tout comme pour le maillage, l'élément CPEG6MHT présente toujours une erreur sur le résultat final due au CETOL. Cette erreur a tendance à assouplir la structure (écrasement plus élevé pour un CETOL élevé), et s'oppose à l'erreur de rigidité apportée par un maillage trop grossier. Certains calculs à partir d'éléments triangulaires quadratiques peuvent être proches du résultat exact alors qu'ils résultaient de la compensation de ces deux erreurs : un CETOL élevé et un maillage grossier.

En pratique, un CETOL de 10^{-5} à 10^{-4} sera utilisé en 2D, selon la précision requise.

II.2.5. Synthèse sur les paramètres numériques adaptés à l'étude

❖ **En 2D :**

Pour la suite des simulations 2D, les éléments rectangulaires quadratiques à intégration réduite (CPEG8RHT) seront utilisés. L'erreur de rigidification (sous-estimation de l'écrasement) introduite par ces éléments est inférieure à 1% pour la géométrie étudiée Figure 3-4 s'ils sont plus de cinq dans un isthme. Le critère de tolérance viscoplastique de 10^{-4} réduit la surestimation de l'écrasement des canaux à moins de 1%.

Lorsque des zones sont complexes à mailler, les éléments triangulaires quadratiques (CPEG6MHT) seront utilisés. L'erreur de rigidification introduite par de ces éléments est proche de 10% s'ils sont cinq dans un isthme. Le critère de tolérance viscoplastique de 10^{-4} entraîne, pour ces éléments, une surestimation de l'écrasement des canaux de 15%.

❖ **En 3D :**

Dans la partie III, des calculs 3D seront réalisés. Des résultats similaires pour les éléments volumiques ont été obtenus [77].

Les éléments hexaédriques quadratiques à intégration réduite (C3D20RHT) présentent le meilleur rapport précision/coût. Lorsque des zones sont complexes à mailler, les éléments tétraédriques quadratiques (C3D10MHT) sont utilisés.

Le maillage peut être légèrement plus grossier (avec 4 éléments dans la largeur d'un isthme) pour obtenir la même précision car ces éléments possèdent plus de degrés de liberté.

Le CETOL en revanche doit être réduit pour conserver une erreur faible. Une valeur de 10^{-5} permet d'obtenir une surestimation limitée à 1% pour les hexaèdres et à 10% pour les tétraèdres.

II.3. Influence de la prise en compte des congés des canaux sur les résultats numériques

L'influence de la taille des congés sur la déformée des canaux est étudiée dans cette partie. L'objectif est de déterminer l'erreur introduite sur l'écrasement lorsque les congés ne sont pas modélisés.

Lors de l'usinage par fraisage des canaux, les outils laissent des congés dans les coins, dont le rayon varie avec la dimension de la fraise utilisée. Les congés réduisent la concentration des contraintes et raidissent les canaux via un épaissement local des isthmes. Leur modélisation nécessite un maillage raffiné dans le congé. Afin de simplifier les maillages comportant de nombreux canaux, les congés ne sont pas toujours représentés. Il est donc nécessaire de voir leur influence sur la déformation de la structure étudiée.

Pour cela, des congés de rayon R sont ajoutés au modèle 2D, comme illustré en Figure 3-11. Le rayon varie de 0,05 mm à 1,5 mm. Le paramètre suivi est le déplacement du nœud A, selon l'axe Y, représentant l'écrasement du canal.

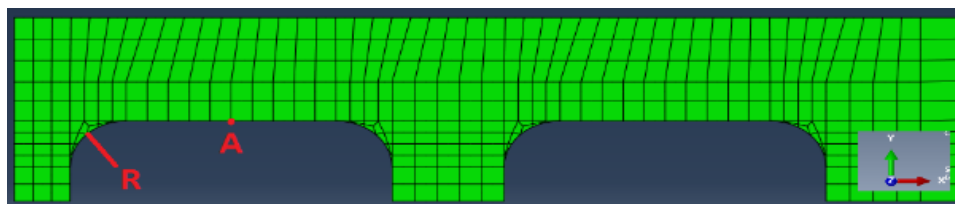


Figure 3-11 : Géométrie déformée avec présence de congés (R=0,5mm).

Le maillage est réalisé avec des quadrangles quadratiques. Le paramètre de convergence CETOL est de 10^{-4} . Une pression est imposée sur les côtés extérieurs ainsi que dans la direction z grâce à l'hypothèse des déformations planes généralisées. Le cycle de CIC de la maquette Diademo est simulé. La Figure 3-12 présente le déplacement normalisé par rapport au déplacement obtenu sans congés R=0) du point A pour chaque rayon.

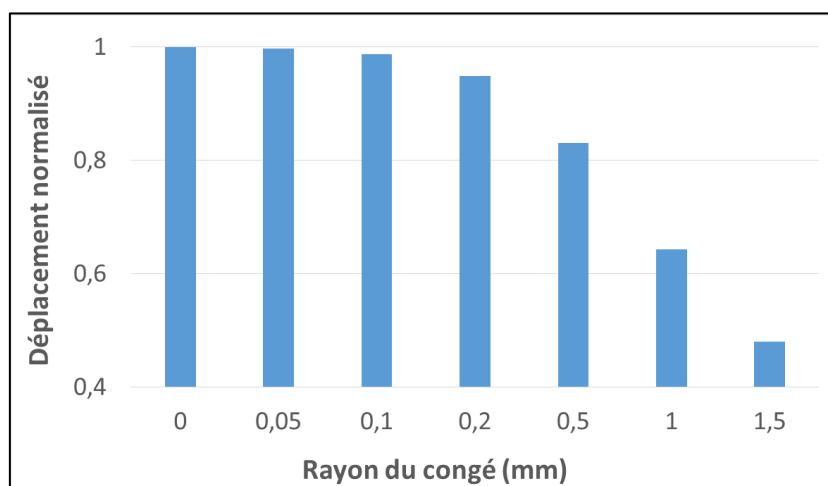


Figure 3-12 : Effets du congé sur l'écrasement du canal.

Pour les rayons de 0,05 et 0,1 mm, les écarts avec le modèle sans congés sont faibles ($<1\%$) et ne sont pas distinguables de l'erreur apportée par le changement de maillage. En revanche, à partir de R=0,2 mm, l'effet raidisseur des congés est significatif. Ce résultat est bien sûr relatif aux dimensions du canal étudié : l'effet d'un congé de rayon 0,2 mm serait plus faible en travaillant sur des canaux de plus grande dimension.

Dans la maquette Diademo, les rayons des congés sont d'environ 0,2 mm. En omettant la modélisation des congés, les écrasements calculés sont surestimés d'environ 5%. L'objectif étant de prédire les écrasements avec une précision de 10%, la modélisation des congés ne peut donc pas être négligée.

II.4. Défauts d'empilement des tôles

Cette partie s'intéresse aux décalages entre les isthmes observés sur la maquette Diademo après le cycle de CIC (Figure 3-2). Les causes possibles sont :

- un décalage initial lié à un mauvais positionnement des tôles ;
- un glissement lors de la mise en contact du conteneur ;
- l'ondulation des tôles.

Ces hypothèses sont analysées numériquement. Afin d'étudier le glissement entre les tôles, la modélisation du frottement et du contact entre les différentes tôles est introduite.

II.4.1. Modélisation du frottement et du contact

(a) Le frottement

Le frottement est la force qui s'oppose à la mise en mouvement d'un corps en contact avec une surface. Elle est appliquée le long de l'interface entre ce corps et la surface dans une direction opposée

à la force tangentielle à l'origine du mouvement. Selon la loi de Vinci, la force de frottement est proportionnelle à la force normale « N » qui presse deux surfaces l'une contre l'autre [78].

Coulomb, en 1795, a introduit les notions de « frottement statique » et « frottement dynamique ».

En l'absence de glissement (ou mouvement), le frottement est dit « statique ». La force de frottement statique F_{stat} est donnée par :

$$F_{stat} = \mu_s \times F_{app}$$

μ_s le coefficient de frottement statique F_{app} la force tangentielle appliquée.

Lors du glissement, la force de frottement dynamique F_{dyn} est donnée par :

$$F_{dyn} = \mu_d \times N$$

μ_d le coefficient de frottement dynamique respectant en général l'inégalité $\mu_s > \mu_d$.

L'évolution de la force de frottement en fonction de la force tangentielle est illustrée Figure 3-13.

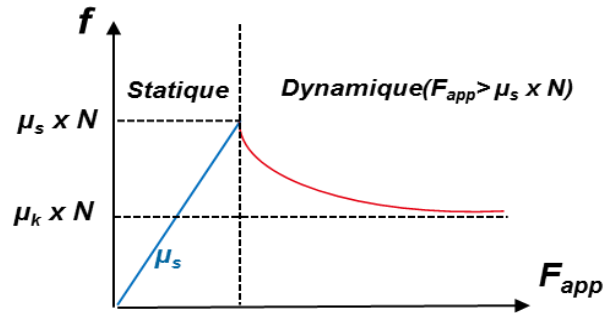


Figure 3-13 : évolution de la force de frottement « f » en fonction de la force tangentielle appliquée « F_{app} » pour une force normale « N ».

(b) Modélisation du contact dans ABAQUS

Pour la prise en compte des phénomènes de contact dans cette étude, le déplacement est considéré comme quasi-statique : les faibles vitesses de déformation ($\dot{\epsilon} < 10^{-6} s^{-1}$) permettent de se placer uniquement dans le cadre d'un frottement statique (le frottement reste proportionnel à la force normale, Figure 3-13).

Lors des calculs numériques et analytiques, le frottement est caractérisé par la loi d'Amontou qui stipule que la force de frottement est indépendante de l'aire apparente de contact [78]. Ainsi, la contrainte de friction « τ » et la pression de contact « p » sont reliés par la relation : $\tau = \mu \times p$. Lorsque la pression devient élevée, la contrainte de friction peut atteindre la contrainte de cisaillement maximale « τ_{max} » et ne peut pas la dépasser. Selon le critère de Von Mises, la contrainte de cisaillement maximale vaut $\tau_{max} = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}}$ où σ_y est la limite d'élasticité.

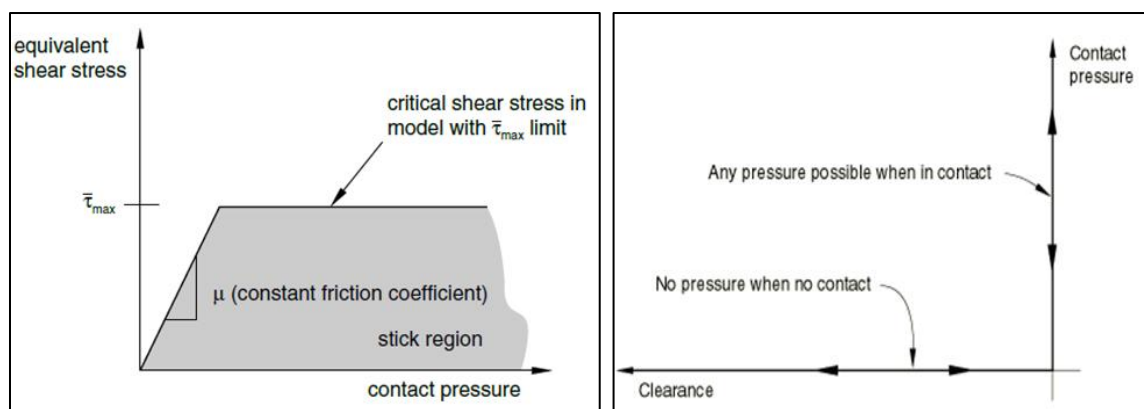
ABAQUS permet d'introduire des propriétés d'interaction à l'interface entre deux tôles via un comportement tangentiel et un comportement normal.

Le comportement tangentiel suit la loi d'Amontou avec une saturation de la contrainte de friction. Il peut être choisi parmi les modes :

- « Frictionless » ($\mu=0$) où aucun frottement n'est possible ;
- « Rough » (μ infini) où aucun glissement n'est possible. ;
- « Penalty » ($\mu=\mu_s$) illustré Figure 3-14.

Le mode *penalty* est utilisé dans ce chapitre car c'est le plus réaliste pour modéliser le contact entre deux pièces en acier. En effet, pour un contact entre deux aciers doux, le coefficient de frottement statique est de 0,25 à 20°C et augmente à 0,45 à 945°C [29]. Pour les aciers inoxydables, une valeur de 0,8 est proposée à 20°C (Handbook [79]). Il y a donc une variation importante des coefficients de frottement dans la littérature. Le choix d'une valeur de 0,2 permet d'être conservatif en cas d'absence de glissement et cette valeur est choisie pour le coefficient μ afin de modéliser le frottement tangentiel entre les tôles. Elle pourra être modifiée pour observer l'influence de ce paramètre sur le glissement.

Le mode *hard contact* est utilisé pour décrire le comportement normal entre deux tôles. Il empêche l'interpénétration des surfaces et maintient la pression nulle en l'absence de contact (Figure 3-14) ce qui est représentatif de la mise en contact de matériaux métalliques.


 Figure 3-14 : Illustration des comportements tangentiels *penalty* et normaux *hard contact* [75].

II.4.2. Effet d'un décalage des tôles sur la déformée de la structure

Les calculs réalisés permettent de quantifier l'augmentation de la déformée des canaux en fonction du décalage des tôles. La géométrie utilisée pour l'étude est illustrée en Figure 3-15. Deux tôles sont mises en contact avec un comportement *penalty* ($\mu=0,2$) pour le contact tangential et *hard contact* pour le contact normal. Le chargement est isostatique, le calcul est réalisé avec l'hypothèse des déformations planes généralisées.

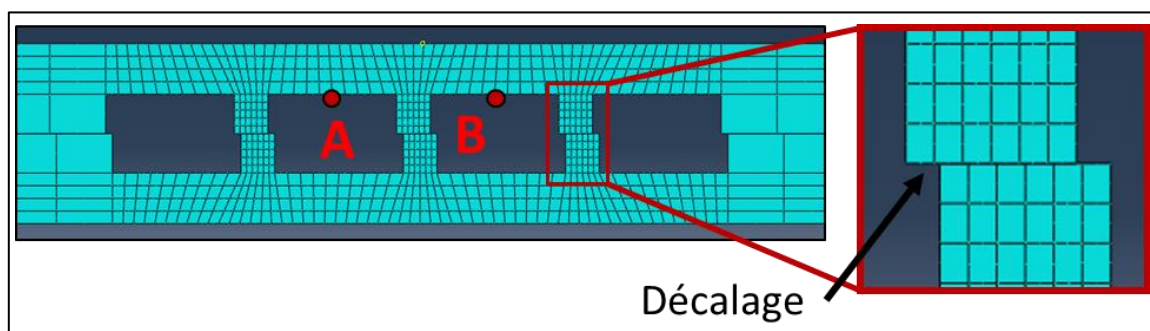


Figure 3-15 : Illustration de deux tôles en contact avec un décalage imposé.

Des décalages de 100 μm , 200 μm et 300 μm sont considérés. Quatre cycles de CIC sont simulés avec des pressions variables (5, 8, 10 et 12 MPa) appliquées lors du palier à haute température. Ces cycles permettent d'obtenir des contraintes normales dans les isthmes de 20, 30, 35 et 40 MPa respectivement ce qui correspond à la gamme de contraintes normales estimée dans les isthmes sur la maquette Diademo.

Le déplacement des points A et B après le cycle de CIC est mesuré et moyenné. Ces valeurs sont normées, par rapport aux déplacements obtenus sans décalage des isthmes, et présentées Figure 3-16 pour les différentes pressions étudiées.

Lorsque le décalage reste inférieur à 100 μm , l'écrasement du canal (Figure 3-15) n'augmente que de 2,5% au maximum. S'il n'est pas modélisé lors des calculs éléments finis, la prédiction de la déformée sera relativement peu sous-estimée.

Un décalage de 300 μm peut augmenter l'écrasement du canal de 7 à 20% selon les pressions appliquées. De tels décalages sont observés sur la maquette Diademo (Figure 3-2). S'ils ne sont pas modélisés lors des calculs éléments finis, la prédiction de la déformée sera donc sous-estimée. De plus, ces décalages augmentent la déformée des canaux et doivent être évités. Il est donc important de déterminer lorsqu'ils apparaissent.

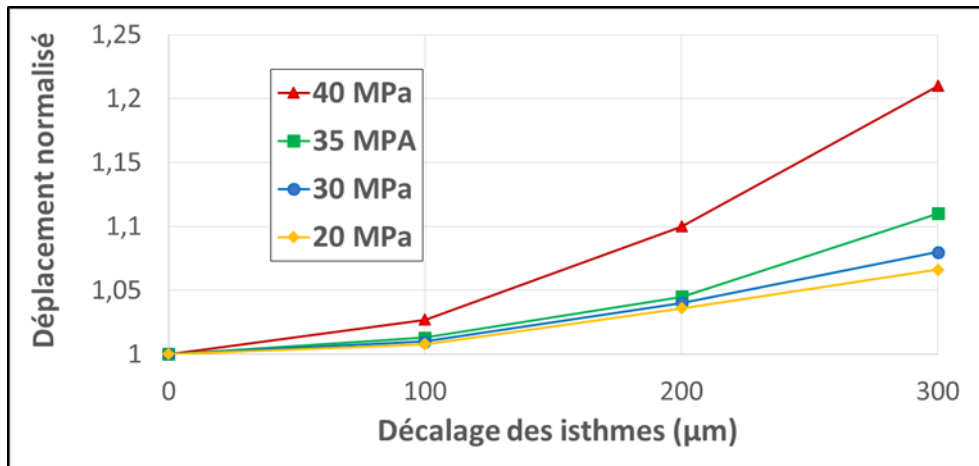


Figure 3-16 : Effet du décalage sur l'écrasement des canaux pour différentes contraintes normales à l'interface des isthmes.

II.4.3. Glissement d'une tôle décalée lors du cycle de CIC

Un mauvais positionnement des tôles et/ou une erreur d'usinage peut entraîner un décalage d'une tôle par rapport au reste de l'empilement. Cependant, sous l'effet de la pression le conteneur, dont l'épaisseur est fine, se déforme et vient se mettre au contact des tôles. Si les frottements ne sont pas trop importants, la force exercée par le conteneur peut réaligner la tôle décalée. Le glissement d'une tôle décalée, grâce à la force exercée par le conteneur, est étudié dans cette partie.

La géométrie d'étude illustrée en Figure 3-17 est une section pleine (i.e. sans canaux) de la maquette Diademo. Elle est constituée du conteneur et d'une tôle décalée. De part et d'autre de cette tôle, deux blocs de matière représentent les autres tôles dont le glissement n'est donc pas étudié. Un décalage initial de 1 mm est introduit entre la tôle et ces deux blocs.

Afin de connaître l'effet du conteneur en fonction de la position de la tôle, celle-ci est positionnée soit en position basse (à 24 mm du bas du conteneur ce qui correspond à la position des canaux les plus bas, voir Figure 3-1) soit en position haute (à 24 mm du haut du conteneur ce qui correspond à la position des canaux les plus hauts, voir Figure 3-1).

Un jeu de 1 mm entre l'empilement et le couvercle du conteneur est introduit pour certaines simulations. Ce jeu est présent expérimentalement car la hauteur exacte de l'empilement est difficile à maîtriser (à cause de la variabilité de l'épaisseur des tôles et de leur ondulation). Le jeu assure que l'ensemble des tôles entre dans le conteneur et que celui-ci pourra ensuite être fermé. Lors de l'application de la pression, le couvercle se déforme et vient en contact de l'empilement. Plus le jeu est grand, plus le contact est long à se produire. Pendant cette durée, les tôles ne subissent donc pas de forces normales à l'interface et le glissement est facilité.

Le contact entre la tôle et les blocs est pris en compte avec les modes *penalty* pour le comportement tangentiel et *hard contact* pour le comportement normal.

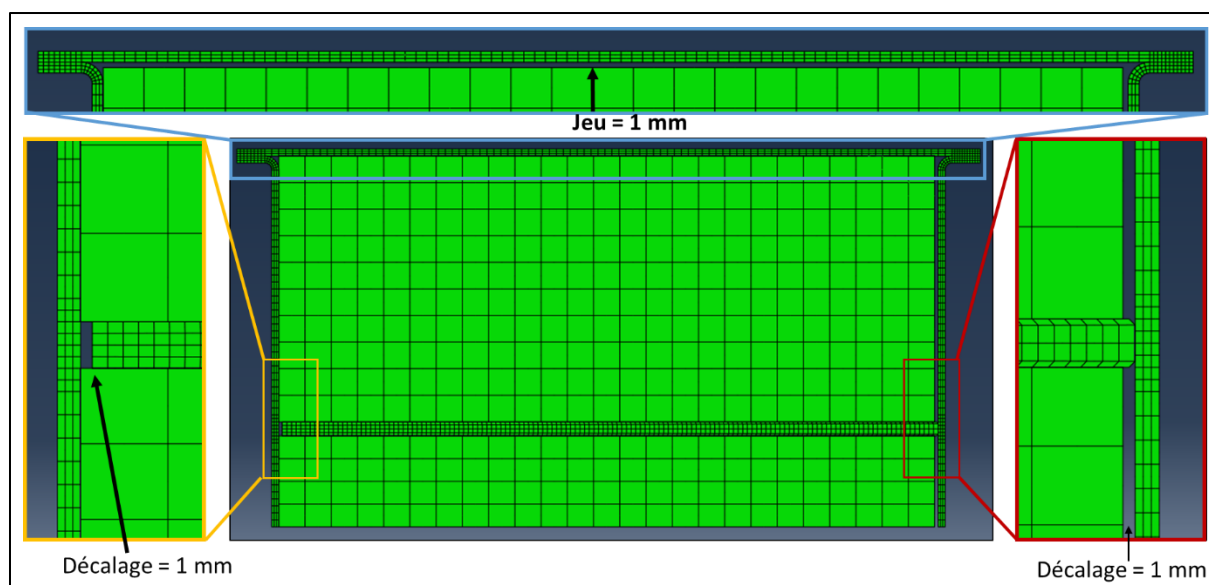


Figure 3-17 : Géométrie modélisée pour l'étude du glissement d'une tôle décalée.

Le cycle de CIC pour l'assemblage de la maquette Diademo est appliqué. La valeur de référence du coefficient de frottement statique choisie est de 0,2.

Le Tableau 3-2 regroupe les simulations réalisées et indique si un glissement a été observé. Si oui, le déplacement selon l'axe X de la tôle est indiqué.

Position tôle	Jeu entre l'empilement et le couvercle	μ_s	Glissement
Bas	Non	0,2	Non
Bas	Non	0,17	Oui : 0,5 mm
Bas	Oui	0,2	Oui : 1 mm
Bas	Oui	0,3	Non
Haut	Oui	0,2	Non

Tableau 3-2 : Simulations réalisées pour l'étude du glissement et résultats associés.

Le premier calcul avec la tôle en position basse, sans jeu sous le conteneur, pour un coefficient de frottement égal à 0,2 ne prévoit aucun glissement de la tôle. Le couvercle du conteneur étant au contact de l'échangeur, une pression normale est immédiatement appliquée aux interfaces et le coefficient de frottement est suffisamment élevé pour empêcher tout glissement. La tôle ne se réaligne donc pas.

Lorsque le coefficient de frottement est diminué à 0,17, un déplacement est observé au début du calcul lors de la montée en pression : la force tangentielle est suffisante pour faire glisser la tôle. Cependant, le glissement s'arrête rapidement à cause de la rigidité du conteneur mis en flexion. En effet, l'élasticité du conteneur crée une force qui s'oppose à la pression extérieure. La force tangentielle ainsi transmise à la tôle augmente moins vite que la force normale ce qui arrête le glissement.

Lorsqu'un jeu de 1 mm est introduit entre le haut de l'empilement et le conteneur, un glissement est observé au début de la montée en pression. La tôle se réaligne complètement sur l'empilement. Malgré le jeu introduit, le couvercle du conteneur est rapidement mis au contact de l'empilement. Cependant, comme dans le cas précédent, la mise en flexion du couvercle du conteneur crée une force qui réduit la force normale transmise à l'empilement ce qui favorise le glissement.

Lorsque le coefficient de frottement est augmenté à 0,3 le glissement n'est plus du tout observé.

Enfin, lorsque la tôle est en position haute, avec un jeu de 1 mm sous le couvercle et un coefficient de frottement de 0,2, le glissement n'est pas observé. Dans cette configuration, la répartition des forces est différente et la force tangentielle transmise à la tôle décalée est plus faible qu'en position basse.

Pour résumer, le glissement, s'il a lieu, se déroule uniquement lors de la montée en pression. Il requiert la présence d'un jeu entre la partie supérieure de l'empilement et le couvercle, ce qui est expérimentalement possible. Ensuite, les tôles situées suffisamment loin des parties supérieures (couvercle) et inférieures du conteneur sont susceptibles de glisser si le coefficient de frottement est inférieur à 0,2. Ce coefficient est cependant inférieur aux valeurs issues de la littérature pour les aciers inoxydables. Lorsque le coefficient augmente à 0,3 aucun glissement n'est observé. De plus, ce

coefficient augmente avec la température. La valeur choisie est donc conservative sur l'ensemble du cycle.

Ainsi, un décalage introduit involontairement lors de l'empilement initial des tôles d'inox restera très probablement présent pour l'ensemble du cycle de CIC. Pour éviter ce problème, une solution consiste à insérer des pions de centrage dans les rives, ce qui nécessite cependant des opérations d'usinage, et donc un coût supplémentaire.

II.4.4. Conséquences de l'ondulation des tôles sur le décalage

L'ondulation des tôles est causée par les contraintes résiduelles provenant des différentes étapes de laminage. Lors du cycle de CIC, les tôles sont aplanies sous l'effet de la pression. Ce processus peut être à l'origine de faibles décalages entre les isthmes. De plus, à cause de la rigidité du matériau, l'aplanissement peut être long à se dérouler, voire être incomplet. Certaines interfaces peuvent donc ne pas être totalement en contact lors du palier de soudage, ce qui entrainerait un mauvais soudage et donc une faible tenue mécanique de celles-ci. Les simulations suivantes ont pour objectif de quantifier les mouvements possibles liés à l'aplanissement des tôles.

Le protocole de caractérisation des tôles a été décrit dans le chapitre 2 (§ II.3). L'ondulation est observée et mesurée dans le sens long et dans le sens travers des tôles. Les courbures maximales calculées sont respectivement de $9,6 \times 10^{-2} \text{ m}^{-1}$ et $4,7 \times 10^{-2} \text{ m}^{-1}$. La courbure est plus faible dans le sens travers. Ces valeurs sont mesurées sur les tôles en 316L utilisées pour cette thèse, et sont représentatives des courbures des tôles utilisées pour les maquettes Diademo.

(a) Simulation de l'assemblage de tôles ondulées pleines

La géométrie étudiée est une section pleine (i.e. sans canaux) de la maquette Diademo (Figure 3-18). Elle est constituée de quatre tôles, avec prise en compte de l'ondulation, et de deux blocs de matière au-dessus et en-dessous. L'outil « Spline » d'Abaqus est utilisé pour reproduire une ondulation. Les coordonnées des points sont calculées afin de reproduire approximativement une courbure de valeur $C_s = 7 \times 10^{-2} \text{ m}^{-1}$ ce qui correspond à une courbure intermédiaire entre les courbures maximales mesurées dans les deux directions. Un jeu de 1 mm sur le côté du conteneur et sous le couvercle est introduit. Le cycle d'assemblage par CIC de la maquette Diademo est simulé. Le coefficient de frottement statique vaut 0,3.

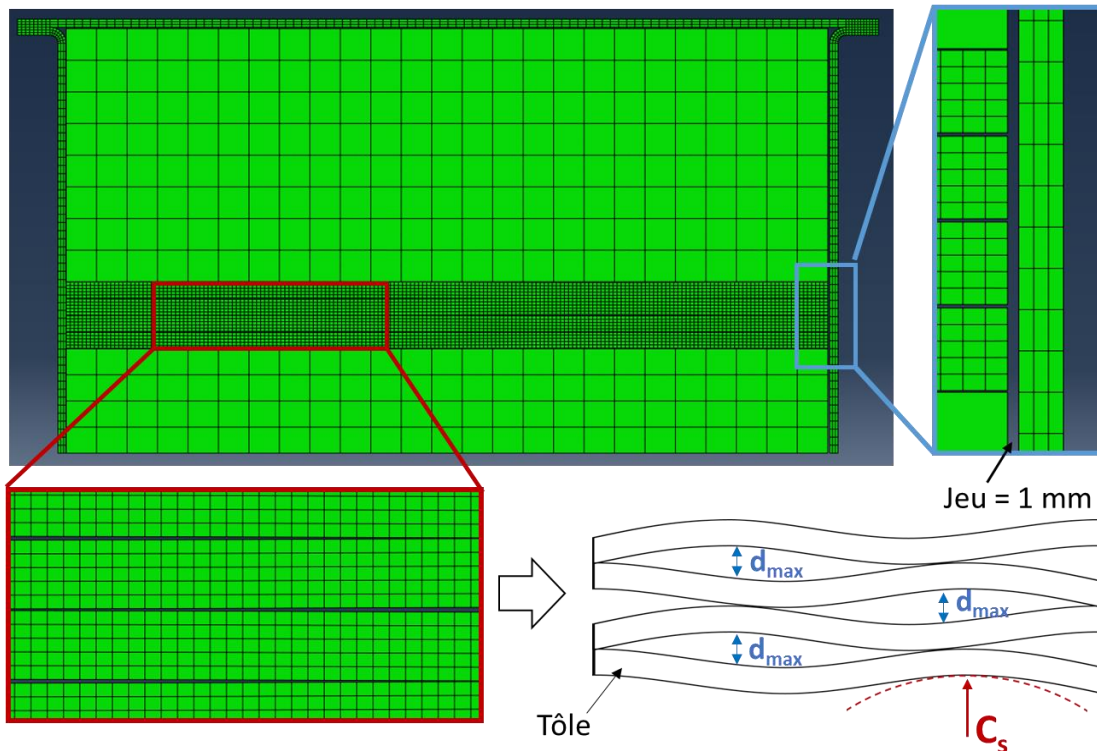


Figure 3-18 : Géométrie modélisée pour l'étude de l'influence de l'ondulation des tôles.

Pour cette géométrie, deux simulations sont effectuées avec des raffinements de maillage différents (respectivement 5 et 10 éléments dans l'épaisseur de la tôle) pour s'assurer que la résistance à l'aplanissement des tôles ne provient pas d'une rigidité « artificielle » due au maillage. La mise en contact des tôles est identique pour les deux simulations.

Au cours du cycle de CIC, les tôles ondulées s'aplanissent peu à peu et une mise en contact des surfaces a lieu. La Figure 3-19 présente l'évolution de la surface en contact des tôles ondulées au cours du cycle.

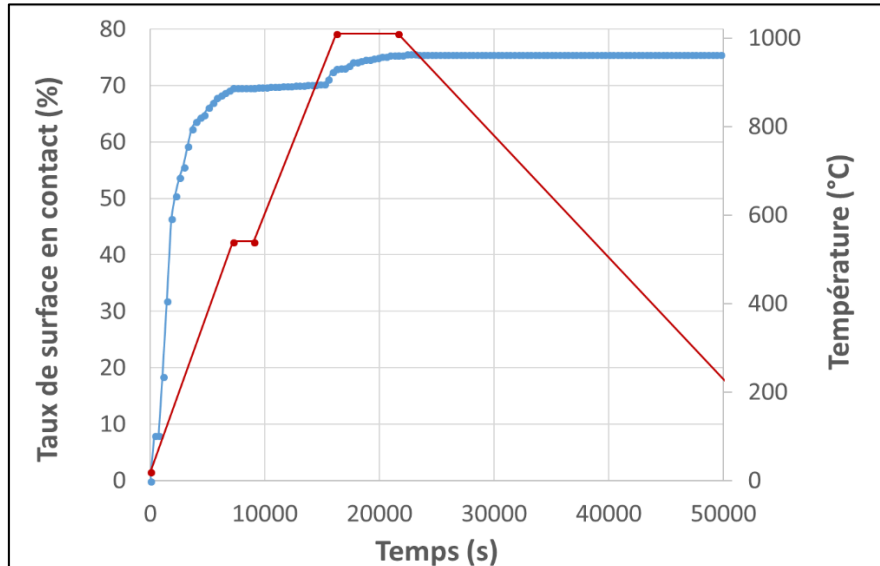


Figure 3-19 : Suivi de la mise en contact des tôles ondulées (bleu) au cours du cycle de CIC (pression en vert et température en rouge).

A la fin du cycle de CIC, le contact n'est pas total entre les tôles ondulées : le taux de surface en contact atteint seulement 76%. Il est principalement établi pendant le chauffage, ce qui permet d'obtenir un contact entre les tôles avant que les mécanismes de soudage s'activent.

Comme illustré en Figure 3-20, les simulations mettent en évidence que les bords des tôles ne se mettent pas en contact : les coins des tôles et le frottement contre le conteneur empêchent la mise en contact sur quelques millimètres.

Ce phénomène n'est cependant pas observé sur le côté opposé du fait du jeu introduit qui a réduit l'effort du conteneur contre les tôles.

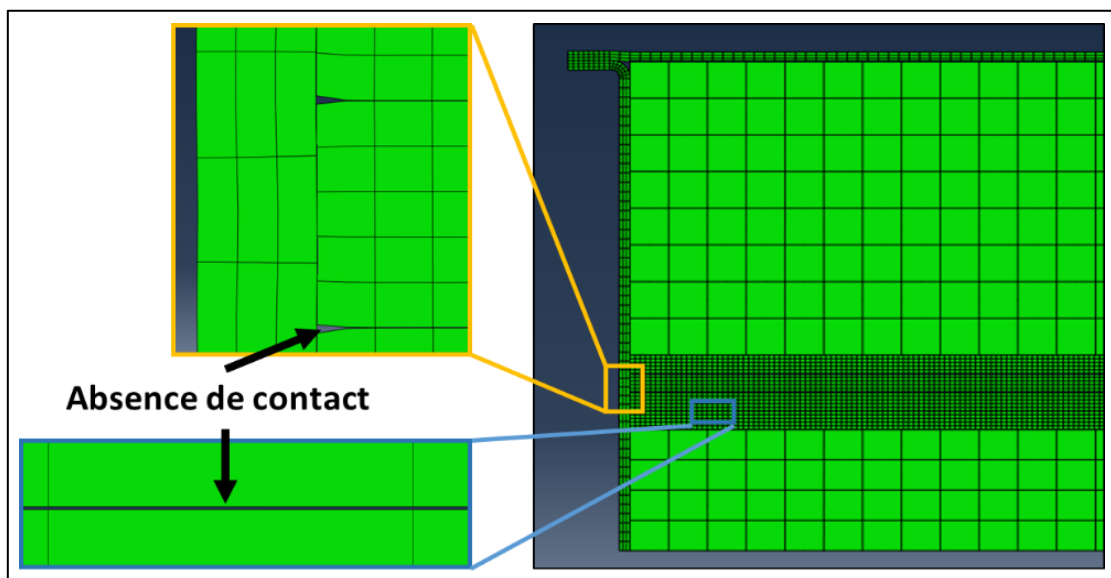


Figure 3-20 : Mise en évidence des zones où le contact n'est pas établi.

Si ces zones ne sont pas prises en compte, le taux de surface en contact atteint 85%. Les autres zones où l'absence de contact est observée se caractérisent par une très faible distance inter-tôle. La distance initiale (d_{max} sur la Figure 3-18) est de 160 μm maximum. Elle est réduite à environ 5 μm maximum à la fin du cycle (Figure 3-20), soit une réduction de 97%. La simulation avec deux maillages différents donne les mêmes résultats. Cet écart résiduel inter-tôles ne peut pas s'expliquer par la rigidité du maillage. De plus, les observations expérimentales d'interfaces soudées-diffusées, effectuées dans le chapitre 4, ne révèlent pas de telles zones. Il est possible que les limites de la simulation par éléments finis soient atteintes sur des distances aussi faibles.

Cette étude permet de quantifier la mise en contact et montre qu'elle a majoritairement lieu lors du chauffage. L'absence de contact modélisée sur les bords n'est pas contraignante car après le cycle de soudage-diffusion, les rives de l'empilement sont usinées sur plusieurs centimètres.

(b) Application à la maquette Diademo

La même étude est reproduite avec la géométrie de la maquette Diademo afin d'étudier plus particulièrement la mise en contact des isthmes, comme illustré en Figure 3-21. Seules les tôles comportant des canaux sont modélisées avec une prise en compte de leurs ondulations et la même courbure que pour la géométrie précédente (Figure 3-18). La valeur du coefficient de frottement reste égale à 0,3.

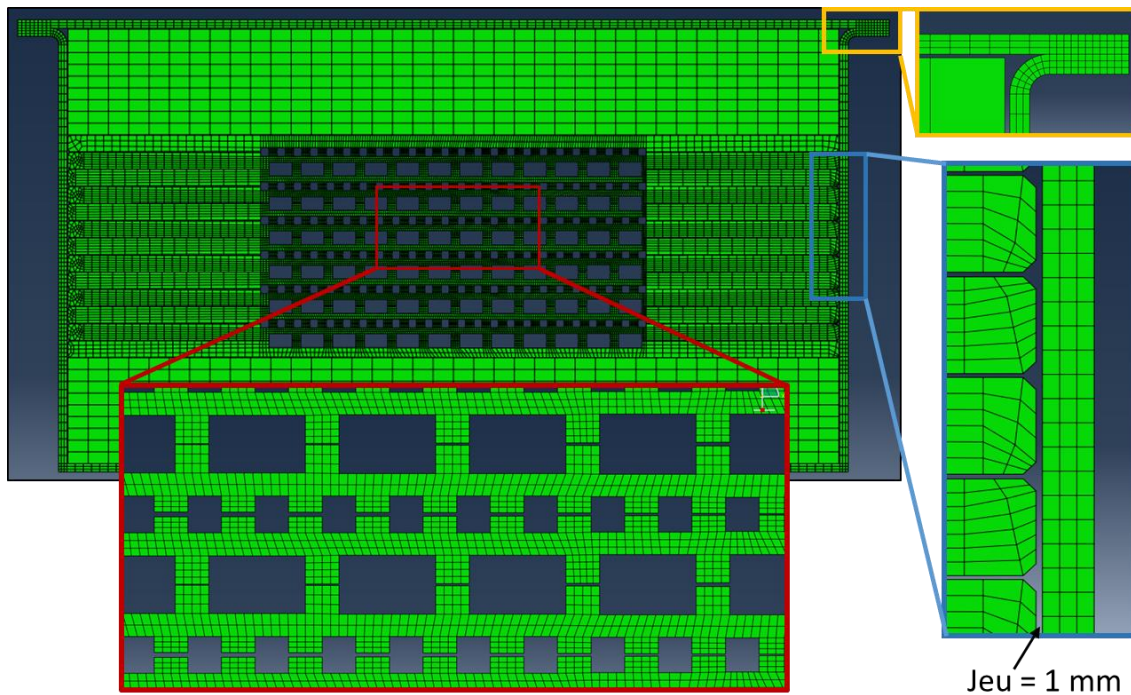


Figure 3-21 : Géométrie Diademo avec une ondulation des tôles.

La mise en contact entre les tôles ondulées est meilleure pour cette géométrie :

- la présence de chanfreins sur les arrêtes des tôles améliore le contact à proximité du conteneur ;
- au niveau des isthmes aucune absence de contact n'est observée.

La mise en contact est une nouvelle fois effectuée dès le premier palier à basse température. A cet instant, le décalage vertical entre les tôles ondulées est très limité (inférieur à 100 μm).

Des glissements locaux, visibles en Figure 3-22, ont lieu lors de la déformation et entraînent des décalages, au niveau des isthmes. Toutefois, l'avancement du soudage n'est pas pris en compte dans ces calculs car le coefficient de frottement est supposé constant. Il sera vu dans le chapitre 4 (§ II) que dès le début du palier, le soudage de l'interface est important. Ainsi, les glissements deviennent impossibles une fois le palier de soudage atteint. D'après ce calcul, aucun décalage conséquent n'est observé avant le palier de soudage ce qui montre que les décalages obtenus expérimentalement ne sont pas causés par l'ondulation des tôles.

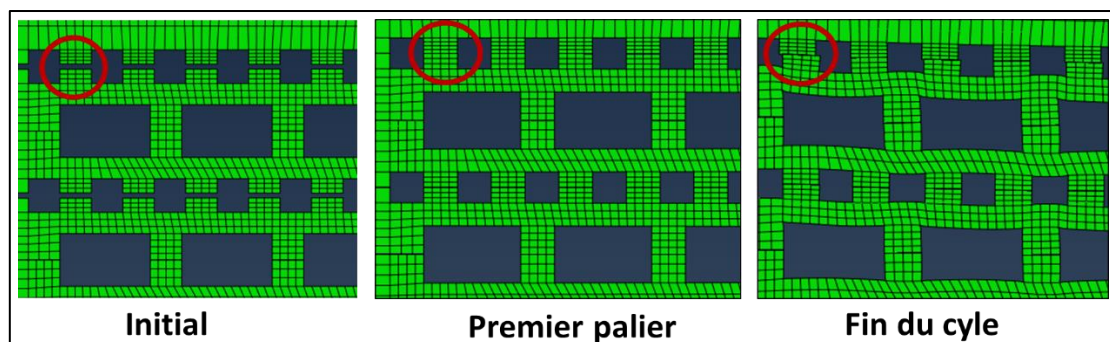


Figure 3-22 : Evolution des isthmes au cours du cycle de CIC.

II.5. Synthèse de l'étude numérique

Il a été vu que les paramètres numériques et les défauts d'empilements peuvent avoir des conséquences importantes sur la prédiction des déformées.

Les éléments adaptés à la modélisation d'un échangeur de chaleur à canaux ont été présentés. Une rigidification de la structure apparaît si un maillage trop grossier est utilisé.

Un adoucissement de la structure apparaît si la valeur choisie pour le critère de convergence viscoplastique (CETOL) est trop élevée, et lorsque les congés des canaux ne sont pas modélisés.

Ces phénomènes ont été quantifiés afin d'identifier les conditions de calculs fiables.

L'origine des décalages observés expérimentalement sur la maquette Diademo a été expliquée par l'absence de réalignement possible lorsqu'une tôle est initialement décalée. Lorsque ces décalages ne sont pas modélisés, la déformée de la structure est sous-estimée. Ces résultats dépendent fortement de la valeur du coefficient de frottement choisi. Celle choisie pour ces simulations est considérée conservatrice par rapport aux valeurs trouvées dans la littérature. Toutefois, le coefficient de frottement d'un matériau varie fortement avec son état de surface. Si des études plus poussées pour quantifier le glissement des tôles sont développées, la mesure du coefficient de frottement sur ces tôles est requise.

Enfin, il faut noter que les simulations 2D réalisées ne sont pas exactement représentatives de la géométrie de l'échangeur de chaleur puisque les canaux gaz sont en réalité en zigzag. Pour autant, les résultats relatifs au glissement d'une tôle décalée et à l'ondulation restent valables car la géométrie des canaux intervient peu. De même, il est possible de modéliser en 2D les glissements locaux au niveau des isthmes sodium car ceux-ci sont rectilignes. Ainsi, seuls les résultats concernant le glissement local au niveau des isthmes gaz sont à vérifier en 3D. Pour cela, un calcul sur une géométrie simplifiée constitué d'un empilement de deux tôles avec des canaux gaz en zigzag est une perspective d'étude envisagée.

III. Amélioration de la description du comportement mécanique du matériau

III.1. Comparaison entre les déformées numériques et expérimentales pour Diademo

La déformée de la maquette Diademo après son assemblage par CIC est mesurée expérimentalement et une simulation par éléments finis est réalisée afin d'étudier la précision de la prédiction. Les causes potentielles des écarts impliquant la loi de comportement sont ensuite étudiées et discutées.

III.1.1. Quantification de la déformée expérimentale

La déformée de la maquette Diademo après son assemblage par CIC a été mesurée avant son envoi sur la boucle de Cadarache [73]. Les mesures ont donc été effectuées uniquement à l'extérieur du conteneur. Des profils topographiques sont réalisés en longueur et en largeur sur chaque face du conteneur à l'aide d'un bras de contrôle. Les profils d'écrasement dans la longueur et la largeur sont obtenus par différence entre les profils de chaque face et présentés en Figure 3-23. Le profil dans la largeur est symétrique, avec un écrasement maximum au milieu de la maquette. Le profil dans la longueur n'est pas symétrique. Il atteint un écrasement maximum de 2,3 mm. Une forte inertie thermique a été observée expérimentalement (jusqu'à 70°C de retard sur la température de consigne) à l'intérieur de l'enceinte. La zone où l'effondrement est maximal correspond à la zone pour laquelle la température est la plus proche de la température de consigne lors du cycle de CIC (mesurée à l'aide de thermocouples) tandis que la zone la moins déformée est la zone la plus froide.

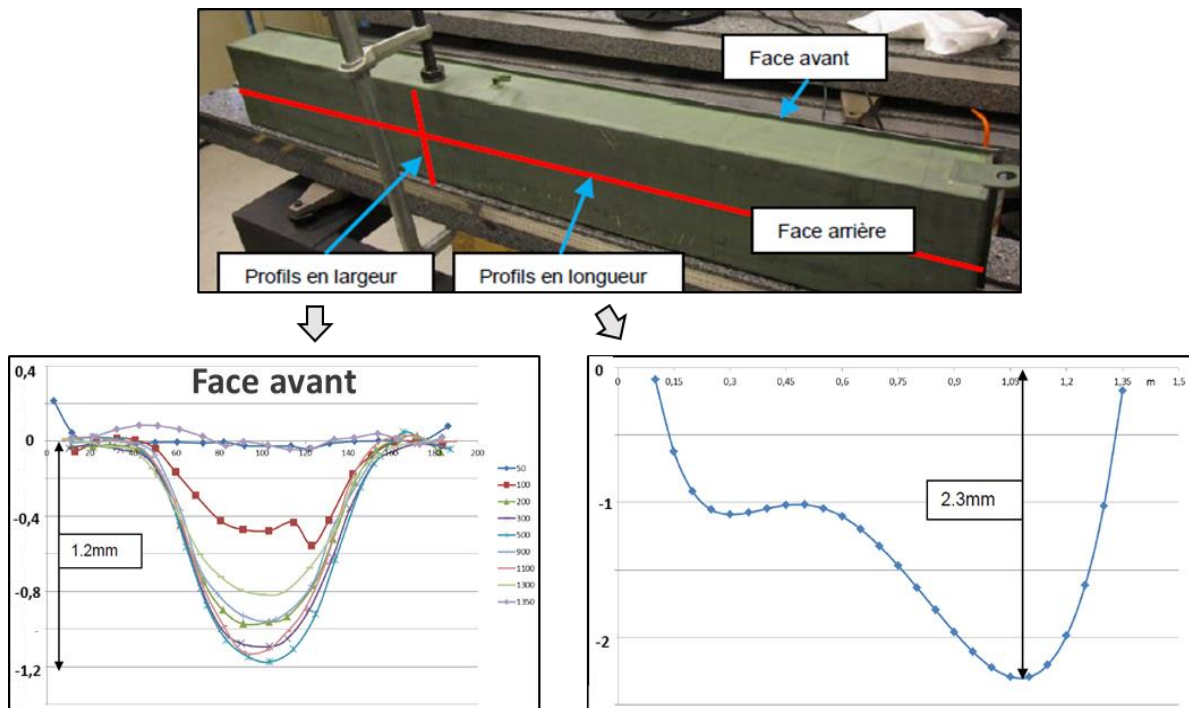


Figure 3-23 : Mesure expérimentale de la déformée de la structure dans la largeur (à gauche) et dans la longueur (à droite) de la maquette après assemblage par CIC [73]. Le profil en largeur est mesuré sur la face avant, pour différentes positions le long de la maquette.

III.1.2. Quantification de la déformée numérique

La géométrie représentée sur la Figure 3-24 correspond à une section de l'échangeur Diademo (Figure 3-1). Les interfaces entre les tôles ne sont pas représentées : la section est constituée d'un unique bloc. Les blocages mécaniques sont les suivants : symétrie selon X, déplacement u_y d'un point bloqué. La température est supposée homogène dans toute la structure. Une pression isostatique est appliquée. Des congés de rayon 0,2 mm sont modélisés dans les coins de tous les canaux. Les éléments autour des canaux sont des quadrangles quadratiques à intégration réduite et ceux dans les rives sont des triangles quadratiques. Le cycle de CIC est le cycle expérimental de la maquette Diademo présenté sur la Figure 3-3.

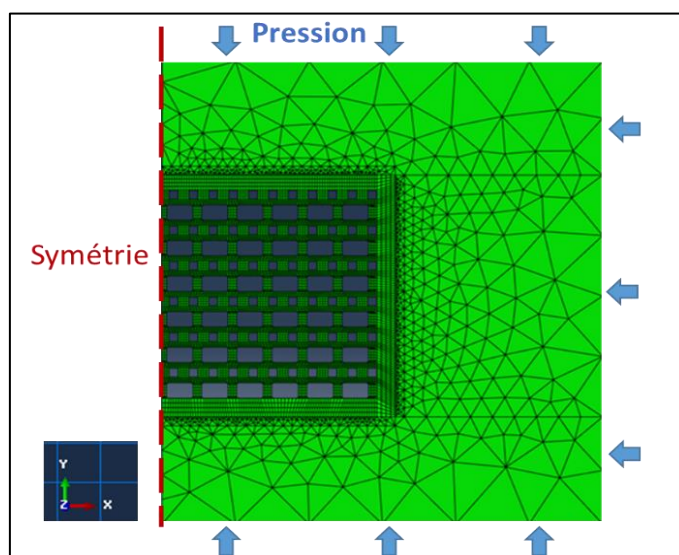


Figure 3-24 : Géométrie de la section modélisée de la maquette Diademo.

La distance entre les points A et B caractérise la déformée de l'ensemble de la structure. Son évolution est tracée au cours du cycle de CIC sur la Figure 3-25. L'écrasement atteint 3,12 mm à la fin du cycle soit une surestimation de 35% de l'écrasement maximal mesuré expérimentalement.

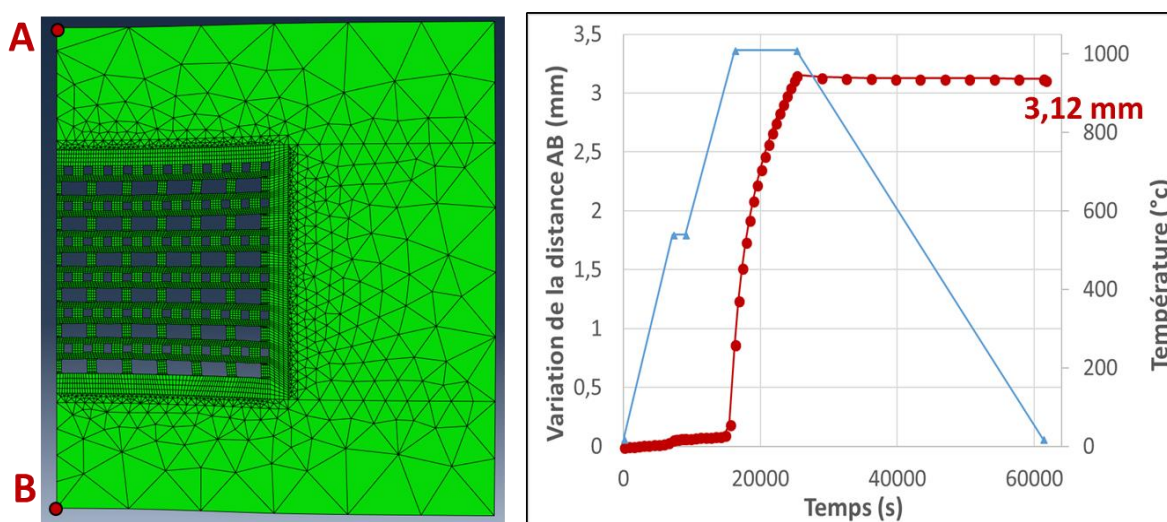


Figure 3-25 : Suivi de l'écrasement au cours du cycle de CIC.

Il a été montré dans le §II.4.4 que l'absence de modélisation d'interface empêche tout glissement des isthmes lors de la déformation et rigidifie la structure. Ainsi, seule une loi de comportement trop « souple » semble pouvoir expliquer cette surestimation de l'écrasement de la maquette.

Au cours de la simulation, l'écrasement intervient principalement avant et pendant le palier de soudage, plus exactement lorsque la température se situe au-dessus de 950°C et jusqu'à 1010°C, soit la

température maximale du cycle. C'est donc probablement dans cette gamme de température que la loi de comportement doit être particulièrement améliorée.

III.1.3. Origines potentielles des écarts entre les résultats numériques et expérimentaux

La loi de comportement utilisée pour décrire le comportement viscoplastique du matériau est une loi de type Chaboche avec un écrouissage isotrope. Les paramètres de cette loi ont été présentés dans le Tableau 3-1. Cette loi ne prend en compte ni l'anisotropie des tôles en termes de comportement mécanique, ni l'effet du vieillissement thermique du matériau lors du cycle de CIC, ce qui peut expliquer en partie les écarts observés entre les résultats expérimentaux et numériques.

De plus, les paramètres du matériau utilisés jusqu'ici ont été identifiés à partir de différents essais réalisés sur des matériaux différents, qui ne correspondent pas à celui utilisé pour la fabrication de la maquette DIADEMO. Ainsi, ont été étudiés :

- une barre en acier 316L(N), brute de forgeage, pour des températures entre 20°C et 700°C [17];
- une tôle en acier 316L d'épaisseur 3 mm étudiée dans les directions SL et ST pour les températures entre 750°C et 950°C [80] ;
- un empilement de tôles en acier 316L d'épaisseur 1mm étudié en compression pour les températures entre 965°C et 1020°C [81].

Le fait que les paramètres matériaux de la loi de comportement aient été identifiés sur différents matériaux peut donc être une autre source d'erreur.

III.2. Identification de l'origine des écarts entre résultats numériques et expérimentaux

Afin de cerner la ou les origines des écarts observés entre les résultats numériques et expérimentaux en termes de déformées après CIC, une série de maquettes, baptisées « maquettes A », ont été réalisées. Elles permettent notamment d'étudier l'influence de l'anisotropie du matériau, en termes de comportement mécanique, et de son vieillissement thermique. En effet, ces deux phénomènes n'étant pas pris en compte par la simulation numérique, il est nécessaire de les quantifier pour voir s'ils sont effectivement négligeables. De plus, la réalisation d'une campagne expérimentale entre 20°C et 1040°C a permis une meilleure évaluation des paramètres matériau de la loi de comportement élasto-viscoplastique.

III.2.1. Déformées après assemblage des maquettes A

(a) Description des maquettes A

Le protocole de fabrication de ces maquettes a été présenté dans le chapitre 2 (§III.2.1). Les conditions suivantes ont permis de définir la géométrie :

- être représentatif de la géométrie des canaux de la maquette Diademo ;
- avoir des canaux de grande taille pour maximiser les déplacements et réduire les erreurs de mesure ;
- être suffisamment petite pour passer dans l'enceinte de CIC du laboratoire et maximiser l'homogénéité thermique ;
- absence de congés des canaux afin d'éviter leur modélisation ;
- minimiser les décalages possibles entre les isthmes pour ne pas avoir à les prendre en compte.

Ainsi, la simulation de la déformée de ces maquettes est facilitée et peut être réalisée en 3D. De plus, les glissements étant impossibles, les écarts observés entre les écrasements expérimentaux et ceux prédits seront uniquement dus à la loi de comportement intégrées. La Figure 3-26 présente les deux empilements différents réalisés ainsi que la géométrie modélisée pour la prédiction de la déformée. La dimension des canaux est de 9x6 mm² et les isthmes ont une largeur de 3 mm.

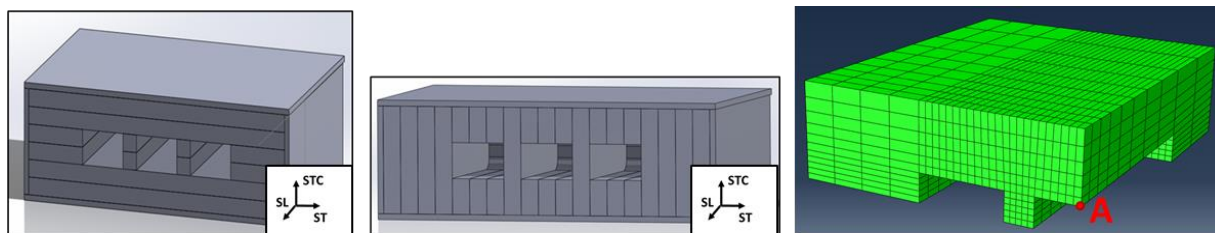


Figure 3-26 : Empilement A6 (à gauche) et A19 (au centre) et géométrie simulée sur ABAQUS (à droite).

Le Tableau 3-3 présente un résumé des conditions expérimentales vues par l'ensemble des maquettes réalisées.

Trois maquettes sont utilisées pour la prédiction des déformées : A6_75, A6_100 et A6_125. Elles subissent des cycles de CIC avec des pressions différentes lors du palier de soudage à haute température (75 bar, 100 bar et 125 bar respectivement) afin d'avoir des vitesses de déformation différentes.

De plus, deux maquettes permettent l'étude de l'influence l'anisotropie du matériau en termes de comportement mécanique : A6_100 et A19_100. En effet, pour ces maquettes les tôles sont assemblées afin d'être sollicitées dans des directions différentes (Figure 3-26).

Enfin, trois maquettes sont utilisées pour l'étude du vieillissement thermique : A6_100, A6_100_TT45 et A6_100_TT180. Ces deux dernières ont subi un traitement thermique, avant le cycle de CIC, dans un four Pyrox sous vide à 1010°C pendant 45 minutes et 180 minutes respectivement afin de relaxer les contraintes résiduelles de laminage et de provoquer un grossissement de grains.

Nom	Empilement	Traitement thermique	Palier du cycle
A6_100	A6	Non	100bar / 1010°C / 180min
A6_75	A6	Non	75bar / 1010°C / 180min
A6_125	A6	Non	125bar / 1010°C / 180min
A19_100	A19	Non	100bar / 1010°C / 180min
A6_100_TT45'	A6	45min / 1010°C	100bar / 1010°C / 180min
A6_100_TT180'	A6	180min / 1010°C	100bar / 1010°C / 180min

Tableau 3-3 : Résumé des conditions expérimentales vues par les maquettes A.

(b) Comparaison des déformées expérimentales et numériques après assemblage

Dans un premier temps, les cycles d'assemblage par CIC appliqués aux maquettes A sont simulés numériquement en utilisant la même loi de comportement que pour les calculs précédents. Ces cycles reproduisent un état de contrainte dans les isthmes proches de celui de la maquette Diademo. Lors du palier de soudage, la contrainte normale par exemple est respectivement de 23, 30 et 37 MPa pour les maquettes A6_75, A6_100 et A6_125. Les durées sont adaptées aux vitesses de chauffe et de montée en pression de l'enceinte du laboratoire.

La déformée des maquettes se caractérise par la variation de la hauteur du canal (écrasement du canal mesuré au point A, Figure 3-26) et la variation de la largeur maximale de l'isthme (élargissement des isthmes) au cours du cycle de CIC. Ces variations sont mesurées selon le protocole décrit dans le chapitre 2 (§IV.1) et présentées en Figure 3-27.

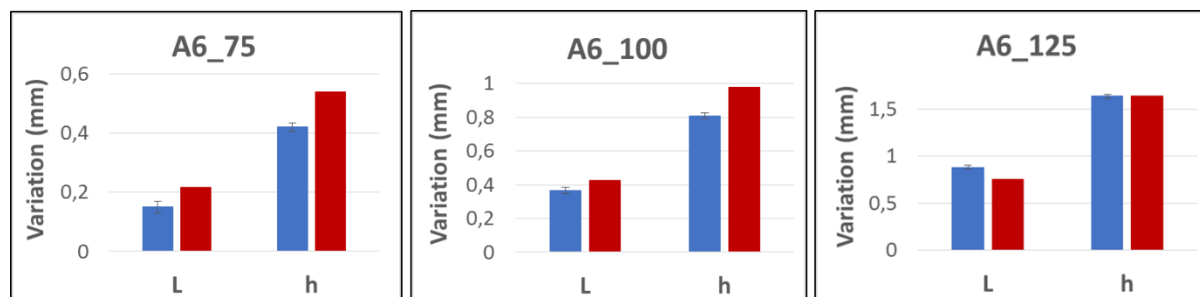


Figure 3-27 : Comparaison des variations de la largeur des isthmes (L) et de la hauteur du canal central (h) pour les différents cycles (75, 100 et 125 bar) expérimentalement (bleu) et simulés (rouge).

Pour les maquettes A6_75 et A6_100, la déformée est surestimée par la simulation numérique, ce qui est en accord avec les résultats obtenus sur la maquette Diademo.

Pour la maquette A6_125, l'écrasement du canal est correctement prédit par la simulation tandis que l'élargissement de l'isthme est sous-estimé. La loi de comportement est plus précise dans cette gamme de contrainte. Cependant, les déformations sont alors très importantes (Figure 3-28), et ne correspondent pas à celles atteintes expérimentalement

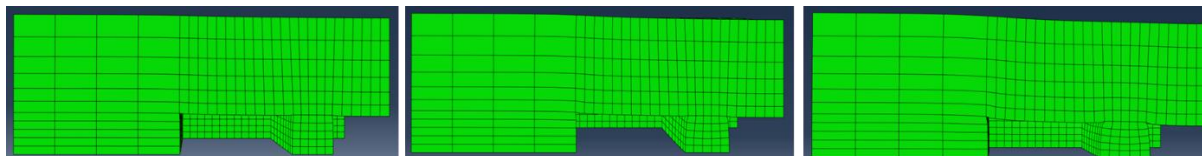


Figure 3-28 : Comparaison des déformées simulées après un cycle avec une pression de 75 bar (à gauche), 100 bar (au centre) et 125 bar (à droite) lors du palier de soudage.

Les études qui suivent doivent permettre d'améliorer la prédiction des déformées aux faibles vitesses de déformation et dans la gamme de température entre 950°C et 1010°C (§III.1.3).

III.2.2. Etude du vieillissement thermique et de l'anisotropie du matériau

(a) Description de la campagne expérimentale

Des essais de traction sont réalisés sur les tôles afin d'observer l'effet du vieillissement thermique et de l'anisotropie du matériau en termes de comportement mécanique. Pour mettre en évidence l'effet du vieillissement thermique, des éprouvettes prélevées dans la direction SL sont traitées thermiquement à 1010°C pendant trois heures avant d'effectuer l'essai de traction. Pour mettre en évidence une éventuelle anisotropie, des éprouvettes de traction sont prélevées dans les directions SL (sens long), ST (sens travers) et TC (sens travers court) des tôles.

Les essais de traction sont réalisés à 20°C, 540°C et 1010°C. Leurs caractéristiques sont résumées dans le Tableau 3-4.

Nom	Direction de prélèvement	TT (3h / 1010°C)	Température essai (°C)	Essai
T23	SL	Non	20	$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T17	SL	Oui		$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T20	ST	Oui		$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
TC1	STC	Oui*		$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T15	SL	Non	540	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T18	SL	Oui		$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T22	ST	Oui		$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
TC8	STC	Oui*		$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T6	SL	Non	1010	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T19	SL	Oui		$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
T21	ST	Oui		$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
TC6	STC	Oui*		$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

*Le TT correspond au cycle de CIC réalisé (1000bar/1010°C/180min) pour la maquette C dans laquelle les éprouvettes TC1, TC6 et TC8 ont été prélevées.

Tableau 3-4 : Essais de traction pour l'étude de l'anisotropie et du vieillissement thermique.

Des éprouvettes plates sont utilisées (géométrie en Annexe B).

Le protocole associé à la réalisation de ces essais a été présenté dans le chapitre 2 (§IV.2). Les éprouvettes prélevées dans la direction TC sont usinées dans la maquette « C » également présentée dans le chapitre 2 (§III.2).

La vitesse de déformation est de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour les essais à 20°C et certains essais à 540°C. A 1010°C, des sauts de vitesse sont appliqués afin d'obtenir des informations sur la viscoplasticité des tôles, informations utiles pour l'identification du comportement (§ III.3).

(b) Effet du vieillissement thermique du matériau sur son comportement mécanique

Les maquettes Diademo tout comme les échangeurs de chaleur prévus pour ASTRID représentent des volumes de matière de plusieurs dm^3 (voir m^3). Lors du cycle d'assemblage par CIC, l'inertie thermique impose des temps de chauffage très importants pour homogénéiser la température dans la pièce. A cela s'ajoute la durée du palier de soudage de plusieurs heures. Ainsi, un vieillissement thermique du matériau est susceptible d'avoir lieu.

Un traitement thermique de trois heures à 1010°C (soit approximativement les caractéristiques du palier de soudage pour la maquette Diademo) entraîne un grossissement de grain relativement limité sur ce matériau (Figure 2-6) : la taille de grains moyenne augmente de $16\ \mu\text{m}$ à $22\ \mu\text{m}$ environ. Ce traitement peut également relaxer les contraintes résiduelles présentes dans le matériau, issues des opérations de laminage skin-pass [82] ou du planage sous traction des tôles [83] qui ont légèrement écroui le matériau.

Le comportement dans la direction SL des tôles est étudié avec et sans vieillissement thermique. L'éprouvette vieillie a subi un traitement thermique de trois heures à 1010°C . Les essais de traction sont réalisés à 20°C , 540°C (température du premier palier du cycle de CIC) et 1010°C (température du second palier). Les courbes obtenues sont présentées sur la Figure 3-29.

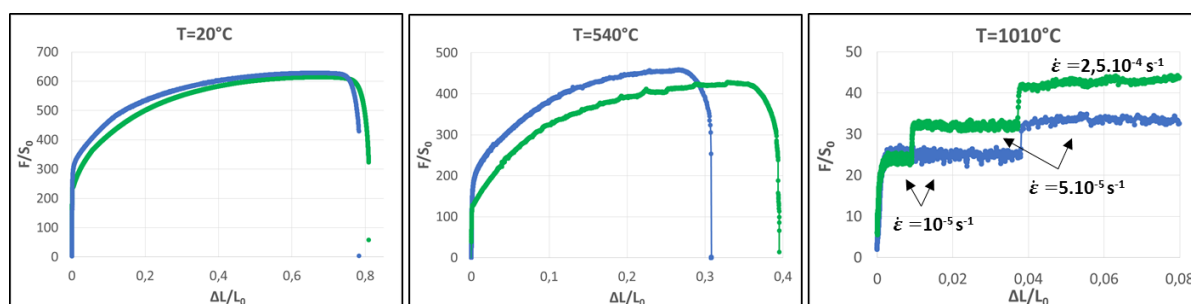


Figure 3-29 : Courbes de traction sans (bleu) et avec TT (vert) à 20°C , 540°C , et 1010°C .

Le vieillissement thermique est principalement mis en évidence sur la limite d'élasticité à 20°C et 540°C : elle est respectivement abaissée de $290\ \text{MPa}$ à $240\ \text{MPa}$ et de $180\ \text{MPa}$ à $140\ \text{MPa}$. Cet écart se réduit progressivement au cours de l'écrouissage à 20°C , mais reste constant à 540°C .

Selon Irvine [64], la limite d'élasticité d'un acier austénitique peut être estimée à partir de sa composition chimique (Équation 2-1) :

$$R_{p0,2} = 63,5 + 496N + 356,5C + 20,1Si + 3,7Cr + 14,6Mo + 18,6V + 4,5W + 40,3Nb + 26,3Ti + 12,7Al + 2,5\delta + 7,1d^{-1/2} \quad \text{Équation 3-1}$$

L'application numérique de cette équation pour des tôles avec des tailles de grains de $16\ \mu\text{m}$ et $22\ \mu\text{m}$ donne une limite d'élasticité de $250\ \text{MPa}$ et $240\ \text{MPa}$ respectivement. Elle prédit donc bien la limite d'élasticité mesurée lors de l'essai de traction après un traitement thermique. En revanche, elle est inférieure de $40\ \text{MPa}$ à la limite d'élasticité mesurée sans traitement thermique. Cet écart est probablement dû à l'écrouissage post-laminage des tôles.

A 1010°C , l'écrouissage est faible voir nul pour les vitesses de $10^{-5}\ \text{s}^{-1}$ et $5 \times 10^{-5}\ \text{s}^{-1}$. Les courbes avec ou sans traitement thermique sont similaires : l'effet du vieillissement thermique n'est donc pas observable. A cette température, l'éprouvette non traitée subit tout de même un maintien de vingt à trente minutes à 1010°C (Figure 2-16) avant de commencer l'essai de traction. Si l'adoucissement observé à 20°C et 540°C est uniquement lié à une relaxation des contraintes, il a aussi été subi par l'éprouvette non traitée (courbe bleue) avant le début de l'essai à 1010°C ce qui explique que le comportement soit identique à celui de l'éprouvette préalablement traitée thermiquement (courbe verte).

Les maquettes A6_100_TT45 et A6_100_TT180 sont déformées par CIC comme la maquette A6_100, mais ont préalablement subi un traitement thermique à 1010°C (de 45 minutes et 180 minutes respectivement). Leurs déformées sont mesurées et comparées sur la Figure 3-30.

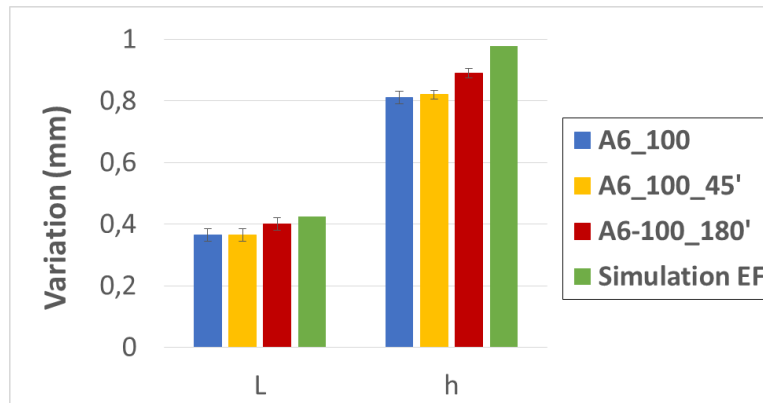


Figure 3-30 : Comparaison des déformées avec ou sans TT.

La déformée augmente lorsque le traitement thermique a été appliqué préalablement au cycle de CIC. Cependant, cette augmentation est non significative pour une durée du TT de 45 minutes : les barres d'erreurs des histogrammes se recoupent. La maquette A6_100 a pu subir un détensionnement des contraintes lors du cycle de CIC puisqu'elle a subi un palier à 1010°C.

Lorsque la durée du TT est de 180 minutes, l'écart avec la maquette de référence s'accroît. En supposant que le détensionnement des contraintes soit identique entre 45 minutes (A6_100_TT45) et 180 (A6_100_TT180) minutes de traitement thermique, seule l'évolution microstructurale peut expliquer l'augmentation de la déformée. Cependant, cet effet n'est pas mis en évidence lors des essais de traction à 1010°C, température à laquelle la majeure partie de la déformation a lieu.

L'écart relatif entre les déformées des maquettes restant peu important (<10%) avec ou sans traitement thermique, et les essais de traction à 1010°C étant similaires entre les éprouvettes ayant subi un TT et les autres, l'effet du vieillissement thermique est considéré comme étant suffisamment faible pour qu'il ne soit pas pris en compte dans la loi de comportement.

(c) Quantification de l'anisotropie du matériau

La loi de comportement utilisée, utilisant la contrainte équivalente de Von Mises, suppose un comportement mécanique isotrope, il est donc nécessaire de vérifier cette hypothèse.

La microstructure initiale des tôles est caractérisée par des grains polyédriques équiaxes (Figure 2-5) ce qui est favorable à un comportement isotrope. De plus, Bouquet a observé que la texture de laminage était relativement faible sur ces tôles [2]. En revanche, la présence de bandes de ferrite δ résiduelle dans la direction SL des tôles peut entraîner un comportement anisotrope.

Des éprouvettes sont prélevées dans les trois directions de la tôle et sollicitées en traction. Pour la direction STC, l'éprouvette est prélevée dans la maquette « C » qui est un empilement de tôles soudé-diffusé lors d'un cycle de CIC sous 1000 bar à 1010°C pendant trois heures. Un vieillissement thermique a donc eu lieu sur celle-ci. Afin de comparer uniquement l'anisotropie des tôles, ce vieillissement est reproduit sur les éprouvettes prélevées dans les directions SL et ST par un traitement thermique de trois heures à 1010°C effectué avant les essais de traction. Ces derniers sont conduits à une vitesse de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à 20°C, 540°C et 1010°C. Les courbes obtenues sont présentées sur la Figure 3-31.

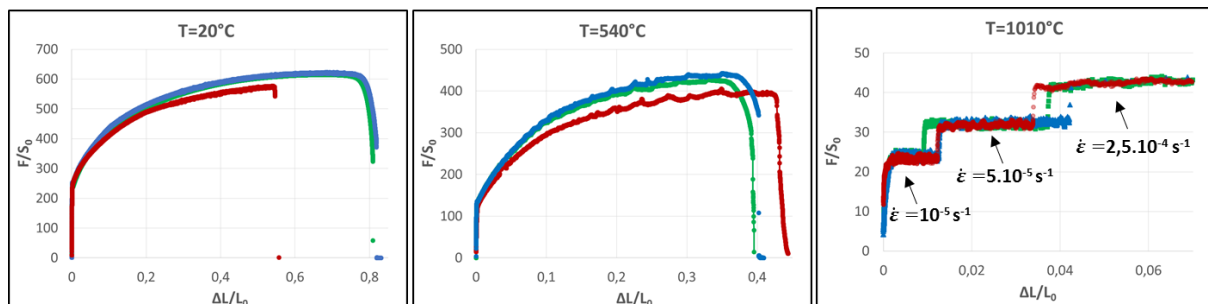


Figure 3-31 : Courbe de traction avec TT dans les directions SL (bleu), ST(vert) et STC (rouge) à 20°C, 540°C et 1010°C.

A 20°C et 540°C, les comportements sont identiques lorsque les déformations sont inférieures à 10%. Au-delà, l'écroissage dans la direction TC est plus faible que dans les deux autres directions. A 1010°C, aucune anisotropie n'est observée, pour des déformations inférieures à 10%.

La maquette A19_100 possède la même géométrie que la maquette A6_100 mais l'empilement de tôle est modifié (chapitre 2, §III.2.1) afin de changer la direction de sollicitation des tôles. Ainsi, la direction des isthmes correspond à la direction TC de la tôle pour l'empilement A6_100 et à la direction ST pour l'empilement A19_100.

Le cycle de CIC pour assembler ces deux maquettes est identique et les déformées mesurées sont présentées sur la Figure 3-32.

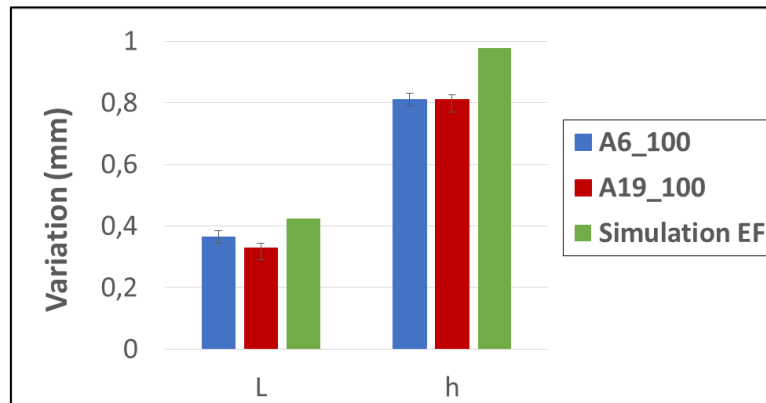


Figure 3-32 : Comparaison des déformées pour les empilements A6 et A19.

Les déformées sont très proches entre les deux empilements. Une faible différence est observée en ce qui concerne l'élargissement de l'isthme, mais les barres d'erreur se recoupent. Les déformations sont proches de 10% en moyenne dans l'isthme. Une telle déformation ne permet pas, d'après les essais de traction (Figure 3-31), d'observer des écarts liés à l'anisotropie.

D'après les résultats expérimentaux obtenus, tant à l'aide des essais de traction qu'avec des maquettes passées en CIC, il apparaît que l'anisotropie des tôles peut être négligée.

III.3. Evaluation des paramètres matériau de la loi de comportement

III.3.1. Description de la loi de comportement et méthode d'identification des paramètres

La loi de comportement viscoplastique utilisée avec un écroissage isotrope nécessite de déterminer cinq paramètres : σ_y (MPa), Q (MPa), β , K (MPa.s^{-1/n}) et n , dans la gamme de température nécessaire (§ III.2.2, chapitre 1). Lors d'un chargement uniaxial, la vitesse de déformation viscoplastique dans la direction de la sollicitation s'exprime selon l'Équation 3-2 :

$$\dot{\varepsilon}_{11}^p = \left\langle \frac{\sigma_{11} - Q(1 - e^{-\beta|\varepsilon_{11}^p|}) - \sigma_y}{K} \right\rangle^n \quad \text{Équation 3-2}$$

Avec :

- σ_{11} la contrainte appliquée ;
- $\dot{\varepsilon}_{11}^p$ la vitesse de déformation viscoplastique ;
- ε_{11}^p la déformation viscoplastique ;

Pour les températures de 20°C, 350°C et 540°C, l'identification est réalisée sur un essai de traction avec une seule vitesse de déformation. Les paramètres $K=30$ et $n=10$ sont choisis afin de simuler un comportement plastique, c'est-à-dire indépendant du temps.

Pour les températures allant de 700°C à 900°C, l'identification est réalisée sur un essai de traction avec trois vitesses de déformation.

Au-delà de 970°C, elle est réalisée sur un essai de traction avec trois vitesses de déformation et un ou plusieurs essais de fluage.

La méthode d'identification est la suivante. Une erreur quadratique est calculée entre les courbes simulées et les courbes expérimentales. L'algorithme d'optimisation (Nelder-Mead) minimise cette erreur afin de proposer un jeu de données optimal.

Les données initiales sont celles utilisées actuellement pour les simulations par éléments finis (Tableau 3-1). Les valeurs sont interpolées linéairement lorsque les températures ne correspondent pas. Le module d'Young est nécessaire pour connaître la composante élastique de la déformation. Il est mesuré expérimentalement sur les courbes de traction et correspond aux valeurs de la littérature (§ III.3.3)

III.3.2. Campagne d'essais mécaniques pour l'identification de la loi de comportement

La loi de comportement est identifiée à partir d'essais de traction et de fluage. L'écrasement des isthmes a lieu principalement dans la direction TC. Bien que les résultats précédents montrent que l'anisotropie du matériau est négligeable lors de faibles déformations, il est plus cohérent que l'ensemble des éprouvettes soient prélevées dans cette direction, sur la maquette C. Les éprouvettes ont donc subi un vieillissement thermique (trois heures à 1010°C) par rapport aux tôles de réception.

Ces essais mécaniques doivent permettre d'évaluer avec précision les paramètres de la loi de comportement pour :

- des températures supérieures à 950°C ;
- de faibles vitesses de déformation ($\dot{\epsilon} < 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) ;
- des déformations inférieures à 15%.

(a) Résumé des conditions expérimentales des essais de traction

Le Tableau 3-5 résume les essais conduits (chapitre 2 § IV.2) pour l'identification de la loi de comportement entre 20°C et 1040°C.

Nom	Direction	Essai	Température essai (°C)
TC1	TC	$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	20
T14	SL	$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	350
TC8	TC	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	540
TC2	TC	$\dot{\epsilon} = 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	700
TC3	TC	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	800
TC5	TC	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	900
TC10	TC	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	970
TC6	TC	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	1010
TC11	TC	$\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} / 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	1040

Tableau 3-5 : Essais de traction réalisés pour l'identification du comportement des tôles.

(b) Résumé des conditions expérimentales des essais de fluage

Le protocole de réalisation des essais de fluage, ainsi que la géométrie des éprouvettes axisymétriques, ont été présentés dans le Chapitre 2 (§ IV.2). Le Tableau 3-6 résume les essais conduits pour l'identification de la loi de comportement.

Nom	Charge (MPa)	Température essai (°C)
CF8	16	970
CF5	21	970
CF7	33	970
CF6	51	970

CF4	12	1010
CF1	16	1010
CF2	25	1010
CF3	41	1010
CF10	12 / 22 / 36	1040

Tableau 3-6 : Essais de fluage réalisés pour l'identification du comportement des tôles.

III.3.3. Paramètres matériau entre 20°C et 1040°C

Les valeurs mesurées pour le module d'Young E sont comparées à la littérature (chapitre 1 §III.1) sur la Figure 3-33.

Les valeurs du module d'Young sont cohérentes avec les données du code RCCMRx [8] et de Martinez [17] sur l'acier 316L(N) à l'exception de la température de 900°C pour laquelle le module mesuré est plus faible.

Les limites d'écoulement sont calculées pour une vitesse de déformation de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à partir du jeu de données identifié. Elles sont proches de l'équation obtenue par Tavassoli [18] sur l'acier 316L(N).

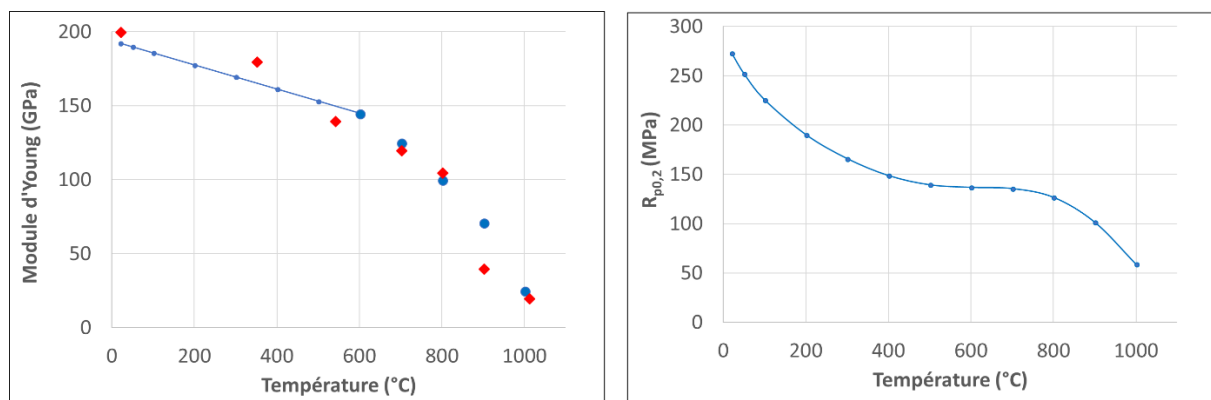


Figure 3-33 : A gauche, les modules d'Young mesurés expérimentalement (rouge) sont comparés aux valeurs de la littérature (bleu) [8],[17]. A droite, les limites d'écoulement à 0,2% calculées pour une vitesse de déformation de $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (valeurs de la littérature [18]).

Les essais de traction et de fluage sont simulés sur ABAQUS pour vérifier la cohérence du nouveau jeu de données. Les courbes obtenues sont comparées aux courbes expérimentales et l'adéquation est bonne.

III.3.4. Validation de l'identification des paramètres matériau

(a) Simulation de l'assemblage par CIC des maquettes A

Les simulations de l'assemblage par CIC des maquettes A6_75, A6_100 et A6_125 sont conduites avec le nouveau jeu de données. Les déformées obtenues sont comparées aux anciennes et à celles mesurées expérimentalement dans la Figure 3-34.

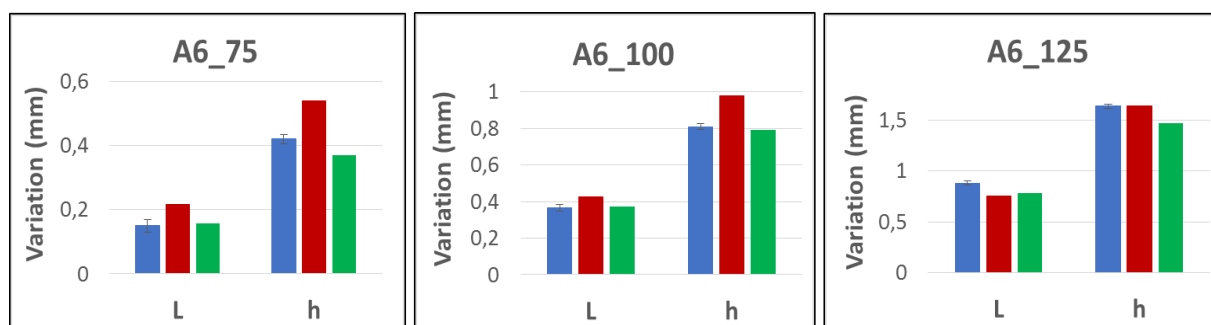


Figure 3-34 : Comparaison des déformées expérimentales (bleu), simulées avec le premier jeu de données (rouge) et avec le nouveau jeu de données identifié (vert).

La prédiction est fortement améliorée pour les cycles à 75 bar et 100 bar. Pour le cycle à 125 bar, la déformée est faiblement sous-estimée. Toutefois, la nouvelle simulation est plus cohérente avec les résultats expérimentaux que l'ancienne avec une sous-estimation identique pour l'élargissement de l'isthme et pour l'écrasement du canal (écart relatif d'environ 10%).

L'amélioration de la loi de comportement permet de réduire l'erreur de prédiction. Les écarts obtenus avec le nouveau jeu de données sont inférieurs ou égaux à 10% pour l'ensemble des cycles ce qui correspond aux attentes pour la précision de la prédiction.

(b) Simulation de l'assemblage par CIC de la maquette Diademo

La simulation concernant la maquette Diademo est conduite avec le nouveau jeu de données. L'évolution de l'écrasement au cours du cycle est présentée sur la Figure 3-35. La déformation a principalement lieu au-delà de 950°C, toutefois la cinétique de fluage est diminuée.

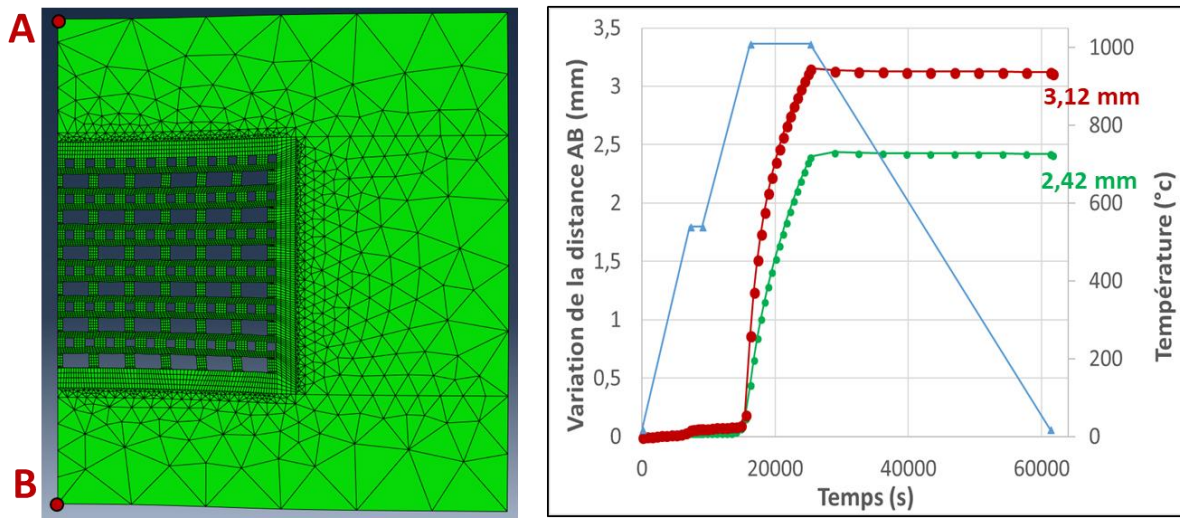


Figure 3-35 : Suivi de l'écrasement au cours du cycle de CIC, simulé avec le premier jeu de données (rouge) et le nouveau jeu de données identifié (vert).

L'écrasement maximal de la structure est de 2,42 mm contre 3,12 mm avec l'ancien jeu de données. Ce résultat est donc plus proche de l'écrasement maximal mesuré expérimentalement (2,3 mm) avec un écart relatif réduit à 5%.

La prise en compte des contacts dans la simulation entraînerait une augmentation de l'écrasement (II.4) qui accentuerait l'écart relatif.

L'hypothèse des déformations planes généralisées est ici une hypothèse forte pour la quantification de l'écrasement puisqu'elle suppose que les canaux sont infiniment longs ; ce qui est faux pour les canaux gaz (en zigzag). Les conséquences sur la déformée sont difficiles à estimer. Des calculs 3D, avec la modélisation des canaux, dans les conditions numériques imposées (type d'éléments, nombre d'éléments par maille, congés...) dans la partie § II.1 sont une perspective d'étude proposée.

III.4. Conclusion

Dans un premier temps, la réalisation de simulations numériques du procédé d'assemblage par CIC a permis d'évaluer l'influence de plusieurs paramètres géométriques, tels que les défauts d'empilement ou encore la prise en compte des congés au fond des canaux, sur les résultats des déformées des échangeurs après assemblage.

Ainsi, il a été mis en évidence qu'une tôle introduite avec un défaut d'empilement (un décalage par rapport aux autres tôles) ne se réalignera pas lors de la CIC, et sera susceptible d'induire une augmentation locale significative de la déformée. Une tôle introduite avec un décalage de 300µm peut provoquer, lors du palier à haute température sous 40 MPa, une augmentation de l'écrasement de canaux type Diademo d'environ 20%. Il est donc nécessaire soit de prendre en compte cet éventuel

décalage dans les calculs, soit de faire en sorte de le maîtriser sur le plan expérimental, par exemple par l'introduction de piges permettant un bon positionnement des tôles entre elles.

Au contraire, les simulations numériques ont montré que le fait de prendre en compte les congés des canaux dans la modélisation induit une diminution d'environ 5% de leur écrasement. Les calculs, qui omettent l'existence de ces congés, sont donc conservatifs.

La prise en compte de l'ondulation des tôles a quant à elle une influence négligeable sur la déformée obtenue numériquement après simulation du cycle de CIC.

Dans un second temps, une étude détaillée du comportement mécanique du matériau a été conduite. La réalisation conjointe d'une vaste campagne expérimentale et la fabrication de maquettes adaptées a mis en évidence qu'à la fois le vieillissement thermique du matériau (à 1010°C pendant 3h au maximum) et son anisotropie en termes de comportement mécanique peuvent être négligés lorsque la déformation reste inférieure à 10%.

Enfin, la réalisation d'essais de traction entre 20°C et 1040°C, et d'essais de fluage entre 970°C et 1040°C, ont permis d'évaluer avec précision les paramètres matériau associés à la loi de comportement élasto-viscoplastique utilisée. Les simulations de l'assemblage des maquettes A et de la maquette Diademo ont alors montré un bien meilleur accord entre les résultats expérimentaux et numériques par rapport à l'ancienne base de données.

Chapitre 4 : Prédiction de la tenue mécanique des interfaces soudées-diffusées

I. Introduction	106
II. Etude expérimentale des interfaces soudées-diffusées.....	107
II.1. Présentation des maquettes réalisées	107
II.2. Caractérisation optique des interfaces	109
II.2.1. Evolution de la géométrie des cavités.....	109
(a) Observations expérimentales.....	109
(b) Mise en évidence expérimentale des mécanismes de fermeture des cavités.....	110
(c) Conclusions sur l'évolution de la porosité résiduelle.....	116
II.2.2. Evolution du taux de surface soudée	117
II.2.3. Franchissement des interfaces.....	118
(a) Évolution de la taille de grains	118
(b) Observation du franchissement	120
(c) Mesure du franchissement	120
II.3. Caractérisation mécanique des interfaces	122
II.3.1. Traction à température ambiante	122
(a) Propriétés mécaniques des interfaces.....	122
(b) Faciès de rupture	124
II.3.2. Résilience à température ambiante.....	125
(a) Valeurs de résilience.....	125
(b) Faciès de rupture	126
II.3.3. Corrélation entre les propriétés mécaniques et le TSS.....	127
II.4. Porosité résiduelle de maquettes avec canaux (maquettes A)	128
II.5. Synthèse de l'étude expérimentale	129
III. Déformation viscoplastique des rugosités au cours de cycle de CIC	130
III.1. Simulation de l'écrasement d'interfaces « réelles »	130
III.2. Influence du profil modélisé	131
III.3. Simulation numérique du soudage des maquettes	132

I. Introduction

Ce chapitre s'intéresse à la problématique de la tenue mécanique des interfaces soudées-diffusées. La tenue en service de l'échangeur de chaleur du réacteur ASTRID est primordiale pour la sécurité des installations. En effet, les fluides circulant dans les canaux sont comprimés à une pression pouvant atteindre 300 bar, ce qui entraîne une sollicitation mécanique importante des interfaces, principalement dans les isthmes. Il n'existe actuellement aucune méthodologie pour estimer la résistance mécanique d'une interface soudée-diffusée en fonction du cycle de CIC appliqué.

Le procédé de fabrication des tôles ainsi que les protocoles de nettoyage et de soudage permettent d'assurer une interface propre, sans poussières ni oxydes. La prédiction de la qualité mécanique des interfaces ne tient donc qu'à la maîtrise des mécanismes de soudage-diffusion et à leur mise en relation avec la tenue mécanique. **La démarche suivie dans les chapitres 4 et 5 est présentée sur le schéma suivant** (Figure 4-1).

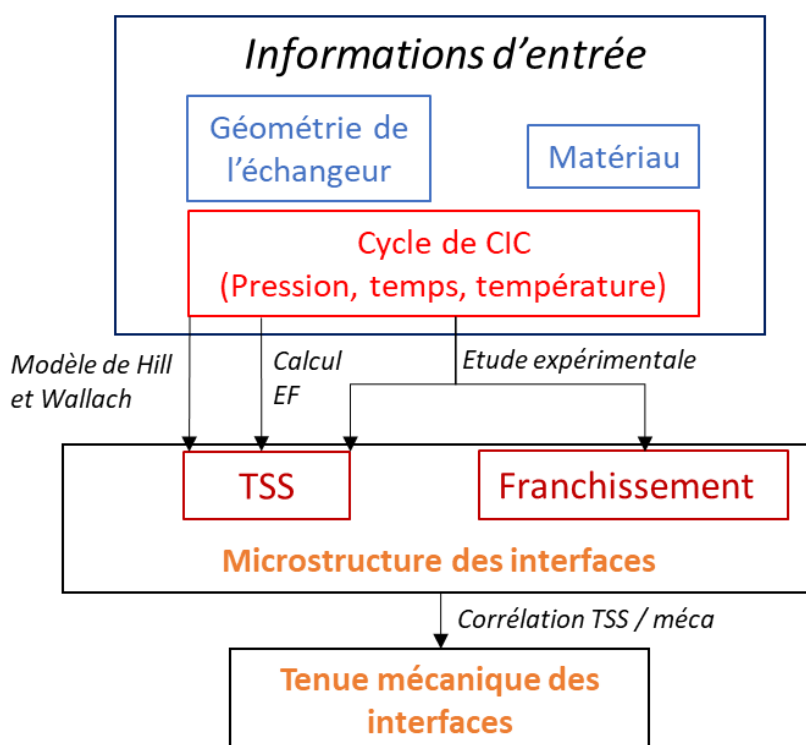


Figure 4-1 : Démarche de prédiction du cycle de CIC pour la tenue mécanique des interfaces.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'*étude expérimentale* de la formation des interfaces soudées-diffusées. D'une part, les **paramètres microstructuraux** (porosité résiduelle, franchissement de l'interface par les joints de grains) sont observés et quantifiés afin de discuter les mécanismes physiques (diffusion et viscoplasticité) intervenant dans la formation d'une interface et, plus particulièrement, dans la fermeture des cavités. D'autre part, les **propriétés mécaniques** des interfaces (résistance à la traction, allongement à la rupture et résilience) sont mesurées dans le but d'établir une corrélation directe avec les paramètres microstructuraux.

Dans la seconde partie, *des calculs par éléments finis* sont utilisés pour quantifier l'effet de la plasticité et de la viscoplasticité sur la cinétique de fermeture des cavités lors des cycles de CIC. Les hypothèses du modèle de Hill et Wallach (cavités elliptiques, déformations planes, pression uniaxiale...) sont discutées à l'aide de calculs par éléments finis.

II. Etude expérimentale des interfaces soudées-diffusées

II.1. Présentation des maquettes réalisées

Un lot spécifique de maquettes (appelées « maquettes E », chapitre 2 §III.2.3) est réalisé pour l'étude des interfaces. Après le soudage, des échantillons de matière y sont prélevés pour l'observation microstructurale des interfaces ainsi que des éprouvettes de traction et de résilience pour la caractérisation mécanique.

De plus, plusieurs maquettes développées pour d'autres études seront utilisées afin d'enrichir les données expérimentales. C'est le cas de :

- la maquette « C » développée dans le chapitre précédent pour la caractérisation du comportement mécanique des tôles ;
- un lot de trois maquettes « N » développé dans la thèse de N. Bouquet [2] dont les résultats de caractérisation mécanique seront utilisés.

Les maquettes sont toutes fabriquées à partir de tôles issues du même lot de matière. Les protocoles d'assemblage et de soudage ont été présentés dans le chapitre 2 partie III. Les principales différences entre les maquettes « C », « E » et « N » sont résumées dans le Tableau 4-1.

	C	E	N
Thèse	M. MAUNAY	M. MAUNAY	N. BOUQUET
Géométrie	200*150*115mm	75*50*55mm	150*100*80mm
Enceinte CIC	Bodycote Haag Winden	Laboratoire LCA	Bodycote Magny Cours

Tableau 4-1 : Différences entre les maquettes C, E et N.

Au total, neuf maquettes sont utilisées dans cette étude. Les tôles sont soudées-diffusées par différents cycles de CIC soigneusement définis. En effet, les interfaces doivent avoir des caractéristiques mécaniques suffisamment variables pour observer clairement l'effet de chaque paramètre du cycle de CIC (pression, temps, température). De plus, les conditions de pression et de temps doivent être adaptées à la problématique industrielle :

- Une pression supérieure à 100 bar qui correspond à la pression minimale applicable dans une enceinte de CIC industrielle ;
- Une durée de palier de soudage proche de trois heures pour assurer l'homogénéité thermique au cœur de l'échangeur [68] dont les dimensions sont conséquentes.

La gamme de température est choisie entre 1010°C et 1100°C car elle permet une croissance de grains et un franchissement de l'interface par les joints de grains [2].

Le Tableau 4-2 présente la pression, la température et la durée du palier de soudage pour chacune des neuf maquettes.

Nom de la maquette	Durée (min)	Température (°C)	Pression (bar)
E1	5	1010	100
E2	180	1010	100
E3	30	1010	100
E4	180	1010	300
E5	180	1050	100
C	180	1010	1000
NA1	180	1040	1000
NA2	180	1100	100
Nref	180	1100	1000

Tableau 4-2 : Paramètres du palier de soudage pour chaque maquette.

❖ Traitements thermiques post-CIC :

Les traitements thermiques post-CIC sont réalisés afin d'obtenir plus d'informations sur la compréhension des mécanismes de diffusion régissant le soudage-diffusion de l'interface. En effet, lors d'un traitement thermique, les propriétés de l'interface peuvent continuer d'évoluer sans que la pression n'intervienne ce qui permet d'étudier le rôle des mécanismes de diffusion en l'absence de mécanismes viscoplastiques.

Des traitements thermiques sont réalisés sur des éprouvettes prélevées dans les maquettes C et E qui sont repérées par la dénomination « TT ». Les températures sont comprises entre 1010°C et 1100°C.

Nom de la maquette initiale	Nom des éprouvettes après TT	TT (°C/min) post-CIC
E1	E1TT	1010 / 175min
E2	E2TT	1100 / 90min
E3	E3TT	1010 / 150min
E4	E4TT	1100 / 90min
E5	E5TT	1100 / 90min
C	CTT45 CTT90 CTT180	1085 / 45min 1085 / 90min 1085 / 180min

Tableau 4-3 : Ensemble des traitements thermiques réalisés.

En comptabilisant les traitements post-CIC, un total de 17 conditions d'élaborations sont étudiées et comparées. Afin de mieux visualiser les points communs et les différences entre ces conditions, elles sont représentées dans un même graphique (Figure 4-2) ayant pour abscisse la température du palier de soudage et pour ordonnée la pression.

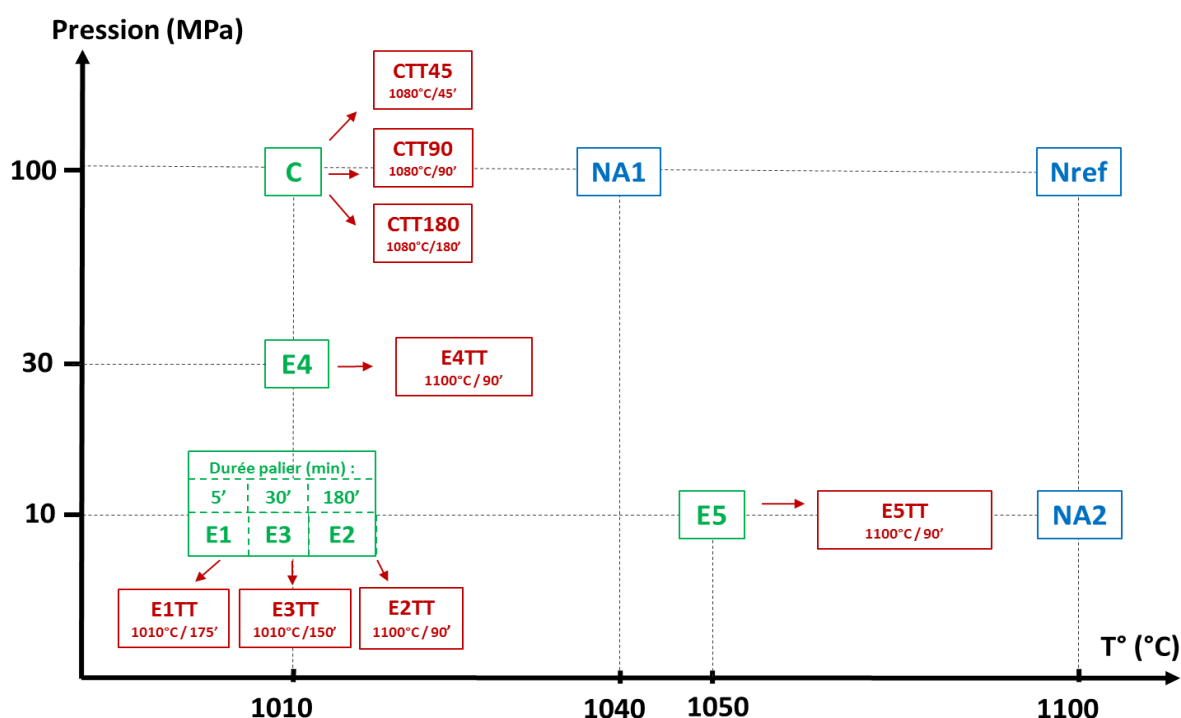


Figure 4-2 : Graphique comparatif des maquettes selon leur palier de soudage (température, pression, durée) et traitements thermiques réalisés après la CIC. Par défaut la durée du palier est de 180 minutes.

Les cadres verts et bleus correspondent respectivement aux maquettes réalisées lors de cette thèse et pour celle de N. Bouquet. Les cadres rouges correspondent aux traitements thermiques post-CIC ; la température et la durée du palier sont indiquées dans chaque cadre.

II.2. Caractérisation optique des interfaces

Les interfaces au sein d'un assemblage soudé-diffusé sont identifiables au microscope optique par la présence d'une porosité résiduelle et d'un alignement des joints de grains. Elles sont potentiellement un point faible pour la tenue mécanique de l'assemblage et leur disparition contribue donc à l'amélioration des propriétés mécaniques.

La « disparition de l'interface » correspond à la fermeture des pores ainsi qu'au franchissement complet par les joints de grains. Par conséquent, l'interface n'est plus distinguable du reste de la microstructure lors de l'observation au microscope optique.

Les différentes maquettes développées permettent d'étudier l'évolution de la porosité résiduelle et du franchissement entre la mise en contact des tôles jusqu'à la disparition complète de l'interface.

II.2.1. Evolution de la géométrie des cavités

Dans le cas d'une interface propre (absence de poussières, d'oxydes...), la porosité résiduelle est le défaut le plus pénalisant pour la tenue mécanique d'une interface [2]. Elle est due à la rugosité non négligeable des tôles mises en contact ($R_a \approx 188$ nm), et se réduit au cours du cycle de CIC grâce aux mécanismes diffusifs et viscoplastiques. Lorsque la pression appliquée, la température ou le temps du cycle ne sont pas suffisants, des cavités résiduelles sont observées le long de l'interface.

Pour comprendre les mécanismes physiques qui interviennent dans la réduction de la porosité, il faut suivre l'évolution de la géométrie de celles-ci. La technique de tomographie X pourrait permettre d'observer les cavités en 3D mais elle ne permet d'observer que des échantillons relativement petits (≈ 1 mm³) avec une résolution de l'ordre du micromètre [84]. Il faudrait donc de nombreuses observations pour assurer la représentativité des mesures sans garantir une précision de mesure suffisante pour les cavités inférieures au micromètre. De ce fait, une méthode par observation 2D des interfaces au microscope optique a été utilisée pour sa facilité de mise en œuvre et sa précision.

Les protocoles de préparation des surfaces, de microscopie et d'analyse d'image employés pour l'observation et la caractérisation des cavités sont décrits dans le Chapitre 2 partie II.4.3.

(a) Observations expérimentales

La chronologie du changement de forme des cavités au cours du soudage-diffusion a été décrite par Zhang [36]. Elle est confirmée sur les interfaces observées au microscope optique InfiniteFocus et présentées Figure 4-3.

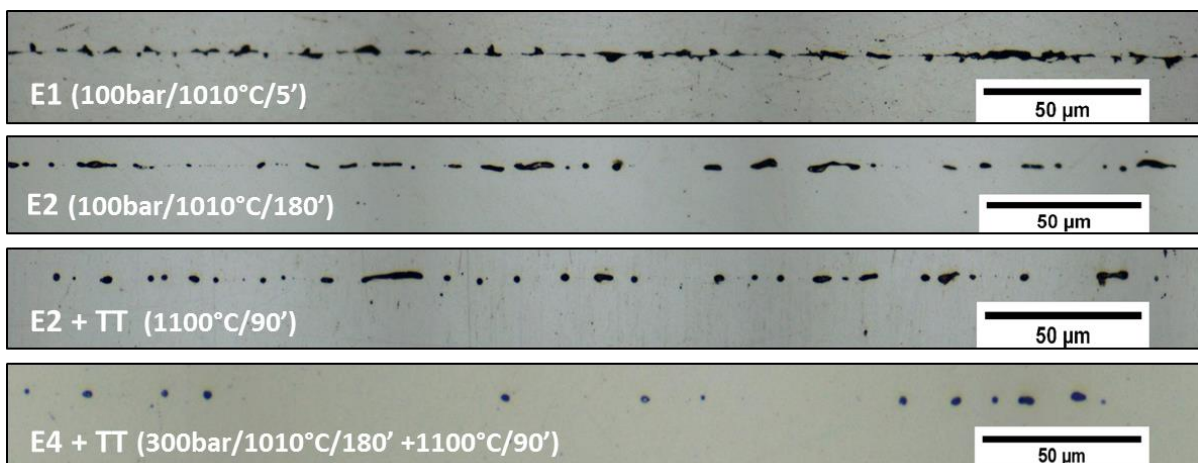


Figure 4-3 : Evolution de la géométrie des cavités observées au microscope optique.

L'échantillon E1 est encore au début du soudage avec des cavités très rapprochées les unes des autres, aux formes irrégulières. Sous l'effet de la diffusion, les bords s'arrondissent, les cavités s'isolent et forment des ellipses plus ou moins allongées (« penny-shape ») visibles sur l'échantillon E2. Pour finir, la géométrie devient circulaire (échantillon E2TT) et le volume des cavités diminue (échantillon E4TT) jusqu'à leur disparition.

Les mécanismes physiques régissant la modification de la géométrie des cavités ont été détaillés dans l'étude bibliographique, chapitre 1 §IV.2.1.

- La *déformation plastique* diminue le volume et modifie la forme des cavités instantanément ;
- La *diffusion depuis la surface* de la cavité transporte la matière des zones à grand rayon de courbure vers les zones à faible rayon, ce qui rend sphérique les cavités au cours du temps tout en conservant leur volume constant ;
- La *diffusion depuis l'interface* transporte la matière depuis l'interface jusqu'au cou de l'ellipse, ce qui diminue le volume et peut modifier la forme des cavités au cours du temps ;
- La *déformation viscoplastique* diminue le volume et peut modifier la forme des cavités au cours du temps.

Pour observer l'importance de chaque mécanisme dans la disparition de la porosité, une analyse est effectuée sur un grand nombre de cavités pour différentes conditions d'élaboration.

(b) Mise en évidence expérimentale des mécanismes de fermeture des cavités

La Figure 4-3 montre que la géométrie 2D des cavités est principalement elliptique avec un grand axe aligné dans la même direction que l'interface (aucune ellipse allongée dans la direction orthogonale à l'interface n'a été observée). Le protocole d'analyse d'image permet de mesurer rapidement la géométrie de toutes ces cavités en les assimilant à des ellipses. Pour chacune d'entre elles, sont calculés :

- le demi grand-axe « *c* » (µm) mesuré dans la longueur de l'interface ;
- le demi petit axe « *h* » (µm) mesuré perpendiculairement à l'interface ;
- l'aire « *A* » (µm²) selon l'Équation 4-1 ;
- le taux de circularité « *C* » (%) selon l'Équation 4-2 ;
- le rayon de courbure « *r_c* » (µm) en pointe du demi-grand axe selon l'Équation 4-3.

$$A = \pi * h * c \quad \text{Équation 4-1}$$

$$C (\%) = 100 * \left(\frac{h}{c} \right) \quad \text{Équation 4-2}$$

$$r_c = \left(\frac{h^2}{c} \right) \quad \text{Équation 4-3}$$

Ces grandeurs sont présentées sur la Figure 4-4 :

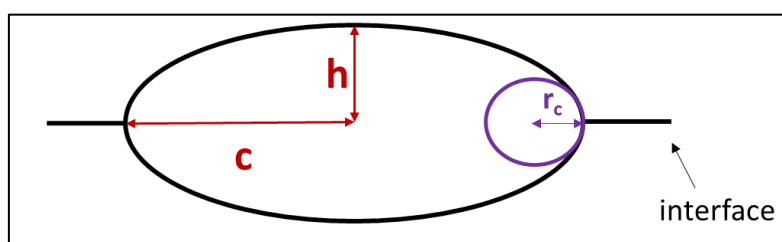


Figure 4-4 : Cavité elliptique avec le rayon de courbure du grand-axe, le demi-petit axe et le demi-grand axe.

Il a été montré que l'observation d'une zone de 4 mm suffit à être représentative de l'échantillon (voir IV.4.3, chapitre 2). Toutefois, pour améliorer la représentativité de l'analyse, chaque échantillon est observé sur une longueur d'interface d'environ 12 mm (trois zones de 4 mm chacune). Le nombre d'ellipses mesurées varie de 500 à 1500 selon les échantillons, ce qui permet d'effectuer une analyse statistique. L'erreur de mesure sur les demi-petits axes et demi-grands axes est d'environ +/- 0,35 µm (voir IV.4.2, chapitre 2).

❖ Evolution du nombre de cavités :

La Figure 4-5 présente le nombre de cavités par millimètre d'interface observée (soit une densité linéique de cavités), pour chaque maquette. La présentation des résultats est la même que pour la présentation des conditions d'élaboration.

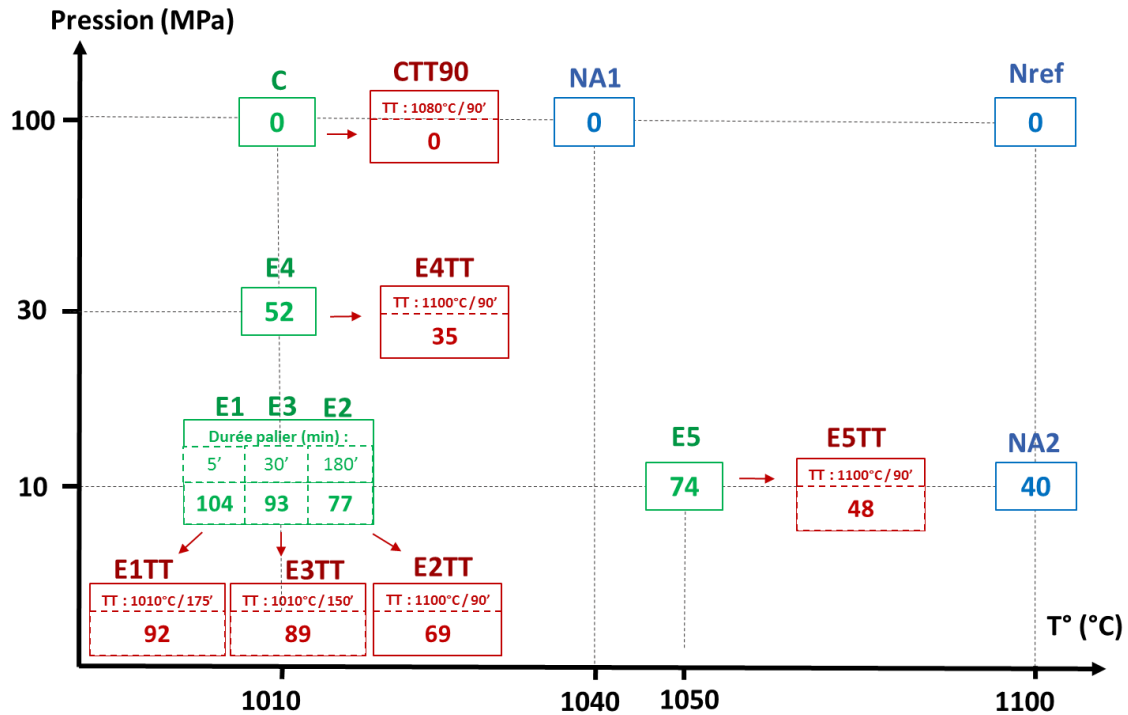


Figure 4-5 : Densité linéique de cavités en fonction des conditions d'élaboration des maquettes.

La densité de cavités est très variable selon les conditions d'élaboration. Pour la maquette E1, elle est de 104 cavités par millimètre d'interface. Il diminue ensuite avec la durée du palier de soudage (93 et 77 pour les maquettes E3 et E2 respectivement) puis avec l'augmentation de la pression (52 pour E4) et de la température (74 puis 40 pour E5 et NA2 respectivement). Les valeurs nulles montrent que dans plusieurs conditions d'élaboration l'interface a totalement disparu. Les traitements thermiques post-CIC permettent aussi une diminution du nombre de cavités.

Cette figure met en évidence que pour ce matériau le processus de fermeture des cavités est gouverné par des mécanismes dépendant à la fois du temps (viscoplasticité et diffusion), de la pression (plasticité, viscoplasticité et diffusion interfaciale) et de la température (plasticité, viscoplasticité et diffusion) sans toutefois que l'un d'entre eux ne soit prépondérant ou négligeable devant les autres.

De plus, cette diminution montre que le fractionnement des cavités, s'il a lieu, est très limité puisqu'il aurait pour conséquence d'augmenter le nombre de cavités. Même s'il semble parfois être observé sur la Figure 4-3, il sera négligé par la suite.

❖ Evolution de l'aire de cavités :

La Figure 4-6 présente l'aire occupée par l'ensemble des cavités par millimètre d'interface observée. Tout comme le nombre de cavités, une diminution de l'aire est observée avec l'augmentation de la température, de la pression et de la durée du palier de soudage ; ainsi que lors des traitements thermiques (flèches rouges). Un premier résultat important est ici confirmé : en l'absence de pression, la diffusion est suffisamment active pour poursuivre la fermeture des cavités, et ce quel que soit l'avancement du soudage. Le rôle de la pression reste toutefois important car les maquettes E1TT, E3TT et E2 ont toutes subi l'équivalent de trois heures de palier à 1010°C, mais celle ayant subi la pression le plus longtemps, E2, présente une réduction d'aire des cavités plus importante.

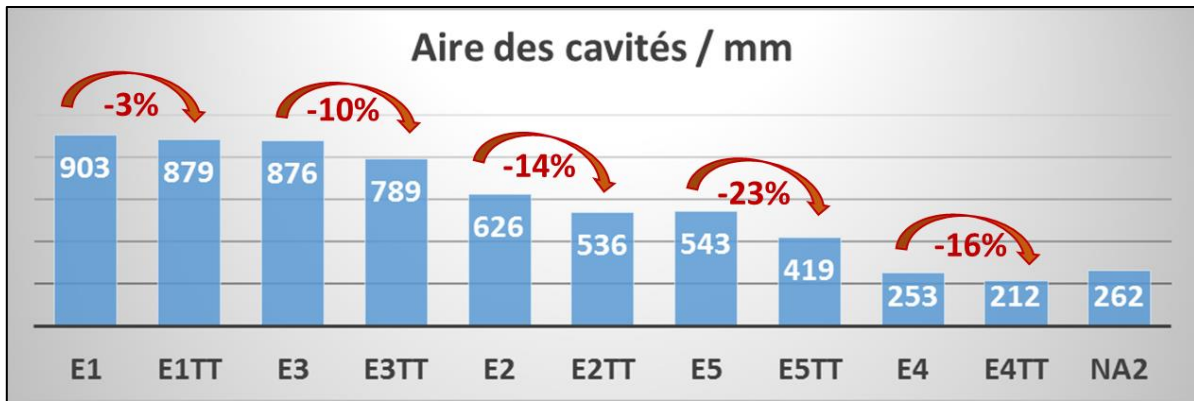


Figure 4-6 : Evolution de l'aire (μm^2) représentée par les cavités par millimètre d'interface observée. Les flèches rouges représentent la diminution lors des traitements thermiques.

La Figure 4-7 présente la répartition des cavités selon leur aire pour cinq maquettes ayant subi uniquement le cycle de CIC. La dispersion de la surface des cavités est ainsi mise en évidence. Les mesures montrent que l'aire peut varier entre 0 et $150 \mu\text{m}^2$, bien qu'au moins 95% des cavités aient une aire inférieure à $30 \mu\text{m}^2$ pour l'ensemble des conditions d'élaboration.

Cette observation soulève la question de l'effet de taille sur l'évolution de la géométrie des cavités : les cavités évoluent-elles de la même manière, qu'elles soient petites ($<5 \mu\text{m}^2$) moyennes ou grandes ($>30 \mu\text{m}^2$) ? Deux réponses sont apportées par cette figure.

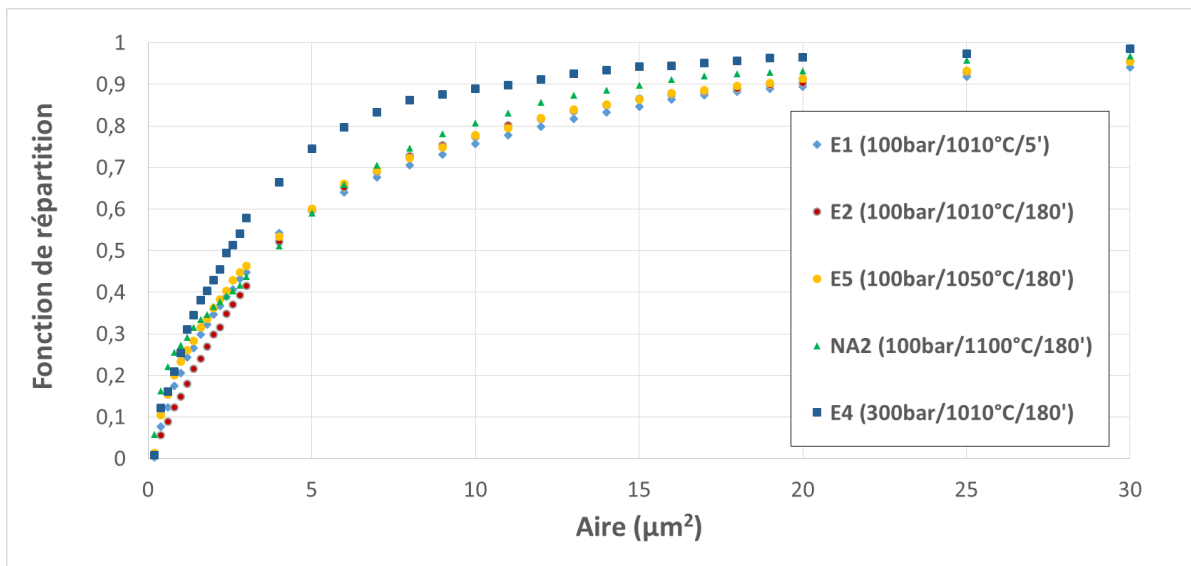


Figure 4-7 : Fonction de répartition de l'aire des cavités

D'une part, en comparant les maquettes dont la pression du palier de CIC est de 100 bar (E1, E2, E5 et NA2), la proportion de « petites cavités » reste relativement stable (60% des cavités font moins de $5 \mu\text{m}^2$) alors que le nombre total de cavités diminue (Figure 4-5) lorsque la durée ou la température du palier est augmentée. Les petites cavités, qui disparaissent, sont donc remplacées par des cavités de taille initialement plus grande dont l'aire a diminué, ce qui signifie bien que l'ensemble des cavités subissent une diminution de leur aire. De plus, les fonctions de répartition se superposent : cette diminution est donc indépendante de l'aire initiale des cavités. Ainsi, la cinétique de fermeture des cavités est approximativement la même pour toutes les cavités lorsque la pression du palier est de 100 bar.

D'autre part, lors de l'augmentation de la pression du palier de CIC (maquette E4) la proportion de petites cavités augmente sensiblement (75% des cavités font moins de $5 \mu\text{m}^2$), ce qui signifie que les cavités les plus grandes ont davantage été affectées.

La Figure 4-8 présente aussi la répartition des cavités selon leur aire pour mettre en évidence l'effet du traitement thermique. La tendance observée est une diminution de la proportion de petites cavités après un traitement thermique. Par exemple pour l'interface E4, 55% des cavités font moins de $3 \mu\text{m}^2$ alors

que pour l'interface E4TT seulement 40% des cavités font moins de $3 \mu\text{m}^2$. Cela signifie que l'aire des petites cavités diminue plus vite que celle des grosses cavités.

Ce résultat s'explique par la *diffusion depuis l'interface* dont le flux est proportionnel à la courbure du cou de l'ellipse (chapitre 1, §IV.2.1(b)). Les petites cavités possèdent un rayon de courbure plus faible, comme le montre la Figure 4-9, ce qui accélère le flux de matière allant de l'interface vers le cou de l'ellipse et diminue leur aire plus rapidement.

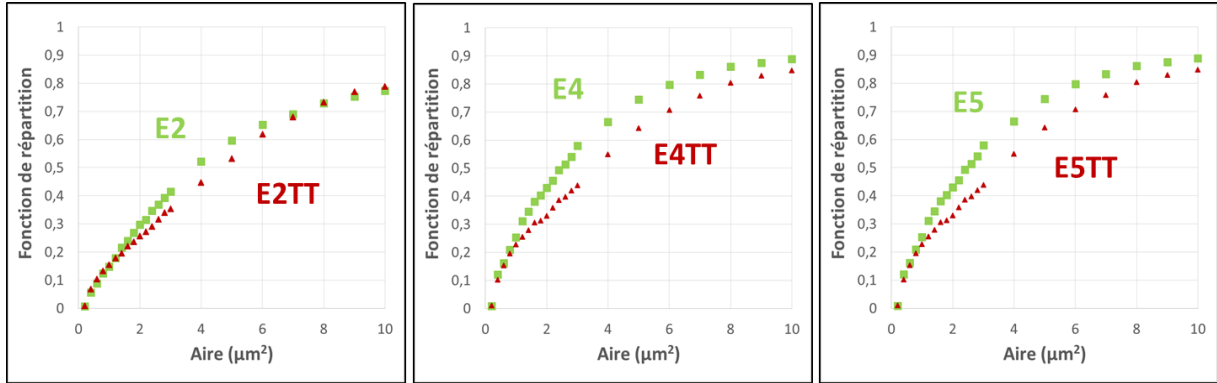


Figure 4-8 : Fonction de répartition de l'aire des cavités.

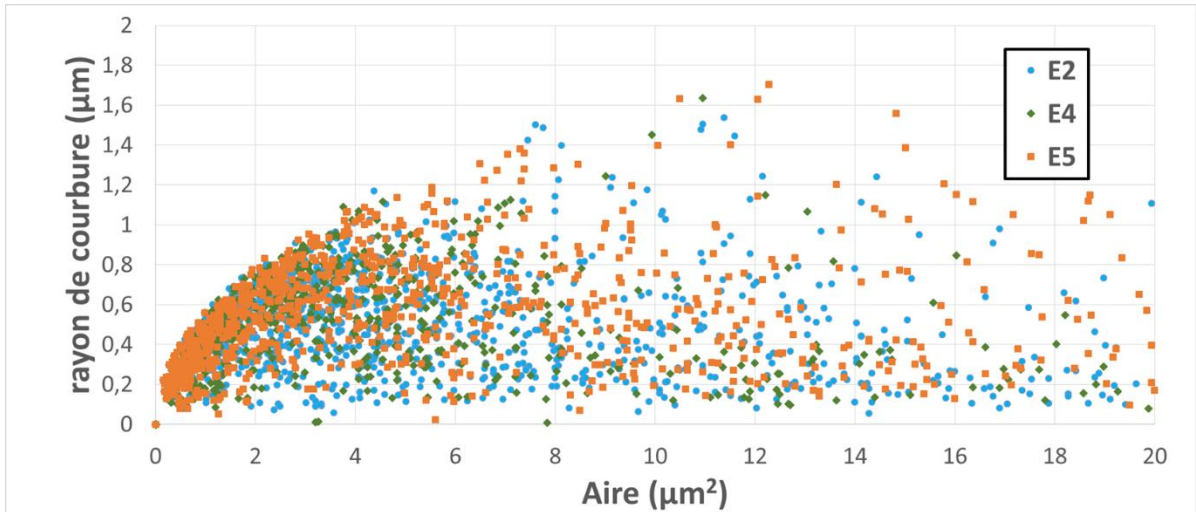


Figure 4-9 : Rayons de courbure « r_c » des cavités en fonction de leur aire, mesurés sur les interfaces des maquettes E2, E4 et E5.

Suivant la pression appliquée, les petites et grandes cavités sont affectées différemment par ces mécanismes :

- A haute pression, une réduction plus importante des grandes cavités induite par *la viscoplasticité* ;
- En l'absence de pression, une réduction plus importante des petites cavités induite par *la diffusion depuis l'interface* ;
- Sous 100 bar, la réduction est approximativement la même pour l'ensemble des cavités.

❖ **Evolution de la forme :**

La Figure 4-10 présente le taux de circularité moyen des cavités selon les différentes conditions d'élaboration. Ce taux augmente avec l'augmentation de la durée (E1, E3, E2), la température (E2, E5, NA2) et la pression (E2, E4) du palier de soudage et lors des traitements thermiques.

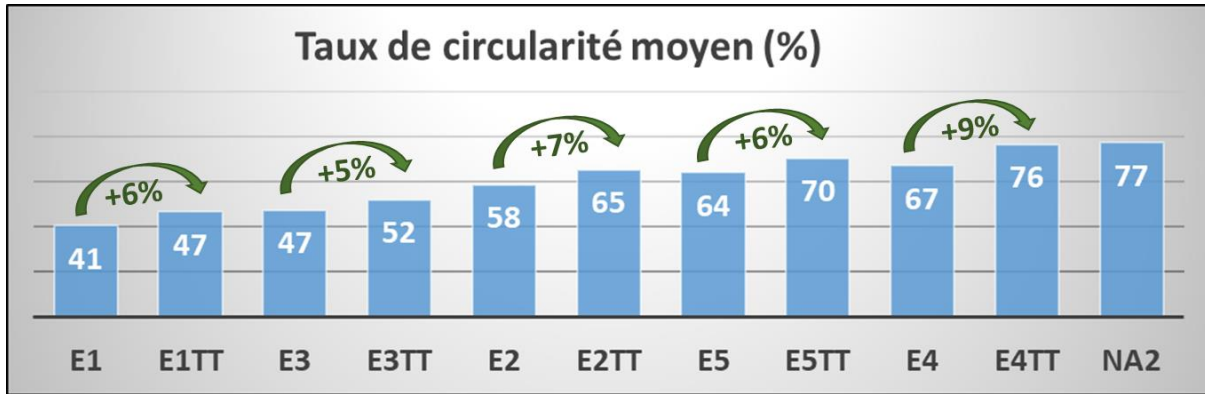


Figure 4-10 : Evolution du taux de circularité moyen (%). Les flèches vertes représentent l'augmentation du taux lors des traitements thermiques.

Un premier phénomène pourrait justifier cette augmentation au fur et à mesure de l'avancement du soudage : la diminution du nombre de cavités (Figure 4-5). Si les cavités à disparaître sont peu circulaires, la moyenne du taux de circularité pourrait augmenter au cours du soudage.

Cette hypothèse est cependant écartée à l'aide de la Figure 4-11 qui représente le taux de circularité des cavités en fonction de leur aire pour trois maquettes différentes. Ce graphique montre que les grandes cavités sont allongées tandis que les petites cavités sont plus circulaires. Comme les cavités les plus aptes à disparaître sont celles dont le volume est le plus petit, le taux de circularité moyen devrait diminuer au cours du cycle de CIC si aucun mécanisme de sphéroïdisation n'intervenait ; ce qui n'est pas le cas. Il y a donc un (ou plusieurs mécanismes) qui favorise(nt) la sphéroïdisation des cavités lors du cycle de CIC.

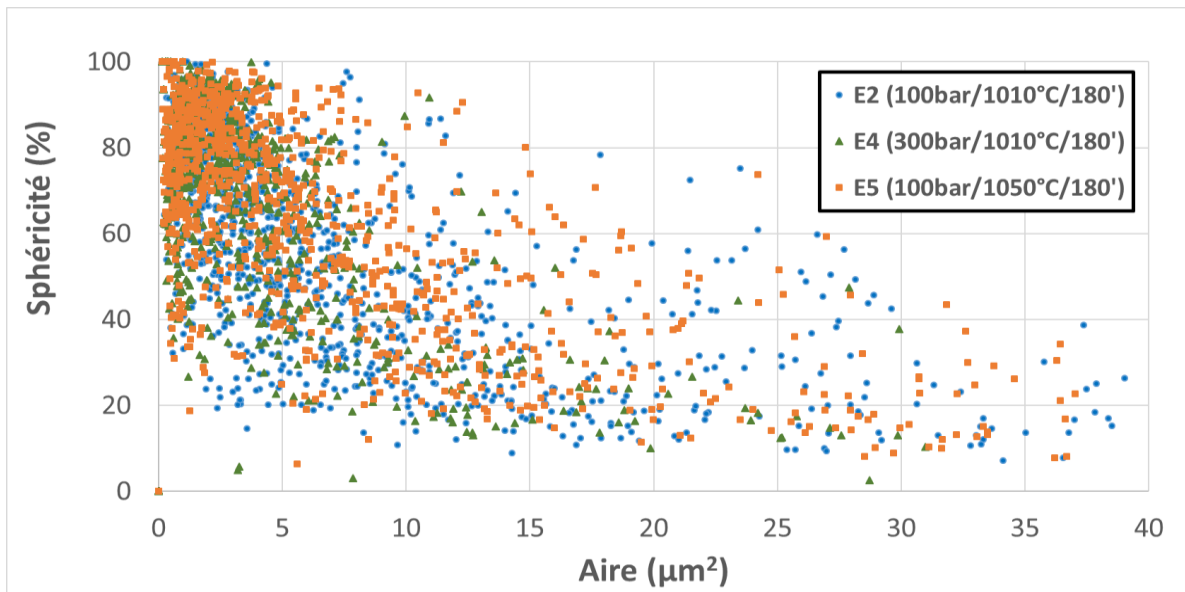


Figure 4-11 : Circularité des cavités en fonction de leur aire.

Les mécanismes susceptibles de rendre les cavités circulaires sont la *diffusion depuis la surface* et la *diffusion depuis l'interface*. La *viscoplasticité*, dans le cas d'une sollicitation en compression, tend au contraire à augmenter l'excentricité des cavités [85]. La Figure 4-10 montre d'ailleurs que lors des traitements thermiques, la sphéroïdisation se poursuit de manière conséquente bien que le mécanisme de *viscoplasticité* soit inactif.

L'étude de l'évolution du demi-petit axe des cavités au cours du soudage permettra d'analyser l'importance de la *diffusion depuis la surface* de la cavité.

❖ **Evolution du demi-petit axe :**

Le Tableau 4-4 résume l'étude de l'évolution de la hauteur des cavités (ou du petit axe puisqu'elles sont assimilées à des ellipses) lors du soudage, et compare chaque maquette E (E1 à E5), avant et

après le traitement thermique post-CIC. En fonction de la hauteur de leur demi-petit axe « h », les classes suivantes vont être analysées afin de mettre en évidence l'effet de la *diffusion depuis la surface* :

- $h < 0.5 \mu\text{m}$ « classe 1 » ;
- $h > 0.5 \mu\text{m}$ « classe 2 » ;
- $h > 1 \mu\text{m}$ « classe 3 » ;

Il faut noter que la classe 3 est une partition de la classe 2. Pour chaque condition d'élaboration, le nombre de cavités par classe est déterminé et rapporté à un millimètre d'interface. Ces valeurs sont présentées dans les trois premières colonnes du Tableau 4-4. La quatrième colonne correspond à la hauteur totale (somme des hauteurs) des cavités appartenant à la classe 3. L'objectif est de suivre l'évolution de « h » lors du cycle de CIC selon les classes.

	Classe 1	Classe 2	Classe 3	H (μm) total /mm ($h > 1 \mu\text{m}$)
E1 (100bar/1010°C/5')	36	68	20	26
E1TT (1010°C/175')	17	75	24	30
E3 (100bar/1010°C/30')	24	69	26	33
E3TT (1010°C/150')	11	78	27	34
E2 (100bar/1010°C/180')	13	65	23	30
E2TT (1100°C/90')	11	58	33	43
E4 (300bar/1010°C/180')	14	38	10	13
E4TT (1100°C/90')	8	27	17	22
E5 (100bar/1050°C/180')	18	56	28	36
E5TT (1100°C/90')	6	42	29	40

Tableau 4-4 : Evolution, selon la classe, du nombre de cavités par mm et de la hauteur totale des cavités de classe 3 (somme des demi-axes de l'ensemble des cavités).

Les résultats précédents ont montré une forte tendance à la diminution du nombre de cavités, et de leur aire, lors des traitements thermiques (Figure 4-5, Figure 4-6). Dans le tableau ci-dessus, il peut être observé que lors d'un traitement thermique :

- le nombre de cavités de classe 1 diminue fortement ;
- le nombre de cavités de classe 2 augmente pour les maquettes E1 et E3 et diminue pour les autres ;
- le nombre de cavités de classe 3 augmente ;
- la somme des demi-petits axes de l'ensemble des cavités de classe 3 augmente.

La *diffusion depuis la surface* est le seul mécanisme capable d'augmenter le demi-petit axe d'une cavité. Elle est en pratique difficile à observer à cause de la diminution de l'aire des cavités, donc potentiellement du demi-petit axe. Toutefois, elle est bien mise en évidence sur les plus grosses cavités puisque le nombre de cavités possédant un demi-petit axe supérieur à $1 \mu\text{m}$ augmente (classe 3). La *diffusion depuis la surface* est alors prépondérante sur les autres mécanismes qui diminuent la taille des cavités.

En revanche, le nombre de cavités de classe 1 diminue fortement. Celles-ci sont, en général, plus petites en volume. Leur rayon de courbure « r_c » est donc plus faible (Figure 4-9) ce qui favorise la *diffusion interfaciale* qui réduit l'aire des cavités.

Pour la classe 2, la diffusion depuis la surface lors du traitement thermique est importante pour les maquettes E1 et E3 (le nombre de cavités augmente entre E1 et E1TT et entre E3 et E3TT). Celles-ci ont un taux de circularité relativement faible, ce qui favorise ce mécanisme. Sa cinétique diminue, lorsque le taux de circularité augmente. Ainsi, pour les maquettes E2, E4 et E5, le nombre de cavités de classe 2 diminue lors du traitement thermique.

Cela explique aussi le fait que, bien qu'une pression soit appliquée, le nombre de cavités de classe 3 augmente entre E1 et E3 (le taux de circularité pour E1 est faible et la cinétique de *diffusion depuis la surface* est élevée), puis diminue entre E3 et E2 (le taux de circularité a augmenté, et la cinétique de *diffusion depuis la surface* a diminué).

Ainsi, le mécanisme de *diffusion depuis la surface* intervient pour l'ensemble des cavités avec une cinétique différente selon leur circularité. Il n'est expérimentalement plus observable (pas d'augmentation de « h ») lorsque les mécanismes de *diffusion interfaciale* (pour les cavités avec un

rayon de courbure élevé par exemple) ou la *viscoplasticité* (aux pressions élevées) deviennent prépondérants.

(c) Conclusions sur l'évolution de la porosité résiduelle

Ces observations expérimentales ont été confrontées aux mécanismes de fermeture de porosité proposés dans la littérature, afin de déterminer l'importance de chacun d'entre eux pour le soudage-diffusion de tôles en acier 316L avec un état de surface 2B. Ces mécanismes sont supposés intervenir dans la fermeture de la porosité lors du soudage diffusion, mais n'ont jamais été spécifiquement étudiés dans le cas du soudage-diffusion par CIC de tôles industrielles. Cette étude, en isolant les mécanismes et en justifiant leur implication dans la fermeture des cavités, participe à la justification de l'utilisation du modèle analytique de Hill et Wallach utilisé dans le chapitre 5. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau 4-5.

Observations	Schématisation	Analyse
<p>Lors d'un TT :</p> <ul style="list-style-type: none"> - les petites cavités sont réduites plus rapidement ; - Les plus grandes présentent une augmentation du petit axe ($h_{2b} > h_{1b}$). 		<p>La cinétique de <i>diffusion depuis l'interface</i> est inversement proportionnelle au rayon de courbure, c'est elle qui est prépondérante sur les petites cavités ($r_{c1} < r_{c2}$). La <i>diffusion depuis la surface</i> est responsable de la sphéroïdisation des cavités et de l'augmentation du demi-petit axe. Elle est prépondérante sur les grandes cavités.</p>
<p>Pour un cycle à haute pression ($P=300\text{bar}$), les grandes cavités sont plus affectées par la réduction d'aire :</p> <ul style="list-style-type: none"> - $A2' \ll A2$; - $A1' < A1$ 		<p>Seule la <i>viscoplasticité</i> explique ce phénomène. Ce mécanisme est donc prépondérant sur les grosses cavités.</p>
<p>Les cavités possèdent des aires et des géométries très variables. Pourtant, à basse pression (100bar), toutes les cavités sont réduites de manière relative semblable. La sphéroïdisation augmente.</p>		<p>Équilibre entre les différents mécanismes : les grandes cavités sont réduites par la <i>viscoplasticité</i> principalement tandis que les petites (rayon de courbure faible) par la <i>diffusion depuis l'interface</i>. la <i>diffusion depuis la surface</i> sphéroïdise les plus allongées.</p>

Tableau 4-5 : Résumé des principaux résultats sur l'évolution géométrique des cavités.

Il faut toutefois noter qu'il est difficile d'isoler certains mécanismes :

- La *plasticité* ne peut être quantifiée grâce aux maquettes réalisées. En effet, aux températures atteintes l'ensemble des mécanismes interviennent simultanément. Une solution pourrait être de mettre en compression uniaxiale les tôles à basse température et d'observer leur rugosité après plastification si le soudage n'a pas débuté.
- La *viscoplasticité* et la *diffusion interfaciale* sont toutes les deux dépendantes de la pression et ne peuvent être dissociées lors des cycles de CIC. En revanche, la *diffusion interfaciale* est bien observée lors des traitements thermiques.

Dans le but de poursuivre la compréhension des mécanismes, des travaux par éléments finis seront menés dans la partie III sur la contribution de la *plasticité* et de la *viscoplasticité*. De plus, le modèle analytique utilisé dans le chapitre 5 modélisera la contribution respective de chacun des six mécanismes.

II.2.2. Evolution du taux de surface soudée

Le taux de surface soudée (TSS) est le paramètre choisi pour caractériser et comparer la porosité résiduelle de différentes interfaces. Ce paramètre sera utilisé dans le but de créer un lien entre les paramètres du cycle de CIC et la tenue mécanique des interfaces mesurées dans la partie suivante. En effet, plusieurs études ont déjà mis en évidence le rôle prépondérant de ce paramètre dans l'amélioration de la tenue mécanique d'une interface [2], [32].

Le TSS est défini comme le rapport de la longueur de matière en contact sur la longueur totale d'interface observée (Figure 4-12 et Équation 4-4). Ce terme suppose donc que les surfaces en contact sont soudées, ce qui est une hypothèse forte. Cependant, les observations MEB des interfaces réalisées sur certains échantillons (voir chapitre 2 partie IV.4) n'ont pas montré d'ouvertures inter-cavités qui pourraient apparaître (suite à la baisse de pression) après un cycle de CIC si les zones en contact n'étaient pas bien soudées. Dans les conditions de CIC de cette étude, cette hypothèse est justifiée.

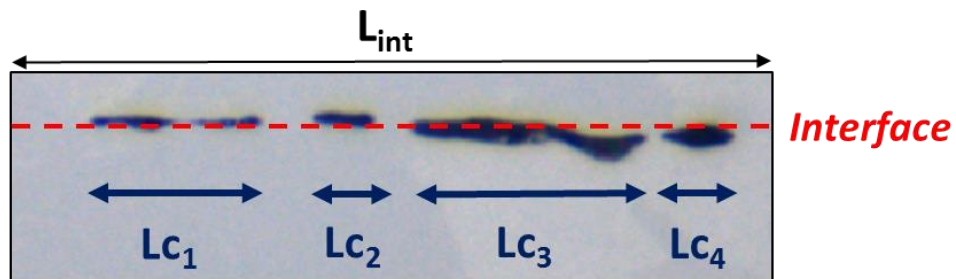


Figure 4-12 : Illustration du calcul du Taux de Surface Soudée (TSS).

$$TSS (\%) = 100 * \left(1 - \frac{\sum_i L_{C_i}}{L_{int}} \right) \quad \text{Équation 4-4}$$

Avec :

- L_{C_i} la longueur de la cavité i (m) ;
- L_{int} la longueur totale d'interface (m).

Les résultats des mesures des TSS effectuées sur l'ensemble des échantillons sont présentés Figure 4-13.

Le TSS est très variable selon les conditions d'élaboration. Pour la maquette E1, il est de 38% ce qui assure tout de même une tenue mécanique de l'assemblage suffisante pour permettre l'usinage des échantillons. Il est probable qu'un TSS inférieur rendrait l'usinage des échantillons délicat.

Le TSS augmente avec la durée du palier de soudage (45% et 64% pour les maquettes E3 et E2 respectivement) puis avec l'augmentation de la pression (84% pour E4) et de la température (71% puis 87% pour E5 et NA2 respectivement).

Le TSS atteint 100% pour les maquettes C, NA1 et Nref soit une disparition totale de la porosité pour les cycles avec une pression de palier de 1000 bar. Quelques cavités sont encore observables au microscope optique mais elles restent très isolées et couvrent une longueur inférieure à 0.5% (soit $TSS > 99,5\%$). Ainsi, à ces températures, une pression élevée, supérieure à 100 bar, paraît être une condition nécessaire à la disparition de la porosité résiduelle, pour une durée de pallier raisonnable.

De plus, les traitements thermiques post-CIC permettent d'augmenter le TSS (+4% à +9% selon les maquettes).

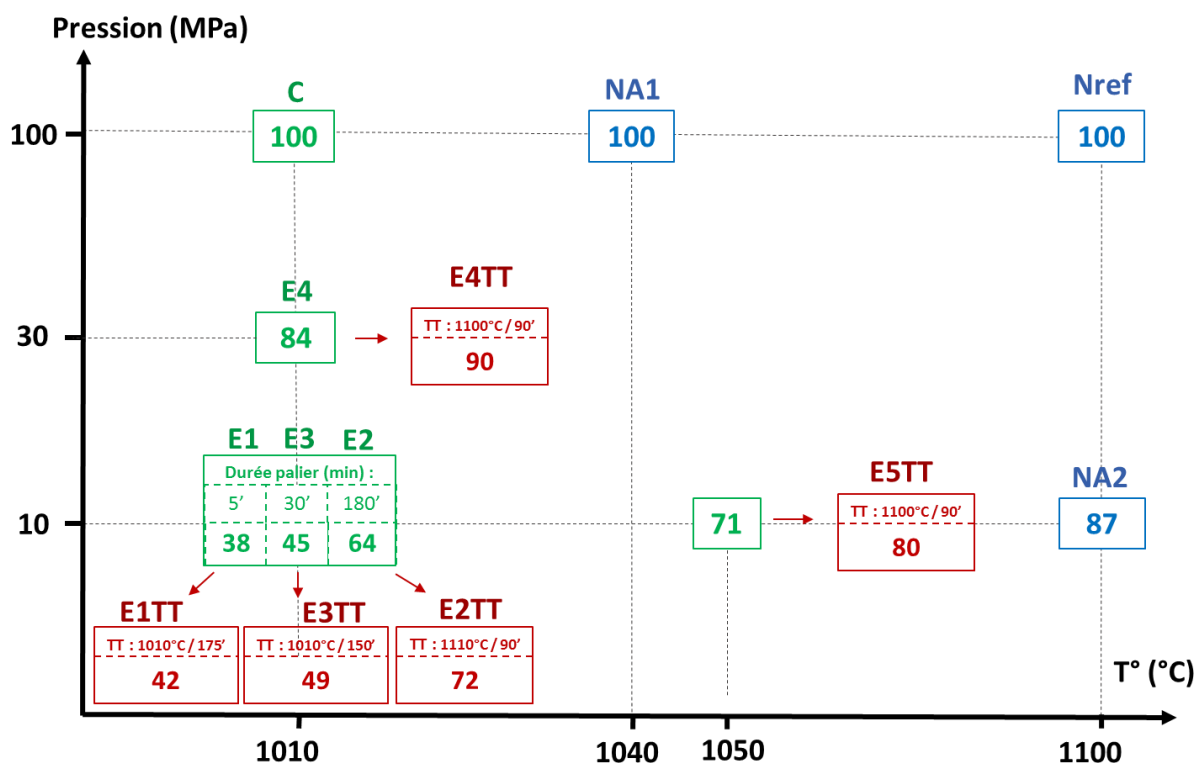


Figure 4-13 : Comparaison des taux de surface soudée (%).

II.2.3. Franchissement des interfaces

Le franchissement de l'interface par les joints de grains est la seconde étape permettant la disparition de l'interface et donc la réalisation d'une jonction saine. Les mécanismes intervenant dans le franchissement, présentés dans le chapitre 1 § IV.3, sont : la *migration aux joints triples* et la *migration induite par la déformation* puis la *croissance de grains* [32].

Dans un premier temps la cinétique de croissance de grains lors des cycles est observée.

(a) Évolution de la taille de grains

La croissance de grains dans les aciers 316L est observable pour des températures supérieures à 1010°C [2], ce qui est le cas lors des cycles de CIC ou des traitements thermiques appliqués. La mesure de la taille de grains est réalisée selon le protocole décrit dans le chapitre 2 § II.4.

Les micrographies de la Figure 4-14 mettent en évidence les différentes vitesses de croissance de grains (chapitre 2 § II.4). L'échantillon E3TT montre que la croissance est très limitée lors des cycles de CIC et traitements thermiques à 1010°C (le diamètre de grains moyen reste de 16 µm environ). A 1100°C, la croissance des grains est importante. Après un maintien de 90 minutes, le diamètre moyen a été multiplié par 4 (E4TT) avec une croissance anormale limitée. Cette dernière est en revanche observable aux températures intermédiaires sur l'échantillon E5 qui a subi un cycle de CIC à 1050°C. Ces observations confirment celles de Bouquet sur ces mêmes tôles [2].

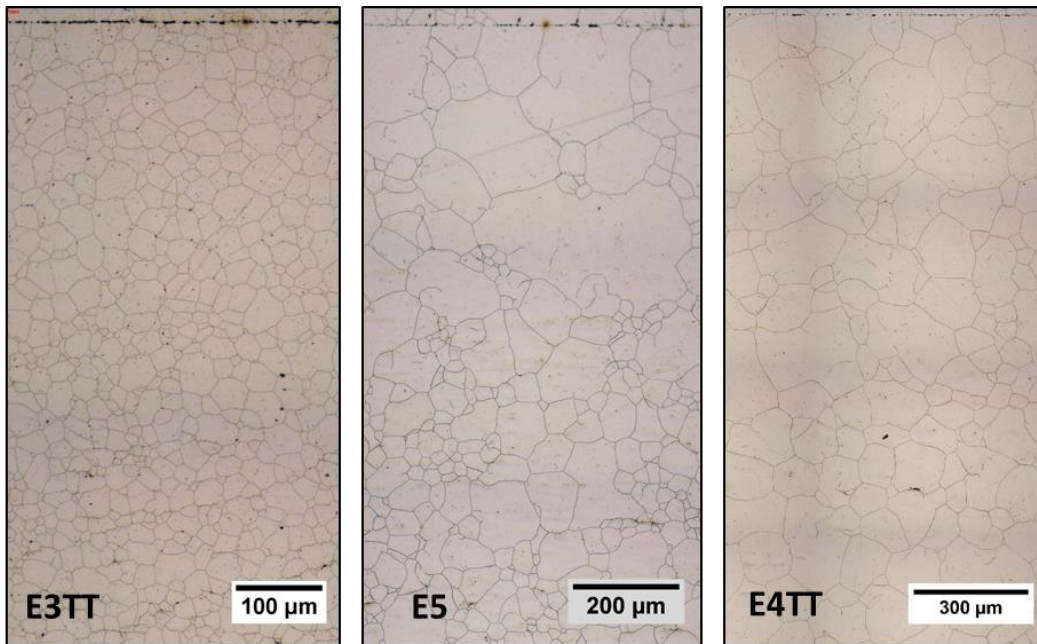
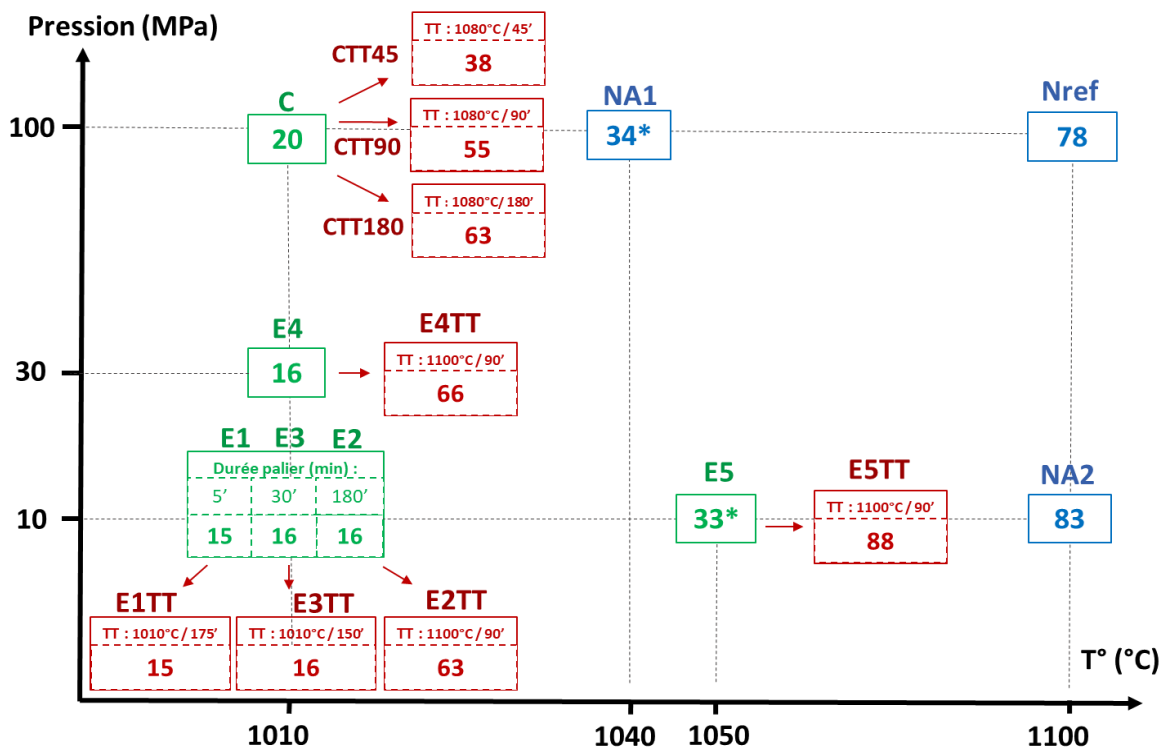


Figure 4-14 : Observation du grossissement des grains au microscope optique.

Les tailles de grains mesurées sont reportées sur la Figure 4-15.



* Observation de croissance anormale

Figure 4-15 : Comparaison des diamètres moyens équivalents des grains (μm).

Toutefois, il semble que la température réelle vue par les maquettes E, assemblées dans l'enceinte du laboratoire, ait été légèrement inférieure à la consigne.

En effet, les maquettes E2 et E4 présentent une taille de grain plus faible (16 μm) que la maquette C (20 μm) alors que leur palier de soudage est identique. Ce constat est confirmé en comparant la maquette E5 (trois heures à 1050°C) dont le diamètre moyen de grains (33 μm) est similaire à celui de la maquette NA1 (trois heures à 1040°C) qui a subi le cycle de CIC en enceinte industrielle. La température des pièces en enceinte industrielle est contrôlée avec des thermocouples en contact. Pour l'enceinte du laboratoire, les thermocouples sont à l'intérieur de l'enceinte, mais ne touchent pas la

pièce, ce qui peut justifier une possible différence entre la température mesurée et celle réelle de la pièce. D'après les observations précédentes, il est possible qu'un écart de 10°C environ sur les températures réelles soit présent.

Lors des cycles et traitements thermiques réalisés à 1100°C, le diamètre moyen des grains augmente rapidement et toujours conformément aux résultats de Bouquet [2]. Pour les traitements thermiques effectués dans le four Pyrox, la température des pièces a été contrôlée à l'aide de thermocouples en contact : la consigne a donc été respectée.

(b) Observation du franchissement

La Figure 4-16 présente les interfaces des maquettes E2 et E4TT. Les mécanismes de franchissement proposés sont observés sur chacun des échantillons et la *migration aux joints triples* est plus importante que la *migration induite par la déformation*. Toutefois, ces deux mécanismes permettent un franchissement de seulement quelques micromètres de l'interface, et celle-ci reste donc toujours observable au microscope optique. C'est la *croissance de grains* qui permet aux joints de grains de dépasser significativement l'interface (échantillon E4TT et C). Lorsque le grossissement anormal est important, comme sur la maquette C, le franchissement devient hétérogène avec des zones fortement franchies et d'autres, au contraire, très peu. Sur l'échantillon E5, un phénomène de blocage du franchissement par les cavités est observé. Cet « effet Zener » [86], se traduit par une diminution du mouvement des joints de grains du fait de la présence des pores qui exercent une force d'ancrage.

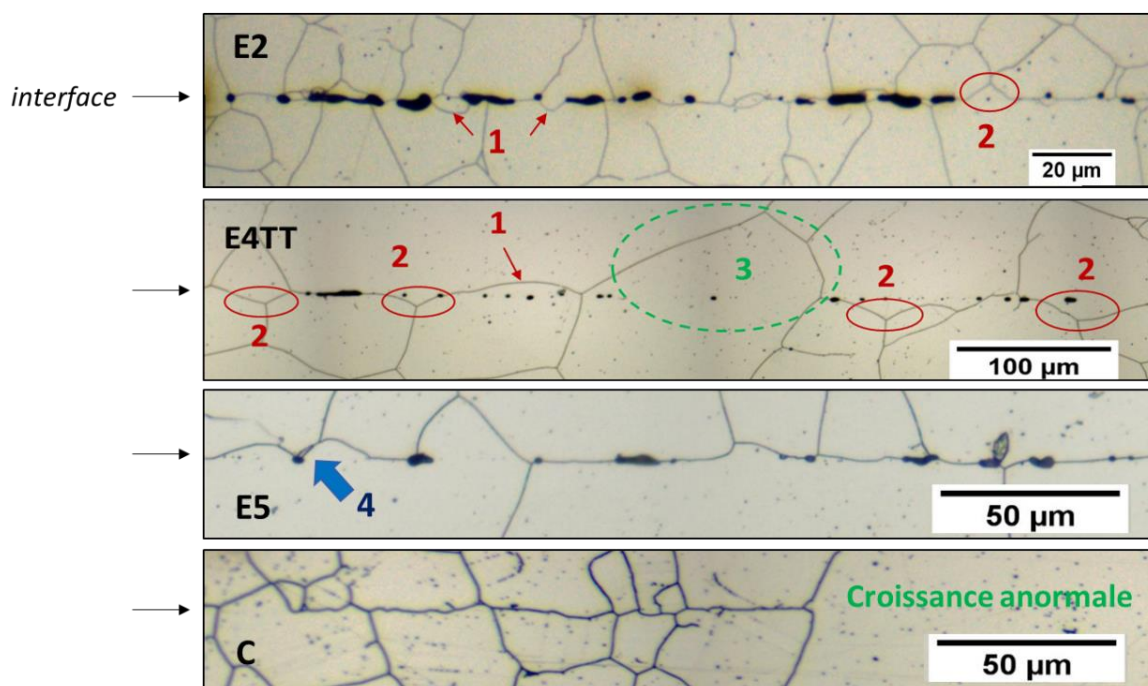


Figure 4-16 : Observation au MO des mécanismes de franchissement (1 : franchissement induit par la déformation, 2 : aux joint triples, 3 : par croissance de grains) et de l'effet Zener (4).

(c) Mesure du franchissement

Afin de quantifier le taux de franchissement de l'interface, la grandeur suivante est proposée : distance minimale entre le joint de grain et l'interface. Si cette distance est supérieure à 5 µm, l'interface est considérée franchie par le joint de grain comme illustré sur la Figure 4-17. Ce choix est un compromis entre une valeur :

- élevée pour que le joint de grains soit bien distinguable de l'interface et des cavités lors de l'observation au microscope optique;
- faible pour observer du franchissement avec peu de croissance de grains.

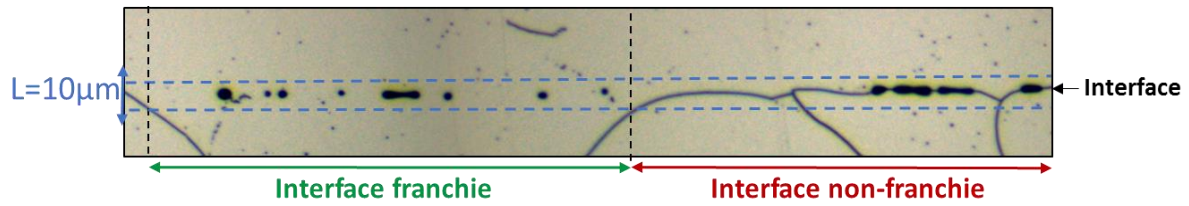


Figure 4-17 : Définition du franchissement de l'interface.

Pour ce faire, un protocole a été présenté dans le chapitre 2 partie IV.4. Il permet de calculer la longueur d'interface franchie par traitement de l'image. Pour chaque maquette, deux interfaces sont observées sur une longueur de 2 mm. La Figure 4-18 présente les résultats obtenus.

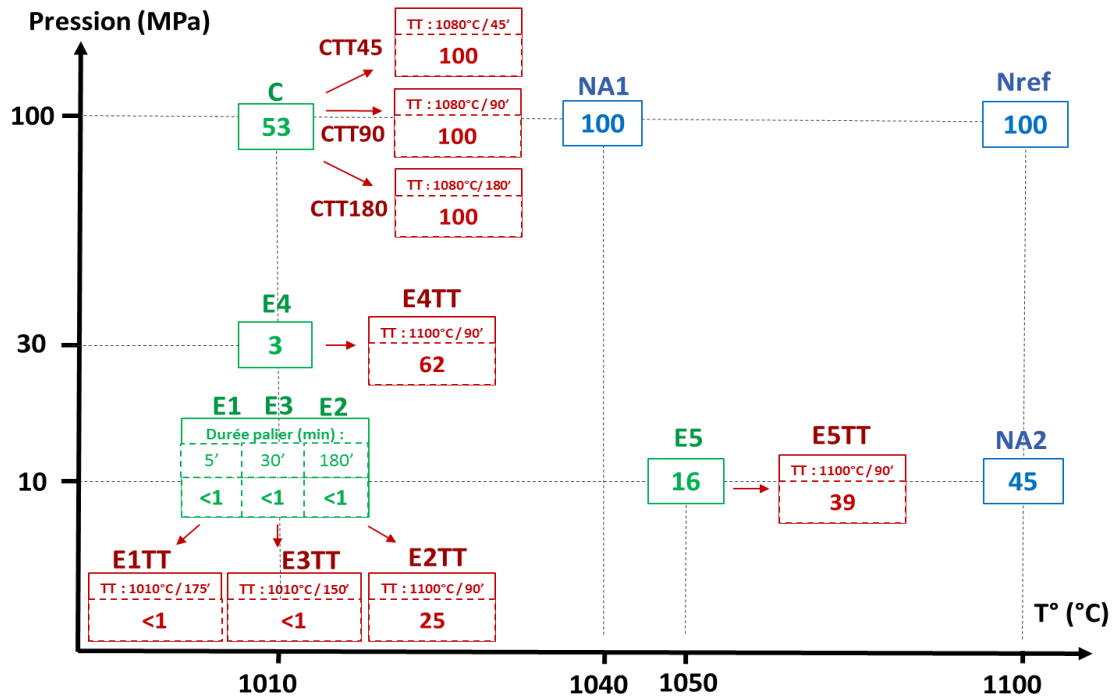


Figure 4-18 : Comparaison du franchissement (%) selon les conditions d'élaboration des interfaces.

Pour les échantillons CTT, NA1 et Nref, le taux de franchissement mesuré est de 100%. Cela correspond à une interface qui n'est plus observable au microscope optique. La microstructure est alors homogène (sans tenir compte de la croissance de grains anormale) dans le matériau.

Le franchissement est très variable selon les conditions d'élaboration, et il n'est pas directement corrélé à la température ou à la taille de grains moyenne. Ainsi, l'échantillon C possède un franchissement plus important que l'échantillon NA2 alors que sa croissance de grains est beaucoup plus limitée (20 μm et 83 μm respectivement). L'explication la plus probable est la différence de quantités de pores résiduels entre les maquettes, qui influe fortement sur le franchissement par *effet Zener*. Pour la maquette C, plus aucune cavité n'est observable à l'interface, les joints de grains sont libres de se déplacer sans obstacles contrairement à la maquette NA2 dont le TSS est de 87% seulement.

Cet *effet Zener* joue un rôle très important lorsque la porosité résiduelle est présente. Ainsi, les échantillons E2TT et E5TT ont un taux de franchissement assez faible (25% et 39% respectivement) malgré un fort grossissement de grains (63 μm et 88 μm respectivement).

La comparaison des maquettes E4TT et NA2 montre un autre résultat important. Ces deux maquettes ont des TSS proches (90% pour E4TT et 87% pour NA2, Figure 4-13). En revanche, le franchissement est plus élevé pour E4TT (62% contre 45%) alors que sa taille de grains moyenne est plus faible (66 μm contre 83 μm). Il est donc favorable d'avoir réduit la porosité avant le début de la croissance de grains. Si les deux phénomènes se déroulent simultanément, le franchissement ne débutera pas avant que la porosité ait été réduite : la croissance a lieu de part et d'autre de l'interface mais le joint n'est pas franchi.

La modélisation du franchissement de l'interface n'a pas été entreprise dans cette étude. Cependant, les résultats expérimentaux illustrent la complexité de la problématique puisqu'un tel modèle devra prendre en compte :

- *l'effet Zener* aux interfaces induit par les cavités dont la quantité et la forme évolue lors du soudage-diffusion ;
- le phénomène complexe de croissance anormale des grains, déjà présent au cœur du matériau, et affecté à l'interface par la présence des cavités.

Le CEA et le laboratoire CEMEF (Sophia Antipolis) travaillent actuellement sur le développement de modèles utilisant la méthode Level-Set pour modéliser le franchissement des interfaces dans ce contexte.

II.3. Caractérisation mécanique des interfaces

La caractérisation de la tenue mécanique d'une structure dépend des propriétés recherchées : résistance à la traction (à l'ambiante et/ou à chaud), fatigue, fluage, cisaillement, résilience... Dans le cadre de ce travail, il a été choisi de considérer les propriétés de traction et de résilience à température ambiante. Ces essais sont complémentaires en ce qui concerne l'étude des interfaces soudées. En effet, il a été montré que l'essai de traction est plus discriminant que l'essai de résilience pour les interfaces mal soudées et réciproquement pour les interfaces suffisamment bien soudées ([2], [87]). De plus, les spécifications imposées par le code RCC-MRx pour les aciers inoxydables concernent la traction à température ambiante (limite d'élasticité, contrainte maximale et allongement), la résilience à TA et la limite d'élasticité à chaud. Il est nécessaire de connaître ces caractéristiques mécaniques pour appliquer la méthodologie développée aux échangeurs du réacteur ASTRID.

II.3.1. Traction à température ambiante

Comme indiqué au chapitre 2 partie IV.2, ces essais sont réalisés à une vitesse de déformation de $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les grandeurs discutées (à savoir la contrainte maximale à rupture et l'allongement) sont issues de courbes conventionnelles.

(a) Propriétés mécaniques des interfaces

La contrainte maximale (ou résistance à la traction « Rm ») et l'allongement à la rupture sont présentés en Figure 4-19 et Figure 4-20. Ces valeurs sont des moyennes obtenues sur trois essais à l'exception des conditions E4TT et E5TT (deux essais seulement). La répétabilité des essais est bonne (+/- 5 MPa pour les interfaces les plus fragiles jusqu'à +/-20 MPa pour les plus résistantes).

Pour l'ensemble des essais, la rupture a lieu dans le domaine plastique et dans la zone utile à l'exception des éprouvettes E1 qui ont toutes rompu sur une interface située dans un congé. Ce phénomène est lié à une localisation de la contrainte dans les congés lors de la déformation élastique.

Les allongements à la rupture vont de 0,1% pour les éprouvettes E1 jusqu'à plus de 95% pour les éprouvettes CTT90. Les contraintes maximales sont comprises entre 215 MPa (éprouvette E1) et 588 MPa (éprouvette C). En comparaison, les propriétés en traction dans le plan des tôles sont de 620 MPa pour 75% d'allongement à l'état laminé et de 530 MPa pour 100% d'allongement après traitement thermique (90 minutes à 1100°C). Ces caractéristiques sont atteintes par les échantillons E4TT, C, CTT90, NA1 et Nref. Leur point commun est une pression du palier de CIC supérieure ou égale à 300 bar. L'aspect discriminant de l'essai de traction pour les interfaces mal soudées est mis en évidence. En revanche, lorsque le TSS dépasse 80%, il devient plus difficile de différencier la tenue des interfaces par cet essai. Au-delà de cette valeur, la mesure de la résilience permet d'obtenir des informations supplémentaires (II.3.2).

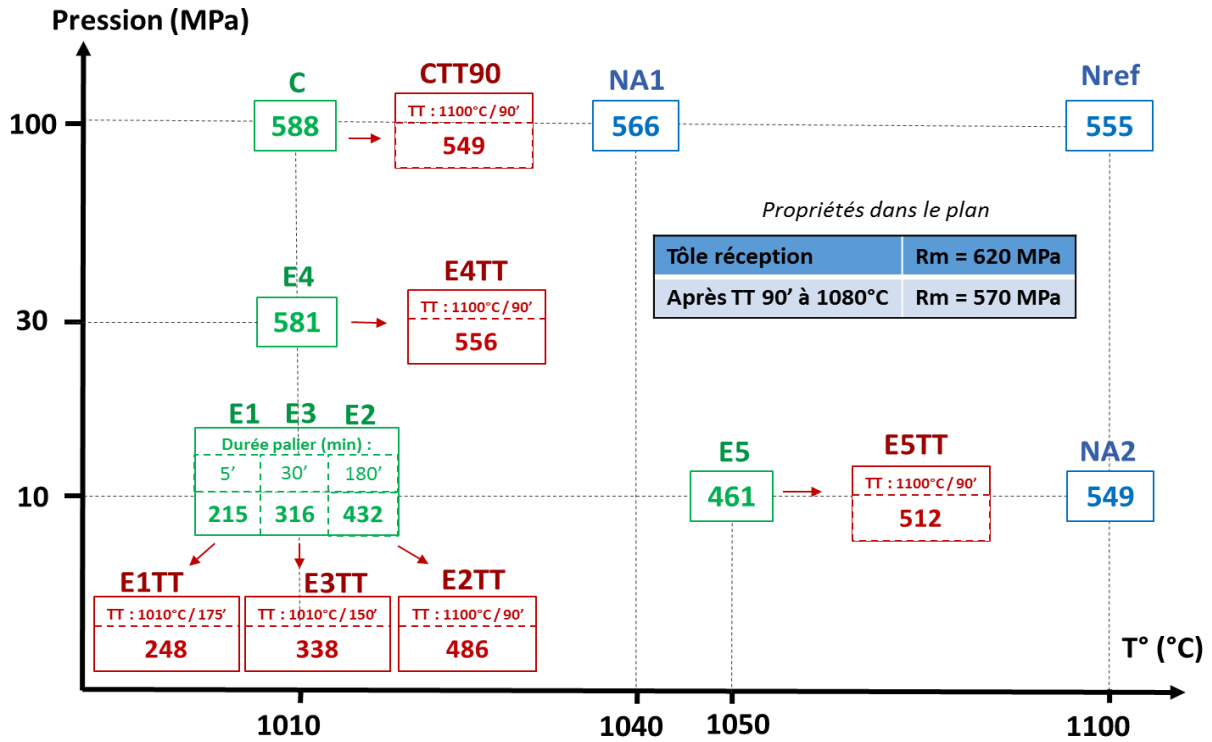


Figure 4-19: Comparaison des contraintes maximales "Rm" (MPa) dans la direction TC.

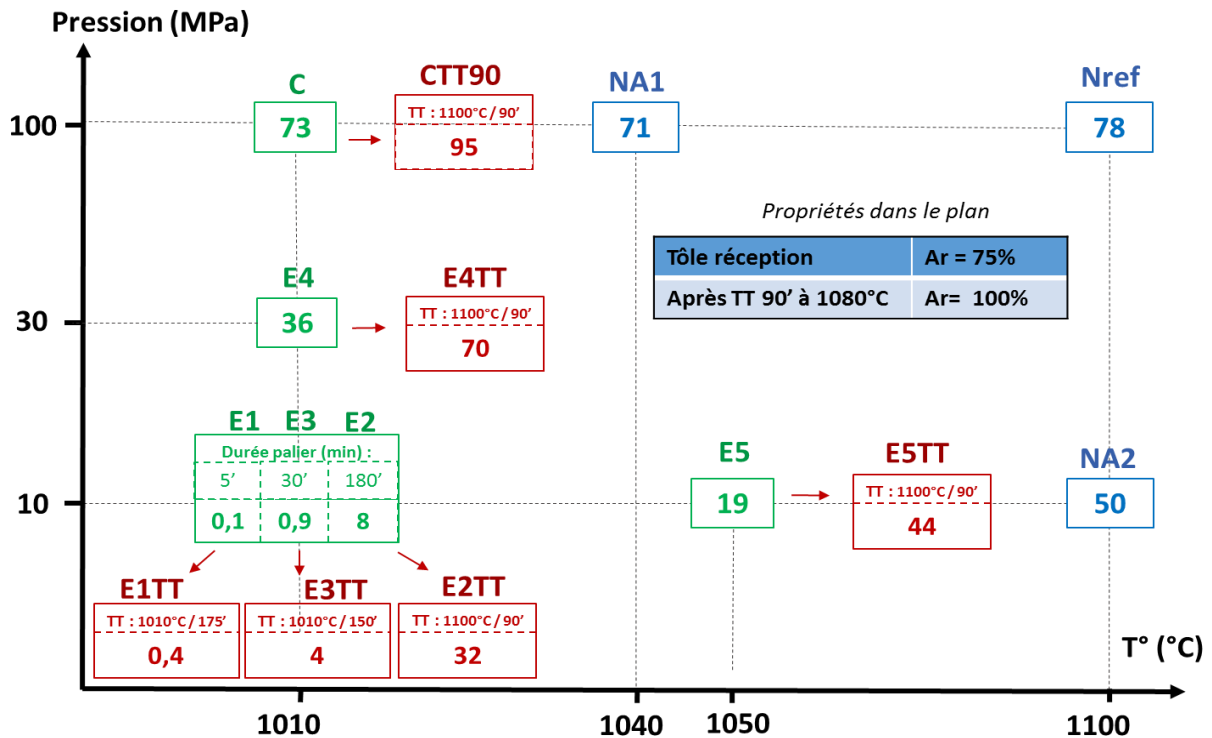


Figure 4-20 : Comparaison des allongements à rupture « Ar » (%)

Ces deux figures mettent clairement en évidence une amélioration de la résistance à la traction avec l'augmentation de la durée de palier (échantillons E1, E2 et E3), de la pression (E2, E4 et C) et de la température (E2, E5 et NA2). Les traitements thermiques, post-CIC, réalisés sur les maquettes E1, E2, E3 et E4 améliorent aussi à la fois la contrainte maximale et l'allongement à rupture.

Pour les tenues mécaniques élevées obtenues lors des cycles à pression élevée (E4 et C), l'augmentation de la température au-delà de 1010°C a pour conséquence une amélioration importante de l'allongement à rupture au détriment de la contrainte maximale (échantillons E4TT, CTT90, NA1 et Nref). L'adoucissement du matériau provient alors de la croissance de grains observée sur ces échantillons (partie II.2.3(a)).

(b) Faciès de rupture

Les faciès de rupture de ces éprouvettes de traction sont présentés dans la Figure 4-21. Les échantillons E1(TT), E2(TT), E3(TT), E5(TT) et E4 ont tous des allongements à rupture inférieurs à 50% (maximum 36% pour E4) contre 75% dans le plan de la tôle. L'observation au microscope optique 3D de l'échantillon E4 met en évidence un faciès plan, caractéristique d'une rupture au niveau d'une interface. Il en est de même pour les autres échantillons précédemment cités.

En revanche, les faciès de rupture des échantillons E4TT, C, CTT90, NA1, Nref présentent une striction importante et l'interface n'est plus reconnaissable (Figure 4-21) : elle ne constitue plus un point faible de l'assemblage.

Enfin, l'échantillon NA2 présente aussi une striction importante, mais son allongement à rupture relativement faible laisse supposer que la rupture a tout de même eu lieu à l'interface.

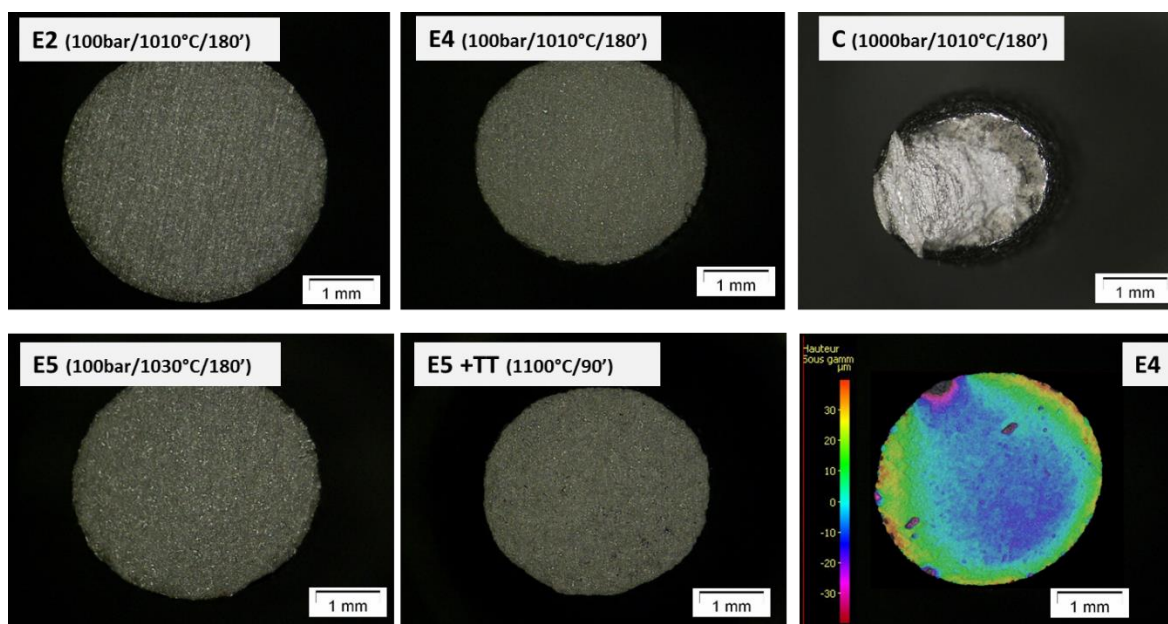


Figure 4-21 : Faciès de rupture observés à la loupe binoculaire et au microscope optique 3D (E4).

Pour les éprouvettes les plus fragiles, l'état de surface des tôles est encore visible (E1, E2, E3). L'observation au microscope électronique à balayage (Figure 4-22) permet de distinguer deux zones : les zones claires, présentant des cupules, qui correspondent aux zones soudées et arrachées lors de l'essai, et les zones foncées qui n'ont pas été soudées (les joints de grains sont toujours visibles). Ainsi, le réseau de porosité est observable. Il ne présente pas d'orientation particulière. Les observations de la porosité résiduelle, obtenues dans le plan ST-TC sont donc aussi valables dans le plan SL-TC. Cette isotropie du réseau peut aussi être mise en évidence avec les mesures de TSS. Celui-ci a été calculé sur les éprouvettes NA2 dans les deux plans (ST-TC et SL-TC) et les valeurs obtenues sont similaires (87%).

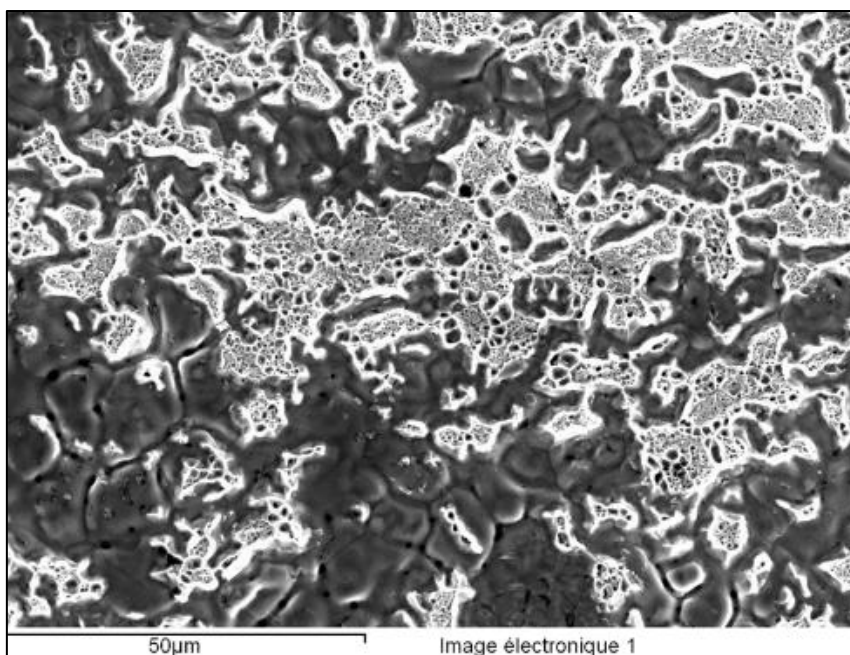


Figure 4-22 : Observation MEB du faciès de rupture d'une éprouvette de traction E1.

Une quantification de la porosité résiduelle a été tentée à partir des faciès de rupture les plus fragiles afin de comparer les valeurs obtenues sur la surface du faciès à celles obtenues à l'aide des coupes perpendiculaires à l'interface. Le faciès a ainsi été analysé en 3D à l'aide du microscope Infinite Focus. Cependant, l'arrachement relativement faible sur les faciès fragiles implique tout de même des rugosités supérieures à 10 µm (Figure 4-21) qui sont bien plus importantes que la rugosité initiale des tôles. Il n'a pas été possible de mesurer un TSS fiable par ce moyen.

II.3.2. Résilience à température ambiante

(a) Valeurs de résilience

Le mouton Charpy et les éprouvettes de résilience « KCV » ont été présentés dans le chapitre 2 partie IV.2. Les valeurs de résilience des interfaces présentées en Figure 4-23 sont comprises entre 0,5 J et 300 J qui correspond à la valeur maximale mesurable par le dispositif. Des moyennes sont obtenues à partir de trois essais. La dispersion est faible (nulle lorsque la résilience est inférieure à 20 J et jusqu'à 10 J pour les résiliences supérieures à 200 J).

La résilience hors interface des tôles est supérieure à 300 J. Pour la plupart des maquettes E, les valeurs de résilience restent donc très faibles (inférieures à 15 J) alors que la résistance à la traction est bonne (par exemple 580 MPa de contrainte maximale pour E4 contre seulement 14 J en résilience). En revanche, certaines éprouvettes (CTT180, Nref) atteignent la capacité maximale du mouton, synonyme d'une très bonne résilience de l'interface.

Ainsi, seules les interfaces présentant un TSS de 100% possèdent des valeurs élevées de résilience (>100 J).

La comparaison des éprouvettes E4TT et NA2 soulève une contradiction. La résilience est plus élevée pour NA2 alors qu'elle possède un TSS (87%) et un taux de franchissement (45%) légèrement inférieur à E4TT (TSS=90% et TF=62%). Il est possible que le critère choisi pour quantifier le franchissement (dépassement de 5 µm) ne soit pas suffisamment complet pour le corrélérer à la tenue mécanique.

L'aspect discriminant de l'essai de résilience pour les interfaces bien soudées est mis en évidence.

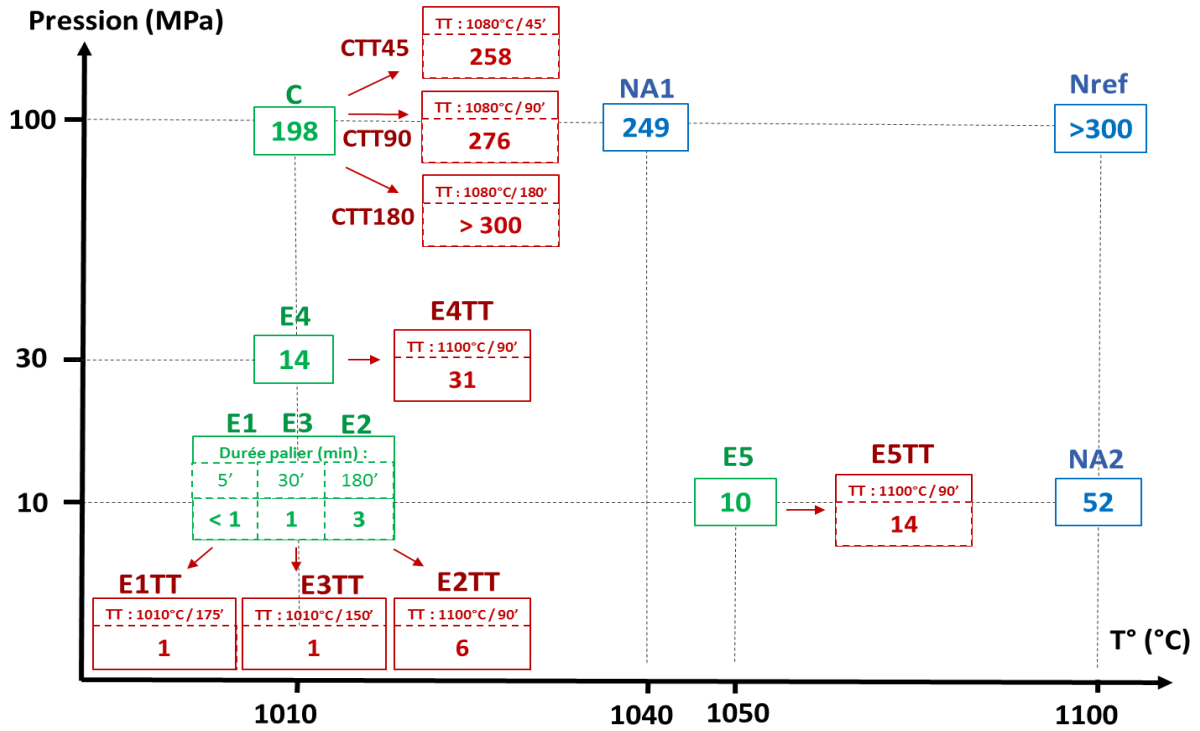


Figure 4-23 : Résilience (J).

(b) Faciès de rupture

Les faciès de rupture sont présentés sur la Figure 4-24. Les éprouvettes E et NA2 sont rompues. Comme pour les faciès de rupture obtenus en traction, l'état de surface initial des tôles est visible sur les éprouvettes les plus fragiles (E1, E2, E3). Avec l'amélioration du soudage, les zones d'arrachement sont plus nombreuses et l'état de surface initial disparaît (E4, E5). Enfin, les éprouvettes C, NA1 et Nref, possédant un taux de surface soudée de 100%, n'ont pas rompu.

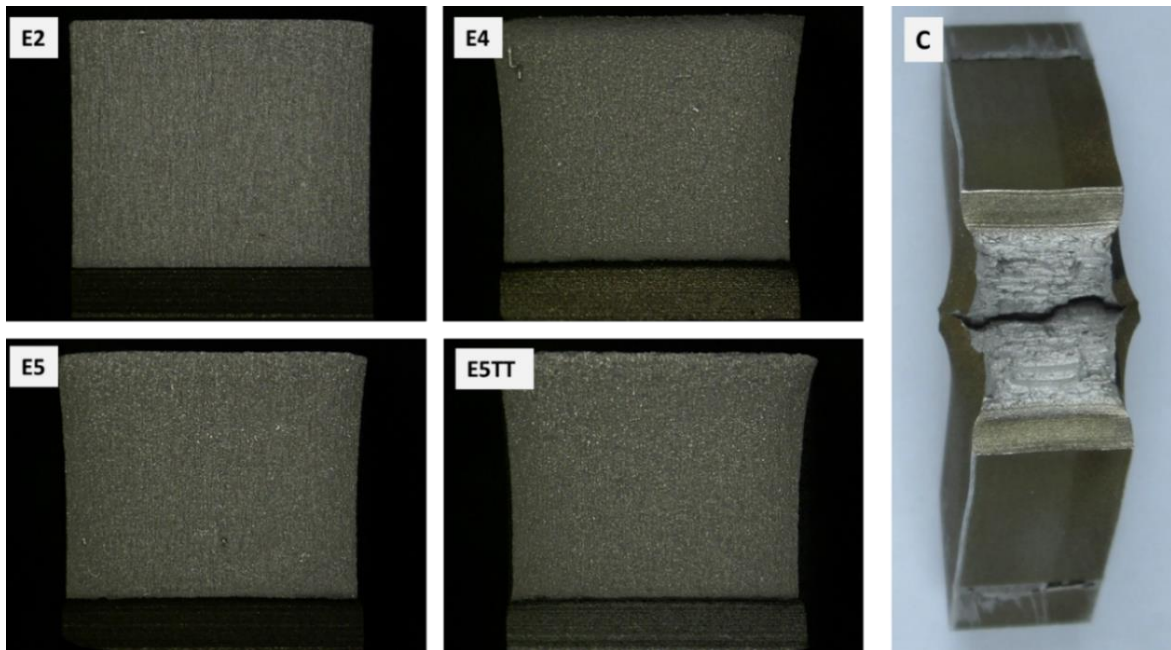


Figure 4-24: Observation du faciès de rupture des éprouvettes Charpy à la loupe binoculaire et photo (épreuve C).

II.3.3. Corrélation entre les propriétés mécaniques et le TSS

A l'aide de l'ensemble des résultats obtenus précédemment, il est possible de proposer une corrélation entre les propriétés mécaniques et le taux de surface soudée (Figure 4-25). Dans ce graphique, les propriétés des interfaces de chaque maquette sont représentées par trois points dont les ordonnées correspondent à la contrainte maximale (vert), la résilience (orange) et à l'allongement à rupture (bleu). L'abscisse correspond au TSS, et la taille des points varie selon le franchissement.

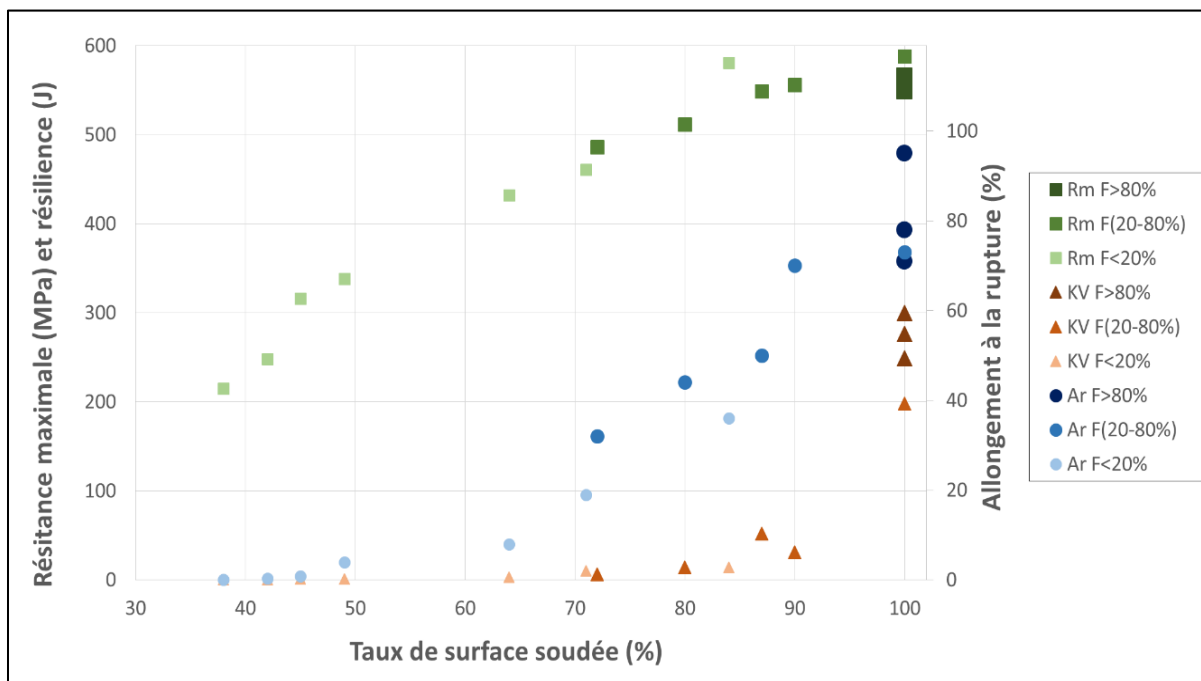


Figure 4-25 : Corrélation empirique entre les propriétés mécaniques de l'interface et le TSS. La taille des points augmente avec le franchissement « F ».

Une relation linéaire entre Rm et TSS est observée entre 40% et 90 % de TSS. L'effet du franchissement est peu observable car même s'il améliore la tenue mécanique, il est en général associé à un grossissement de grains qui adoucit le matériau et diminue la résistance maximale à la traction.

De même, une relation linéaire entre l'allongement à rupture (Ar) et le TSS est observée pour un TSS supérieur à 60%. L'effet du franchissement est visible avec une translation de cette « droite » vers le haut si le franchissement est plus important.

La courbe orange représente la résilience « KV ». L'effet du franchissement est observable principalement pour les TSS de 100%. En dessous, même si la résilience est améliorée grâce au franchissement, ces valeurs restent très faibles.

Cette figure facilite aussi l'analyse globale des résultats. L'aspect discriminant de l'essai Charpy est clair et illustre ici l'impact de la porosité résiduelle sur la tenue des interfaces. Il en est de même pour l'allongement à la rupture qui reste négligeable pour un TSS inférieur à 50%. L'aspect fragilisant des cavités, même en petite quantité, est ainsi bien mis en évidence. Il faut atteindre au minimum 85% de TSS pour dépasser les 30 J. La contrainte maximale est moins sensible à la porosité résiduelle et des valeurs proches de la tenue du matériau sont atteintes à 85% de TSS.

Le rôle du franchissement est observable et toujours favorable à la bonne tenue mécanique des interfaces. Il est nécessaire pour retrouver les propriétés de résilience de la tôle hors interface (300 J) et son allongement à la rupture (100% après un traitement thermique à 1080 °C) mais pas pour retrouver la résistance mécanique (570 MPa après un traitement thermique à 1080 °C).

Suite à ces résultats, la détermination d'un critère de soudage d'une interface est proposée dans le chapitre 6. Ce critère va reposer en premier lieu sur le TSS. Il sera conservatif car le franchissement, dont l'effet sur l'amélioration de la tenue mécanique est évident mais de second ordre, sera omis.

II.4. Porosité résiduelle de maquettes avec canaux (maquettes A)

La porosité résiduelle est observée sur les maquettes A, étudiées dans le chapitre 3. L'objectif est d'étudier un cas plus représentatif d'un échangeur de chaleur avec la présence de canaux et d'isthmes et de comparer les résultats à ceux obtenus sur les maquettes E. En effet, les cycles de CIC sont semblables (durée du palier de soudage identique, température identique, même enceinte de CIC). Seules les pressions varient : 75 bar, 100 et 125 bar pour les maquettes A6_75, A6_100 et A6_125 respectivement.

Deux zones sont analysées : l'interface située dans l'isthme et une interface située au-dessus, dans le cœur de la maquette (Figure 4-26). L'intérêt est de comparer deux zones avec un niveau de contrainte différent, et dont le chargement est plutôt isostatique pour l'une (le cœur) et plutôt bi-axial pour l'autre (l'isthme). De plus, l'observation des isthmes va déterminer si des effets de bords existent.

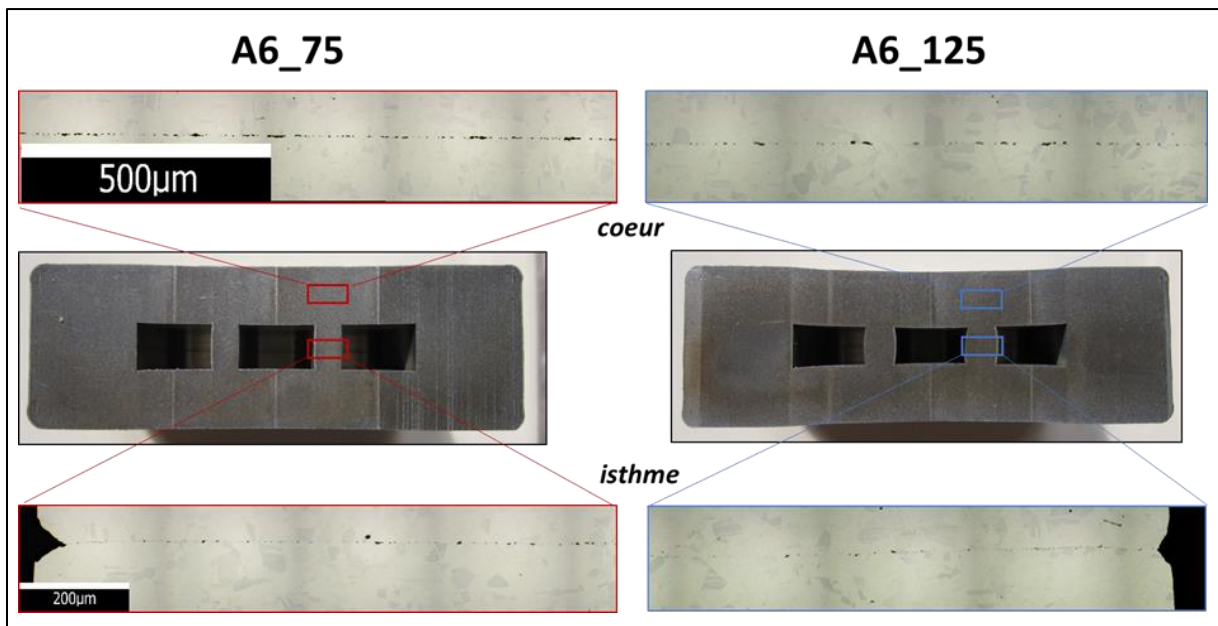


Figure 4-26 : Observation au MO (x50) de la porosité résiduelle dans les isthmes et au-dessus (cœur) des maquettes A6_75 et A6_125.

La préparation de surface et les mesures du TSS sont réalisées à partir du même protocole que pour les maquettes E. Toutefois, les longueurs analysées sont plus courtes (3 mm contre 12 mm sur les maquettes E) à cause de la largeur d'isthme disponible. L'étude de dispersion (chapitre 2, §IV.4.3) permet d'estimer l'erreur de mesure à +/- 4%.

Les calculs éléments finis réalisés sur ces maquettes dans le chapitre 3 (§ III.2.1) permettent d'estimer la contrainte normale « σ_{22} » normale à l'interface dans les zones observées. Elle vaut environ 1,2 fois la pression externe dans le « cœur », au-dessus de l'isthme, et 3 fois la pression externe dans l'isthme. Les observations de ces zones au microscope optique montrent une porosité résiduelle semblable à celle des maquettes E. Un premier constat est que la porosité reste homogène sur toute la longueur de l'isthme au cours du cycle : aucun effet de bord n'est mis en évidence.

Le second constat est la cohérence des TSS mesurés avec ceux déjà obtenus sur les maquettes E, et ce même dans les isthmes, où le chargement n'est pas isostatique. Pour le montrer, le Tableau 4-6 présente le TSS mesuré et la contrainte locale normale à l'interface. Ces résultats peuvent être comparés aux maquettes E2 et E4. Ainsi, pour la maquette E2, la pression normale était de 10 MPa et le TSS de 64%. Ces valeurs sont relativement proches de celles mesurées dans le cœur des maquettes A6_75 et A6_100. Pour la maquette E4, la pression normale était de 30 MPa et le TSS de 84%, ce qui correspond aux valeurs mesurées dans l'isthme de la maquette A6_100.

		A6_75	A6_100	A6_125
Coeur	σ_{22} (MPa)	9	12	15
	TSS (%)	56	61	72

Isthme	σ_{22} (MPa)	23	30	38
	TSS (%)	83	85	87

Tableau 4-6 : Pression normale à l'interface estimée par EF et TSS mesuré dans l'isthme et au cœur des maquettes A.

Ces mesures valident l'intérêt des études effectuées sur des blocs pleins (maquettes E) puisque les résultats obtenus sont transférables à des maquettes plus complexes avec isthmes et canaux. De plus, l'évolution de la porosité résiduelle est similaire dans les isthmes et sur les maquettes E. Ainsi, aucun effet du chargement macroscopique n'est ici mis en évidence (pour une pression inférieure à 125 bar), ce qui est favorable à l'utilisation d'un modèle analytique uniaxial, reposant sur la valeur de la contrainte normale à l'interface, pour prédire l'évolution de la porosité résiduelle sous pression isostatique.

II.5. Synthèse de l'étude expérimentale

Cette étude expérimentale a permis de discuter les mécanismes intervenant dans la disparition d'une interface obtenue par soudage-diffusion.

La fermeture des porosités au cours d'un cycle de CIC pour une tôle industrielle peut être expliquée à l'aide de *la diffusion depuis la surface*, *la diffusion depuis l'interface* et *la viscoplasticité*, déjà étudiées dans la littérature pour un chargement uniaxial. L'analyse des maquettes A montre d'ailleurs que l'évolution du taux de surface soudée d'une interface est similaire entre une zone sous chargement isostatique et une zone sous chargement bi-axial (isthme). Le modèle analytique de Hill et Wallach décrit dans la bibliographie semble donc adapté à la prédiction de la porosité résiduelle. Toutefois, il est important de noter que le réseau de cavité est isotrope et non orienté comme c'est le cas dans ce modèle.

Une corrélation entre les propriétés mécaniques et la porosité résiduelle est proposée. Le TSS apparaît comme un critère suffisant pour prédire la résistance à la traction, et ce jusqu'à retrouver les propriétés du plan des tôles. En revanche, il ne permet pas de prévoir correctement la résilience des interfaces les mieux soudées (> 100 J). Le franchissement apparaît alors comme un paramètre complémentaire à prendre en compte pour estimer les résiliences proches des valeurs du matériau laminé. Sa cinétique est dépendante de la cinétique de croissance de grains, qu'il est important de maîtriser, mais aussi de la porosité résiduelle qui entrave le mouvement des joints de grains et complexifie le développement d'un modèle de prédiction. Une fermeture rapide des cavités est donc très favorable pour faciliter le franchissement.

Dans la suite, la prédiction du TSS est proposée. Cette approche conservative va permettre d'établir un lien entre les paramètres de CIC et la tenue mécanique d'une interface via le TSS. Pour cela, le modèle de Hill et Wallach est utilisé. Préalablement, des modélisations par éléments finis vont permettre de discuter les effets principaux liés aux déformations plastique et viscoplastique et de discuter certaines hypothèses du modèle.

III. Déformation viscoplastique des rugosités au cours de cycle de CIC

Le but de cette partie est d'analyser par éléments finis l'effet de la viscoplasticité sur l'écrasement de deux interfaces dont le profil est issu de mesures expérimentales. Les prédictions du TSS sont comparées aux mesures expérimentales puis aux prédictions du modèle de Hill et Wallach dans le chapitre 5.

III.1. Simulation de l'écrasement d'interfaces « réelles ».

Cette simulation appelée « conditions expérimentales » doit permettre de reproduire la mise en contact de deux tôles dont les rugosités sont écrasées. Les conditions de chargement et de déformation sont similaires aux conditions expérimentales, mais les mécanismes de diffusion ne sont pas pris en compte. Les calculs sont développés sur ABAQUS et utilisent la loi de comportement identifiée dans le chapitre 3.

❖ Géométrie :

L'assemblage, modélisé en 2D, est schématisé Figure 4-27. Il est constitué de deux pièces planes représentant la section de deux tôles mises en contact. Chaque pièce a une longueur initiale de 4 mm, une hauteur de 50 μm , trois côtés plans et un côté ondulé correspondant à un profil réel de rugosité. Ce profil 1D a été mesuré à l'aide d'un microscope 3D (InfiniteFocus) qui permet d'obtenir la rugosité d'une surface avec une précision de l'ordre de 20 nm. Les aspérités font au maximum quelques micromètres de hauteur entre la saillie et le creux alors que la tôle a une épaisseur de 3 mm soit un facteur 1000 avec la hauteur des rugosités. Pour rendre le calcul réalisable, seule une épaisseur de 50 μm (supérieure à 10 fois la hauteur maximale des rugosités) de matière est prise en compte. La longueur d'interface de 4 mm correspond à la longueur minimale identifiée par le protocole d'étude des cavités (chapitre 2 § IV.4) pour assurer la représentativité des observations.

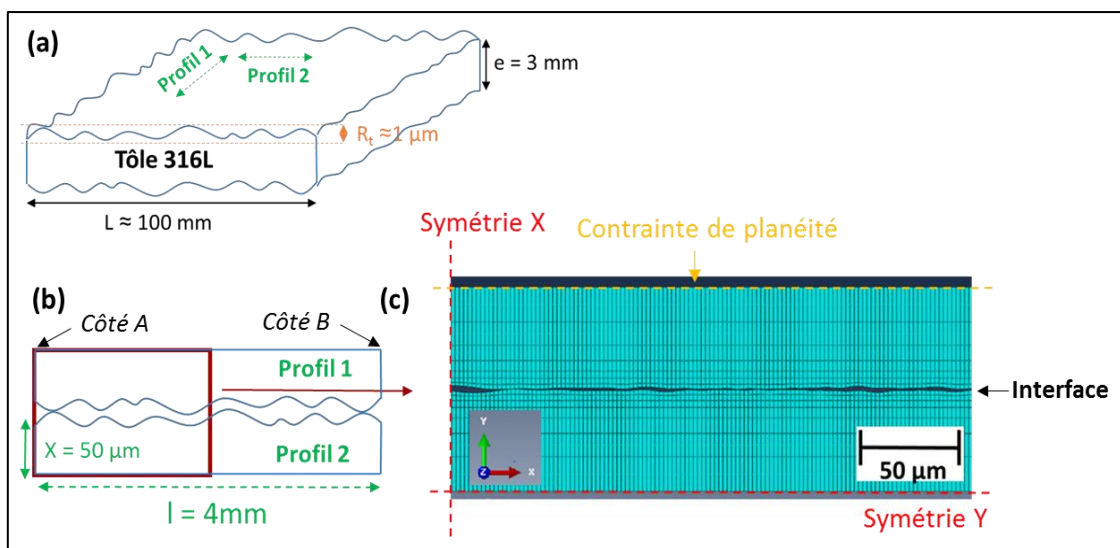


Figure 4-27 : Dimensions des tôles (a), géométrie modélisée sur ABAQUS (b) et maillage associé (c).

❖ Maillage :

Des éléments quadratiques à intégration réduite sont utilisés. Chaque maille fait 2 μm de largeur et une longueur variant de 2 μm à 15 μm selon leur proximité de l'interface.

❖ Gestion du contact entre les tôles :

Le contact normal « hard contact » est appliqué entre les surfaces ce qui empêche la pénétration d'une maille dans une autre. Pour représenter le soudage « instantané », un contact tangentiel « rough » est

appliqué afin d'empêcher les glissements et une fois en contact, les surfaces ne peuvent plus se séparer.

❖ **Conditions aux limites :**

Les conditions aux limites suivantes sont schématisées sur la Figure 4-27 :

- symétrie (côté A) par rapport au plan (YoZ) qui bloque le déplacement selon X ;
- symétrie par rapport au plan (XoZ) sur la face inférieure qui suppose que la distance $X = 50 \mu\text{m}$ soit suffisamment grande pour que l'interface ne soit pas affectée par la présence du bord inférieur ;
- planéité de la face supérieure en imposant un déplacement selon Y équivalent pour tous les nœuds du côté supérieur.

La condition de planéité "simule" l'épaisseur de matière réelle.

❖ **Chargement thermomécanique :**

Le calcul est réalisé en 2D avec l'hypothèse des déformations planes généralisées. Ceci permet d'avoir un degré de liberté supplémentaire la troisième direction afin d'appliquer une pression dans cette direction.

La pression est appliquée sur le côté supérieur (avec la contrainte de planéité), sur le côté droit (opposé au côté de la symétrie X) et sur toute la surface suivant Z.

La température est homogène dans la pièce. Le cycle complet des maquettes E est appliqué.

III.2. Influence du profil modélisé

La représentativité des calculs est normalement assurée par la longueur choisie pour les profils (4 mm). Toutefois, pour le vérifier, plusieurs simulations sont effectuées à partir de quatre profils de rugosité différents (SL1, SL2, ST1 et ST2) :

- SL1/SL2 correspond à la mise en contact de deux profils mesurés dans le sens long ;
- SL1/ST1 correspond à un profil mesuré dans le sens long et un profil sens travers ;
- ST1/ST2 correspond à deux profils mesurés dans le sens travers ;
- SL2/ST2 correspond à un profil mesuré dans le sens long et un profil sens travers.

Le cycle de CIC complet de la maquette E2 (palier : 1010°C / 100 bar / 180min) est reproduit pour chaque simulation. La longueur de contact entre les deux pièces est mesurée tout au long du cycle. Ainsi, un « taux de surface soudée », semblable à celui mesuré expérimentalement, est calculé et reporté sur la Figure 4-28.

L'instant $t=0$ correspond à la température de 540 °C et les aspérités sont déjà déformées plastiquement. Le TSS initial est uniquement associé au mécanisme plastique. Ensuite, l'augmentation du TSS au cours du temps est associée aux mécanismes viscoplastiques.

Le « refroidissement » est associé à une baisse simultanée de la pression et de la température. Durant cette étape, le TSS n'augmente presque plus, la déformation est donc très faible et l'évolution du TSS devient négligeable.

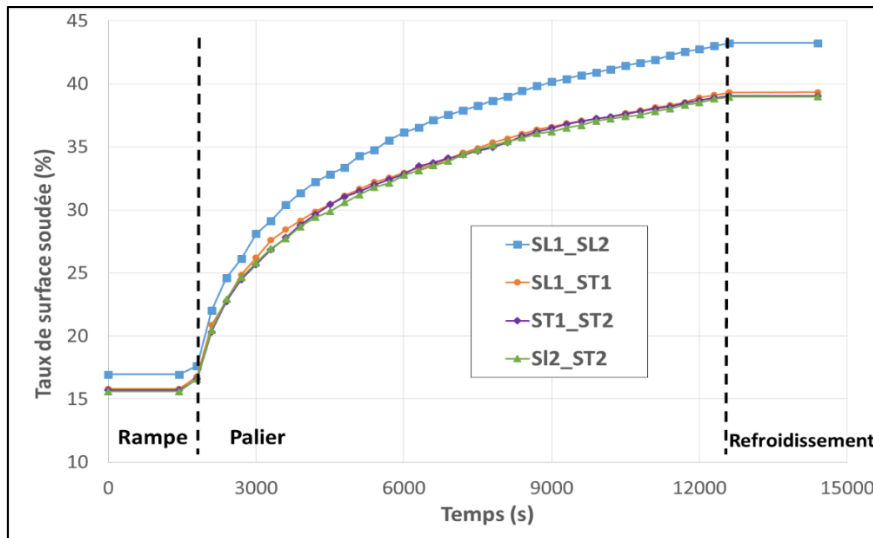


Figure 4-28 : Evolutions des TSS obtenus pour 4 profils différents.

L'écart absolu entre les simulations atteint un maximum de 4% à la fin du calcul soit une dispersion semblable à celle observée expérimentalement sur le TSS d'interfaces de 4 mm de long. Cet écart est identique en simulant le cycle de CIC associé à la maquette E4 (palier : 1010°C / 300 bar / 180min) : il reste inférieur à 4%.

Le calcul SL1/SL2, effectué avec une taille de maille de 1 µm (contre 2 µm précédemment), donne un résultat identique : les courbes ne sont pas discernables. La taille de maille est donc suffisamment petite pour ne pas influencer les résultats du calcul.

La longueur modélisée permet d'obtenir une simulation représentative de l'ensemble de l'interface.

III.3. Simulation numérique du soudage des maquettes

Les cycles de CIC effectués sur les maquettes E4, E5 et C sont reproduits avec le profil SL1/SL2. Les maquettes E1 et E3 sont aussi représentées dans la simulation E2 et correspondent au temps de palier de soudage 300 secondes et 1800 secondes respectivement. Pour la maquette C, la température initiale est la température ambiante. Le cycle de la maquette NA2 n'est pas reproduit car la loi de comportement n'a pas été étudiée à 1100°C. La Figure 4-29 présente l'évolution du TSS au cours de chaque simulation ainsi que les résultats expérimentaux associés aux maquettes.

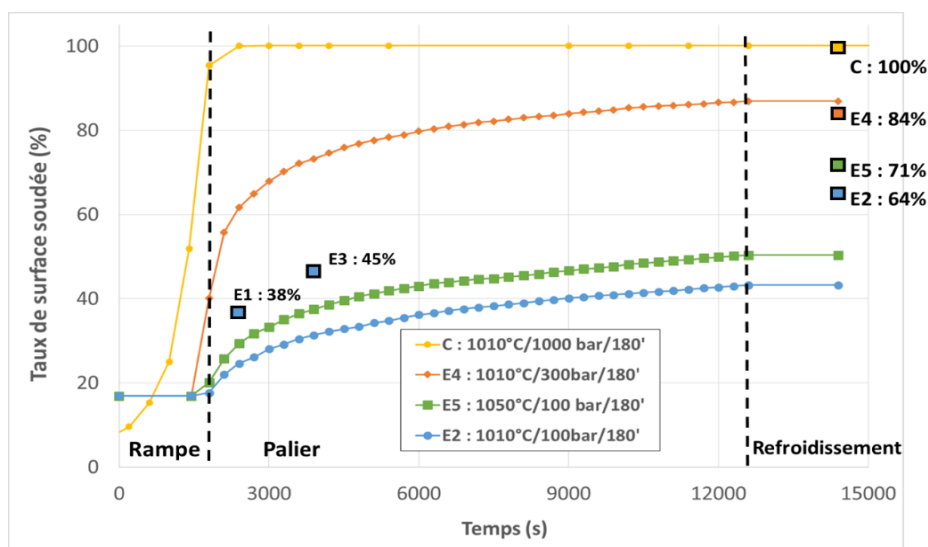


Figure 4-29 : TSS des maquettes E2, E4, E5 et C simulés par éléments finis (courbes) et mesures expérimentales (carrés).

Pour une pression de palier de 100 bar, le TSS simulé est inférieur aux TSS expérimentaux. La différence est de 13% pour la maquette E1, 15% pour la maquette E3 et 21% pour les maquettes E2 et E5. Elle peut s'expliquer par l'absence des mécanismes diffusifs de fermeture des cavités qui ne sont pas pris en compte dans ces simulations. La simulation de la plasticité et de la viscoplasticité est donc cohérente avec les résultats expérimentaux lorsque la pression de palier est de 100 bar.

Pour une pression de palier de 300 bar, le TSS obtenu par simulation est supérieur de 3% au TSS mesuré expérimentalement. De plus, les mécanismes diffusifs ne sont pas pris en compte et leur contribution dans la réduction de la porosité a été observée expérimentalement (*diffusion depuis l'interface*). L'effet de la viscoplasticité sur l'écrasement des cavités est donc surestimé dans la simulation à 300 bar. Il est probable que la loi de comportement ne soit pas tout à fait adaptée pour la gamme des contraintes localement subie par les rugosités. La contrainte de Von Mises est mesurée au début du palier sur toute la longueur de l'interface. Elle est en moyenne de 45 MPa et 55 MPa pour les simulations E2 et E4 respectivement. Il a été vu dans le chapitre 3 que la loi de comportement, à 1010°C, a été identifiée pour des contraintes inférieures à 40 MPa. Une autre explication pour justifier cette surestimation est la géométrie modélisée qui suppose que les cavités sont infiniment longues (hypothèse des déformations planes généralisées). Cette géométrie peut augmenter les déformations car il n'y a pas de matière dans la direction orthogonale au plan pour apporter une résistance à l'écrasement des cavités comme ce pourrait être le cas en 3D avec un ellipsoïde.

III.4. Bilan

La simulation de l'écrasement du profil réel des cavités montre que les mécanismes plastique et viscoplastique contribuent fortement à l'augmentation du TSS. Toutefois il faut noter qu'à haute pression (300 bar) la cinétique de l'écrasement viscoplastique est surestimée possiblement à cause de :

- La loi de comportement qui surestime les déformations dans la gamme de contrainte (> 40 MPa) subie par les rugosités ;
- La géométrie elliptique 2D qui augmente les déformations par rapport à la géométrie 3D réelle (un ellipsoïde).

Cette tendance pourrait être reproduite par le modèle de Hill et Wallach qui utilise la même loi de comportement et une géométrie 2D. La possible surestimation du mécanisme viscoplastique par ce modèle sera donc surveillée.

A basse pression, les TSS expérimentaux ne sont pas atteints. Une prise en compte des phénomènes diffusifs est donc nécessaire. Le chapitre suivant, consacré à l'étude du modèle analytique de fermeture de porosités de Hill et Wallach, et à la comparaison de ses résultats vis-à-vis des résultats expérimentaux, va permettre de prendre en compte ces mécanismes diffusifs et de quantifier leur rôle dans le processus de fermeture des cavités.

Chapitre 5 : Modélisation analytique de l'évolution du TSS aux interfaces pendant la CIC

I. Discussion des hypothèses du modèle de Hill et Wallach	135
I.1. Rappel des hypothèses du modèle	135
I.2. Discussion des hypothèses de déformations planes et du chargement mécanique	135
I.3. Hypothèse d'un comportement plastique parfait	136
I.4. Influence de la géométrie de la cavité initiale considérée	137
I.4.1. Géométries modélisées	137
I.4.2. Evolution de la fermeture des cavités en fonction de leur géométrie initiale	138
I.5. Synthèse	139
II. Prédiction des TSS expérimentaux à partir du modèle de Hill et Wallach	140
II.1. Flux de matière et cinétiques associées	140
II.2. Méthode de résolution	141
II.2.1. Système à résoudre	141
II.2.2. Cycle modélisé	141
II.2.3. Schéma de résolution	142
II.2.4. Données matériaux	143
II.3. Détermination d'une géométrie initiale de cavité représentative	143
II.3.1. Proposition des géométries initiales potentielles	143
(a) Choix d'une cavité initiale représentative via l'évaluation de la rugosité des tôles	143
(b) Choix d'une cavité initiale représentative via l'observation des interfaces	144
(c) Géométries de cavités initiales modélisées	144
II.3.2. Influence de la taille des cavités sur la cinétique de fermeture et géométrie retenue ..	144
II.4. Comparaison du TSS entre les résultats expérimentaux et prédits par le modèle	145
II.5. Contributions respectives des mécanismes physiques dans la cinétique de fermeture	146
II.5.1. A basse pression (100 bar)	146
II.5.2. A haute pression (300 bar)	147
II.5.3. Lors du traitement thermique	148
II.6. Importance des différents mécanismes	149
II.6.1. Diffusion depuis la surface de la cavité	149
II.6.2. Viscoplasticité	151
II.7. Bilan	152

I. Discussion des hypothèses du modèle de Hill et Wallach

La simulation numérique de fermeture des cavités aux interfaces conduite précédemment, si elle prenait en compte le comportement élasto-viscoplastique, ne considérerait aucun mécanisme de type diffusif. Au contraire, le modèle analytique de Hill et Wallach les prend également en compte. Une comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux issus des simulations numériques et du modèle de Hill et Wallach permet donc d'aider à quantifier le rôle des différents mécanismes (i.e. viscoplastiques et diffusifs) dans la fermeture des cavités aux interfaces, ainsi que les différentes hypothèses émises par Hill et Wallach.

I.1. Rappel des hypothèses du modèle

Ce modèle a été présenté de façon détaillée dans la partie IV.2 du chapitre 1. Il assimile les cavités à des cylindres infiniment longs, avec une section elliptique, dont la taille est identique pour l'ensemble des cavités, Figure 5-1. La géométrie représentative modélisée est une « boîte » rectangulaire de largeur « b », constante, et de hauteur « h » variable. La cavité est un quart d'ellipse de demi-grand axe « c » et de demi-petit axe « h ». A l'instant initial, la longueur d'interface « a » est nulle. La hauteur « h » de la boîte change et reste égale au demi-petit axe, la largeur « b » n'évolue pas et la longueur d'interface « a » augmente.

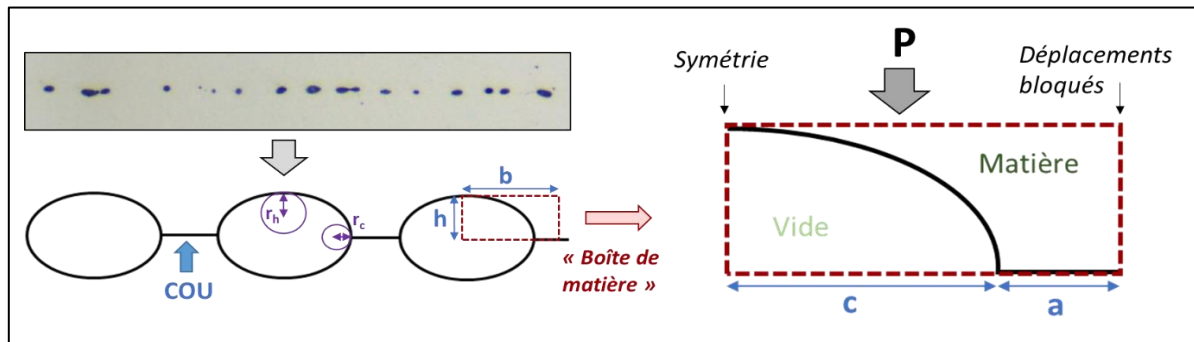


Figure 5-1 : Schéma du modèle analytique.

A l'aide des calculs par éléments finis, certaines hypothèses sur lesquelles repose ce modèle sont discutées dans cette partie :

- Les hypothèses de calcul (déformations planes et déformations planes généralisées) ;
- Le chargement mécanique : uniaxial ou isostatique ;
- Le comportement plastique parfait lors de la mise en charge ;
- L'utilisation d'une géométrie représentative de l'ensemble de la porosité ;
- L'absence de matière au-dessus de l'ellipse.

Pour chaque simulation, les résultats obtenus et donc la pertinence des hypothèses associées seront discutées.

I.2. Discussion des hypothèses de déformations planes et du chargement mécanique

Dans leur modèle analytique, Hill et Wallach font l'hypothèse des déformations planes, et considèrent une contrainte uniaxiale normale à l'interface. Or, dans des conditions d'assemblage par CIC, où une pression isostatique est imposée, il a été vu au chapitre 3 que l'hypothèse des déformations planes généralisées est pertinente. Il convient donc de voir quels impacts ont ces différences d'hypothèses sur l'évolution de la fermeture des cavités aux interfaces. Pour ce faire, deux simulations aux éléments finis ont été réalisées.

La première simulation suppose un chargement mécanique isostatique, et travaille dans l'hypothèse des déformations planes généralisées. Cette simulation se rapproche donc des conditions effectivement

vues par les interfaces lors de la CIC, elle sera nommée dans la Figure 5-2 simulation aux « conditions expérimentales ».

La seconde considère un chargement mécanique uniaxial normal aux interfaces, et considère l'hypothèse des déformations planes. Cette simulation se rapproche donc des conditions du modèle analytique de Hill et Wallach. Sur la Figure 5-2, ces résultats seront nommés « conditions analytiques ».

Ces simulations considèrent la géométrie développée pour la simulation expérimentale (Figure 4-27), qui est reprise avec ces nouvelles conditions. Les cycles des maquettes E2 (palier : 1010°C / 300 bar / 180min) et E4 (palier : 1010°C / 300 bar / 180min) sont simulés.

La Figure 5-2 présente les résultats obtenus en termes d'évolution du TSS lors de la CIC. Pour les deux cycles simulés, aucune différence significative n'est observée ; les écarts de TSS restent inférieurs à 1% (en absolu).

Ces résultats mettent en évidence que, dans le modèle de Hill et Wallach, le fait de considérer un chargement uniaxial et normal aux interfaces et de travailler dans l'hypothèse des déformations planes n'a pas une influence significative par rapport au fait de travailler avec un chargement mécanique isostatique et sous l'hypothèse des déformations planes généralisées. Cette constatation s'applique uniquement au calcul mécanique.

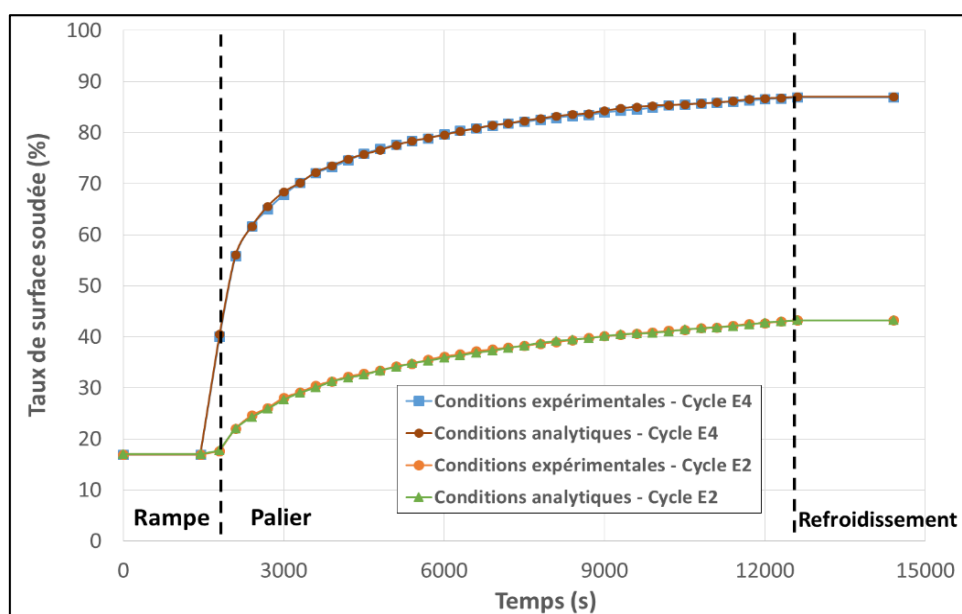


Figure 5-2 : Simulation du TSS pour les cycles E2 et E4, avec les conditions expérimentales de CIC et les conditions du modèle analytique

Par la suite, les hypothèses de travail du modèle analytique (un chargement mécanique uniaxial normal aux interfaces et hypothèse des déformations planes) sont appliquées à l'ensemble des simulations.

I.3. Hypothèse d'un comportement plastique parfait

Dans le modèle analytique, la mise en charge est simulée à l'aide d'un comportement plastique parfait (sans écrouissage). Un calcul par éléments finis utilisant un tel comportement est réalisé (dans les faits, un très faible écrouissage est permis pour des raisons de convergence numérique). Deux simulations « expérimentales » sont effectuées avec la loi de comportement modifiée. Les cycles E2 et E4 sont simulés pour le profil SL1/SL2. L'évolution du TSS est comparée aux simulations précédentes dans la Figure 5-3.

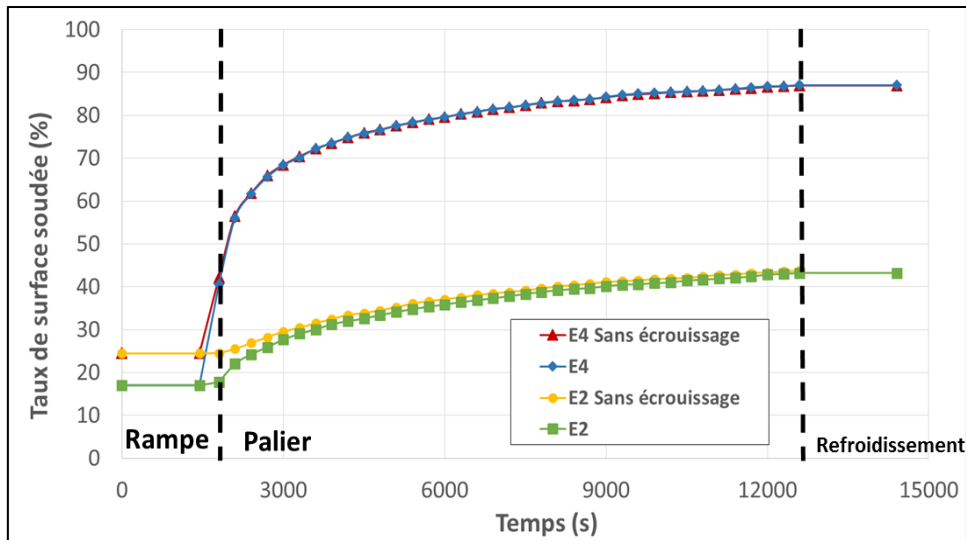


Figure 5-3 : Comparaison de l'évolution du TSS avec et sans écrouissage pour les cycles E2 et E4.

En l'absence d'écrouissage du matériau, le TSS après la pressurisation initiale augmente de 17% à 24%. Lorsque le matériau ne s'écrouit pas, la contrainte équivalente de Von Mises n'augmente pas. Afin d'équilibrer les contraintes à l'interface avec la pression externe, le matériau doit se déformer davantage pour augmenter la surface de contact et mieux répartir les contraintes. Le comportement plastique sans écrouissage a tendance à augmenter la déformation plastique cumulée (Figure 5-4), et donc le TSS.

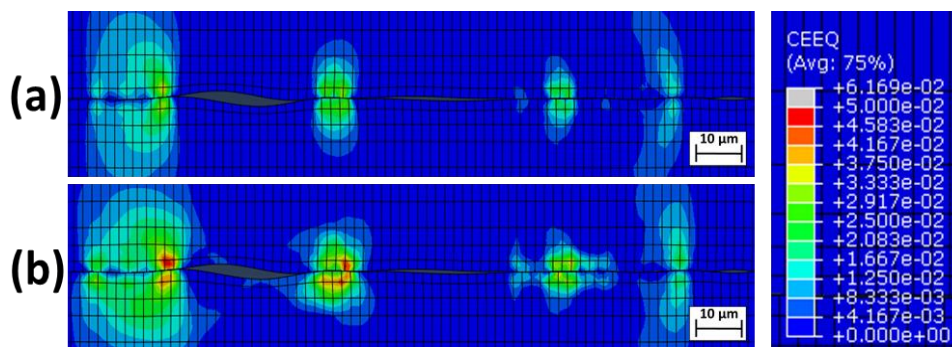


Figure 5-4 : Déformation cumulée au début de la rampe pour une loi de comportement avec écrouissage (a) et sans écrouissage (comportement plastique parfait) (b).

Cette surestimation de la déformation plastique cumulée est compensée dans la suite du calcul par une augmentation plus lente du TSS. Cela s'explique par la prise en compte de l'écrouissage aux températures supérieures à 540°C. En effet, si l'écrouissage n'a pas été pris en compte sous 540°C, la déformation cumulée au début de la rampe est plus importante et la vitesse de fluage est par conséquent réduite. De plus, lorsque le TSS augmente, la pression est répartie sur une plus grande longueur d'interface, ce qui diminue les contraintes locales et par conséquent les vitesses de fluage (fluage primaire et secondaire). A la fin de la simulation, les TSS sont équivalents que ce soit pour le cycle E2 ou E4.

L'hypothèse d'un comportement plastique parfait, pour l'étape initiale de pressurisation, n'aura donc pas d'influence significative sur l'évolution de la fermeture des cavités aux interfaces pendant la CIC.

1.4. Influence de la géométrie de la cavité initiale considérée

1.4.1. Géométries modélisées

Une des hypothèses importantes du modèle analytique est le choix du motif modélisé : un rectangle, constitué d'une cavité elliptique et de matière, dont la hauteur est celle de la cavité. En

conséquence, seule la matière initialement présente dans ce motif va permettre de fermer la cavité. En réalité la quantité matière disponible est plus importante. Cette géométrie est reproduite par éléments finis (Figure 5-5). Une faible couche de matière d'un vingtième du demi-petit axe est conservée au-dessus de l'ellipse pour des raisons numériques.

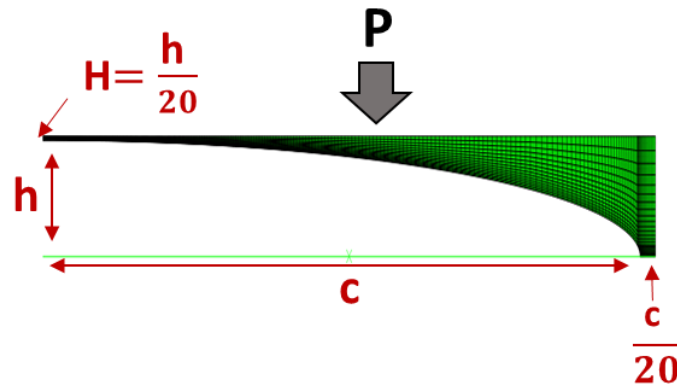


Figure 5-5 : Géométrie de cavités modélisée dans la simulation numérique.

Deux cavités différentes sont modélisées pour étudier l'effet de la géométrie initiale :

- Une ellipse A de demi-grand axe (« c ») 2 μm et demi-petit axe (« h ») 0,8 μm ;
- Une ellipse B de demi-grand axe 20 μm et demi-petit axe 1,5 μm (Figure 5-5).

Ces géométries sont choisies à partir des cavités observées au début de la simulation expérimentale, lors de la mise en contact des profils SL1/SL2. Outre leur taille, ces cavités diffèrent par leur forme (rapport h/c respectivement de 40% et 7,5%).

La loi de comportement reste celle identifiée dans le chapitre 3 (§ III.3).

1.4.2. Evolution de la fermeture des cavités en fonction de leur géométrie initiale

Les simulations sont effectuées pour chaque géométrie en fonction des cycles E2 (100bar/1010°C/180min) et E4 (300bar/1010°C/180min). La Figure 5-6 présente l'évolution du TSS pour ces quatre simulations.

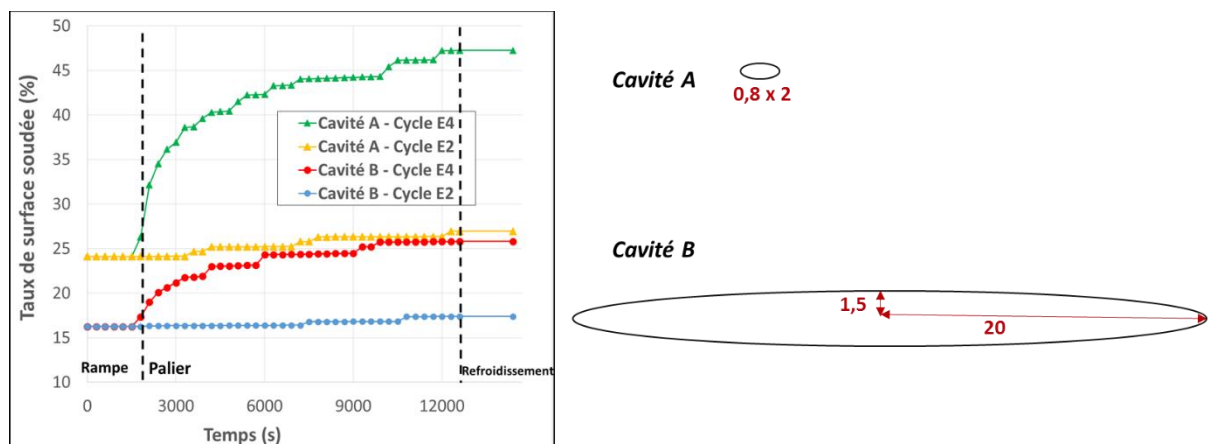


Figure 5-6 : Comparaison des simulations selon la géométrie initiale (A et B) et le cycle de CIC (E2 ou E4)

Le premier constat est l'évolution différente du TSS obtenue entre le profil de rugosité réel (Figure 5-3) et les géométries elliptiques. Pour le cycle E4 (300bar/1010°C/180min), le TSS est de 86% pour la simulation « expérimentale » contre 47% et 26% pour les cavités A et B respectivement (Figure 5-6).

Pour atteindre un TSS similaire à la fin de la rampe (TSS autour de 20%), la matière est beaucoup plus déformée avec une géométrie elliptique. C'est l'absence de matière au-dessus de la cavité qui oblige localement la matière à se déformer fortement pour augmenter la longueur d'interface. Il a été expliqué dans le § 1.3 qu'une déformation élevée augmentait l'écroutissage (au-delà de 540°C), et ainsi diminuait

la vitesse de fluage. Cela explique la faible augmentation du TSS observée lors du palier pour les cycles E2 par exemple (courbes bleue et jaune).

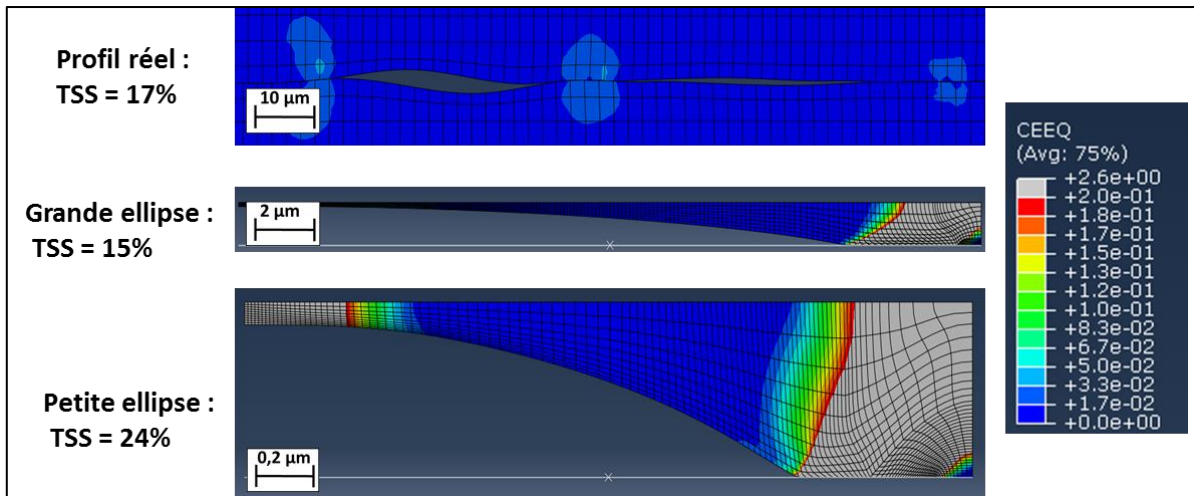


Figure 5-7 : Comparaison des déformations cumulées au début du palier de soudage à haute température pour les différentes géométries de cavités.

Le second constat est que selon la géométrie de cavité initiale modélisée, la prédiction du TSS sera variable. Il est donc nécessaire de définir une géométrie capable de reproduire l'évolution du TSS mesuré expérimentalement. Pour cela, il faut s'intéresser aux différentes géométries initiales de cavités pouvant exister lors de la mise en contact des tôles. Ce travail est effectué dans le § II.3.1.

I.5. Synthèse

Les hypothèses du modèle analytique reproduisent un état de contrainte proche de celui modélisé lors d'une compression isostatique en déformation planes généralisées. Elles n'affectent donc pas de façon significative la prédiction de l'évolution de la fermeture des cavités.

La phase de pressurisation modélisée avec un comportement plastique parfait entraîne une surestimation initiale du TSS après plastification, mais celle-ci est compensée lors du palier par une cinétique de fluage plus lente. Au final, cet écart n'a qu'une influence négligeable sur le TSS en fin de CIC.

La géométrie initiale du motif considéré, sans matière au-dessus de la cavité, entraîne des déformations locales plus importantes de la matière, ce qui réduit la cinétique de fluage et le TSS. Toutefois, l'approche proposée pour le calcul de la déformation cumulée dans le modèle analytique ne prend pas en compte ces déformations locales : une moyenne est réalisée dans le volume de matière de la boîte modélisée.

Ainsi, les hypothèses du modèle de Hill et Wallach reproduisent relativement bien le chargement mécanique d'un cycle de CIC. Cependant, la modélisation d'un volume de matière constant et restreint induit une sous-estimation des déformations subies par la matière et inhibe l'écrasement viscoplastique. Ces constats permettront de discuter, dans la partie II.6.2, de la méthode proposée pour introduire l'écroutissage de la matière dans le modèle analytique (§ II.1), et de la cohérence du calcul du TSS par le mécanisme *viscoplastique*.

II. Prédiction des TSS expérimentaux à partir du modèle de Hill et Wallach

Dans cette partie, le modèle de Hill et Wallach est utilisé afin de prédire l'évolution du TSS pendant la CIC, et les résultats sont alors comparés aux TSS quantifiés expérimentalement. Dans un premier temps, les équations utilisées pour modéliser les flux de matière ainsi que la méthode de résolution numérique sont présentés. L'application aux maquettes E est ensuite réalisée et la pertinence du modèle est finalement discutée.

II.1. Flux de matière et cinétiques associées

Les équations du modèle de Hill et Wallach ont été présentées dans le chapitre 1 §IV.2.2(b). L'objectif est de calculer la vitesse d'évolution de « a » (longueur d'interface) et « h » (demi-petit axe) induite par chacun des mécanismes. Le paramètre « b » définissant la largeur de la boîte de matière reste constant et le paramètre « c » (demi-grand axe) est déduit par la différence entre la longueur de la boîte et la longueur d'interface (c=b-a). Le rapport a/b est donc le TSS recherché.

Les équations associées aux mécanismes plastique et diffusifs ont été présentées dans le chapitre 1 § IV.2.2(c).

Les équations associées au mécanisme viscoplastique sont celles proposées par Ma [57] pour une cavité elliptique. Cependant, l'auteur utilise une loi de fluage type Norton sans écrouissage. L'étude du comportement des tôles a montré l'importance du fluage primaire pour ce matériau aux températures de soudage. Les équations sont donc ici adaptées à la loi de comportement utilisée dans le chapitre 3 avec un écrouissage isotrope. Elle est présentée sur l'Équation 5-1 avec les paramètres d'écrouissage (σ_y , Q et β), les coefficients de fluage (K et n), la pression appliquée « p » et la déformation moyenne « ϵ_{moy} » de la boîte de matière. Cette déformation est calculée selon l'Équation 5-2.

La vitesse d'évolution du demi-petit axe « h » est calculée selon l'Équation 5-3. La démonstration est en Annexe A. Lorsque les paramètres d'écrouissages sont nuls, l'équation proposée par Ma est retrouvée.

La longueur d'interface « a » est déduite selon l'Équation 5-4 par conservation du volume de matière de la boîte.

$$\dot{\epsilon} = \left\langle \frac{P - (\sigma_y + Q(1 - e^{-\beta \epsilon_{moy}}))}{K} \right\rangle^n \quad \text{Équation 5-1}$$

$$\dot{\epsilon}_{moy} = \frac{\dot{h}_6}{h} \quad \text{Équation 5-2}$$

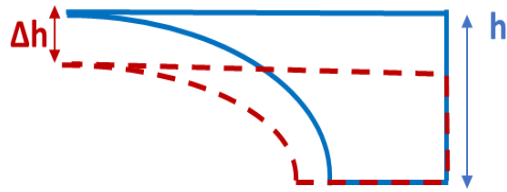
$$\dot{h}_6 = - \int_0^h \left\langle \frac{b P}{K \left(b - c \sqrt{1 - \frac{z^2}{h^2}} \right)} - \frac{(\sigma_y + Q(1 - e^{-\beta \epsilon_{moy}}))}{K} \right\rangle^n dz \quad \text{Équation 5-3}$$

$$\dot{a}_6 = - \frac{\dot{h}_6}{h} \left[b \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) + a \right] \quad \text{Équation 5-4}$$

La loi de comportement requiert la connaissance de la déformation cumulée moyenne « ϵ_{moy} » de la matière induite par le mécanisme viscoplastique.

Après la première étape du calcul, simulant la pressurisation à l'aide d'un comportement plastique, la déformation moyenne initiale est le rapport $(h_0 - h_y)/h_y$ (avec h_0 la hauteur initiale de la cavité et h_y la hauteur après plastification).

Ensuite, celle-ci est calculée à l'aide de l'incrément d'écrasement lié uniquement à la viscoplasticité (Figure 5-8).



$$\varepsilon_{moy} = \frac{\Delta h_6}{h_6}$$

Figure 5-8 : Calcul de la déformation moyenne du motif

II.2. Méthode de résolution

II.2.1. Système à résoudre

Chaque mécanisme est supposé pouvoir, à un instant donné, agir indépendamment des autres. Les termes sont donc additionnés pour obtenir la vitesse totale d'évolution de chaque paramètre. Il y a donc un couplage entre les mécanismes via l'évolution de « a » et « h » à chaque instant. Les Équation 5-5, Équation 5-6 et Équation 5-7 forment le système à résoudre.

$$\dot{h}_{tot} = \sum_{i=1}^6 \dot{h}_i (h, a, \varepsilon_{moy}) \quad \text{Équation 5-5}$$

$$\dot{a}_{tot} = \sum_{i=1}^6 \dot{a}_i (h, a, \varepsilon_{moy}) \quad \text{Équation 5-6}$$

$$\dot{\varepsilon}_{moy} = \frac{\dot{h}_6}{h} \quad \text{Équation 5-7}$$

Ce système d'équations différentielles du premier ordre est résolu via le logiciel de calcul numérique SCILAB à l'aide de la fonction ODE. Le schéma numérique de Runge-Kutta d'ordre 4 à pas adaptatif est utilisé pour résoudre ce système d'équations.

II.2.2. Cycle modélisé

Le cycle de CIC n'est pas modélisé dans son ensemble car à basse température ($T < 540^\circ\text{C}$), les mécanismes de soudage sont supposés négligeables.

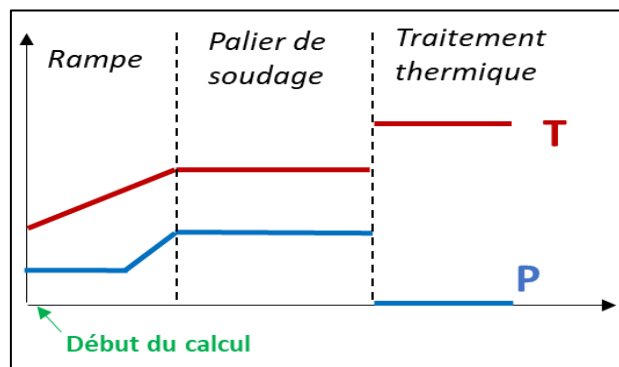


Figure 5-9 : Cycle de CIC classique des maquettes E modélisé pour la prédiction de fermeture des cavités par le modèle de Hill et Wallach.

Dans un premier temps, seul le mécanisme plastique est modélisé pour simuler la pressurisation initiale. Le modèle calcule ensuite l'évolution de « a » et « h » au cours de la rampe et du palier de soudage (Figure 5-9).

Pour les traitements thermiques (TT), seul le palier de maintien en température est modélisé et ajouté directement à la suite du palier de soudage le cas échéant. La montée est suffisamment rapide (10°C/min) pour considérer que l'interface n'évolue pas lors de celle-ci. Une discontinuité de température est donc possible entre le palier de soudage et le TT.

Dans chaque cas (palier de soudage et traitement thermique), le refroidissement n'est pas pris en compte : il est supposé suffisamment rapide (30°C/s au début du refroidissement) pour ne plus avoir d'évolution du TSS.

II.2.3. Schéma de résolution

Le schéma itératif utilisé pour modéliser l'évolution de la géométrie elliptique au cours d'un cycle de CIC est présenté Figure 5-10.

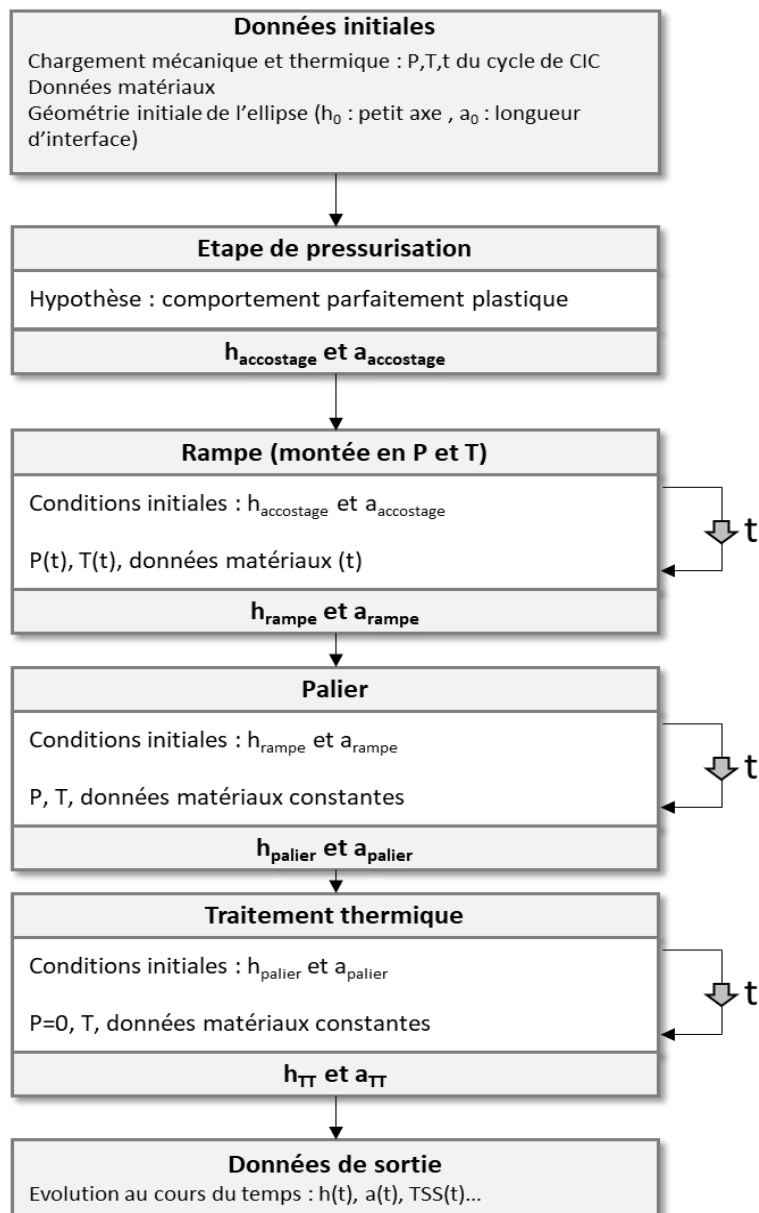


Figure 5-10 : Description de la résolution du modèle de prédiction de la fermeture des cavités.

II.2.4. Données matériaux

L'ensemble des données matériaux utilisées pour l'application du modèle, associées à ce modèle, est présenté en Annexe A. Les propriétés mécaniques utilisées sont celles identifiées sur les tôles dans le chapitre 3. Les autres propriétés matériaux et les données de diffusion proviennent des travaux de Frost et Ashby pour l'acier inoxydable 316L [42], [88].

II.3. Détermination d'une géométrie initiale de cavité représentative

II.3.1. Proposition des géométries initiales potentielles

Le modèle analytique doit prédire l'évolution de la porosité d'une interface contenant une population de cavités diverses. Il est donc nécessaire d'identifier une géométrie de cavité représentative associée à un état de surface donné. L'étude expérimentale a montré la grande disparité de géométrie des cavités et le lien entre une géométrie et les mécanismes à intervenir dans son évolution au cours du cycle de CIC : une petite cavité sera plus soumise à la diffusion à l'interface qu'une grande, une cavité allongée sera plus affectée par la diffusion de surface qu'une sphérique. Les calculs par éléments finis ont aussi montré que les déformations étaient différentes selon la forme de la cavité (Figure 5-6). L'évolution de la fermeture de la cavité au cours de la modélisation sera donc affectée par sa géométrie initiale.

Dans le but de trouver la géométrie initiale permettant la meilleure prédiction du TSS, plusieurs formes et tailles de cavités sont étudiées.

Les dimensions initiales (c'est-à-dire lors de la mise en contact des tôles, avant déformation plastique) sont estimées à partir :

- des paramètres de rugosité issus des quatre profils mesurés pour les calculs éléments finis ;
- des géométries des cavités observées sur la maquette E1.

(a) Choix d'une cavité initiale représentative via l'évaluation de la rugosité des tôles

La Figure 5-11 présente les paramètres de rugosité obtenus pour quatre profils longs de 4 mm mesurés dans les directions SL et ST des tôles. Lorsque les rugosités de chaque tôle tombent pic à pic :

- la rugosité moyenne « Ra » permet d'estimer un demi-petit axe ($\approx 0,2 \mu\text{m}$) pour les plus petites cavités
- le paramètre « Rz » permet d'estimer un demi-petit axe ($\approx 1,5 \mu\text{m}$) pour les plus grandes cavités
- le paramètre « Rsm » permet d'estimer le grand axe moyen ($\approx 60 \mu\text{m}$).

Dans ce cas, les cavités sont relativement « grandes » et la géométrie initiale est approximativement de $1,5 \times 30 \mu\text{m}^2$ (petit axe x grand axe).

Lorsque les rugosités ne tombent pas pic à pic, les dimensions des cavités sont réduites notamment le demi-grand axe. Ainsi, les plus « petites » cavités ont un demi-petit axe estimé à $0,2 \mu\text{m}$ et un demi-grand axe inférieur estimé à $30 \mu\text{m}^2$.

Direction de mesure	Ra (μm)	Rz (μm)	Rsm (μm)
SL1	0,210	1,85	67,6
SL2	0,174	1,45	73,0
ST1	0,176	1,54	60,3
ST2	0,195	1,76	69,0
Moyenne	0,189	1,65	67,5

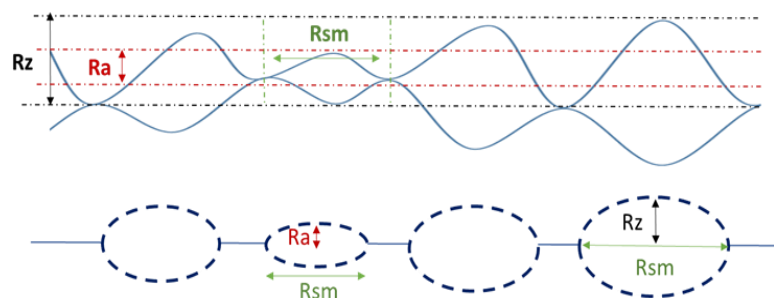


Figure 5-11 : Paramètres de rugosité des tôles.

(b) Choix d'une cavité initiale représentative via l'observation des interfaces

La Figure 5-12 présente les fonctions de répartition des demi-petits axes et demi-grands axes des cavités observées aux interfaces sur la maquette E1. Celle-ci a subi un palier de soudage très court de cinq minutes à 100 bar et 1010°C. C'est donc pour cette maquette que les dimensions des cavités sont les plus proches des dimensions initiales. Le TSS est de 38%, les demi-grands axes ont donc, approximativement, chacun diminué de 38% par rapport à l'état initial. Pour remonter aux demi-grands axes initiaux, les valeurs mesurées sur E1 sont multipliées par 1.61 ($= \frac{1}{1-0.38}$).

En supposant les demi-petits axes identiques, il est possible d'estimer qu'à l'état initial :

- 25% des cavités ont un demi-petit axe inférieur à 0,4 µm, un demi-grand axe inférieur à 2 µm.
- 25% des cavités ont un demi-petit axe supérieur à 1 µm, un demi-grand axe supérieur à 6 µm.

Selon cette méthode, la géométrie initiale considérée pour une « petite cavité » est de 0,4x1 µm² et de 2x6 µm² pour une « grande » cavité.

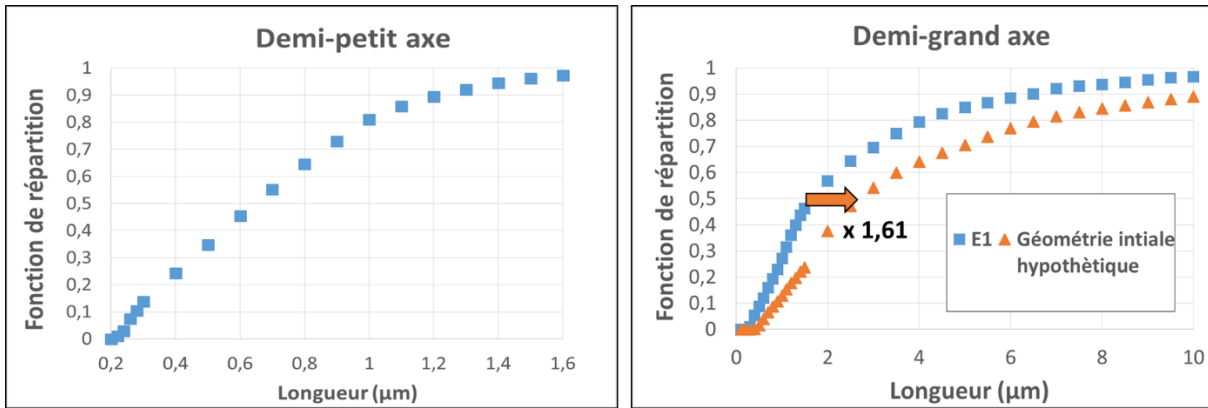


Figure 5-12 : Répartition des demis-petits axes, demis grands-axes pour la maquette E1 (bleu) et demis grands axes initiaux théoriques (orange)

(c) Géométries de cavités initiales modélisées

Un compromis moyennant les dimensions obtenues avec les deux méthodes permet d'estimer la géométrie initiale d'une « petite » cavité à 0,3 x 2 µm², et d'une « grande » à 1,5 x 20 µm². De plus, cinq géométries intermédiaires sont également étudiées. Le Tableau 5-1 regroupe les dimensions des sept cavités de forme elliptique retenues et leurs caractéristiques. Cet échantillonnage est constitué de géométries éloignées en termes de tailles et de formes, mais toutes théoriquement observables expérimentalement. La cavité la plus lente à se fermer lors du soudage sera considérée la plus conservatrice pour la prédiction du TSS.

	h (µm)	c (µm)	Aire (µm ²)	Aire (µm ² /mm)	Circularité (%)	r _c (nm)
Cavité 1	0,3	2	2	470	15	45
Cavité 2	1,5	20	94	2360	7.5	113
Cavité 3	0,3	10	9	470	3	9
Cavité 4	1,5	10	47	2360	15	225
Cavité 5	0,8	2	5	1260	40	320
Cavité 6	0,8	20	50	1260	4	32
Cavité 7	0,8	10	25	1260	8	64

Tableau 5-1 : Dimensions initiales pour les géométries des cavités potentiellement représentatives.

II.3.2. Influence de la taille des cavités sur la cinétique de fermeture et géométrie retenue

Le cycle E2 (100bar/1010°C/180min) est modélisé. La Figure 5-13 présente l'évolution au cours du temps du TSS et du rapport entre l'aire à l'instant t et l'aire initiale de l'ellipse.

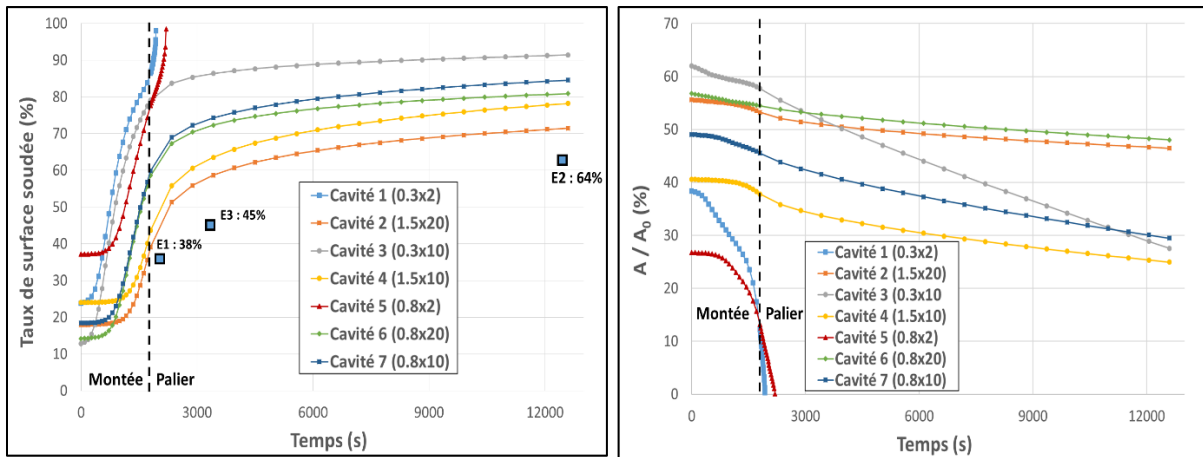


Figure 5-13 : Modélisation analytique de l'évolution du TSS et de l'aire de sept cavités lors du cycle de CIC E2.

Une disparité importante du TSS est visible selon la géométrie initiale des cavités, avec des TSS finaux variables entre 71% pour la cavité 2 ($1,5 \times 20 \mu\text{m}^2$) et 100% pour la cavité 1 ($0,3 \times 2 \mu\text{m}^2$). Les cinétiques de réduction de leurs aires sont aussi très différentes. La tendance à la disparition plus rapide des petites cavités par rapport aux grandes, qui a été observée expérimentalement, est bien reproduite par le modèle. Les cavités qui possèdent une aire initiale faible (cavités 1 et 5) disparaissent beaucoup plus vite que les grosses (cavités 2 et 4).

Le TSS de la cavité 2 ($1,5 \times 20 \mu\text{m}^2$) obtenu juste après la déformation plastique (avant que les mécanismes diffusifs n'interviennent) est cohérent avec celui obtenu par simulation éléments finis (17% et 18% respectivement), Figure 4-29. En revanche, celui de la cavité 5 ($0,8 \times 2 \mu\text{m}^2$) est plus élevé (37% contre 24%). Dans la simulation numérique par éléments finis, un faible écrouissage a été conservé pour permettre la convergence des calculs. Au contraire, dans le modèle analytique le comportement est parfaitement plastique ce qui peut expliquer un TSS plus élevé après plastification.

Pour l'ensemble des géométries, le TSS prédit par le modèle de Hill et Wallach est supérieur à celui observé expérimentalement après 5 minutes (E1), 30 minutes (E3) et 180 minutes (E2) de palier de soudage. La cavité dont l'aire initiale est la plus importante (cavité 2) est celle qui reproduit le plus fidèlement les résultats obtenus expérimentaux.

Ces résultats, associés à une identification inverse du TSS pour l'ensemble des maquettes (§ II.4), permettent de définir la géométrie la plus représentative suivante : un demi-petit axe équivalent à environ $4/3$ du Rz et un demi-grand axe équivalent à $1/3$ du Rsm

II.4. Comparaison du TSS entre les résultats expérimentaux et prédits par le modèle

Les conditions d'élaboration des maquettes réalisées au chapitre 4 sont utilisées, à l'exception de Nref et NA2 dont la température de CIC est trop élevée (la loi de comportement n'a pas été identifiée à 1100°C).

La Figure 5-14 compare les TSS prédits par le modèle analytique pour la géométrie représentative de l'ensemble de la porosité résiduelle ($2 \times 20 \mu\text{m}^2$) à ceux mesurés expérimentalement.

Les principales observations sont les suivantes :

- pour les cycles à 100 bar, la prédiction du TSS est très bonne avec des écarts absolus autour de 5% (à l'exception de E3).
- pour les traitements thermiques à 1010°C (E1TT et E3TT), une forte surestimation des mécanismes diffusifs est mise en évidence puisque l'écart entre le TSS prédit et celui mesuré augmente à 22% pour E1TT.
- le cycle de CIC à 300 bar (E4) montre une surestimation de la *viscoplasticité* : l'écart entre le TSS prédit et celui mesuré est de 16%.

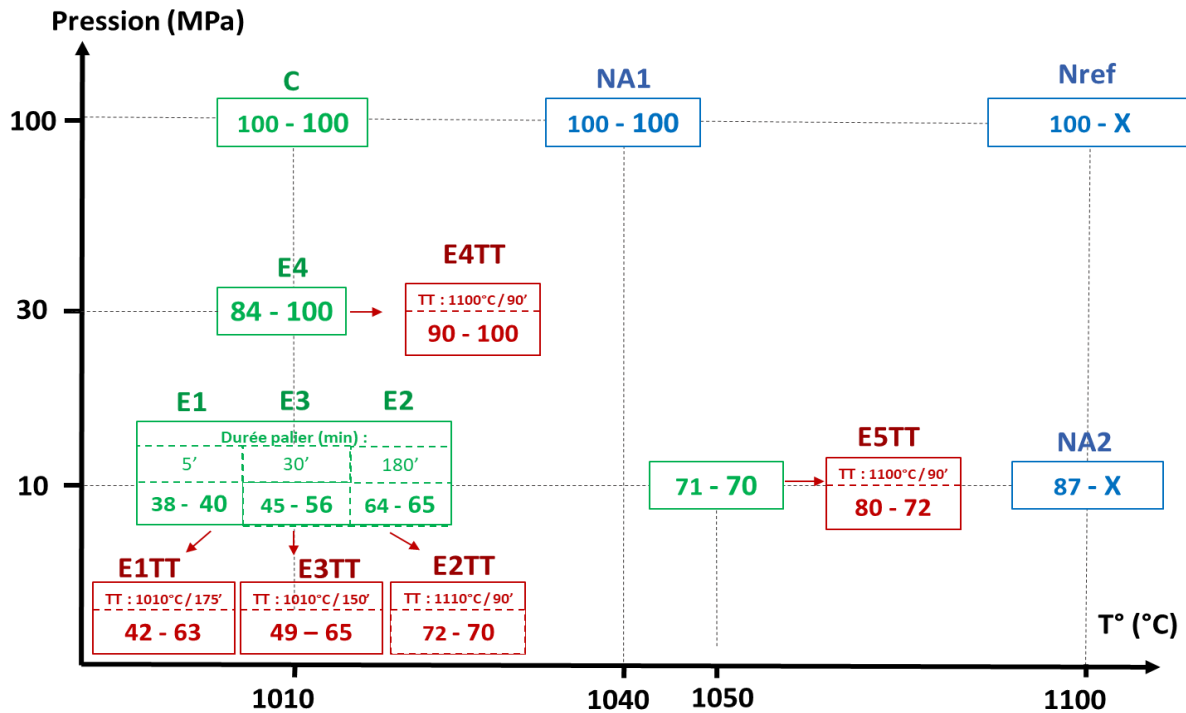


Figure 5-14 : Comparaison du TSS mesuré expérimentalement (à gauche) et prédit analytiquement (à droite). Les « x » désignent les essais non modélisés.

Ainsi, la cavité représentative choisie, bien qu'un peu plus grosse que celles observées expérimentalement, permet une prédiction cohérente du TSS pour l'ensemble des cycles de CIC à basse pression (100 bar).

Afin de mieux comprendre les écarts observés à haute pression et lors des traitements thermiques, la contribution de chacun des mécanismes dans la cinétique de fermeture des cavités est étudiée.

II.5. Contributions respectives des mécanismes physiques dans la cinétique de fermeture

Grace au modèle analytique il est possible d'identifier les contributions respectives des différents mécanismes dans la cinétique globale de la fermeture des cavités. Les mécanismes prépondérants en fonction des conditions de températures et de pressions sont ainsi recherchés.

II.5.1. A basse pression (100 bar)

La Figure 5-15 présente la contribution de chaque mécanisme physique dans la cinétique de fermeture des cavités 1 (cavité la plus rapide à disparaître) et 2 (cavité la plus lente à disparaître) lors du cycle E2 (100bar/1010°C/180min).

Pour la cavité 1, le modèle prévoit un effet important de la *diffusion de matière depuis la surface* qui tend à rendre l'ellipse très circulaire (la circularité passe de 10% après déformation plastique à 100% après seulement 1500 secondes de rampe). Dans la suite du cycle de CIC, la *diffusion depuis la surface* joue un rôle contre-productif dans la formation de l'interface : elle maintient la cavité circulaire alors que celle-ci aurait tendance à s'allonger perpendiculairement à l'interface sous l'effet des autres mécanismes (le petit axe devient plus grand que le grand axe).

La réduction du volume de la cavité est apportée par la *diffusion depuis l'interface* qui devient très importante à la fin de la rampe de montée en température et lors du palier de soudage. Cela s'explique par la réduction du rayon de courbure qui diminue de 400 nm au cours de la rampe à 40 nm à la fin du calcul. La contribution de la *viscoplasticité* est négligeable pour cette géométrie.

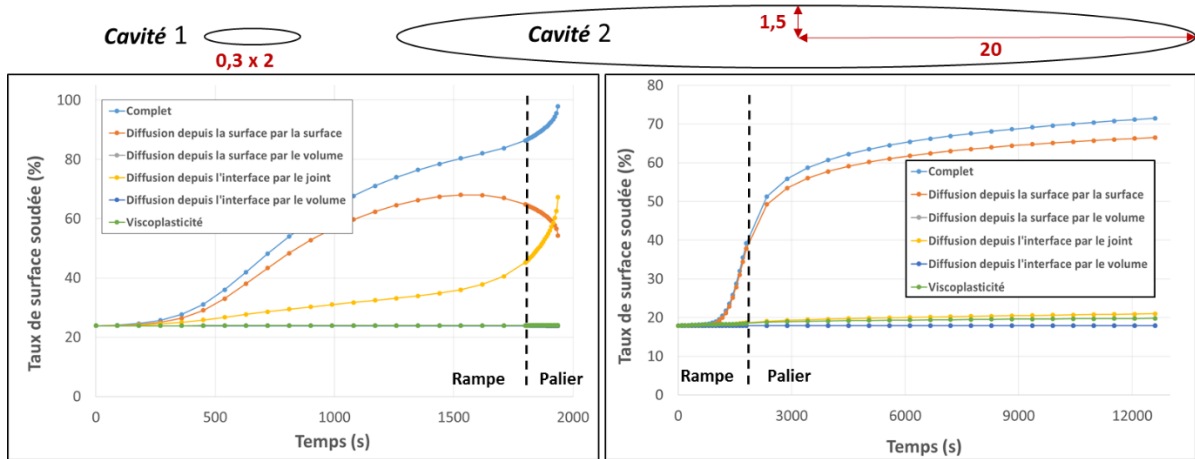


Figure 5-15 : Contribution de chaque mécanisme dans l'évolution du TSS au cours du cycle E2 pour les cavités 1 (à gauche) et 2 (à droite).

Pour la cavité 2, le modèle prévoit aussi un effet important de la *diffusion depuis la surface* tandis que les contributions des mécanismes de *diffusion depuis l'interface* et *viscoplasticité* sont faibles et constantes au cours du temps. Ainsi, le taux de circularité passe de 5% après déformation plastique, à 38% à la fin du palier, mais le volume de la cavité évolue peu.

Pour les deux géométries, la contribution des mécanismes de transport de matière par le volume est très faible. L'énergie d'activation pour ceux-ci est élevée (280 kJ.mol^{-1}) par rapport aux énergies d'activation de la diffusion par la surface de la cavité (222 kJ.mol^{-1}) et par la surface du joint (167 kJ.mol^{-1}). Le transport de matière par le volume est un mécanisme actif à plus haute température que celles appliquées dans cette étude.

Ainsi, à basse pression :

- le mécanisme de *diffusion de matière depuis la surface* est prépondérant, et s'observe via l'augmentation de la circularité des cavités ;
- le mécanisme de *diffusion de matière depuis l'interface* est important pour les petites cavités dont le rayon de courbure est faible ;
- les mécanismes de *déformation viscoplastique* sont négligeables.

II.5.2. A haute pression (300 bar)

La Figure 5-16 présente la contribution de chaque mécanisme pour la cavité 2 ($1,5 \times 20 \mu\text{m}^2$) lors du cycle E4 (300bar/1010°C/180min).

La *diffusion depuis la surface* est au début très importante puis elle ralentit jusqu'à devenir nulle lorsque l'ellipse atteint une circularité de 100% après 4000 secondes de palier à haute température. Cependant grâce à la *viscoplasticité*, l'augmentation du TSS se poursuit. La pression élevée (30 MPa) explique la contribution importante de ce mécanisme. En revanche, la contribution de la *diffusion depuis l'interface* reste faible et équivalente à celle observée pour le cycle E2 (Figure 5-15) : en effet, le rayon de courbure de la cavité 2 reste important.

Cette modélisation prédit une interface totalement soudée après deux heures de palier alors que le TSS mesuré expérimentalement est seulement de 84% à la fin du cycle de CIC dont la durée de palier est de 3 heures. Cet écart ne peut donc être dû qu'à la *viscoplasticité* et/ou à la *diffusion depuis la surface*. Ces deux mécanismes sont discutés dans la partie II.6.

Enfin, l'effet de la diffusion interfacique est correctement pris en compte : la réduction de l'aire s'accélère lorsque le rayon de courbure des cavités diminue, ce qui a bien été observé expérimentalement.

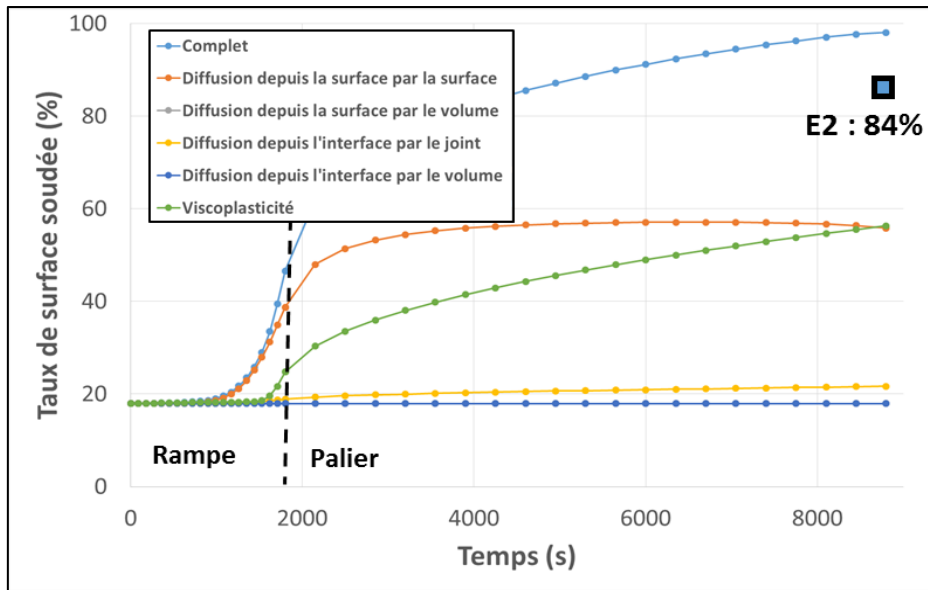


Figure 5-16 : Contribution de chaque mécanisme dans l'évolution du TSS au cours du cycle E4 pour la cavité 2

Ainsi, à haute pression (300bar) :

- Le mécanisme de *diffusion de matière depuis la surface* est prépondérant, et s'observe via l'augmentation de la circularité des cavités ;
- Le mécanisme de *diffusion de matière depuis l'interface* est important, et ce même pour une cavité de taille importante telle que E2 ;
- Les mécanismes de *déformation viscoplastique* sont significatifs lors du palier de soudage.

II.5.3. Lors du traitement thermique

Les cycles de la maquette E2TT (palier de soudage 100bar/1010°C/30min + TT à 1100°C/90min) sont modélisés pour les cavités 2 (1,5x20 μm^2) et 3 (0,3x10 μm^2) qui sont respectivement la plus grosse et la moins circulaire des cavités étudiées.

Le TSS et les rapports de l'aire de la cavité à l'instant t sur l'aire initiale prédits par le modèle de Hill et Wallach sont présentés sur la Figure 5-17.

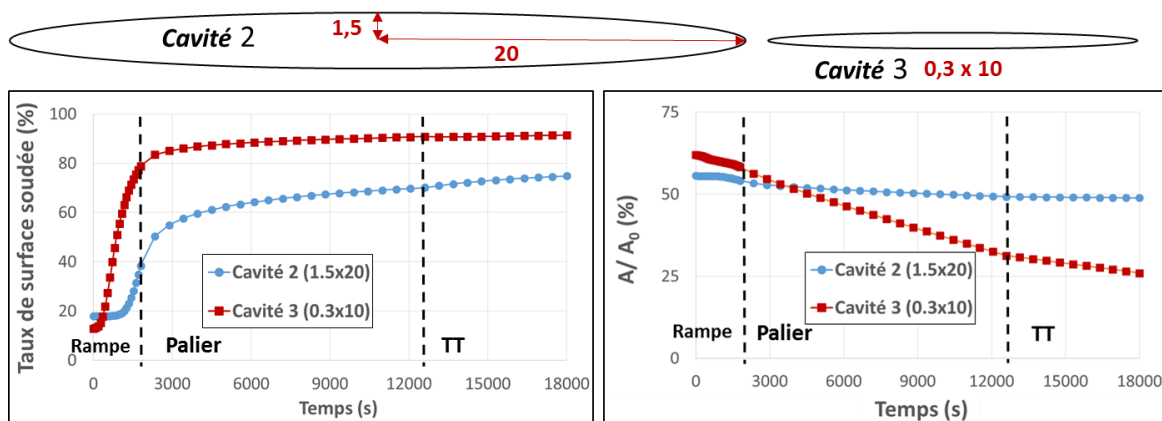


Figure 5-17 : Evolutions du TSS (à gauche) et de l'aire des cavités (à droite) au cours du cycle E2TT.

Pour la cavité 2, l'augmentation du TSS s'accélère lors du traitement thermique à 1100°C par rapport au palier de soudage tandis que son aire reste relativement constante. Cela montre que la croissance de l'interface, à la fin du palier de soudage et lors du TT, est principalement due au mécanisme de *diffusion depuis la surface* pour cette géométrie. Ce résultat s'explique par un faible taux de circularité de l'ellipse (37%), et un rayon de courbure au cou relativement élevé (112 nm) à la fin du palier de

soudage. De plus, l'influence de la température (entre 1010°C lors du palier et 1100°C lors du TT) sur la cinétique de *diffusion depuis la surface* est ici bien mise en évidence.

Pour la cavité 3, l'augmentation du TSS reste constante lors du traitement thermique tandis que la réduction de l'aire de la cavité ralentit mais reste notable. Cela montre que la croissance de l'interface, à la fin du palier de soudage et lors du TT, est principalement due au mécanisme de *diffusion depuis l'interface* et à la *viscoplasticité* pour cette géométrie. Ce résultat s'explique par un fort taux de circularité de l'ellipse (100%) et un rayon de courbure au cou relativement faible (9 nm) à la fin du palier de soudage.

Les résultats expérimentaux montraient que le TSS était de 64% à la fin du palier de soudage et 72% à la fin du traitement thermique (§ II.2.2). La diminution de l'aire des cavités était aussi sensible (§II.2.1(b)). Pour la cavité 2, le modèle de Hill et Wallach prédit donc bien l'évolution du TSS, au contraire de la réduction de son aire

Pour la cavité 3, le phénomène inverse est observé. Ainsi, la réduction d'aire est bien prise en compte mais pas le TSS (celui-ci étant bien plus élevé que celui mesuré expérimentalement). Une fois encore, l'effet de la géométrie initiale de la cavité sur son évolution peut être ici relevé.

Ainsi, lors du traitement thermique (i.e. à pression nulle), les cinétiques des mécanismes modélisés sont en accord avec les observations expérimentales. Le mécanisme de *diffusion depuis l'interface* contribue uniquement lorsque le rayon de courbure de la cavité devient faible et permet alors la réduction du volume. Le mécanisme de *diffusion de matière depuis la surface* reste prépondérant tant que la cavité est allongée mais ne réduit pas son volume.

II.6. Importance des différents mécanismes

La cinétique du mécanisme de *diffusion depuis l'interface* est cohérente pour l'ensemble des modélisations. La plasticité est aussi relativement bien modélisée. Pour certaines géométries, elle est surestimée mais cela est compensé par une cinétique plus faible du mécanisme de *viscoplasticité* liée à l'écroutissage important de la matière.

L'information principale à ressortir de l'analyse du modèle analytique est donc la surestimation des cinétiques des mécanismes de *diffusion depuis la surface* et de *viscoplasticité*.

II.6.1. Diffusion depuis la surface de la cavité

La *diffusion depuis la surface* est le mécanisme prépondérant sur l'ensemble des calculs présentés. Elle est probablement responsable des TSS trop élevés obtenus avec le modèle après les traitements thermiques. Sa surestimation est également susceptible de fausser la contribution des autres mécanismes car elle agit comme un inhibiteur sur ceux-ci. En effet, elle entraîne une augmentation de la longueur d'interface et du rayon de courbure au cou de l'ellipse. Par conséquent :

- La vitesse de fluage est plus faible car la contrainte à l'interface est réduite ;
- La cinétique de *diffusion depuis l'interface* est plus faible car le rayon de courbure est augmenté.

Afin de réduire la force motrice du mécanisme de diffusion depuis la surface, Wu [58] puis Ma [57] ont proposé que la matière qui diffuse vers le cou de l'ellipse provienne au maximum d'une longueur « d_{max} ». Cette longueur est la distance maximale parcourue par la matière lors de la durée « t » du palier de soudage. Elle est estimée, pour un profil sinusoïdal, selon l'Équation 5-8 par Mullins [89].

$$d_{max} = 0.46 \left(\frac{D_s \delta_s \gamma \Omega}{kT} * t \right)^{0.25} \quad \text{Équation 5-8}$$

En conséquence, la courbure maximale de l'ellipse n'est plus calculée au demi-petit axe (point A), mais en un point B situé à la distance « d_{max} » (Figure 5-18). La courbure en ce point étant plus faible, la force motrice pour la diffusion surfacique diminue.

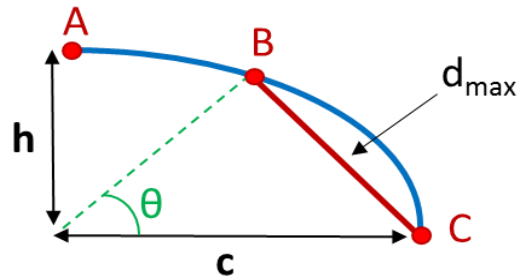


Figure 5-18 : Avec la longueur maximale de diffusion introduite par Ma, la source de matière la plus éloignée est le point B. Dans le modèle de Hill et Wallach, c'est le point A.

Cette « condition de diffusion » est intégrée au modèle analytique. Un calcul est effectué pour la cavité 2 (1,5x20 µm²) avec le cycle de CIC E2 (100bar/1010°C/180min). L'évolution du TSS est présentée sur la Figure 5-19.

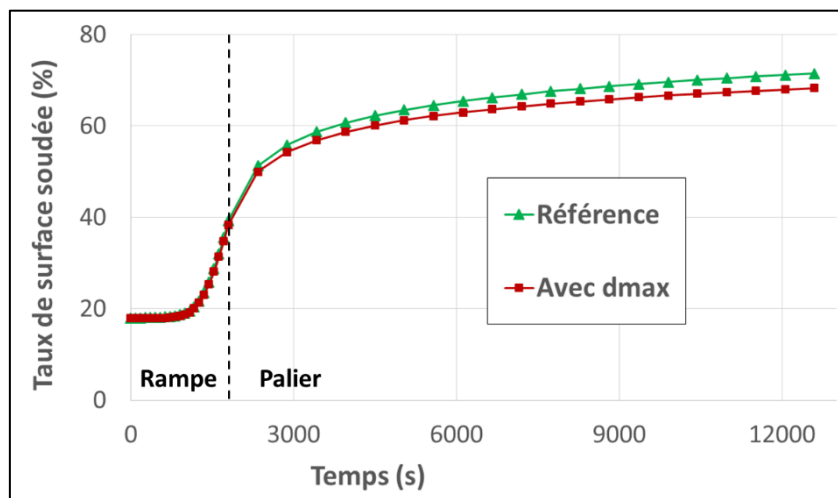


Figure 5-19 : Comparaison de l'évolution du TSS prédit par le modèle de Hill et Wallach avec et sans la condition de diffusion de Wu.

Une diminution de la cinétique de formation de l'interface est observée. A la fin du palier, le TSS est de 68% avec le critère de diffusion, et de 71% sans. Cette diminution est cependant faible et le TSS reste surestimé par le modèle.

L'application numérique de l'Équation 5-8 pour une durée de palier de trois heures, à une température de 1010°C, avec les données matériaux du 316L, donne une distance maximale de diffusion de 0,5 µm. Dans le modèle de Hill et Wallach et selon la géométrie choisie, elle est comprise entre 2 µm et 20 µm. La réduction de la distance de diffusion est donc importante.

Pour autant, la force motrice n'est que faiblement réduite. Le Tableau 5-2 présente le calcul des courbures aux points A, B et C (le point B correspond à la distance maximale de diffusion de 0,5 µm, Figure 5-18) pour la géométrie 2 (1,5x20 µm²).

	A	B	C
r	$\frac{c^2}{h} = 267 \mu\text{m}$	$\frac{(c^2 \sin^2 \theta + h^2 \cos^2 \theta)^{\frac{3}{2}}}{ch} = 5,7 \mu\text{m}$	$\frac{h^2}{c} = 0,11 \mu\text{m}$
1/r	$0,004 \mu\text{m}^{-1}$	$0,17 \mu\text{m}^{-1}$	$9 \mu\text{m}^{-1}$

Tableau 5-2 : Calcul des courbures aux point A, B et C.

La courbure augmente vite en s'éloignant du cou de l'ellipse et l'inverse de la courbure tend donc vite vers une faible valeur. La force motrice étant proportionnelle à la différence entre l'inverse des courbures (Équation 1-15), elle vaut environ 9 µm⁻¹ entre A et C (pas de distance maximale de diffusion) et 8,83 µm⁻¹ entre B et C (distance maximale de diffusion) soit un écart de seulement 2%.

Ainsi, la faible réduction du TSS lors de l'application d'une longueur maximale de diffusion s'explique par le fait que la force motrice soit peu affectée celle-ci.

Les autres causes potentielles de la surestimation de la *diffusion depuis la surface* sont :

- La valeur des paramètres matériaux (constantes de diffusion, tension de surface) ;
- La géométrie supposée parfaitement elliptique.

Elles constituent des perspectives d'étude proposées.

II.6.2. Viscoplasticité

La Figure 5-20 compare l'évolution du TSS prédit par les éléments finis (§ 1.4.2) et le modèle analytique pour les deux mêmes géométries : les cavités 2 et 5 (Figure 5-5). Seuls les mécanismes plastiques et viscoplastiques du modèle analytique sont activés. Les cycles E2 (100 bar / 1010°C / 180 min) et E4 (300 bar / 1010°C / 180 min) sont modélisés.

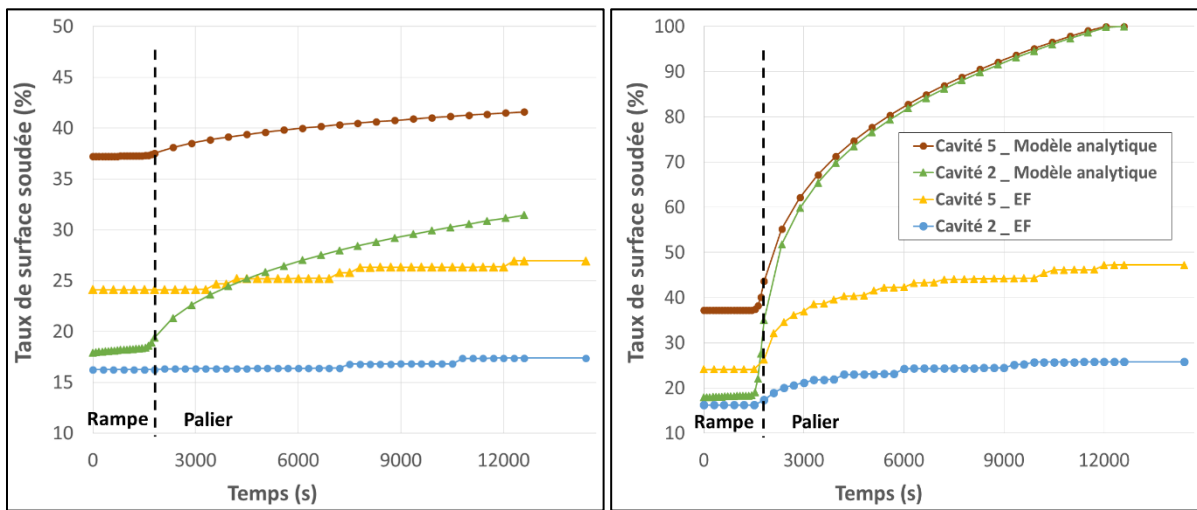


Figure 5-20 : Modélisation de la viscoplasticité pour les géométries 2 ($1.5 \times 20 \mu\text{m}^2$) et 5 ($0.3 \times 2 \mu\text{m}^2$) pour les cycles E2 (à gauche) et E4 (à droite).

Les résultats expérimentaux montrent des valeurs de TSS de 64% pour le cycle E2 et de 84 % pour E4. Les calculs par éléments finis et par le modèle de Hill et Wallach, ne prenant pas en compte les phénomènes de type diffusif dans la fermeture des cavités, devraient donc sous-estimer le TSS. Cela est observé pour les calculs par élément finis, qui sous-évaluent fortement le TSS. Au contraire, le modèle analytique le surestime assez fortement. Les paramètres matériau de la loi de comportement étant les mêmes entre les calculs par éléments finis et le modèle analytique, ils ne sont pas à l'origine de la surestimation du modèle de Hill et Wallach. La méthode utilisée pour calculer la déformation moyenne cumulée de la cavité (Figure 5-8) peut l'expliquer.

En effet, les simulations éléments finis ont montré que la déformation se localise à proximité du cou de l'ellipse. Dans le modèle analytique, cette déformation est supposée homogène dans toute la matière et est moyennée. La déformation cumulée dans les tranches à proximité du cou, qui sont les plus déformées, est donc sous-estimée. Par conséquent, l'écroutissage est plus faible et la vitesse de fluage plus importante : ce qui augmente le TSS.

En modifiant la méthode de calcul de la déformation cumulée, il est possible de réduire l'effet de la viscoplasticité. Une solution pourrait être d'introduire un gradient de déformation entre le cou et le haut de la cavité afin de plus écrouter les zones proches de l'interface.

II.7. Bilan

L'objectif du modèle analytique est de prédire, à partir de la connaissance de la rugosité des tôles, l'évolution du TSS d'une interface lors d'un cycle de CIC. Des cycles de CIC ont donc été modélisés, et les TSS prédits par le modèle de Hill et Wallach ont été comparés aux résultats expérimentaux.

Le modèle reproduit correctement les phénomènes observés expérimentalement :

- la disparition rapide des petites cavités sous l'effet de la *diffusion depuis l'interface* ;
- l'effet plus important de la *diffusion depuis la surface* pour les cavités allongées ;
- les cinétiques non négligeables de ces deux mécanismes sur l'évolution des cavités lors des traitements thermiques.

La détermination de la géométrie initiale représentative requise par le modèle a permis d'obtenir des résultats cohérents avec les mesures expérimentales du TSS. Pour les cycles à basse pression (100 bar), la prédiction du TSS est très bonne : les écarts avec les TSS expérimentaux sont, en général, inférieurs à 5%. En revanche, des écarts plus significatifs sont observés pour des cycles à plus haute pression (300 bar) et lors des traitements thermiques. Ces écarts sont respectivement expliqués par une surestimation de la cinétique du mécanisme de *diffusion depuis la surface* et du mécanisme *viscoplastique*.

Des perspectives ont été proposées pour réduire leurs cinétiques.

Chapitre 6 : Méthodologie proposée pour l'optimisation du cycle de CIC

I. Présentation de la méthodologie

Les échangeurs compacts à plaques soudées-diffusées doivent répondre à un cahier des charges spécifique. Selon l'application industrielle à laquelle ils sont dédiés, les propriétés mécaniques à respecter et l'écrasement acceptable de la structure lors de l'assemblage varient ; d'où la nécessité d'une méthodologie pour pouvoir adapter le cycle de CIC aux spécifications.

A partir de l'ensemble des résultats obtenus précédemment, il est maintenant possible de proposer une telle méthodologie (Figure 6-1). Elle a pour but de déterminer, pour un matériau et une géométrie donnée, les paramètres du cycle de CIC permettant à l'échangeur de respecter les critères d'écrasement maximal **C1** et de tenue mécanique **C2** requis. Ces deux critères sont spécifiques à chaque nouvel objet ou nouvelle application. Typiquement pour un échangeur, le critère C1 sera lié à des considérations de thermo hydraulique.

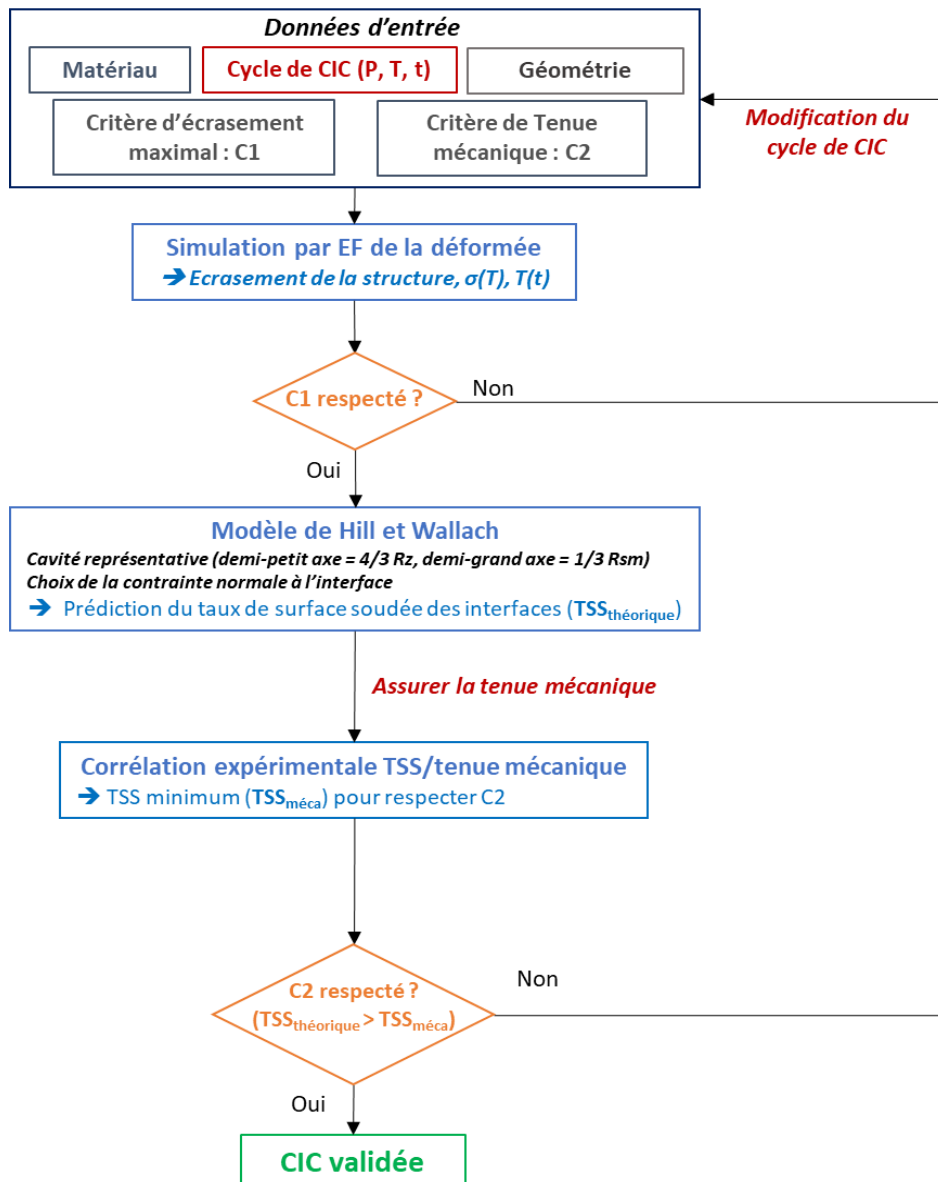


Figure 6-1 : Méthodologie à suivre pour l'optimisation du cycle de CIC.

Prédiction de l'écrasement par élément finis :

A partir d'un premier cycle de CIC proposé, l'écrasement de la structure lors de son assemblage par CIC est simulé par éléments finis.

Les travaux réalisés ont montré l'importance de maîtriser la loi de comportement. Ses paramètres doivent être identifiés sur le même matériau, et préférentiellement dans le même état de mise en forme, que celui constituant l'échangeur pour permettre une simulation suffisamment fidèle. Pour cela, des essais de traction suffisent aux températures inférieures à la température du palier de soudage. Des essais avec sauts de vitesses sont nécessaires lorsque la viscoplasticité est observable. Autour de la température du palier de soudage (à +/- 50°C), la description du comportement doit être plus précise. Des essais de fluage supplémentaires sont nécessaires, principalement dans la gamme de contrainte présente dans les isthmes (où la déformation est maximale). Le comportement viscoplastique doit intégrer l'érouissage du matériau s'il est observé. De plus, l'anisotropie et le vieillissement thermique lors du cycle doivent être étudiés.

Les défauts d'empilement de la structure sont à modéliser s'ils sont expérimentalement possibles car ils sont conservés tout au long du cycle de CIC et contribuent fortement à l'augmentation de la déformée. Les écrasements de la structure et des canaux sont mesurés et comparés au critère d'écrasement maximal. Si l'écrasement prédit n'est pas acceptable, le cycle de CIC doit être adapté pour réduire les déformations.

Prédiction du TSS :

Lorsque le critère **C1** est respecté, l'étape suivante consiste à appliquer le modèle analytique de Hill et Wallach afin de prédire le taux de surface soudée aux différentes interfaces de l'échangeur. Pour utiliser ce modèle les données à déterminer sont :

- la géométrie d'une cavité représentative de la porosité résiduelle de l'interface ;
- la pression normale à appliquer lors de la modélisation ;
- les paramètres matériaux utilisés pour le calcul des cinétiques des mécanismes plastique, viscoplastique et diffusifs.

La cavité représentative est un cylindre, de section elliptique, supposé infiniment long dans la direction normale au plan d'observation. La géométrie de l'ellipse est estimée à partir des paramètres du profil de rugosité (R_z et R_{sm}) du matériau. La mesure de rugosité est effectuée dans deux directions orthogonales sur une longueur qui doit assurer sa représentativité (une étude de dispersion peut être effectuée, chapitre 2 §IV.4.3). Le demi-petit axe de la cavité représentative correspond à 4/3 du R_z mesuré et le demi-grand axe à 1/3 du R_{sm} . Ils définissent la géométrie initiale du modèle 2D utilisé (§ II.3.1, chapitre 4).

La pression utilisée dans le modèle analytique correspond à la contrainte normale à l'interface. Elle est déterminée en chaque nœud de l'interface à partir du calcul par éléments finis réalisé dans l'étape précédente. Ce calcul fournit l'histoire mécanique d'une interface au cours du cycle de CIC.

La connaissance de la loi de comportement et des différents paramètres de diffusion est nécessaire à la quantification de la cinétique des mécanismes de fermeture.

Pour la mise en contact des rugosités (modélisé par un comportement plastique), il faut d'abord estimer, au cours du cycle de CIC, le couple pression/température (P_y/T_y) pour lequel l'écrasement plastique est maximal. Il peut être obtenu par simulation par éléments finis de l'écrasement du profil de rugosité (§ III.1, chapitre 4). Ensuite, la limite d'élasticité pour une vitesse de déformation de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (norme NF EN ISO 6892-1) doit être connue à la température T_y . Le modèle analytique modélise l'écrasement plastique à partir de cette limite élastique et de la contrainte normale à l'interface pour une pression extérieure P_y .

La description précise du comportement viscoplastique requiert des données expérimentales à la température du palier de soudage et dans la gamme de contraintes présente le long de l'interface. Cette gamme est estimée à partir des contraintes normales observées lors de la simulation numérique de l'écrasement du profil de rugosité. Des essais de fluage sont réalisés à ces contraintes et à la température du palier de soudage afin d'identifier les paramètres de la loi de comportement (§ III.3, chapitre 3).

Pour les mécanismes diffusifs, les données requises sont l'expression des vitesses de diffusion (en surface, à l'interface et en volume), l'énergie de surface et le volume atomique moyen du matériau. Elles sont en général présentes dans la littérature.

Comme cela a été présenté au chapitre 5, une fois ces données déterminées, le modèle permet d'estimer le taux de surface soudée théorique ($TSS_{théorique}$) aux interfaces.

Assurer la tenue mécanique :

Les travaux de cette thèse ont montré qu'il était possible de corréler les propriétés mécaniques d'une interface à son TSS. Pour établir cette corrélation, des essais mécaniques permettant de déterminer les propriétés recherchées sont réalisés ainsi qu'une quantification expérimentale du TSS des interfaces sollicitées.

Pour cela, des maquettes doivent être réalisées afin de souder-diffuser en conteneur un empilement de tôles pleines (§ III, chapitre 2). Le protocole de préparation des surfaces assure une interface non oxydée et sans poussières. La température et la durée du cycle doivent être similaires au cycle de l'échangeur. La pression et/ou la durée de palier est variable selon les maquettes afin de créer des interfaces avec des TSS différents selon les maquettes. Les interfaces sont observées par microscopie optique et un protocole est utilisé pour quantifier le TSS (§ IV.4, chapitre 2).

Les éprouvettes nécessaires aux essais mécaniques sont prélevées dans la direction TC des maquettes. La complémentarité des essais de traction et de résilience pour la caractérisation des interfaces a été montrée. Ils permettent de rester discriminant pour de faibles (traction) et forts (résilience) TSS. Chaque essai doit être reproduit trois fois minimum pour s'affranchir d'un résultat non représentatif lié à la présence d'un défaut à l'interface.

A partir de la corrélation établie, le taux de surface soudée minimum ($TSS_{méca}$) à atteindre pour assurer le critère **C2** sur l'ensemble des interfaces est calculé.

Si la condition $TSS_{théorique} > TSS_{méca}$ est respectée pour chaque interface, le critère de tenue mécanique est assuré et le cycle de CIC est validé. Dans le cas contraire, une optimisation des paramètres du cycle de CIC est entreprise afin d'augmenter le $TSS_{théorique}$.

II. Application aux échangeurs ASTRID

L'optimisation d'un cycle de CIC pour l'assemblage d'un échangeur de chaleur en 316L pour le réacteur ASTRID est ici présentée. La géométrie de la structure est celle de la maquette Diademo étudiée dans le chapitre 3.

II.1. Ecrasement de la structure

La simulation par élément finis de la structure de la maquette Diademo dans les conditions $P=100 \text{ bar}/T=1010^\circ\text{C}/t=3\text{h}$ induit un écrasement assez important (chapitre 3, § III.3.4(b)). Les canaux les plus écrasés ont subi une réduction de hauteur proche du critère maximal fixé (10% d'écrasement).

Ces conditions pour le palier du cycle de CIC permettent d'obtenir un écrasement de la structure tout juste acceptable. Il faut maintenant déterminer si les interfaces, après un tel cycle d'assemblage, respectent les propriétés mécaniques requises.

II.2. Tenue mécanique

II.2.1. Critère de tenue mécanique

Pour le nucléaire, les composants des réacteurs expérimentaux comme ASTRID sont soumis à des critères mécaniques définis dans le code RCC-MRx (Règles de Conception et de Construction pour les matériels mécaniques des structures à hautes températures et des réacteurs expérimentaux et à fusion)

[90]. La définition du critère de tenue mécanique minimale pour une interface est donc faite à partir des critères imposés dans ce code.

La technologie de fabrication et d'assemblage par soudage-diffusion n'est pas encore prise en compte dans le code et aucun coefficient de joint n'est défini. Le coefficient de joint « J » est utilisé dans le code pour définir les caractéristiques mécaniques à respecter par le joint en fonction des caractéristiques du métal de base. Cette démarche est adaptée aux joints obtenus par soudage avec une phase liquide, pour lesquels la zone soudée a une dimension mm ou centimétrique. Ce qui n'est pas le cas d'un joint obtenu par soudage-diffusion dont l'épaisseur est de quelques dizaines ou centaines de microns en fonction des espèces mises en jeu dans la diffusion. Par défaut, un coefficient maximal de 1 est utilisé pour la suite. Cela signifie que l'interface doit respecter les mêmes caractéristiques mécaniques que le métal de base dans le cas d'une jonction homogène.

Les valeurs des caractéristiques mécaniques à respecter pour un acier inoxydable 316L sont présentées dans le Tableau 6-1. Elles varient légèrement si le matériau est à l'état forgé, sous forme d'une tôle d'épaisseur supérieure à 3 mm ou inférieure à 3 mm.

	Rm (MPa)	Résilience (J)	Référence RCCMRx
Forgé	490-690	>100	RM 332-2
Tôle >3mm	520-670	>60	RM 333-2
Tôle <3mm	530-680	/	RM 333-3

Tableau 6-1 : Caractéristiques mécaniques à respecter pour l'acier inoxydable 1.4404 (X2CrNiMo 17-12-2).

En supposant que la tenue mécanique des interfaces doit être identique à celle d'une tôle de 3 mm d'épaisseur, les valeurs acceptables seraient :

- une contrainte maximale supérieure à 530 MPa ;
- une résilience supérieure à 60 J.

II.2.2. TSS à atteindre pour respecter le critère de tenue mécanique

L'étude expérimentale des interfaces (§ II.2 et II.3, chapitre 5) a permis d'évaluer la résistance à la traction et la résilience, puis une corrélation avec le TSS a été obtenue (Figure 4-25). Ainsi, il est possible de définir un TSS minimal pour respecter les critères de tenue mécanique suivants :

- la condition « Rm > 530 MPa » nécessite un TSS supérieur à 85% ;
- la condition « Résilience > 60 J » nécessite un TSS supérieur à 90%.

La disparition complète de la porosité résiduelle n'est, ici, pas une condition nécessaire pour obtenir une tenue mécanique acceptable à l'interface. Un TSS de 90% est suffisant pour respecter ces deux critères. En revanche, pour une condition de résilience supérieure à 100 J, les résultats ont montré que la corrélation TSS/tenue mécanique n'est plus suffisante. L'ajout d'un critère sur le taux de franchissement est alors une amélioration envisagée.

Les paramètres permettant d'obtenir un TSS de 90% sont recherchés à l'aide du modèle analytique de Hill et Wallach. La géométrie initiale est une ellipse de demi-petit axe 2 µm (4/3 Rz) et de demi-grand axe 20 µm (Rsm/3).

La Figure 6-2 présente l'évolution du TSS en fonction des paramètres du palier de soudage. Les zones en verts correspondent à un TSS supérieur à 90%. Il est atteint dans différentes conditions. Toutefois, la condition principale à respecter est une pression supérieure à 25 MPa : associée à une température de 1010°C et une durée de trois heures, elle évite des durées de soudage trop longues et des températures trop élevées qui modifieraient fortement la taille de grains.

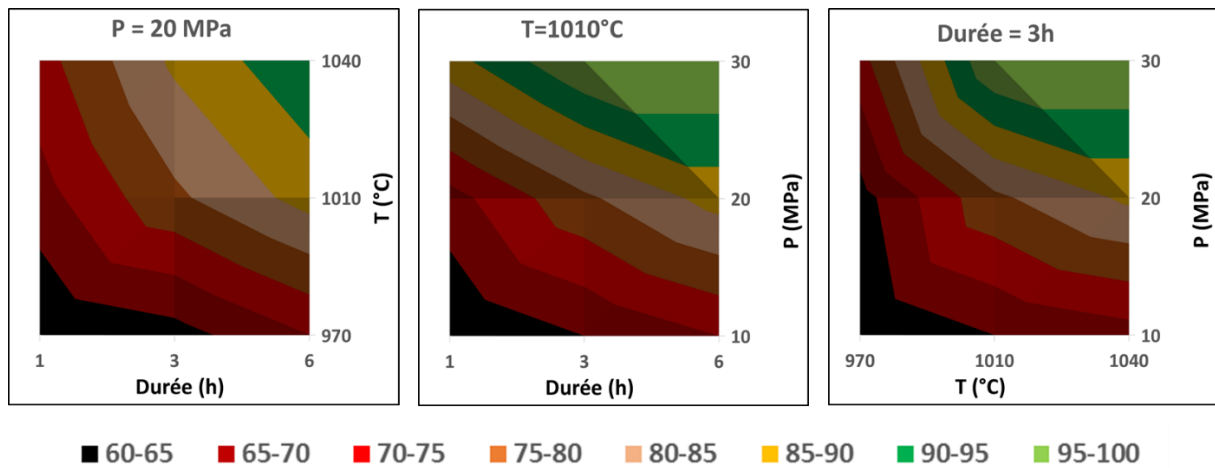


Figure 6-2 : TSS (%) prédit analytiquement en fonction des conditions de CIC.

Pour le palier de soudage appliqué à la maquette Diademo (10 MPa/1010°C/3 h) le TSS prédit est de 65%, soit un taux bien inférieur à celui nécessaire pour respecter le critère de tenue mécanique. Une modification du cycle de CIC est donc nécessaire.

Conclusion générale et perspectives

La fabrication d'échangeurs de chaleur à plaques est possible par soudage-diffusion mais requiert une optimisation fine des paramètres du cycle de CIC. En effet, ces travaux ont mis en évidence l'ampleur de la déformation des canaux après assemblage, et la dépendance de la tenue mécanique des interfaces à la pression et à la température appliquée lors du palier de soudage. Les travaux présentés ont permis de mettre au point une méthodologie d'optimisation du cycle de CIC à l'aide d'outils prédictifs expérimentaux et numériques. L'intérêt de cette méthodologie est de minimiser la durée et le coût de la campagne expérimentale lors du développement d'une nouvelle géométrie d'échangeur ou de l'utilisation d'un nouveau matériau.

La prédiction de la déformée de la structure de l'échangeur nécessite de maîtriser l'outil numérique utilisé, de prendre en compte les défauts de l'assemblage et d'avoir une loi de comportement précise et adaptée aux conditions thermomécaniques subies par le matériau.

L'étude numérique a défini le critère de convergence, les éléments et le raffinement du maillage adaptés à la problématique. Les simulations par éléments finis, réalisées en 2D déformations planes généralisées, mettent en évidence plusieurs résultats relatifs aux défauts d'empilements des tôles constituant l'échangeur.

Tout d'abord, les tôles décalées initialement ne peuvent pas glisser pour se réaligner au cours du cycle de CIC. Ce décalage induit une augmentation importante de l'écrasement des canaux (jusqu'à +20% lors d'un décalage de 300 μm pour la géométrie étudiée) et doit être évité.

La modélisation du contact a permis de reproduire les glissements locaux dans les isthmes observés expérimentalement.

Une loi de comportement viscoplastique, fondée sur une loi de type Chaboche avec un écrouissage isotrope, a été choisie pour modéliser le comportement de l'acier 316L. Dans les conditions de l'étude (faibles déformations, cycles à 1010°C), l'anisotropie et le vieillissement thermique peuvent être considérés négligeables. Un jeu de données a été identifié entre 20°C et 1040°C, à partir d'essais de traction et de fluage, pour des vitesses inférieures à $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et des contraintes inférieures à 40 MPa. Il permet de prédire l'écrasement de petite maquette et de la maquette Diademo avec une erreur inférieure à 10% sur l'écrasement des canaux et l'élargissement des isthmes.

La prédiction de la tenue mécanique des interfaces peut s'effectuer en deux étapes : la prédiction du taux de surface soudée des interfaces puis la corrélation entre les propriétés mécaniques et le TSS. Afin de comprendre et de quantifier l'évolution de l'interface au cours du soudage-diffusion, des protocoles de caractérisation microscopique ont été mis au point. Ils comprennent trois étapes : la préparation de la surface à observer, l'observation au microscope optique et l'analyse d'image.

L'observation expérimentale des interfaces au cours du soudage a permis de mettre en évidence l'effet des mécanismes de diffusion depuis la surface (augmentation de la circularité des cavités), de diffusion depuis l'interface (réduction principalement du volume des petites cavités) et de viscoplasticité (réduction principalement du volume de grandes cavités). Ainsi, ces mécanismes déjà observés dans la littérature pour le frittage de poudre interviennent aussi dans le soudage-diffusion d'une interface plane.

Le modèle analytique développé par Hill et Wallach a permis de quantifier l'effet des mécanismes observés sur l'évolution d'une cavité elliptique isolée. Ce modèle permet de plus de prédire le TSS des interfaces à partir de l'histoire thermomécanique locale. Cette étape nécessite néanmoins la définition d'une géométrie de cavité représentative d'une longueur représentative de l'interface. Les résultats obtenus ont permis d'identifier la géométrie initiale d'une telle cavité avec un demi-axe de 4/3 du Rz et un grand axe de 1/3 du Rsm. Elle permet de prédire des taux de surface soudée très proches de ceux mesurés expérimentalement, sur des empilements pleins ou avec canaux, lorsque la pression appliquée est faible (100 bar).

Pour des pressions plus élevées (300 bar) et lors des traitements thermiques, ces valeurs sont surestimées à cause de la cinétique trop importante de la diffusion depuis la surface et de la viscoplasticité respectivement.

Les essais mécaniques réalisés sur des assemblages obtenus pour des conditions de CIC variées ont permis de mettre en équation la relation entre les différentes propriétés mécaniques étudiées et le taux de surface soudée. L'essai de résilience devient discriminant lorsque le TSS est supérieur à 80% et celui de traction lorsqu'il est inférieur à 70%.

Conclusion générale et perspectives

Suite à ces travaux, plusieurs perspectives d'études se dégagent.

La géométrie des échangeurs de chaleur doit être simulée en 3D afin de déterminer si les écrasements obtenus en 2D déformations planes généralisées sur une section de la structure sont éloignés de ceux obtenus pour la géométrie réelle, avec des canaux en zigzag (la géométrie de la maquette Diademo pourra être utilisée). Le calcul devra respecter les critères numériques définis dans le chapitre 3. Le contact entre les tôles doit aussi être modélisé pour pouvoir observer les glissements dans les isthmes. La quantification du coefficient de frottement des tôles permettrait une simulation plus réaliste de ces phénomènes. Il est probable que le calcul ainsi développé nécessite une puissance de calcul conséquente.

L'amélioration de la prédiction du modèle analytique pour les fortes pressions et lors des traitements thermiques est requise. Les pistes évoquées dans le chapitre 5 concernent le mécanisme viscoplastique et le mécanisme de diffusion depuis la surface.

Pour le comportement viscoplastique, l'absence de données au-delà de 40 MPa nécessite la réalisation d'essais de fluage supplémentaires sous charges élevées. De plus, la méthode de calcul de la déformation moyenne autour des cavités peut être modifiée pour introduire un gradient dans la direction perpendiculaire à l'interface. Cela permettrait de localiser la déformation et l'écroutissage principalement autour de l'interface et ainsi de réduire la cinétique de fluage dans cette zone.

Pour le mécanisme diffusif, son rôle prépondérant nécessite une attention particulière envers les paramètres dont il dépend. Une étude plus poussée sur les valeurs des coefficients de diffusion en surface pour l'acier 316L assurerait qu'ils ne sont pas surestimés.

D'autre part, la prédiction de la tenue mécanique peut être affinée en prenant en compte le taux de franchissement. Pour cela, la notion de franchissement doit être précisément définie et le protocole de quantification adapté. De plus, un modèle de prédiction du taux de franchissement doit être développé. Des travaux sont en cours au CEMEF (Sophia Antipolis) sur ce sujet.

L'observation optique et la sollicitation mécanique des interfaces de la maquette Diademo, plus représentative d'un échangeur d'échelle 1, validerait définitivement la fiabilité des outils prédictifs développés au cours de cette thèse.

Finalement, un couplage entre les simulations numériques par éléments finis, la modélisation analytique du TSS et la corrélation tenue mécanique/TSS permettrait de prédire localement sur l'ensemble des interfaces d'un échangeur leurs propriétés mécaniques.

Bibliographie

- [1] « Préparer le nucléaire du futur », *Le journal des collaborateurs du CEA*, n° Mars, 2016.
- [2] N. Bouquet, « Etude de la formation des joints soudés par diffusion : application aux échangeurs de chaleur compacts », Thèse de l'Université de Bourgogne, 2014.
- [3] J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie - Elaboration, structures-propriétés, normalisation*, Nathan, 2002.
- [4] A. L. Schaeffler, « Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal », *Metal Progress*, vol. 56, p. 680, 1949.
- [5] L. Pryce et K. W. Andrews, « Practical estimation of composition balance and ferrite content in stainless steels », *J. Iron Steel Inst.*, 1960.
- [6] S. L. Mannan, S. C. Chetal, B. Raj, et S. B. Bhoje, « Selection of materials for prototype fast breeder reactor », *Trans.-INDIAN Inst. Met.*, vol. 56, n° 2, p. 155–178, 2003.
- [7] D. W. Kim, « Influence of nitrogen-induced grain refinement on mechanical properties of nitrogen alloyed type 316LN stainless steel », *J. Nucl. Mater.*, vol. 420, n° 1-3, p. 473-478, janv. 2012.
- [8] « RCCMRX, Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires - Section III - Tome 1 », AFCEN, vol. Z, 2010.
- [9] H. Sassoulas, « Traitements thermiques des aciers inoxydables », *Techniques de l'ingénieur*, M1155, 2016.
- [10] E. O. Hall et S. H. Algie, « The sigma phase », *Metallurgical Reviews*, vol. 11, n° 1, p. 61-88, 1966.
- [11] A. Tekin, J. W. Martin, et B. A. Senior, « Grain boundary sensitization and desensitization during the ageing of 316L (N) austenitic stainless steels », *J. Mater. Sci.*, vol. 26, n° 9, p. 2458–2466, 1991.
- [12] B. Weiss et R. Stickler, « Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel », *Met Trans*, vol. 3, n° 4, p. 851-866, 1972.
- [13] J. M. Vitek et S. A. David, « The sigma phase transformation in austenitic stainless steels », *Weld. J.*, vol. 65, n° 4, p. 106s–111s, 1986.
- [14] K. Rajasekhar, C. S. Harendranath, R. Raman, et S. D. Kulkarni, « Microstructural evolution during solidification of austenitic stainless steel weld metals: a color metallographic and electron microprobe analysis study », *Mater. Charact.*, vol. 38, n° 2, p. 53–65, 1997.
- [15] A. F. Padilha, D. M. Escriba, E. Materna-Morris, M. Rieth, et M. Klimenkov, « Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years », *J. Nucl. Mater.*, vol. 362, n° 1, p. 132-138, mai 2007.
- [16] The International Nickel Company Inc., « Austenitic Chromium-Nickel Stainless Steels at Elevated Temperatures - Mechanical and Physical Properties (2980) », Nickel Institute, 1968.
- [17] M. Martinez, « Jonction 16mnd5-inconel 690-316ln par soudage-diffusion : élaboration et calcul des contraintes résiduelles de procédé », Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1999.
- [18] A. A. Tavassoli, « Assessment of austenitic stainless steels », *Fusion Eng. Des.*, vol. 29, p. 371–390, 1995.
- [19] H. M. Ledbetter et M. W. Austin, « Effects of Carbon and Nitrogen on the Elastic Constants of AISI Type 304 stainless steel », *Materials science and engineering*, vol. 70, p. 143-149, 1984.
- [20] J. Ganesh Kumar, M. Chowdary, V. Ganesan, R. K. Paretkar, K. Bhanu Sankara Rao, et M. D. Mathew, « High temperature design curves for high nitrogen grades of 316LN stainless steel », *Nucl. Eng. Des.*, vol. 240, n° 6, p. 1363-1370, juin 2010.
- [21] J. K. Solberg, « The influence of carbon and nitrogen on the high temperature creep properties of AISI Type 316 austenitic stainless steel », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 55, n° 1, p. 39–44, 1982.
- [22] M. Guo, Z. Wang, Z. Zhou, S. Sun, et W. Fu, « Effect of Nitrogen Content on Hot Deformation Behavior and Grain Growth in Nuclear Grade 316LN Stainless Steel », *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2015, p. 1-8, 2015.
- [23] J. Lemaitre et J. L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides*, vol. 1. Dunod, 1985.
- [24] P. Delobelle et C. Oytana, « Etude des lois de comportement à haute température en plasticité-fluage d'un acier inoxydable (17-12SPH) », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 139, p. 204-227, 1986.
- [25] O. Bouaziz, « Modélisation thermomécanique du comportement d'une poudre d'acier inoxydable - Application à la mise en forme par compression isostatique à chaud », Thèse de l'Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1992.
- [26] F. Saint-Antonin, « Essais de fluage », *Techniques de l'ingénieur*, M140, 2015.

- [27] J.-L. Chaboche et G. Rousselier, « On the plastic and viscoplastic constitutive equations—Part II: application of internal variable concepts to the 316 stainless steel », *J. Press. Vessel Technol.*, vol. 105, n° 2, p. 159–164, 1983.
- [28] J. L. Chaboche et G. Rousselier, « On the plastic and viscoplastic constitutive equations—Part I: Rules developed with internal variable concept », *J. Press. Vessel Technol.*, vol. 105, n° 2, p. 153–158, 1983.
- [29] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche J-L, A. Benallal, et R. Desmorat, *Mécanique des matériaux solides*, vol. 3. Dunod, 2009.
- [30] I. Moro et J. Calapez, « Essais de compression en température sur un acier 316L en tôles de 4mm d'épaisseur », compte rendu LCTA/DL/2013/014, 2014 (CEA).
- [31] N. Bouquet, E. Rigal, S. Chomette, O. Heintz, et F. Bernard, « Sources d'hétérogénéité d'un assemblage par soudage par diffusion homogène de tôles en acier austénitique inoxydable », *MATEC Web Conf.*, vol. 7, p. 02004, 2013.
- [32] C. Zhang, H. Li, et M. Q. Li, « Formation mechanisms of high quality diffusion bonded martensitic stainless steel joints », *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 20, n° 2, p. 115-122, févr. 2015.
- [33] H. V. Atkinson et B. A. Rickinson, *Hot Isostatic processing*, Adam Hilger. 1991.
- [34] V. Rougier, « Microstructure et endommagement d'une liaison bimétallique élaborée par soudage-diffusion », Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.
- [35] C. H. Hamilton, « Pressure requirements for diffusion bonding titanium », in *Titanium science and technology*, Springer, 1973, p. 625–648.
- [36] C. Zhang, H. Li, et M. Li, « Detailed Evolution Mechanism of Interfacial Void Morphology in Diffusion Bonding », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 32, n° 3, p. 259-264, mars 2016.
- [37] M. F. Ashby, « A first report on sintering diagrams », *Acta Metall.*, vol. 22, n° 3, p. 275-289, 1974.
- [38] D. Bouvard, *Métallurgie des poudres*. Lavoisier, 2002.
- [39] J. Frenkel, *Jnl. Phys. USSR*, vol. 9, n° 5, p. 385, 1945.
- [40] J.-H. Schmitt et T. Lung, « Durcissement des alliages métalliques - Impact de la microstructure sur la déformation », *Techniques de l'ingénieur*, M4340, 2016.
- [41] G. MURRY, « Aciers résistant au fluage », *Techniques de l'ingénieur*, M329, 2015.
- [42] H. J. Frost et M. F. Ashby, *Deformation mechanism maps*, Pergamon press. Oxford, 1982.
- [43] B. Y. Pines, *Jnl. Tech. Phys.*, vol. 16, n° 6, p. 737, 1946.
- [44] G. C. Kuczynski, « Self diffusion in sintering of metallic particles.pdf », *Trans. AIME*, p. 185, 1949.
- [45] W. D. Kingery et M. Berg, « Study of the Initial Stages of Sintering Solids by Viscous Flow, Evaporation-Condensation, and Self-Diffusion », *J. Appl. Phys.*, vol. 26, n° 10, p. 1205-1212, oct. 1955.
- [46] D. L. Johnson et T. M. Clarke, *Acta Met.*, vol. 12, p. 1173, 1964.
- [47] D. L. Johnson, « New Method of Obtaining Volume, Grain-Boundary, and Surface Diffusion Coefficients from Sintering Data », *J. Appl. Phys.*, vol. 40, n° 1, p. 192-200, janv. 1969.
- [48] G. Garmong, N. E. Paton, et A. S. Argon, « Attainment of full interfacial contact during diffusion bonding », *Metall. Trans. A*, vol. 6, n° 6, p. 1269–1279, juin 1975.
- [49] R. L. Coble, « Diffusion Models for Hot Pressing with Surface Energy and Pressure Effects as Driving Forces », *J. Appl. Phys.*, vol. 41, n° 12, p. 4798-4807, nov. 1970.
- [50] B. Derby et E. R. Wallach, « Theoretical model for diffusion bonding », *Met. Sci.*, vol. 16, n° 1, p. 49-56, janv. 1982.
- [51] B. Derby et E. R. Wallach, « Diffusion bonding: development of theoretical model », *Met. Sci.*, vol. 18, n° 9, p. 427–431, 1984.
- [52] A. Hill et Wallach, « Modelling solid state diffusion bonding », *Acta Met.*, vol. 37, p. 2425-2437, 1989.
- [53] J. Pilling, D. W. Livesey, J. Hawkyard, et N. Ridley, « Solid state bonding in superplastic Ti-6Al-4V », *Metal science*, vol. 18, n° 3, p. 117-122, 1984.
- [54] N. Orhan, M. Aksoy, et M. Eroglu, « A new model for diffusion bonding and its application to duplex alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 271, n° 1, p. 458–468, 1999.
- [55] D. J. Klaphaak, *Carbide Tool J*, vol. 19, n° 5, p. 14-16, 1987.
- [56] Y. Takahashi, T. Sakaki, et H. Usaka, *Weld World*, vol. 27, n° 5, 1991.
- [57] R. Ma, M. Li, H. Li, et W. Yu, « Modeling of void closure in diffusion bonding process based on dynamic conditions », *Sci. China Technol. Sci.*, vol. 55, n° 9, p. 2420-2431, sept. 2012.
- [58] G. Q. Wu, Z. F. Li, G. X. Luo, H. Y. Li, et Z. Huang, « Dynamic simulation of solid-state diffusion bonding », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 452-453, p. 529-535, avr. 2007.
- [59] H. Li, M. Q. Li, et P. J. Kang, « Void shrinking process and mechanisms of the diffusion bonded Ti-6Al-4V alloy with different surface roughness », *Appl. Phys. A*, vol. 122, n° 1, janv. 2016.

- [60] W. Johnson, R. Sowerby, et R. D. Venter, « *Plane-Strain Slip-Line Fields for Metal-Deformation Processes*, Éd. Pergamon, 1982, p. 64-159.
- [61] E. Felder, « Analyse des procédés de mise en forme Méthodes de calcul des contraintes », *Techniques de l'ingénieur*, M3008, 2009.
- [62] F. J. Humphreys et M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*. Oxford: Pergamon, 2002.
- [63] Y. Huang, N. Ridley, F. J. Humphreys, et J.-Z. Cui, « Diffusion bonding of superplastic 7075 aluminium alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 266, n° 1, p. 295–302, 1999.
- [64] J. Irvine, « The strength of austenitic stainless steel », *J. Iron Steel Inst.*, p. 379-390, 1969.
- [65] N. Bouquet, « Etude de l'assemblage de l'alliage 800L par soudage diffusion », Rapport technique CEA DTBH/DR/2011.092, 2011 (CEA).
- [66] B. Raphet, « États de surface: Caractérisation », *Techniques de l'ingénieur*, R1230, 2005.
- [67] B. P. Kashyap et K. Tangri, « Grain growth behaviour of type 316L stainless steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 149, n° 2, p. L13–L16, 1992.
- [68] D. Tresallet, « Contribution à l'étude de l'application du soudage diffusion à un échangeur de chaleur pour le réacteur ASTRID », Master II, 2016 (CEA).
- [69] R. Cazes, "Soudage à l'arc", *Techniques de l'ingénieur*, B7730, 1990.
- [70] C. Planard, « Mise au point d'une gamme de nettoyage pour le HR120 et le TA6V », Rapport technique, DTBH/DL/2012/065, 2012 (CEA).
- [71] D. Kremer, "Usinage par électroérosion", *Techniques de l'ingénieur*, B7251, 2010.
- [72] E. Rigal, « Echangeurs soudés diffusés pour ASTRID : Conception et fabrication de maquettes », Rapport technique DTBH/RT/2014/200.
- [73] E. Rigal, F. Vidotto, et J.-M. Leibold, « Echangeurs soudés diffusés en acier 316L pour ASTRIC : Fabrication d'une première maquette », Rapport technique DTBH/DR/2013/101 (CEA).
- [74] « ABAQUS Theory guide, version 6.14 ». .
- [75] « ABAQUS Analysis user's guide, version 6.14 ». .
- [76] E. Qiuli Sun, « Shear Locking and hourglassing in MSC Nastran, ABAQUS and ANSYS », *MSC Softw. Users Meet.*, 2006.
- [77] M. Maunay, « Modélisation des procédés de fabrication d'échangeurs de chaleur par CIC », Rapport technique DTBH/RT/2015/199 (CEA).
- [78] J. Gao, W. D. Luedtke, D. Gourdon, M. Ruths, J. N. Israelachvili, et U. Landman, « Frictional Forces and Amontons' Law: From the Molecular to the Macroscopic Scale », *J. Phys. Chem. B*, vol. 108, n° 11, p. 3410-3425, mars 2004.
- [79] *Smithells metals reference book (Seventh edition)*. 1992.
- [80] K. M. Gayitou, « Etude numérique et expérimentale des propriétés mécaniques de surface de tôles ou plaques assemblées par soudage diffusion », Rapport de stage DTBH/DL/2011/073, 2011 (CEA).
- [81] I. Moro, « Simulation du soudage par CIC du 316L plaques pour ASTRID », Rapport technique DTBH/DR/2012/100, 2012 (CEA).
- [82] M. Weiss, W. Ryan, et B. Rolfe, « The effect of skin passing on the material behavior of metal strip in pure bending and tension », *Proceeding AIP*, 2010.
- [83] N. Mathieu, « Modélisation numérique du procédé de planage des bandes minces », Thèse de l'Université Paul Verlaine de Metz, 2011.
- [84] E. Maire, P. Lhuissier, et L. Salvo, « Tomographie aux rayons X synchrotron appliquée à la science des matériaux », *Techniques de l'ingénieur*, M4398, 2016.
- [85] L. Briottet, H. Klöcker, et F. Montheillet, « Damage in a viscoplastic material part I: Cavity growth », *International Journal of Plasticity*, vol. 12, p. 481-505, 1996.
- [86] M. Pa, M. Ferry, et T. Chandra, « Five decades of the Zener equation », *ISIJ Int.*, vol. 38, n° 9, p. 913–924, 1998.
- [87] W. W. Basuki, O. Kraft, et J. Aktaa, « Optimization of solid-state diffusion bonding of Hastelloy C-22 for micro heat exchanger applications by coupling of experiments and simulations », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 538, p. 340-348, mars 2012.
- [88] F. B. Swinkels et M. F. Ashby, « A second report on sintering diagrams », *Acta Metall.*, vol. 29, n° 2, p. 259–281, 1981.
- [89] W. W. Mullins, « Solid surface morphologies governed by capillarity », in *Metal surfaces : Structure, energetics and kinetics*, ASM., Cleveland, Ohio, 1963, p. 17.
- [90] « RCCMRx, Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires - Section III - Tome 2 », AFCEN, 2010.

Annexes

Annexe A	166
I. Données matériaux	166
II. Correction apportée aux mécanismes 4 et 5 du modèle de Hill et Wallach.....	166
III. Expression du flux associé à la viscoplasticité.....	168
III.1. Modèle pour le fluage secondaire	168
III.2. Pris en compte de l'écroutissage isotrope.....	168
Annexe B	169
I. Plan des maquettes A6	169
II. Dessins techniques des éprouvettes.....	169
Annexe C	172

Annexe A

I. Données matériaux

Le tableau ci-dessous présente les paramètres du modèle de Hill et Wallach utilisés lors des calculs analytiques dans le chapitre 5. Les valeurs sont celles pour un acier 316L.

Paramètre	Symbole	Unité	Valeur
Volume atomique du fer	Ω	m^3	$1,21 \times 10^{-29}$
Constante de Boltzmann	k	$\text{m}^2 \text{kg s}^{-2} \text{K}^{-1}$	$1,38 \times 10^{-23}$
Constante des gaz parfaits	R	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \text{K}^{-1}$	8,314
Coefficient pré-exponentiel de diffusion en surface	D_{s0}	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	0,4
Energie d'activation de la diffusion en surface	Q_s	kJ mol^{-1}	222
Epaisseur de diffusion en surface	δ_s	m	1×10^{-10}
Coefficient pré-exponentiel de diffusion en volume	D_{v0}	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	$3,7 \times 10^{-5}$
Energie d'activation de la diffusion en volume	Q_v	kJ mol^{-1}	280
Coefficient pré-exponentiel de diffusion au joint de grain	D_{b0}	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	2×10^{-3}
Energie d'activation de la diffusion au joint de grain	Q_b	kJ mol^{-1}	167
Epaisseur de diffusion au joint de grain	δ_b	m	1×10^{-10}

Les coefficients de diffusions volumique, surfacique et interfacique sont calculés à partir des équations suivantes :

$$D_v = D_{v0} e^{\left(-\frac{Q_v}{RT}\right)}$$

$$D_s = D_{s0} e^{\left(-\frac{Q_s}{RT}\right)}$$

$$D_b = D_{b0} e^{\left(-\frac{Q_b}{RT}\right)}$$

II. Correction apportée aux mécanismes 4 et 5 du modèle de Hill et Wallach

Problématique :

D'après Derby et Wallach [50], les équations associées aux mécanismes de diffusion de matière le long de l'interface par le joint de grain (n°4) et par le volume (n°5) peuvent être définies comme ci-dessous :

$$\dot{V}_4 = \frac{3\Omega\delta_b D_b}{2kTa} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} - \frac{\gamma}{r_c} \right)$$

$$\dot{V}_5 = \frac{3\Omega r_c D_v}{kT a} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} - \frac{\gamma}{r_c} \right)$$

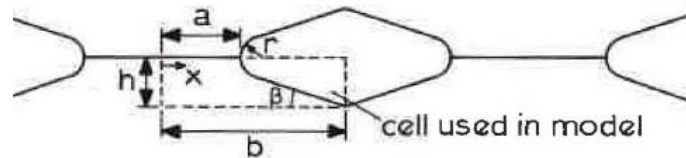
Elles sont reprises dans le modèle de Hill et Wallach [52], ainsi que dans d'autres modèles (Orhan [54], Ma [57] par exemple).

Toutefois une incohérence peut être notée. Lorsque la pression appliquée est nulle (cas du frittage), le flux de matière devient négatif ce qui implique un transfert de matière depuis la cavité vers l'interface et une augmentation du volume de la cavité. Or, il est connu en métallurgie des poudres que sous l'effet de la température le volume des pores entre les particules diminue (ce phénomène a été observé dans le chapitre 4 §(b)).

Dans ce manuscrit des corrections ont donc été apportées à ces deux équations afin de mieux modéliser le cas du frittage.

Correction :

Derby et Wallach [50] ont travaillé sur la géométrie suivante :



En reprenant la démonstration qu'ils ont effectuée en Appendix 2, il apparaît une erreur de signe dans les deux équations associées aux hypothèses (ii) et (iii).

Le transport de matière est régi par le gradient de potentiel chimique le long de l'interface : la matière se déplace depuis une zone au potentiel chimique élevé vers une zone au potentiel chimique plus faible. Il est donc cohérent d'avoir un potentiel chimique négatif à proximité de la cavité (lié au rayon de courbure de celle-ci) et positif le long de l'interface (lié aux contraintes de compression induites par la pression extérieure).

Ainsi les équations associées aux hypothèses (ii) et (iii) deviennent :

$$(ii) \quad \mu = -\frac{\gamma\Omega}{r_c} \quad \text{en } x=a$$

$$(iii) \quad \int_0^a \mu dx = (Pb - \gamma)\Omega$$

En ajoutant l'hypothèse (i), liée à la symétrie du motif étudié, un calcul rigoureux permet d'obtenir l'expression suivante pour le flux de diffusion en $x=a$:

$$J_a = \frac{3D}{akT} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} + \frac{\gamma}{r_c} \right)$$

Puis, le flux volumique de matière déduit est :

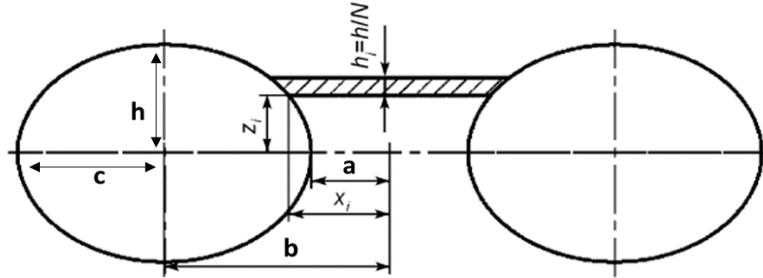
$$\dot{V} = \frac{3DA\Omega}{akT} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} + \frac{\gamma}{r_c} \right)$$

En appliquant cette expression dans le modèle de Hill et Wallach [52], les équations Équation 1-19 et Équation 1-20 sont retrouvées.

III. Expression du flux associé à la viscoplasticité

III.1. Modèle pour le fluage secondaire

La démonstration a été établie par Ma [57] pour une cavité elliptique. Il suppose que la contrainte est homogène dans chaque tranche de matière (figure ci-dessous). Ainsi, il est possible de calculer l'évolution de la hauteur h_i de chaque tranche, puis, par intégration sur la hauteur totale, l'évolution de la hauteur h_6 de toute la boîte de matière.



La contrainte qui s'applique sur la tranche i s'exprime selon : $\sigma_i = \left(\frac{b}{x_i}\right) P$

Avec : $x_i = b - c\sqrt{1 - \left(\frac{z_i}{h}\right)^2}$ et P la composante normale à l'interface de la pression extérieure

La vitesse de déformation dans la tranche i est : $\dot{\varepsilon}_i = \left\langle \frac{\sigma_i}{K} \right\rangle^n$

Avec K et n les paramètres associés au fluage

Par définition de la vitesse de déformation et de la déformation :

$$\frac{dh_i}{h_i} = \frac{dh_i}{h/N} = -d\varepsilon_i = -\dot{\varepsilon}_i dt = -\left\langle \frac{\sigma_i}{K} \right\rangle^n dt$$

Ainsi, par intégration et en remplaçant la contrainte :

$$\frac{dh}{dt} = - \int_0^h \dot{\varepsilon}_i dz = - \int_0^h \left\langle \frac{P b}{K x_i} \right\rangle^n dz$$

La cinétique d'évolution de la hauteur de la cavité par viscoplasticité est donc :

$$\dot{h}_6 = \frac{dh}{dt} = - \left(\frac{P}{K}\right)^n \int_0^h \left\langle \frac{b}{b - c\sqrt{1 - \left(\frac{z^2}{h^2}\right)}} \right\rangle^n dz$$

III.2. Pris en compte de l'érouissage isotrope

En introduisant un érouissage isotrope R , la vitesse de déformation dans la tranche i devient :

$$\dot{\varepsilon}_i = \left\langle \frac{\sigma_i - R}{K} \right\rangle^n = \left\langle \frac{\left(\frac{b}{x_i}\right) P - R}{K} \right\rangle^n$$

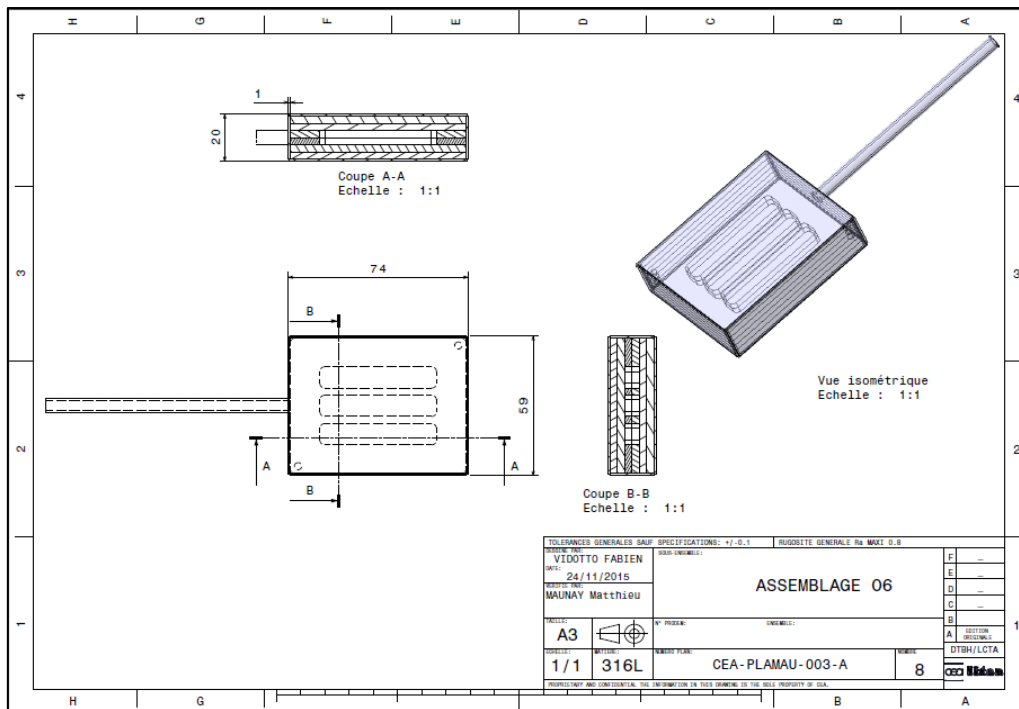
Ainsi, l'évolution de la hauteur de la cavité par viscoplasticité est :

$$\dot{h}_6 = - \int_0^h \left\langle \frac{b P}{K \left(b - c \sqrt{1 - \left(\frac{z^2}{h^2} \right)} \right)} - \frac{R}{K} \right\rangle^n dz$$

L'Équation 5-3 est retrouvée : $\dot{h}_6 = - \int_0^h \left\langle \frac{b P}{K \left(b - c \sqrt{1 - \frac{z^2}{h^2}} \right)} - \frac{R}{K} \right\rangle^n dz$

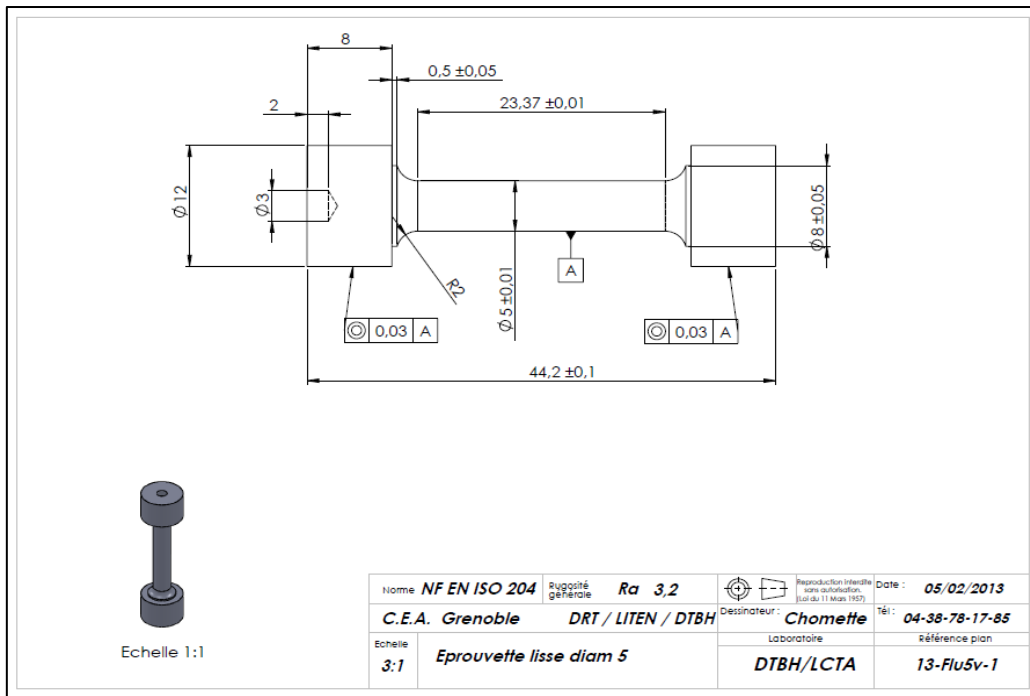
Annexe B

I. Plan des maquettes A6

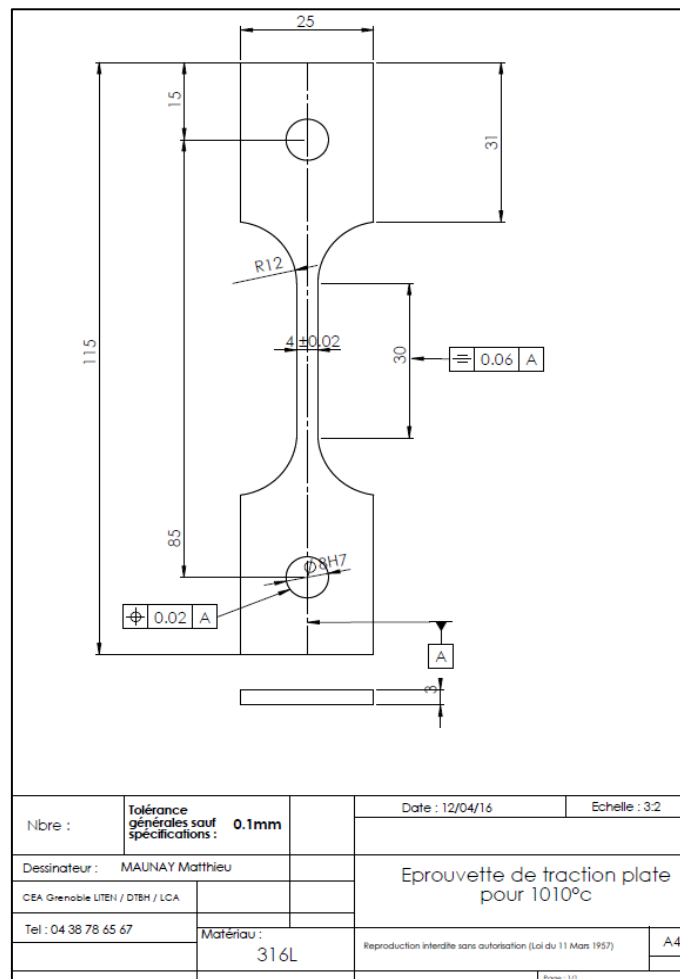


II. Dessins techniques des éprouvettes

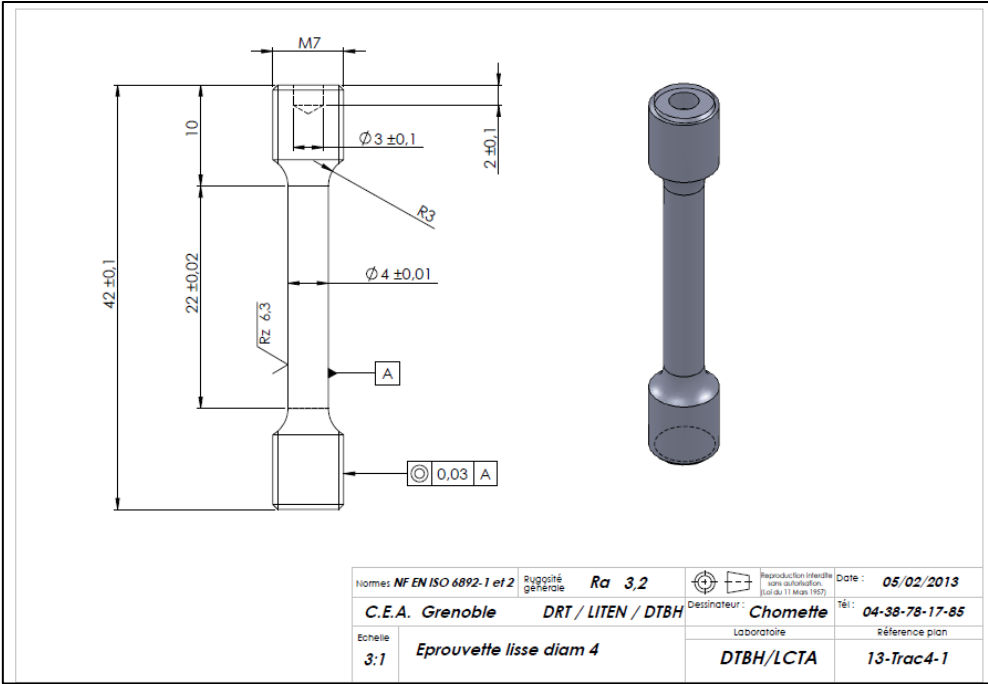
Le plan ci-dessous correspond à une éprouvette de fluage de diamètre 5 mm.



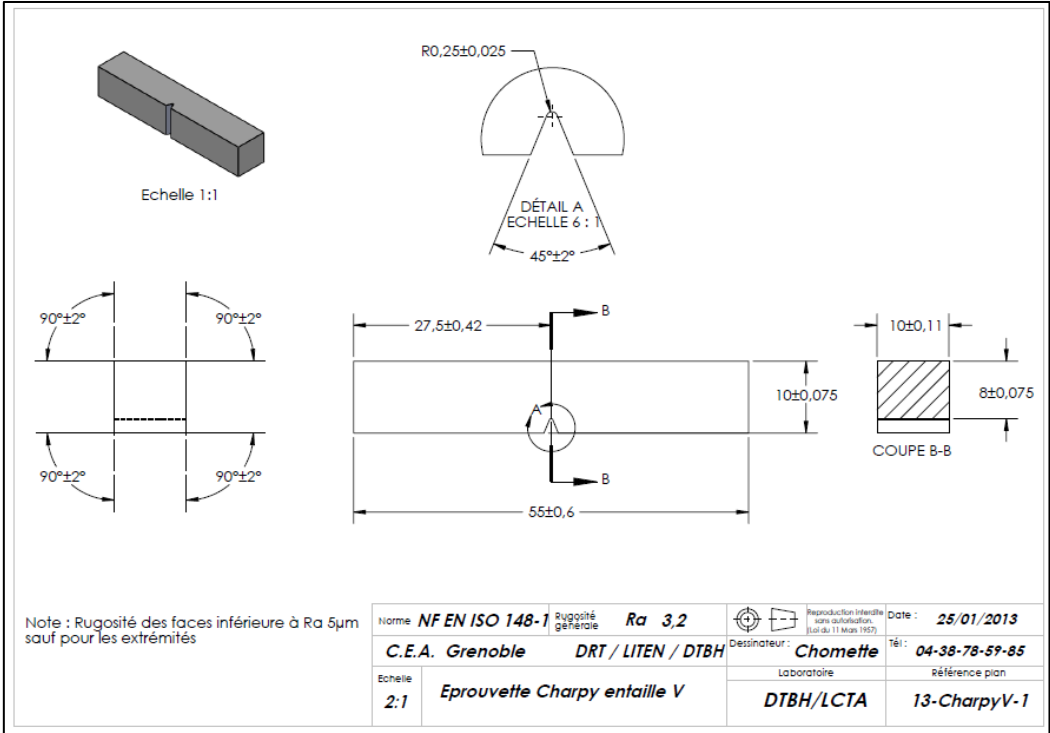
Le plan ci-dessous correspond à une éprouvette plate de traction.



Le plan ci-dessous correspond à une éprouvette de traction lisse axisymétrique de diamètre 4 mm.



Le plan ci-dessous correspond à une éprouvette de de flexion par choc sur éprouvette Charpy avec entaille en V.



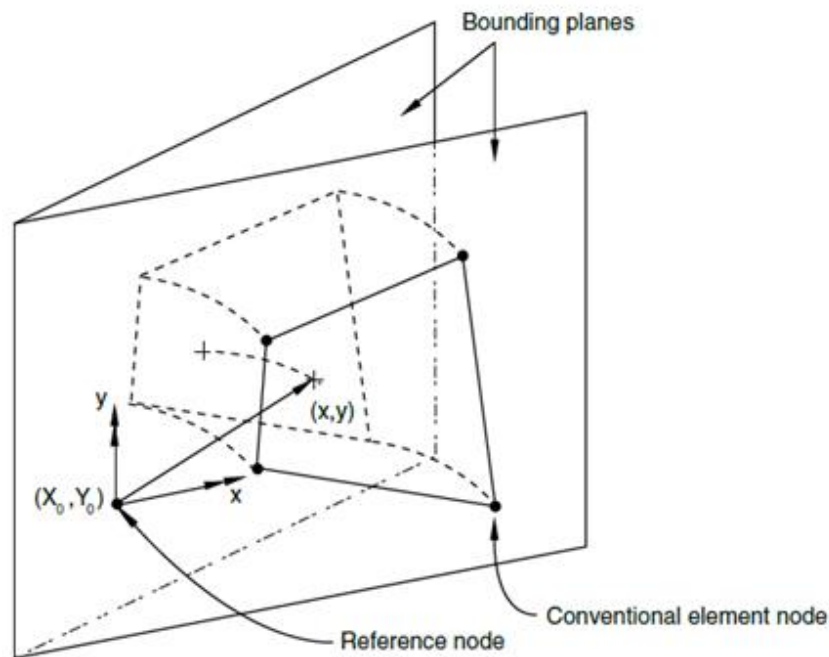
Annexe C

Hypothèse des déformations planes généralisées :

Cette hypothèse est en général utilisée pour modéliser une longue structure avec une courbure constante dans la direction axiale.

Le modèle est situé entre deux plans dont la distance et l'inclinaison relative sont paramétrées par l'utilisateur (documentation ABAQUS [74]). Par rapport aux déformations planes, les éléments des déformations planes généralisées peuvent :

- se déplacer dans la direction axiale (Degré de Liberté 3 : ΔU_z)
- subir des rotations (DIs 4 et 5 respectivement : $\Delta\Phi_x$ et $\Delta\Phi_y$)
- subir une force axiale



En réalité, seul le point de référence, affecté à une partie de l'assemblage, dispose des DIs 3, 4 et 5. Mais la distance entre les deux plans en chaque nœud est calculée selon l'équation suivante :

$$t = t_0 + \Delta u_z + (y - Y_0)\Delta\phi_x - (x - X_0)\Delta\phi_y$$

t_0 la distance initiale choisie entre les deux plans
 (x,y) les coordonnées du nœud

Pour créer une contre pression (nécessaire dans notre étude), il faut calculer la valeur de la force correspondante qui sera appliquée au point de référence.

Soit S_p la surface pleine de la section et P la pression isostatique. Pour les modèles 2D en déformations planes généralisées, la force appliquée en contre-pression vaut $F_{DPG} = P \times S_p$.