



HAL
open science

Impact des paramètres du procédé FSW sur les évolutions métallurgiques multi-échelles et le comportement mécanique de soudures hétérogènes Al2024/Ti-6Al-4V en transparence

Morgane Geyer

► **To cite this version:**

Morgane Geyer. Impact des paramètres du procédé FSW sur les évolutions métallurgiques multi-échelles et le comportement mécanique de soudures hétérogènes Al2024/Ti-6Al-4V en transparence. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2021. Français. NNT : 2021EMAC0012 . tel-03578916

HAL Id: tel-03578916

<https://theses.hal.science/tel-03578916>

Submitted on 17 Feb 2022

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

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

Université Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

THÈSE

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT - École nationale supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

Présentée et soutenue par

Morgane GEYER

le 1^{er} juillet 2021

Impact des paramètres du procédé FSW sur les évolutions métallurgiques multi-échelles et le comportement mécanique de soudures hétérogènes Al2024/Ti-6Al-4V en transparence

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche :

Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

Directrices de thèse :

Christine BOHER, Maître Assistante HDR, IMT Mines Albi

Vanessa VIDAL, Maître Assistante, IMT Mines Albi

Autres membres du jury :

Yann LANDON, Professeur, Université Paul Sabatier Toulouse III (*Président*)

Mohammad JAHAZI, Professeur, ETS Montréal, Canada (*Rapporteur*)

Eric HUG, Professeur, ENSICAEN (*Rapporteur*)

Marie-Noëlle AVETTAND-FÉNOËL, Maître de Conférence HDR, Université Lille 1 (*Examinatrice*)

Guillaume RACINEUX, Professeur, Ecole Centrale de Nantes (*Examineur*)

Mario GUILLO, Ingénieur R&D responsable du pôle FSW, Institut Maupertuis (*Examineur*)

Farhad RÉZAÏ-ARIA, Professeur, IMT Mines Albi (*Invité*)

Fabien CASTANIÉ, Ingénieur responsable R&D, Avantis Project (*Invité*)

Didier BARREAU, Ingénieur Divisionnaire d'études, DGA (*Invité*)



Remerciements

Ces trois années de thèse riches en émotions, en travail et en épanouissement sont à présent terminées. C'est avec beaucoup de gratitude que je souhaite maintenant remercier l'ensemble des personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réussite de ces travaux.

En particulier, cette thèse étant liée à un contrat RAPID financé par la DGA (projet IMPAACT), je souhaite tout d'abord adresser mes remerciements à Didier Barreau, le commanditaire du projet. Je remercie également l'ensemble des partenaires industriels : Fabien Castanié et David Debreyer d'Avantis Project, ainsi que Mario Guillo et Aurélie Anne de l'Institut Maupertuis. J'ai pris un réel plaisir à travailler sur ce projet et à échanger tant sur les aspects métallurgiques que technologiques du soudage FSW au cours de nos réunions de travail.

Je souhaite exprimer toute ma reconnaissance aux membres de mon jury de thèse pour avoir évalué mes travaux. Je remercie Yann Landon, professeur à l'Université Paul Sabatier III de Toulouse, qui m'a fait l'honneur d'être le président du jury. Je remercie avec une profonde gratitude Mohammad Jahazi, professeur à l'ETS Montréal, et Eric Hug, professeur à l'Université de Caen Normandie, d'avoir accepté de rapporter cette thèse. J'adresse également mes remerciements à Marie-Noëlle Avettand Fénoël, maître de conférence à l'Université Lille 1, Guillaume Racineux, professeur à l'école Centrale de Nantes, et une nouvelle fois à Mario Guillo pour avoir accepté d'examiner mon travail. Un grand merci pour l'intérêt porté à mes travaux et pour nos échanges intéressants au cours de la soutenance.

Je souhaite compléter mes remerciements auprès de Marie-Noëlle Avettand Fénoël qui a su me donner goût à la métallurgie quand j'ai suivi ses cours, lors de mon cycle ingénieur à Polytech Lille. Cette passion s'est ensuite accentuée au cours de mon doctorat et notamment lors de notre collaboration ICA/UMET dédiée à l'analyse de l'interface de soudures FSW en MET. Je garde un merveilleux souvenir de ces deux journées d'analyse à la découverte de la haute résolution. Je crois que ces heures d'observation resteront mes plus beaux moments vécus pendant cette thèse...

Pendant ces trois années, de nombreux bons moments ont aussi été vécus à Albi, au sein de l'Institut Clément Ader (ICA). Pour cela, je remercie Thierry Cutard succédé par Thierry Sentenac, directeurs de l'ICA, pour leur accueil. C'est ponctué de moments de convivialité que j'ai pu mener sereinement mes travaux de thèse.

Cette expérience n'aurait pas été aussi enrichissante sans mes super directrices de thèse Christine Boher et Vanessa Vidal, ainsi que mon super encadrant Farhad Rézaï-Aria. Je vous remercie chaleureusement pour votre disponibilité, votre rigueur scientifique, vos encouragements et votre confiance. Vous avez été là pour moi dans les moments difficiles, tant d'un point de vue professionnel et personnel, et je vous en remercie. Nous avons aussi beaucoup ri et je garde d'extrêmement bons souvenirs avec vous. Christine, le jour où on a réveillé une inconnue chez elle et où on a embarqué dans l'avion sur le tarmac restera à jamais mémorable. Merci aussi pour ton encadrement et tes mots rassurants pour me faire relativiser. Farhad, chaque moment passé avec toi a le goût de l'aventure et on en a vécu beaucoup ensemble : à Bruxelles, au Canada (mais quelle jolie voiture!) et même encore aujourd'hui à Genève et sûrement encore ailleurs! Comme diraient nos amis Québécois : « ça fait plaaaaaisiiiiir »!! Vanessa, c'est sûrement toi que j'aurais dû remercier en premier pour m'avoir choisie comme stagiaire en M1. Je te suis si reconnaissante pour m'avoir fait découvrir le monde merveilleux de la recherche... Merci infiniment pour nos échanges et tes qualités humaines : tu as été pour moi plus qu'une co-directrice de thèse!

L'ensemble des résultats obtenus dans cette thèse n'aurait pas vu le jour sans l'aide de nombreuses personnes. J'ai pris un grand plaisir à travailler ou simplement échanger avec les enseignants chercheurs et les techniciens de l'ICA Albi. Même si ces remerciements s'adressent à tous les membres permanents de l'ICA Albi, j'aimerais en citer quelques-uns. Merci Thomas Pottier pour ton aide et ton implication dans la partie comportement mécanique de ma thèse, ainsi que pour les résultats en mécanique des fluides. Dorénavant, les lois de Newton n'ont plus de secret pour moi, grâce à ton franc parlé, et Newton ne devrait plus se retourner dans sa tombe de si tôt... Merci Rémi Gilblas pour les manip' de thermographie infrarouge mais surtout pour ta bonne humeur au quotidien, tes blagues et sans oublier la manip' trop mignonne du chaud lapin! Merci Sabine Leroux pour ton aide et la formation à l'analyse d'images. Merci Karim Choquet pour ton aide et tes idées pour les manip' de DSC. Merci Thomas Papaix pour ton aide dans les essais méca mais aussi pour ta bonne humeur loufoque et quotidienne au labo! Merci aux Tic & Tac de l'ICA, à savoir Fabrice Rossi et Didier Adé (Maître Moucheti) pour votre aide dans les manip de traction couplées à la corrélation d'images. Merci Karine Vieilleigne pour les séances MEB ponctuées de blablatages et toujours dans la bonne humeur!

Hors du cadre de l'ICA, je souhaite également remercier Arnaud Proietti et Armel Deschamps du centre de microcaractérisation Raimond Castaing à Toulouse pour leur implication dans les analyses EBSD et les observations MET. En particulier, merci Armel pour ta persévérance en MET : on a finalement réussi à les caractériser ces zones GPB!

Parce qu'une thèse est plus qu'une expérience professionnelle, je remercie aussi affectueusement que les bons moments qu'ils m'ont fait vivre, les doctorants. Je remercie de manière générale l'ensemble des doctorants et stagiaires avec qui j'ai passé d'agréables moments que ce soit aux pauses café, à la Meuh, au chien rouge, au karaoké, au lac de la Roucarié ... J'ai eu la chance de me faire des amis en or et je voulais les remercier car ils

ont grandement contribué à mon épanouissement. Merci Benjamin, tu étais blague-listé de ma soutenance mais j'étais quand même contente de te voir, ça m'a fait du baume au cœur! Merci Florian, Hamdi et Laurie, notre bureau 0M01 était carrément le meilleur! Merci Maxime, tmtc on est pas des bannaux! Merci Manuuuuu, le blague sniper! Merci Laura (membre ICA par alliance), presque aussi imblairrable qu'Anastasia! Merci Camille W. mon binôme du FSW! Merci Tarek, mon chouchou philosophe au rire diabolique! Merci Camille B. ma voisine, ma confidente, à notre amitié multi-échelles aussi résistante que du TA6V!! Grâce à vous j'ai eu l'impression de vivre ma vie comme une saison de Friends!

Enfin, je Remercie avec un grand « R » mes merveilleux parents qui m'ont laissé le choix de me diriger vers les études qui me plaisaient, qui m'ont donné les moyens de réussir et qui m'ont encouragé tout au long de ces huit années d'étude : on s'adapte, on improvise et on domine! Un grand merci aussi à mes frères, j'étais très heureuse qu'on puisse être réunis tous les 5 le jour de ma soutenance.

Et le meilleur pour la fin, je remercie de tout mon coeur celui qui m'a évadé loin de la thèse les week-end, celui qui m'a pris dans ses bras pour partager mes joies et mes peines, celui qui m'a épaulé et a trouvé les mots juste alors qu'il est à des années lumières de tout ce monde académique ... Un immense merci Charly!



Table des matières

<i>Remerciements</i>	iii
<i>Table des matières</i>	vii

Introduction	1
I Soudage hétérogène par le procédé FSW des alliages d'aluminium et de titane : état de l'art	5
Introduction : choix du procédé FSW pour le soudage Al2024/Ti-6Al-4V	7
I.1 Soudage par friction malaxage	11
I.1.1 Description du procédé FSW	11
I.1.1.1 Principe de fonctionnement	12
I.1.1.2 Géométries d'assemblage	13
I.1.1.3 Equipements et modes de pilotage	14
I.1.1.4 Avantages et exemples d'applications	16
I.1.2 Paramètres d'influence du procédé	17
I.1.2.1 Paramètres principaux	17
I.1.2.2 Paramètres secondaires	18
I.1.3 Phénomènes générés pendant le soudage	20
I.1.3.1 Flux de chaleur	21
I.1.3.2 Flux de matière et particularités du soudage en transparence	22
I.1.3.3 Microstructure des joints soudés	25
I.1.4 Synthèse	26
I.2 Revue des études FSW du couple d'alliages Al/Ti	28
I.2.1 Aspect général des soudures	28
I.2.2 Evolutions microstructurales des métaux de base	30
I.2.2.1 Alliage d'aluminium Al2024	30
I.2.2.2 Alliage de titane Ti-6Al-4V	36
I.2.3 Microstructure de l'interface	40
I.2.4 Propriétés mécaniques et identification des facteurs d'influence	40

I.3 Synthèse et apports de ces travaux de thèse	44
II Production, mesures thermiques et méthodes de caractérisation des soudures FSW	45
II.1 Production des soudures FSW	47
II.1.1 Dispositif d'essai	47
II.1.2 Paramètres FSW étudiés	49
II.2 Estimation des températures générées	54
II.2.1 Instrumentation par thermographie infrarouge	54
II.2.2 Modèle thermique	58
II.2.3 Résultats et identification d'un indice de chaleur	59
II.3 Méthodes de caractérisation des soudures FSW	63
II.3.1 Démarche expérimentale	63
II.3.2 Caractérisation du flux de matière	64
II.3.2.1 Microscopie optique (2D)	65
II.3.2.2 Tomographie à rayons X (3D)	65
II.3.3 Caractérisation de la microstructure	69
II.3.3.1 Microscope électronique à balayage (MEB)	69
II.3.3.2 Microsonde de Castaing	70
II.3.3.3 Analyse par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)	70
II.3.3.4 Microscope électronique en transmission (MET)	78
II.3.3.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	80
II.3.4 Caractérisation du comportement mécanique	83
II.3.4.1 Micro-dureté	83
II.3.4.2 Essai de traction-cisaillement	84
II.3.4.3 Corrélation d'images	85
II.4 Récapitulatif des caractérisations réalisées sur les soudures FSW	86
III Etude du comportement mécanique des soudures	89
Introduction	91
III.1 Comportement mécanique des soudures FSW	92
III.1.1 Caractérisation des propriétés mécaniques en traction-cisaillement	92
III.1.1.1 Influence des paramètres FSW	93
III.1.1.2 Modes de rupture associées	97
III.1.2 Caractérisation des mécanismes de rupture par corrélation d'images	100
III.1.2.1 Mode de rupture à l'interface	101
III.1.2.2 Mode de rupture dans l'Al2024	102
III.1.2.3 Mode de rupture dans le Ti-6Al-4V	103
III.1.2.4 Mode de rupture le long du clad d'Al pur	104
III.1.3 Synthèse : identification des hétérogénéités critiques	105
III.2 Flux de matière	106
III.2.1 Caractérisation des mouvements de matière	106
III.2.1.1 Influence de l'outil	106
III.2.1.2 Influence des vitesses d'avance, de rotation et de la double-passe sur les crochets	108
III.2.1.3 Influence des vitesses d'avance et de rotation sur le clad	114
III.2.1.4 Synthèse des caractérisations	116
III.2.2 Scénario du flux de matière	117
III.2.2.1 Hypothèses	117

III.2.2.2 Mécanismes d'écoulement de matière	118
III.2.2.3 Influence des paramètres FSW	121
III.2.3 Synthèse : cartographie des évolutions du flux de matière	123
III.3 Déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V	124
III.3.1 Microstructure initiale du Ti-6Al-4V	125
III.3.2 Microstructure du Ti-6Al-4V soudé avec un pion plat	126
III.3.2.1 Région I sollicitée en compression-cisaillement	126
III.3.2.2 Région II sollicitée en traction-cisaillement	129
III.3.3 Microstructure du Ti-6Al-4V soudé avec un pion hémisphérique	131
III.3.4 Synthèse : rôles de l'outil FSW	133
III.4 Critères de rupture	134
III.4.1 Modes de rupture associés à la formation de crochets	134
III.4.2 Modes de rupture associés au film de clad	140
III.5 Conclusion du chapitre	142
IV Étude des évolutions de microstructure des soudures	145
IV.1 Evolutions microstructurales dans l'Al2024	147
IV.1.1 Profils de dureté	147
IV.1.1.1 Influence des paramètres FSW	148
IV.1.1.2 Soudures étudiées et histoires thermiques associées	150
IV.1.1.3 Etat des lieux des mécanismes de durcissement dans l'Al2024	151
IV.1.2 Microstructure initiale de l'Al2024-T3	152
IV.1.3 Evolution de la structure granulaire	156
IV.1.3.1 Caractérisation générale des différentes zones soudées	156
IV.1.3.2 Caractérisation des noyaux soudés	161
IV.1.3.3 Mécanisme de recristallisation mis en jeu dans les noyaux	163
IV.1.3.4 Modification de texture	165
IV.1.4 Evolution de l'état de précipitation	168
IV.1.4.1 Résultats qualitatifs	168
IV.1.4.2 Résultats quantitatifs	172
IV.1.5 Discussion : relations paramètres FSW/microstructure/dureté	175
IV.2 Evolutions microstructurales à l'interface	178
IV.2.1 Diagramme de phase Ti-Al et coefficients de diffusion	178
IV.2.2 Caractérisations des interfaces	180
IV.2.2.1 Influence des paramètres FSW	180
IV.2.2.2 Analyses MET de l'interface réactive	184
IV.2.2.3 Analyses MET de l'interface diffusive	188
IV.2.2.4 Synthèse des caractérisations	192
IV.2.3 Séquence de formation des composés intermétalliques	193
IV.2.3.1 Modèle de chaleur effective de formation	194
IV.2.3.2 Influence des conditions thermomécaniques	196
IV.2.4 Discussion : mécanismes de formation des interfaces	197
IV.2.4.1 Interface réactive	198
IV.2.4.2 Interface diffusive	198
IV.3 Conclusion du chapitre	200
Conclusion générale et perspectives	203
Conclusion générale	203
Perspectives	206

A	Annexes du chapitre 2	209
	A.1 Compléments sur l'estimation des températures générées	209
	A.1.1 Principe de la thermographie infrarouge	209
	A.1.2 Présentation du modèle thermique	214
	A.2 Compléments sur les méthodes de caractérisation des soudures	219
	A.2.1 Préparation métallographique des échantillons	219
	A.2.2 Principe de fonctionnement de l'EBSD	221
	A.2.3 Principe de fonctionnement du MET	226
B	Annexes du chapitre 3	235
	B.1 Influence du nouvel indice de chaleur ω^3/ν sur les caractéristiques du flux de matière	235
	B.2 Résultats complémentaires des caractérisations du film continu de clad	238
	B.3 Abaque utilisée pour estimer le facteur de concentration de contrainte K_t	242
C	Annexes du chapitre 4	243
	C.1 Résultats de microsonde de Castaing conduits sur l'interface réactive .	243
	C.2 Documents pour l'indexation des clichés de diffraction	244
	C.3 Résultats complémentaires des analyses MET de l'interface réactive . .	249
	 <i>Bibliographie</i>	 253



Introduction

Contexte

La diminution de la consommation en kérosène, la réduction des émissions de gaz à effet de serre et l'augmentation de la distance franchissable ainsi que de la capacité d'emport constituent des enjeux à la fois économiques et écologiques pour le secteur aéronautique. En vue de développer un transport aérien durable, l'**allègement** des avions se révèle incontournable. Dans cette optique, les principaux leviers d'optimisation envisagés par les avionneurs concernent à la fois la conception des pièces (quantité de matière, géométrie, ...), le choix des matériaux et le choix des procédés d'élaboration.

Le choix des matériaux représente un axe de recherche majeur visant à identifier ou à développer de nouveaux matériaux plus légers, plus résistants (diminution des épaisseurs) et plus durables en termes de tolérance aux dommages, de tenue en fatigue et de résistance à la corrosion (diminution des coûts de maintenance) [Dursun+2014]. Après l'introduction massive des alliages d'aluminium et des composites dans le fuselage des avions, les **structures multi-matériaux** tendent désormais à remplacer les structures monolithiques traditionnelles [Martinsen+2015]. Elles offrent en effet la possibilité d'optimiser le choix des matériaux vis-à-vis de leur emplacement et des fonctions à assurer.

En ce qui concerne les procédés d'élaboration, le développement de méthodes de **soudage** alternatives au rivetage constitue une voie d'étude prometteuse. Elles visent non seulement à réduire les temps d'assemblage en remplaçant la pose des rivets par des soudures, mais également à réduire la masse des structures en supprimant ces rivets.

L'assemblage des alliages d'aluminium et de matériaux de nature différente constitue cependant un réel défi en raison des difficultés associées à leur soudage. Développé en 1991, le **soudage par friction malaxage** est un procédé relativement récent et novateur qui se positionne comme un candidat prometteur pour la maîtrise de ces types d'assemblage.

Projet IMPAACT

C'est dans ce contexte d'allègement des structures aéronautiques que s'inscrit ce **travail de thèse**, réalisé dans le cadre du projet IMPAACT (Intelligent and Multi-material Process of Assembly : Aluminum alloys Coupled with Titanium alloys). Ce projet, lié à un contrat RAPID financé par la DGA, réunit des partenaires à la fois industriels et académiques. En particulier, le consortium se compose d'Avantis Project (bureau d'études de rang 1 au niveau aéronautique et porteur du projet), de l'Institut Maupertuis (expertise FSW) et du laboratoire de recherche Institut Clément Ader où sont réalisés ces travaux de thèse.

La pièce industrielle étudiée dans ce projet est un rail de siège constituant un plancher aéronautique (figure 1.a). Actuellement en alliage de titane Ti-6Al-4V, le projet vise à développer un nouveau rail de siège plus léger devant répondre à des exigences en termes de tenue mécanique (solicitations uniquement en statique) et de résistance à la corrosion (non abordé dans ce travail).

Une solution en alliage d'aluminium (structure monolithique) a déjà été envisagée. Elle menait néanmoins à des problématiques de corrosion généralisée au niveau des zones humides du fuselage (figure 1.b) en dépit des différents traitements de surface appliqués (anodisation, peinture).

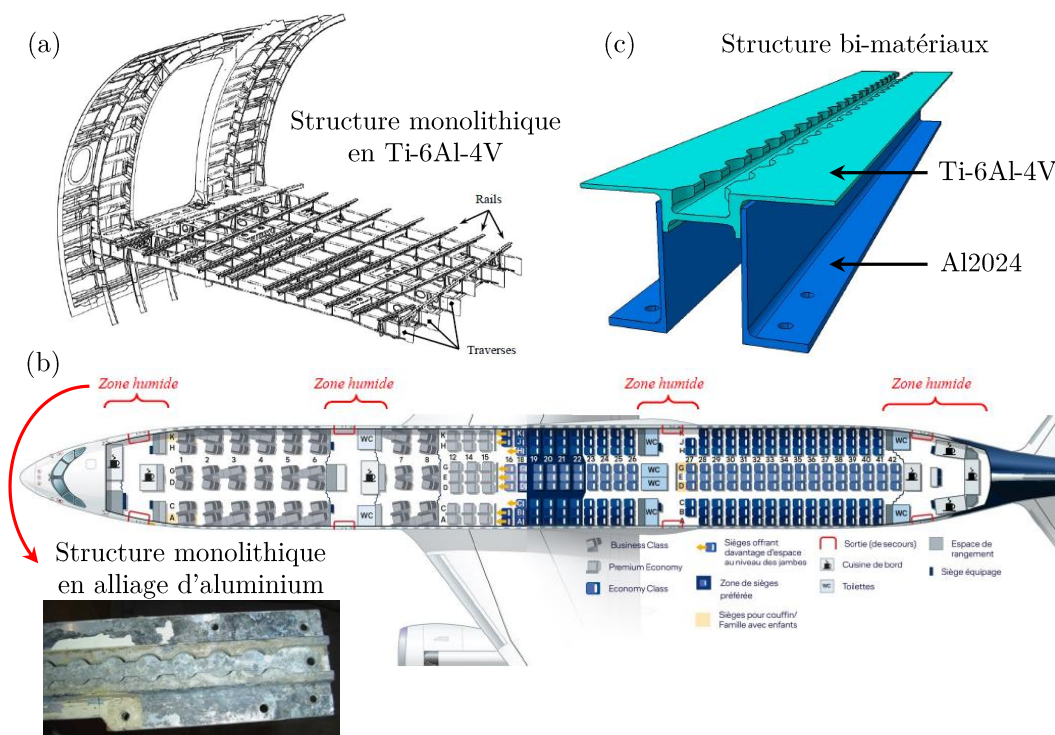


Figure 1 – Pièce industrielle étudiée, problématique et solution proposée : (a) rail de siège constituant un plancher aéronautique, (b) problématique de corrosion généralisée des pièces en alliage d'aluminium au niveau des zones humides et (c) proposition d'une structure hétérogène Al2024/Ti-6Al-4V pour l'allègement du fuselage.

Ainsi, la solution proposée dans le cadre du projet IMPAACT vise à développer un rail de siège bi-matériaux, soudé par FSW, combinant un **alliage de titane Ti-6Al-4V** (excellente résistance à la corrosion et bon rapport résistance mécanique/masse volumique), pour les besoins requis en zones humides, à un **alliage d'aluminium Al2024** (faible masse volumique et coût réduit) afin d'alléger la structure tout en maintenant une bonne résistance mécanique (figure 1.c).

Objectifs et plan du manuscrit

L'objectif industriel du projet IMPAACT consiste à **maitriser le soudage FSW hétérogène** entre un alliage d'aluminium Al2024 et un alliage de titane Ti-6Al-4V. D'un point de vue scientifique, répondre à cette problématique revient à définir ce qu'est une « **soudure idéale** ».

Ainsi, dans ce travail de thèse, les différents **mécanismes métallurgiques** générés seront étudiés. En particulier, l'influence des paramètres FSW sur le flux de chaleur, le flux de matière et les évolutions métallurgiques générées dans les métaux de base et à leur interface sera évaluée et leur contribution sur le comportement mécanique des soudures sera discuté. L'étude de ces relations procédé FSW/mécanismes métallurgiques multi-échelles/propriétés mécaniques ouvrira des perspectives intéressantes à l'optimisation de la tenue mécanique des soudures, via l'identification de paramètres du procédé FSW adaptés à la géométrie et au couple matériaux considérés.

Le plan de ce manuscrit, divisé en 4 chapitres, reflète cette démarche.

Le premier chapitre introduit plus en détails les difficultés associées au soudage des alliages d'aluminium à durcissement structural (tel que l'Al2024) et au soudage hétérogène, puis justifie le choix du procédé FSW pour la réalisation de soudures hétérogènes Al2024/Ti-6Al-4V. Il définit ensuite le vocabulaire et les notions théoriques nécessaires à l'étude du soudage FSW, avant de dresser un état de l'art des résultats obtenus dans le cadre d'études menées sur le soudage FSW entre l'aluminium et le titane ou entre leurs alliages respectifs. Cette synthèse dressera un bilan des facteurs influençant la tenue mécanique des soudures, d'après la littérature.

Le second chapitre détaille les conditions de réalisation des essais de soudage, ainsi que les paramètres FSW étudiés. L'ensemble des moyens expérimentaux employés dans ces travaux pour caractériser les soudures sont présentés (principe de fonctionnement, équipement utilisé, protocole d'essai, exploitation des résultats). Les résultats expérimentaux et numériques mis en place pour l'étude thermique du procédé FSW sont intégrés à ce chapitre. Ces données thermiques seront exploitées et plus amplement discutées dans les chapitres suivant de résultats, en lien avec les phénomènes d'écoulement de matière et de modifications microstructurales.

Le troisième chapitre se consacre à la présentation des résultats de caractérisation mécanique. En particulier, l'instrumentation des essais de traction-cisaillement par corrélation d'images identifiera les parties soudées jouant un rôle prépondérant dans le comportement mécanique des soudures, à savoir les évolutions de flux de matière (crochets et film continu de clad) et la déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V. L'impact des paramètres FSW sur les caractéristiques de ces parties soudées sera évaluée au regard des propriétés mécaniques résultantes.

Le quatrième chapitre est dédié à l'étude des évolutions de microstructure générées dans l'Al2024 et à l'interface. Bien que leur contribution sur le comportement mécanique des joints soudés soit occultée par les évolutions de flux de matière, les mécanismes métallurgiques mis en jeu sont investigués. Dans l'Al2024, les relations procédé FSW/-microstructure/dureté sont étudiées en vue de minimiser les variations de dureté et ainsi éviter la formation de zones fortement adoucies, pouvant constituer une source d'endommagement menant à la rupture de l'assemblage. A l'interface, les soudures sont étudiées jusqu'à la haute résolution en MET dans le but d'appréhender les mécanismes métallurgiques mis en jeu pour assurer une continuité métallurgique entre l'Al2024 et le Ti-6Al-4V.

En conclusion, un bilan des informations utiles au commanditaire ainsi qu'aux partenaires du projet et obtenues à partir des différentes études réalisées sur les soudures est présenté. Des perspectives à ce travail de thèse seront également données.

Soudage hétérogène par le procédé FSW des alliages d'aluminium et de titane : état de l'art

Introduction : choix du procédé FSW pour le soudage Al2024/Ti-6Al-4V	7
I.1 Soudage par friction malaxage	11
I.1.1 Description du procédé FSW	11
I.1.1.1 Principe de fonctionnement	12
I.1.1.2 Géométries d'assemblage	13
I.1.1.3 Equipements et modes de pilotage	14
I.1.1.4 Avantages et exemples d'applications	16
I.1.2 Paramètres d'influence du procédé	17
I.1.2.1 Paramètres principaux	17
I.1.2.2 Paramètres secondaires	18
I.1.3 Phénomènes générés pendant le soudage	20
I.1.3.1 Flux de chaleur	21
I.1.3.2 Flux de matière et particularités du soudage en transparence	22
I.1.3.3 Microstructure des joints soudés	25
I.1.4 Synthèse	26
I.2 Revue des études FSW du couple d'alliages Al/Ti	28
I.2.1 Aspect général des soudures	28
I.2.2 Evolutions microstructurales des métaux de base	30
I.2.2.1 Alliage d'aluminium Al2024	30
I.2.2.2 Alliage de titane Ti-6Al-4V	36
I.2.3 Microstructure de l'interface	40
I.2.4 Propriétés mécaniques et identification des facteurs d'influence	40

Le contrat industriel associé à ce projet de thèse identifie le couple d'alliages Al2024/Ti-6Al-4V comme un candidat prometteur à l'allègement des structures dans le fuselage des avions. Les **difficultés** associées à leur soudage et l'intérêt du procédé de **soudage par friction malaxage** (FSW) pour la réalisation de structures bi-matériaux Al2024/Ti-6Al-4V seront exposés en introduction de ce chapitre. La première partie s'attachera ensuite à définir le vocabulaire et les **notions théoriques** nécessaires à l'étude du soudage FSW. Une synthèse des résultats obtenus dans la littérature lors du soudage FSW du couple Al/Ti (purs ou alliages) sera ensuite proposée en seconde partie. Elle dressera un **bilan des facteurs** influençant la qualité des soudures et identifiera les questions non résolues dans la littérature auxquelles cette thèse tentera de répondre.

Introduction : choix du procédé FSW pour le soudage hétérogène Al2024/Ti-6Al-4V

Le **soudage** représente la technique la plus répandue pour assembler des **métaux** [Ashby2005 ; Paillard2014]. A la différence des procédés d'assemblage mécaniques, tels que le rivetage ou le vissage, les procédés de soudage assurent une **liaison permanente** entre les pièces à assembler. De plus, ils offrent l'avantage de garantir une bonne étanchéité et d'assurer la transmission des efforts, tout en évitant l'utilisation d'éléments de fixation (rivets, vis, ...) qui accroissent la masse des structures [Paillard2014].

Il existe plusieurs définitions au soudage. Dans ces travaux, celle retenue est tirée de la norme ISO/TR 25901-3 : 2016 (Soudage et techniques connexes — Vocabulaire) [ISO259012016]. Elle est complétée par la notion de continuité atomique qui figure dans l'ouvrage *Welding Fundamentals and Processes* (ASM Handbook International) [Lienert+2011] :

Définition : soudage

Le soudage qualifie l'opération qui consiste à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, en assurant une **continuité métallurgique** entre les pièces à assembler [ISO259012016 ; Paillard2014]. Lorsque les métaux à souder appartiennent à la même famille d'alliage, on parle de soudage homogène et à l'inverse de soudage **hétérogène** lorsqu'ils sont de nature différente et présentent des propriétés physico-chimiques bien distinctes.

A l'instar des matériaux solides, dont la cohésion est assurée par des liaisons atomiques, le soudage a pour but de **reconstituer des liaisons** entre les entités à assembler de sorte que, finalement, elles n'en forment plus qu'une [Lienert+2011]. En particulier, une **soudure idéale** est une soudure **sans défaut et minimisant les hétérogénéités**, c'est-à-dire qui présente une microstructure et des propriétés (mécaniques, thermiques, ...) homogènes, semblables à celles d'un matériau continu [Messler2008].

Théoriquement, le soudage consiste à rapprocher les surfaces à unir de sorte que les atomes superficiels parviennent à des distances de l'ordre de la distance interréticulaire [Messler2008 ; Murry+2010]. En réalité, les surfaces étant irrégulières (rugosité), il est nécessaire « d'activer les surfaces » (*i.e.* les mettre en contact) par le biais de sollicitations thermique et/ou mécanique. On distingue deux processus d'activation de surface :

- Par la formation d'un **bain de fusion liquide** à l'interface des pièces à souder (procédés de soudage par fusion)
- Par **déformation plastique** de l'extrême couche de chaque surface (procédés de soudage à l'état solide)

Les mécanismes de liaison font ensuite appel à des phénomènes de diffusion, de fusion/-solidification ou d'écrouissage/recristallisation [DeschauxBeaume2009 ; Messler2008 ; Messler2019].

Dans le cas du soudage Al2024/Ti-6Al-4V, le choix du procédé de soudage doit pallier deux difficultés majeures : le soudage de l'**Al2024** appartenant à la série 2000 (Al-Cu) à durcissement structural, réputé difficilement soudable et les problèmes de compatibilité associés au soudage **hétérogène**.

Verrou 1 : soudage d'un alliage d'aluminium de la série 2000 (Al-Cu)

Les alliages à durcissement structural de la série 2000 (mais également certains alliages des séries 6000 et 7000) sont considérés comme très difficilement soudables par les procédés de soudage classiques par fusion (soudage à l'arc MIG, TIG, soudage laser, ...) en raison de leur grande sensibilité à la **fissuration à chaud** et des **modifications microstructurales** induites par le soudage [Mathers2002 ; Murry1994 ; Siret2010].

La fissuration à chaud résulte de difficultés pour accommoder les déformations générées au cours de la **solidification** de l'alliage, lorsque celui-ci est à l'état « pâteux » (dilatation et contraction thermiques, contraintes liées au bridage, ...) [Bastier2006 ; Niel2011]. Ainsi, plus l'alliage possède un intervalle de solidification élevé, plus il sera sensible à la fissuration à chaud, puisqu'il sera exposé plus longtemps à un état « vulnérable ». En particulier, la présence de Cu (série 2000), de Mg et de Si (série 6000) ou de Li (série 7000) tendent à accroître leur sensibilité à la fissuration à chaud car ils abaissent la température de fin de solidification [Mathers2002 ; Niel2011].

Le cycle thermique induit lors du soudage fait évoluer la **microstructure** et les **propriétés mécaniques locales** de l'alliage. Il peut conduire, en fonction de la zone, à un durcissement par le biais d'une précipitation fine et durcissante ou à un adoucissement par sur-revenu, grossissement des grains et remise en solution solide des éléments d'alliage (figure I.1). Dans ce dernier cas, les conditions de refroidissement et de maturation peuvent ensuite donner lieu à un re-durcissement du matériau. Par conséquent, le soudage de l'alliage Al2024 modifie les effets du durcissement structural conduisant ainsi à de fortes **hétérogénéités métallurgiques** pouvant considérablement détériorer la tenue mécanique des alliages [Campbell2011 ; Messler2004 ; Murry1994].

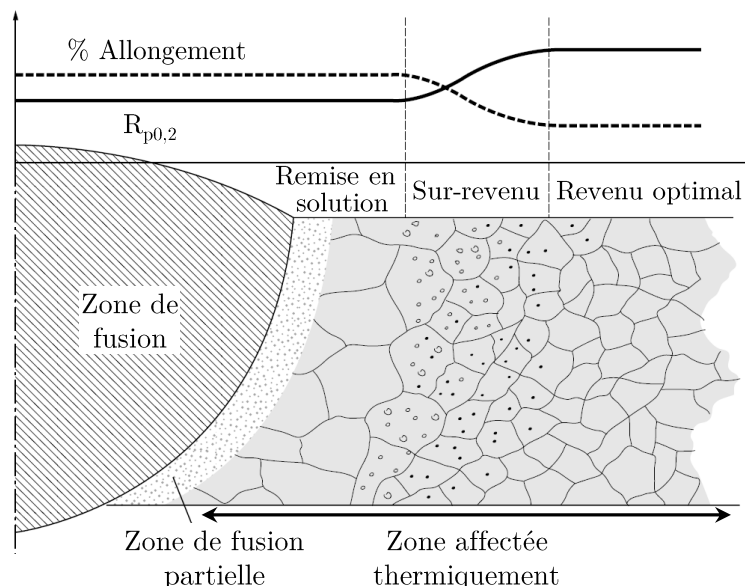


Figure I.1 – Représentation schématique de l'effet du cycle thermique généré lors du soudage sur la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes d'un alliage d'aluminium à durcissement structural [Messler2004].

Verrou 2 : soudage hétérogène

Le soudage hétérogène Al2024/Ti-6Al-4V se heurte à deux types d'**incompatibilité** : physique et métallurgique [DeschauxBeaume2009 ; Lienert+2011 ; Messler2004 ; Messler2019].

L'incompatibilité **physique** provient des différences de propriétés physico-chimiques pouvant exister entre les alliages et qui ne sont pas toujours compatibles avec les sollicitations de nature thermique et mécanique induites lors du soudage. En particulier, l'Al2024 et le Ti-6Al-4V diffèrent en termes de (tableau I.1) :

- **Température de fusion** conduisant ainsi à une température effective de soudage élevée pour l'Al2024 et faible pour le Ti-6Al-4V
- **Propriétés thermiques** ce qui génère un gradient de température important à travers la jonction
- **Coefficients de dilatation thermique (37%)** ce qui provoque des hétérogénéités de déformation pouvant aboutir à des phénomènes d'endommagement tels que la génération de distorsions, de contraintes résiduelles ou la formation de fissures

Table I.1 – Comparaison de quelques propriétés physico-chimiques de l'Al2024-T3 et du Ti-6Al-4V, tirées de l'*ASM Aerospace Specification Metals Inc.*

	Al2024-T3	Ti-6Al-4V
Température de fusion (°C)	640	1660
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	121	6,7
Capacité thermique massique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	0,875	0,526
Coefficient de dilatation thermique (K^{-1})	$24,7.10^{-6}$	$9,2.10^{-6}$

L'incompatibilité **métallurgique** se produit lorsque les alliages ne peuvent pas réagir ensemble (c'est le cas de cinq systèmes binaires métalliques : Al-Pb, Ag-Pb, Zn-Pb, Cu-Pb, Cu-Co [Messler2019]) ou au contraire lorsque leur réaction conduit au développement de phases aux propriétés inadaptées à l'interface.

Dans le cas du soudage Al2024/Ti-6Al-4V, le diagramme de phase Ti-Al en figure I.2 met en évidence la solubilité très limitée du Ti dans l'Al (max. 0,7%at. à 665°C). Il peut également être noté que le Ti-6Al-4V étant déjà composé à 11 at.%Al, la solubilité de l'Al dans le Ti-6Al-4V à des températures inférieures à la température de fusion de l'Al est aussi très réduite ($\simeq 4\%$ at.). Ainsi, le soudage Al2024/Ti-6Al-4V pourrait conduire à la formation de **composés intermétalliques fragiles** (Ti_3Al , TiAl , TiAl_2 et TiAl_3) pouvant détériorer la ténacité de la jonction.

Il est cependant précisé que le diagramme de phase suppose des conditions à l'équilibre thermodynamique tandis que les conditions de soudage (temps de maintien à T_{soudage} réduit, ainsi que chauffage et refroidissement rapide) sont telles que l'on s'éloigne des conditions d'équilibre. Ceci souligne ainsi la nécessité d'**étudier expérimentalement** les transformations qui se produisent à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V.

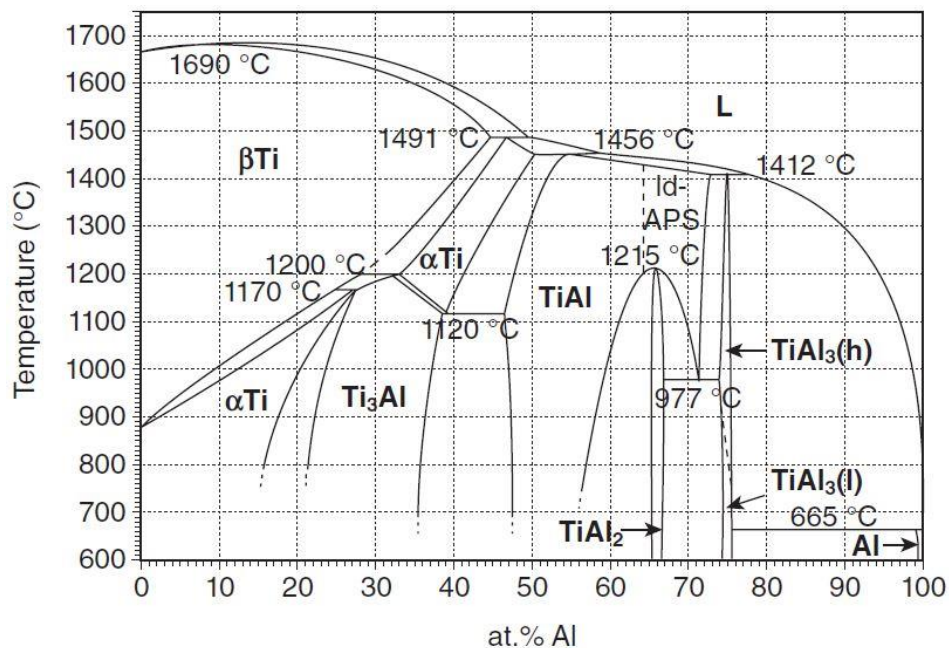


Figure I.2 – Diagramme de phase Ti-Al [Schuster+2006].

Intérêts du soudage par friction malaxage

Finalement, les principales **difficultés** associées au soudage Al2024/Ti-6Al-4V sont :

- La formation de fissurations à chaud
- La déformation des pièces suite à une mauvaise accommodation des contraintes d'origine thermique
- Les hétérogénéités métallurgiques dans l'Al2024
- Le développement de composés intermétalliques potentiellement fragiles à l'interface

Ainsi, les procédés de **soudage par voie solide** se positionnent comme une solution adaptée au soudage Al2024/Ti-6Al-4V en raison de la suppression des étapes de fusion et de solidification, et des faibles niveaux de température générés.

Dans le cadre du projet industriel associé à ces travaux de thèse, le choix du procédé s'est porté vers le **soudage par friction malaxage** (FSW) en raison de ses avantages opérationnels et métallurgiques. En effet, les soudures FSW sont mises en œuvre par le biais d'un **outil spécifique** qui se déplace le long de l'interface des pièces à joindre. Ainsi, comparé aux autres procédés de soudage par voie solide (soudage par friction, par diffusion, par impulsion magnétique, ...), l'équipement de soudage est moins volumineux et offre plus de **souplesse** pour la réalisation des soudures. Par ailleurs, le FSW a déjà fait ses preuves pour le soudage des alliages d'aluminium à **durcissement structural** [Cazes2003] et se positionne désormais comme un candidat prometteur pour le **soudage hétérogène** [Colligan2010 ; Martinsen+2015 ; StGeorges+2015].

La partie suivante vise à décrire plus amplement le procédé de soudage par friction malaxage ainsi que l'ensemble des phénomènes générés qui participent à l'établissement des soudures.

I.1 Soudage par friction malaxage

Le soudage par friction malaxage, ou *friction stir welding* (FSW) en anglais, est considéré comme l'un des plus innovants procédés de soudage développés depuis ces dernières années [Besharati Givi+2014]. Breveté en 1991 par *The Welding Institute* (TWI), ce procédé de soudage à l'**état solide** a d'abord été dédié au soudage des alliages d'aluminium à durcissement structural [Thomas+1995]. Depuis, ses applications s'étendent aux matériaux à haute résistance, tels que les aciers [Liu+2018] ou les alliages de titane [Mironov+2018], aux polymères [Huang+2018], ou bien encore au soudage **hétérogène** [Murr2010; Simar+2017].

Cette partie a pour objectif de définir le vocabulaire associé au FSW et d'introduire les notions théoriques nécessaires à son étude. Pour cela, son **principe de fonctionnement** et les **équipements** de soudage utilisés pour la réalisation des soudures seront décrits. Ensuite, les **paramètres FSW** et leur influence sur la formation des soudures seront présentés. La sous-partie suivante fera un bilan des connaissances acquises sur les **phénomènes physiques** générés lors du soudage, à savoir la création d'un flux de chaleur, d'un flux de matière (notamment les spécificités liées à la configuration en transparence) et les évolutions de **microstructure** des joints soudés.

Les informations données par la suite sont en grande partie tirées de plusieurs ouvrages qui se consacrent à la présentation du procédé FSW [Besharati Givi+2014; Cazes2003; Colligan2010; Lohwasser+2009; Mishra+2005; Nandan+2008; StGeorges+2015].

I.1.1 Description du procédé FSW

La réalisation de soudures par le biais du procédé FSW nécessite plusieurs éléments (figure I.3) :

- Un outil mobile et non consommable composé de deux parties cylindriques et coaxiales : l'**épaulement** et le **pion**
- Un **équipement de soudage** pour contrôler la position et le mouvement de l'outil (translation et rotation) lors de la production des soudures
- Une surface de support, qualifiée d'**enclume**, sur laquelle positionner les pièces
- Un **système de bridage** des pièces

La figure I.3 fait également apparaître les principales directions employées pour décrire l'opération de soudage. Tout au long de ce manuscrit, le référentiel composé des directions suivantes sera établi :

Définition du repère lié aux soudures FSW

- Direction **longitudinale** : direction parallèle à la direction de soudage
- Direction **transversale** : direction perpendiculaire à la direction de soudage.
La majorité des résultats seront présentés selon cette direction
- Direction **normale** : direction selon l'axe de rotation de l'outil

Le rôle de ces différents éléments est décrit dans la suite de cette partie qui s'organise en quatre sections : la présentation du principe de fonctionnement du FSW, des géométries d'assemblage, des équipements de soudage avant de finir par les avantages du FSW et des exemples d'applications.

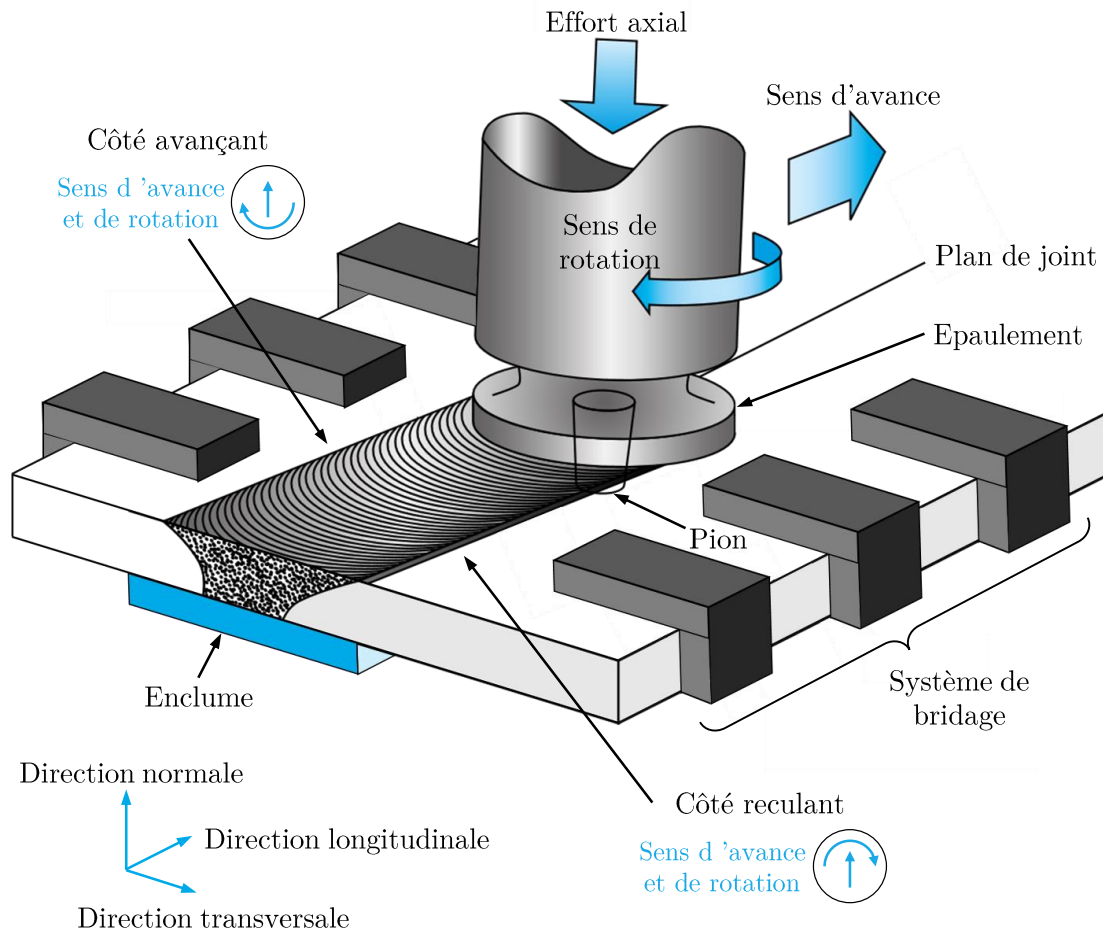


Figure I.3 – Principe de fonctionnement du soudage FSW. Figure basée sur [Feulvarch2016].

I.1.1.1 Principe de fonctionnement

Comme son nom l'indique, le soudage FSW repose sur l'**échauffement** (frottement) et la **déformation plastique** (malaxage) de la matière autour de l'outil [Mishra+2005]. Ces effets combinés mènent les matériaux à un état « pâteux » qui va alors permettre le déplacement de l'outil le long du plan de joint pour établir une **jonction métallurgique**.

L'opération de soudage se décompose en cinq phases [StGeorges+2015] :

- La phase **initiale** consiste à positionner les pièces à assembler sur l'**enclume**. Son rôle consiste à soutenir l'effort axial exercée par l'outil lorsque celui-ci pénètre les matériaux. Par ailleurs, pour éviter le mouvement des pièces durant le soudage (plaques écartées, soulevées, ...), ces dernières sont maintenues par un **système**

de bridage. Il se compose d'éléments de fixation répartis longitudinalement et qui fixent les pièces selon les directions normale et transversale (figure I.3).

- La phase de **plongée** correspond à l'insertion du pion dans les pièces à assembler, initialement à température ambiante. L'outil entre en rotation et un effort axial est appliqué pour permettre sa pénétration dans la matière progressivement échauffée par frottement. Les efforts fournis pour insérer l'outil atteignent leur maximum [StGeorges+2015]. Il s'agit de la phase la plus **critique** pour l'outil.
- La phase de **stabilisation** commence lorsque l'épaulement prend appui sur la surface des pièces (figure I.3). L'outil est maintenu en place quelques secondes, sous un effort axial constant. Cette étape vise à poursuivre la **montée en température** des matériaux avant la phase de soudage. Ce temps de stabilisation varie suivant les matériaux et l'épaisseur des pièces et n'est pas obligatoire.
- Lors de la phase de **soudage**, l'outil s'anime d'un mouvement d'avance. Cette translation combinée à sa rotation induisent une dissymétrie de part et d'autre du cordon de soudure. On distingue le côté **avançant** (*advancing side* (AS) en anglais), lorsque les deux vecteurs vitesses (avance et rotation) sont dans le même sens, et à l'inverse le côté **reculant** (*retreating side* (RS) en anglais) lorsqu'ils sont opposés (figure I.3).
- La phase d'**extraction** de l'outil interrompt le soudage. La fin du cordon de soudure est signalée par un trou laissé par l'outil lors de son retrait.

En raison de la présence de l'enclume et du système de bridage, l'accès de l'outil aux pièces à souder est **restreint**. Cela limite les géométries d'assemblage réalisables.

I.1.1.2 Géométries d'assemblage

Les principales géométries d'assemblage pouvant être réalisées par soudage FSW apparaissent en figure I.4. Les traits en pointillés représentent le profil de l'outil. Ils mettent en évidence les particularités requises pour chaque configuration (profondeur de pénétration, diamètre et forme du pion, ...). Les parties hachurées illustrent les zones devant être soutenues par une enclume durant le soudage, tandis que les flèches indiquent celles qui nécessitent d'être maintenues par le système de bridage. Ces indications soulignent les complexités de montage de certaines géométries.

La configuration la plus répandue est celle en bout à bout (figures I.4.a et I.3), dans laquelle les pièces à assembler, de même épaisseur, sont positionnées l'une à côté de l'autre. La seconde est celle en **transparence** (figure I.4.b), qui fait l'objet de ces travaux, où deux tôles se recouvrent. Plus d'informations concernant cette géométrie d'assemblage seront données dans la partie I.1.3.2. Les autres configurations sont réalisables en combinant les méthodes d'assemblage en bout à bout et en transparence (figures I.4.c, d et e). Ils nécessitent d'adapter le montage des pièces, en agençant convenablement l'enclume et le système de bridage.

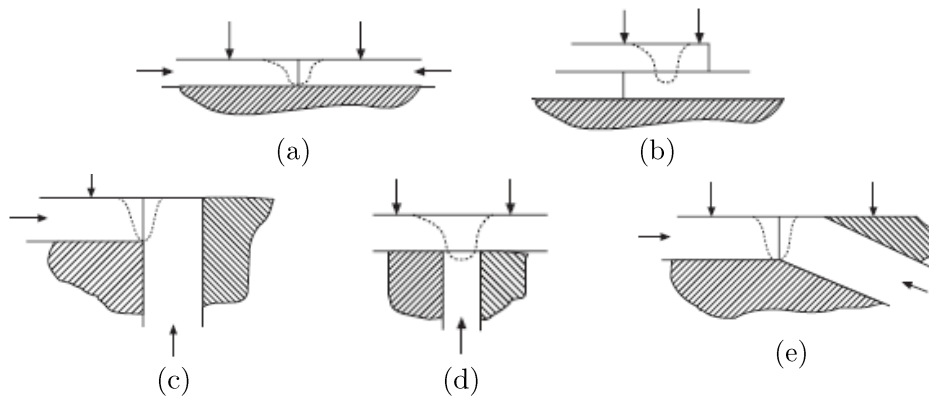


Figure I.4 – Liste non exhaustive des géométries d'assemblage réalisables par FSW : (a) en bout à bout, (b) en transparence, (c) en angle droit, (d) en « T » et (e) à angle oblique [Lohwasser+2009].

I.1.1.3 Equipements et modes de pilotage

Les équipements de soudage ont pour rôle de contrôler la position et le mouvement de l'outil lors de la réalisation des soudures. Pour cela, ils doivent :

- Etre en mesure de piloter et ajuster la **trajectoire** de l'outil en cours de soudage. Des systèmes de mesure sont donc intégrés aux équipements afin de mesurer en temps réel des variables telles que les coordonnées de l'outil, la charge appliquée, le couple, ... La comparaison de ces variables à une consigne permet le **pilotage** du procédé.
- Répondre à des exigences **techniques**, en termes de :
 - **Charge** en lien avec la capacité de la machine : elle doit être suffisamment importante (de l'ordre de quelques kN à plusieurs dizaines de kN) pour pouvoir pénétrer la matière
 - **Rigidité** : compte tenu des efforts considérables mis en jeu durant le soudage, les équipements doivent être suffisamment rigides pour réaliser une trajectoire identique à celle programmée

Il existe plusieurs modes de pilotage et types d'équipements décrits ci-dessous.

Présentation des modes de pilotage

Les modes de pilotage les plus répandus sont :

- Le mode de pilotage en **effort** qui consiste à maintenir une charge axiale constante en cours de soudage.
- Le mode de pilotage en **position** qui consiste à maintenir la position de l'outil (selon la direction normale) à une valeur constante.

Le contrôle des soudures en position présente l'avantage d'être insensible aux variations de propriétés mécaniques des matériaux qui évoluent en fonction des températures générées (dépend des paramètres FSW mais peuvent aussi varier en cours de soudage) [StGeorges+2015]. La profondeur de pénétration de l'outil, qui influe directement sur la

qualité des soudures, est donc maintenue constante. Néanmoins, ce mode de contrôle ne tient pas compte des variations dimensionnelles des pièces (essentiellement en épaisseur). Ces dernières peuvent provenir des tolérances de fabrication des tôles, de la mise en position des pièces dans le système de bridage, ou des jeux entre les pièces à assembler. Des défauts de type manque de pénétration peuvent alors être obtenus [Zimmer2009]. Afin de pallier ces effets indésirables, le contrôle des essais en effort est donc souvent considéré comme étant plus **reproductible** et, par conséquent, plus adapté à une **industrialisation**. Il implique toutefois la réalisation d'essais préliminaires en vue de déterminer et d'adapter les charges appliquées en fonction des paramètres de soudage.

Présentation des équipements

Différents types d'équipements sont utilisés pour le soudage FSW : (i) des fraiseuses à commande numérique (figure I.5.a) ou (ii) des équipements dédiés au FSW. Ces derniers peuvent se présenter sous la forme de robots industriels (figure I.5.b) ou d'installation de type portique (figure I.5.c) [Guillo2014 ; StGeorges+2015 ; Zimmer2009].

L'emploi de **fraiseuses à commande numérique** étant largement utilisé dans l'industrie, ce type d'équipement présente l'avantage de pouvoir être facilement mis en place (simple remplacement d'un outil de fraisage par un outil FSW [Guillo2014]). Néanmoins, les capacités de ces machines en terme de charge (généralement jusqu'à 20 kN [StGeorges+2015]) limitent leur utilisation à du soudage sur faibles épaisseurs et sur des matériaux ductiles tels que les alliages d'aluminium ou de cuivre. De plus, elles ne disposent pas toujours de suffisamment d'axes pour incliner l'outil. Enfin, n'étant pas conçues pour souder par FSW, seul le pilotage en position est possible.

A l'inverse, les équipements **dédiés au FSW** sont équipés d'une électrobroche (aussi désignée de tête FSW) qui donne accès au suivi de l'effort en cours de soudage et donc au mode de pilotage en effort. De plus, ils sont développés pour atteindre des charges axiales importantes, pouvant aller jusqu'à 90 kN [Guillo2014]. Ceci leur permet de souder une large gamme de matériaux et d'épaisseurs (du millimètre à la dizaine de millimètres) ainsi que des trajectoires plus ou moins complexe suivant leur degrés de liberté (circulaire, ...). Leur principales limitations résident dans leur manque de rigidité (bras articulé) qui peut conduire à des déviations de trajectoire et leur coût onéreux [StGeorges+2015]. Cela peut varier d'une centaine de milliers d'euros à plusieurs millions d'euros, notamment pour les installations de type portique dédiées à une production industrielle [Guillo2014].

Le choix de l'équipement est donc conditionné par des facteurs **économiques** (budget d'investissement) et **technologiques** (mode de pilotage, capacité de charge, raideur, matériau et épaisseur de soudage). La production de pièces de grandes dimensions ou de pièces à l'échelle industrielle requiert l'utilisation de machines dédiées au FSW, tandis que l'emploi de fraiseuse à commande numérique semble plus adapté à une étude « grossière » du procédé. En particulier, ces travaux de thèse faisant l'objet d'une problématique **industrielle**, les soudures Al2024/Ti-6Al-4V sont réalisées avec un équipement de type **robot dédié au FSW**, dont les caractéristiques seront présentées en partie II.1.1.

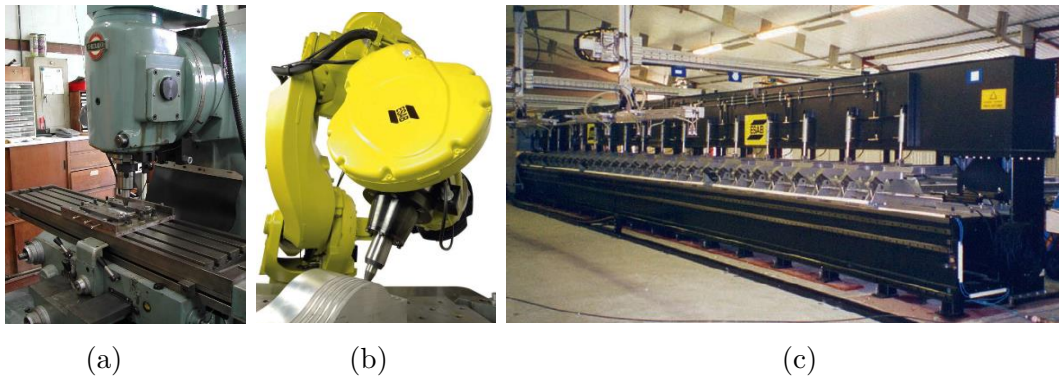


Figure I.5 – Types d'équipements utilisés pour le soudage FSW : (a) fraiseuse à commande numérique, (b) robot dédié au FSW et (c) installation industrielle de type portique. Photos tirées de [Besharati Givi+2014; ESAB2011].

I.1.1.4 Avantages et exemples d'applications

Bien que l'acquisition d'un équipement dédié au FSW puisse représenter un investissement élevé, le soudage FSW présente plusieurs avantages listés dans le tableau I.2.

Table I.2 – Résumé des avantages métallurgiques, industriels et écologiques du procédé FSW.

Métallurgiques	Industriels	Écologiques
Élimination des défauts de fusion et solidification	Procédé robotisé et reproductible	Absence de projection et de rayonnements nocifs
Réduction des hétérogénéités de microstructure	Pas de consommables (métal d'apport et gaz de protection)	Gain de masse en remplacement des rivets
Adapté au soudage des alliages d'aluminium à durcissement structural et au soudage hétérogène	Faibles distorsions après soudage	Faiblement énergivore ⇒ procédé à haute efficacité énergétique [StGeorges+2015]

Ces avantages sont mis à profit dans plusieurs applications industrielles. On peut citer par exemple dans le secteur **aéronautique**, l'avion d'affaires Eclipse 500 où 70% des rivets présents dans le fuselage et les ailes sont remplacés par des structures soudées par FSW (figure I.6.a) [Besharati Givi+2014]. Cette conception innovante du fuselage est très avantageuse puisqu'elle conduit à une diminution de 20% du temps requis pour l'assemblage, à une réduction du poids de l'appareil de 25 kg et à une amélioration de l'aérodynamisme de l'avion, du fait de l'élimination des rivets [Besharati Givi+2014].

Dans le secteur de l'automobile, un allègement significatif est également obtenu chez Honda via le développement d'un nouveau châssis, 25% plus légers qu'un châssis

traditionnel en acier [Besharati Givi+2014]. Ce dernier consiste en une structure hybride entre un alliage d'aluminium et un acier (figure I.6.b).

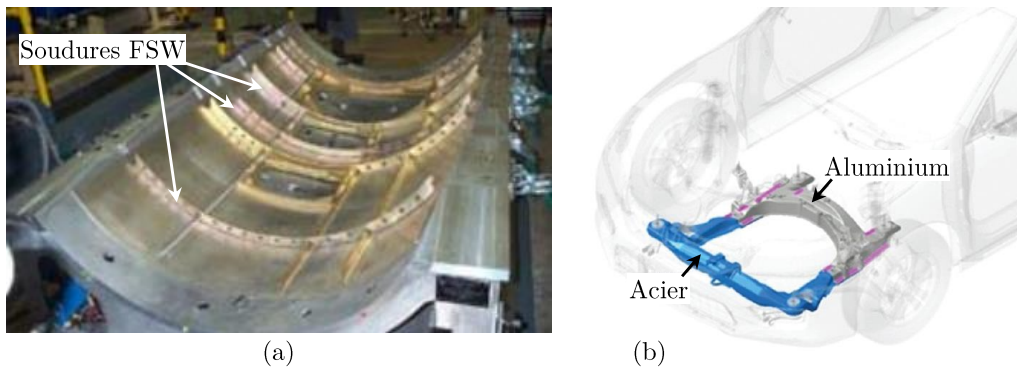


Figure I.6 – Exemples d'application du soudage FSW dans le secteur (a) aéronautique (fuselage) et (b) automobile (châssis) [Besharati Givi+2014].

Ces applications industrielles démontrent l'intérêt du soudage FSW pour le remplacement des rivets et la réalisation de structures hybrides, qui présentent un fort potentiel d'allègement pour le secteur des transports. Ils nécessitent toutefois d'identifier les **paramètres de soudage optimaux** en vue de produire des soudures aux propriétés adaptées à l'application visée.

I.1.2 Paramètres d'influence du procédé

A partir de la description du procédé FSW, plusieurs **paramètres d'influence** sont mis en évidence : l'outil, la vitesse d'avance (mm/min), la vitesse de rotation (tours/min) et l'effort axial (N). Il s'agit des paramètres d'influence **principaux**. D'autres paramètres, désignés de **secondaires** dans ce manuscrit, impactent également la qualité des joints soudés. Leur rôle sur la formation des soudures FSW est détaillé ci-après.

I.1.2.1 Paramètres principaux

Comme décrit dans la partie I.1.1.1, l'**outil** joue un rôle déterminant dans la formation des soudures. L'**épaulement** sert à échauffer, à plastifier la matière et à contenir verticalement la matière malaxée [Rai+2011 ; StGeorges+2015 ; Zhang+2012]. Le **pion** permet le malaxage de la matière et contrôle l'écoulement des matériaux autour de lui. Il influence ainsi directement la consolidation des soudures [Rai+2011 ; StGeorges+2015 ; Zhang+2012]. Leurs **dimensions**, leur **géométrie** et leur **composition** sont des paramètres d'influence majeurs. En particulier, le choix du matériau dépend de la nuance à souder. L'acier compose généralement les outils dédiés au soudage des alliages d'aluminium, de cuivre et de magnésium. Pour des matériaux à résistance mécanique élevée, le choix de l'outil s'oriente vers des métaux réfractaires (alliages W, Mo), des céramiques (WC-Co, nitrure de bore cubique polycristallin pcBN) ou l'utilisation de revêtements à base de TiC. De manière générale, ces outils présentent des coûts élevés (matériaux onéreux, usinage difficile, ...) limitant leur utilisation [StGeorges+2015]. Dans le cas du soudage **hétérogène**, il est courant de concevoir des outils où l'épaulement et le

pion forment deux composantes indépendantes, composées de matériaux différents afin de réduire leur coût [StGeorges+2015]. En particulier, les outils utilisés dans cette thèse pour le soudage Al2024/Ti-6Al-4V se composent d'un pion et d'un épaulement de natures différentes (cf partie II.1.2).

Les **vitesse d'avance** (mm/min) et de **rotation** (tours/min) contrôlent la montée en température des matériaux. Cet échauffement permet d'abaisser la résistance mécanique des alliages et d'accroître leur ductilité en vue de permettre le déplacement de l'outil. L'influence de ces paramètres est telle que :

- La diminution de la vitesse d'avance accroît l'échauffement des matériaux. Ce paramètre régule le temps de dissipation de la chaleur.
- A l'inverse, l'augmentation de la vitesse de rotation amplifie la chaleur générée en raison de l'intensification du frottement et de la déformation plastique.

L'**effort axial**, aussi qualifié d'effort de forge (N), est appliqué en vue d'assurer un frottement continu entre l'outil et les matériaux [Cazes2003]. Il contrôle l'intensité du frottement exercé et assure la compacité du joint.

La plupart des études se focalisent sur l'étude de l'influence de ces paramètres principaux. Cependant, bien qu'étudiés dans une moindre mesure, les paramètres secondaires peuvent également constituer des voies d'optimisation intéressantes.

I.1.2.2 Paramètres secondaires

Les paramètres secondaires englobent : l'angle d'inclinaison, le nombre de passes, l'état de surface des pièces à souder et sont complétés par d'autres paramètres en soudage en transparence et en soudage hétérogène.

L'**angle d'inclinaison** (*tilt angle* en anglais) forme l'angle entre la normale des pièces et l'axe de révolution de l'outil (figure I.7). Généralement compris entre $0,5^\circ$ et 3° , il a pour effet de soulever légèrement le bord d'attaque de l'outil. Cette action favorise le maintien de la matière malaxée sous l'épaulement et améliore l'état de surface des soudures (réduction des bavures). Par ailleurs, cette inclinaison accentue l'effort appliqué au niveau du bord de fuite de l'outil, ce qui contribue à améliorer le malaxage de la matière [Zhang+2012].

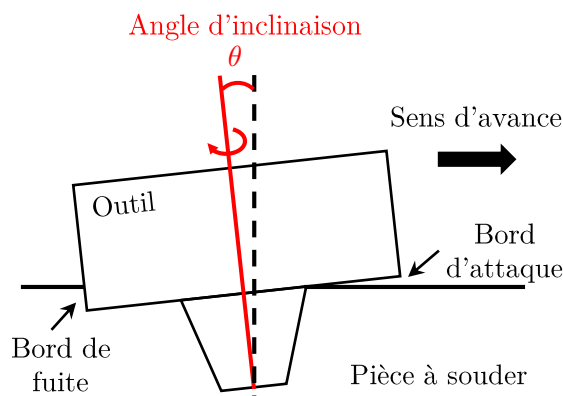


Figure I.7 – Illustration de l'angle d'inclinaison θ appliqué à l'outil lors du soudage.

La réalisation de soudures en **double-passes** (ou plus) est également possible. Ceci a généralement pour effet d'améliorer le malaxage des matériaux, du fait de la déformation plastique supplémentaire fournie par les passages supplémentaires réalisés par l'outil.

Lorsqu'on s'intéresse aux défauts rencontrés en FSW, il est mis en évidence que l'**état de surface** des matériaux peut grandement impacter la qualité des soudures. La présence d'une couche d'oxydes ou d'un revêtement (tel que le **clad** d'Al pur pour les alliages d'aluminium) s'apparente alors à second matériau également déformé par l'outil. En particulier, un défaut se crée lorsque le malaxage est insuffisant et ne permet pas une distribution homogène de cette couche. Il prend alors la forme d'un **film continu** à travers la soudure qui crée une discontinuité (figure I.8). Ce défaut réduit la résistance mécanique, la ductilité, ainsi que la durée de vie en fatigue du joint soudé [Kadlec+2015 ; StGeorges+2015 ; Zhou+2006].

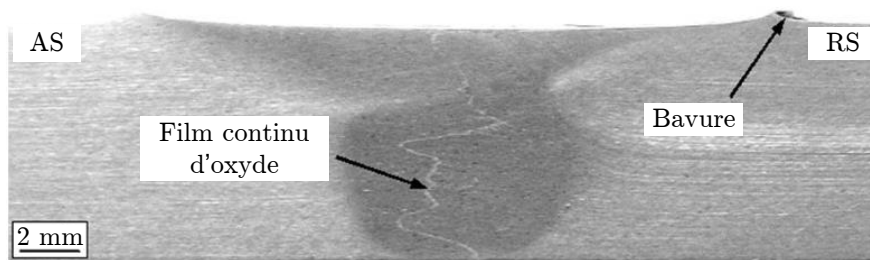


Figure I.8 – Défaut « film continu d'oxyde » qui traduit une mauvaise rupture de la couche d'oxyde, initialement présente à la surface des pièces [Zhou+2006].

En raison de la dissymétrie du procédé (côtés AS et RS), les soudures en **transparence** peuvent être produites selon deux **modes de chargement**, notés AS ou RS [Cederqvist+2001]. Ceci est valable en soudage homogène et hétérogène. Il s'agit d'un paramètres pouvant affecter de manière significative les propriétés mécaniques des soudures. YANG et al. [Yang+2011] observent en effet une charge à rupture 6 fois supérieure dans le mode de chargement RS, par rapport à celui AS. Il semblerait toutefois que le mode de chargement optimal varie d'une étude à l'autre et dépende des paramètres FSW [Buffa+2009 ; Cederqvist+2001 ; Yang+2011 ; Yuan+2012 ; Zhang+2016]. Plus d'informations seront données dans la partie I.1.3.2.

Enfin, en soudage **hétérogène** la position des tôles nécessite d'être déterminée : côtés AS ou RS en soudage bout à bout et tôles inférieure ou supérieure en soudage en transparence. Généralement, en configuration bout à bout, le matériau avec la température de fusion la plus élevée est placé côté AS (côté légèrement plus échauffé) dans le but d'accentuer son adoucissement tandis que l'outil est déplacé du côté du matériau qui présente la résistance mécanique la plus faible dans le but de limiter l'usure de l'outil. Pour la même raison, en configuration transparence, le matériau le moins résistant est placé en tôle supérieure

Pour résumer, l'ensemble des paramètres FSW impactant la qualité des soudures est synthétisé dans le tableau I.3. Ils sont catégorisés selon les paramètres à imposer à la machine, ceux composants l'outil et les paramètres d'assemblage [Lohwasser+2009].

Table I.3 – Récapitulatif des paramètres d’influence en soudage FSW. Les paramètres secondaires sont désignés par *.

Paramètres machine	Paramètres outil	Paramètres d’assemblage
Vitesse d’avance	Matériau	Matériau à souder et dimensions des tôles
Vitesse de rotation	Dimensions	Géométrie d’assemblage
Effort axial / Position outil	Géométrie	Etat de surface des pièces*
Angle d’inclinaison*		Soudage en transparence : mode de chargement AS/RS*
Nombre de passe(s)*		Soudage hétérogène : position des tôles et de l’outil*

A ce jour, il n’existe pas de tableaux de valeurs recommandées pour le soudage de matériaux et d’épaisseurs donnés. Ces informations restent **confidentielles**, surtout en ce qui concerne l’outil. Par ailleurs, les données communiquées dans la littérature sont difficilement transposables d’un cas d’étude à l’autre en raison de la grande sensibilité du FSW aux matériaux soudés, aux épaisseurs et aux caractéristiques de l’outil. Dans ce projet de thèse, le savoir-faire et l’expérience du partenaire industriel **Institut Maupertuis** a permis la conception de deux outils différents. L’étude de leur influence, ainsi que celle des vitesses d’avance, de rotation, de la double-passe et du mode de chargement AS/RS sur la performance des soudures en transparence Al2024/Ti-6Al-4V seront investigués (détail des paramètres étudiés en partie II.1.2).

L’optimisation de la tenue mécanique des joints soudés nécessite d’appréhender le rôle de ces différents paramètres FSW sur les **phénomènes mis en jeu dans la formation des soudures**, à savoir le flux de chaleur, le flux de matière ainsi que les évolutions microstructurales. La description de ces phénomènes est abordée dans la partie suivante.

I.1.3 Phénomènes générés pendant le soudage

En règle générale, la tenue mécanique des soudures produites par fusion sont fonction de l’histoire thermique subie par le matériau qui impacte directement sa microstructure et donc ses propriétés mécaniques. En soudage FSW, le frottement de l’outil génère non seulement un **flux de chaleur** mais également un **flux de matière** (malaxage) qui participe à la consolidation du joint soudé. De plus, bien que les températures de soudage restent inférieures à la température de fusion des métaux, des **évolutions de microstructure** sont observées et affectent également la qualité des soudures. Une description générale de ces trois phénomènes est donnée dans cette partie.

I.1.3.1 Flux de chaleur

Lors du procédé FSW, la source de chaleur provient essentiellement du **frottement** exercé par l'outil (source de chaleur 1 surfacique) (figure I.9). Il est en effet généralement considéré que 90% de l'énergie de frottement est dissipée sous forme de chaleur [Schmidt+2008]. Les 10% restant sont dédiés à la **déformation plastique** la matière (malaxage) et s'accompagne de mécanismes métallurgiques (création et réarrangement des dislocations, précipitation et dissolution de phases, ...) à l'origine d'une deuxième source de chaleur (source de chaleur 2 volumique). Cette chaleur latente reste néanmoins **négligeable** par rapport à la chaleur dissipée par frottement. Finalement, la chaleur est transmise par **conduction** à la fois au matériau, à l'outil et à l'enclume. Ce partage de la chaleur dépend des propriétés thermiques des matériaux mis en jeu, ainsi que des résistances thermiques de contact à leur interface. Il est généralement considéré que les températures de soudage en FSW **ne dépassent pas les 80% de la température de fusion du matériau** [Feulvarch2016].

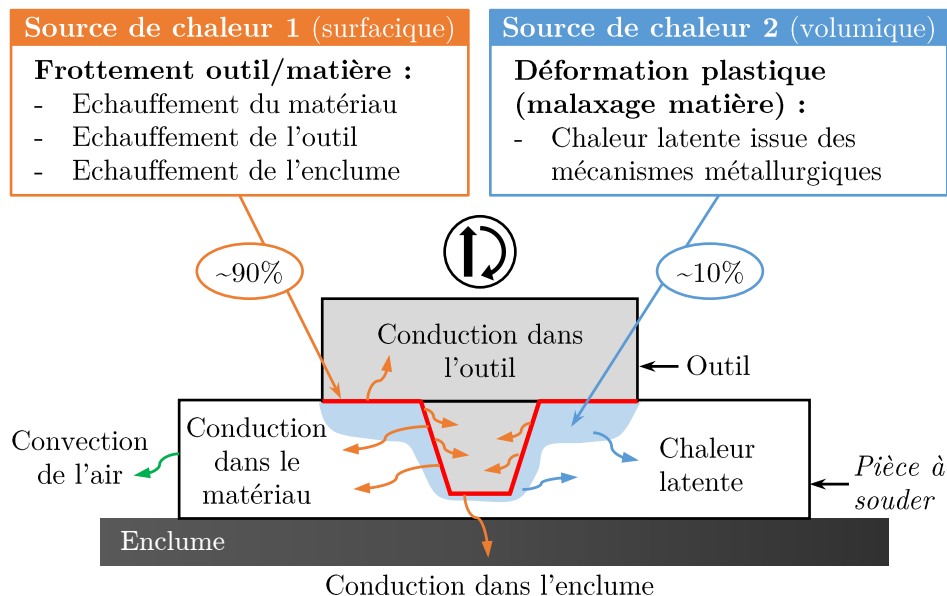


Figure I.9 – Synthèse des phénomènes à l'origine de la création d'un flux de chaleur [Feulvarch2016].

Dans la littérature, différentes **méthodes** expérimentales ont été évaluées afin d'accéder à ce flux de chaleur et donc aux distributions des températures et à leur évolution lors du soudage FSW : par thermocouples ou par thermographie infrarouge [Bastier2006 ; Robe2017]. A la différence de la plupart des études qui choisissent l'instrumentation par thermocouples, dans cette thèse les températures de soudage seront évaluées par le biais d'une instrumentation par **thermographie infrarouge**. Les avantages et les inconvénients de cette technique seront exposés en partie II.2.1. Les résultats obtenus permettront d'évaluer l'**influence des paramètres FSW** sur les températures générées lors du soudage Al2024/Ti-6Al-4V. Par ailleurs, un **indice de chaleur** sera défini à partir des paramètres de soudage afin de classer les soudures en fonction de l'apport de chaleur.

I.1.3.2 Flux de matière et particularités du soudage en transparence

Généralités sur le flux de matière

Le soudage FSW est singulier par la création d'un **flux de matière**. Ce dernier vise à transporter la matière autour de l'outil dans le but de reboucher la cavité créée par sa pénétration. Il mélange de manière « macroscopique » les matériaux (malaxage) et assure ainsi la **consolidation** des joints soudés.

L'étude du flux de matière en FSW est **primordiale**. De nombreux défauts (porosités, film continu d'oxydes, manque de pénétration) proviennent en effet d'un malaxage inadéquat qui détériore la qualité des soudures. Ainsi, la compréhension de l'écoulement des matériaux lors du soudage présente un grand intérêt pour l'**optimisation** des paramètres de FSW, telle que la géométrie des outils. Dans la littérature, plusieurs méthodes de suivi des mouvements de matière ont été mises au point :

- Observation du réarrangement des matériaux en soudage hétérogène [Li+1999]
- Utilisation de marqueurs (billes, feuillard, poudre), de composition chimique différente, insérés dans des cavités ou à l'interface des pièces à souder [Colligan1999 ; Zettler2010]
- Réalisation d'essais sur un matériau modèle, tel que la plasticine qui possède à température ambiante un comportement viscoplastique comparable à celui de l'aluminium à haute température [Gratecap+2012 ; Jemal2011]

La figure I.10 donne un aperçu de la **complexité** des écoulements de matière générés en soudage FSW. La différence de composition entre les alliages Al2024 et Al6061 permet l'observation des matériaux par un contraste chimique après attaque. La disposition des matériaux après soudage montre un malaxage de la matière qualifié de « vortex » à mi-épaisseur des tôles (figure I.10). Il résulterait de la contribution simultanée des mouvements de matière selon les axes y et z. Ce mélange de matière serait ensuite déposé à l'arrière de l'outil (selon l'axe x) sous la forme de couches de matière **intercalées** [Li+1999].

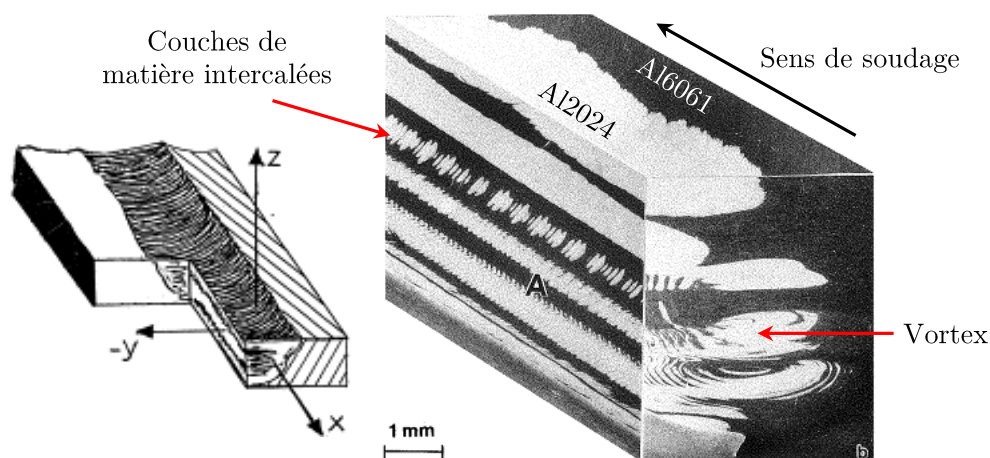


Figure I.10 – Visualisation au microscope optique du flux de matière après soudage des alliages d'aluminium Al2024/Al6061 [Li+1999].

Dans sa thèse, JEMAL [Jemal2011] explore plus en détail les mouvements de matière qui se développent autour de l'outil. A partir de son étude menée sur de la plasticine, il parvient à reproduire correctement le flux de matière généré lors du soudage d'un alliage d'aluminium (figure I.11). La soudure est en effet convenablement reproduite, tel qu'illustré par le mélange des couleurs au centre de la soudure qui traduit un **malaxage** intense de la matière. A partir du suivi des couleurs, JEMAL [Jemal2011] constate une **dissymétrie** des mouvements de matière. Du côté AS, la matière semble peu affectée (transition nette), tandis que du côté RS les mouvements de matière semblent s'opérer de manière majoritaire (flux vertical ascendant, contournement de la matière).

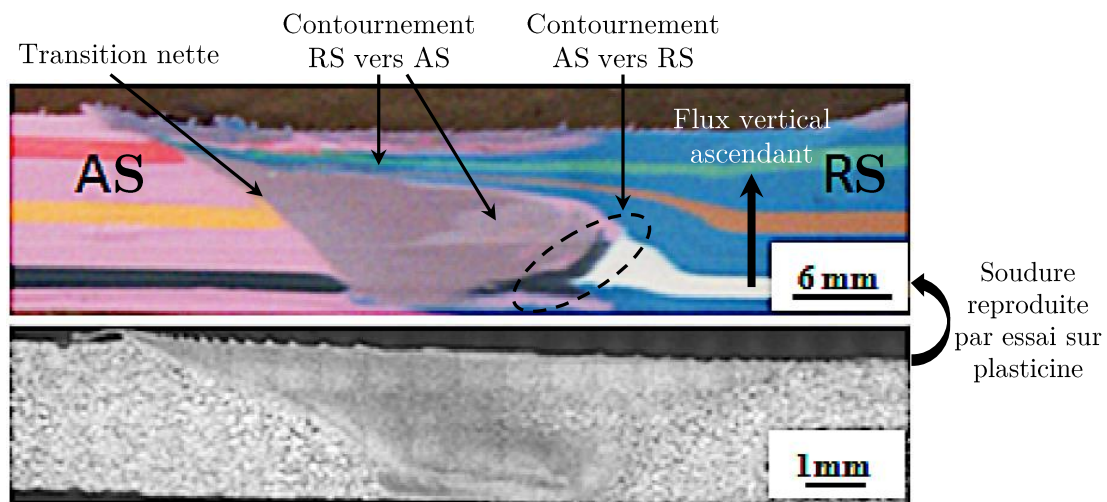


Figure I.11 – Suivi du flux de matière par la réalisation d'essai sur des feuilles de plasticine colorées [Jemal2011].

Ainsi, bien que le flux de matière soit complexe, il semble pouvoir se décomposer en mouvement de matière **verticaux** et de **contournement**, menant finalement à l'**intercalation** de couches de matière à l'arrière de l'outil.

Particularités du soudage en transparence

Dans la configuration en **transparence**, la pénétration de l'outil à travers les tôles recouvertes conduit, en plus des mouvements de matière précédemment énoncés, à la déformation et à la redistribution de l'interface sous la forme de **crochets** (*hook* en anglais) (figure I.12). En raison de la **dissymétrie** du procédé, les crochets présentent des aspects différents selon les côtés AS et RS.

La figure I.13 montre plusieurs exemples de joints soudés présentant des crochets. De manière générale, le crochet AS pénètre verticalement la soudure, tandis que le crochet RS se fléchit vers le centre de la soudure. Par ailleurs, les crochets étant tributaires des mouvements de matière, leur **taille** et leur **forme** varient en fonction des paramètres de soudage. En particulier, le crochet RS peut s'étirer vers la tôle supérieure ou inférieure selon l'outil utilisé (figure I.13.a), tandis que le flux de chaleur intensifie les mouvements de matière ce qui accroît la taille des crochets (figure I.13.b).

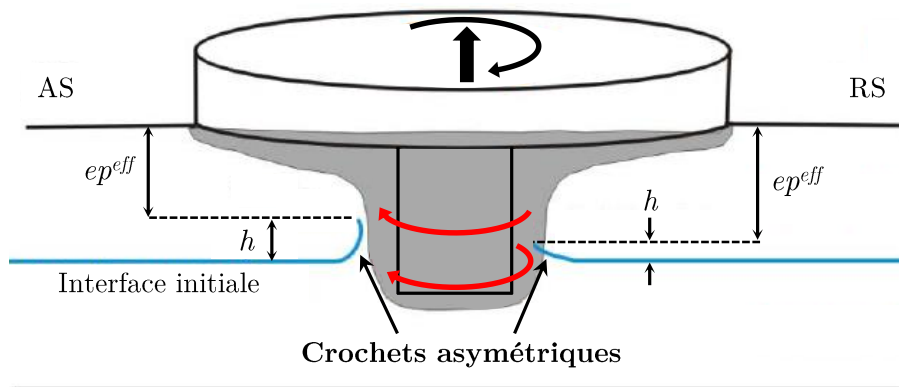


Figure I.12 – Représentation schématique du flux de matière en transparence conduisant à la formation de crochets [Yazdanian2012].

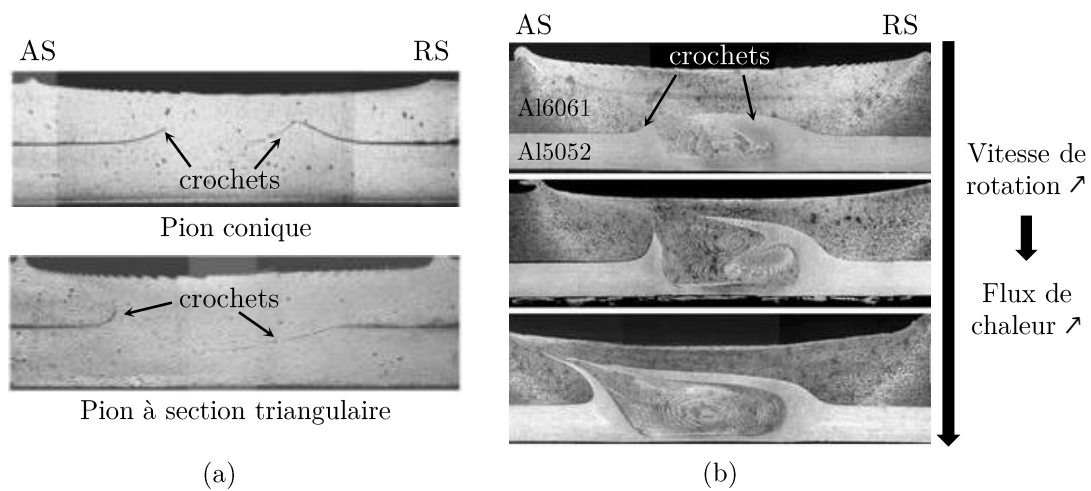


Figure I.13 – Influence des paramètres FSW sur les crochets : (a) effet de la géométrie du pion [Yang+2011] et (b) effet de la vitesse de rotation [Lee+2008].

Les propriétés mécaniques en traction des soudures en transparence admettent une grande sensibilité aux **caractéristiques** (taille, forme) des crochets. DUBOURG et al. [Dubourg+2010], suivis par d'autres auteurs [Cederqvist+2001 ; Liu+2016 ; Wang+2019 ; Yang+2011], montrent que la **hauteur** h des crochets (figure I.12) est un paramètre d'influence majeur. En effet, cette grandeur réduit l'épaisseur effective ep^{eff} de la tôle et impacte donc directement la **capacité de charge à rupture** des soudures. Ainsi, de manière générale, plus la hauteur h est élevée, plus la tenue mécanique des joints soudés diminue.

Par ailleurs, CEDERQVIST et al. [Cederqvist+2001] montrent qu'en raison du transfert d'effort à travers l'éprouvette soudée en transparence, la distribution des contraintes dans la soudure est **hétérogène** (figure I.14). Dans chaque tôle (inférieure et supérieure) la contrainte diminue en direction du bord libre. Les crochets AS et RS étant asymétriques, CEDERQVIST et al. [Cederqvist+2001] définissent deux **modes de chargement** : suivant AS et RS (figure I.14). Dans le mode de chargement AS, la contrainte maximale dans la tôle supérieure se situe du côté AS, et inversement dans le mode de chargement

RS. Plusieurs travaux montrent que les propriétés mécaniques évoluent en fonction du mode de chargement. Selon les auteurs, de meilleures tenues mécaniques sont obtenues dans le mode de chargement AS [Buffa+2009 ; Cederqvist+2001] ou RS [Yang+2011 ; Yuan+2012], ou en fonction des paramètres FSW [Zhang+2016], probablement en raison de l'évolution des caractéristiques des crochets suivant les conditions de soudage.

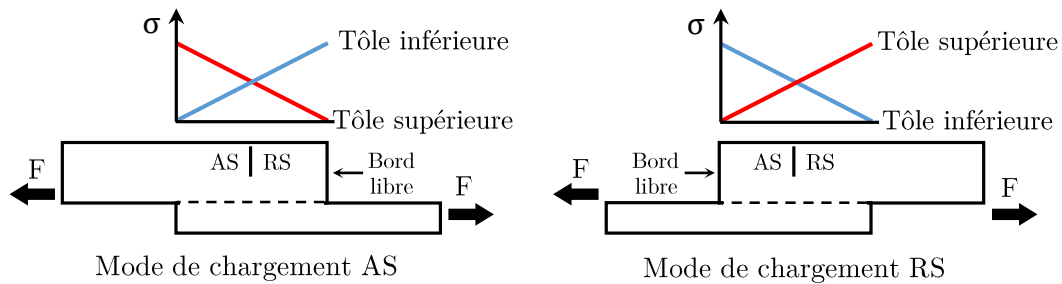


Figure I.14 – Définition des modes de chargement AS et RS et représentation schématique et théorique de la distribution des contraintes à travers un joint soudé en transparence [Cederqvist+2001].

I.1.3.3 Microstructure des joints soudés

L'échauffement de la matière et la déformation plastique des régions avoisinant le passage de l'outil atteignent leur maximum au centre de la soudure. Ces phénomènes s'atténuent ensuite selon la direction transversale du joint soudé. De ce fait, l'histoire thermomécanique subie par le métal de base évolue en fonction de la distance depuis le centre de la soudure. On discerne généralement quatre zones dans un joint soudé par FSW. Elles apparaissent en figure I.15 et sont décrites successivement du centre de la soudure jusqu'aux régions non affectées.

Le **noyau**, aussi qualifié de **zone malaxée** (*nugget* ou *stirred zone* en anglais), correspond à la zone directement en contact avec le pion au cours du soudage. Il connaît les niveaux d'échauffement et de malaxage les plus sévères. Les températures élevées cumulées à une importante déformation plastique conduisent généralement à la **recristallisation dynamique** du métal. Une microstructure à grains fins et équiaxes est donc obtenue. L'asymétrie du procédé est généralement observée sur les micrographies via la forme du noyau étirée vers le côté AS. Une transition plus nette entre le noyau et la région voisine est également constatée côté AS.

La **zone affectée thermomécaniquement** (ZATM) (*thermomechanically affected zone* (TMAZ) en anglais) est adjacente au noyau. Sa largeur correspond au diamètre de l'épaulement. Elle se caractérise par une montée en température élevée. Par ailleurs, du fait de sa proximité avec le pion, elle est également déformée plastiquement. L'histoire thermomécanique subie par cette zone ne conduit généralement pas à la recristallisation dynamique du métal, en raison de l'échauffement et de la déformation plastique moindres que dans le noyau. En revanche, les grains y sont fortement **déformés** du fait des déformations par cisaillement provoquées par l'outil.

La **zone affectée thermiquement** (ZAT) (*heat affected zone* (HAZ) en anglais) est une zone suffisamment éloignée du centre de la soudure pour ne pas subir la déformation

plastique induite par l'outil. Elle est uniquement affectée par une élévation de la température. Les modifications microstructurales s'apparentent donc à celles rencontrées lors d'un **traitement thermique**.

La zone non affectée, autrement dit le **métal de base (MB)**, correspond à la zone la plus éloignée. La microstructure et les propriétés mécaniques d'origine y sont donc conservées.

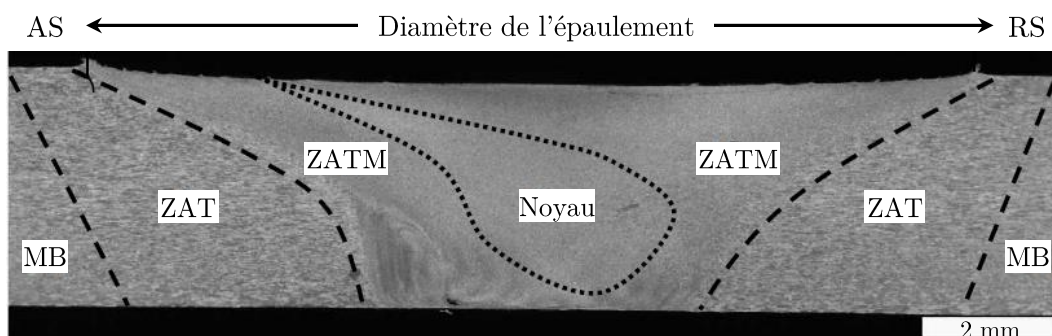


Figure I.15 – Microstructure d'un joint soudé par FSW [Guedoiri2012].

Les modifications microstructurales rencontrées en FSW au sein des différentes zones dépendent de la **nature de l'alliage** et de son **état métallurgique**. Elles peuvent se manifester par des évolutions de l'état de précipitation, des transformations de phase, des modifications de texture, des variations de morphologie et de taille de grains, le développement de sous-structures dans les grains ... Par ailleurs, ces modifications peuvent interagir et donc mener à une compétition entre plusieurs mécanismes métallurgiques, notamment entre la recristallisation et l'évolution de l'état de précipitation dans le **noyau** soudé [Genevois2004]. L'ensemble de ces modifications impactent les **propriétés mécaniques locales** (dureté) du matériau pouvant se traduire par un adoucissement ou un durcissement du matériau, selon la zone de soudage et les paramètres FSW.

En particulier, un état de l'art des évolutions de microstructure induites par FSW et appliquées à l'alliage d'aluminium Al2024-T3 et à l'alliage de titane Ti-6Al-4V feront respectivement l'objet des parties I.2.2.1 et I.2.2.2.

I.1.4 Synthèse

Pour résumer, le soudage FSW est un procédé **multidisciplinaire** qui met en jeu des phénomènes thermiques, d'écoulement de matière et métallurgiques. Ces phénomènes sont régis par de nombreux paramètres de soudage qui impactent les **températures** de soudage, le **malaxage** de la matière, les **évolutions microstructurales** des matériaux. L'ensemble de ces évolutions conditionnent les **propriétés mécaniques** des soudures.

A ce jour l'optimisation des paramètres FSW nécessite de passer par des **phases expérimentales**. En effet, le soudage FSW est sujet à des **couplages** thermique-mécanique-métallurgique (figure I.16) compliqués à traiter numériquement et qui rendent donc difficile la simulation du procédé. En particulier, la montée en température des matériaux modifie en parallèle les conditions de contact outil/matière (contact collant

ou glissant [Feulvarch2016]). De ce fait, la valeur du frottement évolue au cours du soudage. De la même manière, les évolutions microstructurales modifient simultanément le comportement mécanique des matériaux soudés. En principe, ces modifications sont une source de chaleur supplémentaire (déformation plastique) mais sont généralement négligées du fait de leur faible contribution à la montée en température des pièces [Feulvarch2016].

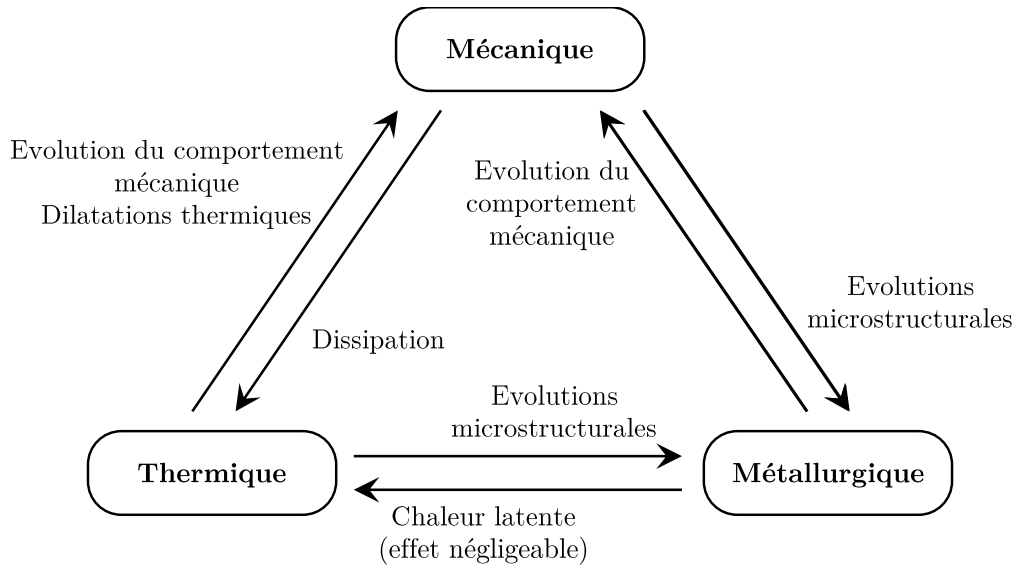


Figure I.16 – Synthèse des couplages thermique, mécanique et métallurgique impliqués en cours de soudage [Robe2017].

En ce qui concerne le soudage FSW des alliages d'aluminium et de titane, il existe à ce jour plusieurs études expérimentales qui s'intéressent à l'influence des paramètres FSW sur les différents phénomènes physiques précédemment énoncés. Ces travaux font l'objet d'une synthèse, développée en partie I.2.

I.2 Revue des études FSW du couple d'alliages Al/Ti

Le soudage FSW entre l'aluminium et le titane purs ou entre leurs alliages respectifs fait l'objet d'un nombre limité d'articles à ce jour et d'une thèse réalisée par PICOT [Picot2018]. L'ensemble de ces travaux portent sur la caractérisation des soudures en vue d'évaluer l'influence des paramètres de soudage sur les évolutions macro et microstructurales et leur impact sur la tenue mécanique des joints soudés. L'étude de ces relations **procédé FSW - évolutions métallurgiques - propriétés mécaniques** s'organise autour des points suivants :

- L'aspect général des soudures, souvent désigné de « macrostructure », lié aux évolutions de flux de matière
- Les évolutions de microstructure dans les métaux de base Al2024 et Ti-6Al-4V
- La microstructure de l'interface
- Les propriétés mécaniques en traction

Une synthèse de ces différentes investigations est proposée dans cette partie avant de dresser un **bilan des facteurs** qui gouvernent les propriétés mécaniques des soudures hétérogènes Al/Ti (purs ou alliages). De plus, cette partie vise à **expliquer l'apport de mes travaux de thèse** par rapport à la communauté scientifique. Ainsi, chaque sous-partie se terminera par un résumé (sous la forme d'un encadré) à partir duquel les points non abordés jusqu'à présent dans la littérature seront identifiés. Ils permettront de dégager les différentes voies d'études qui structureront cette thèse.

I.2.1 Aspect général des soudures

La figure I.17 présente l'aspect général des soudures hétérogène Al/Ti (purs ou alliages) selon les géométries d'assemblages les plus courantes (bout à bout et transparence). Du fait de la plus faible température de fusion de l'**aluminium**, celui-ci est davantage affecté par le soudage. En particulier, on y distingue les zones de soudage spécifiques au FSW : le noyau, la ZATM et la ZAT (figure I.17.a). Par ailleurs, sa résistance mécanique étant moindre que celle du titane (quelque soient les températures atteintes), l'aluminium présente aux températures de soudage un comportement viscoplastique n'offrant aucune résistance à la pénétration du titane. De ce fait, les déplacements de matière se font du **titane vers l'aluminium**. Ces mouvements de matière conduisent à une interface relativement « plane » en configuration bout à bout (figure I.17.a) et à la formation de **crochets** dans la configuration en transparence (figure I.17.b).

De plus, quel que soit la géométrie d'assemblage, la déformation plastique exercée par l'outil engendre la pénétration de **fragments** de titane dans l'aluminium (figures I.17.a et b), dont la répartition est tributaire du **flux de matière**. Ces fragments participent au **renforcement** du noyau soudé, au même titre que les renforts assurent l'essentiel de la résistance mécanique dans les matériaux composites. C'est la raison pour laquelle, il est souvent mentionné que le soudage FSW génère dans le noyau une **structure composite** renforcée par de fines particules de titane [Dressler+2009; Kar+2018; Li+2014]. En particulier, KAR et al. [Kar+2018] caractérisent, en fonction des paramètres FSW, leur distribution par tomographie à rayons X et constatent une augmentation de la tenue mécanique des soudures lorsque ceux-ci sont plus fins et répartis de manière homogène.

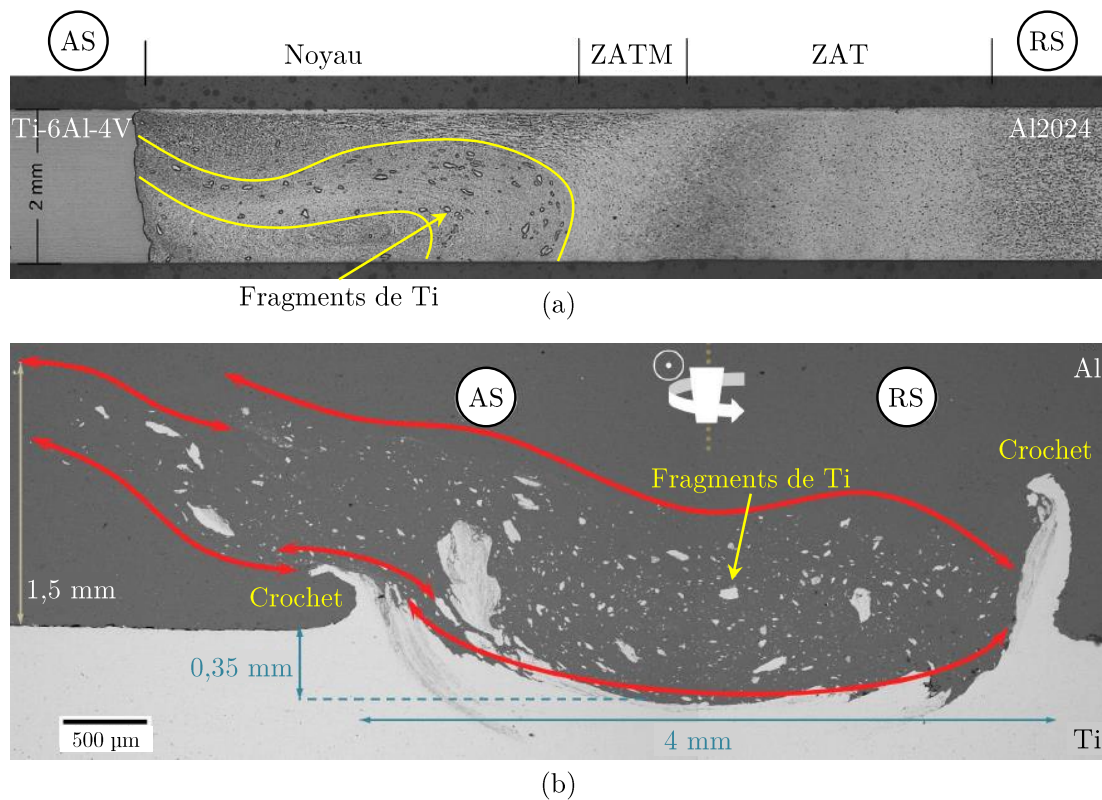


Figure I.17 – Aspect général des soudures Al/Ti en (a) bout à bout (microscopie optique) [Dressler+2009] et (b) en transparence (MEB-BSE) [Picot2018].

Les grandes différences de température de fusion et de résistance mécanique entre les métaux purs ou les alliages Al/Ti génèrent un mélange **macroscopique** des matériaux. En configuration bout à bout, il est mis en évidence que ces évolutions de macrostructure (pénétration de fragments de Ti dans Al) impactent les propriétés mécaniques des soudures [Kar+2018]. En revanche, en configuration transparence aucune étude Al/Ti ne caractérise de manière détaillée les **crochets**, ni ne s'intéresse à leur contribution sur le **comportement mécanique** des soudures.

Ainsi, dans ces travaux l'étude des relations paramètres FSW - flux de matière - crochets - propriétés mécaniques sera investiguée de sorte à :

- Evaluer l'influence des paramètres FSW sur les **caractéristiques des crochets**. En particulier, KAR et al. [Kar+2018] ayant montré que la **tomographie à rayons X** convient à l'étude des soudures Al/Ti (purs ou alliages), ce moyen d'analyse sera employé pour caractériser les crochets. Leur taille et leur forme étant tributaire des mouvements de matière, ces résultats seront également utilisés comme traceurs en vue de proposer un « scénario » du **flux de matière** généré lors du soudage FSW
- Evaluer le rôle des crochets sur le **comportement mécanique** des soudures en traction

I.2.2 Evolutions microstructurales des métaux de base

Avant de présenter les évolutions microstructurales généralement rencontrées lors du soudage FSW des alliages d'Al2024 et de Ti-6Al-4V, les matériaux d'étude sont décrits en s'appuyant sur la littérature.

I.2.2.1 Alliage d'aluminium Al2024

Présentation de l'Al2024

L'Al2024 est un alliage d'aluminium à **durcissement structural** appartenant à la famille **Al-Cu-Mg** de la série 2000 [Davis1993; Dubost+1991; Polmear+2017; Vergel2010]. Il s'agit de l'alliage le plus utilisé de cette série en raison de sa résistance mécanique élevée associée à sa faible masse volumique. Son renforcement est basé sur la baisse significative de la solubilité du cuivre et du magnésium dans l'aluminium avec la diminution de la température [Davis1993; Polmear+2017]. Cette caractéristique fondamentale conditionne la précipitation dans la matrice d'une phase durcissante au cours d'un traitement thermique spécifique de **durcissement structural**.

La nature de la phase durcissante dépend de la composition chimique du matériau [Dubost+1991; Wang+2005]. Dans le cas de l'alliage Al2024 étudié (tableau I.4), le diagramme ternaire Al-Cu-Mg prévoit la précipitation de la **phase S**, de stœchiométrie Al_2CuMg , au sein d'une solution solide riche en Al, notée α (voir croix rouge en figure I.18).

Table I.4 – Composition chimique de l'alliage Al2024-T3 étudié (% massique).

	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe
Al2024-T3	Bal.	3,9 à 4,1	1,6 à 1,7	0,7 à 1,0	0,1	0,05

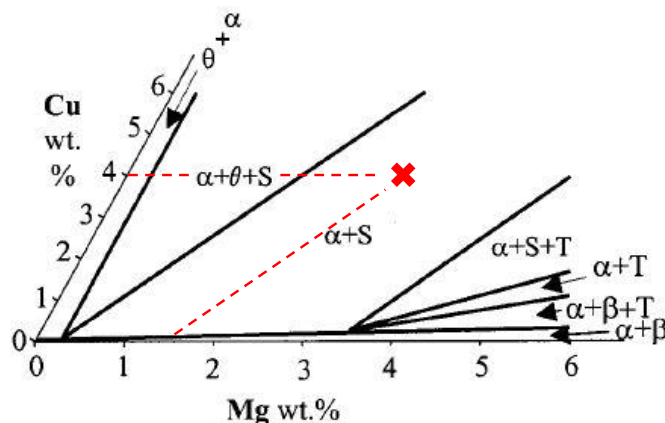
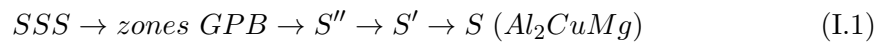


Figure I.18 – Section isotherme du diagramme de phases ternaire Al-Cu-Mg (α : solution solide riche en Al, θ : Al_2Cu , S : Al_2CuMg , T : Al_6CuMg_4 et β : $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$) [Wang+2005]. La croix rouge désigne la composition chimique de l'alliage étudié.

Par ailleurs, l'alliage est reçu à l'état T3 qui désigne un traitement thermique **écroui et mûré après trempe**. La microstructure est donc **métastable** (solution solide α

sursaturée en Cu et Mg) et se décomposera ultérieurement, sous forme de précipités S durcissants, lors de la montée en température de l'alliage. Généralement, un traitement thermique de **revenu** est appliqué à une température modérée (entre 100 et 200°C [Dubost+1991]) et pendant plusieurs heures. A titre d'exemple, Dassault Aviation applique un revenu à 190°C pendant 12h pour obtenir un durcissement optimal de l'Al2024 [Briez2018].

Les premières investigations menées sur la précipitation durcissante des alliages Al-Cu-Mg sont conduites par BAGARYATSKY [Bagaryatsky1952] dans les années 1950. Il propose la séquence de précipitation suivante :



Les paragraphes suivants fournissent plus de détails quant à la structure de ces phases.

Les **zones GPB** se forment à partir de la décomposition de la solution solide sursaturée (SSS), dès l'état **métastable** après trempe (au cours de la maturation à température ambiante). Il ne s'agit pas d'une phase à proprement parlé mais d'un **regroupement d'atomes de Cu et Mg** admettant un ordre à courte distance, le long des plans $\{100\}_{Al}$, et agissant comme **précurseurs** à la précipitation durcissante de la phase S. Leur caractérisation se fait essentiellement à partir de clichés de diffraction, positionnés en axe de zone $[001]_{Al}$, via l'apparition de « trainées diffuses » entre les spots de diffraction (figure I.19).

Remarque : *Dans les alliages Al-Cu-Mg, le terme « cluster » est parfois préféré pour désigner ces amas d'atomes de Cu et de Mg en raison des difficultés associées à leur caractérisation en MET haute résolution, contrairement aux zones GP rencontrées dans les alliages Al-Cu [Deschamps+2011 ; Wang+2005].*

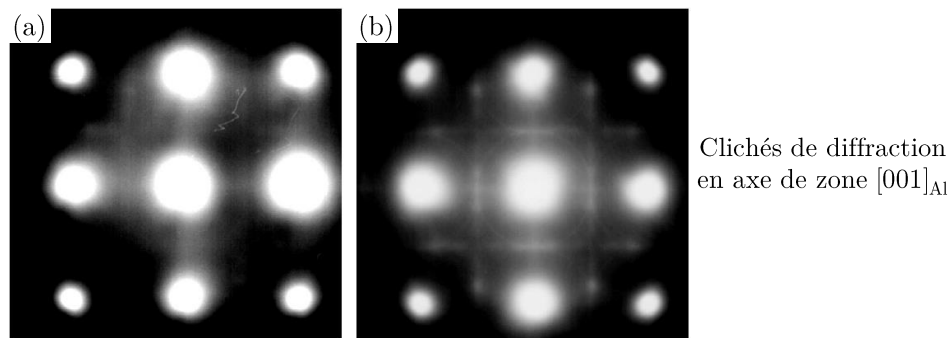


Figure I.19 – Formation des zones GPB lors du maintien à température ambiante de l'alliage Al-4,4wt%.Cu-1,7wt%.Mg trempé après (a) 15 min et (b) 2760 min (\simeq 2 jours). Les « trainées diffuses » apparaissent plus marquées après 2760 min probablement en raison d'une mise en ordre plus avancée des zones GPB [Abis+2001].

La **phase intermédiaire S''** (parfois notée GPB2) serait une phase cohérente avec la matrice α . WANG et al. [Wang+2004] (alliages Al-Cu-Mg) proposent une structure orthorhombique et de composition chimique intermédiaire ($S''(Al_{10}Cu_3Mg_3)$) entre les zones GPB et la phase S, à partir de résultats de simulation comparés à des observations MET tirées de la littérature. A l'inverse, les travaux de **Zhang2016b** [Zhang2016b]

(alliage Al2024 commercial), réalisés au moyen d’analyses MET et synchrotron in situ, attestent de l’**absence** d’une phase de transition entre les zones GPB et la phase S. L’existence de la phase S’’ fait donc encore **débat** dans la littérature.

La **phase S** correspond à la phase d’équilibre, de stoechiométrie Al_2CuMg , tandis que la **phase S’** représente une version un peu distordue de cette dernière. Ainsi, en raison des similarités cristallographiques et de composition chimique entre ces phases, les auteurs font en général uniquement apparaître la phase S, parfois notée S’(S), dans la séquence de précipitation [Dubost+1991 ; Genevois+2005 ; Wang+2005]. La phase S possède une structure cristallographique **orthorhombique** et de paramètre de maille : $a_S = 0,400$ nm, $b_S = 0,923$ nm et $c_S = 0,714$ nm. Elle précipite suivant les plans $(210)_{\text{Al}}$ sous forme de **lattes** allongées dans la direction $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$ (figure I.20.a). Par ailleurs, la phase S possède une **relation d’orientation** avec la matrice α qui admet 12 variants [Wang+2005]. Sa caractérisation se fait via l’indexation de clichés de diffraction positionnés en axe de zone $[001]_{\text{Al}}$ (figures I.20.b).

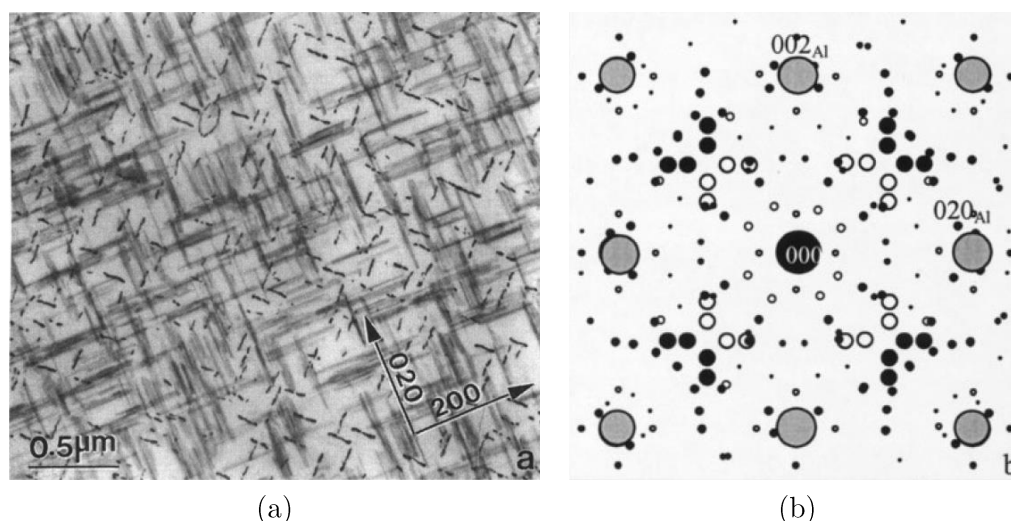


Figure I.20 – (a) Précipités S observés au MET en champ clair (axe de zone $[001]_{\text{Al}}$) dans un alliage Al-Cu-Mg écroui et vieilli à 190°C pendant 20 jours [Shih+1996] et (b) cliché de diffraction simulé superposant les 12 variants de la phase S selon l’axe de zone $[001]_{\text{Al}}$ [Wang+2005].

De manière générale, l’évolution de l’état de précipitation de l’Al2024 s’accompagne d’un **durcissement** de l’alliage en deux temps (figure I.21) :

- Une première augmentation de dureté est généralement observée rapidement ($\simeq 1$ min). Elle représente 60 à 70% du durcissement total observé dans l’alliage et est couramment associée à la formation des **zones GPB** [Wang+2005].
- Un second pic de dureté est ensuite noté après un plateau de stabilisation. Il est attribué à la formation de **précipités S** [Wang+2005]. Leur grossissement conduit ensuite à une diminution de la dureté, correspondant à un état sur-revenu.

Les évolutions de dureté dépendent ainsi du **temps** de maintien, mais également de la **température** et du taux d’**écrouissage** de l’alliage. L’augmentation de la température de vieillissement a pour effet de décaler le deuxième pic de dureté vers des temps plus courts : la température accélère donc la **cinétique de précipitation** de la phase S

(figure I.21.a). En particulier, il peut être noté qu'à 240°C, la formation des zones GPB est partielle (pic de dureté affaibli) au profit d'une précipitation S avancée (figure I.21.a). De la même manière, l'intensification du taux d'écroutissage augmente la densité de dislocations, et donc de **sites de précipitation** hétérogène, accélérant ainsi l'apparition de la phase S (figure I.21.b). Le pic de dureté est donc atteint d'autant plus rapidement et est d'autant plus élevé que le niveau de déformation augmente en raison d'une distribution plus **homogène** des précipités. En revanche, l'écroutissage **ralentirait la formation des zones GPB** en raison de l'annihilation des lacunes qui joueraient un rôle prépondérant dans la diffusion des atomes menant à la germination des zones GPB [Dubost+1991 ; Wang+2005]. Ce phénomène n'est cependant pas clairement mis en évidence sur la figure I.21.b car le premier pic de dureté apparaît pour des temps de maintien plus courts ($\simeq 0,01$ h).

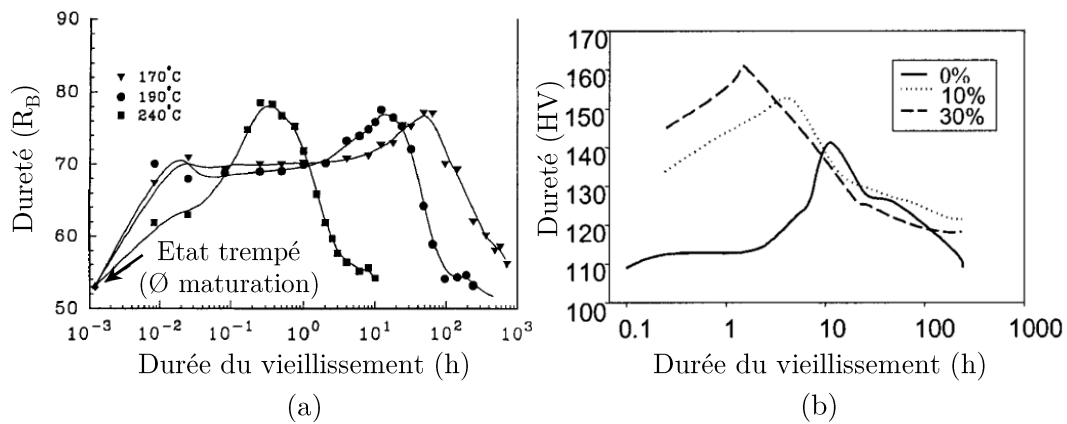
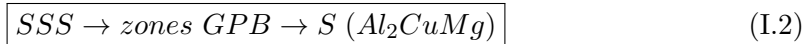


Figure I.21 – Evolution au cours du temps de vieillissement de la dureté de l'Al2024 en fonction (a) de la température (alliage Al2024 commercial non écroui) [Shih+1996] et (b) du taux d'écroutissage (alliage Al-3,3wt%.Cu-1,6wt%.Mg vieilli à 190°C) [Wang+2005].

Enfin, en raison de la contribution majeure des **zones GPB** et de la **phase S** sur le durcissement de l'alliage et des controverses liées à l'existence de la phase intermédiaire S'', la séquence de précipitation suivante sera utilisée pour étudier l'impact du procédé FSW sur les évolutions de l'état de précipitation de l'Al2024 :



Dans les travaux portant sur le soudage FSW Al/Ti (purs ou alliages), peu d'études caractérisent les évolutions de l'état de précipitation des soudures (car analyses fines ou études portant sur Al pur ou Al à durcissement par écrouissage). Ainsi, la présentation des modifications microstructurales rencontrées dans l'Al2024 sera complétée par des travaux dédiés au soudage FSW de l'Al2024 homogène.

Soudage FSW de l'Al2024

Malgré un temps de maintien limité à la température de soudage (quelques secondes contre habituellement plusieurs heures de revenu), le soudage FSW génère des évolutions

de l'état de **précipitation** de l'Al2024. En parallèle, la déformation plastique exercée par l'outil introduit des dislocations qui, sous l'effet de la température, peuvent se réarranger par les phénomènes de **restauration** et/ou de **recristallisation**.

Dans sa thèse GENEVOIS [Genevois2004] (soudage homogène Al2024-T3) caractérise les évolutions de l'état de précipitation, à travers les différentes zones de soudage, et évalue leur impact sur la dureté de l'alliage (figure I.22.a).

Dans la **ZAT** (absence de déformation plastique), l'augmentation de la température générée en direction du centre de la soudure conduit successivement à (figure I.22.a) :

- Un léger adoucissement de l'Al2024 relié à la **dissolution partielle** des zones GPB (diminution de leur fraction volumique) et n'entraînant pas la formation de précipités S
- Un pic de dureté associé à une dissolution importante des zones GPB au profit d'une **précipitation fine** et durcissante de la phase S (épaisseur $\simeq 5$ nm)
- Un nouvel adoucissement en raison des températures de soudage plus importantes qui conduisent à la formation de **précipités S de taille plus élevée** et donc moins durcissants

Dans la **ZATM**, les températures de soudage et la déformation plastique ne sont pas suffisantes pour enclencher la recristallisation dynamiques de l'alliage [Genevois+2005]. Une **déformation** des grains est cependant notée (modification de leur morphologie) en raison du cisaillement de l'outil [Bousquet2011 ; Genevois2004]. Par ailleurs, l'introduction de dislocations favorisent la **précipitation grossière** de la phase S, à l'origine du minimum de dureté dans la soudure (figure I.22.a).

Enfin dans le **noyau**, où le couplage thermomécanique est le plus sévère, un durcissement du matériau est observé (figure I.22.a). Il peut être associé à deux modifications microstructurales générées simultanément :

- Un **affinement** des grains ($\simeq 4$ μm d'épaisseur contre 150 μm sur 25 μm dans le métal de base [Genevois2004]) suite à la recristallisation dynamique de l'alliage. Cependant, ceci entraîne en même temps une diminution importante de la densité de dislocations. De manière générale, la **recristallisation dynamique continue** est le mécanisme le plus couramment observé lors du soudage FSW de l'aluminium et ses alliages [Ma+2018]. Dans sa thèse, PICOT [Picot2018] (soudage Al/Tu purs) identifie en effet le mécanisme de recristallisation dynamique continu à partir d'analyses EBSD couplées à des observations MET.
- La formation de **zones GPB**. Ce retour à un état de précipitation identique à celui initial indique des conditions de soudage ayant permis la remise en solution solide du Cu et du Mg ($T_{\text{soudage}}^{\text{noyau}} > T_{\text{solvus}}^{\text{Al2024}} \simeq 500^\circ\text{C}$), suivi d'une décomposition de la solution solide sursaturée au profit de zones GPB (refroidissement équivalent à une tempe à l'air).

Dans son étude, GENEVOIS [Genevois+2005 ; Genevois2004] attribue le durcissement du noyau d'Al2024 majoritairement à la formation des **zones GPB** tandis que les effets de taille de grains et d'écrouissage seraient minoritaires, car finalement les grains recristallisés possèdent très peu de dislocations (écrouissage faible). Elle établit ainsi de bonnes corrélations entre l'évolution de l'état de **précipitation** et les variations de **dureté** à travers la soudure (figure I.22.a). Ces résultats sont confirmés par les travaux de thèse de BOUSQUET [Bousquet2011] qui obtient des valeurs de dureté identiques, associées à une évolution de l'état de précipitation similaire.

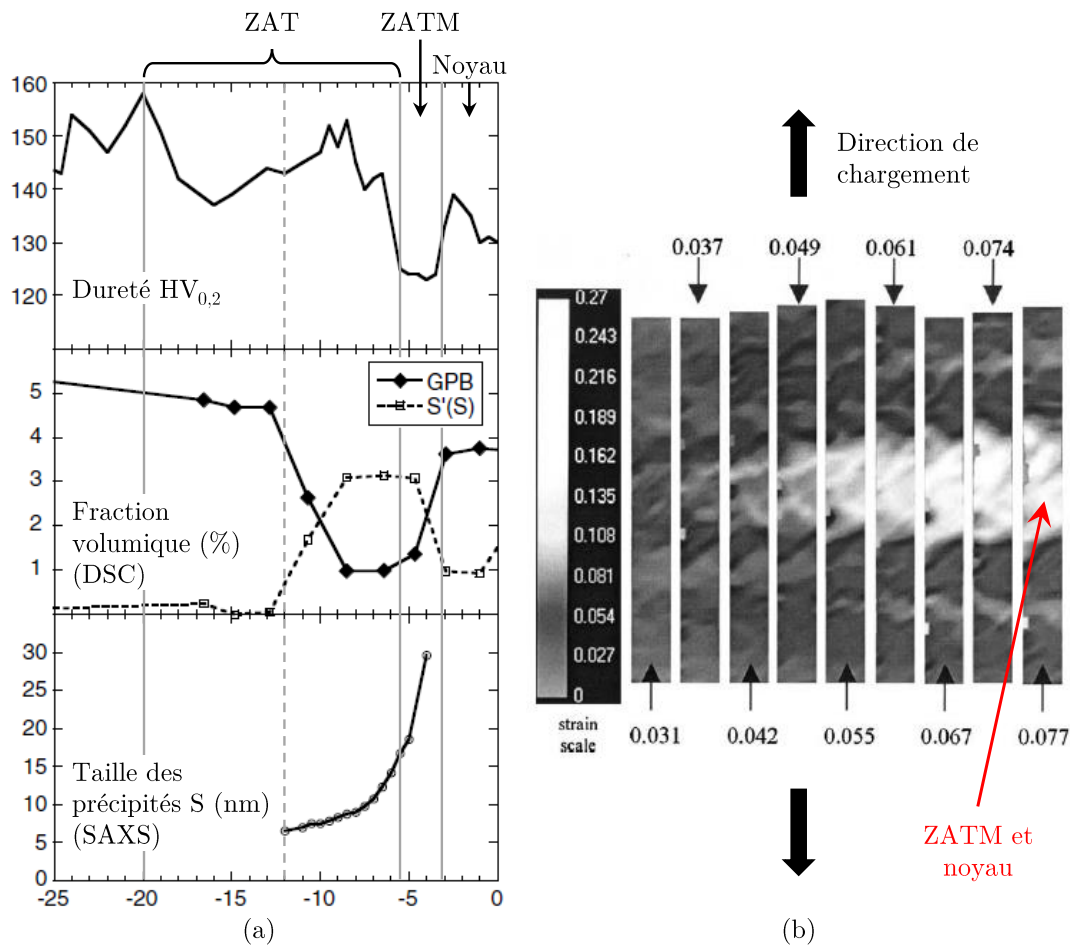


Figure I.22 – (a) Lien micro-dureté/état de précipitation le long de la soudure (seul le côté AS est représenté) et (b) évolution du champ de déformation pendant un essai de traction instrumenté par corrélation d'images (les flèches indiquent la déformation moyenne dans l'échantillon).

Cependant, suivant les **paramètres FSW**, les températures générées et le niveau de déformation plastique évoluent. Ainsi, des modifications microstructurales différentes peuvent être obtenues. En particulier, Fu et al. [Fu+2013] (soudage homogène Al2024-T3) constatent une évolution du profil de dureté en fonction des vitesses d'avance et de rotation. Par ailleurs, ZENG et al. [Zeng+2019] (soudage homogène Al6061-T6) identifient plusieurs mécanismes de recristallisation dynamique en fonction des paramètres FSW : la recristallisation dynamique continue et géométrique. Ils notent également l'influence des précipités pouvant « épingle » les joints de grains et ainsi ralentir la recristallisation de l'alliage, pour certains conditions de soudage spécifiques (refroidissement sous eau).

Finalement, la compréhension des **relations microstructure/dureté** est primordiale car l'évolution des propriétés mécaniques locales de l'alliage impactent directement la **résistance mécanique** du joint soudé. GENEVOIS [Genevois2004] montre en effet, via l'instrumentation des essais de traction par corrélation d'image, qu'en raison du gradient de microstructure, et donc de dureté à travers la soudure, la distribution de la déformation est **hétérogène** (figure I.22.b). La déformation se localise au niveau

des zones d'**adoucissement** les plus marquées (ZATM et noyau) conduisant finalement à la rupture des soudures à l'interface ZATM/noyau (figure I.22.b). Par conséquent, l'**optimisation des propriétés mécaniques** des soudures nécessite de maîtriser les évolutions de microstructure de l'Al2024.

Pour résumer, le soudage FSW de l'Al2024 conduit simultanément à une évolution de son **état de précipitation** et de sa **structure granulaire** (écrouissage, restauration, recristallisation). Ces modifications dépendent des températures générées et du niveau de déformation plastique et, par conséquent, des **conditions de soudage**. Par ailleurs, il est noté que peu de travaux examinent de manière approfondie les résultats d'**orientations cristallographiques**, pouvant donner des informations sur les mécanismes de déformation mis en jeu lors du FSW.

Dans l'optique d'optimiser la tenue mécanique des soudures Al2024/Ti-6Al-4V, l'étude des relations microstructure/dureté sera évaluée dans ces travaux. En particulier, l'influence des paramètres FSW sur les mécanismes de **recristallisation** (noyau), l'évolution de l'état de **précipitation** (ZAT, ZATM, noyau) et les évolutions d'**orientations cristallographiques** (noyau) sera traitée.

I.2.2.2 Alliage de titane Ti-6Al-4V

Présentation du Ti-6Al-4V

Le Ti-6Al-4V est l'alliage de titane le plus utilisé : il représente en effet plus de 50% de tous les alliages de titane en usage dans le monde [Peters+2005]. Son utilisation massive provient de sa résistance spécifique élevée (rapport résistance mécanique/densité), de son excellente résistance à la corrosion, de sa bonne tenue mécanique à chaud et de son bon compromis résistance mécanique/ténacité [Donachie2000 ; Peters+2003 ; Welsch+1993].

Le titane pur est caractérisé par une transformation **allotropique**. On le retrouve ainsi sous deux structures cristallographiques différentes (figure I.23.a) :

- La structure hexagonale compacte Ti- α (HC), stable à basse température jusqu'à une température spécifique, appelée **transus β** ($T_\beta = 882^\circ\text{C}$ pour le titane pur [Welsch+1993])
- La structure cubique centrée Ti- β (CC), stable à haute température

L'ajout d'éléments d'alliage modifie le domaine de stabilité des phases α et β et donc la température du transus β (figure I.23.a). Dans le cas du Ti-6Al-4V (tableau I.5), la présence d'**aluminium** (élément alphasène) et de **vanadium** (élément bêtagène) permet de stabiliser à la fois les phases α et β à température ambiante (figure I.23.b). Le Ti-6Al-4V appartient ainsi à la famille d'alliages « $\alpha + \beta$ ». Par ailleurs, la proportion en aluminium étant supérieure à celle en vanadium, la valeur du **transus β** s'élève aux alentours de 1000°C (figure I.23.b).

Table I.5 – Composition chimique de l'alliage Ti-6Al-4V étudié (% massique).

	Ti	Al	V	Fe	Cr
Ti-6Al-4V	Bal.	6,5 à 6,8	2,6 à 3,8	0,2 à 0,4	0,1 à 0,2

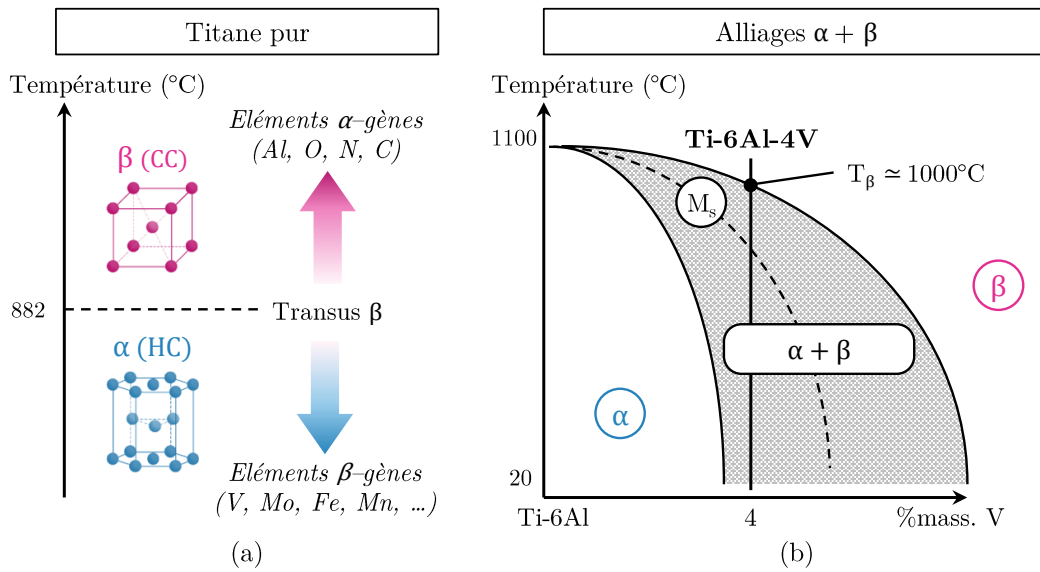


Figure I.23 – (a) Définition de la température de transus β et influence des éléments d'alliage sur le domaine de stabilité des phases α et β et (b) diagramme pseudo-binaire du Ti-6Al-4V [Barriobero Vila2015 ; Donachie2000].

A température ambiante, la proportion de phase α dans le Ti-6Al-4V est **majoritaire**. Selon les études, elle est comprise entre 85 et 95%, contre 5 à 15% pour la phase β . Avec l'élévation de la température, ces proportions évoluent. La figure I.24 montre qu'à l'approche du transus β ($\approx 1000^{\circ}C$), la transformation de phase $\alpha \rightleftharpoons \beta$ s'initie progressivement et contribue, dès $800^{\circ}C$, à l'augmentation de la proportion en phase β .

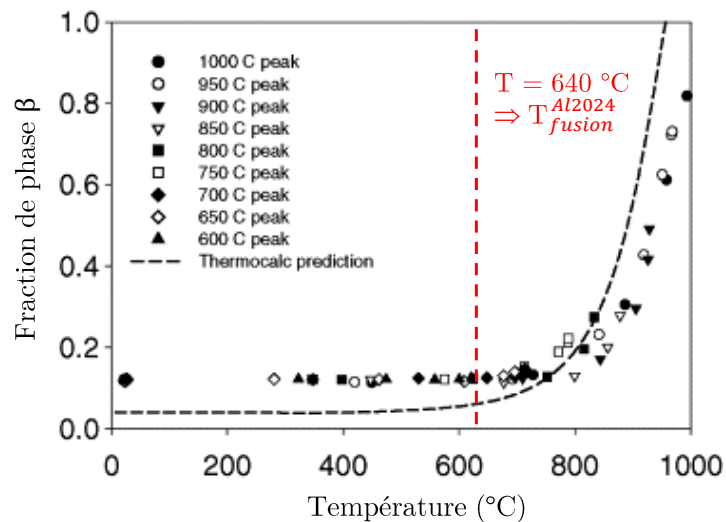


Figure I.24 – Mesure de la fraction de phase β dans le Ti-6Al-4V au cours d'un chauffage (symboles) et prédit par ThermoCalc [Elmer+2005].

En fonction de l'histoire **thermique** ou **thermomécanique** du Ti-6Al-4V, les phases α et β peuvent s'arranger sous différentes morphologies et ainsi donner lieu à

plusieurs types de **microstructure** : lamellaire, équiaxe et duplex. Elles sont mises en œuvre lors d'un traitement d'élaboration, composé des étapes d'homogénéisation, de déformation, de recristallisation (ou de recuit) et de revenu (figure I.25) [Barriobero Vila2015 ; Donachie2000 ; Surand2013].

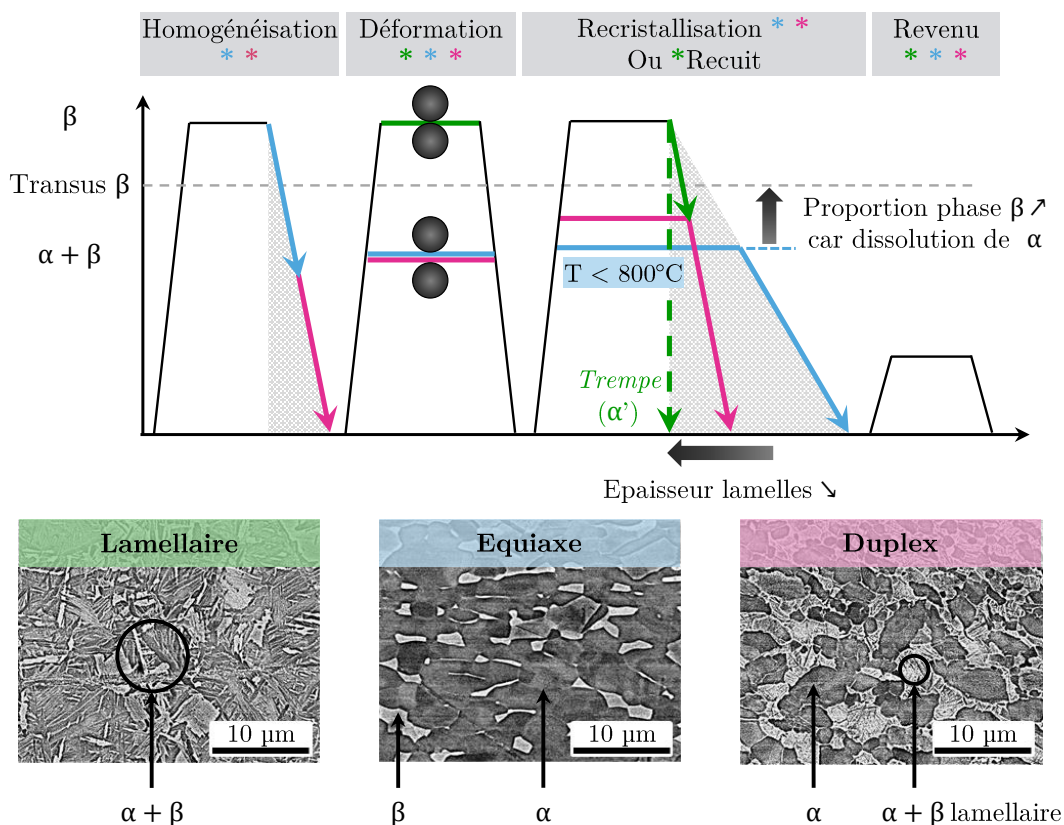


Figure I.25 – Etapes des procédés d'élaboration pour l'obtention des microstructures lamellaire, équiaxe et duplex rencontrées dans le Ti-6Al-4V. Figure inspirée de [Barriobero Vila2015 ; Lütjering+2000].

La microstructure **lamellaire** se présente sous la forme de phase α lamellaire qui germe par transformation $\beta \rightleftharpoons \alpha$ à l'intérieur des grains β , lors du refroidissement de l'alliage depuis des températures supérieures au transus β [Barriobero Vila2015 ; Donachie2000 ; Surand2013]. Il est précisé que les lamelles sont d'autant plus fines que le refroidissement est rapide. Par ailleurs, la réalisation d'une trempe conduit à une microstructure martensitique α' métastable qui se présente sous forme de fines aiguilles (microstructure aciculaire α').

La microstructure **équiaxe** se compose de nodules α présents dans une matrice β . Elle nécessite une première étape d'homogénéisation par laquelle une microstructure lamellaire est obtenue [Barriobero Vila2015]. L'étape suivante de déformation vise à globulariser les lamelles lors de l'étape de recristallisation, réalisée à température modérée (traitement de *mill annealing* à $T = 730^\circ\text{C}$ [Donachie2000]). Elle peut également être obtenue par refroidissement très lent à partir de températures supérieures au transus β .

La microstructure **duplex** est une combinaison des microstructures lamellaire et équiaxe [Barriobero Vila2015 ; Surand2013]. Des grains nodulaires α coexistent avec des

colonies lamellaires α distribuées dans des grains β (parfois notés grains β transformés). Elle est obtenue via un refroidissement depuis une température proche du transus β ($T > 800^\circ\text{C}$ en vue d'activer la dissolution de la phase α) [Barriobero Vila2015; Donachie2000].

Lors du soudage FSW du Ti-6Al-4V avec un alliage d'aluminium, les températures générées n'excèdent pas la température de fusion de l'aluminium (660°C). Par conséquent, si l'on ne considère que les températures atteintes, aucune évolution de **proportion de phases** α et β , ni de **morphologie** de ces phases ne sont attendues dans le Ti-6Al-4V, reçu avec une microstructure équiaxe.

Soudage FSW du Ti-6Al-4V

Peu d'études caractérisent de manière approfondie les évolutions microstructurales rencontrées dans le Ti-6Al-4V, lors du soudage FSW Al/Ti. Par observations MEB, DRESSLER et al. [Dressler+2009] (soudage Al2024/Ti-6Al-4V) constatent une **déformation importante** du Ti-6Al-4V sur une fine épaisseur de $4\ \mu\text{m}$ (figure I.26.a). Les grains initialement équiaxes apparaissent plus fins et déformés. La phase β (gris clair) est en effet cisailée parallèlement à l'interface. KAR et al. [Kar+2018] (soudage Al2024/Ti-6Al-4V) notent également une bande de Ti-6Al-4V déformée proche de l'interface, dans laquelle des fissures sont formées (figure I.26.b). Elles sont responsables de la fragmentation du Ti-6Al-4V.

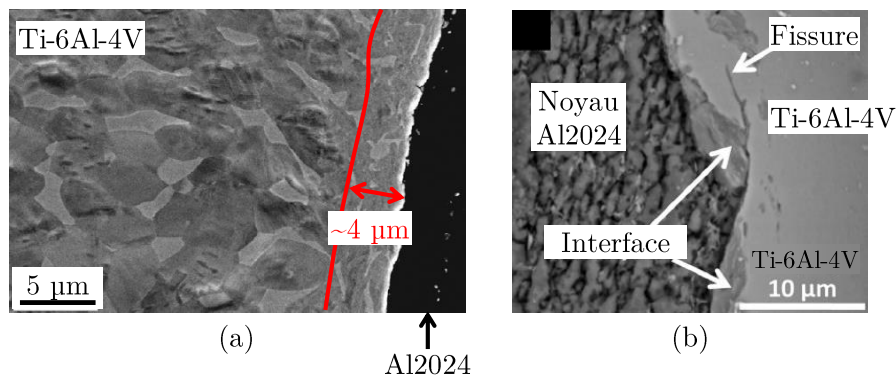


Figure I.26 – Evolutions microstructurales du Ti-6Al-4V (images MEB-BSE) : (a) formation d'une bande de déformation à l'interface Al/Ti [Dressler+2009] et (b) fissuration du Ti-6Al-4V [Kar+2018].

En raison des températures limitées pour le Ti-6Al-4V lors du soudage FSW Al/Ti, aucune évolution de **proportion** et de **morphologie** des phases α et β ne sont attendues. La déformation plastique sévère exercée par l'outil génère cependant des modifications de microstructure : affinement des grains, cisaillement des grains, formation de fissures ...

Dans ces travaux, l'influence des **paramètres FSW** sur la déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V sera étudiée. Par ailleurs, les **mécanismes de déformation** mis en jeu seront discutés.

I.2.3 Microstructure de l'interface

L'analyse de l'interface des soudures FSW Al/Ti (purs ou alliages) portent sur la caractérisation de sa **morphologie**, sur la **diffusion** des éléments majoritaires à travers la jonction et sur la formation éventuelle de **composés intermétalliques** Al-Ti.

Suivant les conditions de soudage, on distingue à l'échelle mésoscopique deux **morphologies** d'interface :

- Une interface **nette** où les matériaux conservent une interface bien délimitée (figure I.27.a).
- Une interface **réactive** caractérisée par une structure lamellaire alternant des bandes enrichies en aluminium et en titane (figure I.27.b). Cette interpénétration des matériaux assurerait un ancrage **métallurgique** des pièces à une échelle microscopique [Huang+2017; Simar+2017].

L'augmentation du flux de chaleur et de la déformation plastique favorisent simultanément la **diffusion** des éléments majoritaires à l'interface et l'obtention d'une morphologie réactive (figure I.27). En particulier, l'évolution de la composition chimique de l'interface suggère la formation de **composés intermétalliques** Al-Ti.

Parmi les études ayant investiguées l'interface en MET, HUANG et al. (soudage Al6082/TC4), PICOT (soudage Al/Ti purs) et WU et al. (soudage Al6061/Ti-6Al-4V) [Huang+2017; Picot2018; Wu+2015] distinguent un unique composé intermétallique, le **TiAl₃**. Néanmoins, plusieurs auteurs identifient également le **TiAl**, voire le **Ti₃Al** [Choi+2018; Yu+2019; Zhao+2019]. En particulier, CHOI et al. [Choi+2018] (soudage Al/Ti purs) observent la croissance successive du TiAl₃, du TiAl, puis du Ti₃Al avec l'augmentation de l'apport de chaleur.

Le soudage FSW conduit à la formation de **composés intermétalliques** à l'interface Al/Ti (purs ou alliages). Parmi les quatre composés intermétalliques du système Al/Ti (cf. partie I), trois d'entre eux sont caractérisés.

Dans ces travaux, la microstructure de l'interface sera investiguée à différentes échelles (mésoscopique à nanométrique) et en particulier en **MET haute résolution**. L'influence des paramètres FSW sur la séquence de formation des composés intermétalliques et les mécanismes de liaison entre l'Al2024 et le Ti-6Al-4V seront discutés.

I.2.4 Propriétés mécaniques et identification des facteurs d'influence

Les propriétés mécaniques des soudures Al/Ti (purs ou alliages) sont majoritairement évaluées par essai de traction (soudage en bout à bout) ou de traction-cisaillement (soudage en transparence). A partir des résultats de contrainte ou de charge à rupture, un **coefficient de joint** (%), noté f_e , peut être calculé. Il est défini comme le ratio entre la contrainte (ou force) à rupture de la soudure et celle du matériau de base ayant la plus faible résistance mécanique. Il permet ainsi d'évaluer la performance de la soudure et de comparer les résultats dans la littérature. Néanmoins en soudage en transparence, la largeur des éprouvettes varie suivant les études et complique ainsi la comparaison des résultats.

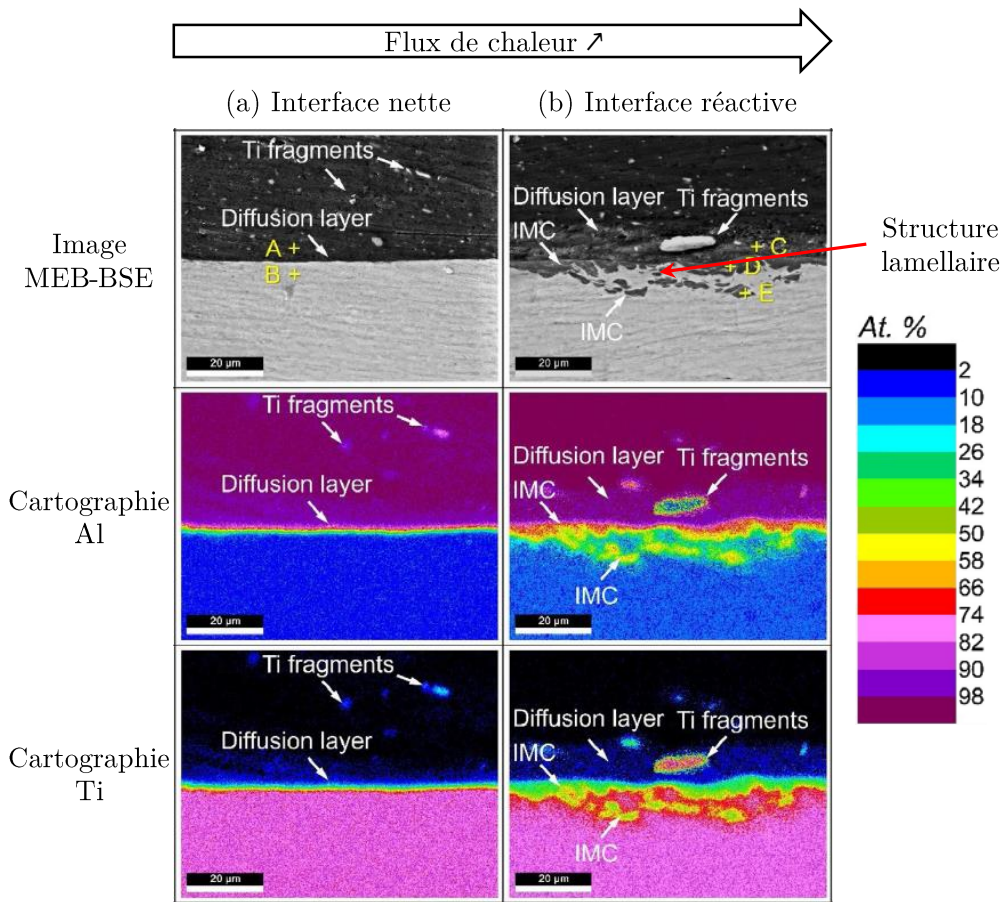


Figure I.27 – Définition des morphologies : (a) interface nette et (b) interface réactive et effet du flux de chaleur sur la diffusion de l'Al et du Ti à travers l'interface Al6061/Ti-6Al-4V [Yu+2019].

Soudage en bout à bout

En configuration bout à bout, de bons résultats sont observés. En particulier, DRESSLER et al. [Dressler+2009] (soudage Al2024/Ti-6Al-4V) obtiennent une soudure présentant une **résistance mécanique élevée** équivalente à 73% de la résistance mécanique de l'Al2024. L'assemblage possède un comportement **ductile**, semblable à celui de l'Al2024 mais avec un allongement à rupture réduit (0,5% contre 25,7% pour l'Al2024). La déformation plastique se localise dans l'alliage d'aluminium car il s'agit de la partie de la soudure qui présente la limite d'élasticité la plus faible. Néanmoins la rupture se produit à l'interface, probablement en raison de la formation de phases fragiles (microstructure de l'interface non caractérisée par les auteurs).

L'**interface** semble ainsi constituer une zone critique pour la tenue mécanique des joints soudés en bout à bout : il s'agit en effet de la zone de rupture la plus couramment observée [Choi+2018 ; Dressler+2009 ; Kar+2018 ; Wu+2015]. En particulier, WU et al. [Wu+2015] (soudage Al6061/Ti-6Al-4V) mettent en évidence que les propriétés mécaniques des soudures et la localisation de la rupture sont affectées par la microstructure de l'interface. La formation d'une interface réactive (épaisseur > 3 µm), probablement

composée de phases fragiles, est généralement associée à un comportement mécanique fragile (rupture interface) qui dégrade la tenue mécanique des soudures (figure I.28.a). À l'inverse, la génération d'une interface diffusives composée de TiAl_3 et de faible épaisseur (≈ 100 nm) permettrait d'assurer la cohésion de la jonction [Wu+2015]. La localisation de la rupture est en effet décalée à travers l'alliage d'aluminium, dans la zone la plus adoucie (ZATM), et les propriétés mécaniques sont améliorées (figure I.28.b).

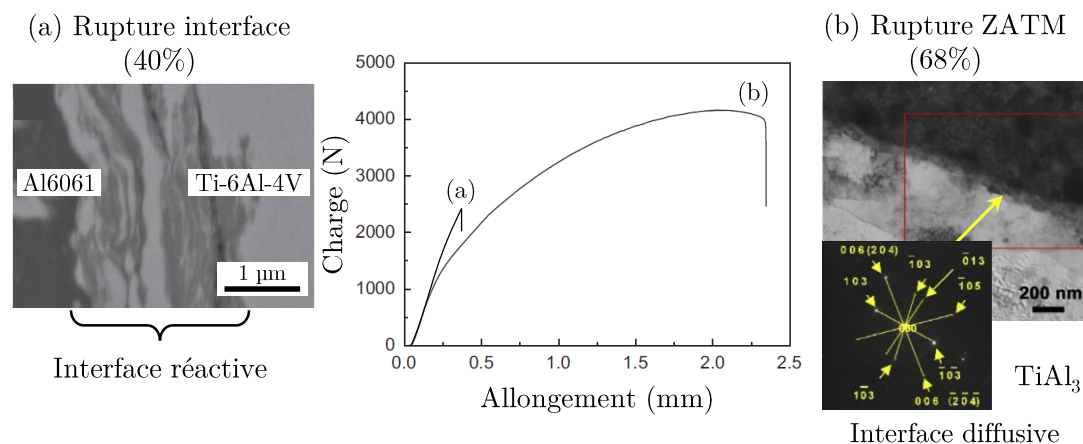


Figure I.28 – Influence de la microstructure de l'interface sur les propriétés mécaniques en bout à bout : (a) rupture fragile à l'interface et (b) rupture ductile dans l'alliage d'aluminium (ZATM) [Wu+2015].

Soudage en transparence

À la différence des soudures produites en bout à bout, la configuration en transparence conduit systématiquement à un comportement mécanique **fragile** et des propriétés mécaniques réduites, associées à une rupture à l'**interface** [Picot2018 ; Yu+2019 ; Zhou+2019].

En particulier, YU et al. [Yu+2019] (soudage Al6061/Ti-6Al-4V) s'intéressent à l'influence de la microstructure de l'interface sur la tenue mécanique des soudures. Ils montrent que les propriétés mécaniques des soudures se détériorent à la fois avec l'augmentation (taille et quantité excessives de composés intermétalliques) et la diminution (diffusion insuffisante de l'Al et du Ti) de l'apport de chaleur (figure I.29.a). Ils mettent ainsi en évidence que l'optimisation des propriétés mécaniques nécessite un apport de **chaleur intermédiaire**.

Néanmoins quel que soient les caractéristiques de l'interface, toutes les soudures rompent à l'interface et sans plasticité. Par conséquent, la microstructure de l'interface ne semble pas être un paramètre **discriminant** et l'influence d'autres modifications métallurgiques nécessite d'être évaluée. En particulier, ZHOU et al. [Zhou+2019] notent la formation de **crochets** pour certaines conditions de soudage mais n'évaluent pas leur contribution sur le comportement mécanique des joints soudés. Il est pourtant communément admis que les propriétés mécaniques des soudures en transparence sont sensibles à leurs caractéristiques. Dans sa thèse, PICOT [Picot2018] (soudage Al/Ti purs) montre en effet que la présence de crochets est à l'origine du comportement

mécanique fragile des soudures (figure I.29.b) mais n'étudie cependant pas l'influence des caractéristiques des crochets (taille, forme, mode de chargement) sur la charge à rupture des soudures.

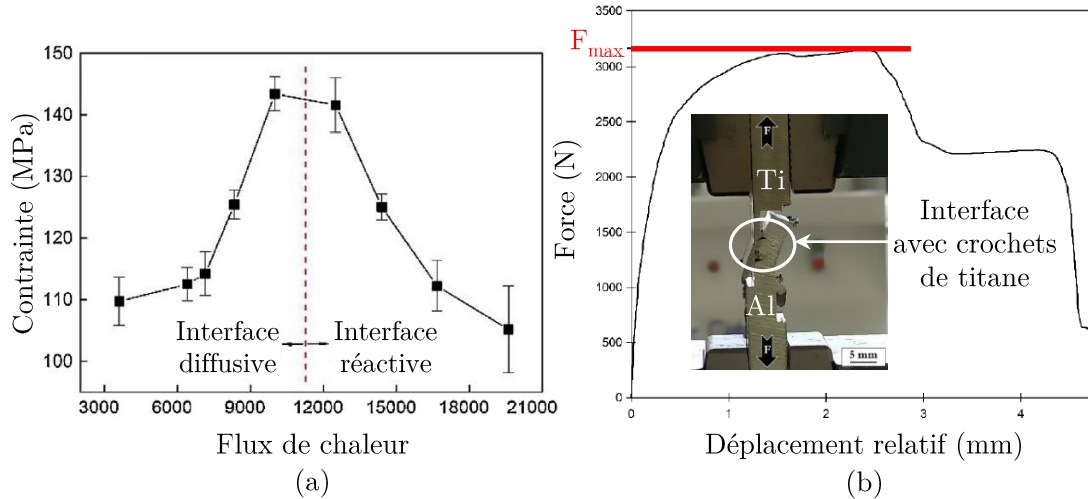


Figure I.29 – Paramètres influents en soudage en transparence : (a) la microstructure de l'interface [Yu+2019] et (b) les crochets de Ti-6Al-4V [Picot2018].

Pour synthétiser, les facteurs influençant la tenue mécanique des soudures hétérogènes Al/Ti (purs ou alliages) sont :

- Les évolutions liées au **flux de matière** : la distribution des fragments de Ti dans le noyau et la formation de **crochets** en soudage en transparence. Ce dernier point n'a cependant pas été traité dans les travaux Al/Ti
- La microstructure de l'**interface** : l'épaisseur de l'interface, ainsi que les phases en présence
- La microstructure de l'**aluminium** car il s'agit du matériau à la plus faible résistance mécanique dans le couple Al-Ti. En particulier, les régions adoucies constituent des zones de faiblesse

A ce jour, aucune rupture à travers le titane (pur ou alliage) n'est constatée et ses modifications microstructurales ne semblent donc pas impacter le comportement mécanique des soudures.

Dans ces travaux, l'instrumentation des essais de traction par **corrélation d'images** (aucun résultat à ce jour dans la littérature Al/Ti) permettra d'identifier les zones de localisation de la déformation et donc de mieux appréhender la contribution de l'ensemble des zones impactées par le FSW (flux de matière, microstructures de l'Al, du Ti et de l'interface) sur le comportement mécanique des soudures Al2024/Ti-6Al-4V.

La compréhension de ces relations **procédé FSW - macro/microstructure - propriétés mécaniques** permettra d'optimiser la tenue mécaniques des soudures Al2024/Ti-6Al-4V.

I.3 Synthèse et apports de ces travaux de thèse

Le soudage **hétérogène** présente un grand intérêt industriel puisqu'il offre la possibilité de réaliser des structures multi-matériaux optimisées en termes de choix de matériaux, de fonctions à assurer, d'allègement et de coût. Des difficultés sont cependant associées au soudage Al2024/Ti-6Al-4V en raison de problèmes de compatibilité entre les alliages (physique et métallurgique) et des évolutions de microstructure dans l'Al2024 qui annulent les effets de son durcissement structural.

Le projet industriel associé à ces travaux de thèse identifie le **soudage par friction malaxage** comme un procédé adapté au soudage Al2024/Ti-6Al-4V. L'état de l'art réalisé sur le soudage FSW met en exergue que la tenue mécanique des soudures FSW dépend du flux de chaleur, du flux de matière et des évolutions de microstructure induites lors du soudage. Ces différents aspects sont conditionnés par les paramètres de soudage qui règlent à la fois la montée en température et les niveaux de déformation plastique subis par les matériaux.

La synthèse des travaux portant sur le soudage FSW Al/Ti (purs ou alliages) révèle la **faisabilité** de cet assemblage, mais uniquement en bout à bout. Ces travaux de thèse visent donc à identifier des **voies d'optimisation pour le soudage Al2024/Ti-6Al-4V en transparence**. En particulier, plusieurs points non traités sont identifiés à partir de la synthèse et structurent cette thèse autour des voies d'études suivantes :

1. **Etude de l'influence des paramètres FSW sur les températures générées**, par le biais d'une instrumentation des essais de soudage par thermographie infrarouge (chapitre II)
2. **Etude de la contribution des évolutions métallurgiques multi-échelles sur le comportement mécanique des soudures**, via l'instrumentation des essais de traction-cisaillement par corrélation d'images. L'influence des paramètres principaux (outil, vitesses d'avance et de rotation) et secondaires (double-passe, mode de chargement AS/RS) sera traitée (chapitre III)
3. **Etude des relations procédé FSW - flux de matière - formation des crochets - propriétés mécaniques** des soudures. Les crochets seront caractérisés par tomographie à rayons X et serviront de traceurs pour investiguer le flux de matière. De plus, leur impact sur la distribution des contraintes lors des essais de traction-cisaillement sera évalué (chapitre III)
4. **Etude de la déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V**. Les mécanismes de déformation mis en jeu et l'influence des paramètres FSW seront discutés (chapitre III)
5. **Etude de la microstructure de l'Al2024 soudé en termes de mécanisme de recristallisation, d'évolution de l'état de précipitation et de texture**. L'influence des paramètres FSW sera discutée (chapitre IV)
6. **Etude de la microstructure de l'interface en MET haute résolution**. Les mécanismes métallurgiques impliqués à l'interface seront investigués (chapitre IV)

Production, mesures thermiques et méthodes de caractérisation des soudures FSW

II.1	Production des soudures FSW	47
II.1.1	Dispositif d'essai	47
II.1.2	Paramètres FSW étudiés	49
II.2	Estimation des températures générées	54
II.2.1	Instrumentation par thermographie infrarouge	54
II.2.2	Modèle thermique	58
II.2.3	Résultats et identification d'un indice de chaleur	59
II.3	Méthodes de caractérisation des soudures FSW	63
II.3.1	Démarche expérimentale	63
II.3.2	Caractérisation du flux de matière	64
II.3.2.1	Microscopie optique (2D)	65
II.3.2.2	Tomographie à rayons X (3D)	65
II.3.3	Caractérisation de la microstructure	69
II.3.3.1	Microscope électronique à balayage (MEB)	69
II.3.3.2	Microsonde de Castaing	70
II.3.3.3	Analyse par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)	70
II.3.3.4	Microscope électronique en transmission (MET)	78
II.3.3.5	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	80
II.3.4	Caractérisation du comportement mécanique	83
II.3.4.1	Micro-dureté	83
II.3.4.2	Essai de traction-cisaillement	84
II.3.4.3	Corrélation d'images	85
II.4	Récapitulatif des caractérisations réalisées sur les soudures FSW	86

Le premier chapitre a permis de présenter le procédé FSW. Il a été mis en évidence que la production de soudures implique le choix de nombreux paramètres. Ces derniers influencent à la fois l'échauffement des matériaux, l'écoulement de la matière, la micro-structure des soudures et, par conséquent, les propriétés mécaniques résultantes des joints soudés.

Ce chapitre vise dans un premier temps à exposer les **conditions de production** des soudures et les **paramètres FSW** étudiés. Ensuite, les moyens expérimentaux et numériques mis en place pour estimer les **températures** générées lors du soudage seront décrits. Les résultats associés seront présentés et un **indice de chaleur** visant à relier les paramètres FSW au flux de chaleur sera identifié. Enfin, les **méthodes de caractérisation** permettant d'investiguer les évolutions métallurgiques multi-échelles et le comportement mécanique des soudures seront détaillées.

II.1 Production des soudures FSW

II.1.1 Dispositif d'essai

Les conditions de réalisation des soudures FSW sont présentées en termes d'équipement, de mode de pilotage et de géométrie d'assemblage.

Equipement FSW et mode de pilotage

Les essais de soudage sont conduits à l'**Institut Maupertuis** (Rennes) sur un équipement dédié au soudage FSW. Il se compose d'un **robot** Fanuc M900iB/700, équipé d'une **électrobroche** (ou tête) FSW (figure II.1.a). Cette dernière est équipée d'un capteur d'effort 6 axes permettant de mesurer en temps réel la totalité des efforts vus par l'outil de soudage (F_x , F_y et F_z).

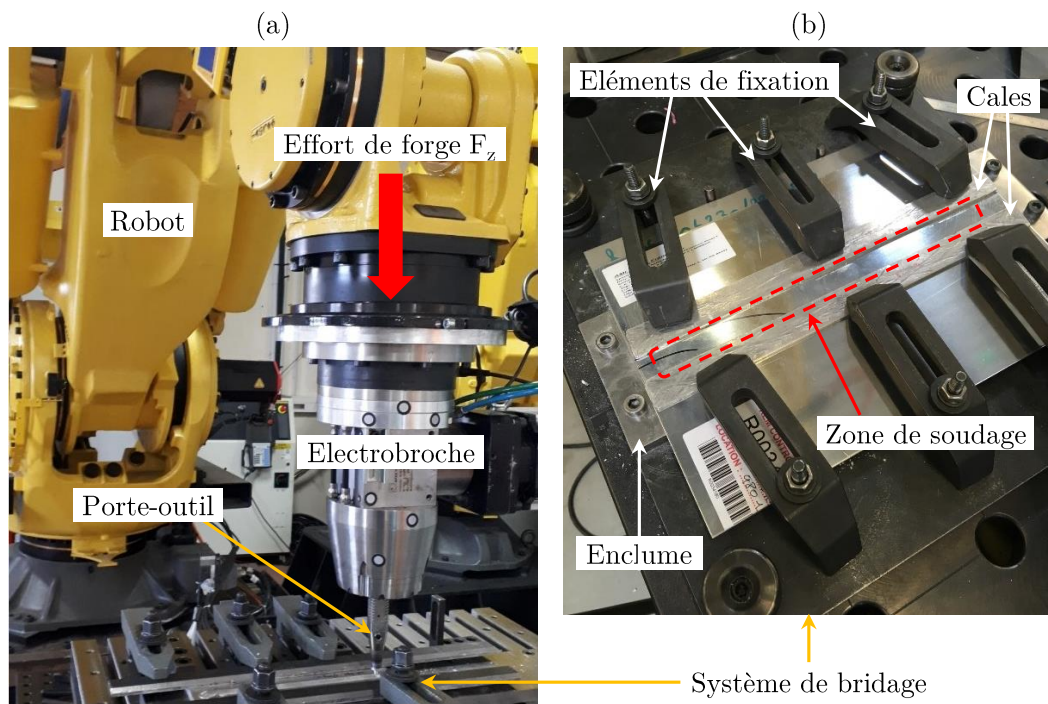


Figure II.1 – Photos (a) du robot FSW utilisé pour la réalisation des essais de soudage et (b) du système de bridage des tôles.

Le capteur d'effort permet la réalisation d'une boucle de commande en effort dont la fonction consiste à maintenir la consigne (ici l'effort de forge F_z) à une valeur constante au cours du soudage. On dit alors que les essais sont réalisés en **régulation d'effort**. Il a été vu au chapitre I que ce mode de pilotage s'oppose à celui en contrôle de position dans lequel la position relative de l'outil, par rapport à la surface des pièces, est maintenue à une valeur constante. Compte tenu que ces travaux de thèse s'intègrent dans le cadre d'un **projet industriel**, le mode de pilotage en effort, considéré comme plus reproductible et adapté à une industrialisation, est préféré à celui en position (voir partie I.1.1.3).

En termes de spécifications, l'équipement est capable de produire une charge F_z maximale de 10 kN avec une précision de l'ordre de ± 50 N. La vitesse linéaire maximale est de 4 m/s tandis que l'électrobroche atteint une vitesse de rotation maximale de 4000 tours/min.

Configuration d'assemblage

Le choix de la géométrie d'assemblage s'est portée vers celle en **transparence** (figure II.2) plutôt qu'en bout à bout. Cette dernière permet en effet de s'affranchir des difficultés opératoires induites lors du positionnement de matériaux dissimilaires côte à côte (soudage bout à bout), qui génère des efforts radiaux dissymétriques pouvant perturber la trajectoire de l'outil.

Le recouvrement des tôles étant partiel (20 mm), des cales sont disposées afin de niveler l'épaisseur et éviter le mouvement des tôles lors du soudage (figure II.1.b). Par ailleurs, pour assurer leur maintien, un **système de bridage** les entoure. Il se compose de 6 éléments de fixation répartis longitudinalement et qui maintiennent les pièces latéralement et verticalement (figure II.1.b). De plus, les tôles sont positionnées sur une **enclume** ayant pour rôle de soutenir l'effort de forge et contenir la matière malaxée.

L'ensemble des essais est réalisé à partir de tôles **laminées** de 300 mm de longueur sur 100 mm de large. Il peut être noté que leur position est telle que les directions de laminage de l'Al2024 et du Ti-6Al-4V sont perpendiculaires. Afin d'établir une jonction entre les deux alliages, l'outil pénètre entièrement la tôle supérieure jusqu'à atteindre celle inférieure. La tôle en Al2024, de 1,8 mm d'épaisseur, est positionnée au-dessus de celle en Ti-6Al-4V, de 0,8 mm d'épaisseur (figure II.2), de sorte à limiter l'usure de l'outil.

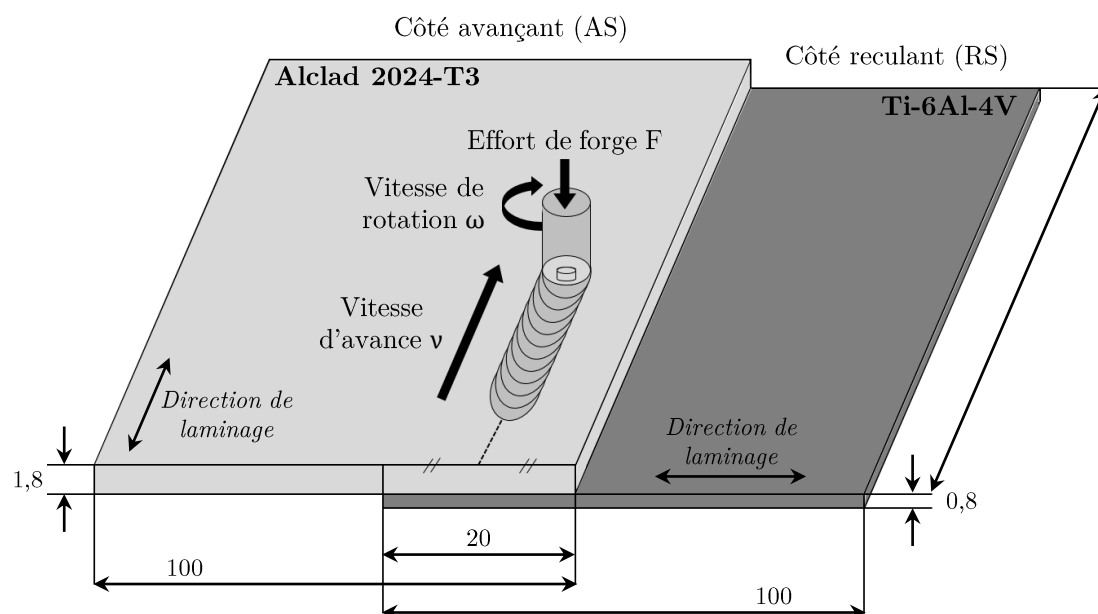


Figure II.2 – Configuration des essais de soudage Alclad 2024-T3/Ti-6Al-4V en transparence. Dimensions données en mm.

Il convient de souligner que l'Al2024-T3 est reçu sous forme de **tôle claddée** (notée AlClad). Cette désignation indique que des couches très minces d'aluminium pur (environ 50 μm) sont présentes sur les surfaces inférieures et supérieures de l'alliage Al2024 afin d'assurer sa résistance à la corrosion.

II.1.2 Paramètres FSW étudiés

Dans ces travaux, nous nous sommes intéressés à l'étude de plusieurs paramètres d'influence, divisés en paramètres principaux et secondaires.

Paramètres principaux :

- La **vitesse d'avance** (notée ν et exprimée en mm/min)
- La **vitesse de rotation** (notée ω et exprimée en tours/min)
- La géométrie de l'outil et plus particulièrement celle du **pion** incluant : (i) sa longueur et (ii) sa forme

Paramètres secondaires :

- La **double-passe**
- Le **mode de chargement** des tôles, c'est-à-dire leur positionnement côtés avançant ou reculant [Buffa+2009 ; Cederqvist+2001 ; Zhang+2016]. Les modes de chargement AS et RS sont définis en figure II.3. Par défaut, les soudures sont produites dans le mode de chargement AS, c'est-à-dire avec la tôle supérieure placée côté AS

Pour l'ensemble des essais, l'angle d'inclinaison de l'outil est maintenu constant à 2°.

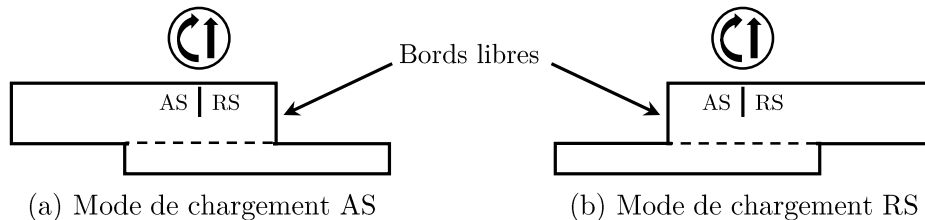


Figure II.3 – Définition des modes de chargement : (a) AS et (b) RS.

La figure II.4 synthétise les paramètres de soudage étudiés. Les essais sont divisés en deux campagnes qui se distinguent par l'utilisation de pions distincts. Dans chaque campagne, plusieurs vitesses d'avance et de rotation sont choisies de sorte à obtenir différents niveaux d'échauffement. L'effort de forge (noté F par la suite) sert alors de **paramètre d'ajustement** pour la production de flux de chaleur adaptés aux vitesses d'avance et de rotation. Il doit en effet être suffisamment élevé pour permettre la pénétration du pion, tout en évitant d'atteindre des températures proches de la température de fusion de l'Al2024. Dans ces travaux, un domaine de soudage n'a pas pu être réalisé. Il est qualifié de « domaine non soudable » et met en évidence une limite de soudabilité pour l'assemblage Al2024/Ti-6Al-4V, pour les outils de soudage considérés. L'influence de paramètres secondaires est également évaluée sur quelques conditions de soudage.

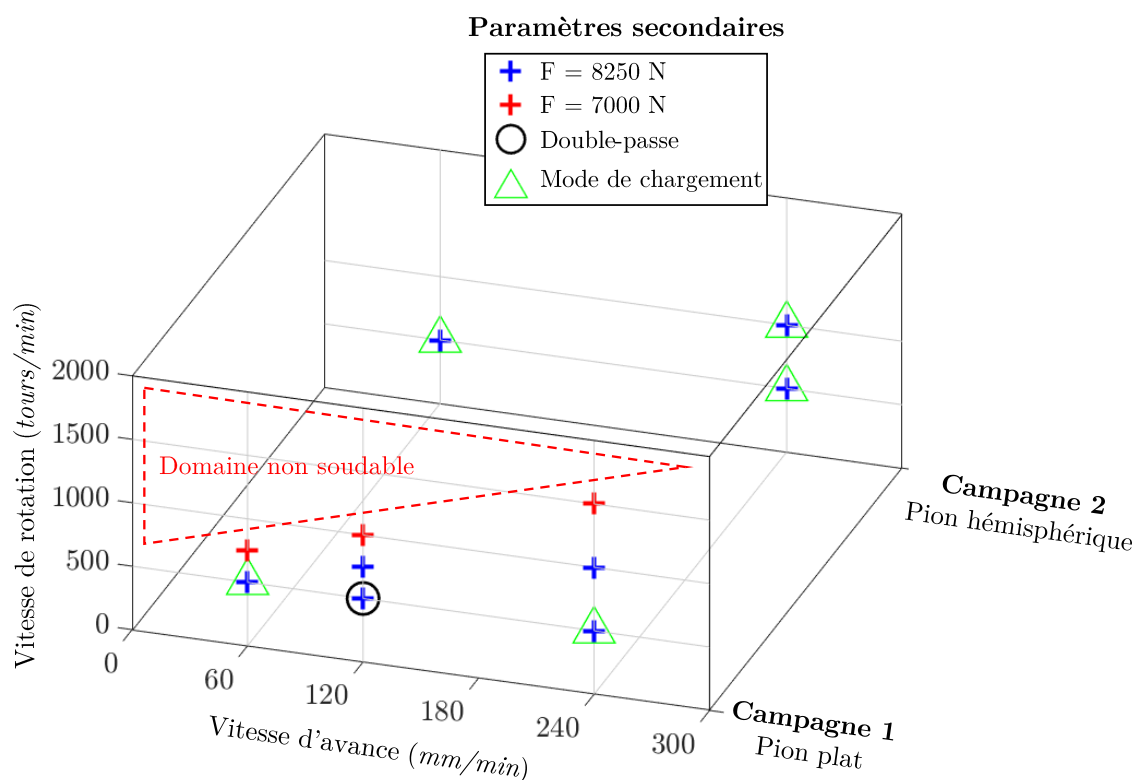


Figure II.4 – Représentation 3D des paramètres de soudage FSW étudiés.

Le choix de ces paramètres est établi conjointement à partir (i) d'un état de l'art de travaux portant sur plusieurs points spécifiques du soudage FSW (soudage hétérogène, en transparence, ...) et (ii) d'essais préliminaires réalisés par l'Institut Maupertuis. Les paragraphes suivants précisent la méthodologie ayant conduit au choix de ces paramètres.

Paramètres FSW principaux

Le choix des **vitesse d'avance et de rotation** est réalisé à partir d'un état de l'art des travaux conduits sur le soudage FSW hétérogène entre des alliages d'aluminium et de titane (figure II.5). Bien que les données de la littérature diffèrent par la nuance des matériaux, l'épaisseur des tôles ou encore par l'outil utilisé, elles donnent une vue d'ensemble de la plage de paramètres étudiés. Cet état de l'art permet donc de délimiter une gamme de paramètres opératoires.

L'objectif développé dans ces travaux étant la compréhension des phénomènes générés lors du soudage, les paramètres FSW sont choisis de manière à produire des soudures dites « froides » et « chaudes », ainsi que des niveaux d'échauffement intermédiaires. Pour les premiers essais (campagne 1), les vitesses d'avance et de rotation s'étalent donc sur une relativement grande partie du domaine opératoire (voir encadré noir sur la figure II.5). Trois vitesses d'avance (60, 120 et 240 mm/min) et quatre vitesses de rotation (500, 750, 1000 et 1500 tours/min) sont sélectionnées. Dans un second temps (campagne 2), le nombre de soudures est réduit à trois, en conservant des valeurs identiques à

celles déjà étudiées, de manière à évaluer l'influence d'un troisième paramètre : l'outil de soudage.

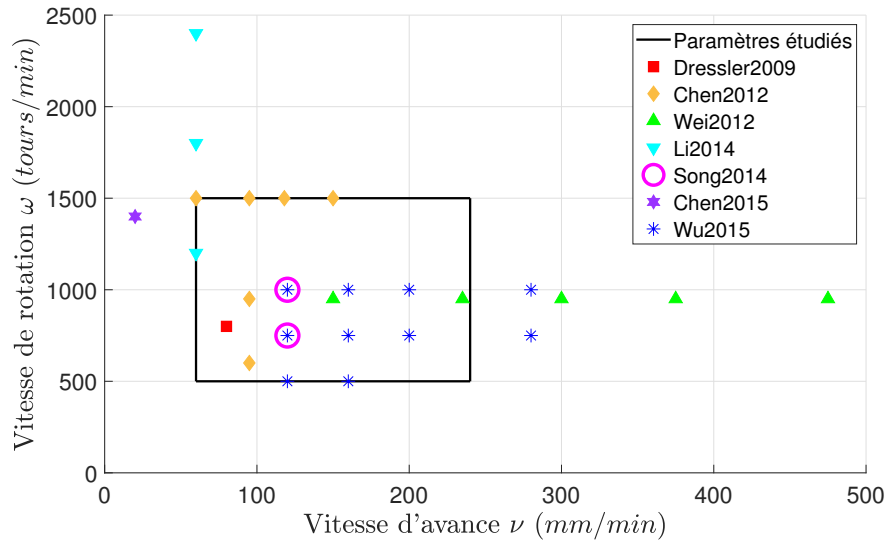


Figure II.5 – Synthèse bibliographique des paramètres FSW en soudage hétérogène Al-Ti et positionnement des paramètres étudiés (encadré noir).

Comme expliqué lors de la comparaison des modes de pilotage (partie I.1.1.3), le contrôle des essais en effort nécessite des essais préliminaires afin de déterminer un **effort de forge adapté** aux vitesses d'avance et de rotation choisies. Ces essais sont conduits par l'Institut Maupertuis. Les résultats montrent qu'une charge axiale de 8250 N est appropriée pour des soudures produites à une vitesse de rotation de 500 tours/min. Avec l'augmentation de la vitesse de rotation, le flux de chaleur augmente, et plus particulièrement pour des vitesses d'avance faibles. Pour ces paramètres plus « chauds », le maintien d'un effort de forge de 8250 N conduit à un échauffement excessif produisant des bavures importantes liées à un enfoncement de l'outil trop élevé. Pour les cas les plus extrêmes ($\omega = 1500$ tours/min), une plongée de l'outil à travers la tôle de Ti-6Al-4V menant à sa perforation est observée (figure II.6). Pour ces paramètres, l'effort de forge est réduit à 7000 N. Toutefois, cette diminution ne permet pas la réalisation de certaines conditions de soudage initialement prévues (voir « domaine non soudable » en figure II.4). Notons que l'ensemble des résultats présentés par la suite se limitent donc à des paramètres obtenus dans le domaine de soudabilité des joints Al2024/Ti-6Al-4V.

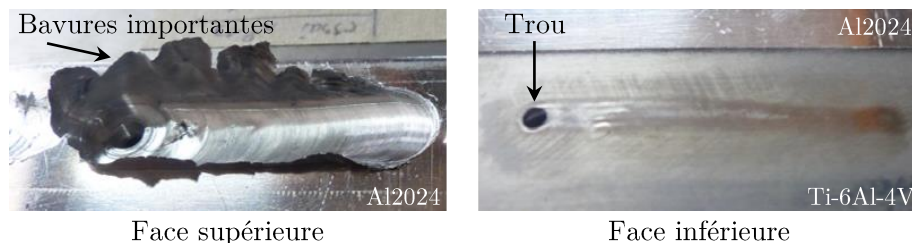


Figure II.6 – Photos d'une soudure produite avec un échauffement excessif.

Les **outils de soudage** se composent de deux éléments : un épaulement dans lequel est encastré un pion. Leurs **dimensions** et leurs **géométries** sont des paramètres d'influence majeure (voir partie I.1.2.1). Dans cette thèse, deux outils différents sont étudiés. Ils se distinguent par la géométrie et la longueur du pion (figure II.7 et tableau II.1). La forme et les dimensions de l'épaulement sont maintenues constantes.

Caractéristiques de l'épaulement

L'épaulement comporte des **détails géométriques** qualifiés de « rainures » (figure II.7.a). Sa forme en spirale contra-cyclique impose le sens de rotation de l'outil. Par ailleurs, elle permet lors de sa rotation de diriger la matière déformée vers son centre. Cette action conduit à une meilleure répartition de la matière malaxée et réduit la taille des bavures tout en améliorant l'état de surface des soudures [StGeorges+2015].

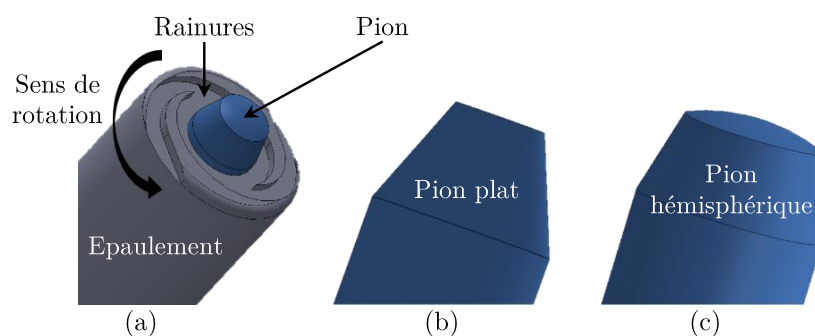


Figure II.7 – Outils utilisés : (a) épaulement en spirale commun à l'ensemble des essais, (b) pion plat et (c) pion hémisphérique.

Caractéristiques du pion

Une géométrie de pion conique et lisse est choisie (figures II.7.b et c). Il s'agit de la géométrie de pion la plus utilisée [Rai+2011 ; StGeorges+2015 ; Zhang+2012]. Généralement, l'extrémité est plane en raison d'une fabrication plus facile qui diminue le coût de fabrication de l'outil. Les premiers essais sont réalisés avec un pion **plat** (figure II.7.b) de longueur 2 mm, de manière à pénétrer entièrement la tôle d'Al2024 (1,8 mm d'épaisseur) et atteindre celle en Ti-6Al-4V. La seconde campagne d'essais est effectuée avec un pion **hémisphérique**. Sa longueur optimale (1,9 mm) est déterminée préalablement à partir d'essais préliminaires conduits par l'Institut Maupertuis.

Les vitesses d'avance et de rotation, ainsi que les caractéristiques des outils constituent les principaux paramètres d'influence du procédé et sont donc majoritairement étudiés dans la littérature. Néanmoins, il a été mis en évidence dans le chapitre I.1.2.2 que les paramètres secondaires peuvent tout autant contribuer à la qualité des soudures FSW.

Table II.1 – Récapitulatif des caractéristiques des outils FSW étudiés.

	Campagne 1	Campagne 2
Epaulement		
Matériau	Acier X38CrMoV5	
Diamètre (mm)	85,0	
Forme	Concave	
Détails géométriques	Oui (spirales)	
Pion		
Matériau	Céramique WC-Co	
Diamètre - base (mm)	4,0	
bout (mm)	2,0	
Longueur (mm)	2,0	1,9
Forme générale	Conique et lisse	
Forme au bout	Plat	Hémisphérique
Détails géométriques	Non (pion lisse)	

Paramètres FSW secondaires

Le choix des paramètres secondaires à étudier s'est orienté vers l'influence de la double-passe et du mode de chargement des soudures.

Influence de la double-passe

Dans les travaux portant sur le soudage FSW Al/Ti (purs ou alliages), une étude s'intéresse à l'influence de la double-passe sur des soudures produites en **bout à bout**. KAR et al. [Kar+2018] (soudage Al2024/Ti-6Al-4V) montrent une amélioration des propriétés mécaniques des joints soudés en double-passe par rapport à ceux soudés en une passe, en raison d'un meilleur **malaxage**. Dans cette thèse, l'impact de la seconde passe sur le comportement mécanique de soudures en **transparence** sera discutée.

Influence du mode de chargement

Les soudures en transparence sont sensibles au mode de chargement. Dans la littérature, quelques études, principalement en soudage homogène (ou même famille d'alliage), s'intéressent à l'influence de ce paramètre. Néanmoins les résultats divergent quant au mode de chargement optimal [Buffa+2009; Cederqvist+2001; Yang+2011; Yuan+2012; Zhang+2016]. Dans ces travaux, l'influence du mode de chargement sera évaluée sur plusieurs conditions opératoires et l'origine des différences observées dans les différents travaux sera discutée.

Au total, 17 soudures sont produites correspondant à 17 conditions opératoires différentes. Les paramètres FSW déterminent les **conditions thermomécaniques** (températures et niveaux de déformation plastique) générées lors du soudage. Les températures atteintes et l'influence des paramètres FSW (principalement les vitesses d'avance et de rotation) sur celles-ci sont évaluées par le biais d'approches expérimentale et numérique.

II.2 Estimation des températures générées

L'estimation des températures de soudage est primordiale pour la compréhension des phénomènes engendrés au cours du procédé. Les mesures sont effectuées au moyen d'une instrumentation par **thermographie infrarouge**. La confrontation de ces résultats expérimentaux à ceux d'un **modèle thermique**¹ vise d'une part à évaluer leur cohérence et d'autre part à identifier un **indice de chaleur** permettant de relier l'apport thermique aux paramètres FSW.

II.2.1 Instrumentation par thermographie infrarouge

Les essais de thermographie infrarouge (IR) ont pour but d'estimer la gamme de températures atteintes en **surface** de la tôle d'Al2024 lors du soudage FSW. Cette méthode est préférée à l'instrumentation par thermocouples pour les raisons suivantes. Premièrement, la thermographie IR **ne nécessite pas de préparation particulière** de la tôle. Elle évite la pose de thermocouples par soudage, qui reste difficile du fait de la faible soudabilité de l'Al2024 [Mathers2002]. De plus, il s'agit d'une méthode de **mesure de champ** qui permet d'accéder aux températures atteintes en tout point des échantillons. Elle présente donc l'avantage de pouvoir accéder aux températures générées proches de l'outil de soudage. A l'inverse, l'instrumentation par thermocouples est ponctuelle et nécessite leur positionnement à distance du cordon.

Principe

La thermographie infrarouge (IR) est une méthode de mesure **sans contact** qui consiste à mesurer le **flux émis** à la surface d'un objet par le biais d'une caméra IR. Elle est positionnée dans l'axe de la soudure et du côté opposé au sens d'avance de manière à visionner le flux de chaleur généré au cours du soudage (figure II.8).

La caméra fournit un thermosignal proportionnel au flux issu de la scène thermique. La détermination de la température à partir du flux détecté se fait en deux temps. Premièrement, la relation entre le flux et la température est établie à partir d'une **loi d'étalonnage** sur un corps noir d'émission unitaire. Dans notre cas, la caméra est déjà étalonnée par le fournisseur. Ensuite, la température est corrigée en pondérant le flux détecté par l'**émissivité** ε du matériau. Cette propriété traduit l'aptitude d'un objet à émettre un rayonnement infrarouge et peut varier de 0 à 1, où 1 désigne un émetteur parfait (corps noir). A l'inverse, les matériaux présentant une faible émissivité, tels que l'aluminium et ses alliages, sont caractérisés par un facteur de réflexion élevé qui parasite le flux détecté par la caméra. Les émissivités des matériaux composant la scène thermique sont déterminées par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).

Le principe de la thermographie IR, le choix de la caméra IR et la mesure des émissivités des matériaux sont plus amplement décrits en annexe A.1.

1. Modèle numérique développé dans le cadre d'un autre projet sur le soudage FSW, mené dans le laboratoire de l'ICA [Wojciechowski+2019].

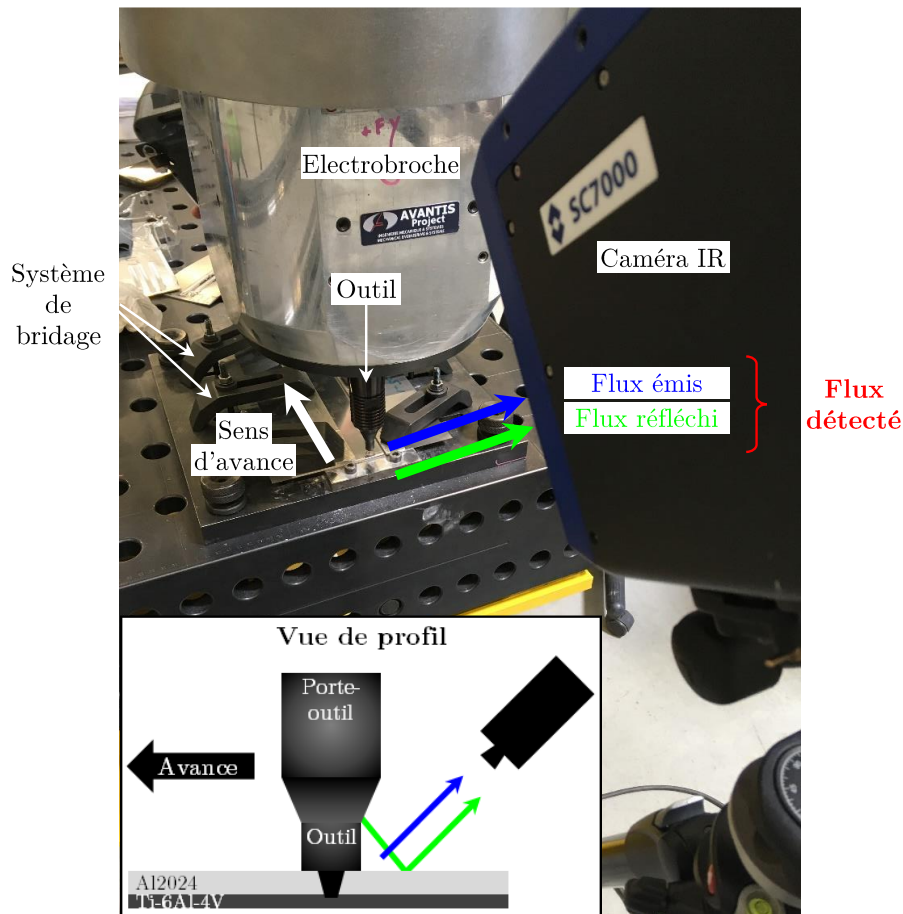


Figure II.8 – Dispositif expérimental pour l'instrumentation des essais de soudage par thermographie IR.

Présentation de la scène thermique et des difficultés rencontrées

La scène thermique enregistrée par la caméra (figure II.9) comprend :

- La tôle en Al2024 ($\varepsilon_{tôle} = 0,11$)
- Le cordon de soudure produit à l'arrière de l'outil ($\varepsilon_{soudure} = [0,18 - 0,22]$)
- L'outil de soudage ($\varepsilon_{outil} = 1$)
- Une partie du système de bridage des tôles, qui n'est pas caractérisé par spectrométrie IRTF (apparaît en figure II.8)

Les images obtenues présentent un **contraste thermique**. L'échelle de température est établie à partir de 150°C , ce qui correspond à la limite inférieure de détection de la caméra IR opérant en bande II (figure A.1 de l'annexe A.1). Compte tenu du caractère multi-matériaux (plusieurs valeurs d'émissivités ε) de la scène étudiée, la température de chaque élément ne peut être déterminée simultanément. Cela implique que pour une émissivité donnée, seule la température de l'élément correspondant est vraie, tandis que la température affichée pour les autres éléments est sous-évaluée (émissivité plus faible) ou sur-évaluée (émissivité plus élevée).

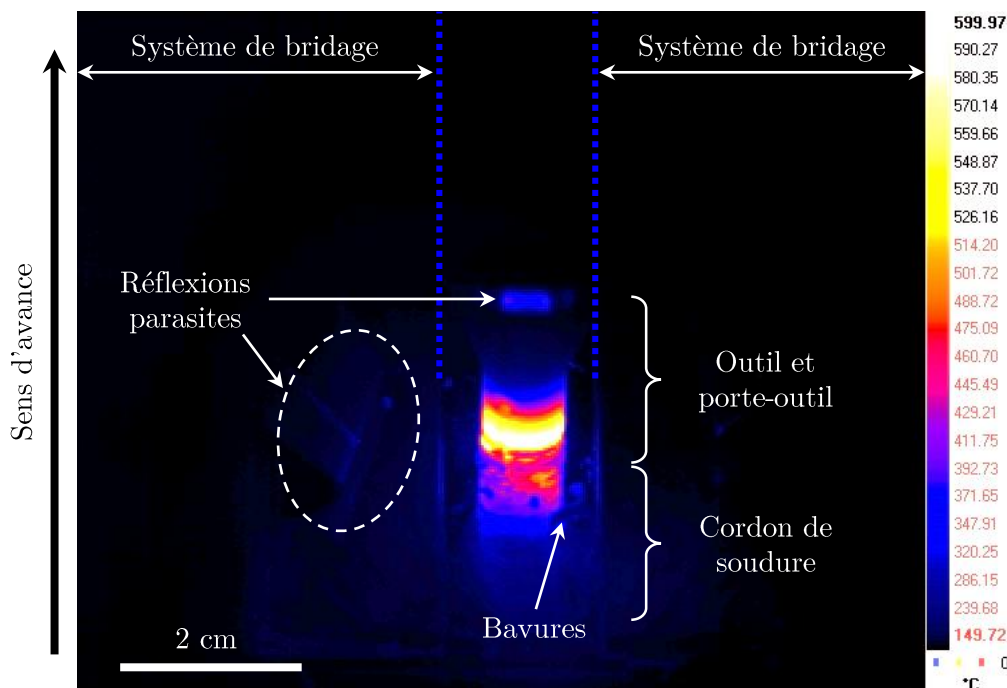


Figure II.9 – Image infrarouge obtenue par thermographie IR pour une émissivité $\varepsilon_{soudure} = 0,18$. (Remarque : les réflexions parasites sont mieux visibles sur écran que sur version papier)

Sur l'image infrarouge de la figure II.9, la valeur de l'émissivité du cordon de soudure est renseignée et donc seule sa température est vraie. On observe à l'arrière de l'outil un contraste correspondant à la **diffusion thermique** dans l'Al2024 et à la réflexion du flux émis par l'outil sur l'Al2024. La température maximale apparaît au niveau de l'outil. Néanmoins, le flux émis y est plus important en raison de son émissivité fixée à 0,95. Sa température est donc **sur-évaluée** sur l'image infrarouge de la figure II.9. Les résultats obtenus en renseignant une émissivité de 0,95 indiquent une température de l'outil aux alentours de 330°C, pour les paramètres de soudage considérés. De plus, on constate que l'image fait ressortir des **zones de réflexion** importantes qui rajoutent un flux parasite au flux émis et affectent donc la mesure. Elles apparaissent au niveau des bavures formées par l'outil, des éléments du système de bridage qui comportent des angles vifs, ainsi qu'au niveau du porte-outil qui présente une forme cylindrique et un aspect brillant.

Ainsi, la connaissance des émissivités des différents éléments composant la scène thermique, ainsi que la détection des zones de réflexion, permettent une bonne interprétation des images obtenues. On constate néanmoins sur les images que (i) la délimitation entre l'outil et le cordon de soudure est difficile à évaluer et que (ii) l'image comporte un écart important entre les températures minimales et maximales. Ceci rend difficile la détection des faibles variations de température, alors confondues avec le bruit de la mesure.

Cette difficulté s'ajoute aux conditions défavorables de la scène étudiée. En effet, en considérant les valeurs d'émissivité de l'Al2024 ($\varepsilon_{tole} = 0,11$ et $\varepsilon_{soudure} = [0,18 - 0,22]$) et l'équation (A.3) introduite en annexe A.1 qui correspond au calcul d'erreur,

il est mis évidence que la situation étudiée peut paraître défavorable pour les mesures de températures par thermographie IR. La faible émissivité de l'aluminium, quelle que soit sa rugosité, implique une faible quantité de flux émis lié à la variation de température de l'Al2024. Par conséquent, la scène étudiée se caractérise par un facteur de réflexion élevé (relation A.2). Cela signifie que des rayonnements en provenance de l'environnement peuvent se réfléchir sur la tôle d'Al2024 et, par conséquent, altérer le flux émis lié à l'échauffement de l'alliage lors du soudage. De plus, les mesures sont effectuées avec un angle d'incidence différent de celui pour lequel les émissivités sont déterminées. Néanmoins, en dépit de ces différentes sources d'erreur, qui ont été identifiées, la thermographie IR permet de donner de bons ordres de grandeur sur les températures générées.

Exploitation des résultats

Afin d'évaluer les températures atteintes lors du soudage, deux méthodes (figure II.10) sont envisagées :

- Méthode 1 : positionnement de points à l'arrière de l'outil, le long d'un profil vertical. Les courbes obtenues affichent l'évolution de la température en fonction du temps, pour un point de coordonnées (x,y). L'émissivité du cordon de soudure est appliquée ($\varepsilon_{soudure} = [0,18 - 0,22]$).
- Méthode 2 : positionnement de points en périphérie de l'outil, le long d'un profil longitudinal traversant l'outil. Les courbes obtenues affichent l'évolution de la température le long du profil, pour un temps donné. Le positionnement des points permet d'identifier la transition outil/tôle Al2024. L'émissivité de la tôle Al2024 est appliquée ($\varepsilon_{tôle} = 0,11$).

La méthode 1 présente l'avantage de relever, en plus de la température maximale atteinte, des courbes de **refroidissement** de l'Al2024 à l'arrière de l'outil. Néanmoins, la formation de bavures autour de l'outil perturbe la détection du flux émis directement à l'arrière de l'outil. Cette zone correspond aux températures générées les plus élevées et recherchées. Les courbes d'évolution de température obtenues présentent un aspect bruité au niveau de l'interface outil/cordon de soudure (figure II.10.a) qui détériore la **fiabilité** des températures maximales relevées. La **méthode 2** a donc été retenue. Les mesures de température sont réalisées en identifiant des temps de l'analyse où les images ne présentent pas de bavures en périphérie de l'outil. Cela permet ainsi de s'affranchir du flux parasite et d'obtenir des résultats, en termes de températures maximales atteintes, plus fiables. Les températures sont relevées au niveau de l'interface outil/tôle Al2024, correspondant aux points 1 et 2 sur l'image II.10.b. L'opération est répétée une dizaine de fois afin d'obtenir une température moyenne sur plusieurs millimètres de cordon de soudure.

Il est précisé que les températures étant relevées en périphérie de l'outil (épaulement), elles coïncident aux températures générées à l'**extrémité du noyau soudé** (en surface). La présence de l'outil empêche en effet d'évaluer les températures atteintes au centre du noyau. Par conséquent, les valeurs de température utilisées dans la suite de ce travail correspondent à une **fourchette basse** de la gamme de températures atteintes dans le noyau.

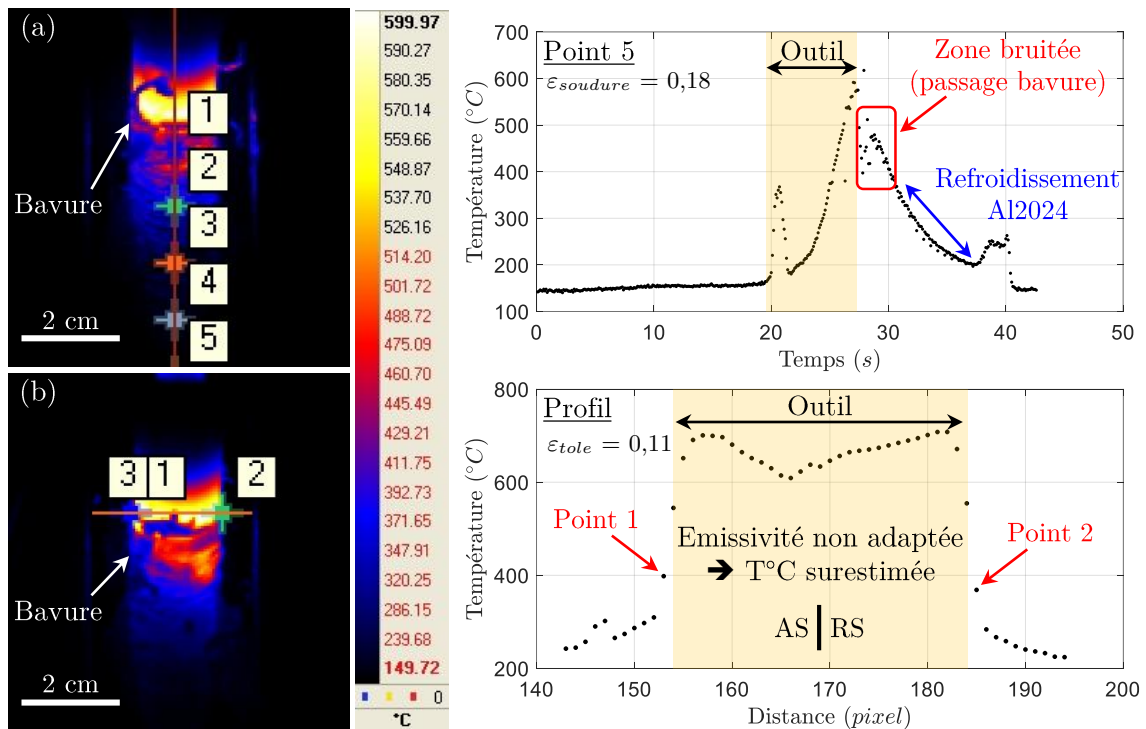


Figure II.10 – Exploitation des résultats de thermographie IR via (a) la méthode du profil vertical (non retenue) et (b) la méthode du profil longitudinal (retenue).

Finalement, bien que la thermographie IR présente plusieurs avantages vis-à-vis de l'instrumentation par thermocouples, la situation étudiée est complexe et affecte la fiabilité des résultats obtenus. Tout d'abord, la première difficulté est liée à la nature du matériau étudié qui présente une faible émissivité. Ensuite l'application de la thermographie IR au FSW engendre des flux réfléchis importants. Enfin, la zone d'étude visée, proche de l'outil FSW, aurait requis une caméra possédant une meilleure résolution spatiale.

Les résultats de l'instrumentation par thermographie IR sont présentés dans la partie II.2.3 avec les résultats numériques, après avoir introduit le modèle thermique appliqué à ces travaux de thèse.

II.2.2 Modèle thermique

En parallèle de ces travaux, un modèle thermique est développé dans le cadre d'un autre projet industriel sur le FSW (projet FunHead) mené dans le laboratoire de l'ICA. Il consiste à modéliser le flux de chaleur et les transferts thermiques générés lors de la réalisation de **lignes de malaxage** dans une tôle en Al2024 [Wojciechowski+2019]. Le champ de température s'apparente alors à celui produit en surface de tôle lors du soudage en **transparence**, justifiant ainsi la volonté d'appliquer ce modèle à ce travail de thèse.

Le modèle est développé sur Abaqus et représente le déplacement d'un chargement thermique en pleine matière d'une tôle en Al2024. Il a été adapté à ces travaux en modifiant ses dimensions pour correspondre au dispositif d'essai. Le chargement utilisé est celui proposé par CHAO et QI [Chao+1998] :

$$Q(r) = \frac{F \cdot k\mu}{\pi r^2} \times \frac{2\pi\omega}{60} \times r_e \quad (\text{II.1})$$

Avec Q le flux de chaleur, F l'effort de forge, r_e le rayon de l'épaulement, ω la vitesse de rotation, μ le coefficient de frottement et k le rendement représentant la proportion de puissance mécanique dissipée sous forme de chaleur et transmise à la tôle en Al2024.

Ce modèle numérique est validé par le biais d'un montage expérimental instrumenté par thermocouples [Wojciechowski+2019]. Il est présenté en annexe A.1.2 en termes de :

- Définition des éléments constituant le modèle et de leurs dimensions
- Propriétés des matériaux considérées
- Conditions aux limites
- Définition du maillage
- Chargement du flux thermique
- Calibration à partir des données expérimentales

II.2.3 Résultats et identification d'un indice de chaleur

Les figures II.11 et II.12 présentent respectivement les résultats expérimentaux et numériques. Pour trois conditions de soudage étudiées, les résultats issus des deux méthodes sont **cohérents** et donnent des ordres de grandeur de température comparables.

Une température minimale de 290°C est obtenue, par mesure IR et par le modèle thermique, pour une vitesse d'avance rapide couplée à une faible vitesse de rotation ($\nu 240\omega 500$) (figures II.11.a et II.12). Les températures générées augmentent ensuite avec la diminution de la vitesse d'avance et l'augmentation de la vitesse de rotation. En particulier, un échauffement plus important est observé (mesure IR et modèle thermique) pour la soudure $\nu 240\omega 1000$ (520°C) plutôt que la soudure $\nu 120\omega 500$ (325°C), traduisant l'influence marquée de la **vitesse de rotation** sur les températures générées (figures II.11.a et II.12).

En revanche, la **vitesse d'avance** impacte de manière significative les cinétiques de chauffage et de refroidissement (figures II.11.b et II.12). La diminution de la vitesse d'avance s'accompagne d'une vitesse de refroidissement plus lente, probablement en raison des temps de maintien plus longs. Sur les résultats expérimentaux et numériques, une vitesse de refroidissement de l'ordre de 50°C/s est notée pour les conditions de soudage à 240 mm/min. Cette valeur diminue avec la réduction de la vitesse d'avance à 120 mm/min mais les résultats divergent entre les deux méthodes : 10°C/s d'après l'instrumentation par thermographie IR (figure II.11.b) et 30°C/s via le modèle numérique (figure II.12). Ces différences peuvent être associées à des artefacts de mesure lors des essais de thermographie IR ou à une calibration du modèle qui nécessite d'être plus amplement optimisée pour des faibles vitesses d'avance.

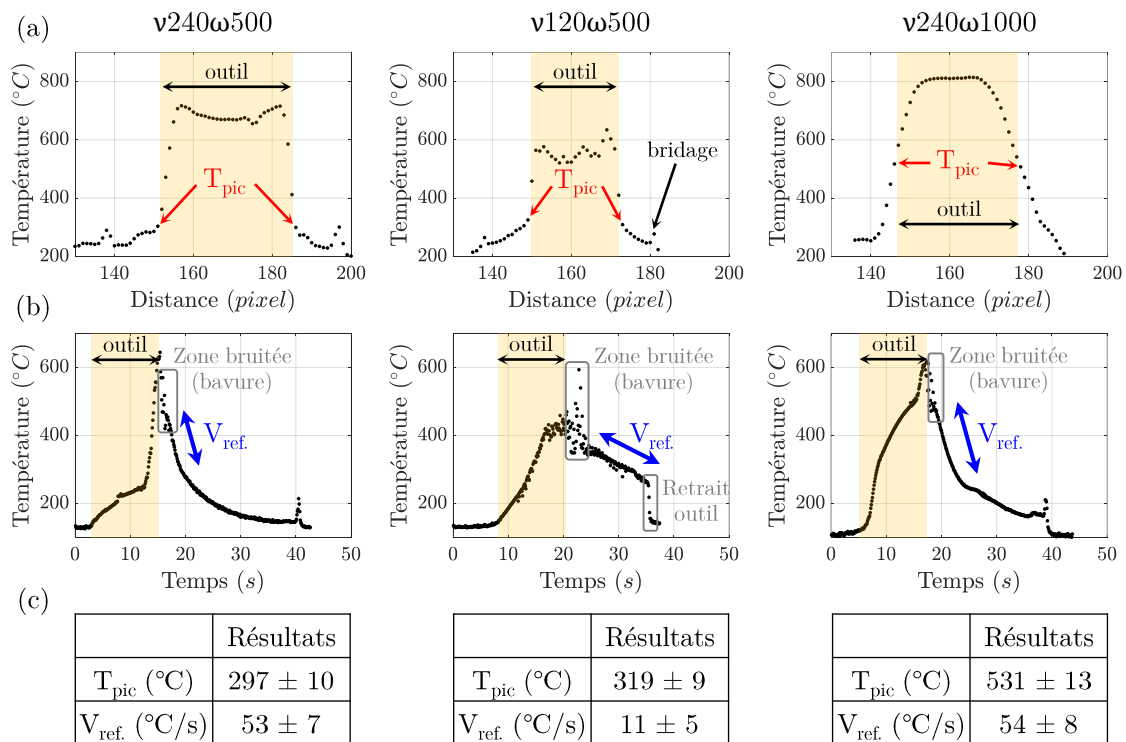


Figure II.11 – Résultats de l'instrumentation par thermographie IR : (a) identification des températures pics (autour de l'épaulement), (b) identification des vitesses de refroidissement et (c) résultats moyens obtenus à différents positions et temps de l'analyse, respectivement pour les soudures $\nu 240\omega 500$, $\nu 120\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$.

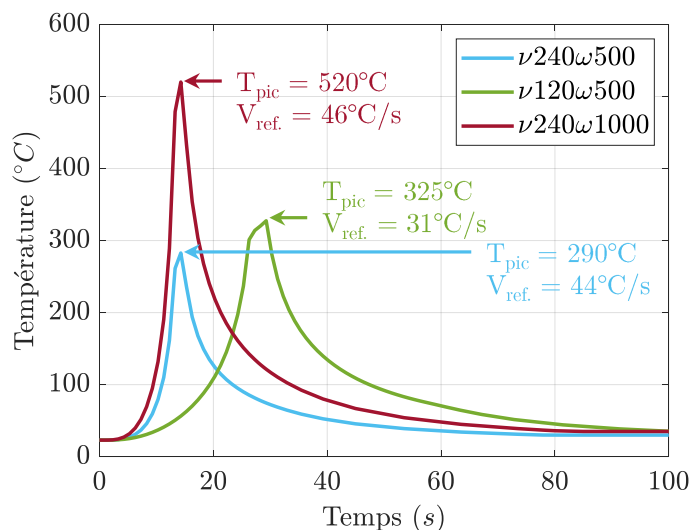


Figure II.12 – Résultats du modèle numérique : courbes d'évolution des températures générées au centre de la soudure en fonction du temps pour les soudures $\nu 240\omega 500$, $\nu 120\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$.

Ainsi, les températures générées admettent une grande sensibilité aux paramètres de soudage. Plus particulièrement, les résultats sont tels que les températures des trois conditions de soudage instrumentées par thermographie infrarouge ($\nu 240 \omega 500$, $\nu 120 \omega 500$, $\nu 240 \omega 1000$) sont proportionnelles à ω^2/ν (figure II.13.a). Cette relation, largement employée dans la littérature, correspond à l'expression du *pseudo indice de chaleur* proposé par ARBEGAST et al. [Arbegast+1998] qui montrent que, pour une géométrie d'outil donnée, les vitesses d'avance et de rotation sont les principaux paramètres influents sur les températures atteintes, tel que :

$$\frac{T}{T_f} = K \left(\frac{\omega^2}{\nu \times 10^4} \right)^\alpha \quad (\text{II.2})$$

Avec T (K) la température maximale de soudage, T_f (K) la température de fusion, K une constante comprise entre 0,65 et 0,75, α un coefficient établi entre 0,04 et 0,06 et ν (mm/min) et ω (tours/min) les paramètres de soudage correspondant respectivement aux vitesses d'avance et de rotation.

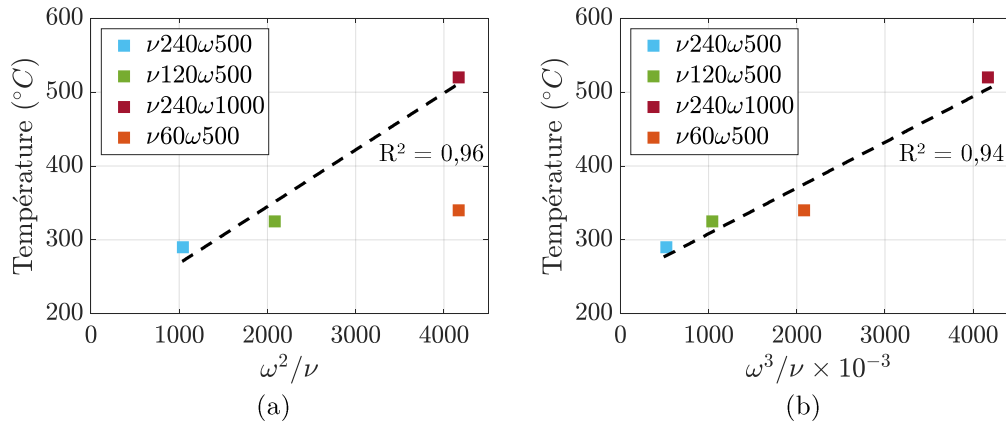


Figure II.13 – Evolution des températures de soudage générées en fonction de : (a) ω^2/ν et (b) ω^3/ν .

Le tableau II.2 donne, pour l'ensemble des paramètres FSW étudiés, les valeurs du *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν correspondant. Il est noté que plusieurs conditions de soudage conduisent à une même valeur de ω^2/ν , telles que les soudures $\nu 60 \omega 500$ et $\nu 240 \omega 1000$ (figure II.13.a). En particulier, le modèle thermique prévoit pour la soudure $\nu 60 \omega 500$ ($T \simeq 340^\circ\text{C}$) une température de soudage inférieure à celle obtenue pour la soudure $\nu 240 \omega 1000$ ($T \simeq 520^\circ\text{C}$). Ceci met ainsi en exergue les **limites** du *pseudo indice de chaleur* pour décrire les relations existantes entre les températures générées et les paramètres FSW. Il semblerait notamment que le « poids » de la vitesse de rotation soit plus important et il pourrait alors être envisageable de dimensionnaliser un nouvel indice de chaleur ω^3/ν (figure II.13.a).

L'étude thermique du procédé ayant été moins approfondie dans ce travail de thèse par rapport aux autres thématiques (comportement mécanique, flux de matière, évolutions microstructurales), dans la suite du manuscrit le *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν sera utilisé pour être en accord avec la littérature.

Table II.2 – Valeurs du *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν pour les paramètres FSW étudiés. Les conditions ayant fait l’objet d’une instrumentation par thermographie IR sont désignées par *.

Vitesse d’avance ν (mm/s)	Vitesse de rotation ω (tours/min)	Pseudo indice de chaleur ω^2/ν	Résultats numériques (°C)
240	500	1042*	290*
120	500	2083*	33*
60	500	4167	340
240	1000	4167*	520*
120	750	4688	-
120	1000	8333	-
60	750	9375	-
240	1500	9375	-

II.3 Méthodes de caractérisation des soudures FSW

La caractérisation des joints soudés est réalisée sur une partie **stabilisée** du cordon de soudure qui suit un régime stationnaire (figure II.14). Sur 280 mm de cordon de soudure, les 50 premiers et derniers millimètres ne sont pas examinés (rebuts), conformément à ce qui est spécifié dans la norme AWS D17.3/D17.3M sur le soudage FSW des alliages d'aluminium pour applications aérospatiales [AWS D1732016]. Par ailleurs, il est supposé que la microstructure d'une coupe transversale, prélevée dans la zone stabilisée, est représentative de l'entièreté de la soudure.

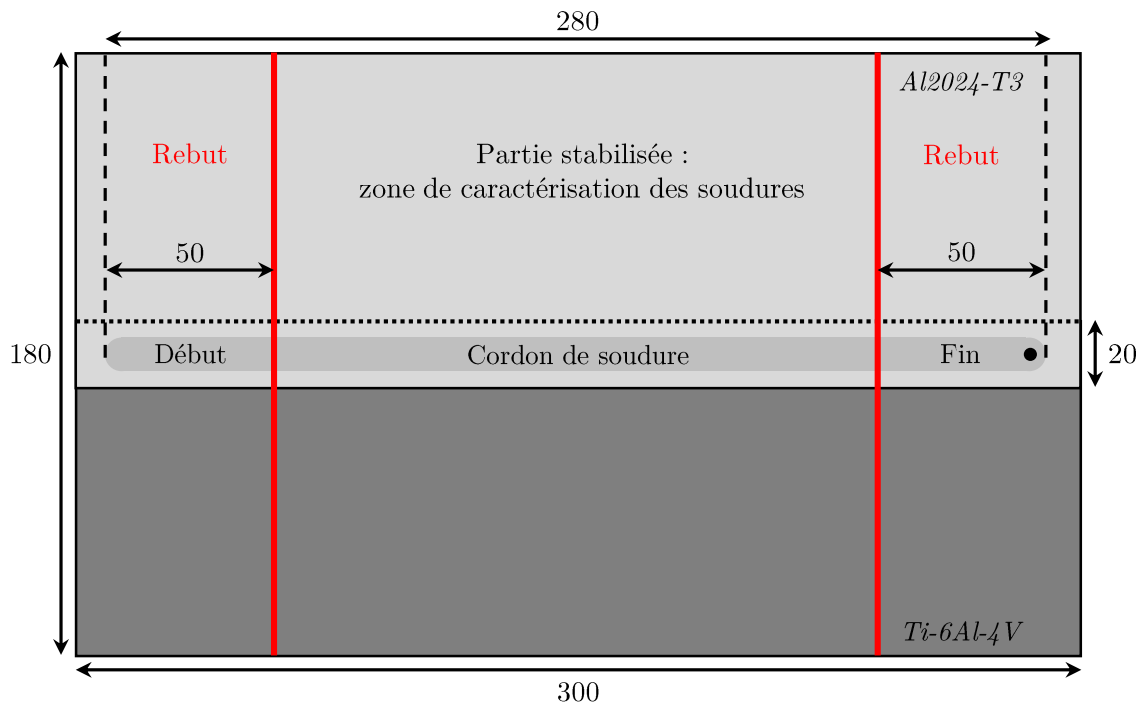


Figure II.14 – Représentation des tôles soudées et identification de la zone utilisée pour leurs caractérisations. Dimensions en millimètre.

Cette partie II.3 vise à exposer la démarche expérimentale mise en œuvre pour caractériser (métallurgiquement et mécaniquement) les soudures FSW. Ainsi, les différentes techniques expérimentales employées sont présentées en précisant leur principe de fonctionnement, les machines d'essais utilisées, les méthodes d'exploitation des résultats et leur intérêt pour la compréhension des phénomènes générés lors du soudage FSW.

II.3.1 Démarche expérimentale

La réalisation de coupes transversales met en évidence plusieurs modifications à différentes échelles. Premièrement, des remontées de Ti-6Al-4V dans la plaque en Al2024 sont observées (figure II.15). Il a été vu dans le chapitre I.1.3.2 que ces infiltrations sont spécifiques au soudage en transparence et qualifiées de **crochets**. Ensuite, des évolutions de **microstructure** sont observées dans l'Al2024, perpendiculairement à la direction de soudage. On distingue quatre zones typiques du soudage FSW [Cazes2003] : le noyau,

la zone affectée thermomécaniquement (ZATM), la zone affectée thermiquement (ZAT) et le métal de base (figure II.15). Ces dernières n'apparaissent pas dans le Ti-6Al-4V. En revanche, la microstructure initiale y est fortement déformée au niveau des zones qui étaient en contact avec l'outil pendant le soudage. Enfin au niveau de l'interface, des évolutions de microstructure, menant à un mélange local des matériaux, sont également constatées. L'ensemble de ces modifications impactent les **propriétés mécaniques** locales et globales des soudures.

Ainsi, il apparaît que les paramètres du procédé FSW peuvent influencer :

- Les évolutions induites par le **flux de matière** qui conduisent à un réarrangement des matériaux à l'interface sous la forme de crochets.
- Les évolutions de **microstructure** s'opérant à la fois dans l'Al2024, le Ti-6Al-4V et à l'interface.
- Le **comportement mécanique** des soudures

Par la suite, tout le travail sera structuré autour de ces trois voies d'études en vue d'évaluer (i) comment les paramètres FSW influent sur les évolutions de flux de matière et de microstructure et (ii) comment celles-ci impactent les propriétés mécaniques locales et globales des joints soudés.

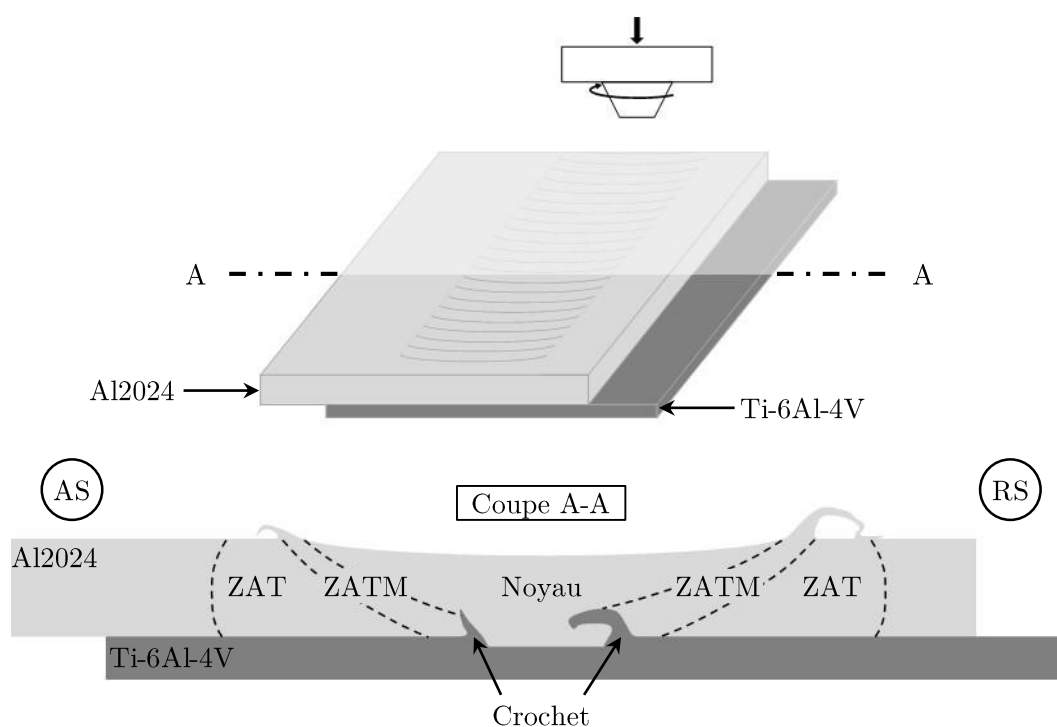


Figure II.15 – Schéma d'un échantillon en coupe transversale mettant en évidence la formation de crochets de Ti-6Al-4V et les zones de soudage caractéristiques du FSW dans l'Al2024.

II.3.2 Caractérisation du flux de matière

Le soudage FSW en configuration par transparence conduit au déplacement des matériaux autour de l'outil et à la formation de **crochets**. Ces derniers sont caractérisés

à travers des coupes transversales au microscope optique (2D) et par tomographie à rayons X (3D).

II.3.2.1 Microscopie optique (2D)

La microscopie optique est utilisée pour décrire l'aspect général des soudures à une position de la soudure. Les **crochets** de Ti-6Al-4V sont caractérisés en termes de dimensions et de forme. La distribution des fragments de Ti-6Al-4V, ainsi que la formation de **défauts** (porosités, fissures, ...), tributaires d'un flux de matière inadéquat, sont également évaluées. De plus, ce moyen révèle les **zones de soudage** caractéristiques du procédé FSW : la ZAT, la ZATM et le noyau qui apparaissent dans l'Al2024 (figure II.16).

Les échantillons observés consistent en des **coupes transversales**. Leur préparation est décrite en annexe A.2.1. Ils sont attaqués au réactif de Keller afin de révéler les zones de soudage (ZAT, ZATM et noyau) générées dans l'alliage Al2024. L'attaque chimique fait également ressortir l'aluminium pur, issu du clad, qui subit aussi la déformation de l'outil (figure II.16). Les images sont réalisées sur un microscope Keyence, de l'ICA, doté de fonctionnalités permettant, entre autre, la réalisation d'images panoramiques par assemblage automatique. Des cartographies 2D des soudures sur toute la longueur de recouvrement des plaques sont effectuées.

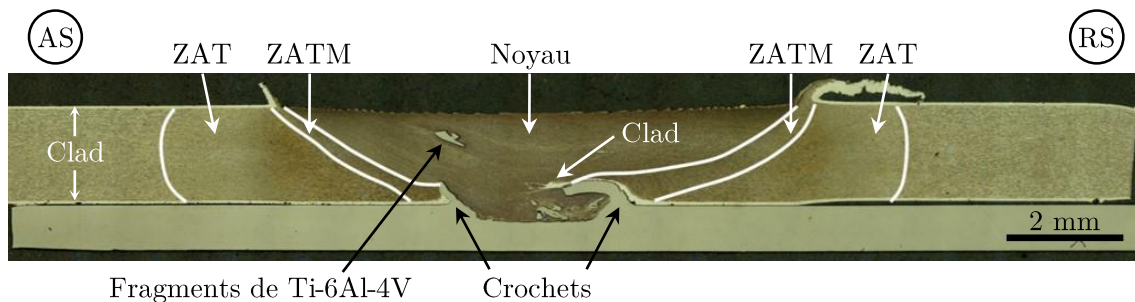


Figure II.16 – Coupe transversale d'une soudure prise au microscope optique.

Remarque : *Les images prises au microscope optique ne suffisent pas pour délimiter l'ensemble des zones de soudage. En effet, l'attaque chimique fait essentiellement ressortir la microstructure du noyau et les grains déformés de la ZATM. Par conséquent, seules les frontières noyau/ZATM et ZATM/ZAT sont identifiées. La démarcation ZAT/métal de base n'étant marquée ni par le contraste procuré par l'attaque, ni par une différence de microstructure entre ces deux zones, ce sont les mesures de dureté (voir section II.3.4.1) qui permettent de révéler cette frontière.*

II.3.2.2 Tomographie à rayons X (3D)

La tomographie à rayons X est employée pour caractériser la **distribution des matériaux à l'interface**, résultante de la déformation plastique provoquée par l'outil. Un nombre limité d'études utilisent cette technique de caractérisation, dans le cadre du soudage FSW. Parmi les quelques travaux existants, KAR et al. [Kar+2018] caractérisent

qualitativement la répartition des fragments de Ti-6Al-4V pur dans le noyau soudé d'Al2024 en soudage bout à bout.

L'étude du réarrangement du Ti-6Al-4V dans l'Al2024 en soudage en transparence constitue donc une **nouveauté**. Par ailleurs, les résultats sont non seulement traités pour décrire **qualitativement** le mélange des matériaux à l'interface mais également pour caractériser **quantitativement** l'influence des paramètres FSW sur la formation des crochets et la pénétration des fragments de Ti-6Al-4V dans l'Al2024.

Par la suite, le principe de la tomographie à rayons X est décrit avant de présenter le protocole d'analyse ainsi que les programmes développés (codes Matlab et Aphélon) pour l'exploitation des résultats.

Principe

La tomographie à rayons X est une méthode **non destructive** qui permet la **reconstruction 3D** d'un échantillon en se basant sur le principe d'atténuation des rayons X à travers le matériau analysé [Thiery2013]. Cette atténuation suit la loi de Beer-Lambert qui donne l'intensité I_x transmise par les rayons X à travers un matériau pour une épaisseur donnée :

$$I_x = I_0 e^{-\mu \cdot x}$$

Avec I_0 l'intensité des rayons X incidents, μ le coefficient linéaire d'absorption et x l'épaisseur de l'échantillon.

Le phénomène d'**absorption des rayons X** par le matériau est à l'origine des atténuations d'intensité observées [Badel2008 ; Thiery2013]. Elles conduisent à l'obtention d'images en niveaux de gris en lien avec les intensités transmises. Plus l'épaisseur du matériau est élevée, plus l'intensité transmise sera faible en raison d'une absorption importante des rayons X par l'échantillon. Cette technique est donc particulièrement employée dans la détection de porosités et de fissures internes au sein de matériaux homogènes [Patou2018]. D'autres facteurs influencent l'absorption des rayons X tels que le numéro atomique et la masse volumique du matériau traversé [Badel2008 ; Thiery2013]. Des images en **contraste chimique** peuvent donc être obtenues. Dans le cas d'échantillons composés d'alliages d'Al2024 et de Ti-6Al-4V, les numéros atomiques de l'Al et du Ti sont suffisamment différents pour prodiguer des images avec un contraste chimique qui permet de les distinguer clairement.

Machine et protocole d'essais

L'étude par tomographie à rayons X des soudures est conduite sur un tomographe EasyTom 130, de l'ICA. L'énergie du faisceau est fixée à 113 kV et l'intensité de la source à 233 μ A. Les éprouvettes de traction, correspondant à des prélèvements de 20 mm de cordon, sont utilisées pour ces analyses. L'analyse consiste à placer l'échantillon entre la source émettrice de rayons X et le détecteur (figure II.17). La distance entre l'échantillon et le détecteur détermine la **résolution** de l'analyse. Pour l'ensemble des échantillons, la résolution en terme de taille de voxel, est fixée à **20x20x20 μ m³**. Au cours de l'analyse, l'échantillon est positionné sur un porte-échantillon rotatif. Des projections, appelées radiographies, sont obtenues à chaque pas de rotation (figure II.17).

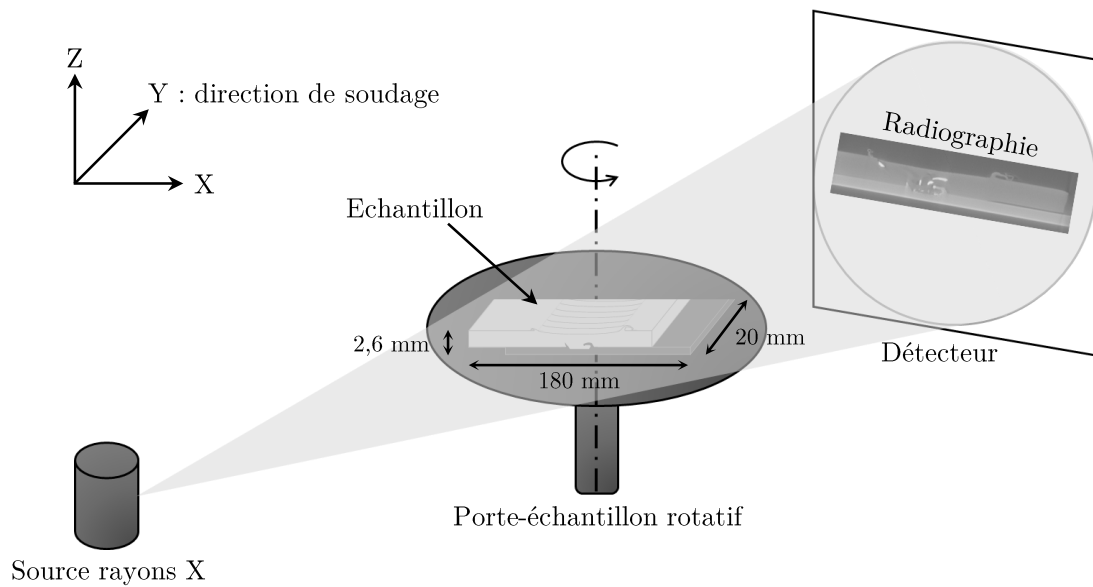


Figure II.17 – Principe de fonctionnement de la tomographie à rayons X.

L'acquisition s'achève suite à la rotation complète de l'échantillon. Un algorithme de rétroprojection permet ensuite d'attribuer un coefficient d'absorption à chaque unité de volume traversée par les rayons X [Badel2008]. La reconstruction 3D de l'échantillon se fait à partir de la séquence de radiographies 2D, via un traitement informatique complexe. Des images suivant les directions longitudinale, transversale et normale à la direction de la soudure en sont ensuite extraites. Il a été obtenu environ 1000 images suivant la direction transversale.

Exploitation des résultats

L'exploitation des résultats est réalisée sur les images reconstruites dans la **direction de soudage** (direction transversale) (figure II.18.b), correspondant aux plans (XZ) sur la figure II.17. Parmi ces 1000 images/échantillon, 200 d'entre elles correspondant au début et à la fin du cordon de soudure ne sont pas traitées en raison d'un effet de durcissement de faisceau trop important qui rend les images inexploitable. En vue de caractériser la **distribution des matériaux à l'interface**, le traitement des résultats de tomographie à rayons X se divise en deux étapes.

La première étape consiste à **binariser** les images afin de distinguer les zones correspondant à l'Al2024, au Ti-6Al-4V et au fond de l'image (figures II.18.b et c). L'histogramme des images en niveaux de gris, converti en 8 bits, permet de différencier ces trois zones (figure II.18.a). Deux valeurs de seuillage sont appliquées. La première pour faire ressortir le Ti-6Al-4V au profit de l'Al2024, la deuxième pour faire apparaître le fond de l'image et révéler l'épaisseur de la plaque en Al2024.

Le seuillage optimal se situe au niveau des points de changement de pente, déterminés à partir de la distribution de Gauss de la courbe principale [Patou2018]. Dans notre cas, cela correspond aux minimums locaux qui entourent le second pic. Les valeurs de niveau de gris, délimitant ces trois zones, **varient d'une image à l'autre**. Il s'agit

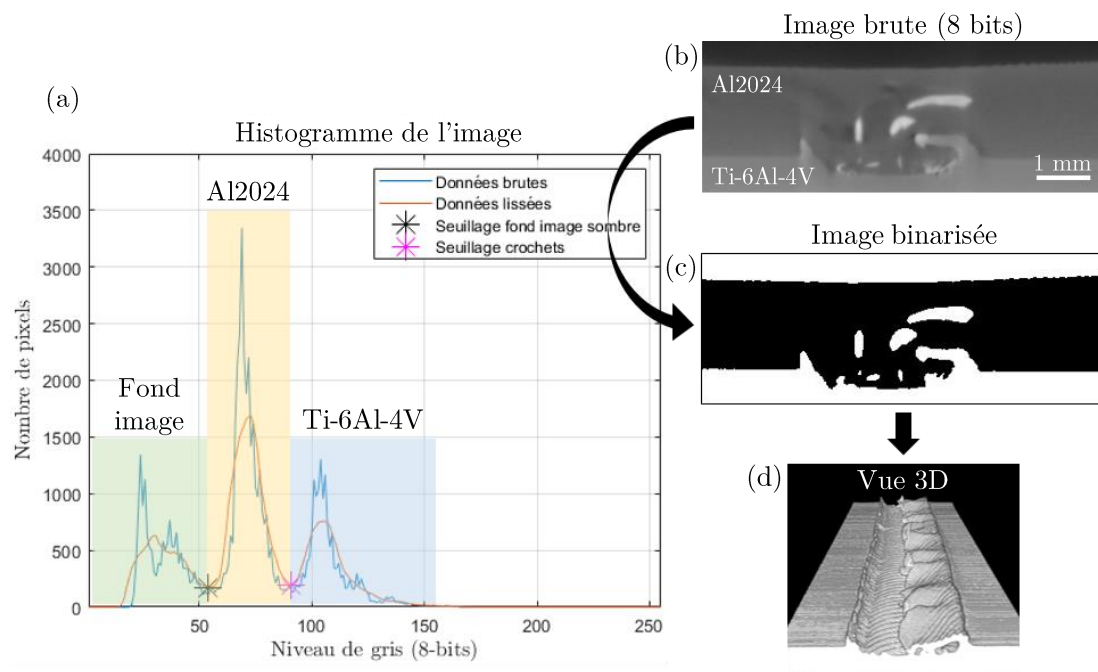


Figure II.18 – Procédure de binarisation des images de tomographie à rayons X à partir de l'identification des valeurs de seuillage optimales sur l'histogramme des niveaux de gris.

d'une spécificité inhérente aux analyses par tomographie à rayons X qui implique un traitement au cas par cas. Un programme Matlab est développé pour **automatiser la binarisation** des 800 images sélectionnées, à partir de la détermination des valeurs de seuillage optimales. Une **vue 3D** de la distribution du Ti-6Al-4V, le long d'environ 20 mm de cordon, est ainsi obtenue en combinant la séquence des 800 images binarisées (figure II.18.d).

La caractérisation du **réarrangement des matériaux à l'interface** fait l'objet de la seconde étape. A partir des images binarisées, la distribution du Ti-6Al-4V dans l'Al2024 est décomposée en plusieurs parties : les crochets de Ti-6Al-4V, les fragments de Ti-6Al-4V ayant pénétrés dans la plaque en Al2024 et la cavité formée par l'enfoncement de l'outil (figure II.19). A partir de la délimitation de ces parties, plusieurs grandeurs sont définies en vue de caractériser le réarrangement des matériaux résultant de la déformation de l'outil :

- La surface occupée par les crochets de Ti-6Al-4V ($A_{crochets}$)
- La hauteur des crochets côtés avançant (AS) et reculant (RS) (h_{AS} et h_{RS})
- L'épaisseur "effective" de la plaque en Al2024, définie entre le haut des crochets et le bord supérieur de la plaque de Al2024 (ep_{AS}^{eff} et ep_{RS}^{eff})
- La surface occupée par les fragments de Ti-6Al-4V ($A_{fragments}$)
- La surface occupée par la cavité formée entre les deux crochets (A_{cavite})
- La largeur de la cavité (l_{cavite})
- La hauteur de la cavité qui correspond à la profondeur de pénétration de l'outil ($ep_{penetration}$)

Un second programme, développé sur le logiciel le traitement d'images Aphélon, permet la mesure automatique des grandeurs précédemment définies (figure II.19). Cette procédure est appliquée sur 200 images parmi les 800 images binarisées par échantillon. Cela permet de réduire le temps de traitement tout en conservant un nombre de données suffisamment élevé pour être représentatif des évolutions le long du cordon de soudure.

Ces données permettront d'évaluer l'influence des paramètres FSW sur le flux de matière et d'appréhender les mécanismes mis en jeu dans la formation des crochets.

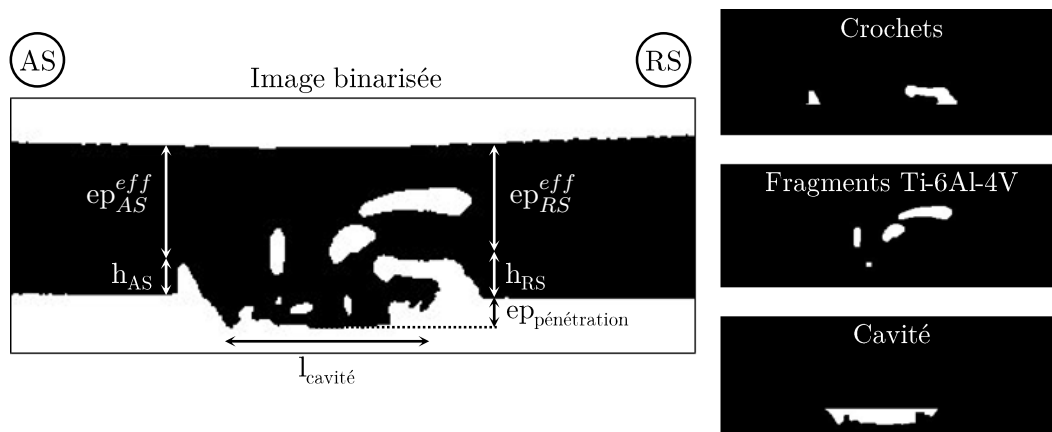


Figure II.19 – Définition des grandeurs utilisées pour caractériser la distribution des matériaux à l'interface.

II.3.3 Caractérisation de la microstructure

Le flux de chaleur et la déformation plastique générés par le malaxage de l'outil conduisent simultanément à des modifications de microstructure dans l'Al2024, le Ti-6Al-4V et également à leur interface. Leur caractérisation s'est opérée à plusieurs échelles en vue d'évaluer les mécanismes métallurgiques mis en œuvre lors du soudage.

II.3.3.1 Microscope électronique à balayage (MEB)

Les observations au MEB sont menées dans les alliages **Al2024** et **Ti-6Al-4V**, ainsi qu'au niveau de l'**interface**. Dans l'alliage Al2024, les observations portent sur la caractérisation de la taille et de la répartition des **phases constituantes** au travers des différentes zones de soudage (ZAT, ZATM, noyau). Leur composition chimique est déterminée par EDS. Dans l'alliage Ti-6Al-4V, l'inspection de la microstructure consiste à évaluer la **déformation plastique** au niveau des zones en contact avec l'outil lors du soudage. Enfin, l'étude de la microstructure de la zone interfaciale porte sur la détermination de la **morphologie** de l'interface ainsi que sur l'évolution de la composition chimique de l'Al2024 vers le Ti-6Al-4V.

Ces caractérisations sont conduites sur un MEB FEI Nova NanoSEM 450 haute résolution à effet de champ (FEG), de l'ICA, équipé d'un système d'analyse par spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS). Les échantillons sont préparés suivant le protocole de polissage décrit en annexe A.2.1.

II.3.3.2 Microsonde de Castaing

Alors que les analyses EDS menées au niveau de l'interface au MEB délivrent des résultats semi-qualitatifs, l'intérêt de la microsonde de Castaing repose dans l'obtention de résultats **quantitatifs**. Cette technique est employée dans le but de caractériser plus précisément l'évolution de la composition chimique le long de la zone interfaciale.

Les analyses sont conduites à la plateforme de microcaractérisation Raimond Castaing (Toulouse), sur une microsonde électronique Cameca SXFive FE. Son mode à **émission de champ** permet une analyse à basse tension et, par conséquent, génère une poire d'analyse de taille réduite. De **faibles volumes**, inférieurs au μm^3 , sont donc caractérisés. Dans le cas de l'analyse des alliages Al2024 et Ti-6Al-4V, majoritairement composés des éléments Ti, Al, V, Cu et Mg, une tension d'accélération de 7 kV est choisie. Cette valeur constitue un bon compromis pour suffisamment exciter ces éléments chimiques (tension d'accélération 1,5 fois supérieure à l'énergie des raies $K\alpha$) tout en assurant un faible volume d'analyse de l'ordre de 800 nm de diamètre (contre 2,5 μm au MEB à 15 kV).

II.3.3.3 Analyse par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

Les analyses EBSD (Electron BackScattered Diffraction) sont menées dans les deux alliages Al2024 et Ti-6Al-4V à l'état de **réception** ainsi que sur des échantillons après soudage, dans la zone des **noyaux soudés d'Al2024**. Cette technique collecte des informations utiles à la compréhension des mécanismes de **recristallisation** qui s'y opèrent. En particulier, des cartographies, dites d'orientation [Baudin2010], sont obtenues à partir desquelles de nombreuses données peuvent être étudiées. Dans ces travaux, les données sélectionnées concernent la taille et la forme des grains, les désorientations angulaires au niveau des joints de grains, les désorientations intragranulaires, ainsi que l'orientation cristallographique des grains.

Principe

L'analyse EBSD s'effectue dans un MEB équipé d'un détecteur EBSD (figure II.20). Comme son nom l'indique, il s'agit d'une méthode basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés obtenue suite à l'interaction électrons/matière. Les analyses consistent à acquérir et à indexer des diagrammes de diffraction, appelés diagrammes de Kikuchi [Barbier2010 ; Baudin2010 ; Engler+2009 ; Schwartz+2009]. Ils représentent la signature de la structure cristallographique et de son orientation en tout point de l'échantillon analysé.

Le principe de l'EBSD et les différentes étapes de l'analyse sont plus amplement détaillées en annexe A.2.2.

Machine, préparation des échantillons et paramètres d'analyse

Les analyses EBSD se sont déroulées à la plateforme de microcaractérisation Raimond Castaing (Toulouse), sur un MEB JSM 7100F TTLS LV équipé d'un système EBSD

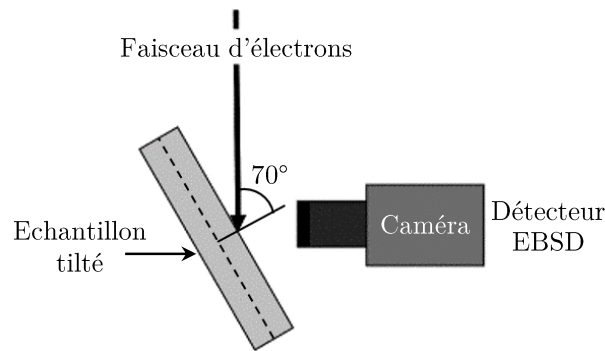


Figure II.20 – Dispositif expérimental pour l'analyse EBSD.

et sous une tension d'accélération de 20 kV. Dans le MEB, l'échantillon est tilté de sorte que sa normale et le faisceau incident forment un angle de 70° (figure II.20). Ceci permet de réduire la distance d'échappement des électrons. Cette valeur d'inclinaison constitue le meilleur compromis pour optimiser le rendement d'électrons rétrodiffusés tout en limitant les effets de la rugosité [Baudin2010 ; Schwartz+2009].

Par ailleurs, les simulations de profondeur de pénétration de ces électrons dans l'échantillon montrent que leur distance parcourue n'excède pas les quelques nanomètres de profondeur (10 à 20 nm), quelque soient la valeur du numéro atomique et l'énergie du faisceau incident [Galand2011]. De ce fait, l'EBSD est particulièrement sensible à l'état de surface (figure II.21). Elle requiert une préparation soignée des échantillons de sorte à obtenir des diagrammes de diffraction de bonne qualité. Cela permet, par la suite, de limiter les effets parasites, induits par la présence de rayures ou d'un écrouissage de surface, lors de l'interprétation des cartographies. De ce fait, un protocole de polissage amélioré (par voie électrolytique) est réalisé afin d'obtenir un état de surface exempt de rayures et d'un écrouissage superficiel en surface. Il est détaillé en annexe A.2.1.

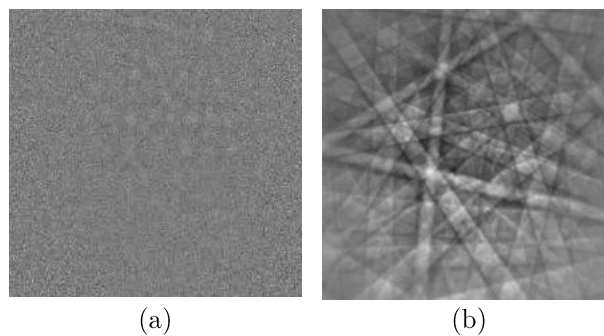


Figure II.21 – Effet de la préparation des échantillons sur la qualité des diagrammes de Kikuchi : (a) mauvaise préparation et (b) bonne préparation [Barbier2010].

L'acquisition des données et leur indexation sont faites via le logiciel Aztec, développé par Oxford Instrument. Des surfaces d'analyses suffisamment grandes sont considérées, de sorte à contenir une population de grains supérieure à 1000 et obtenir ainsi des résultats statistiquement représentatifs de la microstructure. Les réglages consistent ensuite à choisir un bon compromis précision/temps d'analyse. Les paramètres à ajuster sont : le binning et le pas d'acquisition. Le binning représente un regroupement de

pixels (modes 2x2, 4x4 ou 8x8) sur le capteur de la caméra. Plus ce regroupement sera important, plus l'acquisition sera rapide, mais ceci aux dépens de la précision des diagrammes de diffraction. Le tableau II.3 synthétise les paramètres choisis, la durée des analyses et le MAD moyen (*Mean Angular Deviation*) obtenu qui donne la qualité de l'indexation². Les réglages diffèrent suivant les échantillons étudiés (alliages à l'état de réception ou noyaux soudés). Etant donné que les métaux de base possèdent des tailles de grains plus élevées, un binning et un pas d'acquisition plus grands sont choisis.

Table II.3 – Paramètres d'acquisition des données EBSD pour les métaux de base et les noyaux soudés d'Al2024 (zones recristallisées).

	Surface (μm^2)	Binning	Pas (μm)	Temps d'analyse	MAD moyen
Métaux de base					
Al2024-T3	600x450	8x8	0,75	2h	0,40
Ti-6Al-4V	120x90	8x8	0,20	1h	0,42 (phase α) 0,33 (phase β)
Soudures					
Noyaux	120x90	4x4	0,15	3h15	0,33 à 0,39

L'exploitation des données est ensuite réalisée avec la suite logicielle Channel5, dans les modules Tango, Mambo et Salsa.

Exploitation des résultats

L'exploitation des résultats permet la réalisation de cartographies pour décrire à la fois la microstructure et l'orientation cristallographique des grains. Avant l'obtention de ces résultats, les données brutes doivent être nettoyées.

Nettoyage des données

Les données brutes contiennent des pixels mal indexés (MAD élevé) ou non indexés (0 solution trouvée). Cela peut provenir du fait que plusieurs solutions d'orientation, ou au contraire aucune, correspondent aux diagrammes de Kikuchi détectées [Barbier2010; Galand2011]. Le nettoyage des données consiste à réduire le nombre de ces pixels en modifiant leurs valeurs d'indexation. De nouvelles valeurs leur sont assignées en extrapolant les résultats majoritairement obtenus dans le voisinage immédiat (8, 7 puis 6 pixels adjacents) du pixel considéré.

Après ce nettoyage, des pixels mal indexés persistent et ne participent donc pas à l'analyse. Ils peuvent être liés à la présence de rayures, de porosités, d'une seconde phase minoritaire (précipités) ou d'un écrouissage trop important. Il est également remarqué que la réalisation d'une attaque chimique, ayant accentué la rugosité à la surface de l'échantillon, peut conduire à un effet d'ombrage sur l'échantillon incliné. Ces zones apparaissent donc comme des pixels à zéro solution, puisqu'elles n'ont pas été balayées lors de l'analyse.

2. Une faible valeur de MAD garantit une bonne précision dans la mesure ($\text{MAD} < 0,5^\circ$). Plus d'informations sur l'estimation de la qualité de l'analyse EBSD et de l'indexation des diagrammes de Kikuchi sont données en annexe A.2.2.

Cartographies

A chaque point de l'analyse, le dépouillement du diagramme de diffraction renseigne sur l'orientation cristallographique et la microstructure du grain analysé, respectivement par le biais des angles d'Euler (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2) et des indices de qualité. Ainsi, dans ces travaux les données collectées permettent d'extraire les informations suivantes :

- Cartographie en contraste de bande (BC)
- Cartographie de distribution des joints de grains
- Cartographie des désorientations intragranulaires (KAM et GOS)
- Les figures de pôle directes (DPF pour *Direct Pole Figure*) et les figures de pôle inverses (IPF pour *Inverse Pole Figure*) : représentation des orientations cristallographiques suivant le repère de l'échantillon
- La fonction de distribution des orientations cristallographiques (ODF pour *Orientation Distribution Fonction*) : représentation des orientations cristallographiques suivant le repère du **crystal**

Les paragraphes suivants fournissent plus de détails sur ces différentes cartographies.

La cartographie en **contraste de bandes BC** (*Band Contrast*) donne un premier aperçu de la microstructure. Ce critère est codé en niveau de gris (de 0 à 255). Sa valeur est influencée par les imperfections locales de microstructure. En particulier, si l'analyse coïncide avec un joint de grains, les diagrammes de diffraction issus de plusieurs orientations cristallographiques (plusieurs grains) vont se superposer et empêcher l'indexation du point analysé [Barbier2010; Baudin2010]. Ce pixel ressortira en noir (valeurs faibles). A l'inverse, les pixels blancs (valeurs élevées) traduisent des diagrammes de diffraction très contrastés obtenus sur des microstructures peu déformées. Néanmoins, comme expliqué dans le paragraphe « *estimation de la qualité des étapes d'analyse et d'indexation* » en annexe A.2.2, le BC ne dépend pas uniquement de la microstructure de l'échantillon mais également de la qualité de préparation de l'échantillon. Son interprétation est donc délicate. En terme d'exemple, la figure II.22 présente une cartographie où les joints de grains et une fissure apparaissent avec la même valeur de BC. Dans ce cas, la fissure plus épaisse, se distingue des joints de grains. Néanmoins, dans d'autres cas, la distinction entre des détails provenant de la microstructure et d'un effet de préparation peut se révéler moins aisée.

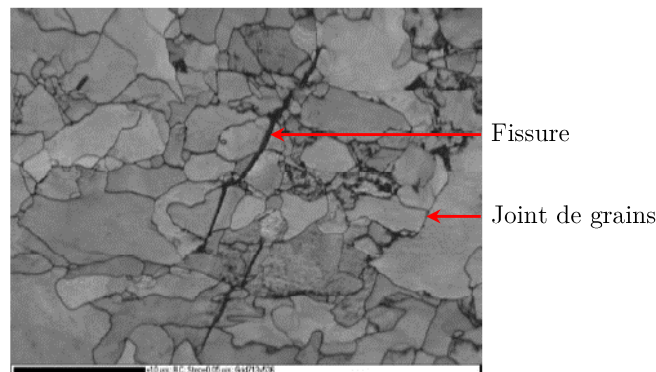


Figure II.22 – Cartographie en contraste de bande (BC) révélant à la fois la microstructure et des fissures [Barbier2010].

La détection des grains permet la réalisation de la cartographie de **distribution des joints de grains**. Par définition, un joint de grains représente l'interface entre deux grains d'orientation cristallographique différente [Baudin2010]. On lui affecte un angle de désorientation ζ correspondant à l'écart angulaire entre les deux réseaux cristallins. On distingue deux types de joints de grains : les joints de grains fortement désorientés (notés HAGB pour *High Angle Grain Boundaries*) et les joints de grains faiblement désorientés (notés LAGB pour *Low Angle Grain Boundaries*).

Dans ces travaux, on considèrera :

- Un **joint de grains** (HAGB) pour un angle de désorientation $\zeta > 15^\circ$
- Un **sous-joint de grains** (LAGB) pour un angle de désorientation tel que $5^\circ < \zeta < 15^\circ$

L'étude des désorientations intergranulaires est complétée par la détermination des **désorientations à l'intérieur des grains**, à travers le KAM (pour *Kernel Average Misorientation*) et le GOS (pour *Grain Orientation Spread*) (figure II.22.b). Le KAM représente la moyenne des désorientations entre un pixel et ses voisins. La limite supérieure de désorientation est fixée à 5° , le domaine au-delà correspondant aux sous-joints de grains. La surface de calcul (englobant le pixel considéré et ses voisins) est établie selon une grille de forme et de taille à définir : ils composent un Kernel. Dans ces travaux, les tailles de grain les plus faibles étant aux alentours de $1\ \mu\text{m}$ (noyaux des soudures), un Kernel de forme carré et de dimensions 3×3 (aussi désigné au premier voisin) est choisi (figure II.22.a). En considérant le pas d'acquisition ($0,15\ \mu\text{m}$), cela représente un Kernel de dimensions $0,45 \times 0,45\ \mu\text{m}^2$, inférieur à la taille des grains. Il convient donc pour l'étude des échantillons provenant des noyaux soudés. Les mécanismes de recristallisation étant à l'origine d'une évolution de la distribution des désorientations intragranulaires (écrouissage, structure de sous-joints de grains), le KAM constitue un critère adapté à l'étude des mécanismes de recristallisation. Néanmoins, WANG [Wang2014] a montré que la valeur du KAM est également fortement influencée par la taille du Kernel et par le pas d'acquisition de la cartographie.

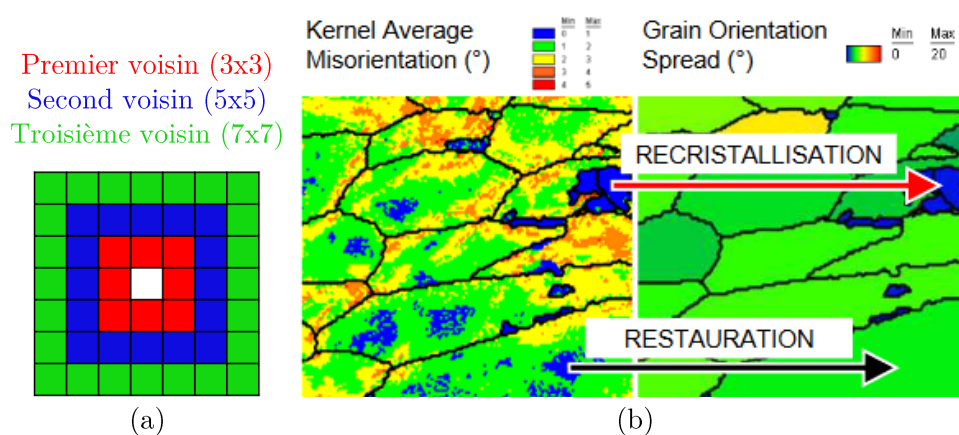


Figure II.23 – (a) Définition d'un Kernel carré et (b) exemple de cartographies du KAM et du GOS [Kerisit+2010].

Pour pallier cette sensibilité aux paramètres de mesure, le KAM est associé au GOS. Ce dernier représente la moyenne des désorientations des pixels d'un grain par rapport à l'orientation moyenne de ce grain. Il mesure de plus grandes surfaces de désorientations que le KAM et, par conséquent, est indépendant du pas d'acquisition [Wang2014]. Le GOS est donc utilisé pour évaluer la fraction de grains recristallisés (GOS faible) et restaurés (GOS élevé). La figure II.22.a montre l'utilisation couplée des cartographies du KAM et du GOS. Les zones de désorientations internes élevée (KAM élevé) conduisent bien à des valeurs de GOS élevées, traduisant un grain restauré qui présente des dislocations et donc des désorientations locales [Kerisit+2010].

Les cartographies d'**orientation** représentent la distribution des orientations cristallographiques de l'ensemble des grains analysés. Elles permettent d'évaluer la formation d'une éventuelle texture. Pour représenter ces orientations, on considère chaque grain, constituant le polycristal, comme un monocristal (figure II.24.a). On définit alors deux repères (figure II.24.b) et une matrice permettant le passage d'un repère à l'autre :

- Dans l'échantillon, on considère un repère macroscopique K_a (X, Y, Z) à relier aux directions DL, DT et DN (pour un échantillon laminé)
- Dans chaque grain, on définit un repère microscopique K_b (X', Y', Z'), dont les axes sont choisis suivant la symétrie cristalline du réseau. Dans le cas d'une symétrie cubique (cas de l'aluminium), les axes du repère K_b correspondent aux directions cristallographiques [100], [010] et [001]
- Une matrice, souvent notée g , qui représente les angles de rotation successifs permettant au repère d'un grain de coïncider avec le repère de l'échantillon. Il existe différentes notations pour décrire ces orientations, la plus utilisée étant celle de Bunge. Elle utilise les angles d'Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2), déterminés par EBSD et représente les trois rotations successives réalisées dans l'ordre suivant : (1) rotation de ϕ_1 selon Z , (2) rotation de ϕ selon X' et (3) rotation de ϕ_2 selon Z' (figure II.25).

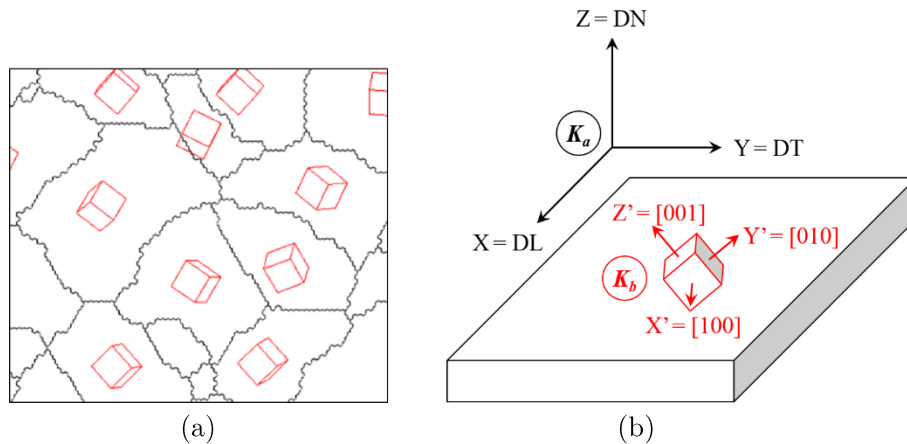


Figure II.24 – (a) Représentation des orientations cristallographiques de chaque monocristal (grain) dans l'échantillon et (b) définition des repères dans l'échantillon et dans chaque monocristal. Photo (a) tirée de [Baudin2010].

A partir de ces définitions, il est possible de décrire l'orientation cristallographique des grains de différentes manières : (i) suivant **une direction 1D** du repère de l'échan-

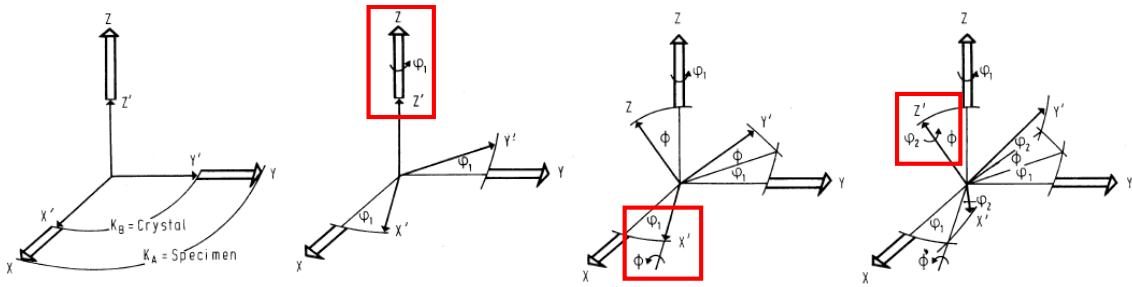


Figure II.25 – Définition des angles d'Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) selon Bunge [Bunge2013].

tillon (IPF), (ii) suivant **un plan** (2D) du repère de l'échantillon via une projection stéréographique (DPF) ou (iii) suivant **un repère** 3D dans l'espace d'Euler (ODF).

Les **figures de pôles inverses** (IPF) permettent de déterminer si des plans cristallographiques sont préférentiellement orientés selon une direction du repère de l'échantillon (figure II.26). Elles sont déterminées pour les trois directions du repère K_a de l'échantillon (DL,DT,DN). Ces cartographies sont donc intéressantes pour les échantillons fortement influencé par les déformations appliquées suivant une direction d'un procédé [Schwartz+2009]. De plus, cette représentation présente l'avantage de pouvoir visualiser à la fois les orientations cristallographiques suivant une direction et la microstructure (taille des grains, ...).

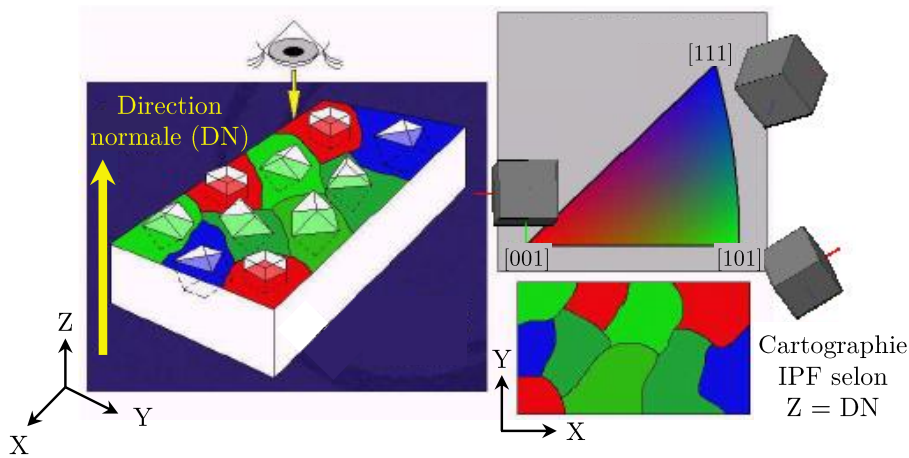


Figure II.26 – Construction d'une figure de pôle inverse (IPF) suivant la direction normale de l'échantillon.

Les **figures de pôles directes** (DPF) sont définies comme des projections stéréographiques, sur un plan de l'échantillon, de la distribution de la densité de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ (figure II.27) [Baudin2010]. Pour les matériaux CFC, les familles de plans considérées sont : $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$. L'accumulation de pôles sur une zone de la projection stéréographique montre s'il existe une orientation cristallographique préférentielle des grains. L'échelle est établie selon le MUD qui renseigne sur le nombre de points orientés selon une orientation donnée. Plus précisément, ce critère donne, pour une orientation donnée, l'écart entre le nombre de points obtenus pour l'échantillon et celui obtenus théoriquement pour un polycristal orienté aléatoirement [Proietti2016].

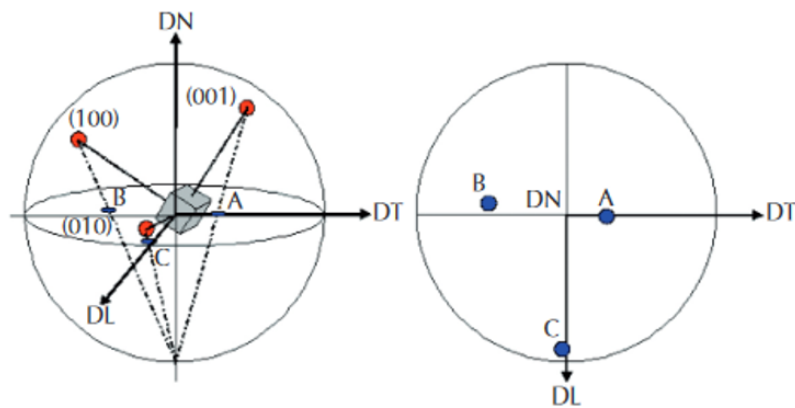


Figure II.27 – Construction d'une figure de pôle par projection stéréographique sur le plan DLDT de l'échantillon [Baudin2010].

La représentation des orientations cristallographiques par le biais des IPF et des DPF reste cependant limitée puisqu'il s'agit de projections 1D et 2D d'une orientation 3D. De ce fait, un résultat projeté suivant une direction ou un plan du repère de l'échantillon peut correspondre à plusieurs solutions d'orientations cristallographiques 3D [Schwartz+2009].

Pour décrire une orientation cristallographique complète d'un cristal, on utilise la **fonction de distribution d'orientation** (ODF pour *Orientation Density Function* en anglais). Elle fournit une représentation 3D des orientations cristallographiques dans l'espace d'Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) , dont la taille est fonction de la symétrie du cristal [Humphreys+2004]. Dans le cas d'un cristal de structure cubique, l'espace est défini tel que $0 < \phi_1, \phi, \phi_2 < \pi/2$. Chaque point de l'espace d'Euler représente une orientation cristalline $g(\phi_1, \phi, \phi_2)$ à laquelle est associée une densité d'orientation $F(g)$. Il est usuel de représenter cette fonction selon des coupes 2D tel que ϕ soit constant, avec un pas d'incrément de 5° .

Bien que l'interprétation des ODF ne permet pas une visualisation aisée de l'orientation cristallographique des grains, il s'agit d'une représentation qui permet d'identifier facilement des composantes de texture [Humphreys+2004]. Les matériaux CFC présentent des composantes de textures de déformation et de recristallisation spécifiques [Humphreys+2004]. Elles apparaissent généralement dans les sections $\phi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ et 65° (figure II.28).

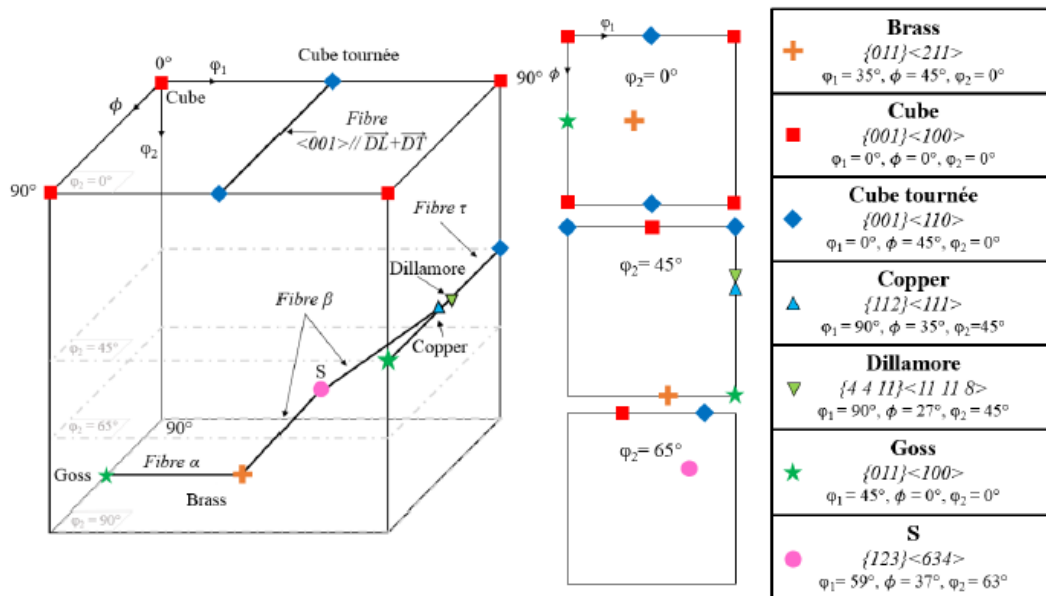


Figure II.28 – Représentation des composantes de texture des matériaux CFC dans l'espace d'Euler (3D) et selon des coupes 2D en faisant varier ϕ_2 [Verstraete2017].

II.3.3.4 Microscope électronique en transmission (MET)

Compte tenu de la taille nanométrique des précipités durcissants présents dans l'alliage Al2024 et de la finesse des évolutions de microstructure à l'interface, ces éléments de microstructure ne sont pas détectables au MEB. Leur caractérisation nécessite donc l'emploi de la microscopie électronique en transmission (MET) qui donne accès à une résolution plus fine (jusqu'à l'Angström pour les microscopes les plus performants [Williams+1996]).

Le mode image est utilisé pour l'observation d'éléments de taille nanométrique, tels que des précipités S mais aussi des joints et sous-joints de grains, ou encore des dislocations. Des analyses chimiques sont également réalisées, notamment pour différencier les précipités S (enrichissement en Cu et Mg) des dispersoïdes (enrichissement en Cu et Mn), ainsi que pour évaluer la diffusion des éléments à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V. La caractérisation de phase est réalisée au moyen de clichés de diffraction, ainsi que par le biais d'images en haute résolution. La haute résolution est notamment employée pour l'identification des zones GPB dans l'Al2024 (nano-hétérogénéités). Le principe de fonctionnement du MET est rappelé en annexe A.2.3.

L'observation des échantillons en MET s'est organisée en deux études.

La première étude s'intéresse à la **caractérisation de la précipitation fine de l'Al2024 dans le noyau soudé**. La taille, la distribution et la composition chimique des précipités S sont déterminées. De plus, la présence de zones GPB et de dislocations est évaluée.

Les lames minces sont préparées à partir de prélèvements réalisés dans le noyau par découpe électroérosion par fil. La méthode de préparation des lames minces est décrite en annexe A.2.1. L'observation des lames est ensuite menée sur deux machines différentes, suivant les besoins d'observation. La caractérisation des précipités S nanométriques

se fait sur un MET JEOL JEM 2100F équipé d'un système de microanalyse par spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS), tandis que l'observation des zones GPB nécessite l'utilisation d'un MET JEOL JEM-ARM 200F, équipé d'un détecteur EDS, qui donne accès à un mode d'imagerie haute résolution. Ces analyses sont réalisées à la plateforme de microcaractérisation Raimond Castaing (Toulouse).

La seconde étude porte sur la **caractérisation de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V**, dans le cadre d'une **collaboration** avec M^{me} Avettand Fénoël du laboratoire UMET (Université Lille 1). Les analyses consistent à évaluer la diffusion des éléments à l'interface, à caractériser la formation éventuelle d'une nouvelle phase et à identifier les mécanismes métallurgiques impliqués à l'interface.

Les lames sont prélevées de sorte à inclure la zone interfaciale et les alliages Al2024 et Ti-6Al-4V (figure II.28). Leur préparation se fait par amincissement par faisceau ionique (FIB pour *Focused Ions Beam*) au laboratoire IEMN (Université Lille 1). Elles sont ensuite observées au MET FEI Titan Themis du centre commun de microscopie de Lille. Ce dernier est équipé d'un détecteur EDS et d'un correcteur d'aberration qui donne accès à une résolution spatiale de l'ordre de 0,7 Å pour la réalisation d'images en haute résolution.

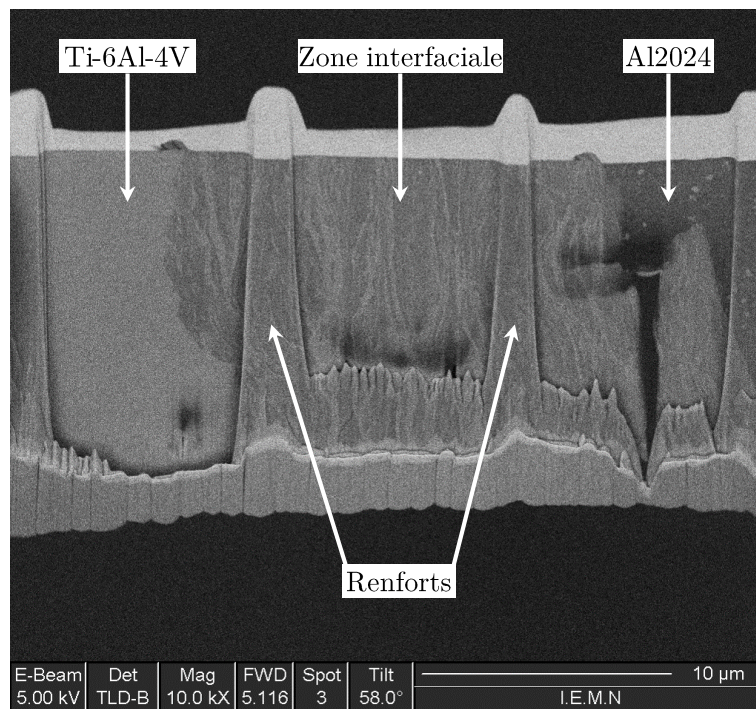


Figure II.29 – Lame mince composée de 3 fenêtres d'observation transparentes aux électrons et séparées par des renforts pour assurer sa consolidation.

II.3.3.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

En complément des observations menées par MET pour caractériser l'état de précipitation de l'Al2024, des essais par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont réalisés. Ils permettent d'évaluer la **fraction relative** des zones GPB et des précipités S au travers des différentes zones de la soudure. Cette approche **quantitative** a déjà été menée dans le cadre de thèses portant sur des thématiques similaires à mes travaux (soudage FSW de l'Al2024) [Bousquet2011 ; Genevois2004 ; Legrand2015]. L'objectif développé dans ce travail consiste à appliquer la même méthode, sur plusieurs soudures, afin d'évaluer l'influence des paramètres de soudage sur l'évolution de l'état de précipitation.

Principe

Largement utilisée pour étudier les transformations thermiques d'un polymère, la DSC convient également à l'étude des transformations de phase dans les métaux. Son principe est basé sur la mesure des **échanges thermiques produits** (réaction exothermique) ou **consommés** (réaction endothermiques) lors d'un cycle thermique imposé simultanément à un échantillon et une référence, celle-ci étant généralement vide. Dans notre cas, l'équipement se compose de deux fours dans lesquels sont disposés un échantillon et une référence laissée vide. L'ensemble est placé dans une enceinte calorifique qui impose un cycle thermique et s'assure que l'écart à la température ΔT entre l'échantillon et la référence soit nul. Lorsque l'échantillon subit des réactions, sa température évolue différemment comparée à la référence. Le flux thermique obtenu dans les courbes DSC représente ainsi la puissance fournie par le système pour compenser la différence de température entre l'échantillon et la référence à chaque instant t de l'analyse.

Comme présenté sur la figure II.30, la DSC convient à l'étude de l'état de précipitation de l'Al2024 car elle fait ressortir les pics (i) de dissolution des zones GPB (réaction endothermique), (ii) de précipitation de la phase S (réaction exothermique) et (iii) de dissolution de la phase S (réaction endothermique).

Machine et protocole d'essais

Les essais sont conduits sur une machine DSC 8500 Perkin Elmer, de l'ICA, à compensation de puissance. Ils sont réalisés sous argon afin d'éviter la dégradation (oxydation) des échantillons au cours de leur chauffage, ce qui pourrait altérer les quantités de phases dissoutes ou précipitées. Les échantillons sont positionnés dans des capsules en aluminium lors des essais. Le cycle thermique se compose de :

- Une montée en température jusqu'à 400°C en vue d'étudier les deux premiers pics relatifs à la dissolution des zones GPB et à la précipitation de la phase S. Au-delà d'environ 300°C, il est noté l'existence d'un troisième pic lié à la dissolution de la phase S (entre 300°C et 550°C) [Dixit+2007 ; Dixit+2009 ; Genevois+2005 ; Starink+2004]. En raison de sa température de fin de transformation élevée, ce pic n'est pas étudié car il n'est ni compatible avec l'utilisation de capsules en aluminium ($T_{solidus} \simeq 520^\circ\text{C}$), ni avec les dérives importantes de la ligne de base de la machine à haute température.

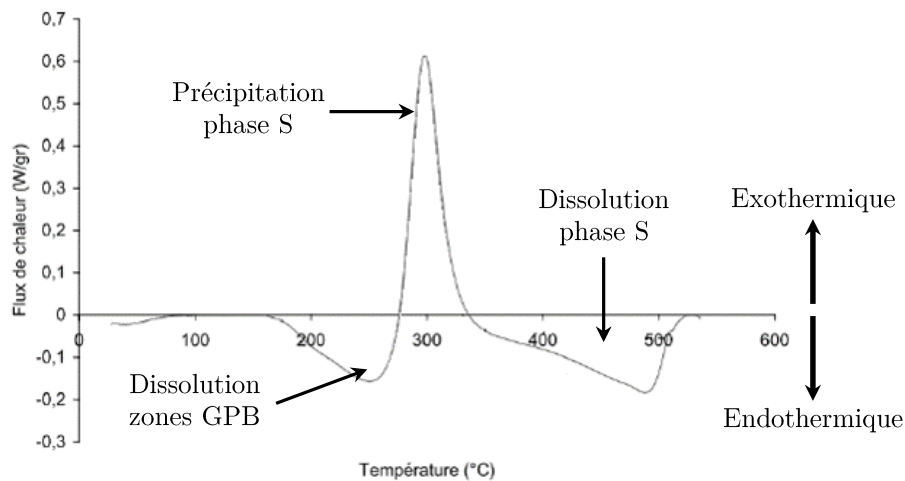


Figure II.30 – Courbe DSC d’une alliage Al2024 à l’état T3. Courbe tirée de la thèse de GENEVOIS [Genevois2004].

- Une vitesse de chauffage de 20°C/min. Il s’agit d’une valeur classique en DSC qui constitue un bon compromis pour l’exploitation des données. Le chauffage est suffisamment rapide pour obtenir des amplitudes de pic élevées et suffisamment lent pour éviter une surestimation trop importante des températures de transformation
- Un refroidissement où aucune condition n’est imposée et qui ne sera pas exploité

Avant de débiter la campagne d’essais, l’équipement est calibré à une vitesse de chauffage identique à celle appliquée aux essais DSC. Cette étape s’organise en deux phases. La première consiste à régler la ligne de base de la DSC de manière à ce que les puissances à fournir aux deux fours soient équivalentes. Ensuite, l’appareil est calibré en température et en enthalpie sur une référence. Elle est effectuée sur l’Indium ($T_f = 156,6 \text{ °C}$ et $\Delta H_f = 28,4 \text{ J/g}$) car sa température de fusion correspond à la gamme de température étudiée.

La réalisation successive de cycles thermiques conduit à la dérive de la ligne de base, en raison des contraintes internes générées dans les fours. Pour s’affranchir de ces perturbations, des essais à blanc, c’est-à-dire sans échantillon, sont réalisés après deux analyses à la suite. Cela permet, lors de l’exploitation des résultats, de redresser le signal mesuré en soustrayant la ligne de base qui caractérise la dérive de la machine.

Préparation des échantillons

Pour une meilleure définition de la ligne de base, chaque analyse est réalisée avec des échantillons de masse relativement identique. Dans notre cas, elle est ajustée entre 15 et 20 mg. Ces échantillons sont prélevés perpendiculairement à la direction de soudage et répartis transversalement de sorte à caractériser l’évolution de l’état de précipitation au travers des différentes zones de soudage. L’usinage est effectué par électroérosion par fil sur une profondeur de 30 mm de cordon de soudure. Plusieurs prélèvements de 1 mm de largeur, sont réalisés (figure II.31). Afin de coïncider au mieux avec l’aspect des zones de soudage, ils sont réalisés en biais, hormis celui extrait du noyau.

Néanmoins, des incertitudes persistent quant à la position réelle des prélèvements par rapport au centre de la soudure. Ces dernières sont liées aux approximations de positionnement de l'échantillon pour la découpe. Pour recaler la position des prélèvements vis à vis de leur distance par rapport au centre de la soudure, les prélèvements seront préparés métallographiquement et observés au microscope optique pour évaluer la position réelle des prélèvements.

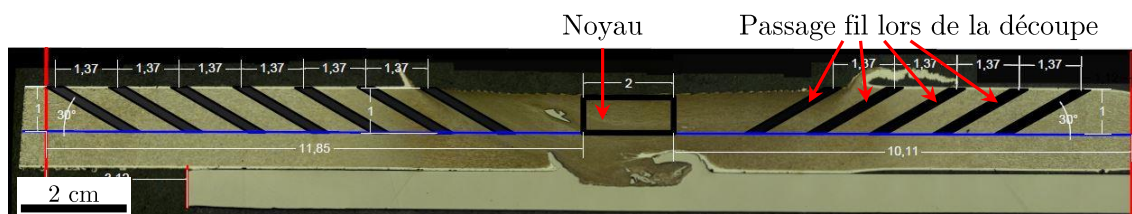


Figure II.31 – Plan de découpe, défini sur une coupe transversale, pour le prélèvement des échantillons à analyser par DSC. Les traits correspondent au passage du fil de diamètre 0,1 mm. Les dimensions sont données en mm.

Exploitation des résultats

L'exploitation des résultats de DSC consiste à déterminer l'aire des pics endothermique (notée A) et exothermique (notée B) (figure II.31). Leur délimitation se fait à partir de l'intersection entre la courbe DSC et la ligne de base, déterminée au préalable. Cette dernière représente la capacité calorifique C_p de l'échantillon qui varie avec l'augmentation de la température. Ainsi, pour être plus représentatif des propriétés thermiques des matériaux, les lignes de base 1 et 2 sont concaténées, puis lissées (figure II.31).

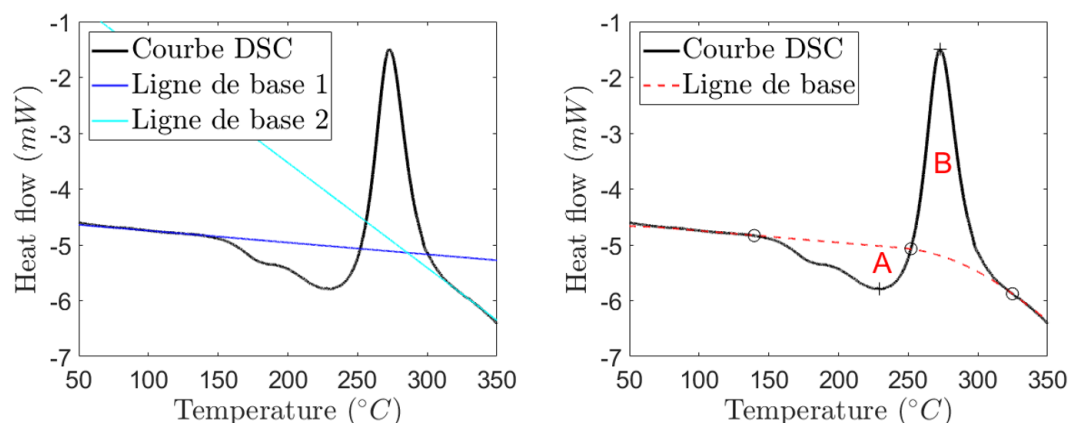


Figure II.32 – Détermination des aires des pics de dissolution (A) et de précipitation (B) à partir des intersections entre la courbe DSC et la ligne de base.

L'aire des pics étant proportionnelle à la quantité de phase dissoute ou précipitée, il est possible d'évaluer la fraction relative des zones GPB et des précipités S. Il est d'abord supposé que l'alliage Al2024 à l'état T3 contient la quantité maximale de zones

GPB et aucun précipités S [Briez2018 ; Genevois2004]. Cela implique que les aires des pics de dissolution A_0 et de précipitation B_0 du métal de base sont maximales. Elles sont donc choisies comme référence. Dès lors, les fractions relatives en zones GPB (f_{GPB}) et en précipités S (f_S) sont définies telles que :

$$f_{GPB} = \frac{A}{A_0} \quad \text{et} \quad f_S = \frac{B_0 - B}{B_0}$$

Où A et B sont respectivement les aires des pics de dissolution et de précipitation des échantillons soudés et A_0 et B_0 celles choisies comme référence (métal de base).

II.3.4 Caractérisation du comportement mécanique

Les propriétés mécaniques sont déterminées à l'échelle globale (essais de traction-cisaillement) et locale (mesures de micro-dureté) des joints soudés. De plus, l'instrumentation des essais de traction par corrélation d'images est mise en place de sorte à évaluer la contribution du flux de matière et/ou de la microstructure sur le comportement mécanique globale des soudures.

II.3.4.1 Micro-dureté

Des mesures de micro-dureté sont réalisées dans le but de caractériser les **propriétés mécaniques locales** des alliages en lien avec les évolutions de microstructure. Deux types de filiations sont réalisées : (i) des filiations **longitudinales** dans l'alliage Al2024, sur toute la longueur de recouvrement des soudures, et (ii) des filiations **transversales**, au centre de la soudure, sur toute son épaisseur Al2024/Ti-6Al-4V (figure II.33). Notons que les mesures effectuées sur les matériaux à l'état de réception ont révélé, dans l'alliage Al2024, une baisse de dureté à mi-épaisseur de la tôle. Afin de s'affranchir des éventuelles variations de dureté initiale en lien avec la position de la filiation, les résultats seront exprimés en pourcentage de dureté (%dureté), tel que :

$$\%durete = \frac{(HV - HV_0)}{HV_0} \times 100 \quad (\text{II.3})$$

Avec HV et HV_0 respectivement les duretés mesurées dans les zones soudées (ZAT, ZATM et noyau) et la dureté initiale.

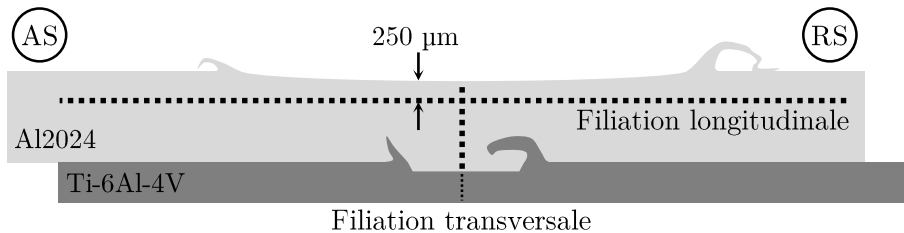


Figure II.33 – Filiations de dureté longitudinale et transversale.

Une machine automatique de microdureté Micromet 5104 (Buehler), de l'ICA, est utilisée. Les mesures consistent en des essais de dureté **Vickers** avec un indentateur en diamant et de forme pyramidale à base carré. Une faible **charge de 25 gf**, appliquée pendant 10 s, est choisie afin de réduire la distance entre deux indentations et ainsi pouvoir détecter les variations locales de microstructure [Khalilabad+2018]. La préparation des échantillons est détaillée en annexe A.2.1.

II.3.4.2 Essai de traction-cisaillement

L'essai employé pour déterminer les propriétés mécaniques des soudures en transparence est l'essai de traction-cisaillement. Les échantillons sont prélevés perpendiculairement à la direction de soudage. Compte tenu de la configuration en transparence, des sollicitations en **cisaillement**, en plus de celles en **traction**, sont générées au cours de l'essai. C'est pourquoi celui-ci est désigné d'essai de traction-cisaillement. Etant donné que la section n'est pas constante sur l'ensemble de l'éprouvette, seule la **charge maximale à rupture** est relevée et aucune contrainte n'est calculée. Par ailleurs, leur géométrie rend difficile le positionnement d'un extensomètre. Le déplacement est donc seulement enregistré par le biais du **déplacement de la traverse**.

A ce jour, aucune norme relative aux soudures FSW produites en transparence ne spécifie de mode opératoire pour leur caractérisation mécanique. Par conséquent, les conditions d'essais de traction-cisaillement, ainsi que les dimensions des éprouvettes sont choisies en se basant sur les paramètres les plus largement utilisés dans la littérature [Chen+2008 ; Jana+2010 ; Picot+2017].

Les essais sont réalisés, à température ambiante, sur une machine de traction électromécanique Instron 5800 R, de l'ICA, qui admet une capacité de charge maximale de 30 kN en traction. Ils sont effectués avec une vitesse de déplacement de la traverse fixée à **1 mm.min⁻¹**. Des éprouvettes **rectangulaires de 20 mm de largeur** sont usinées par découpe jet d'eau (figure II.34). Leur épaisseur n'étant pas constante, elles ne sont pas alignées correctement dans la machine de traction. Des talons, provenant des tôles des métaux de base, sont collés aux extrémités des éprouvettes en vue de compenser leur épaisseur (figure II.34). Dans la machine, des mors auto-serrant sont utilisés pour assurer le maintien et éviter le glissement des talons en cours d'essais.

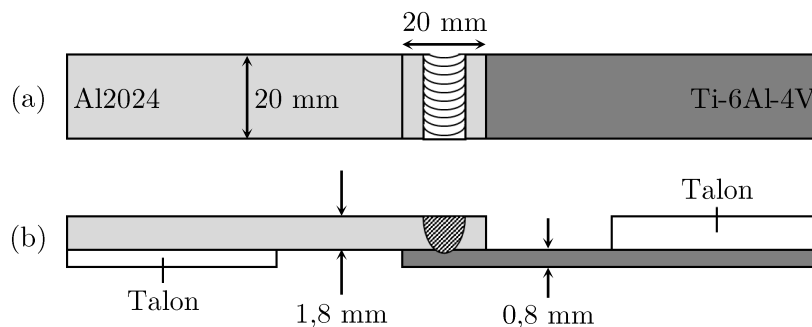


Figure II.34 – Dimensions des éprouvettes de traction-cisaillement : (a) vue du dessus et (b) vue en coupe transverse.

II.3.4.3 Corrélation d'images

En parallèle des essais de traction-cisaillement, des essais de corrélation d'images sont réalisés. Cette technique de mesure sans contact révèle, à l'aide d'une caméra, le champ de déplacement, sur une zone de l'éprouvette, pendant l'essai. Par la suite, le traitement informatique des données récoltées permet d'évaluer le **champ de déformation** sur la zone analysée [Schreier+2009]. Les zones de localisation de la déformation peuvent ainsi être identifiées et mettre en évidence les régions de faiblesse des soudures.

Une caméra CCD est positionnée face à la **tranche de l'éprouvette** afin de déterminer les déformations locales au niveau des **différentes zones de soudage** (ZAT, ZATM et noyau) et au niveau des **crochets de Ti-6Al-4V**. Parmi les trois éprouvettes de traction prévues par condition de soudage, seule une éprouvette est traitée via cette technique. Au préalable, les éprouvettes nécessitent d'être préparées pour permettre à la caméra de suivre le déplacement d'un point entre plusieurs images successives. L'état de surface ne doit donc pas être uniforme mais posséder une texture aléatoire. Pour cela, un **mouchetis** est réalisé sur la tranche de l'éprouvette. Cette dernière est d'abord rendue uniforme en appliquant une couche de peinture noire, avant d'y déposer un jet de peinture blanche afin de créer une répartition aléatoire de points. Un fond noir a été préféré à un fond blanc pour éviter les reflets qui pourraient perturber la qualité des images enregistrées. L'acquisition des images est réalisée à une fréquence d'acquisition de 10 Hz. Pour le traitement des données, le logiciel VIC-2D est choisi.

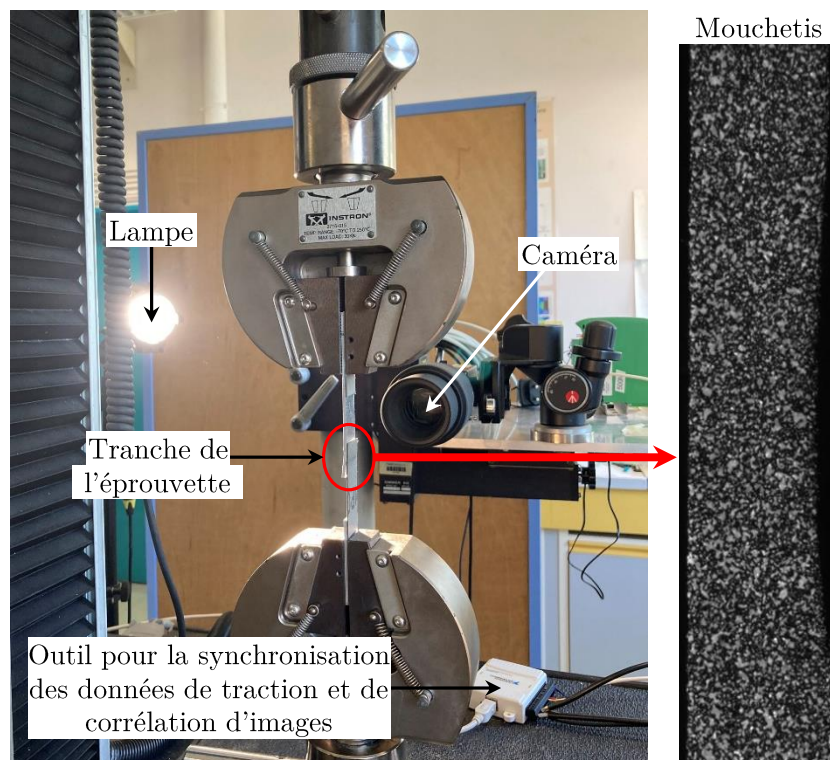


Figure II.35 – Dispositif expérimental pour les essais de corrélation d'images.

II.4 Récapitulatif des caractérisations réalisées sur les soudures FSW

Le tableau II.4 récapitule les **caractérisations** menées dans l'Al2024, le Ti-6Al-4V et à l'interface des soudures. Il précise les informations recueillies et les moyens expérimentaux utilisés. Le graphique II.36 reprend, quant à lui, les **paramètres de soudage** étudiés et détaille le type de caractérisations réalisé. Notons qu'en plus des soudures, l'**état initial** des métaux de base est également caractérisé via les différentes techniques. Il sert de référence pour évaluer les modifications engendrées par le soudage FSW.

La majorité des analyses portent sur la caractérisation de la microstructure de l'alliage Al2024. Cette voie d'étude a en effet été privilégiée car elle représente la partie de l'assemblage susceptible de s'endommager en premier, compte tenu de sa résistance mécanique plus faible par rapport à celle du Ti-6Al-4V. L'étude de l'interface représente également une partie du travail conséquente, qui vise à évaluer si le procédé FSW peut établir une continuité métallurgique à travers l'assemblage.

La caractérisation de l'Al2024 et de l'interface nécessitent des analyses fines (échelle du nanomètre) sur des moyens expérimentaux, pour la plupart, externalisés. Par conséquent, en raison du budget restreint alloué à ce projet de thèse, ces analyses ont été réalisées sur uniquement 2 ou 3 conditions opératoires (figure II.36).

- + Microscopie optique, MEB-interface et Ti-6Al-4V, dureté, traction-cisaillement, corrélation d'images
- + Thermographie IR
- * Tomographie à rayons X
- ▲ MEB-Al2024, EBSD, MET-Al2024, DSC
- ▼ Microsonde de Castaing
- ★ MET-interface

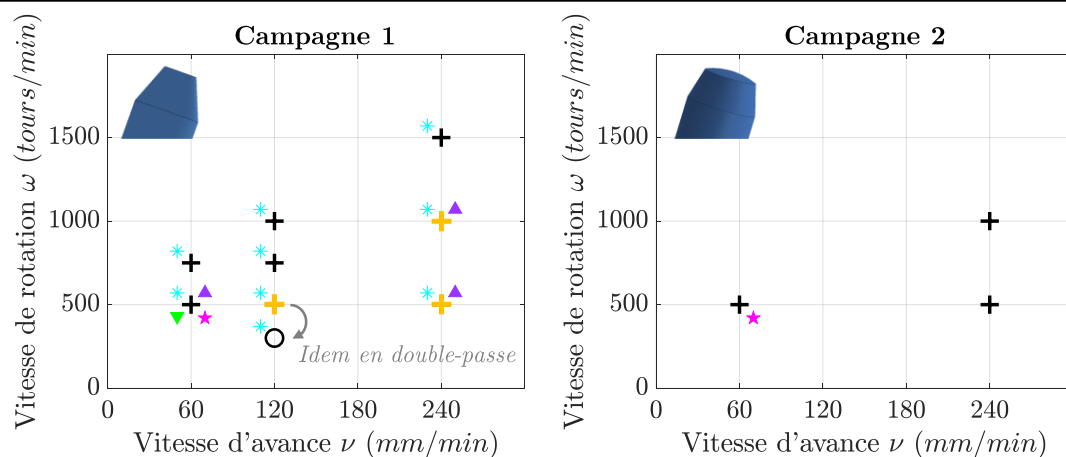


Figure II.36 – Synthèse des techniques expérimentales employées dans ces travaux de thèse en fonction des paramètres de soudage FSW étudiés.

Table II.4 – Synthèse des caractérisations conduites sur les soudures Al2024/Ti-6Al-4V.

Flux de matière et microstructure à l'échelle macroscopique		Microstructure (échelles mésoscopique à nanoscopique)		Comportement mécanique	
Informations	Techniques	Informations	Techniques	Informations	Techniques
Al2024	Mouvements de matière	Grains (taille, forme, orientation cristallographique et désorientations internes)	Microscopie optique et EBSD	Propriétés mécaniques locales	Micro-dureté HV _{0,025}
	Zones de soudage	Phases grossières (taille, composition chimique et distribution)	MEB-EDS		
Ti-6Al-4V	Distribution du Ti-6Al-4V (crochets et fragments)	Précipités fins (taille, composition chimique, distribution et fractions relatives)	MET et DSC		
	Défauts (porosités)	Structure des dislocations	MET	Propriétés mécaniques globales	Traction-cisaillement
Interface		Grains (taille, forme et déformation plastique)	MEB		
		Morphologie de l'interface	MEB	Champs de déformation en traction-cisaillement	Corrélation d'images
		Analyses chimiques	Microsonde de Castaing		
		Microstructure (taille des grains, diffusion, identification de phases)	MET		

Etude du comportement mécanique des soudures

Introduction	91
III.1 Comportement mécanique des soudures FSW	92
III.1.1 Caractérisation des propriétés mécaniques en traction-cisaillement	92
III.1.1.1 Influence des paramètres FSW	93
III.1.1.2 Modes de rupture associées	97
III.1.2 Caractérisation des mécanismes de rupture par corrélation d'images	100
III.1.2.1 Mode de rupture à l'interface	101
III.1.2.2 Mode de rupture dans l'Al2024	102
III.1.2.3 Mode de rupture dans le Ti-6Al-4V	103
III.1.2.4 Mode de rupture le long du clad d'Al pur	104
III.1.3 Synthèse : identification des hétérogénéités critiques	105
III.2 Flux de matière	106
III.2.1 Caractérisation des mouvements de matière	106
III.2.1.1 Influence de l'outil	106
III.2.1.2 Influence des vitesses d'avance, de rotation et de la double- passe sur les crochets	108
III.2.1.3 Influence des vitesses d'avance et de rotation sur le clad	114
III.2.1.4 Synthèse des caractérisations	116
III.2.2 Scénario du flux de matière	117
III.2.2.1 Hypothèses	117
III.2.2.2 Mécanismes d'écoulement de matière	118
III.2.2.3 Influence des paramètres FSW	121
III.2.3 Synthèse : cartographie des évolutions du flux de matière	123
III.3 Déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V	124
III.3.1 Microstructure initiale du Ti-6Al-4V	125
III.3.2 Microstructure du Ti-6Al-4V soudé avec un pion plat	126
III.3.2.1 Région I sollicitée en compression-cisaillement	126

III.3.2.2	Région II sollicitée en traction-cisaillement	129
III.3.3	Microstructure du Ti-6Al-4V soudé avec un pion hémisphérique	131
III.3.4	Synthèse : rôles de l'outil FSW	133
III.4	Critères de rupture	134
III.4.1	Modes de rupture associés à la formation de crochets	134
III.4.2	Modes de rupture associés au film de clad	140
III.5	Conclusion du chapitre	142

Ces travaux de thèse étant dédiés à l'optimisation des propriétés mécaniques d'une soudure FSW Al2024/Ti-6Al-4V en transparence, ce chapitre est consacré à la présentation des résultats de **caractérisation mécanique**. Le rôle des différentes évolutions métallurgiques générées lors du soudage sur le comportement mécanique des joints soudés sera évalué et l'impact des **paramètres FSW** sera discuté. En particulier, la compréhension des relations paramètres FSW - évolutions métallurgiques à différentes échelles - propriétés mécaniques permettra d'identifier des **voies d'optimisation** à la tenue mécanique des joints soudés.

Ce chapitre est la reprise d'un **article publié** dans Elsevier : « Investigations on the material flow and the role of the resulting hooks on the mechanical behaviour of dissimilar friction stir welded Al2024-T3 to Ti-6Al-4V overlap joints. Journal of Materials Processing Technology, 2021, vol. 292, p.117057 (doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2021.117057) » [Geyer+2021]

Introduction

Le comportement mécanique des soudures FSW nécessite d'être appréhendé comme celui d'une **structure soudée** plutôt que comme celui d'un matériau continu et homogène. En effet, la présence de discontinuités (interface, défauts de soudage, ...) ainsi que les inhomogénéités de microstructure produites lors du soudage génèrent des phénomènes d'endommagement spécifiques aux soudures.

Le traité *Mécanique et Ingénierie des Matériaux* appliqué au domaine de la métallurgie et la mécanique du soudage [Blondeau2001], identifie et classe plusieurs causes d'endommagement menant à la rupture des structures soudées, détaillées ci-dessous.

Etat de l'art : causes de rupture des structures soudées

Les risques de rupture des structures soudées sont associées à :

- Des hétérogénéités **géométriques** qui sont liées à la présence de **défauts** (porosités, fissures, ...). Elles créent une discontinuité dans la soudure et génèrent des zones de concentration de contraintes. Une rupture **fragile** se produit lorsque la fissure, issue des défauts, atteint une taille critique.
- Des hétérogénéités **métallurgiques** qui proviennent des évolutions de microstructures à l'origine d'un gradient de propriétés mécaniques à travers la soudure. Ces hétérogénéités sont mesurées par le *mismatching*, défini en soudage par fusion comme le rapport entre la limite d'élasticité du métal de base et celle de la zone fondue. En soudage FSW, sa définition peut s'étendre au rapport des limites d'élasticité entre les différentes zones adjacentes (métal de base/ZAT, ZAT/ZATM et ZATM/noyau). Cet effet tend à favoriser l'initiation d'une déformation plastique au niveau des zones présentant le mismatching le plus important. Le comportement mécanique associé est généralement **ductile**.
- Des hétérogénéités **chimiques** qui peuvent être associées, en soudage par fusion, à l'utilisation d'un métal d'apport de nature différente des métaux à souder. Dans le cas du soudage hétérogène, la formation de nouvelles phases (composés intermétalliques) présentant une faible ténacité constitue une source d'endommagement. Par ailleurs, la présence d'un revêtement (Alclad, ...) ou d'une couche d'oxydes non dissoute après soudage peuvent également être considérées comme des hétérogénéités chimiques. Pour ces deux cas, la rupture se produit avec une déformation plastique limitée et le comportement mécanique de la structure est **fragile**.

Par conséquent, la réponse d'une structure soudée à une sollicitation mécanique est complexe car elle dépend de nombreux facteurs. Certains ont une origine purement **opératoire** (formation de défauts liés à une mauvaise maîtrise des paramètres procédé) tandis que d'autres proviennent d'évolutions **métallurgiques**. En FSW les évolutions liées au **flux de matière** s'ajoutent aux facteurs à maîtriser. Dans ces travaux, l'instrumentation des essais de traction-cisaillement par corrélation d'images permettra d'identifier les **parties soudées** impliquées dans l'endommagement des soudures et dégagera ainsi les **voies d'analyses** à investiguer pour appréhender les relations procédé FSW - évolutions métallurgiques à différentes échelles (flux de matière et microstructure) - comportement mécanique.

III.1 Comportement mécanique des soudures FSW

III.1.1 Caractérisation des propriétés mécaniques en traction-cisaillement

Les propriétés mécaniques des soudures FSW sont évaluées par un essai de **traction-cisaillement**. Pour chaque condition opératoire, trois éprouvettes de traction sont testées. Avant de commenter l'influence des paramètres FSW sur les propriétés mécaniques des soudures, la **dispersion** des résultats des cordons de soudure est évaluée.

La figure III.1 fait apparaître les trois courbes de traction obtenues au début, au milieu et à la fin du joint soudé, pour deux conditions de soudage différentes. Les résultats admettent une légère **dispersion** en termes de charge et d'allongement à rupture. Par ailleurs, la pente de la courbe, correspondant à la **rigidité** de la structure (exprimée en N/mm), varie. Ces deux types de dispersion sont constatés sur l'ensemble des conditions de soudage étudiées et se manifestent sans tendance particulière entre le début, le milieu et la fin des cordons (figures III.1.a et b). Elles peuvent être associées à un effet de prélèvement (soudure non uniforme le long du cordon) et/ou à des imprécisions de mesure du déplacement. Pour rappel (cf. partie II.3.4.2), la géométrie des éprouvettes ne permet pas l'acquisition du déplacement par extensomètre. Le déplacement est donc mesuré via celui de la traverse.

Par la suite, seule une courbe de traction par condition de soudage sera tracée, par souci de lisibilité. Celle possédant la meilleure tenue mécanique est choisie.

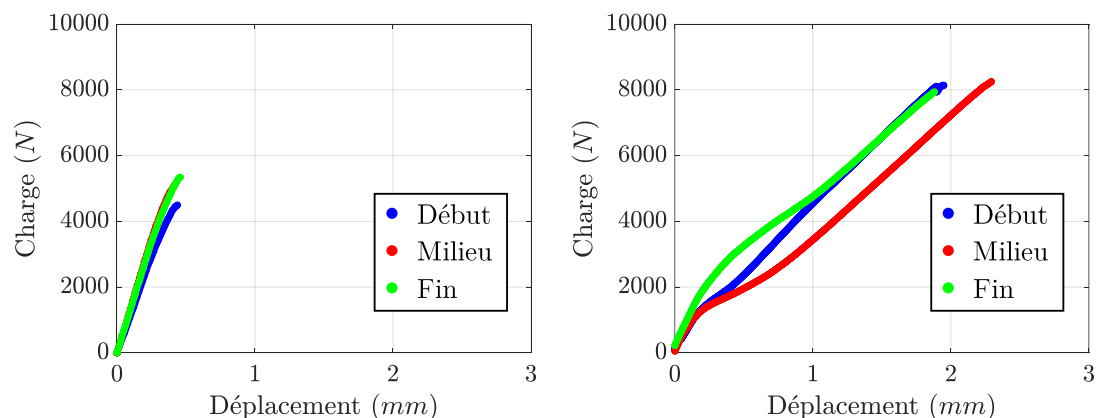


Figure III.1 – Dispersion des résultats le long du cordon de soudure pour deux conditions de soudage différentes.

A partir des résultats d'essais de traction-cisaillement, l'efficacité des soudures est évaluée en calculant le **coefficient de joint**, noté f_e . Tel que défini dans la norme NF EN ISO 25239-4 de 2012 (*Soudage par friction malaxage - Aluminium - Partie 4 : Descriptif et qualification des modes opératoires de soudage*), ce coefficient qualifie le niveau de performance des joints soudés en comparant la charge à rupture des soudures par rapport à celle du métal de base susceptible de s'endommager en premier. Dans le

cas du soudage Al2024-T3/Ti-6Al-4V, l'Al2024 est donc choisi comme référence et le coefficient de joint f_e (%) est défini tel que :

$$f_e = \frac{F_{soudure}}{F_{Al2024-T3}} \times 100 \quad (\text{III.1})$$

Avec $F_{soudure}$ (N) et $F_{Al2024-T3}$ (N) respectivement les charges à rupture des soudures et de l'Al2024-T3 (tel que $F_{Al2024-T3} = 16600$ N).

III.1.1.1 Influence des paramètres FSW

Dans ces travaux, 17 conditions opératoires différentes sont étudiées. Pour simplifier leur lecture, la présentation des résultats s'articulera en deux temps : les paramètres principaux (vitesse d'avance, vitesse de rotation et outil) et les paramètres secondaires (nombre de passes et mode de chargement AS/RS).

Paramètres principaux

Les courbes de traction associées aux paramètres principaux sont tracées en figure III.2 et sont comparées à la courbe de traction de l'Al2024. Pour l'ensemble des paramètres étudiés, le comportement mécanique des structures soudées est à tendance **fragile** (peu de déformation plastique). Par ailleurs, deux comportements mécaniques distincts sont notés, selon l'**outil** de soudage utilisé :

- Pion **plat** (campagne 1) : les soudures présentent une rigidité proche de celle de l'Al2024 (figure III.2.a). Le léger décalage entre les courbes (figure III.2.b) est attribuable aux méthodes différentes de mesure du déplacement (extensomètre pour l'Al2024 contre déplacement traverse pour les soudures). Le comportement mécanique des soudures semble donc être gouverné par celui de l'**Al2024**. En revanche, les valeurs de charge et de déplacement à rupture des soudures sont bien inférieures à celles de l'Al2024. Les coefficients de joint sont compris entre 17 et 35%, tandis que les déplacements à rupture n'excèdent pas les 0,6 mm (figure III.2.b).
- Pion **hémisphérique** (campagne 2) : le comportement mécanique des soudures diffère de celui de l'Al2024 (figure III.2.a). La partie zoomée des courbes de traction montre un changement de pente qui se manifeste pour de faibles valeurs de déplacement (voir flèche rouge sur la figure III.2.b). Certaines zones commencent probablement à se déformer plastiquement, expliquant ainsi ce transfert de charge (diminution de la rigidité des soudures). Les propriétés mécaniques qui en résultent sont améliorées en termes de charges et de déplacements à rupture par rapport aux soudures produites avec un pion plat. Les coefficients de joint s'étendent alors entre 29 et 50% (figure III.2.b).

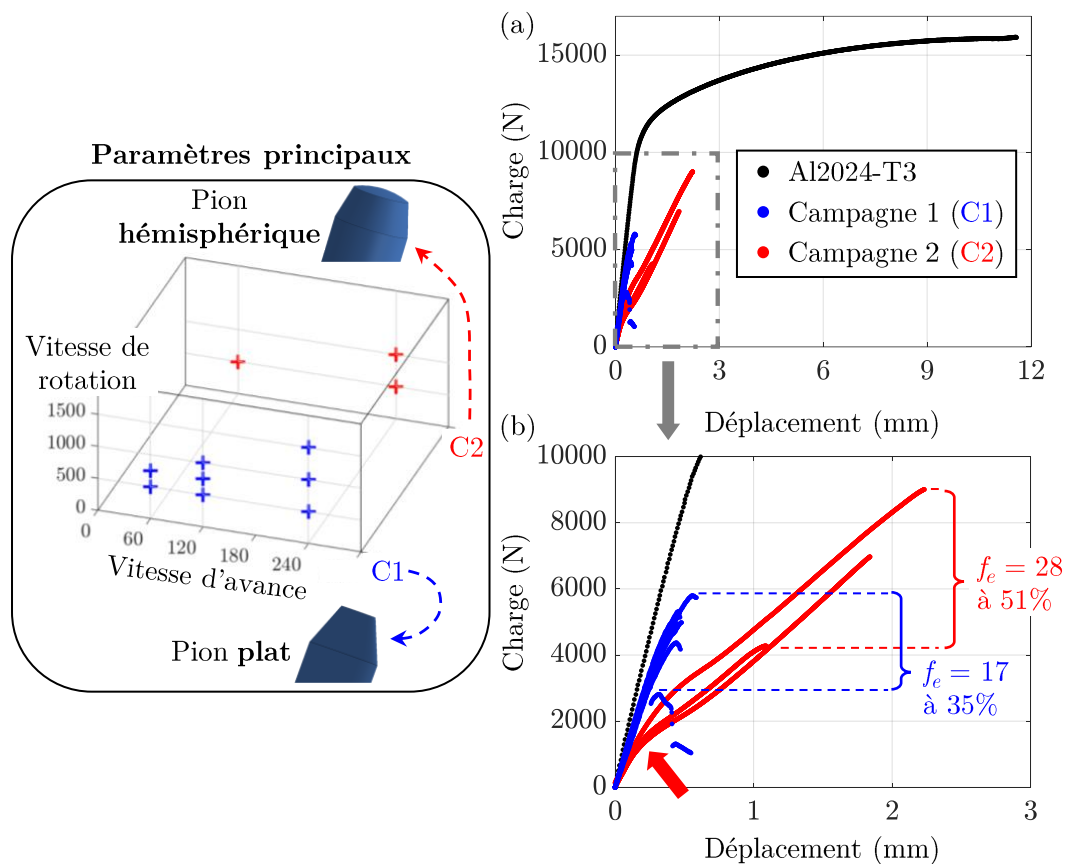


Figure III.2 – Effet des paramètres principaux (voir encadré) sur les propriétés mécaniques des soudures : (a) vue globale et (b) vue zoomée.

Même si pour une géométrie de pion donnée, les courbes de traction rendent compte de comportements mécaniques proches, les résultats de charge à rupture montrent également une certaine sensibilité aux **vitesse d'avance et de rotation**. Leur effet est mis en évidence sur les figures III.3 et III.4, respectivement pour les soudures produites avec un pion plat et un pion hémisphérique. Les résultats obtenus pour chaque condition opératoire (moyenne des trois éprouvettes de traction testées) sont indiqués. Ces valeurs sont ensuite interpolées de sorte à présenter les résultats sous forme de cartographies de la distribution des charges à rupture. Les tendances suivantes sont observées :

- Pion **plat** (campagne 1) : la charge à rupture augmente avec la diminution de la vitesse de rotation et l'augmentation de la vitesse d'avance, c'est-à-dire pour des soudures dites « **froides** »
- Pion **hémisphérique** (campagne 2) : la tendance précédente n'est pas vérifiée. Cette fois-ci, la soudure présentant l'apport de chaleur le plus faible (soudure « froide ») coïncide avec la charge à rupture minimale. A l'inverse, l'augmentation de l'apport de chaleur engendre une hausse de la charge à rupture. En particulier, la valeur maximale est obtenue pour une **faible vitesse d'avance**

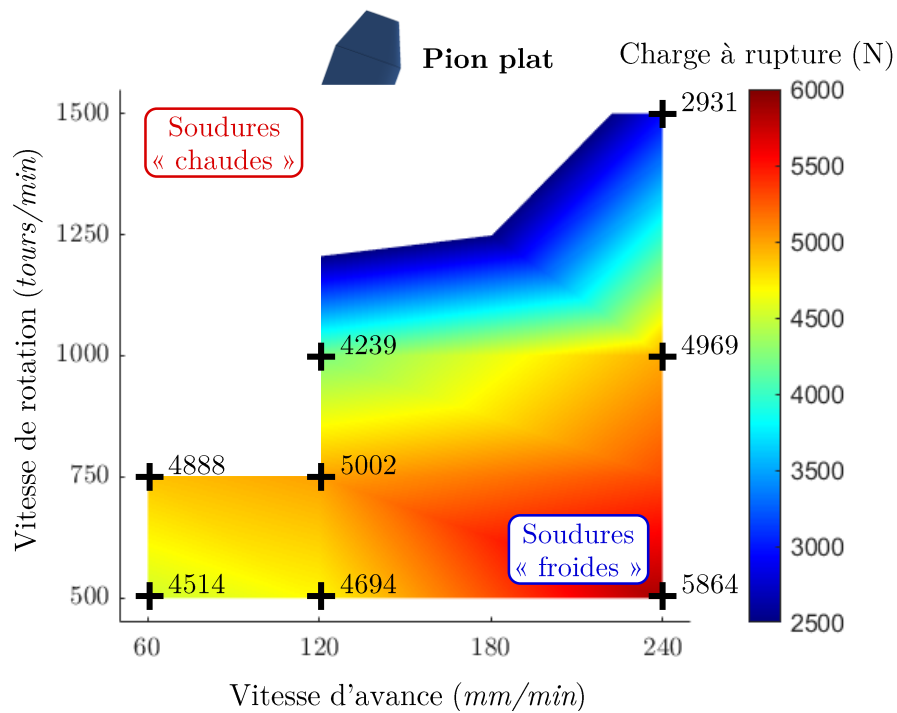


Figure III.3 – Soudures produites avec un pion plat (campagne 1) : cartographie de la charge à rupture en fonction des vitesses d'avance et de rotation.

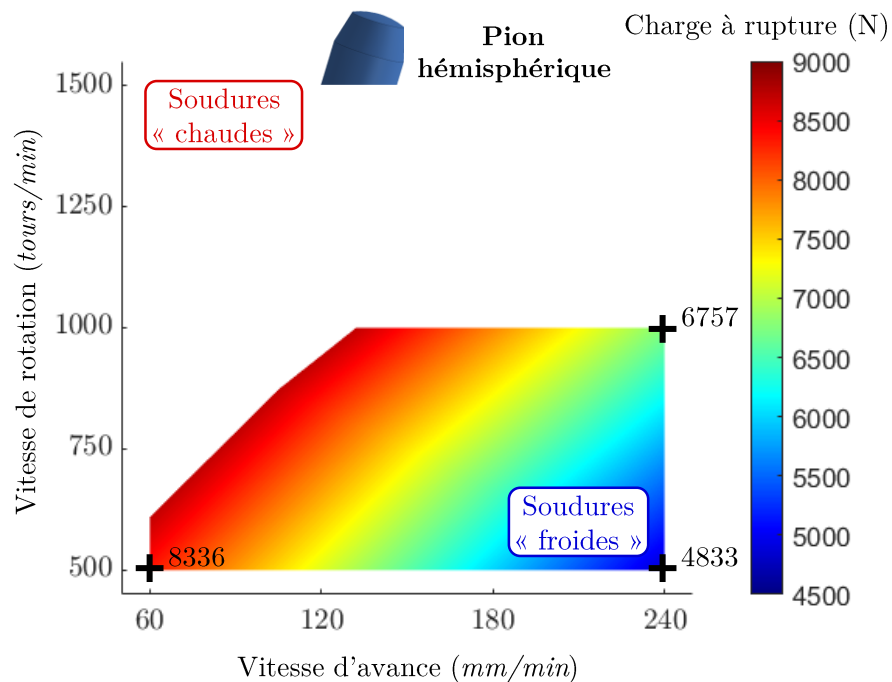


Figure III.4 – Soudures produites avec un pion hémisphérique (campagne 2) : cartographie de la charge à rupture en fonction des vitesses d'avance et de rotation.

Paramètres secondaires

L'influence des paramètres secondaires (double-passe et mode de chargement) est évaluée sur quelques conditions de soudage (voir encadré de la figure III.5). De manière générale, le comportement mécanique est **inchangé** : les soudures présentent un comportement mécanique globalement fragile (figures III.5.a, b et c) et les valeurs de coefficients de joint restent du même ordre de grandeur (figure III.5.d). Quelques effets peuvent toutefois être notés :

- Effet du **nombre de passes** : diminution de la charge à rupture avec la réalisation d'une double-passe (figure III.5.a)
- Effet du **mode de chargement AS/RS** : suivant les conditions de soudage, de meilleurs résultats sont obtenus soit dans le mode de chargement AS (figure III.5.d-(v)), soit dans le mode de chargement RS (figure III.5.d-(iii)) ou alors peu d'effet est constaté (figure III.5.d-(i),(iv),(vi))

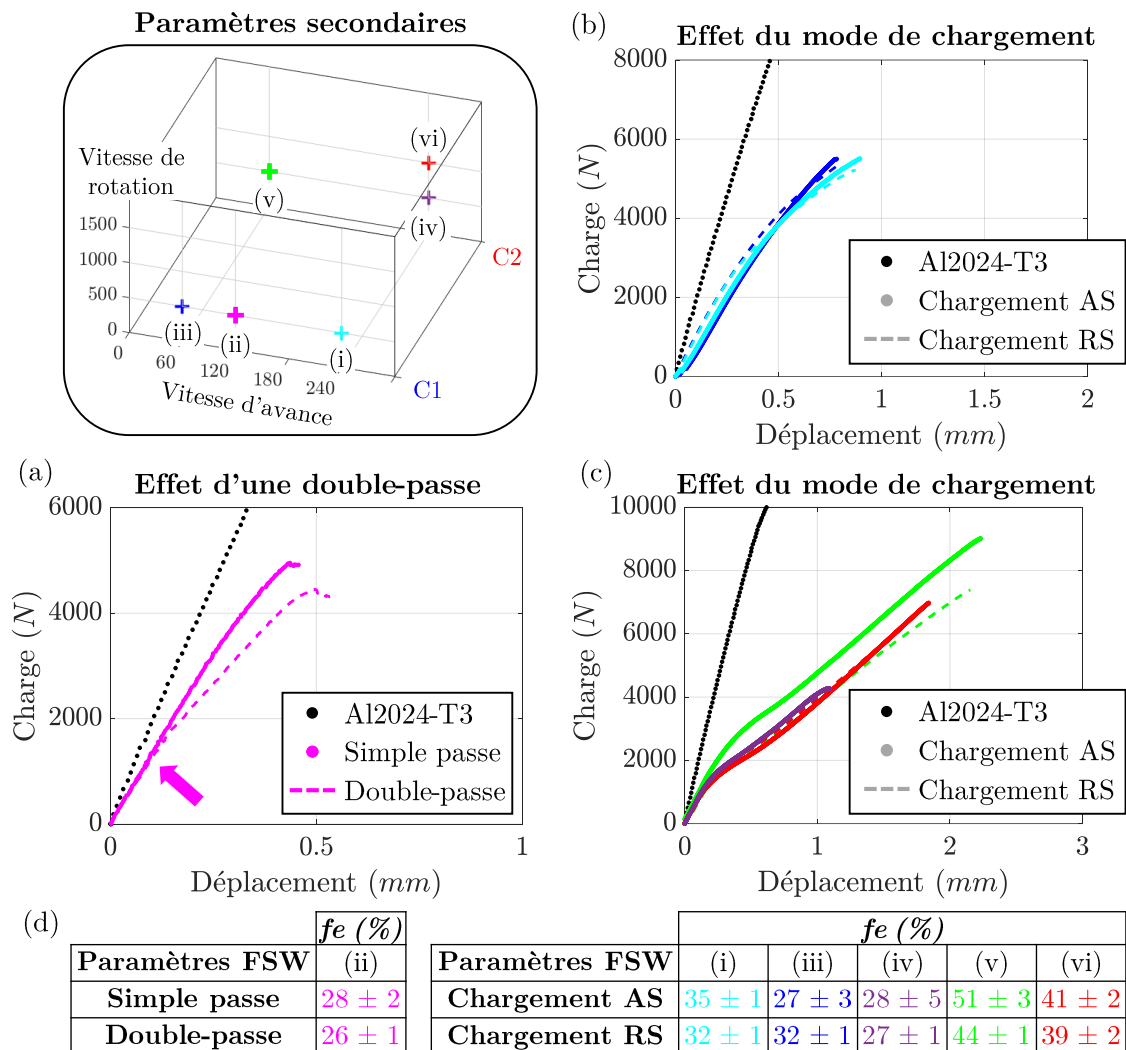


Figure III.5 – Effet des paramètres secondaires (voir encadré) sur les propriétés mécaniques des soudures : (a) nombre de passes et (b,c) mode de chargement AS/RS et (d) tableaux comparatifs des coefficients de joint f_e .

Pour résumer, les paramètres **principaux** impactent de façon plus significative la tenue mécanique des soudures. L'outil modifie le comportement mécanique des structures soudées tandis que les vitesses d'avance et de rotation influent sur la charge maximale admise par ces dernières. A l'inverse, aucune tendance significative ne ressort clairement des résultats des paramètres secondaires.

Pour les conditions de soudage testées, ces derniers **ne semblent donc pas constituer une voie d'optimisation** à la tenue mécanique des soudures. Par ailleurs, il est constaté que la totalité des soudures présentent un comportement **fragile** associé à une rupture brutale des joints soudés. En particulier, différents modes de rupture sont obtenus et sont décrits ci-après.

III.1.1.2 Modes de rupture associées

Sur les 22 conditions opératoires étudiées, quatre modes de rupture sont répertoriés :

- Rupture à l'**interface** Al2024/Ti-6Al-4V (figure III.6.a) provoquant la rupture des crochets de Ti-6Al-4V
- Rupture dans l'**Al2024**, dans la région du noyau soudé (figure III.6.b)
- Rupture dans le **Ti-6Al-4V**, sous la partie du noyau soudé (figure III.6.c)
- Rupture le long du **clad d'Al pur** (figure III.6.d). L'observation des éprouvettes rompues au microscope optique montre en effet que le noyau d'Al2024 est toujours soudé au Ti-6Al-4V. Le clad est visible sur chaque face de l'éprouvette

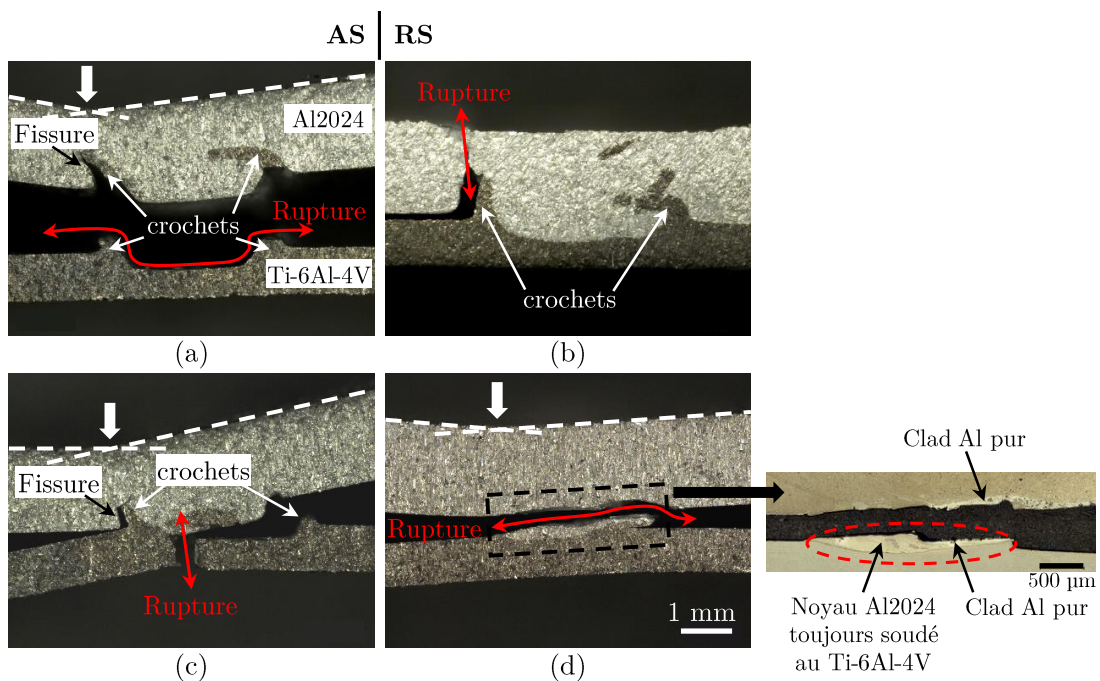


Figure III.6 – Photos des modes de rupture : (a) à l'interface, (c) dans l'Al2024, (c) dans le Ti-6Al-4V et (d) le long du clad d'Al pur. Les flèches rouges indiquent la direction de propagation de la fissure ayant mené à la rupture finale.

Il est précisé qu'aucune striction des éprouvettes n'est observée. En revanche, il est systématiquement constaté la **flexion** de la tôle d'Al2024 du côté AS (indiquée par les flèches blanches sur la figure III.6).

La répartition des modes de rupture en fonction des paramètres FSW et les courbes de traction associées sont données en figures III.7.a et b. La rupture le long du clad est exclusivement obtenue pour les soudures produites avec un pion hémisphérique (sans crochet). Elle conduit ainsi aux propriétés mécaniques les plus élevées. Les ruptures à l'interface, dans l'Al2024 et dans le Ti-6Al-4V sont rencontrées pour les soudures réalisées avec un pion plat et donnent lieu à de plus faibles propriétés mécaniques. Notons également que les éprouvettes caractérisées par ces modes de rupture possèdent un comportement mécanique similaire pouvant être associé à la présence de crochets, visibles en figures III.6.a, b et c.

Ainsi, la simple observation des éprouvettes de traction rompues met en évidence que les **crochets** et le **clad d'Al pur** jouent un rôle prépondérant dans les mécanismes de rupture. Leur contribution est plus clairement appréhendée à partir des résultats de corrélation d'images, présentés dans la partie suivante.

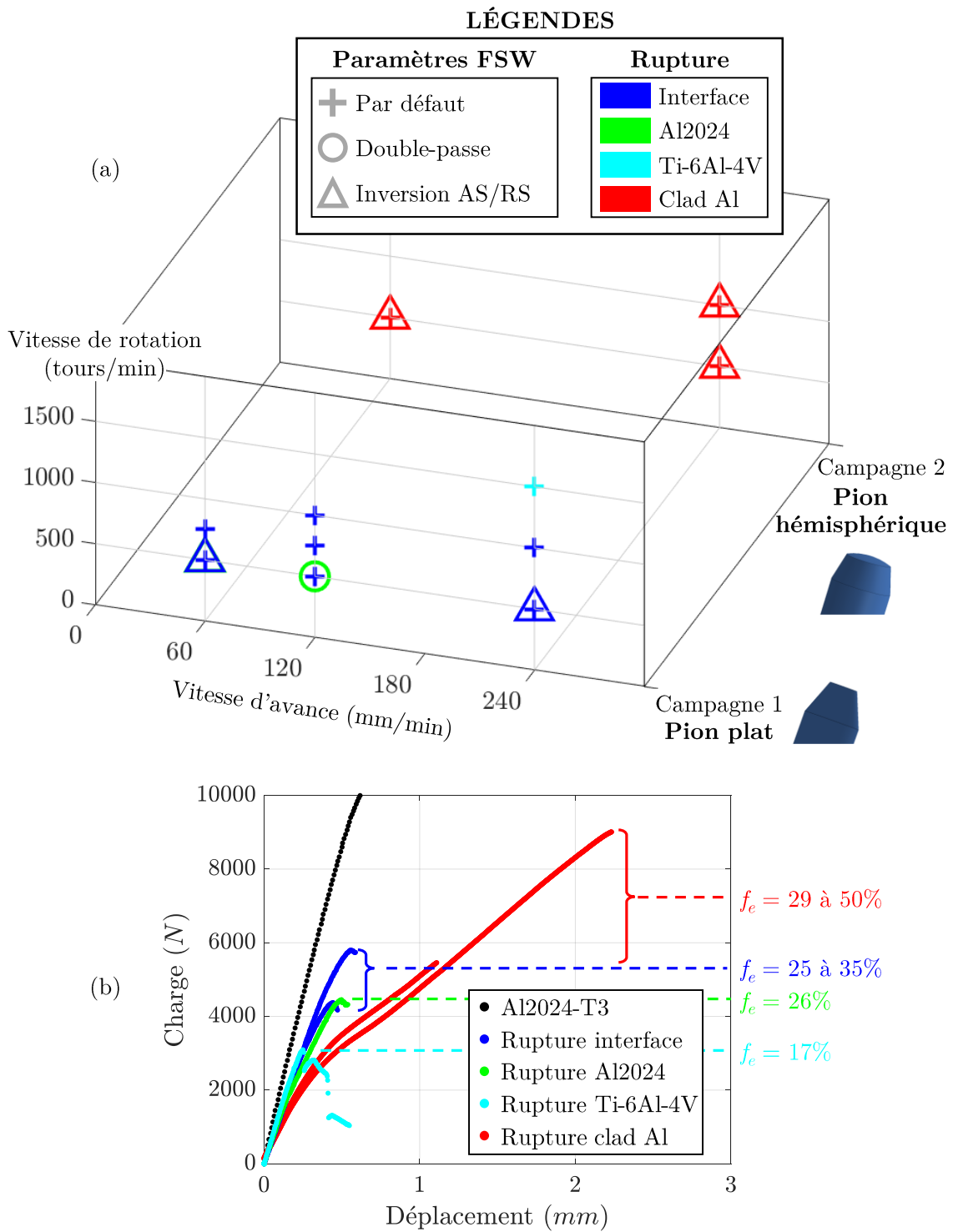


Figure III.7 – (a) Répartition des modes de rupture en fonction des paramètres FSW et (b) courbes de traction associées (pour les modes de rupture à l'interface et le long du clad d'Al pur, seules les courbes de traction admettant les charges maximales et minimales sont tracées).

III.1.2 Caractérisation des mécanismes de rupture par corrélation d'images

Pour chaque mode de rupture, les différentes étapes de déformation, enregistrées par corrélation d'images, sont présentées et reliées aux courbes de traction (synchronisation des mesures).

L'ensemble des modes de rupture présente en commun la première étape de déformation qui conduit au « décollement » des parties non soudées (à l'extérieur du noyau). Cette étape est inhérente à la géométrie d'assemblage en transparence. Elle provient de la non-uniformité d'épaisseur le long de l'éprouvette qui génère un **moment** lors de l'alignement des tôles (figure III.8). En conséquence, deux zones de flexion sont créées. Elles conduisent systématiquement à la déformation permanente de l'Al2024 qui présente alors un aspect fléchi (signalé en figure III.6 par les lignes en pointillés blanches). A l'inverse, dans le Ti-6Al-4V aucune flexion (déformation permanente) n'est observée sur les éprouvettes rompues ce qui indique que les déformations qui s'y développent sont essentiellement élastiques.

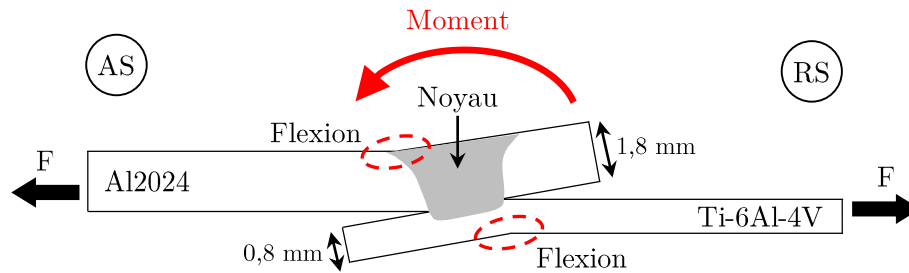


Figure III.8 – Déformations inhérentes aux éprouvettes de traction soudées par transparence.

III.1.2.1 Mode de rupture à l'interface

La figure III.9 fait apparaître les étapes différentes étapes (notées⁽ⁱ⁾) menant à la rupture de l'éprouvette et la courbe de traction associée.

Suite au décollement des tôles⁽¹⁾, la déformation commence par se localiser au niveau des **crochets AS et RS**⁽²⁾. Elle s'amplifie sous l'effet de l'augmentation de la flexion de l'éprouvette jusqu'à l'**amorçage d'une fissure le long du crochet AS**⁽³⁾. Cette fissuration coïncide avec le changement de pente observé sur la courbe de traction.

Du côté RS, le crochet retarde la création d'une fissure⁽³⁾. Néanmoins, la déformation plastique s'y accentue jusqu'à provoquer sa **rupture par cisaillement**⁽⁴⁾. La fissure se propage ensuite brusquement à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V.

La **rupture** se produit lorsque la fissure en provenance du côté RS rejoint celle amorcée le long du crochet AS. En particulier, le changement d'orientation de l'éprouvette (alignement des tôles) conduit soit à l'expulsion du crochet AS de la plaque d'Al2024, soit à sa rupture.

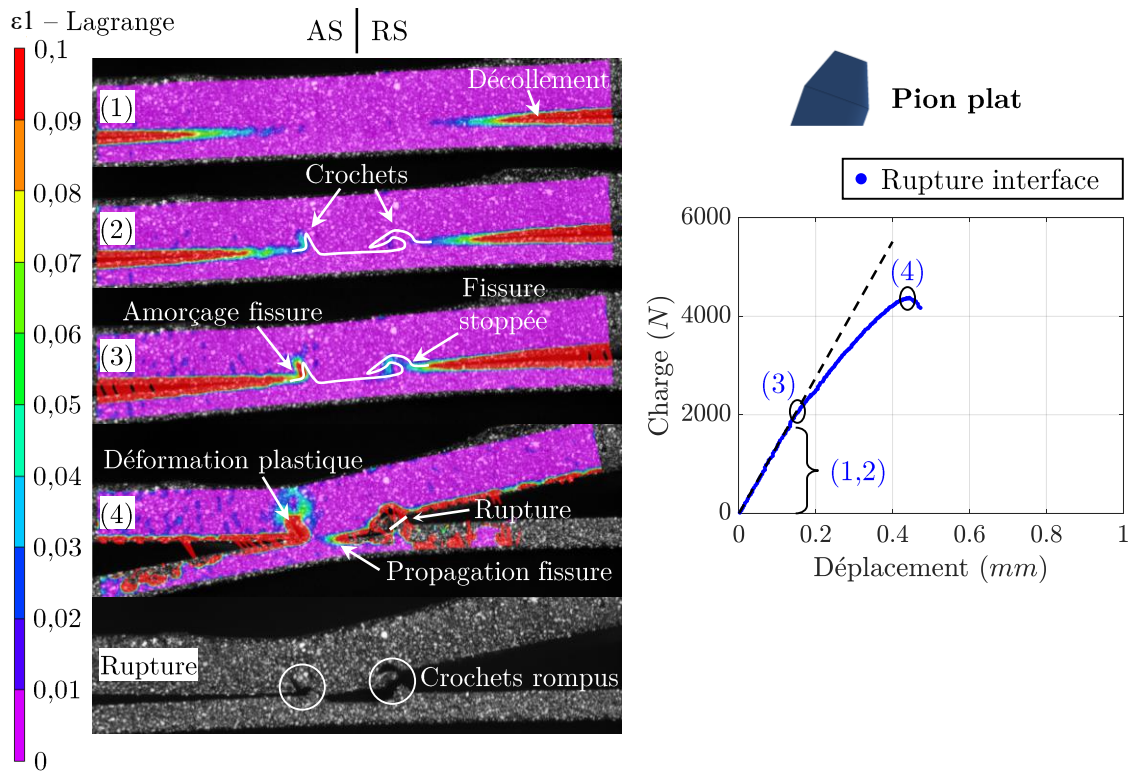


Figure III.9 – Rupture brutale à l'interface : évolution des champs de déformation et courbe de traction associée. ϵ_1 représente la déformation principale.

III.1.2.2 Mode de rupture dans l'Al2024

La figure III.10 fait apparaître les étapes différentes étapes (notées⁽ⁱ⁾) menant à la rupture de l'éprouvette et la courbe de traction associée.

A la différence du mode de rupture à l'interface, la première étape⁽¹⁾ est suivie par la localisation de la déformation uniquement au niveau du **crochet AS**⁽²⁾.

Un changement de pente est également observé, en lien avec l'**amorçage d'une fissure**⁽³⁾ le long du crochet AS. Cette dernière progresse ensuite jusqu'au sommet du crochet avec l'augmentation de la flexion des tôles.

Elle conduit finalement à la rupture de l'éprouvette suite à sa **propagation brutale dans l'Al2024**⁽⁴⁾. Par conséquent, contrairement au mode de rupture à l'interface, aucune fissure n'est initiée du côté RS en raison du crochet qui semble jouer un rôle d'**ancrage mécanique**.

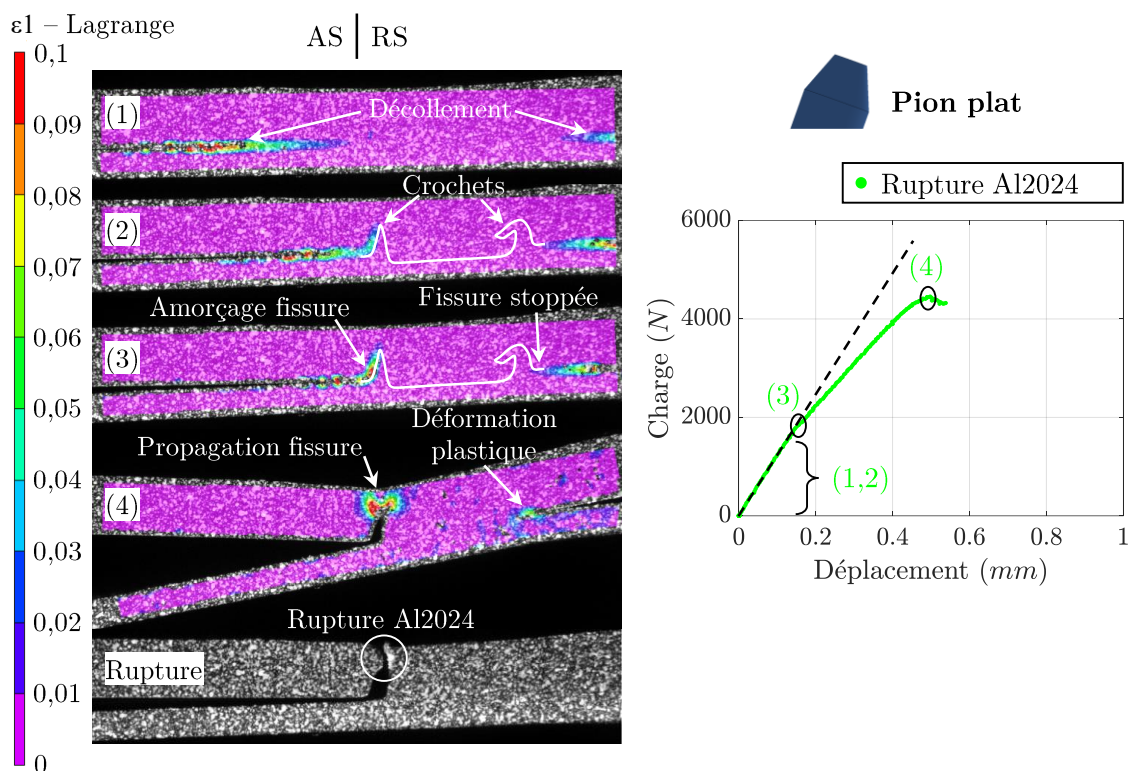


Figure III.10 – Rupture brutale à travers l'Al2024 : évolution des champs de déformation et courbe de traction associée. ε_1 représente la déformation principale.

III.1.2.3 Mode de rupture dans le Ti-6Al-4V

La figure III.11 fait apparaître les étapes différentes étapes (notées⁽ⁱ⁾) menant à la rupture de l'éprouvette et la courbe de traction associée.

Comme pour le mode de rupture à l'interface, la flexion des tôles conduit à la localisation de la déformation au niveau des crochets AS et RS⁽²⁾ et à l'amorçage d'une fissure le long du crochet AS⁽³⁾.

Cependant l'étape 3 est en plus associée à l'**amorçage et à la propagation immédiate d'une fissure à travers le crochet RS**⁽³⁾. Ce dernier semble n'offrir **aucune résistance à la propagation d'une fissure**. Cette propagation soudaine est à l'origine de la première chute de charge sur la courbe de traction.

La fissure se propage ensuite le long de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V. La majeure différence avec le mode de rupture à l'interface réside dans la propagation finale de cette fissure. Celle-ci ne se répand pas jusqu'au crochet AS mais **bifurque à travers la tôle de Ti-6Al-4V**⁽⁴⁾ où la rupture se produit. Cette étape est associée à la seconde chute de charge sur la courbe de traction.

Il est précisé que les résultats de corrélation d'images n'indiquent aucune déformation antérieure dans cette partie de l'éprouvette qui présagerait ce scénario. De plus aucun défaut « macroscopique » n'est détecté sur les éprouvettes de traction rompues. Ceci suggère donc la présence de **défauts** de type fissures ou micro-porosités dans le Ti-6Al-4V, fragilisant la soudure.

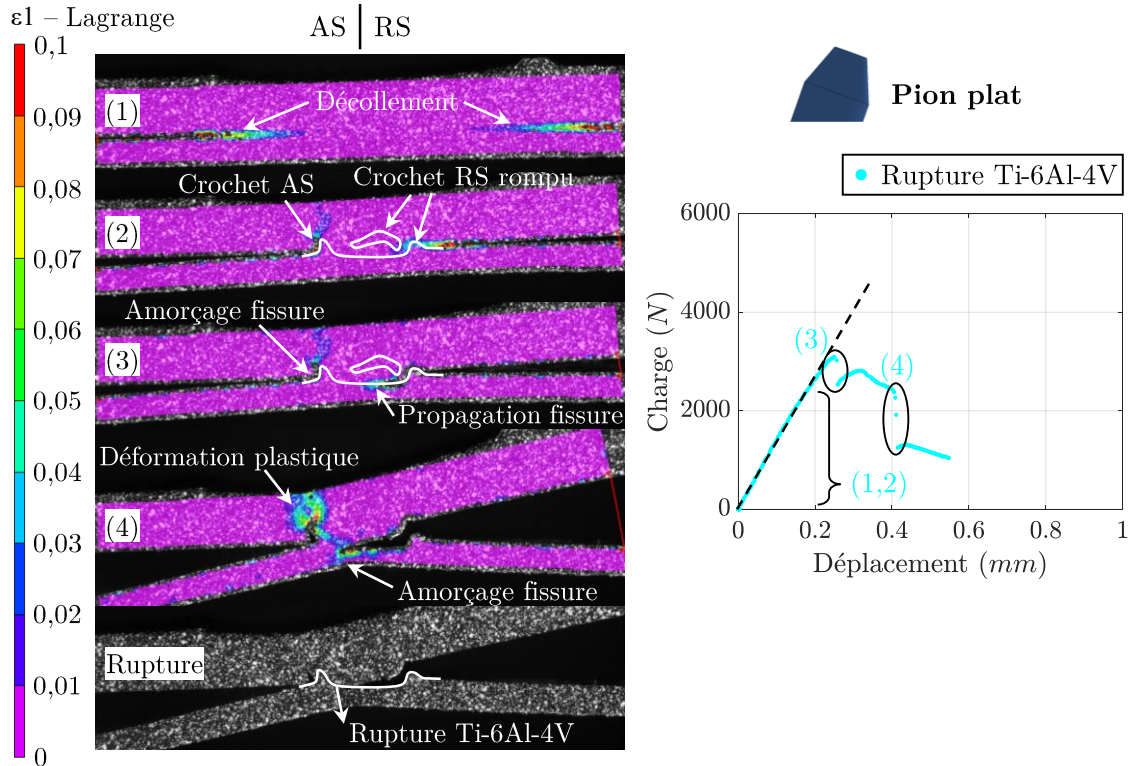


Figure III.11 – Rupture brutale à travers le Ti-6Al-4V : évolution des champs de déformation et courbe de traction associée. ϵ_1 représente la déformation principale.

III.1.2.4 Mode de rupture le long du clad d'Al pur

La figure III.12 fait apparaître les étapes différentes étapes (notées⁽ⁱ⁾) menant à la rupture de l'éprouvette et la courbe de traction associée.

Le changement de pente observé correspond à nouveau au décolllement des tôles.

Contrairement aux modes de rupture précédents, aucune zone de concentration de contraintes ne se dégage des champs de déformation. A la place, le décolllement des tôles⁽¹⁾ conduit à la localisation de la déformation plastique aux **extrémités du noyau soudé**⁽²⁾.

L'augmentation du déplacement génère par la suite des **déformations selon la direction X**⁽³⁾ dans l'Al2024.

Ces déformations s'accroissent ensuite dans le noyau soudé. La résolution de l'analyse ne permet pas de discerner s'il s'agit de l'interface ou du clad. Néanmoins, la présence de clad sur chaque face de l'éprouvette rompue (figure III.6.d) indique que la **déformation et donc la fissuration se propage le long du clad d'Al pur**⁽⁴⁾ où la rupture se produit.

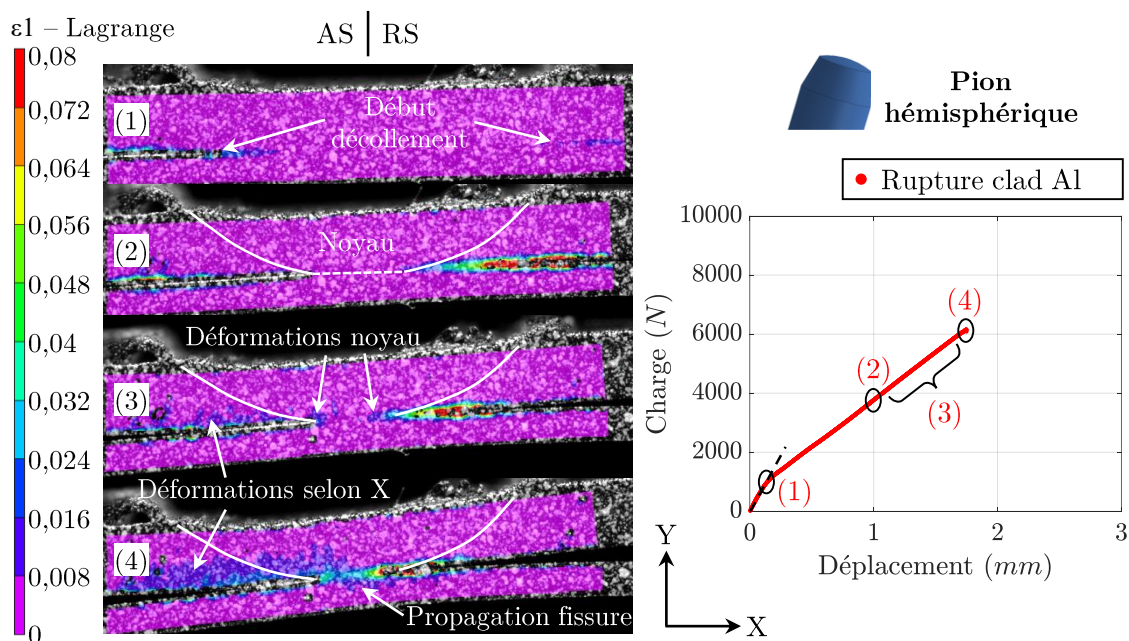


Figure III.12 – Rupture brutale le long du clad : évolution des champs de déformation et courbe de traction associée. ϵ_1 représente la déformation principale.

III.1.3 Synthèse : identification des hétérogénéités critiques

La description des mécanismes de rupture a mis en évidence qu'**aucune déformation plastique significative** ne se développait dans les parties Al2024 et Ti-6Al-4V des soudures. Par conséquent, les évolutions microstructurales communément rencontrées en soudage (hétérogénéités métallurgiques) ne semblent pas influencer pas le comportement mécanique des joints soudés. En effet, le développement de la plasticité est entravé par la présence de **discontinuités** dans les soudures qui génèrent des phénomènes d'**endommagement** à l'origine du comportement fragile des soudures. En particulier, trois sites d'amorçage de fissure sont distingués :

- Au niveau des **crochets** AS et RS (figures III.13.a et b) qui génèrent des zones de concentration de contraintes. Ils peuvent ainsi être assimilés à des **hétérogénéités géométriques**.
- Au niveau du Ti-6Al-4V sous le crochet AS (figure III.13.c). Cette partie de la soudure correspond à une zone fortement déformée lors du soudage. En particulier, l'absence de défaut macroscopique (fissures, macro-porosités, ...) laisse supposer la présence d'hétérogénéités à l'échelle de la microstructure résultantes de l'**endommagement du Ti-6Al-4V**.
- Au niveau du **clad d'Al pur** (figure III.13.d) qui semble non dissous et forme une **hétérogénéité chimique** dans la soudure.

Par conséquent, dans la suite de ce manuscrit seule les contributions des crochets, du clad et du Ti-6Al-4V seront évaluées en lien avec les propriétés mécaniques. En particulier la figure III.13, qui synthétise les résultats de corrélation d'images, met en évidence que les caractéristiques des crochets semblent impacter le site d'amorçage de fissures dans les éprouvettes et donc les propriétés mécaniques finales des joints soudés.

Les parties suivantes seront ainsi consacrées à l'étude de l'influence des paramètres FSW sur les évolutions liées au **flux de matière** (crochet, clad) et générées dans le **Ti-6Al-4V**, avant d'identifier les différents critères de rupture résultants de ces évolutions.

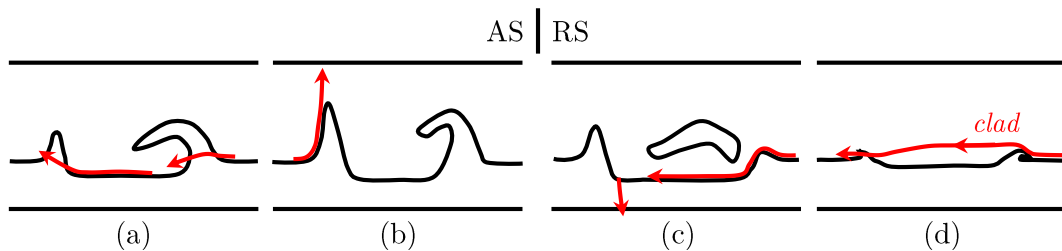


Figure III.13 – Récapitulatif des sites d'amorçage de fissures à l'origine des différents modes de rupture : (a) à l'interface, (b) dans l'Al2024, (c) dans le Ti-6Al-4V et (d) le long du clad d'Al pur.

III.2 Flux de matière

Lors du soudage, le flux de matière généré autour de l'outil réarrange les matériaux à l'interface. Dans le cas du soudage Alclad 2024/Ti-6Al-4V, ce « mélange » concerne à la fois la tôle d'Al2024, le clad d'Al pur revêtu sur celle-ci ($\simeq 50 \mu\text{m}$ en surfaces supérieure et inférieure) et la tôle de Ti-6Al-4V. Leur malaxage conduit à :

- La formation de deux **crochets** de Ti-6Al-4V qui pénètrent dans l'Al2024
- La redistribution du **film de clad** dans le noyau

L'objectif de cette partie est d'évaluer l'influence des paramètres FSW sur ces évolutions liées au flux de matière et leur effet sur le comportement mécanique des soudures (partie III.4). Par ailleurs, ces résultats de caractérisation (crochets et film de clad) serviront de traceurs pour investiguer les mouvements de matière générés lors du soudage et permettront de proposer un **scénario du flux de matière**. En particulier, la compréhension des relations paramètres FSW - flux de matière donnera une vision plus éclairée des caractéristiques des crochets et du film de clad pouvant être obtenues, dans le but d'identifier des voies d'**optimisation** à la tenue mécanique des soudures.

III.2.1 Caractérisation des mouvements de matière

L'influence de l'outil, des vitesses d'avance et de rotation et de la double-passe sont évaluées à partir des caractéristiques des crochets et de l'évolution de la position du film de clad. Ces mouvements de matière sont investigués par des techniques de caractérisation 2D et 3D. Les coupes transversales (2D), obtenues au microscope optique, permettent de caractériser la morphologie et la répartition des crochets et du film de clad à **une position** du cordon de soudure. A l'inverse, la tomographie à rayons X (3D) donne une **description globale** du « mélange » Al2024/Ti-6Al-4V sur plusieurs millimètres de cordon (prélèvement $\simeq 30 \text{ mm}$). Il est précisé que le manque de contraste chimique entre l'Al2024 et l'Al pur ne permet pas d'évaluer l'évolution de la distribution du film de clad par tomographie à rayons X.

III.2.1.1 Influence de l'outil

La figure III.14 présente l'influence de la longueur de l'outil (1,9 mm et 2,0 mm) et de la géométrie de l'extrémité du pion (plat et hémisphérique) sur les mouvements de matière.

La longueur de l'outil impacte la profondeur de pénétration du pion dans la tôle de Ti-6Al-4V et, par conséquent, la **quantité de matière** extrudée qui pénètre dans l'Al2024. Il en résulte des crochets aux dimensions plus élevées dans le cas du pion de longueur 2,0 mm (figure III.14.a) contre de faibles remontées de matière dans le cas du pion de longueur plus faible (1,9 mm) (figure III.14.b). Par ailleurs, la **forme des crochets** diffère selon l'outil utilisé. Le pion plat conduit à la formation d'un crochet AS à acuité élevée qui délimite le noyau et la ZATM et à un crochet RS qui s'étire verticalement avant de se courber vers le centre du noyau soudé (figure III.14.a). A l'inverse, des crochets plus « émoussés » (c'est-à-dire qui ne présentent pas d'angles

vifs) sont formés dans le cas du pion hémisphérique qui « effleure » la tôle de Ti-6Al-4V (figure III.14.b). Pour les pions avec rayon de courbure, la répartition des contraintes est hémisphérique sur la surface de contact et donc la pression est nulle en périphérie de la zone de contact du pion. Inversement, pour le pion plat la pression est maximale en périphérie du contact. Par conséquent, la répartition de l'effort diffère suivant les géométries de pion utilisées, ce qui impacte les déformations exercées dans le Ti-6Al-4V et donc la forme des crochets. Ce point sera plus amplement discuté dans la partie III.3.

Par ailleurs, il peut être noté que la formation de crochets s'accompagne de la pénétration de **fragments** de Ti-6Al-4V dans le noyau soudé. On note également qu'un **film continu de clad** pénètre du côté RS en direction du centre de la soudure (figure III.14). Dans le cas du pion plat le film de clad suit la face externe du crochet RS, tandis que dans le cas du pion hémisphérique il pénètre dans le noyau soudé indépendamment du crochet RS. Ce film de clad présente une forme relativement similaire sur les deux micrographies, indiquant l'influence peu marquée de l'outil sur l'aspect du clad. En effet, quel que soit l'outil utilisé, la profondeur de pénétration du pion ($\simeq 0,1$ à $0,2$ mm) dépasse l'épaisseur du clad ($50 \mu\text{m}$). Par conséquent, la même quantité de clad est déformée et pénètre dans l'Al2024 en suivant le flux de matière. En revanche, la longueur de l'outil affecte la hauteur de pénétration du film de clad.

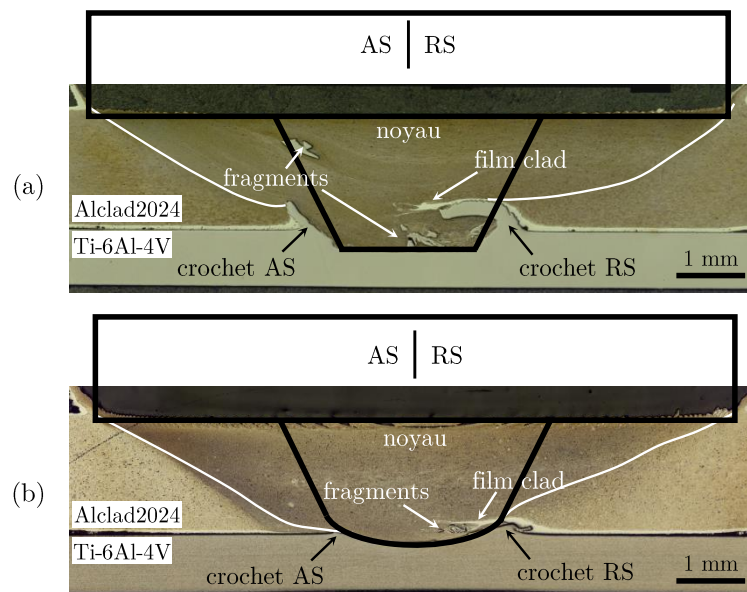


Figure III.14 – Micrographies en fonction des outils de soudage : (a) pion plat de longueur 2,0 mm et (b) pion hémisphérique de longueur 1,9 mm. Les soudures sont produites aux mêmes vitesses d'avance et de rotation.

Ainsi, l'outil est un paramètre d'influence majeur qui impacte l'**aspect général** des soudures. Dans le cas du pion plat, des **crochets** volumineux sont formés. A l'inverse, l'utilisation d'un pion de longueur plus faible et hémisphérique minimise la formation de crochets mais n'empêche pas la pénétration d'un **film de clad** dans le noyau soudé. Par la suite, l'influence des vitesses d'avance et de rotation, ainsi que de la double-passe sera évaluée principalement (i) sur les crochets pour les soudures produites avec un pion plat et (ii) sur le film de clad pour les soudures réalisées avec un pion hémisphérique.

III.2.1.2 Influence des vitesses d'avance, de rotation et de la double-passe sur les crochets

L'évolution des caractéristiques des crochets est d'abord évaluée par coupes transversales (2D) au microscope optique, puis par tomographie à rayons X (3D).

Il convient de préciser que l'**étude des mécanismes du flux de matière** sera essentiellement menée à partir de ces résultats de caractérisation, sur soudures produites avec un **pion plat**, en raison du nombre de paramètres FSW étudiés plus importants (9 conditions contre 3 avec un pion hémisphérique) et de la formation de crochets de Ti-6Al-4V volumineux qui facilitent leur observation 2D et 3D (bon contraste Al2024/Ti-6Al-4V contre aucun contraste Al2024/Al pur (Alclad) en tomographie à rayons X).

Caractérisation 2D par microscopie optique

Le **pion plat** conduit systématiquement à la formation de **crochets** dont les dimensions et la forme varient en fonction des vitesses d'avance, de rotation et de la réalisation d'une double-passe (figure III.15). Du côté AS, le crochet admet le même aspect à forte acuité quels que soient les paramètres de soudage. A l'inverse, la **flexion** du crochet RS a tendance à s'accroître avec l'augmentation de la vitesse de rotation. Par ailleurs, différentes **morphologies** de crochets RS sont observées : continue, segmentée ou discontinue en fonction du rapport des vitesses d'avance (ν) et de rotation (ω). Lorsque ce rapport ν/ω augmente, la morphologie du crochet RS passe successivement de continue ($\nu/\omega \leq 0,12$ mm), à segmentée ($0,16$ mm $\leq \nu/\omega \leq 0,24$ mm), à discontinue ($\nu/\omega \geq 0,48$ mm). De plus, la taille des festons augmente également avec ν/ω . Il est précisé qu'un crochet discontinu n'est autre qu'un crochet segmenté avec des festons plus larges et « fragmentés » (figure III.15.h). Par ailleurs, indépendamment de la morphologie du crochet RS, ce dernier peut être rompu et pénétrer au centre du noyau soudé (figures III.15.a,d,g).

Concernant les **dimensions des crochets**, il est observé que la hauteur des crochets AS et RS évolue avec les vitesses d'avance et de rotation. Bien que la longueur de pénétration soit fixe, il est rappelé que les essais sont réalisés en **contrôle d'effort**. Par conséquent, la profondeur de pénétration de l'outil dans les tôles varie selon l'apport de chaleur. Ceci impacte le volume de Ti-6Al-4V « extrudé » et donc les dimensions des crochets. Les crochets les plus volumineux sont obtenus pour la soudure produite en **double-passe** (figure III.15.i). La déformation supplémentaire fournie lors de la seconde passe amplifie d'une part la profondeur de pénétration de l'outil et augmente également la largeur entre les deux crochets (ici attribuée à un second passage légèrement décalé transversalement par rapport à la première passe). Il en résulte une augmentation de la quantité de Ti-6Al-4V extrudée, ce qui accroît la taille des deux crochets AS et RS.

Des **fragments** de Ti-6Al-4V sont également observés sur une partie des micrographies, mais uniquement pour les soudures réalisées aux vitesses d'avance de 60 et 120 mm/min (figures III.15.b,d,e,f,g). Lorsqu'ils sont présents, leur **nombre**, leur **taille** et leur **dispersion** varient en fonction des paramètres de soudage. Ils semblent préférentiellement localisés vers l'interface Al2024/Ti-6Al-4V, mais peuvent également être répartis de manière disparate jusqu'à mi-hauteur du noyau soudé (figures III.15.b,f).

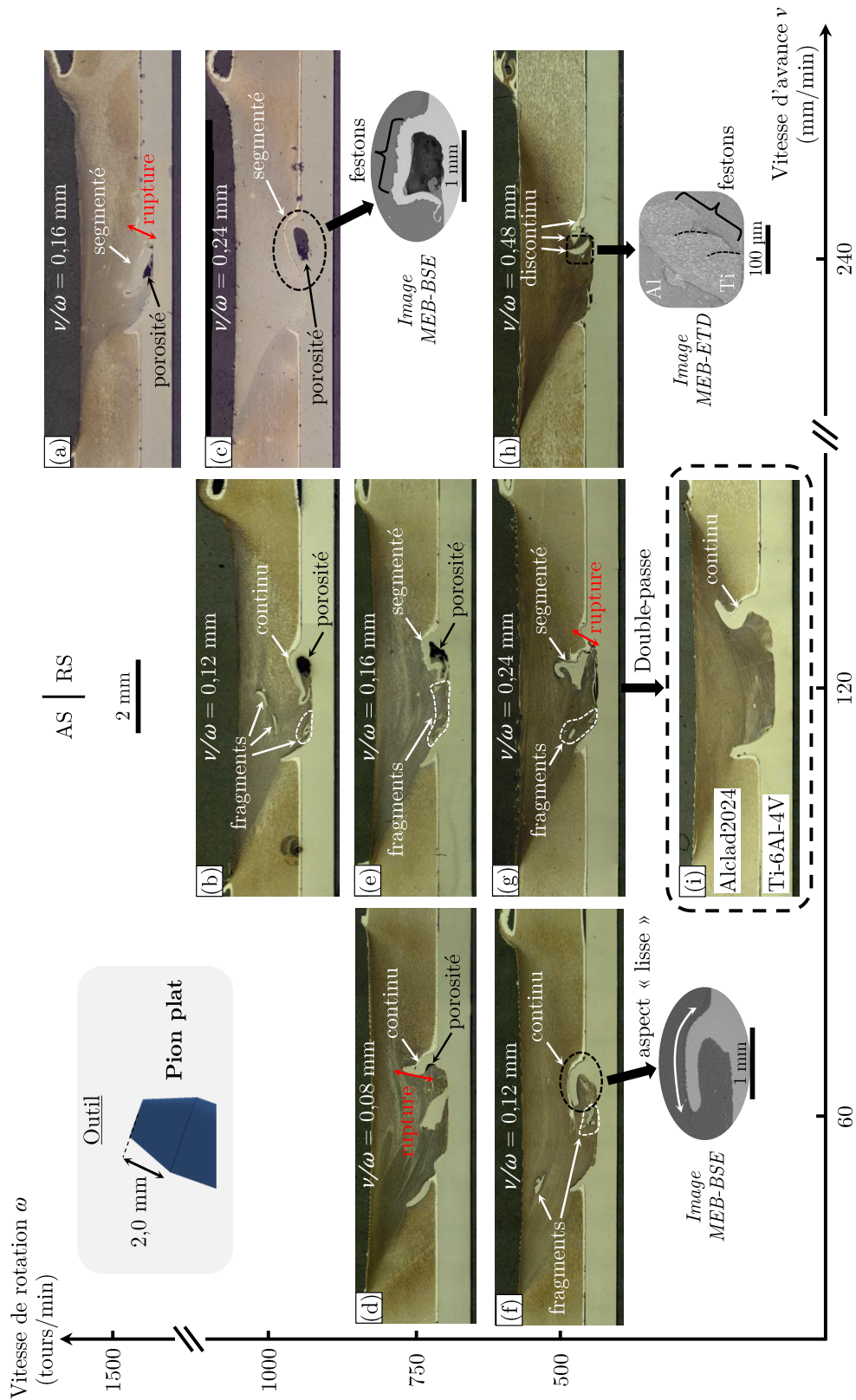


Figure III.15 – Micrographies (coupes transversales 2D au microscope optique) des soudures produites avec un pion plat en fonction des paramètres FSW.

En plus des crochets et des fragments de Ti-6Al-4V, les micrographies mettent en évidence la formation de **porosités**, préférentiellement aux vitesses de rotation élevées (figures III.15.a,b,c,e). Elles se forment à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V et sous le crochet RS.

La réalisation de polissages successifs sur un même échantillon montrent que les mouvements de matière évoluent le long du cordon de soudure (figure III.16). Par conséquent, l'observation des soudures via des coupes transversales 2D est insuffisante pour évaluer convenablement l'influence des paramètres FSW sur les caractéristiques des crochets et des fragments de Ti-6Al-4V. C'est pourquoi la **tomographie à rayons X**, qui permet une visualisation 3D de la matière, semble plus appropriée pour investiguer le flux de matière.

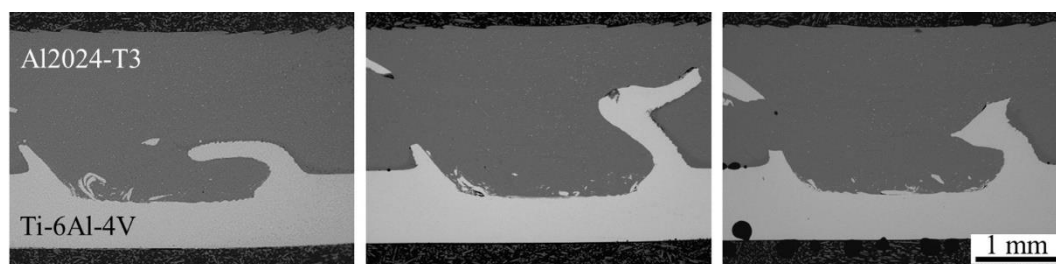


Figure III.16 – Micrographies (coupes transversales 2D au MEB-BSE) réalisées sur la même soudure après plusieurs polissages successifs.

Caractérisation 3D par tomographie à rayons X

A partir des données brutes de tomographie à rayons X, deux étapes de post-traitement sont réalisées en vue d'obtenir des résultats **qualitatifs** (reconstruction 3D du volume analysé) et **quantitatifs** (mesures de grandeurs caractéristiques du flux de matière). Le détail des procédures informatiques développées est communiqué dans le chapitre 2 (cf partie II.3.2.2).

Une vue 3D des soudures en fonction des vitesses d'avance et de rotation est donnée en figure III.17. Les images correspondent à la distribution du Ti-6Al-4V dans l'Al2024 et permettent la visualisation des crochets et des fragments de Ti-6Al-4V. Cette représentation révèle une **distribution hétérogène** de la matière. Il est en effet constaté que la forme et les dimensions des crochets AS et RS évoluent le long de la soudure. Une micrographie (2D) n'est donc pas forcément représentative de l'ensemble du cordon de soudure, en termes de dimensions, de forme ou de rupture de crochet (exemples figures III.15.d,g). L'intérêt de la tomographie à rayons X pour **caractériser précisément les mouvements de matière** est ainsi confirmé.

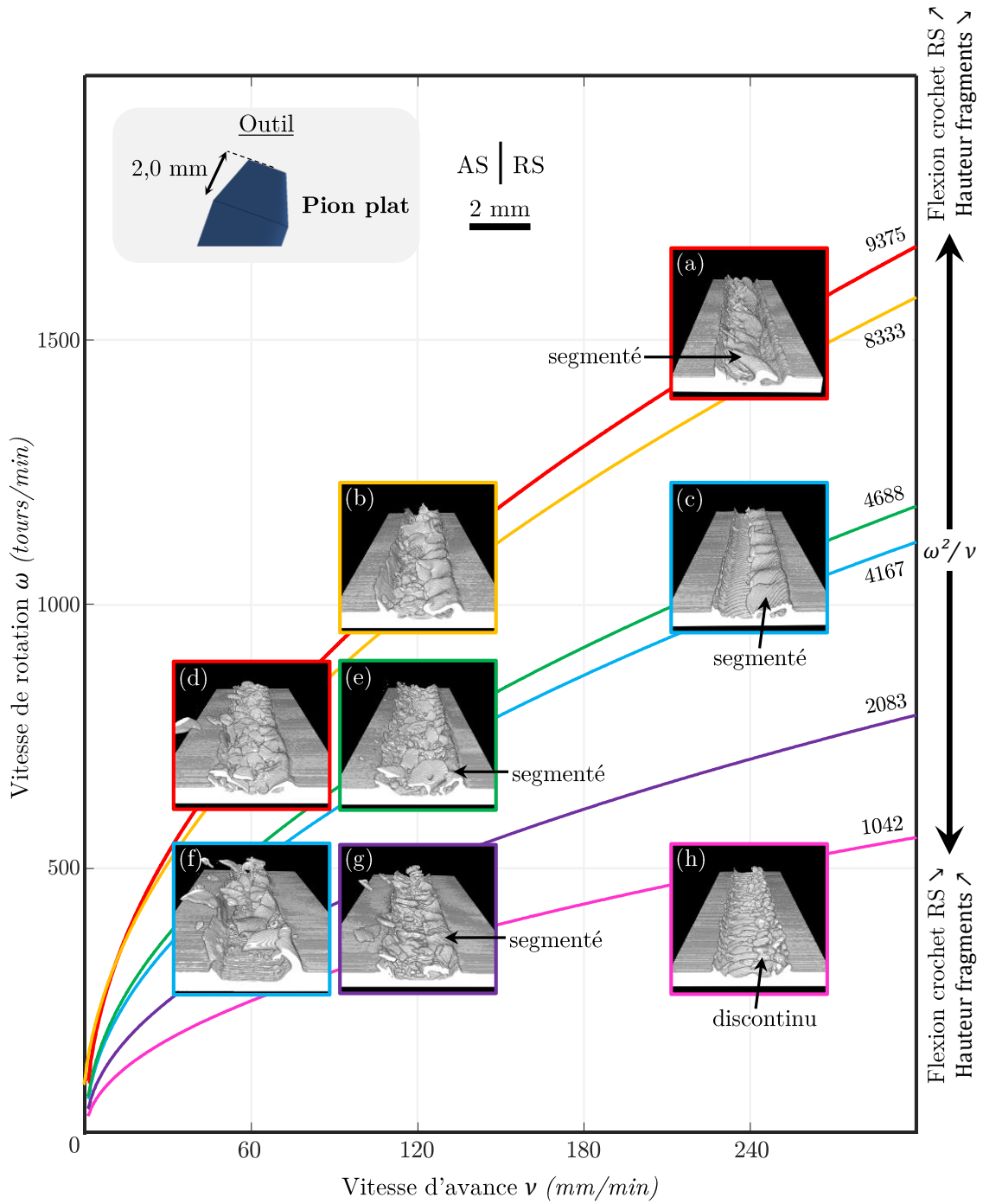


Figure III.17 – Vues 3D de la distribution du Ti-6Al-4V (blanc) dans les soudures produites avec un pion plat en fonction des paramètres FSW. Les isolines correspondant aux valeurs de ω^2/ν des soudures sont également insérées.

L'analyse quantitative des résultats fait ressortir trois tendances, exprimées en fonction de ω^2/ν (figure III.18). Comme défini dans le chapitre II.2.3, consacré à l'étude thermique du procédé FSW, il s'agit d'une relation largement utilisée dans la littérature pour décrire l'apport de chaleur généré en fonction des paramètres FSW.

La première tendance relie la **profondeur de pénétration du pion** avec l'augmentation du *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν (figure III.18.a). Il s'agit d'une conséquence du contrôle des essais en effort qui implique une variation du comportement mécanique des matériaux en fonction des paramètres FSW et donc de la pénétration de l'outil dans les tôles. Cependant, il est noté qu'à iso-valeur de ω^2/ν , des profondeurs de pénétration distinctes sont obtenues (figure III.18.a). Il est par ailleurs constaté que les vues 3D de tomographie à rayons X, associées à ces paramètres, montrent des caractéristiques de crochets (forme, taille, crochet RS continu ou fragmenté) différentes (figures III.17.c/f et a/d). Ces divergences peuvent être attribuées au fait que le *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν n'est probablement pas l'expression qui reflète le plus fidèlement l'influence des paramètres FSW sur l'apport de chaleur, comme commenté dans le chapitre II.

Un début de réflexion sur la cohérence de ω^2/ν par rapport à nos résultats a conduit à regarder l'évolution de ω^3/ν (annexe B.1) pour vérifier le poids des vitesses d'avance et de rotation sur l'apport de chaleur généré lors du soudage FSW. Les résultats d'analyse qualitative (vue 3D reconstruites par tomographie à rayons X) et quantitative (courbes d'évolution des grandeurs caractéristiques du flux de matière) sont tracées en fonction de ω^3/ν et montrent de bonnes corrélations, allant dans le sens d'une influence plus marquée de la vitesse de rotation sur les températures générées en soudage FSW.

La seconde tendance montre une bonne corrélation entre la **hauteur du crochet AS** et le *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν (figure III.18.b). Plus particulièrement, ce dernier croît proportionnellement avec l'augmentation de la profondeur de pénétration de l'outil avec ω^2/ν . La génération du crochet AS résulterait ainsi directement de la pénétration du pion dans la tôle de Ti-6Al-4V.

Enfin, la troisième tendance met en évidence une évolution différente de la **hauteur du crochet RS** par rapport au côté AS. Ce dernier montre une tendance à augmenter légèrement jusqu'à $\omega^2/\nu \simeq 5000$, avant de décliner pour des valeurs de ω^2/ν élevées (figure III.18.c). Le crochet RS résulterait ainsi de mouvement de matière plus complexe. Sur les images reconstruites en 3D, cette évolution se manifeste par une **intensification de la flexion** du crochet RS qui peut être attribuée à l'augmentation de la déformation plastique du Ti-6Al-4V, pour des apports de chaleur importants. En particulier, pour l'apport de chaleur le plus élevé, la déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V à proximité de l'interface serait à l'origine de la rupture du crochet RS (figure III.17.a).

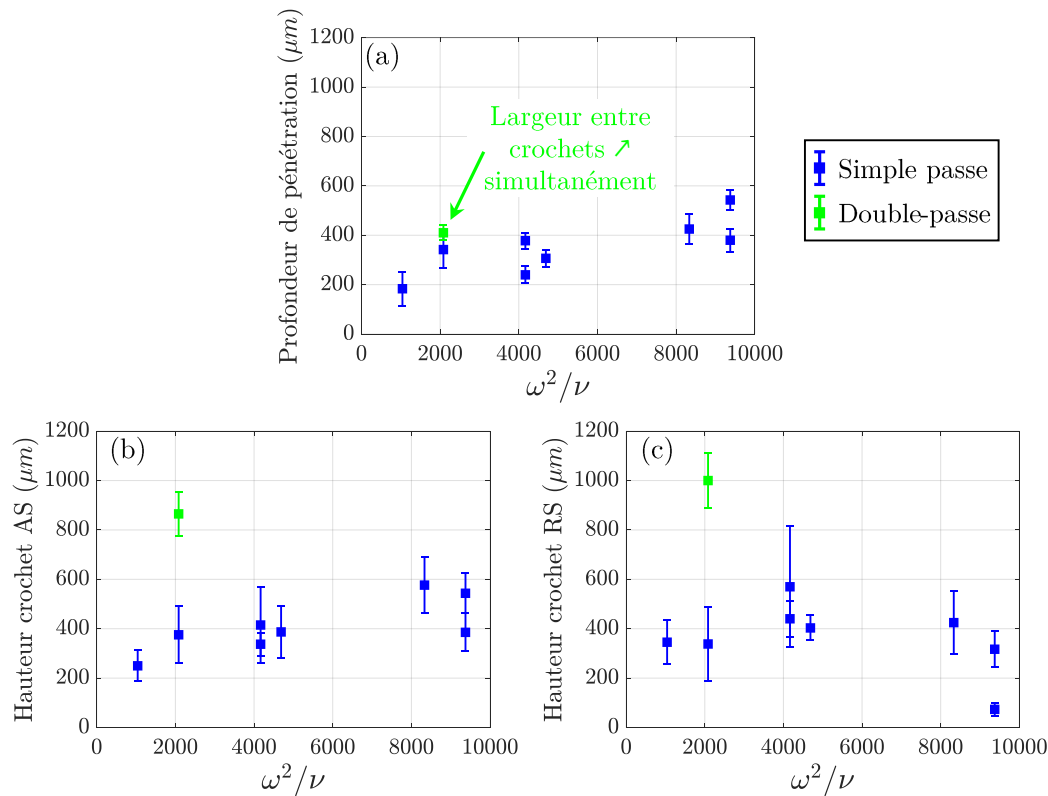


Figure III.18 – Influence des paramètres FSW sur les grandeurs caractéristiques du flux de matière : (a) la profondeur de pénétration, (b) la hauteur du crochet AS et (c) la hauteur du crochet RS.

Par ailleurs, bien que la **fragmentation du Ti-6Al-4V** n'ait pas pu être caractérisée quantitativement, les vues 3D des soudures mettent en évidence que la dispersion des fragments évolue également avec ω^2/ν . Pour l'apport de chaleur le plus faible, aucun fragment n'est observé (figure III.17.h). L'augmentation de l'apport de chaleur favorise ensuite la fragmentation du Ti-6Al-4V. En particulier, il est constaté que simultanément à l'amplification de la flexion du crochet RS, la hauteur de pénétration des fragments diminue. Ces derniers restent alors localisés à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V entre les deux crochets (figures III.17.b,d,e).

En ce qui concerne l'effet de la **double-passe**, celui-ci n'a pas pu être évalué par tomographie à rayons X en raison d'un effet de **durcissement de faisceaux** (*beam hardening* en anglais) plus important que sur les autres soudures (figure III.19). Cet artefact est lié à une absorption plus rapide des rayons de basse énergie du faisceau [Frederique2017 ; Wils2011]. Il se manifeste par des effets de sur-intensité du matériau le plus dense (zones claires sur la figure III.19) et d'une absence de signal entre ces zones denses (zones sombres sur la figure III.19) [Frederique2017 ; Wils2011]. Ces artefacts perturbent la détection des contours des crochets et de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V et rendent donc difficile le post-traitement des données.

Cependant, les résultats partiels laissent suggérer que la soudure présente des crochets AS et RS de dimensions élevées, en lien avec la déformation plastique supplémentaire fournie par la seconde passe. Ces dimensions ont été estimées à partir de

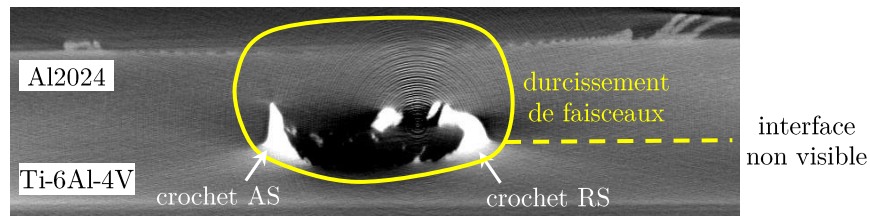


Figure III.19 – Radiographie, issue des essais de tomographie à rayons X, illustrant l’artefact de « durcissement de faisceaux » obtenu pour la soudure produite en double-passe.

plusieurs mesures réalisées sur des coupes transversales et sont intégrées aux résultats de la figure III.18. Ils confirment que la soudure produite en double-passe conduit aux crochets les plus importants en raison de l’augmentation de la profondeur de pénétration et de la largeur déformée par l’outil. L’effet de durcissement de faisceau observé aurait ainsi pour origine la présence de ces crochets volumineux.

III.2.1.3 Influence des vitesses d’avance et de rotation sur le clad

Le **pion hémisphérique** conduit, sur l’ensemble des micrographies, à des crochets émoussés et de **taille réduite** (figure III.20). La hauteur du crochet AS n’excède pas 50 μm tandis que la hauteur du crochet RS varie entre 50 et 150 μm . Ainsi, bien que la profondeur de pénétration de l’outil varie avec les vitesses d’avance et de rotation (conséquence du contrôle des essais en effort), aucune évolution significative de la forme et des dimensions des crochets n’est observée sur l’ensemble des paramètres de soudage investigués.

En revanche, l’**aspect du film de clad** évolue avec les vitesses d’avance et de rotation¹. Comme nous n’avons pas pu réaliser des expertises tomographiques sur ces soudures², plusieurs coupes transversales en micrographies 2D ont été effectuées afin d’évaluer de manière générale et qualitative l’influence des paramètres FSW sur la déformation du clad. Les résultats complémentaires à la figure III.20 se trouvent en annexe B.

En particulier, il peut être noté que le film de clad pénètre systématiquement dans le noyau soudé mais que sa **hauteur de pénétration** par rapport à l’interface évolue avec les vitesses d’avance et de rotation. Une tendance similaire à celle observée précédemment entre la hauteur du crochet RS et l’apport de chaleur ω^2/ν est notée. Pour les faibles apports de chaleur, le clad est peu déformé et reste principalement localisé à l’interface Al2024/Ti-6Al-4V (figure III.20.c). L’augmentation du flux de chaleur favorise ensuite la déformation du clad qui pénètre dans l’Al2024 (figure III.20.b) puis se fléchit d’autant plus que ω^2/ν augmente (figure III.20.a). L’évolution de la hauteur de pénétration du clad (h_{clad}) en fonction de l’apport de chaleur ω^2/ν est schématisée en figure III.21.

1. Tel que mis en évidence par les résultats de tomographie à rayons X (figure III.17), la distribution de la matière n’est pas constante mais évolue le long de la soudure.

2. Contraste chimique entre l’Al2024 et l’Al pur du clad insuffisant pour les analyses de tomographie à rayons X.

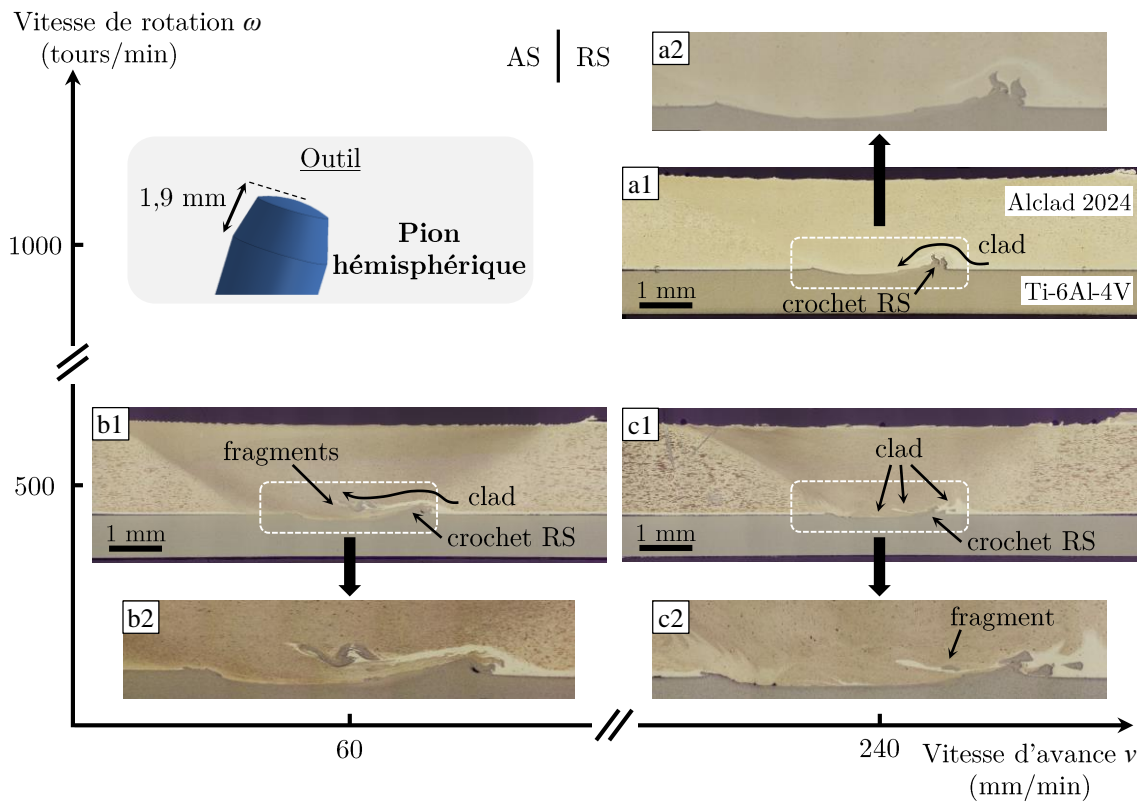


Figure III.20 – Micrographies (coupes transversales 2D) des soudures produites avec un pion hémisphérique en fonction des paramètres FSW.

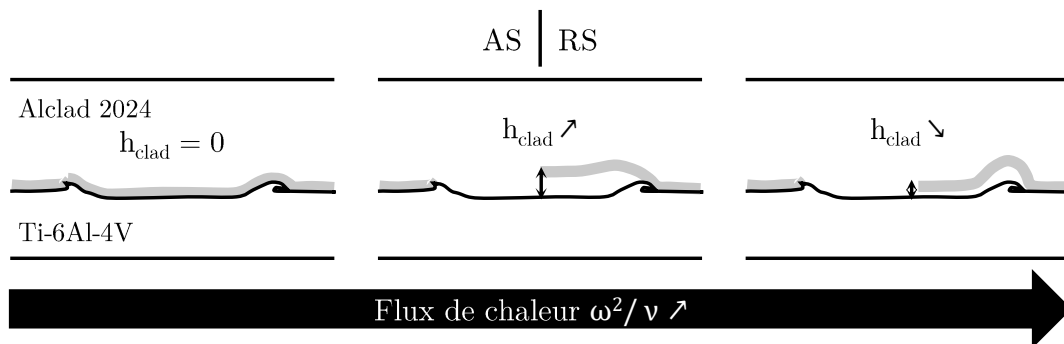


Figure III.21 – Description qualitative de l'influence de l'apport de chaleur sur la déformation du film de clad, pour les soudures produites avec un pion hémisphérique.

III.2.1.4 Synthèse des caractérisations

Pour résumer l'**apport de chaleur**, majoritairement exprimé dans la littérature via l'expression ω^2/ν , apparaît comme un paramètre d'influence majeur du flux de matière.

Dans le cas des soudures produites avec un **pion plat** de longueur 2,0 mm, l'apport de chaleur affecte la **profondeur de pénétration** de l'outil (contrôle des essais en effort) et donc la quantité de matière extrudée pour former les crochets. Néanmoins, en raison de la **dissymétrie** du procédé, l'évolution des caractéristiques des crochets (taille, forme) diffèrent selon les côtés AS et RS. La taille du crochet AS augmente linéairement avec ω^2/ν , tandis qu'une évolution « en cloche » est observée pour le crochet RS, en lien avec la variation de sa **flexion**. En plus de l'apport de chaleur ω^2/ν , un autre paramètre impacte le réarrangement des matériaux. Il est en effet observé que le rapport ν/ω influence la **morphologie** (continue, segmentée ou discontinu) du crochet RS.

En ce qui concerne les soudures produites avec un **pion hémisphérique** de longueur 1,9 mm, la formation des crochets est largement minimisée en raison d'une profondeur de pénétration réduite. En revanche, le clad d'Al pur, initialement à l'interface des tôles, se déforme et pénètre dans le noyau côté RS, sous la forme d'un **film continu**. Son aspect évolue également avec ω^2/ν de manière similaire au crochet RS. Ainsi, par la suite, les mécanismes d'évolution du film de clad seront considérés comme analogues à ceux observés pour le crochet RS.

III.2.2 Scénario du flux de matière

Le soudage en transparence génère un flux de matière complexe caractérisé par la formation de deux **crochets** AS et RS asymétriques et d'un **film continu de clad**. Les observations des mouvements de matière ont mis en évidence que leurs caractéristiques sont étroitement liées aux dimensions et à la géométrie de l'outil, ainsi qu'aux vitesses d'avance, de rotation et au nombre de passes. En effet, l'**apport de chaleur** résultant du choix de ces paramètres entraîne la perte des résistances mécaniques des alliages, favorisant ainsi leur déformation plastique.

Les micrographies (figure III.15) et les résultats de tomographie à rayon X (figure III.17) font ressortir distinctement la position finale du Ti-6Al-4V après transport autour de l'outil et peuvent ainsi être utilisés comme **marqueurs** du flux de matière. Par ailleurs, ces résultats donnent également des indications sur l'influence des paramètres FSW sur l'apport de chaleur généré mais également sur le comportement élasto ou visco-plastique des alliages pendant le soudage FSW. Ainsi, les mécanismes de flux de matière proposés dans ces travaux reposent sur plusieurs **hypothèses** tirées de ces observations.

III.2.2.1 Hypothèses

Classiquement, l'apport de chaleur ϕ (W) généré par le frottement d'un outil en translation sur une plaque est décrit par la relation [Rech+2013] :

$$\phi = \alpha \cdot \eta \cdot F \cdot V \quad (\text{III.2})$$

Où F est l'effort axial (N) appliqué à l'outil et V (m/s) la vitesse de déplacement de l'outil. Cette équation est complétée par deux coefficients α et η qui représentent respectivement le coefficient de partage de la chaleur entre l'outil et la plaque, et la proportion de puissance mécanique dissipée sous forme de chaleur (autrement dit le coefficient de frottement) [Bonnet+2008].

En soudage FSW, le mouvement de translation de l'outil combiné à sa **rotation** complexifie l'expression de la vitesse de déplacement et donc du flux de chaleur. Les résultats obtenus dans ces travaux, ainsi que dans la littérature, montrent une bonne corrélation entre l'apport de chaleur et ω^2/ν , défini comme le *pseudo indice de chaleur*. Il est alors considéré que l'**effort axial** et la **vitesse de rotation** de l'outil sont majoritairement responsables de l'échauffement des matériaux.

En ce qui concerne la déformation plastique des alliages pendant le soudage, les résultats de tomographie à rayons X (figure III.17) montrent que des fragments de Ti-6Al-4V peuvent se **déplacer** à plusieurs millimètres de leur position d'origine et que le Ti-6Al-4V se déforme plastiquement de manière sévère (flexion importante des crochets). Il apparaît alors raisonnable d'établir les hypothèses suivantes, sur lesquelles sera basée la suite des discussions :

- Pour l'ensemble des conditions de soudage, les températures atteintes dans l'Al2024 sont proches de sa température de fusion et sont homogènes dans l'ensemble du **noyau** (en raison de sa conductivité thermique élevée). Il possède alors des propriétés viscoplastiques et se comporte comme un **fluide** incompressible, rendant

possible la pénétration de fragments de Ti-6Al-4V sans entraîner aucune décohésion de la matière.

- En revanche l’absence de Ti-6Al-4V dans la **ZATM** (ni crochets, ni fragments) indique que cette région conserve des propriétés élastoplastiques qui s’opposent à la pénétration de Ti-6Al-4V, en raison des températures atteintes moindres.
- Dans le Ti-6Al-4V, les températures de soudage n’étant pas suffisamment élevées par rapport à sa température de fusion, il conserve des propriétés **élastoplastiques** avec une déformation plastique à rupture limitée. Néanmoins, sa faible conductivité thermique conduit à son échauffement très localisé au contact de l’outil, permettant ainsi une déformation plastique sévère sur quelques centaines de microns d’épaisseur.

A partir de ces considérations, il est supposé que lors du soudage l’Al2024 s’écoule dans le noyau, tandis que le Ti-6Al-4V est suffisamment déformé plastiquement pour se déplacer autour de l’outil.

III.2.2.2 Mécanismes d’écoulement de matière

En soudage FSW, le flux de matière vise à déplacer la matière extrudée par la pénétration du pion et à la redistribuer à l’arrière de son passage, afin de combler la cavité créée et ainsi assurer la **consolidation** du joint soudé. Ces mécanismes de consolidation sont influencés par l’outil (épaulement et pion), l’effort appliqué, la vitesse d’avance et la vitesse de rotation.

L’effort axial appliqué sur l’outil conduit à un flux de matière **vertical**, à l’origine de la formation des **bavures** au niveau du contact Al2024/épaulement et des remontées de matière sous la forme de **crochets** au niveau du contact Ti-6Al-4V/pion. Ce flux contrôle la **quantité de matière extrudée**. Il est non seulement influencé par l’effort appliqué et les dimensions du pion, mais également par l’apport de chaleur ω^2/ν en raison du contrôle des essais en effort. Par ailleurs, l’épaulement a pour rôle de **contenir verticalement** la matière malaxée de sorte à ce que la matière extrudée à l’avant de l’outil vienne bien reboucher la cavité créée à l’arrière de l’outil.

Simultanément, le déplacement de l’outil à travers les deux alliages génère un second flux de matière de **contournement**. Ce dernier vise à **distribuer la matière extrudée** et accumulée à l’avant de l’outil, de part et d’autre de sa trajectoire (côtés AS et RS). Une représentation simplifiée de ce flux de matière de contournement, via un modèle d’écoulement 2D des matériaux, est présentée en figure III.22. La rotation de l’outil associée à sa translation conduit à une distribution non uniforme des vitesses du fluide qui l’entoure (effet Magnus) [Graebel2001]. Du côté AS de la soudure les vecteurs vitesses du fluide et de l’outil s’opposent (\vec{v}_{fluide} diminue) et à l’inverse s’additionnent du côté RS (\vec{v}_{fluide} augmente). Ainsi, l’effet Magnus suivi de la mise en application du **principe de Bernoulli** (conservation de l’énergie totale : $E_t = E_c + P$) induit une distribution non uniforme des pressions³. Cette dissymétrie est à l’origine des mouvements de matière qui s’opèrent des régions à pression élevée vers celles à faible pression, soit un flux de matière **du côté AS vers le côté RS**. En particulier, la localisation du point de stagnation⁴ (systématiquement du côté AS) confirme que la matière contourne l’outil de AS vers RS pour l’ensemble des conditions opératoires.

3. L’accélération générée côté RS conduit à une chute de la pression, et inversement côté AS.

4. Le point de stagnation désigne le point pour lequel $\vec{v}_{fluide} = \vec{0}$

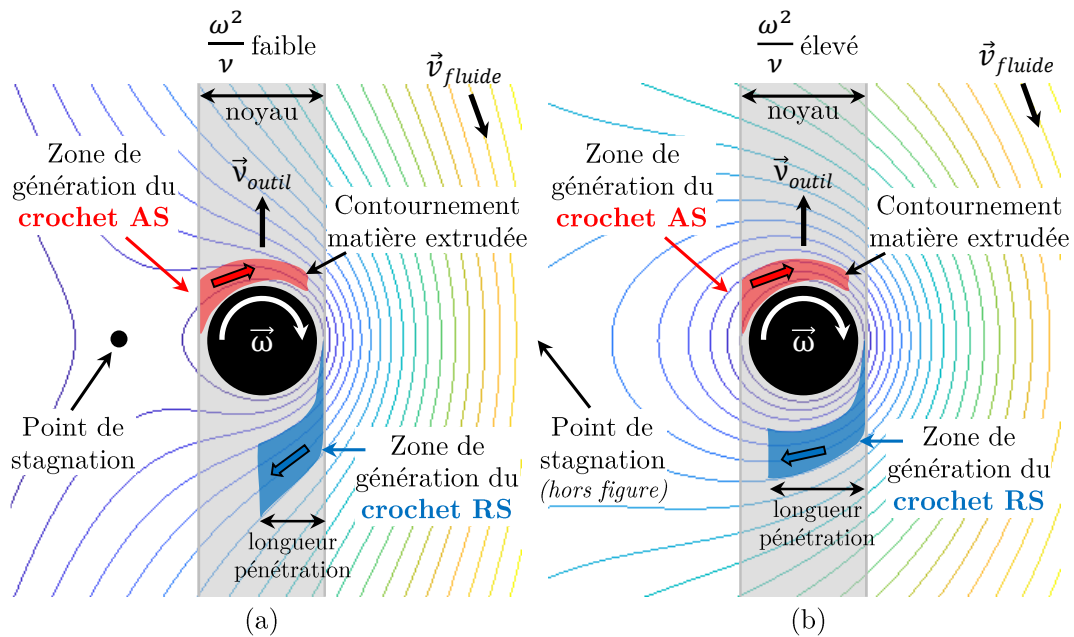


Figure III.22 – Schémas des lignes de courant autour de l'outil lors du soudage FSW pour (a) un faible flux de chaleur et (b) un flux de chaleur élevé : mise en évidence des zones de génération des crochets AS et RS.

La formation des crochets résultent donc de la contribution combinée des flux de matière verticaux et de contournement. En particulier, la dissymétrie des lignes d'écoulement (figure III.22) met en évidence **deux mécanismes distincts** pour la formation des crochets AS et RS :

- Du côté AS, seul le flux de matière **vertical** contribue à la génération du crochet AS. En effet, la matière extrudée à l'avant du pion étant transportée via le flux de matière de contournement, seul le Ti-6Al-4V positionné en périphérie du pion participe à la génération du crochet AS (figure III.22). Ce dernier se forme lors du **contact pion/Ti-6Al-4V** et résulte de l'effet combiné du frottement du pion et de sa force centrifuge qui le dépose « en l'état » dans l'Al2024. En particulier sa formation est comparable à celle des bavures AS en surface des soudures, à la différence près que la zone de génération du crochet AS est limitée par la ZATM dans l'Al2024 qui s'oppose à la pénétration de Ti-6Al-4V et bloque ainsi les mouvements de matière. C'est la raison pour laquelle sur l'ensemble des micrographies le crochet AS suit la frontière noyau/ZATM.
- Du côté RS, les mouvements de matière sont plus complexes en raison de la contribution simultanée des flux de matière **verticaux** et de **contournement** (figure III.22). La matière issue du frottement pion/Ti-6Al-4V côté RS se cumule à celle transportée depuis AS : c'est pourquoi le crochet RS est plus volumineux que celui AS. Comme précédemment, la ZATM (dans l'Al2024) empêche la zone de génération du crochet RS de s'étendre au-delà de la frontière noyau/ZATM. C'est pourquoi, contrairement aux bavures RS, le Ti-6Al-4V est contraint de se déposer à **l'arrière du pion**, lorsque sa vitesse diminue (figure III.22). Il contribue ainsi à remplir la cavité formée par le pion. En particulier, la forme des champs de vitesse à l'arrière de l'outil (figure III.22) met en évidence que ω^2/ν contrôle (i)

l'angle selon lequel la matière est déposée pour remplir la cavité, ainsi que (ii) sa longueur de pénétration vers le centre de la soudure.

Remarque : il est possible de formuler des analogies avec les phénomènes rencontrés en **tribologie**. On peut dire que le crochet AS résulte de la formation d'une particule d'usure non totalement détachée (car encore solidaire de la surface du Ti-6Al-4V) et que le crochet RS résulte d'un effet de labourage (terme tribologique désignant le déplacement de matière et la formation de bourrelets) du pion sur la surface du Ti-6Al-4V.

La formation des crochets de Ti-6Al-4V, et par analogie du film de clad, résulte donc de mécanismes d'**extrusion** et de **déposition** de matière, qui s'opèrent respectivement à l'avant et à l'arrière du pion, de sorte à assurer la consolidation de la soudure. Pour compléter cette description des mécanismes d'écoulement, la figure III.23 tirée des travaux de thèse de GRATECAP [Gratecap2007], met en évidence qu'en dépit du mouvement d'avance et de rotation **continu** de l'outil, l'écoulement de la matière est **discontinu** et conduit à l'empilement de couches successives, extrudées puis déposées à chaque tour réalisé par l'outil [Gratecap2007].

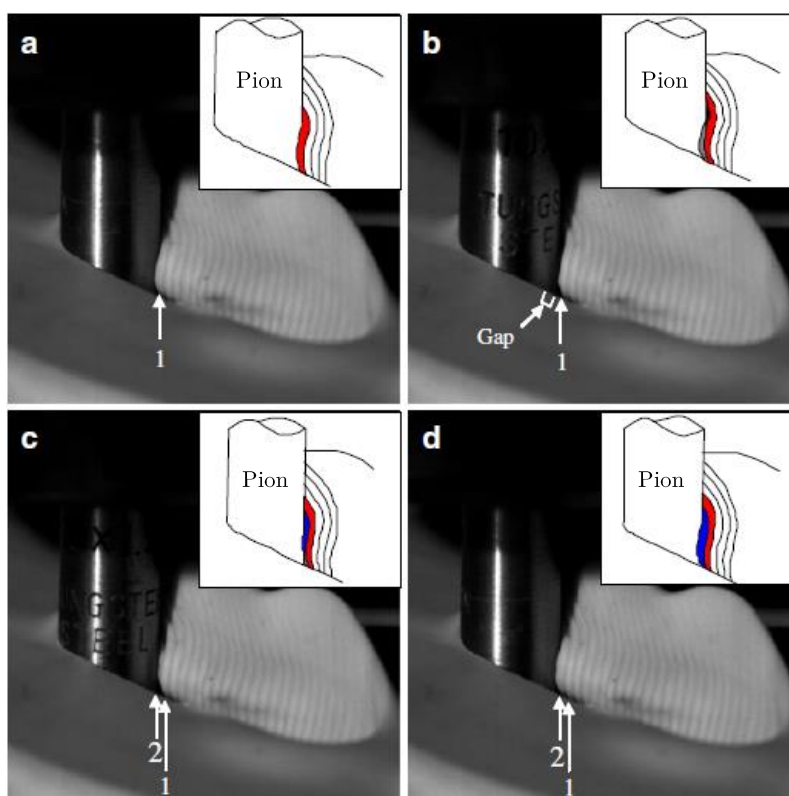


Figure III.23 – Images extraites d'une séquence vidéo (caméra rapide) du malaxage d'un outil cylindrique sans épaulement sur de la plasticine. Illustration du caractère discontinu de l'écoulement de la matière par la formation de couches successives dans le joint : (a) couche 1 formée, (b) création d'un espace vide entre l'outil et la couche 1, (c) apparition de la couche 2, (d) couche 2 complètement formée à l'issue d'une rotation complète du pion. Résultats tirés de la thèse de GRATECAP [Gratecap2007].

En particulier, la distance entre les différentes couches successives correspond à l'avance par tour ν/ω (*mm/tours*). C'est la raison pour laquelle la **morphologie** du crochet RS évolue avec ν/ω . Plus le rapport ν/ω augmente, plus la quantité de matière extrudée puis déposée à chaque tour à l'arrière de l'outil est élevée et plus la largeur des festons augmente. Au contraire, lorsque ce rapport ν/ω diminue, la largeur des couches accumulées est faible et ces dernières deviennent donc difficiles à distinguer, d'où la morphologie continue des crochets RS.

Ce caractère discontinu de l'écoulement de la matière provient de la création d'un **espace vide** entre la matière et l'outil lors du soudage (qualifié de « gap » en figure III.23.b). Il serait associé à un **défaut de coaxialité** de l'outil qui tirerait son origine de phénomènes oscillatoires inhérents au procédé. Par ailleurs, GRATECAP [Gratecap2007] montre que ce défaut conduit également à un mouvement de haut en bas de l'outil à l'origine des stries observées en surface des soudures mais également à leur interface, comme illustré sur les résultats de tomographie à rayons X (figure III.17).

Ainsi, le flux de matière résulte de **mécanismes d'écoulement** qui s'opèrent de manière **saccadés** en raison du mouvement oscillatoire de l'outil. Alors que le rapport ν/ω contrôle la largeur des couches empilées et donc la morphologie de l'écoulement, le flux de chaleur ω^2/ν impacte les mécanismes d'**extrusion** et de **déposition** de la matière et par conséquent l'aspect des crochets. L'influence des paramètres FSW sur la taille et la forme des crochets est exposée ci-après.

III.2.2.3 Influence des paramètres FSW

La figure III.24 présente des micrographies de soudures classées en fonction de l'augmentation de l'apport de chaleur ω^2/ν . En raison du contrôle des essais en effort, il est tout d'abord observé que la **quantité de Ti-6Al-4V déplacée** dans l'Al2024 augmente avec ω^2/ν , en lien avec l'accroissement de la profondeur de pénétration du pion. Par ailleurs, les crochets AS et RS résultant de mécanismes de génération distincts (cf partie III.2.2.2), l'apport de chaleur ω^2/ν impacte différemment leurs dimensions et leur forme.

Le crochet AS étant uniquement affecté par les mécanismes d'**extrusion** de la matière, il conserve une **forme similaire** résultante du frottement pion/Ti-6Al-4V, quels que soient les paramètres de soudage. Cependant, sa **hauteur** (et donc son volume) augmente avec l'apport de chaleur ω^2/ν , en lien avec l'amplification de la quantité de Ti-6Al-4V extrudée.

Du côté RS, le volume de Ti-6Al-4V des crochets RS augmente également avec ω^2/ν car la pénétration du pion augmente avec ω^2/ν et la quantité de Ti-6Al-4V « labourée » par le pion est donc d'autant plus importante. Néanmoins, en raison de la contribution conjuguée des mécanismes d'**extrusion** et de **déposition** de la matière, sa hauteur, sa forme et son intégrité (crochet rompu ou non) évoluent également avec ω^2/ν . En effet, l'apport de chaleur ω^2/ν impacte à la fois la capacité de **déformation plastique** du Ti-6Al-4V, ainsi que la **zone de génération** du crochet RS (figure III.22). Ainsi, les paramètres FSW influencent la formation du crochet RS tel que :

- Pour un apport de chaleur ω^2/ν faible (figure III.24.a), la déformation plastique du Ti-6Al-4V est limitée et empêche la formation d'un crochet RS continu. A chaque rotation de l'outil, un feston est expulsé du côté RS et conduit ainsi à la

formation d'un crochet RS **discontinu** et de taille réduite en raison de la faible profondeur de pénétration de l'outil.

- Pour un apport de chaleur ω^2/ν intermédiaire (figure III.24.b), la déformation plastique du Ti-6Al-4V augmente. Ainsi, le Ti-6Al-4V est déposé à l'arrière de l'outil de façon continue et conduit ainsi à la formation d'un crochet RS non rompu (figure III.24.b). Par ailleurs, la formation de fragments est favorisée.
- La montée en température de l'alliage conduit d'autant plus à augmenter sa déformation de déformation plastique, ce qui accentue la flexion du crochet RS et diminue sa hauteur (figure III.24.c). En particulier, cette flexion importante entrave l'écoulement de l'Al2024 sous le crochet et conduit à la formation d'une porosité (figure III.24.c). De plus, l'augmentation de ω^2/ν intensifie la vitesse circonférentielle du Ti-6Al-4V ce qui amplifie la longueur du crochet vers AS. Par ailleurs, cela favorise la projection de fragments proches de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V.
- Pour l'apport de chaleur ω^2/ν le plus élevé (figure III.24.d), la déformation plastique du Ti-6Al-4V est maximale. La vitesse circonférentielle élevée du Ti-6Al-4V est à l'origine de sa projection brutale et de la rupture du crochet RS.

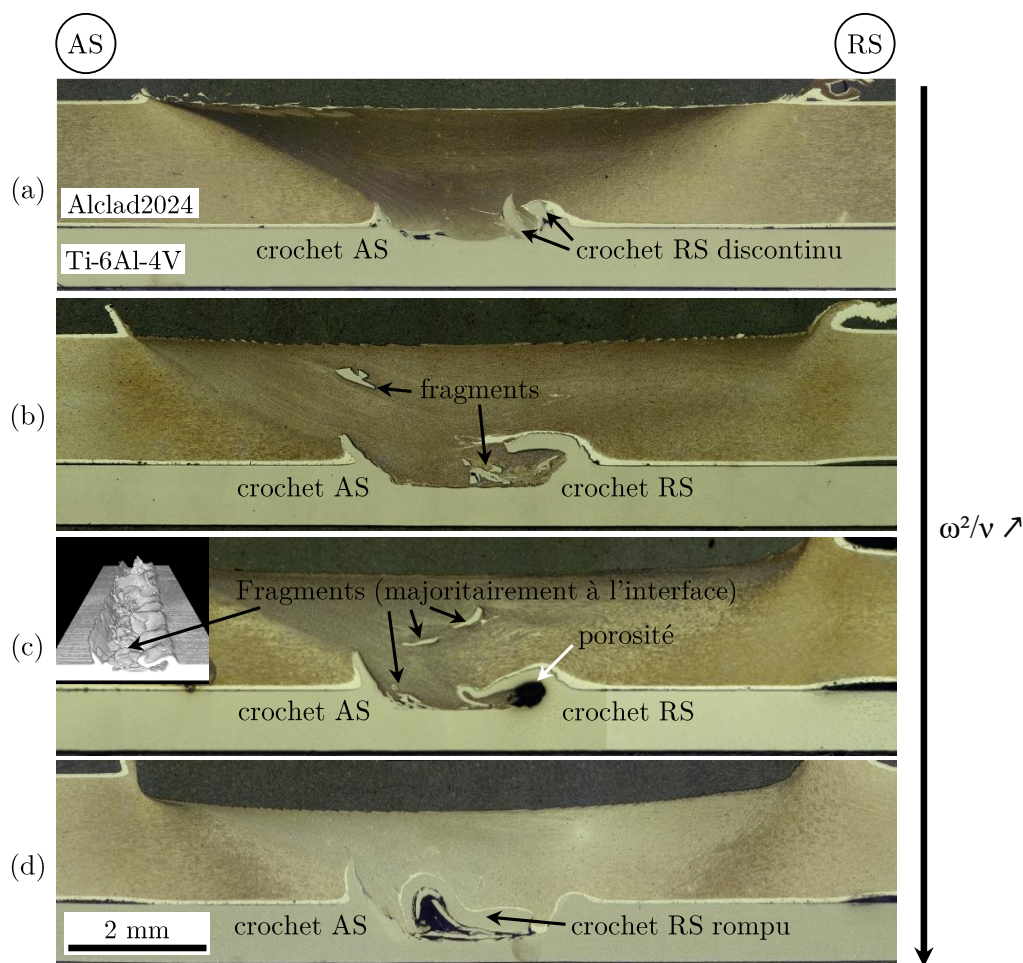


Figure III.24 – Micrographies classées en fonction de l'apport de chaleur ω^2/ν croissant : (a) $\omega^2/\nu = 1042$, (b) $\omega^2/\nu = 4167$, (c) $\omega^2/\nu = 8333$ et (d) $\omega^2/\nu = 9375$.

III.2.3 Synthèse : cartographie des évolutions du flux de matière

Pour résumer, la figure III.25 dresse une cartographie des mécanismes d'écoulement de matière qui s'opèrent en fonction de l'apport de chaleur ω^2/ν , pour les soudures produites avec un **pion plat** (présence de crochets de Ti-6Al-4V). Ces mécanismes sont à l'origine des différentes formes de crochets RS observées : discontinue (ω^2/ν réduit), continue (ω^2/ν intermédiaire) et fracturée (ω^2/ν élevé). En parallèle, le contrôle des essais en effort induit une amplification du volume de Ti-6Al-4V extrudée avec l'augmentation de ω^2/ν . La hauteur du crochet AS augmente proportionnellement avec le flux de chaleur ω^2/ν tandis que la hauteur du crochet RS évolue de manière plus complexe en raison d'une intensification de sa déformation plastique (flexion) pour des apports de chaleur élevés.

Par analogie, les mêmes mécanismes peuvent être dressés pour les soudures produites avec un **pion hémisphérique**. Ils donnent lieu à la formation d'un film continu de clad (côté RS) dont la hauteur évolue de manière similaire au crochet RS. Il convient cependant de mentionner que le flux de matière étant fortement dépendant de la **géométrie de l'outil**, les mécanismes mis en jeu sont probablement amenés à évoluer pour des pions avec filetage ou présentant des sections transversales avec des gorges.

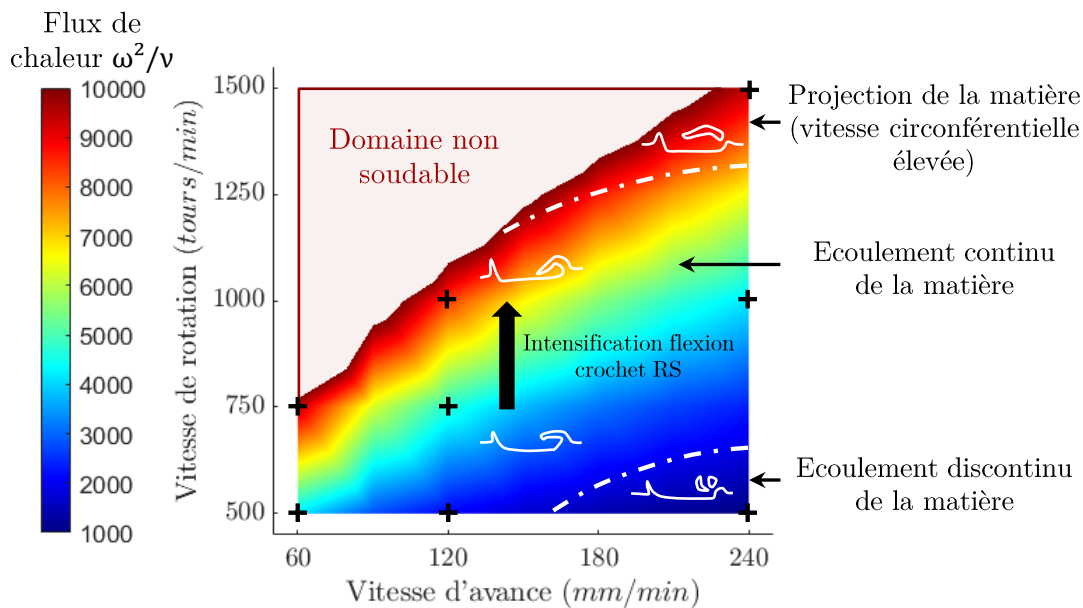


Figure III.25 – Cartographie des mécanismes d'écoulement de matière en fonction de l'apport de chaleur ω^2/ν .

III.3 Déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V

Au cours du soudage, le frottement de l'outil génère des déformations plastiques importantes dans la tôle de Ti-6Al-4V. Comme mentionné précédemment (cf. partie III.2.1.1), la géométrie du pion affecte la répartition des contraintes sur la surface de contact (tôle Ti-6Al-4V). Pour le pion plat, la pression est maximale en périphérie du contact, tandis que pour le pion hémisphérique la pression y est nulle.

De plus, selon l'outil utilisé, deux états de contrainte sont générés dans le Ti-6Al-4V :

- Avec le pion plat (soudures avec crochets) (figure III.26.a) :
 - La région sous le pion subit majoritairement des sollicitations de **compression-cisaillement** (région I)
 - Les régions latérales au pion sont majoritairement soumises à des sollicitations de **traction-cisaillement** (région II)
- Avec le pion hémisphérique (soudures avec film continu de clad) qui « effleure » la tôle de Ti-6Al-4V (figure III.26.b) :
 - Des sollicitations de **compression-cisaillement** (région I) sont uniquement exercées

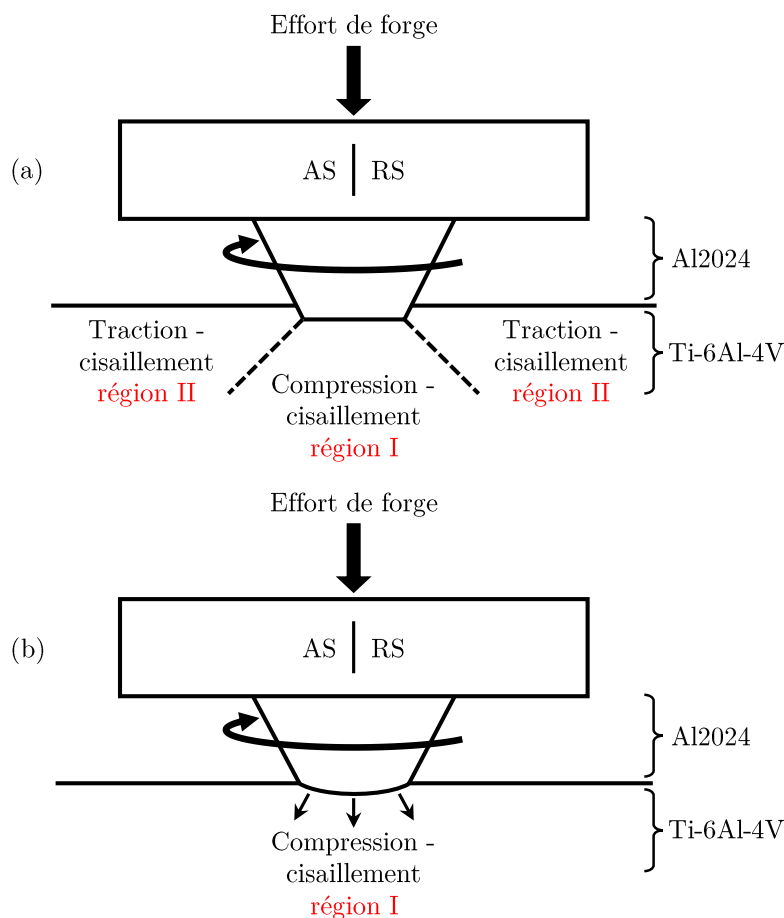


Figure III.26 – Etats de contraintes exercés dans la tôle de Ti-6Al-4V par : (a) le pion plat et (b) le pion hémisphérique.

En conséquence, des évolutions de microstructure différentes sont rencontrées dans les soudures produites avec un pion plat et un pion hémisphérique. L'objectif de cette partie est d'évaluer l'influence des paramètres FSW sur la **déformation des grains** de Ti-6Al-4V au sein des différentes zones identifiées (régions I et II). Par ailleurs, l'origine du défaut ayant conduit à la rupture à travers le Ti-6Al-4V (cf. partie III.1.1.2) sera investiguée.

Afin d'évaluer les modifications microstructurales engendrées lors du soudage FSW, la microstructure initiale du Ti-6Al-4V est d'abord caractérisée.

III.3.1 Microstructure initiale du Ti-6Al-4V

Le Ti-6Al-4V étudié dans ces travaux présente une microstructure **équiaxe** obtenue à l'issue d'une succession de traitements thermiques et thermomécaniques (détail des étapes donné dans le chapitre I.2.2.2). Il s'agit d'un alliage biphasé composé d'une phase α majoritaire ($\simeq 90-95\%$) et d'une phase β minoritaire ($\simeq 5-10\%$). La figure III.27.a donne une vue globale du Ti-6Al-4V à l'état de réception et montre que la microstructure est homogène. La phase α présente une morphologie nodulaire, légèrement allongée dans la direction de laminage (figure III.27.b), dont la taille des grains⁵ est estimée à $3,3 \pm 1,3 \mu\text{m}$.

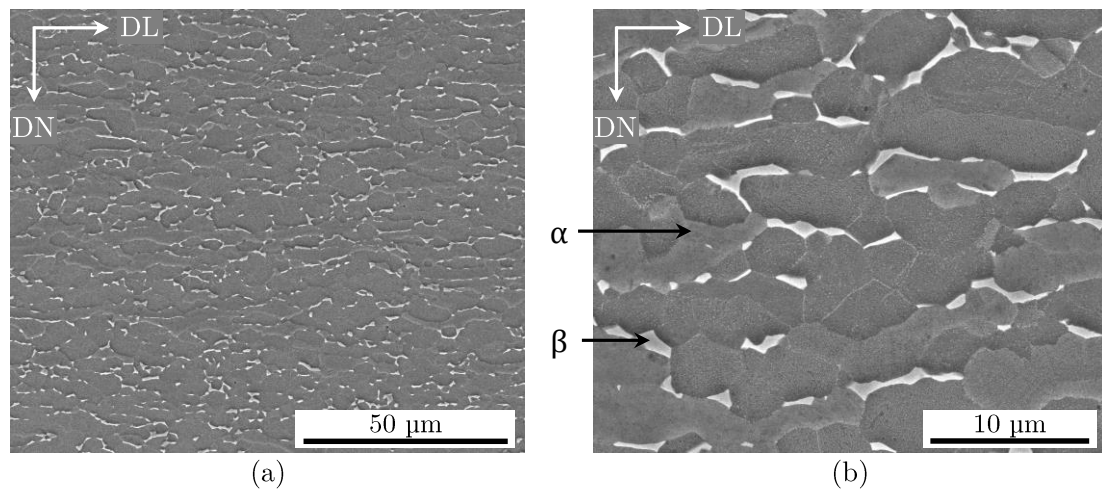


Figure III.27 – Images MEB-SE de la microstructure initiale du Ti-6Al-4V : (a) vue globale et (b) grossissement à l'échelle des grains (DL : direction de laminage ; DN : direction normale).

Le Ti-6Al-4V est caractérisé par une température de transus β , qui désigne la température de transformation allotropique $\alpha \rightleftharpoons \beta$, au-delà de laquelle seule la phase β est stable. En particulier, ELMER et al. [Elmer+2005] montrent que la transformation $\alpha \rightleftharpoons \beta$ s'initie dès 850°C , tandis que le transus β s'élève à 1000°C .

Ainsi, lors du soudage à l'état solide Al2024/Ti-6Al-4V (avec $T_{fusion}^{Al2024} = 640^\circ\text{C}$), aucune évolution de proportion de phases α et β n'est attendue.

5. La taille des grains α est évaluée manuellement sur ImageJ à partir d'une centaine de mesures.

III.3.2 Microstructure du Ti-6Al-4V soudé avec un pion plat

Les résultats de caractérisation menés dans la région I sont d'abord présentés, suivis de ceux dans la région II.

III.3.2.1 Région I sollicitée en compression-cisaillement

Dans la région I, la microstructure initiale du Ti-6Al-4V est fortement modifiée. En particulier, deux niveaux d'évolutions microstructurales sont observées (figure III.28).

Proche de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V, où les températures atteintes sont les plus élevées, une première sous-couche est caractérisée par une **déformation plastique intense**. Un affinement important de la microstructure, et en particulier des nodules α , est observé. La phase β semble, quant à elle, apparaître sous forme de longs liserés très fins et allongés selon la direction de cisaillement (figure III.28). L'observation au MET du Ti-6Al-4V, sous l'extrême surface de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V (figure III.29), montre en effet une microstructure avec des grains (probablement α) équiaxes et de taille nanométriques (entre 50 et 200 nm) qui résulterait de la **recristallisation dynamique** de l'alliage⁶. Ainsi, bien que les températures générées lors du soudage FSW Al2024/Ti-6Al-4V soient relativement faibles pour le Ti-6Al-4V, la déformation plastique intense subie par l'alliage permettrait d'enclencher les mécanismes de recristallisation dynamique sur une épaisseur de quelques microns. En plus de cet affinement important de la microstructure, des bandes allongées selon la direction de cisaillement (notées « bandes de cisaillement ») sont observées et semblent correspondre à la phase β (figure III.29).

Cette zone de déformation plastique intense est caractéristique des transformées tribologiques de surface (TTS) bien connues en tribologie. Elles sont le signe d'une très grande déformation plastique des grains α issue de la combinaison des contraintes de compression et de cisaillement. En particulier, la génération de **bandes de cisaillement** est d'autant plus possible que nous pouvons considérer dans ce cas précis des pressions hydrostatiques locales sous le pion de plusieurs dizaines de gigapascals (GPa).

Dans le second niveau de modifications microstructurales, les températures et la déformation plastique sont moins élevées et conduisent à une microstructure hétérogène, en raison de phénomènes de **localisation de la déformation** (figure III.28). Comme précédemment, des **bandes de cisaillement** caractéristiques d'un cisaillement intense sont observées et sont encadrées par des zones où les nodules α et la phase β apparaissent déformés de manière plus modérée.

Ensuite, pour une distance suffisamment éloignée de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V, la microstructure initiale du Ti-6Al-4V est à nouveau observée (figure III.28).

6. La recristallisation dynamique du Ti-6Al-4V semble se produire principalement dans la phase α (majoritaire), tandis que la phase β (minoritaire) apparaît comme un marqueur de la déformation plastique.

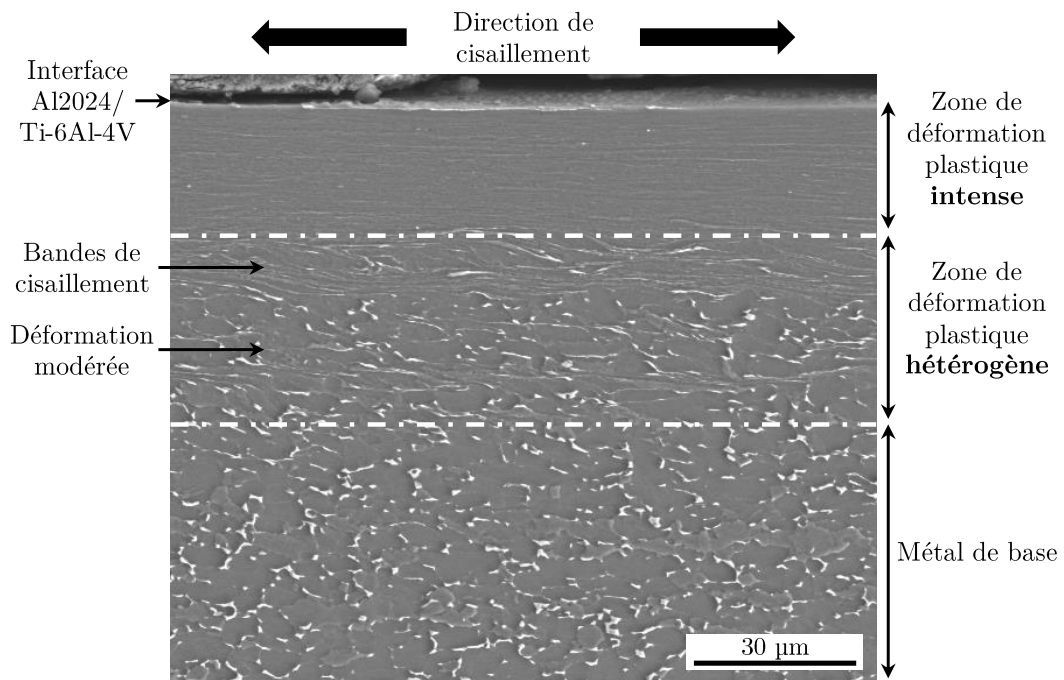


Figure III.28 – Image MEB-SE des évolutions microstructurales générées dans la région I (compression-cisaillement).

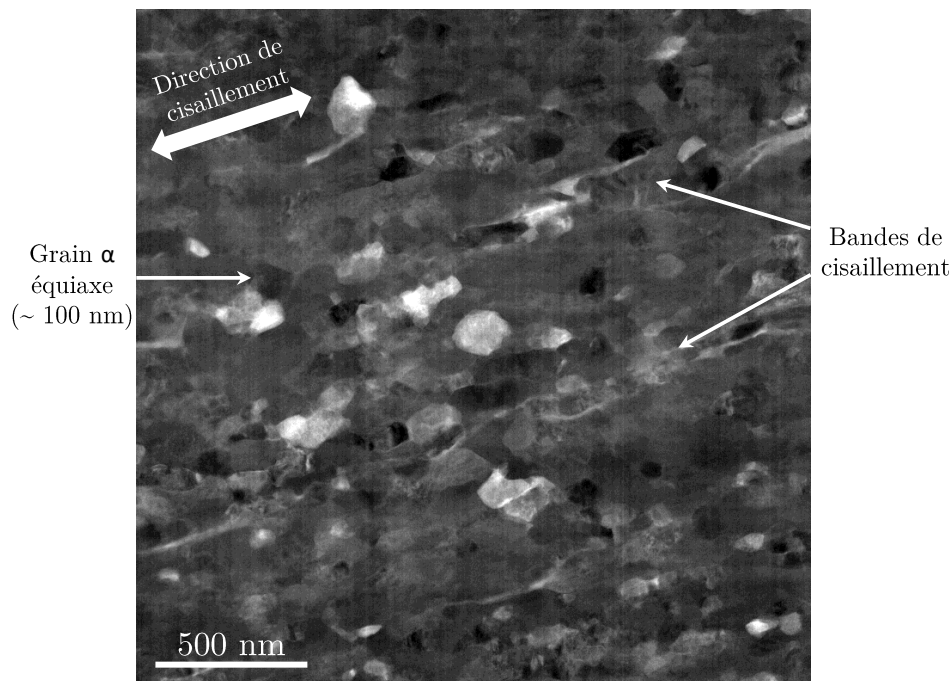


Figure III.29 – Image STEM-HAADF de la microstructure du Ti-6Al-4V à l'extrême surface sous le pion (zone de déformation plastique intense de la région I). Le contraste observé correspond à la fois à un contraste chimique et de diffraction, ne permettant pas de distinguer la phase α (majoritaire) de la phase β (minoritaire).

Les modifications microstructurales précédemment décrites rappellent l'aspect des **bandes de cisaillement adiabatiques**. Ces zones d'intensité différente de la déformation plastique sont typiquement rencontrées dans les procédés à **grandes vitesses de déformation** (entre 10^2 et 10^5 s⁻¹) [Murr+2002], tel que l'usinage [Courbon+2014] ou encore la balistique [Murr+2009]. Ces conditions de déformation associées à la faible conductivité thermique du Ti-6Al-4V génèrent un **échauffement localisé** du matériau. La dissipation limitée de la chaleur dans la matière conduit ainsi à la formation de zones d'**adoucissement locale** dans l'alliage, où la déformation plastique est facilitée. Ces hétérogénéités de déformation, entre la bande d'échauffement localisée et le matériau avoisinant, donnent ainsi naissance à des **bandes de cisaillement adiabatiques** (figure III.28) [Courbon+2014 ; Dinartz1994 ; Dodd+2012].

Ainsi, le gradient thermomécanique produit selon la direction verticale du joint soudé est à l'origine de deux zones de modifications de microstructure, caractérisées chacune par des niveaux de déformation plastique distincts. En particulier, leurs caractéristiques respectifs répondent à la définition des **zones de soudage** observées dans un joint soudé FSW (cf chapitre I.1.3.3) :

- La zone de déformation plastique intense est directement en contact avec le pion lors du soudage et conduit à la recristallisation du Ti-6Al-4V : elle peut ainsi être assimilée à la zone du **noyau soudé** côté Ti-6Al-4V
- La zone de déformation plastique hétérogène connaît un échauffement et une déformation plastique moindres que dans le noyau et induit une déformation importante des grains : elle s'apparente donc à la **ZATM** côté Ti-6Al-4V
- En revanche, aucune évolution microstructurale caractéristique d'un traitement thermique appliqué au Ti-6Al-4V, pouvant être associée à la formation d'une ZAT, n'est observée au MEB. La réalisation de mesures de micro-dureté, espacées de 50 µm, ne permet pas d'attester de l'existence d'une ZAT (activation de mécanismes métallurgiques pouvant mener à un adoucissement de l'alliage tels que la restauration dynamique, ...)

Ces évolutions de microstructure sont rencontrées pour l'ensemble des conditions de soudage étudiées. Les paramètres FSW contrôlent la profondeur de la surface affectée thermomécaniquement par l'outil FSW. En particulier, l'épaisseur des couches de déformation plastique intenses (noyau) et hétérogène (ZATM) augmente avec l'apport de chaleur ω^2/ν car la pénétration du pion est plus importante (figure III.30).

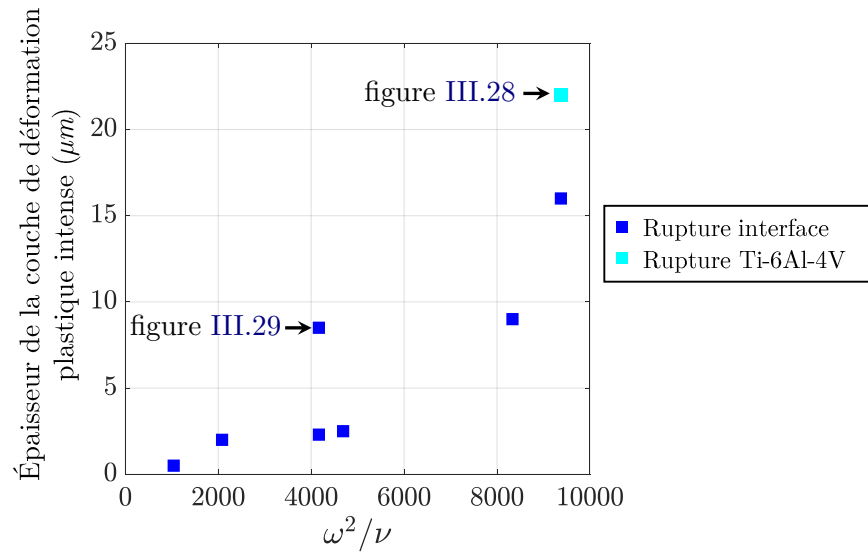


Figure III.30 – Influence du flux de chaleur ω^2/ν sur l'épaisseur de la couche de déformation plastique intense (noyau) dans la région I (compression-cisaillement).

III.3.2.2 Région II sollicitée en traction-cisaillement

La région II s'étend le long des crochets AS et RS. Le mode de rupture observé à travers le Ti-6Al-4V⁷ (cf. partie III.1.1.2) se produit dans cette région et plus particulièrement à la base du crochet AS. Les caractérisations se focaliseront donc de ce côté de la soudure.

La figure III.31.a donne une vue globale des modifications générées dans la région II, pour la soudure dont la rupture s'est produite dans le Ti-6Al-4V. Il peut être noté que la surface affectée par les évolutions microstructurales présente une forme cylindrique, correspondant à la géométrie du pion. De plus, des remontées de matière sont observées à la base du crochet AS.

Comme pour la région I, la région II est caractérisée par deux niveaux d'évolutions microstructurales : une zone de déformation plastique **intense** (noyau) proche de l'interface et une zone adjacente de déformation plastique **hétérogène** (ZATM) (figure III.31.b). Néanmoins, la majeure différence par rapport aux résultats obtenus dans la zone de compression-cisaillement (région I), réside dans la formation de **porosités** de forme elliptique et de **fissures** (figure III.31.b). Ces dernières se développent uniquement dans la zone proche de l'interface où les déformations plastiques sont les plus sévères. La formation de bandes de cisaillement associées aux sollicitations de **traction** conduit à une décohésion de matière au niveau des zones de fortes hétérogénéités de déformation (interface bandes de cisaillement/matière environnante) et donc à la génération de cavités puis de fissures par coalescence de ces dernières. En particulier, ces mécanismes d'endommagement sont à l'origine de la **fragmentation** du Ti-6Al-4V. Un exemple de début de fragmentation⁸ est observé en figure III.31.b.

7. Il est rappelé que la soudure dont la rupture s'est produite dans le Ti-6Al-4V correspond à la condition de soudage obtenue avec un pion plat et à la vitesse de rotation maximale de 1500 tours/min. Elle présente le flux de chaleur ω^2/ν le plus élevé.

8. Cette fragmentation peut être assimilée à des émissions de particules d'usure

A la base du crochet AS, des porosités et des fissures sont également formées dans la direction de déformation des bandes de cisaillement (figure III.31.c). Elles n'aboutissent cependant pas à la fragmentation du Ti-6Al-4V.

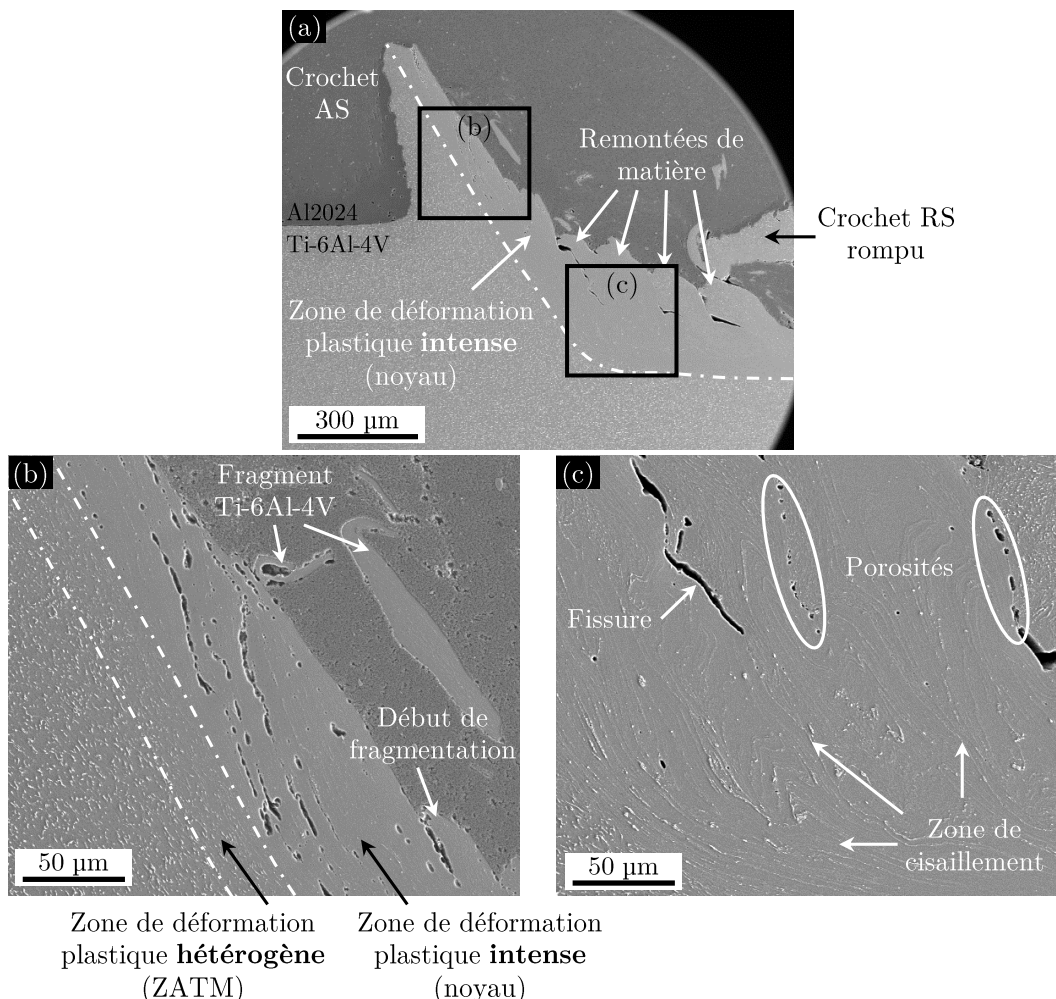


Figure III.31 – Images MEB-SE des évolutions microstructurales générées dans la région II (traction-cisaillement) : (a) vue globale et (b) image agrandie de la face latérale du crochet AS et (c) image agrandie de la base du crochet AS.

Suivant l'apport de chaleur ω^2/ν , il est constaté que l'endommagement du Ti-6Al-4V évolue (figure III.32). Pour des apports de chaleur faibles jusqu'à intermédiaires (figures III.32.a et b), la génération de porosités et fissures à la base du crochet AS conduit systématiquement à la formation de fragments de Ti-6Al-4V qui pénètrent dans le noyau d'Al2024. Seule la condition de soudage à l'apport de chaleur ω^2/ν le plus élevé, et pour laquelle la rupture à travers le Ti-6Al-4V se produit, ne provoque pas la fragmentation du Ti-6Al-4V (figure III.32.c). Les températures élevées qui y sont générées permettent probablement à l'alliage d'atteindre des niveaux de déformation plastique plus importants. A la place, une zone pré-fissurée est générée à la base du crochet AS (figure III.32.c). Elle agirait comme un **précurseur de la rupture** du joint soudé et serait donc à l'origine du mode de rupture observé à travers le Ti-6Al-4V.

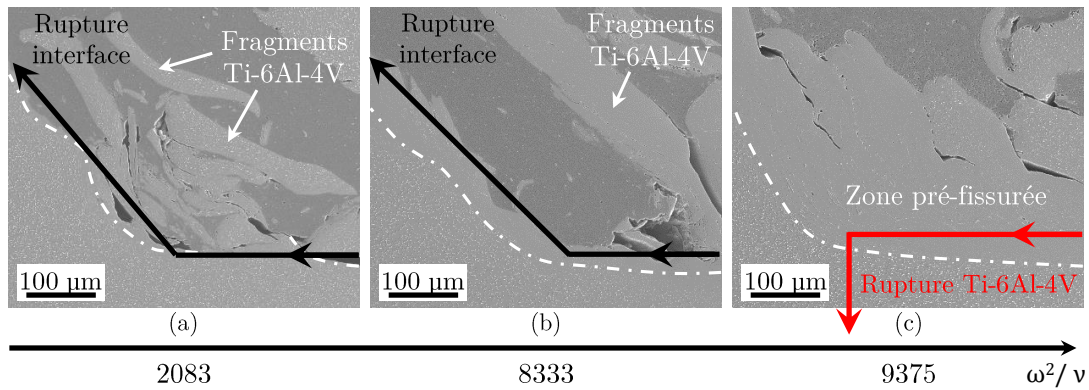


Figure III.32 – Influence du flux de chaleur ω^2/ν sur l'endommagement du Ti-6Al-4V dans la région II (traction-cisaillement).

III.3.3 Microstructure du Ti-6Al-4V soudé avec un pion hémisphérique

En raison de sa forme bombée et de sa faible profondeur de pénétration (0,1 mm au centre de la soudure), le pion hémisphérique s'affranchit des contraintes de traction-cisaillement exercées sur le Ti-6Al-4V⁹. L'alliage est donc seulement soumis à des sollicitations de **compression-cisaillement**. Ainsi, le Ti-6Al-4V présente une microstructure uniforme tout le long de la partie soudée (figures III.33.b et c).

Proche de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V, les grains sont déformés plastiquement de manière intense (noyau) et la phase β devient difficilement observable au MEB. Dans la zone adjacente, une déformation hétérogène (ZATM), révélée par la déformation de la phase β , est notée. Ces deux zones de soudage sont observées à la fois au centre de la soudure et du côté AS (figures III.33.b et c).

A la différence des soudures produites avec un pion plat, **aucune porosité ou fissure** ne sont générées côté AS (figure III.33.b). L'évolution de l'état de contrainte exercées dans le Ti-6Al-4V en fonction de l'outil de soudage affecte donc les modifications microstructurales. En particulier, l'absence de sollicitations en traction (pion hémisphérique), limite la génération de fissure et de porosité. Ainsi, la fragmentation du Ti-6Al-4V est réduite. Quelques fragments sont toutefois observés dans le noyau d'Al2024 (figure III.33.a) et proviennent probablement des remontées de matière cisailées par l'outil le long de sa trajectoire.

Ces évolutions de microstructure, résultantes de contraintes en compression-cisaillement, ainsi que l'absence de porosité et fissure sont vérifiées sur l'ensemble des conditions de soudage réalisées avec un pion hémisphérique. Comme pour les soudures produites avec un pion plat, une augmentation de l'épaisseur de la couche de déformation plastique intense (noyau) est observée avec l'élévation de l'apport de chaleur ω^2/ν (figure III.34). Les résultats obtenus sont alors du même ordre de grandeur que ceux avec un pion plat.

9. La face latérale du pion ne pénètre pas suffisamment dans le Ti-6Al-4V pour le déformer en traction-cisaillement (figure III.26.b). Seule la partie bombée « effleure » l'alliage en compression-cisaillement.

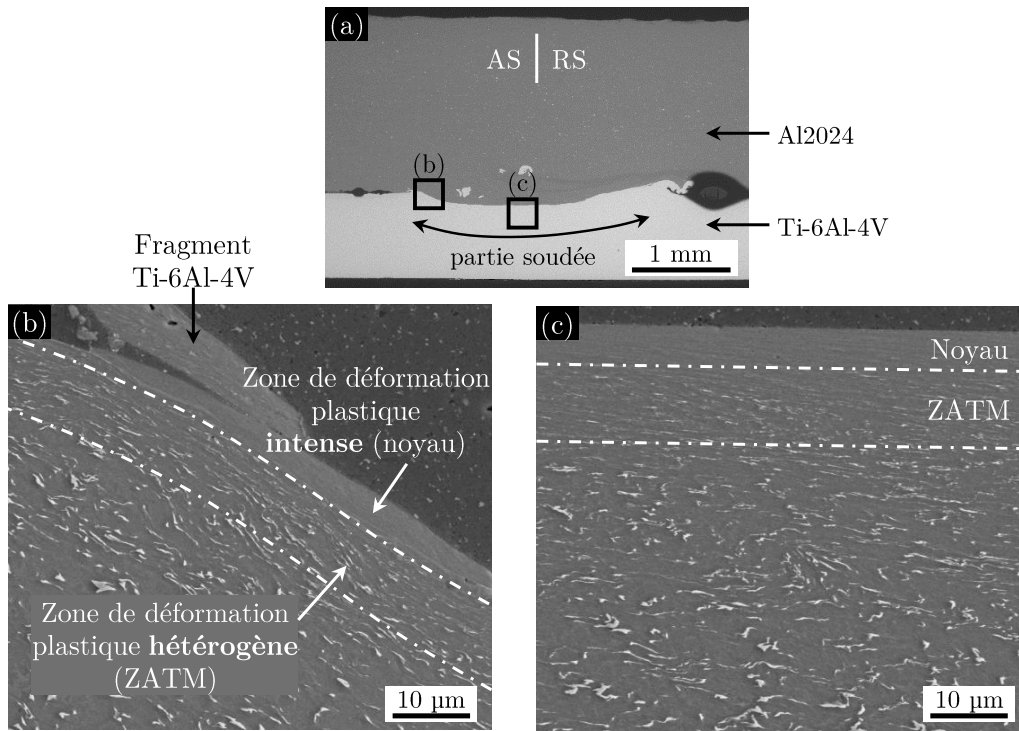


Figure III.33 – Images MEB-SE des évolutions microstructurales générées dans une soudure produite avec un pion hémisphérique : (a) vue globale et (b) image agrandie côté AS et (c) image agrandie au centre de la soudure.

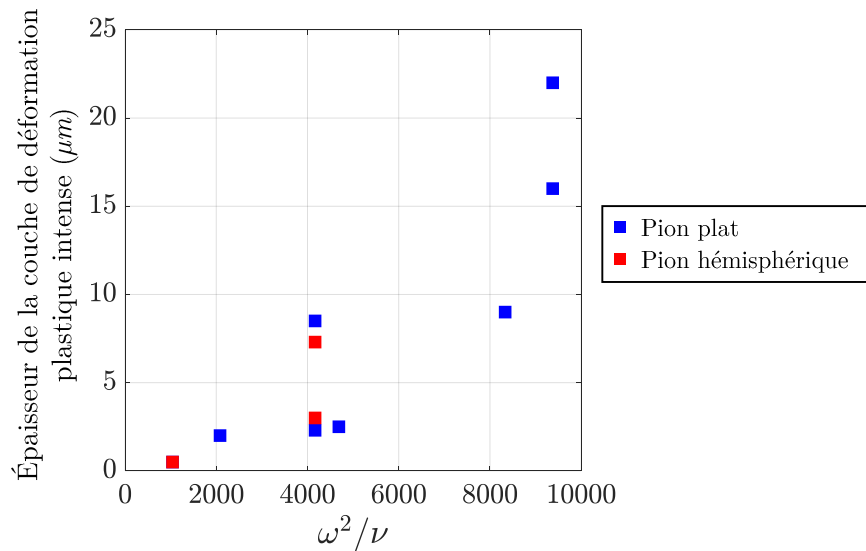


Figure III.34 – Influence du flux de chaleur ω^2/ν et de l'outil FSW sur l'épaisseur de la couche de déformation plastique intense (zone compression-cisaillement).

III.3.4 Synthèse : rôles de l'outil FSW

La géométrie de la zone de contact du pion est un paramètre d'influence majeur du procédé FSW. Il impacte la quantité de matière extrudée pour **former des crochets** (pion plat de longueur 2 mm) ou au contraire pour limiter leur formation (pion hémisphérique de longueur 1,9 mm). Il contrôle également l'intensité des déformations plastiques résultantes à la surface de la tôle de Ti-6Al-4V.

Sous l'outil, l'alliage est systématiquement soumis à des sollicitations de **compression-cisaillement** qui affectent la matière d'autant plus profondément que l'apport de chaleur ω^2/ν augmente car la pénétration de l'outil dans la tôle de Ti-6Al-4V est aussi plus importante. En particulier, la faible conductivité thermique du Ti-6Al-4V limite la dissipation de la chaleur. Cet effet, couplé à la déformation plastique sévère induite par le soudage FSW, engendre la **recristallisation dynamique** de l'alliage proche de l'interface (noyau), puis conduit à des hétérogénéités de déformation plastique sous la forme de **bandes de cisaillement** (ZATM) dans la zone adjacente.

Dans le cas du **pion hémisphérique**, ces deux niveaux de modifications microstructurales sont observés tout le long de la partie soudée. Ce dernier « effleure » la tôle de Ti-6Al-4V et exerce donc uniquement des sollicitations de compression-cisaillement.

En revanche, dans le cas du **pion plat**, la face latérale de l'outil pénètre le Ti-6Al-4V. L'alliage est donc soumis, à chaque extrémité de la partie soudée, à des sollicitations de traction-cisaillement qui favorisent la décohésion de la matière et donc la génération de porosités et de fissures. Ces phénomènes d'endommagement de la matière donnent lieu à une **zone pré-fissurée** côté AS pour la soudure au flux de chaleur ω^2/ν le plus élevée (pion plat), qui serait l'origine du mode de rupture obtenu à travers le Ti-6Al-4V.

Par conséquent, l'absence de sollicitations de traction-cisaillement dans le cas du pion hémisphérique exclurait la possibilité d'obtenir une rupture fragile et peu résistante (coefficient de joint de 17%) à travers le Ti-6Al-4V.

Finalement, les outils FSW étudiés dans ces travaux remplissent deux fonctions principales :

- Le **malaxage de la matière**, principalement tributaire de la longueur du pion, et qui influe sur l'aspect générale des soudures :
 - Formation de crochets pour un pion de longueur 2,0 mm
 - Absence de crochets mais formation d'un film continu de clad pour un pion de longueur 1,9 mm

L'influence des paramètres FSW sur les caractéristiques des crochets et du film continu de clad est décrit dans la partie III.2 précédente

- La **déformation plastique sévère du Ti-6Al-4V** pouvant se traduire par l'endommagement de l'alliage selon la géométrie de l'extrémité du pion en contact dans la tôle de Ti-6Al-4V :
 - Génération de porosités et de fissures côtés AS et RS avec un pion plat. Selon l'apport de chaleur ω^2/ν , cet endommagement est à l'origine de la fragmentation du Ti-6Al-4V (ω^2/ν faible à intermédiaire) ou conduit à la formation d'une zone pré-fissurée (ω^2/ν élevée) qui favorise le mode de rupture à travers le Ti-6Al-4V
 - Absence de porosités et de fissures avec un pion hémisphérique qui effleure la tôle de Ti-6Al-4V

III.4 Critères de rupture

La caractérisation mécanique, par traction-cisaillement, des éprouvettes soudées en **transparence** induit une distribution des contraintes dissimilaire entre les tôles inférieures et supérieures, qui résulte du transfert de l'effort à travers le cordon [Buffa+2009 ; Cederqvist+2001 ; Michel2016]. La figure III.35 donne une description qualitative de ces évolutions et met en évidence que dans chaque tôle, la contrainte diminue progressivement en direction du bord libre. Cette distribution hétérogène des contraintes est à l'origine de la grande sensibilité des joints soudés en transparence à la présence de **discontinuités** et à leur **position** le long de la surface de recouvrement des tôles. C'est la raison pour laquelle le **mode de chargement AS/RS** des soudures peut affecter les propriétés mécaniques des joints soudés [Buffa+2009 ; Cederqvist+2001 ; Yang+2011 ; Yuan+2012 ; Zhang+2016].

Dans ces travaux, des crochets, un film de clad et une zone pré-fissurée sont produits dans les soudures Alclad 2024/Ti-6Al-4V. Comme montré à partir des résultats de corrélation d'images (figures III.9, III.10 et III.11), ces **hétérogénéités** (géométrique et chimique) génèrent des phénomènes de localisation de la déformation et **perturbent** ainsi la distribution des contraintes à travers l'éprouvette soudée (figure III.35). L'objectif de cette partie est d'évaluer le rôle de ces discontinuités sur l'endommagement des joints soudés et d'identifier les **critères de rupture** associés. Par ailleurs, l'influence du **mode de chargement AS/RS** sur le comportement mécanique des soudures sera discutée.

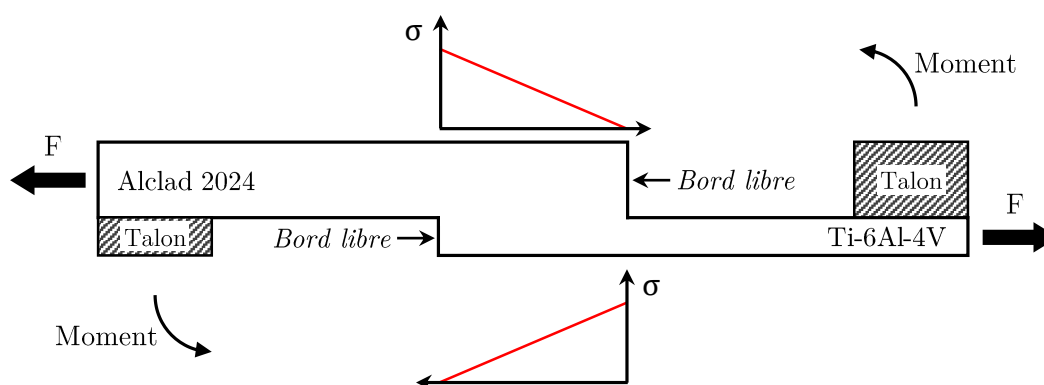


Figure III.35 – Représentation schématisée et théorique de la distribution des contraintes à travers un joint soudé en transparence lors d'un essai de traction-cisaillement (mode de chargement AS) [Buffa+2009 ; Cederqvist+2001].

III.4.1 Modes de rupture associés à la formation de crochets

Les modes de rupture à l'interface, dans l'Al2024 et dans le Ti-6Al-4V sont caractérisés par la présence de **crochets** qui génèrent deux zones de localisation de la déformation dans les éprouvettes de traction (figures III.35, III.10 et III.11). La première est située dans l'Al2024 au-dessus du crochet AS tandis que la seconde est localisée dans le Ti-6Al-4V à la base du crochet RS. Ces deux zones sont respectivement définies en figure III.36 comme « zone critique A » et « zone critique B ». En particulier, durant l'essai de

traction-cisaillement le moment exercé conduit à une dissymétrie des sollicitations entre ces deux zones : la zone critique A est majoritairement sollicitée en **traction**, tandis que la zone critique B subit principalement du **cisaillement** (figure III.36).

L'impact des caractéristiques des crochets sur les contraintes atteintes dans les zones critiques A et B est évalué ci-après.

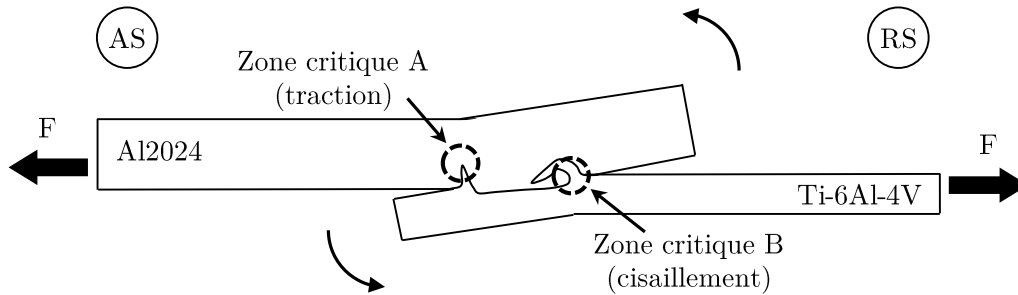


Figure III.36 – Définitions des zones critiques A et B induites par la présence de crochets pendant l'essai de traction-cisaillement (mode de chargement AS).

Estimation des contraintes atteintes dans la zone critique A

La présence du **crochet AS** dans la zone critique A, où la contrainte théorique est maximale (figure III.35), accentue la contrainte atteinte. En particulier, sur les résultats de corrélation d'images (figures III.9, III.10 et III.11), un champ de déformation sous forme « d'ailes de papillon », classiquement rencontré en fond d'entaille, est observé. Ainsi, en raison de son **acuité élevée** le crochet AS peut être assimilé à une **entaille** et plus généralement les éprouvettes de traction (avec crochets) à des éprouvettes entaillées. Lorsqu'une pièce sollicitée mécaniquement comporte une entaille, les contraintes sont augmentées au voisinage de celle-ci [Lu+1998]. On parle alors de phénomènes de concentration de contraintes, caractérisé par un **facteur de concentration de contrainte** K_t . Ce facteur relie, pour une sollicitation statique, la contrainte nominale (contrainte atteinte sans entaille) et la contrainte réelle au voisinage de l'entaille [Lu+1998 ; Pilkey+2020] tel que :

$$K_t = \frac{\sigma_{reelle}}{\sigma_{nominale}} \quad (\text{III.3})$$

L'estimation des contraintes réelles atteintes dans la zone critique A, c'est-à-dire en bout d'entaille, nécessite donc d'évaluer la valeur du facteur de concentration de contrainte K_t ¹⁰. Ce dernier dépend, pour une sollicitation mécanique donnée, de la géométrie de la pièce et des dimensions et de la forme de l'entaille [Lu+1998]. Pour des cas d'étude relativement simples (plaque entaillée, plaque avec épaulement, ...), K_t peut être exprimé analytiquement. En particulier, on retrouve dans la littérature

10. Il est alors supposé que le matériau est élastique, homogène et isotrope [Lu+1998]

plusieurs traités proposant des **abaques** pour les principales géométries et sollicitations mécaniques rencontrées dans la conception [Pilkey+2020]. Une autre approche consiste à calculer directement par **éléments finis** les contraintes réelles au voisinage de l'entaille. Néanmoins, dans ces travaux cette méthode n'a pas pu aboutir en raison des difficultés pour définir la nature du contact Al2024/Ti-6Al-4V dans les soudures.

Ainsi, les contraintes atteintes au sommet du crochet AS (zone critique A) sont évaluées à partir de K_t , lui-même estimé par l'intermédiaire d'une **abaque**. Il est alors supposé que la géométrie la plus proche des éprouvettes de traction soudées est une **plaque entaillée en U d'un côté** et sollicitée en **traction** (figure III.37.a) (abaque en annexe B.3). Par analogie, K_t est déterminé dans les éprouvettes soudées (figure III.37.b), tels que :

- H correspond à l'épaisseur de la plaque Al2024 (1,8 mm)
- d correspond à l'épaisseur effective de l'Al2024 au-dessus du crochet AS
- t correspond à la hauteur du crochet AS
- r correspond au rayon de courbure du crochet AS

Hormis l'épaisseur de la plaque H , les autres dimensions évoluent en fonction des paramètres de soudage et le long du cordon de soudure. Les valeurs moyennes obtenues par analyse d'images à partir des résultats de tomographie à rayons X sont utilisées pour d et t . Concernant le rayon de courbure r , celui-ci n'est pas directement mesuré par analyse d'images. Sa valeur est choisie tel que r équivaut à la demi-largeur du crochet AS.

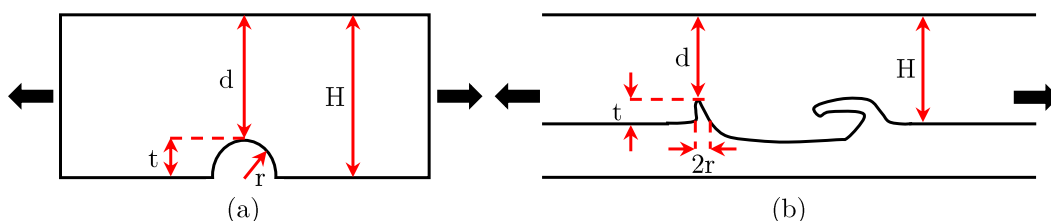


Figure III.37 – Comparaison entre les géométries (a) de l'abaque et (b) des éprouvettes soudées et définition des grandeurs utilisées pour déterminer K_t .

Les contraintes estimées dans la zone critique A sont présentées en figure III.38. Les résultats mettent en évidence que le mode de rupture dans l'Al2024 résulte bien d'un effet de **concentration de contraintes** sévère dans la zone critique A. Localement, la contrainte au sommet du crochet AS atteint la résistance mécanique à rupture de l'Al2024, conduisant ainsi à l'amorçage d'une fissure et à la rupture brutale du joint soudé. En revanche, pour les autres soudures la contrainte locale n'est pas suffisamment élevée pour initier une fissure dans la zone critique A et le mode de rupture dans l'Al2024 est donc évité (figure III.38). L'acuité du crochet AS étant relativement similaire pour l'ensemble des conditions de soudage (même mécanisme de formation du crochet AS), c'est la **taille du crochet AS** (notée « t ») qui gouverne l'amorçage d'une fissure dans la zone critique A. Un crochet de dimensions élevées favorise ainsi le mode de rupture à travers l'Al2024. En revanche, un crochet AS de taille plus réduite génère une contrainte locale insuffisante. Par conséquent, la charge continue d'augmenter à travers l'éprouvette soudée et impacte en particulier les contraintes atteintes dans la zone critique B.

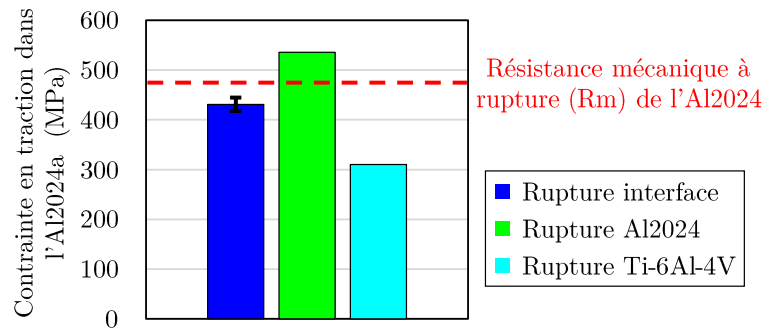


Figure III.38 – Contraintes calculées dans la zone critique A pour les trois modes de rupture à l'interface, dans l'Al2024 et dans le Ti-6Al-4V.

Estimation des contraintes atteintes dans la zone critique B

Dans la zone critique B, la contrainte théorique est minimale (figure III.35). Par ailleurs, le crochet RS étant plus **émoussé**, il ne génère pas d'effet de concentration de contraintes. La contrainte de cisaillement τ exercée dans le Ti-6Al-4V, à la base du crochet RS, peut être estimée par la relation :

$$\tau = \frac{F}{S_{RS}} \quad (\text{III.4})$$

Avec F (N) la charge à rupture des soudures et S_{RS} (mm²) la surface à la base du crochet RS. Les valeurs de largeur du crochet RS sont tirées des résultats d'analyse d'images.

Les contraintes en cisaillement estimées dans la zone critique B sont présentées en figure III.39.a. Les résultats montrent que la contrainte exercée à la base du crochet RS excède la contrainte à rupture en cisaillement du Ti-6Al-4V, pour les soudures au mode de rupture à l'interface. Par conséquent, la **rupture du crochet RS** conduit ensuite à l'amorçage d'une fissure à l'**interface** et à la rupture brutale des joints soudés. Il est précisé que pour certaines conditions de soudage, la contrainte estimée dans la zone critique B n'atteint pas la contrainte à rupture en cisaillement du Ti-6Al-4V. La rupture se produit néanmoins à l'interface suite au **contournement** de la fissure par-dessus le crochet RS (figure III.39.b) lorsque (i) la flexion de la tôle est suffisamment importante et que (ii) la hauteur du crochet RS est assez réduite. A l'inverse, pour des dimensions élevées (largeur et hauteur), la contrainte générée dans la zone critique B est insuffisante et la rupture à l'interface n'a pas lieu. Il est précisé que dans le cas du mode de rupture dans le Ti-6Al-4V, la contrainte dans la zone critique B n'a pas été calculée en raison de l'absence de crochet RS (crochet rompu) (figure III.39.a). En particulier, la présentation des mécanismes de rupture en partie III.1.2.3 avait mis en évidence qu'en l'absence d'obstacle pour la propagation d'une fissure, une chute brutale de charge sur la courbe de traction était observée, conduisant à la dégradation des propriétés mécaniques. Le crochet RS agit ainsi comme un **ancrage mécanique** au sein du joint soudé. Plus ses dimensions sont importantes, plus l'initiation d'une fissure est retardée.

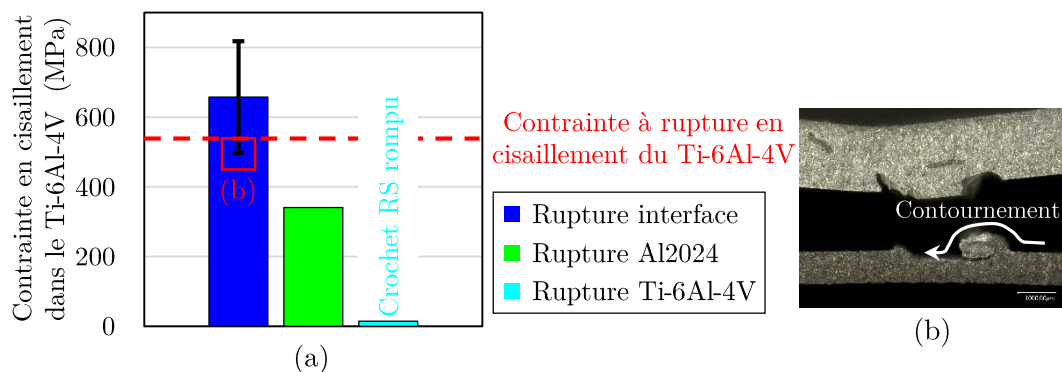


Figure III.39 – (a) Contraintes calculées dans la zone critique B pour les trois modes de rupture à l’interface, dans l’Al2024 et dans le Ti-6Al-4V et (b) exemple de rupture à l’interface suite au contournement de la fissure au-dessus du crochet RS.

Ainsi, les différents modes de rupture répertoriés dans ces travaux sont fonction des **dimensions des crochets**, résultant du flux de matière. La figure III.40 dresse les relations existantes entre les paramètres FSW, les dimensions des crochets et les modes de rupture.

La majorité des soudures rompent selon le mode de rupture à l’**interface** en raison d’un crochet AS de taille insuffisante pour initier une fissure dans la zone critique A. Par conséquent, le **crochet RS cède en premier** et une fissure se propage à l’interface. En l’absence de défaut sur son parcours, le mode de rupture à l’interface est obtenu.

Le cas échéant, la rupture se produit dans le **Ti-6Al-4V** en raison de (i) la formation d’une zone **pré-fissurée** sous le crochet AS qui entraîne la bifurcation de la fissure et de (ii) l’amincissement de la tôle de Ti-6Al-4V. Ce mode de rupture est obtenu pour la soudure réalisée avec le flux de chaleur le plus élevé (en une passe) qui favorise l’endommagement de l’alliage de titane.

Tel qu’exposé dans le chapitre II.1.2 lors de la mise au point des conditions de soudage étudiées, un incrément supplémentaire d’apport de chaleur conduit à la plongée de l’outil dans la tôle d’Al2024 et à la perforation de la tôle de Ti-6Al-4V (désigné de « domaine non soudable » en figure III.40). La taille du crochet AS étant directement liée à l’augmentation de l’apport de chaleur, aucune soudure produite en une passe ne peut atteindre la **hauteur critique du crochet AS** menant à la rupture dans l’Al2024 (figure III.40). Seule la déformation supplémentaire fournie en **double-passe** permet la génération d’un crochet AS suffisamment élevé pour conduire au mode de rupture dans l’**Al2024**. L’augmentation de l’apport de chaleur en double-passe permettrait d’accroître la taille du crochet AS. Cet effet serait cependant néfaste à la tenue mécanique des soudures et n’est donc pas souhaité.

La **hauteur du crochet AS** est donc un paramètre **déterminant** qui affecte non seulement les modes de rupture, mais également la **capacité de charge** des soudures. En effet, plus la hauteur du crochet AS est élevée, plus l’épaisseur effective de l’éprouvette soudée diminue et par conséquent la tenue mécanique des soudures est réduite. La taille du crochet AS étant directement liée à l’apport de chaleur ω^2/ν , la charge à rupture des joints soudés décroît en fonction de ω^2/ν (figure III.41). Le crochet RS, quant à lui, joue le rôle d’**ancrage mécanique**. Plus ses dimensions sont importantes, plus la rupture est retardée.

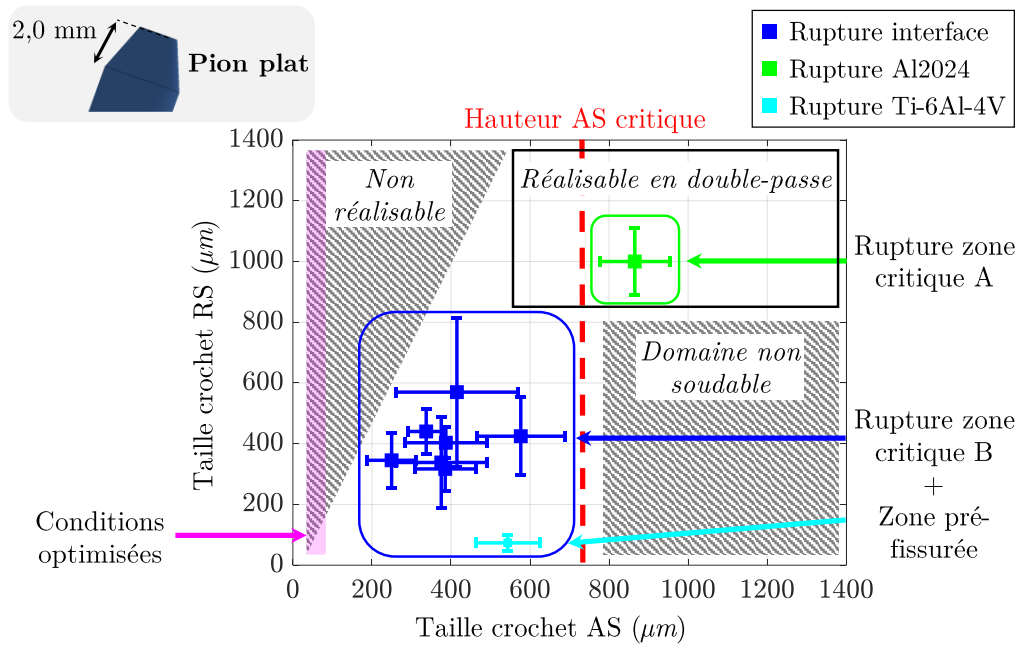


Figure III.40 – Synthèse des relations entre les conditions de soudage réalisables, les dimensions des crochets et les modes de rupture, pour un outil de soudage donnée (pion plat de longueur 2,0 mm).

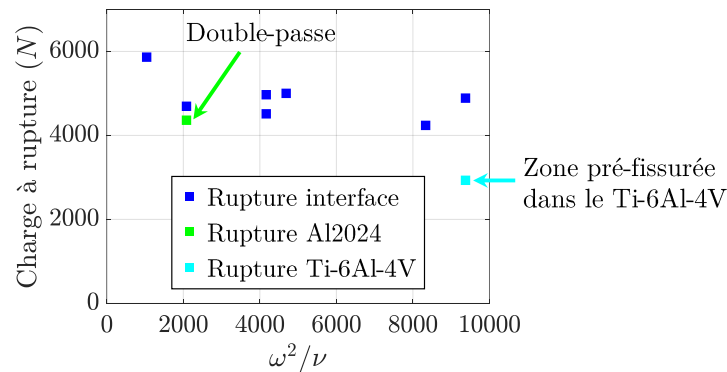


Figure III.41 – Influence de l'apport de chaleur ω^2/ν sur la charge à rupture.

Par conséquent, la **réduction de la hauteur du crochet AS** et l'**augmentation de la taille du crochet RS** permettraient d'améliorer la tenue mécanique des joints soudés. Ces conclusions sont en accord avec les résultats de WANG et al. [Wang+2019] (soudage Al6022/acier doux) qui obtiennent des propriétés mécaniques équivalentes à celles de l'acier lorsque les dimensions du crochet RS sont supérieures à celles du crochet AS. Néanmoins, ces conditions de soudage optimisées coïncident avec le domaine « **non réalisable** » (figure III.40). La profondeur de pénétration minimale de l'outil étant de 0,2 mm ($L_{pion} = 2,0$ mm contre $E_{p2024} = 1,8$ mm), aucun crochet AS de taille inférieure à 200 μm ne peut être produit. L'optimisation des propriétés mécaniques nécessite, par conséquent, de modifier l'**outil de soudage** de sorte à diminuer la quantité de matière extrudée et donc les dimensions des crochets.

III.4.2 Modes de rupture associés au film de clad

L'utilisation d'un outil FSW à un pion **hémisphérique** ($L_{pion} = 1,9$ mm) au profit d'un pion plat ($L_{pion} = 2,0$ mm) conduit à la formation de soudures exemptes de crochets. Les effets de concentration de contraintes sont ainsi évités et la qualité des soudures est améliorée (coefficient de joint entre 29 et 50% sans crochets contre 17 à 35% avec crochets). Néanmoins, la présence d'un **clad d'Al pur** en surface de la tôle d'Al2024 avant soudage impacte de manière significative les propriétés mécaniques des joints soudés. Le malaxage généré lors du soudage ne permet ni de dissoudre le clad dans l'Al2024, ni de le distribuer de manière homogène dans le noyau soudé. Un **film continu** de clad est alors formé et provoque, pour l'ensemble des conditions de soudage, une **rupture par cisaillement** à travers celui-ci. Le clad est en effet systématiquement observé sur chaque face des éprouvettes rompues (voir annexe B.2). Il est à l'origine d'une rupture prématurée des soudures en raison de sa résistance mécanique plus faible et, par conséquent, constitue une **voie de rupture privilégiée** au sein des soudures Alclad 2024/Ti-6Al-4V.

Les résultats d'essais mécaniques montrent une certaine sensibilité aux paramètres FSW, liées à l'évolution des **caractéristiques du film de clad** (figure III.42). Plus la **hauteur de pénétration du clad** par rapport à l'interface (h_{clad}) est élevée, plus la charge à rupture des soudures augmente, en raison d'une meilleure distribution du clad dans le noyau soudé (figure III.42.c). En particulier, la charge à rupture maximale est obtenue pour un apport de chaleur ω^2/ν **intermédiaire** qui constitue un bon compromis entre une hauteur de pénétration nulle (apport de chaleur insuffisant) (figure III.42.d) et une hauteur de pénétration limitée liée à la flexion du film de clad (apport de chaleur élevé) (figure III.42.b).

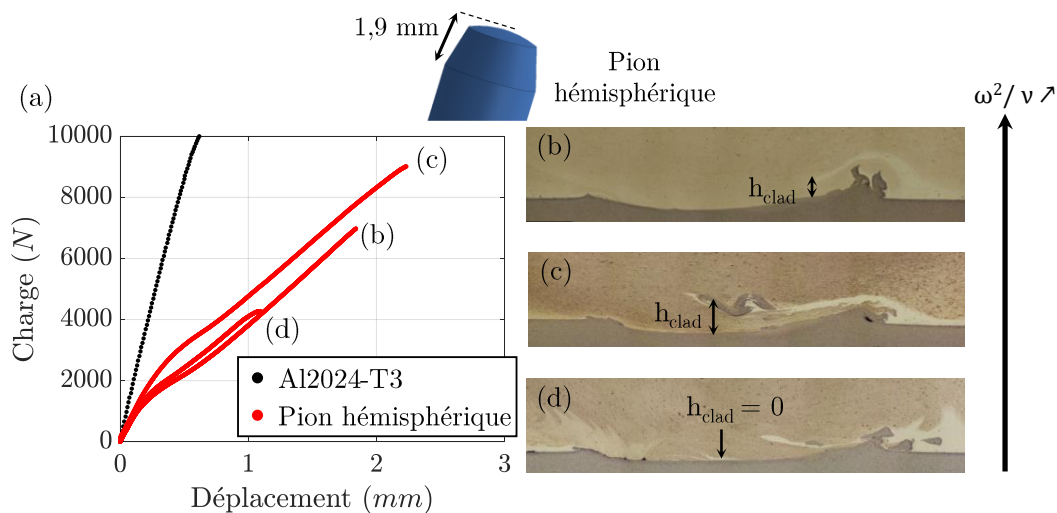


Figure III.42 – (a) Courbes de traction et (b,c,d) micrographies associées, classées dans l'ordre de l'apport de chaleur ω^2/ν croissant.

En ce qui concerne l'effet du **mode de chargement** AS ou RS des éprouvettes, une différence notable en terme de charge à rupture est observée pour la soudure présentant une hauteur de pénétration de clad élevée (figure III.43.a). En effet, l'inversion de la position des tôles modifie la distribution des contraintes dans l'éprouvette soudée (figures

III.43.b et c). Dans le cas du mode de chargement AS, la contrainte maximale dans la tôle supérieure est atteinte au niveau de la très faible remontée de matière côté AS (figure III.43.b) et à l'inverse au niveau du film de clad dans le mode de chargement RS (figure III.43.c). Entre ces deux évolutions de flux de matière, le film de clad représente la **discontinuité la plus critique** pour l'initiation d'une fissure, compte tenu de sa plus faible résistance mécanique. Il gouverne ainsi le comportement mécanique des soudures. En particulier, la figure III.43 met en évidence qu'il est plus favorablement orienté dans le mode de chargement AS car la contrainte associée y est minimale (figure III.43.b). C'est la raison pour laquelle la charge à rupture des soudures est augmentée en chargement AS par rapport au chargement RS.

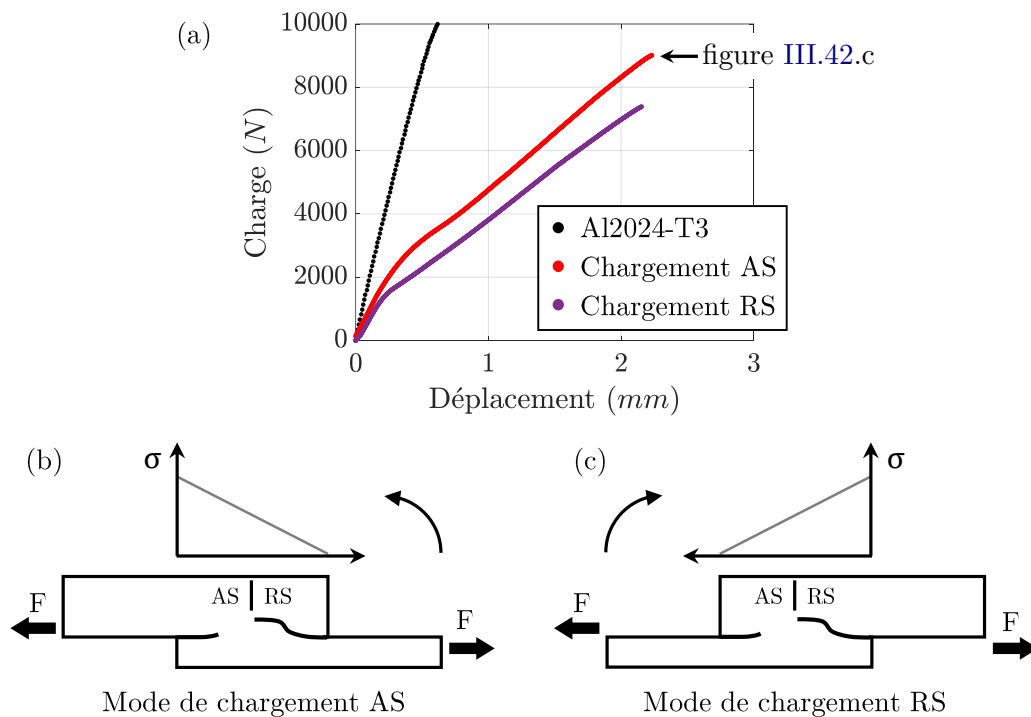


Figure III.43 – Influence de la position du film de clad sur la distribution des contraintes dans la tôle supérieure pour (a) le mode de chargement AS et (b) le mode de chargement RS.

III.5 Conclusion du chapitre

La caractérisation mécanique des joints soudés Alclad 2024/Ti-6Al-4V en **transparence** a mis en exergue que les soudures sont sensibles à la présence de **discontinuités** aux échelles macroscopique à mésoscopique dans le noyau soudé. Cette sensibilité tire son origine de l'essai de traction-cisaillement, et du transfert d'effort dans les tôles non alignées, qui génère une distribution hétérogène des contraintes dans l'éprouvette soudée. En particulier, au niveau des bords de la largeur de recouvrement, il existe des zones de fortes concentrations de contraintes (menant à la flexion des tôles) qui sont **accentuées** par les évolutions induites lors du soudage.

L'instrumentation des essais de traction-cisaillement par corrélation d'images a en effet mis en évidence que les **crochets** et le **le film de clad** amplifiaient la **sévérité** de l'essai. Ces évolutions sont ainsi à l'origine du comportement mécanique à tendance **fragile** des soudures. En particulier, deux comportements mécaniques se distinguent selon l'outil utilisé.

Le pion **plat** ($L_{pion} = 2,0$ mm) conduit à la formation de crochets AS et RS volumineux qui pénètrent **verticalement** dans le noyau soudé. Leur hauteur, et en particulier celle du crochet AS (en mode de chargement AS), gouvernent les modes de ruptures, les propriétés mécaniques et le coefficient de joint f_e des soudures. Selon leurs dimensions, trois modes de rupture sont observés :

- Mode de rupture dans l'**Al2024** ($f_e = 26\%$) : rupture par traction de l'Al2024 lorsque la taille du crochet AS est élevée
- Mode de rupture à l'**interface** (f_e compris entre 25 et 35%) : rupture par cisaillement de l'interface lorsque la taille du crochet AS est insuffisante et en l'**absence** de défaut le long de la trajectoire de la fissure
- Mode de rupture dans le **Ti-6Al-4V** ($f_e = 17\%$) : rupture par traction du Ti-6Al-4V lorsque la taille du crochet AS est insuffisante et en présence d'une zone **pré-fissurée** dans le Ti-6Al-4V qui fait bifurquer la fissure

Le pion **hémisphérique** ($L_{pion} = 1,9$ mm) permet de s'affranchir de la formation de crochets et évite ainsi la génération de zones de fortes concentration de contraintes, qui dégradent les propriétés mécaniques des joints soudés. Dans ce cas, l'effet du clad devient prédominant. Ce dernier pénètre **horizontalement** le noyau soudé et réduit ainsi la **sévérité** de l'essai. Par conséquent, les propriétés mécaniques (charge et allongement à rupture) des soudures produites avec un pion hémisphérique sont améliorées (f_e compris entre 29 et 50%) par rapport à celles réalisées avec un pion plat. Cependant, le film de clad d'Al pur constitue une **voie privilégiée de rupture** en raison de sa résistance mécanique plus faible par rapport à l'Al2024 et provoque ainsi une rupture **prématurée** des soudures.

Par conséquent, sur l'ensemble des conditions FSW étudiées, la formation de crochets ou d'un film continu de clad sont à l'origine des propriétés mécaniques relativement faibles des soudures. L'amélioration de la tenue mécanique des joints soudés nécessite donc d'**éviter la formation de crochets et d'un film continu de clad**. Pour cela, plusieurs voies d'optimisation sont à envisager :

- Pour supprimer les **crochets** : conserver un pion hémisphérique ($L_{pion} = 1,9$ mm) qui réduit la quantité de Ti-6Al-4V extrudée, minimisant ainsi les crochets

- Pour supprimer le **film continu de clad** :
 - Utiliser des tôles « **non cladées** » ou retirer le clad avant soudage. Cette dernière option a été testée (par procédé de grenailage) mais n'a pas permis de retirer efficacement les 50 μm de clad qui recouvre la tôle d'Al2024
 - Modifier le **design du pion** pour favoriser le malaxage de la matière et distribuer de manière plus homogène le clad dans l'Al2024. En particulier, l'utilisation d'un pion agrémenté d'un filetage et/ou présentant une section transversale dotée de gorge sont susceptibles d'améliorer le malaxage de la matière [StGeorges+2015]. Un exemple d'outil présentant ces caractéristiques est présenté en figure III.44.

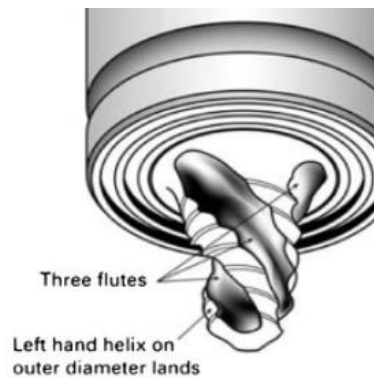


Figure III.44 – Outil de soudage Flared-Triflute [Rai+2011 ; Zhang+2012].

Finalement, la suppression de ces hétérogénéités géométrique et chimique rendrait possible le **développement d'une déformation plastique** plus homogène à travers le joint soudé. Les propriétés mécaniques des soudures seraient alors régies par les **hétérogénéités métallurgiques** générées dans les alliages, ainsi que par les **caractéristiques de l'interface**. Par conséquent, l'étude de ces évolutions microstructurales nécessite d'être investiguée. Ces aspects sont traités dans le chapitre suivant.

Etude des évolutions de microstructure des soudures

IV.1	Evolutions microstructurales dans l'Al2024	147
IV.1.1	Profils de dureté	147
IV.1.1.1	Influence des paramètres FSW	148
IV.1.1.2	Soudures étudiées et histoires thermiques associées	150
IV.1.1.3	Etat des lieux des mécanismes de durcissement dans l'Al2024	151
IV.1.2	Microstructure initiale de l'Al2024-T3	152
IV.1.3	Evolution de la structure granulaire	156
IV.1.3.1	Caractérisation générale des différentes zones soudées	156
IV.1.3.2	Caractérisation des noyaux soudés	161
IV.1.3.3	Mécanisme de recristallisation mis en jeu dans les noyaux	163
IV.1.3.4	Modification de texture	165
IV.1.4	Evolution de l'état de précipitation	168
IV.1.4.1	Résultats qualitatifs	168
IV.1.4.2	Résultats quantitatifs	172
IV.1.5	Discussion : relations paramètres FSW/microstructure/dureté	175
IV.2	Evolutions microstructurales à l'interface	178
IV.2.1	Diagramme de phase Ti-Al et coefficients de diffusion	178
IV.2.2	Caractérisations des interfaces	180
IV.2.2.1	Influence des paramètres FSW	180
IV.2.2.2	Analyses MET de l'interface réactive	184
IV.2.2.3	Analyses MET de l'interface diffusive	188
IV.2.2.4	Synthèse des caractérisations	192
IV.2.3	Séquence de formation des composés intermétalliques	193
IV.2.3.1	Modèle de chaleur effective de formation	194
IV.2.3.2	Influence des conditions thermomécaniques	196
IV.2.4	Discussion : mécanismes de formation des interfaces	197
IV.2.4.1	Interface réactive	198

IV.2.4.2	Interface diffusive	198
IV.3	Conclusion du chapitre	200

Ce chapitre est dédié à la **caractérisation** des évolutions de microstructure et à l'identification des **mécanismes métallurgiques** mis en jeu dans l'alliage d'aluminium Al2024-T3 et à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V. Ces parties soudées constituent en effet des zones critiques à la tenue mécaniques des soudures. Dans l'Al2024-T3, l'impact des paramètres FSW sur les différents mécanismes de **durcissement** sera discuté au regard des évolutions de dureté le long de la direction transversale des joints soudés. A l'interface, l'influence de l'outil sur les évolutions microstructurales (diffusion des éléments, formation de nouvelles phases, ...) sera investiguée dans le but d'évaluer la capacité du soudage FSW d'assurer une **continuité métallurgique** entre l'Al2024 et le Ti-6Al-4V. L'ensemble de ces résultats ouvrira des **perspectives** intéressantes à l'amélioration des propriétés mécaniques des soudures.

IV.1 Evolutions microstructurales dans l'Al2024

Les **hétérogénéités métallurgiques** (voir définition dans le chapitre III) générées dans l'Al2024 pendant le soudage FSW peuvent devenir une zone à risque et constituer une source d'endommagement menant à la **rupture** de l'assemblage. En particulier, les zones de localisation de la rupture se situent le plus souvent au niveau de la partie soudée aux propriétés mécaniques les plus faibles ou possédant le *mismatching*¹ le plus marqué [Blondeau2001 ; Gallais+2007 ; Genevois+2005 ; Zhang+2011]. Afin de s'affranchir de la réalisation de micro-éprouvettes prélevées dans les différentes zones de soudage, il est courant d'étudier les **variations de dureté** le long de la direction transversale [Bousquet2011 ; Genevois2004 ; Robe2017]. Les mesures de dureté permettent en effet de rendre compte qualitativement de l'évolution des limites d'élasticité [Dubost+1991].

L'objectif de cette partie est de relier les évolutions de dureté aux modifications microstructurales générées dans l'Al2024. Pour cela, trois conditions de soudage présentant des profils de dureté distincts seront sélectionnées pour investiguer ensuite au MEB, au MET, ainsi que par analyses EBSD et DSC les évolutions de microstructure induites lors du soudage FSW.

IV.1.1 Profils de dureté

Un exemple de profil de dureté réalisé dans l'Al2024-T3² est présenté en figure IV.1. Il est exprimé en pourcentage de dureté, pour s'affranchir des variations de dureté dans l'épaisseur de l'Al2024 à l'état de réception³, tel que :

$$\%Durete = \frac{(HV - HV_0)}{HV_0} \times 100 \quad (IV.1)$$

Avec HV et HV₀ respectivement les valeurs de dureté mesurées le long de la direction transversale de la soudure et la dureté initiale.

Le profil de dureté possède une forme en « W », couramment observée dans les études dédiées au soudage FSW des alliages d'aluminium à durcissement structural [Demmouche2012 ; Hovanski+2017 ; Mishra+2005]. Les gradients de température et les différents niveaux de déformation plastique génèrent des évolutions de microstructure modifiant ainsi les possibles mécanismes de **durcissement** et d'**adoucissement** conduisant à des maxima et des minima de dureté, respectivement dans la ZAT et la ZATM. Sur l'exemple présenté, une chute importante de dureté (notée ΔHV) est observée, tandis que la dureté du noyau (notée HV_{noyau}) reste proche de celle de la ZATM.

Les conditions thermomécaniques (températures atteintes et niveaux de déformation plastique) étant liées aux paramètres FSW, les profils de dureté évoluent en fonction des conditions de soudage.

1. Rapport des limites d'élasticité des différentes zones adjacentes.
 2. Il est rappelé que l'état T3 désigne un état trempé puis écroui et mûri à température ambiante. Les zones GPB constituent l'état de précipitation majoritaire.
 3. La réalisation d'une cartographie de dureté dans l'Al2024 à l'état de réception révèle en effet une baisse de dureté à mi-épaisseur de la tôle, probablement due à un gradient de température entre sa surface et son cœur [Dubost2013].

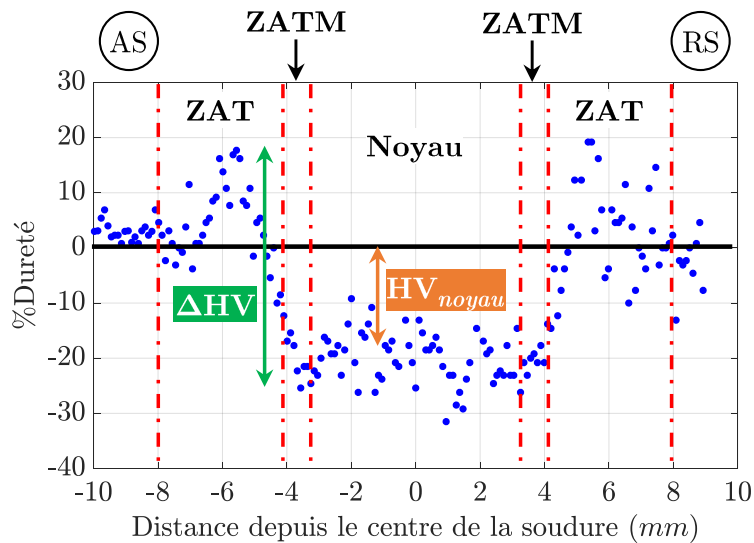


Figure IV.1 – Exemple de profil de dureté ($HV_{0,025}$) réalisé dans l'Al2024-T3 soudé par FSW.

IV.1.1.1 Influence des paramètres FSW

La figure IV.2 présente les profils de dureté en fonction des paramètres FSW. De manière générale, les évolutions de dureté conservent une forme en « W » : le minimum de dureté coïncide systématiquement avec la ZATM, tandis qu'un pic de dureté plus ou moins marqué est observé dans la ZAT. Par ailleurs, il peut être noté que les vitesses d'avance et de rotation impactent de manière significative les valeurs de **chute de dureté** (ΔHV) et de **dureté du noyau** (HV_{noyau}), tel que :

- Plus la vitesse d'avance augmente, plus ΔHV diminue (varie entre 40% pour $\nu = 60$ mm/min à 20% pour $\nu = 240$ mm/min)
- Plus la vitesse de rotation augmente, plus HV_{noyau} augmente (varie entre -25% pour $\omega = 500$ tours/min à 10% pour $\omega = 1500$ tours/min)

Une grande variété de profils de dureté est ainsi obtenue pour les conditions de soudage étudiées. En particulier, de faibles variations de dureté sont obtenues pour les soudures produites avec une vitesse d'avance et une vitesse de rotation élevées⁴ (figures IV.2.a et c). Les hétérogénéités mécaniques sont donc **minimisées** et pourraient ainsi conduire à une amélioration de la tenue mécanique des soudures [Blondeau2001; Gallais+2007].

A l'inverse, **aucune différence** notable de dureté n'est constatée en fonction de l'outil de soudage utilisé (figures IV.2.c, f et h). En effet, la modification de la forme en bout de pion n'affecte ni l'échauffement, ni la déformation plastique de l'Al2024. En revanche, ce paramètre impacte le flux de matière (cf. chapitre III), ainsi que la déformation plastique de l'interface et donc les évolutions microstructurales associées. Ce dernier point sera abordé dans la seconde partie IV.2 de ce chapitre.

4. Valeurs élevées par rapport au plan d'expérience étudié dans ces travaux.

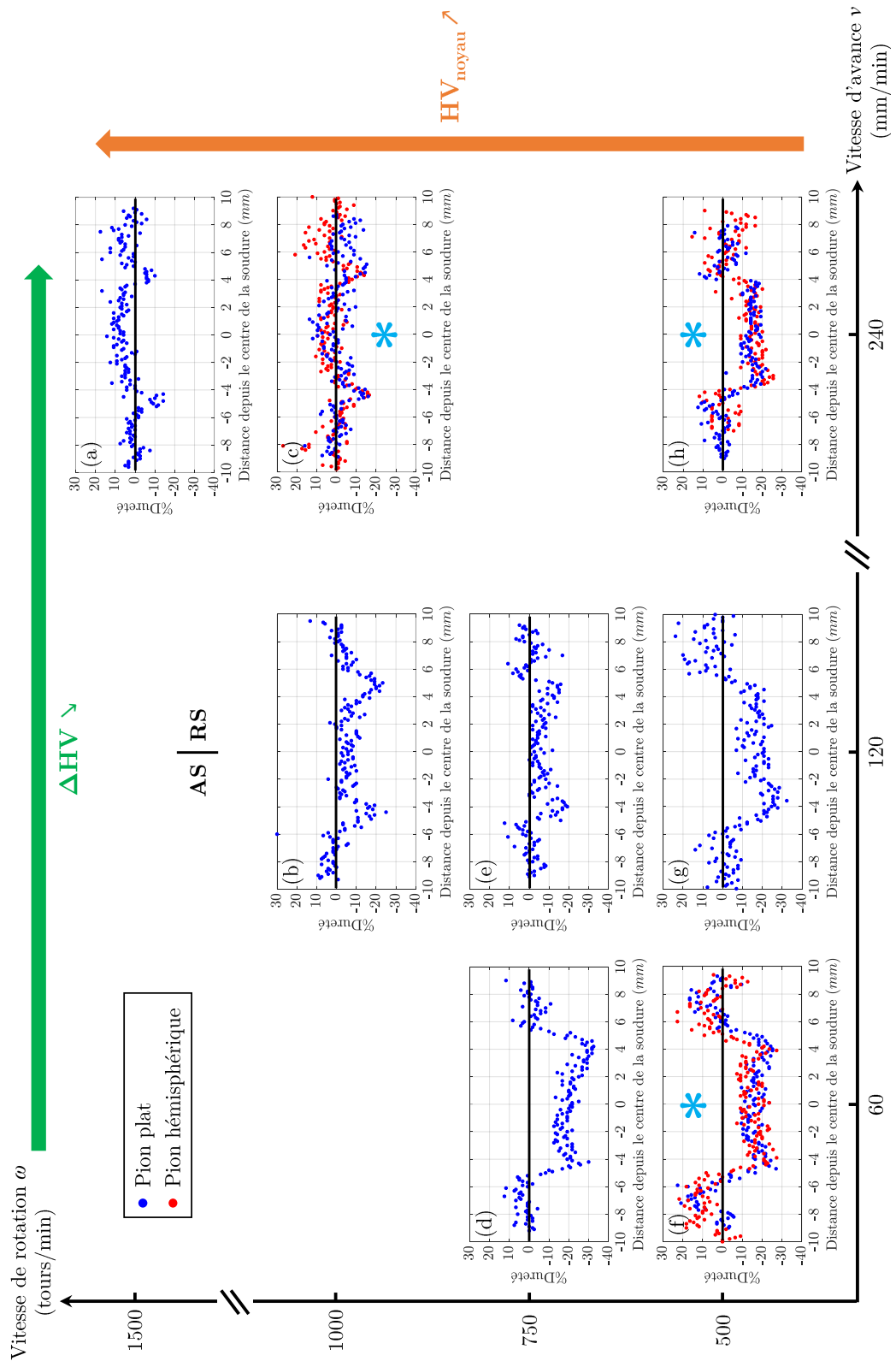


Figure IV.2 – Influence de la vitesse d’avance, de la vitesse de rotation et de l’outil de soudage sur les variations de dureté ($HV_{0,025}$) dans l’Al2024. Les conditions annotées d’une « * » sont sélectionnées pour les caractérisations microstructurales.

IV.1.1.2 Soudures étudiées et histoires thermiques associées

Trois soudures sont sélectionnées pour investiguer l'influence des vitesses d'avance et de rotation sur les mécanismes d'adoucissement et de durcissement induits lors du soudage FSW (voir « * » sur la figure IV.2). Ces soudures ($\nu 240\omega 500$, $\nu 60\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$) diffèrent en termes de conditions thermiques et de niveaux de déformation plastique générées. En particulier, les **cycles thermiques** associés à ces soudures sont donnés en figure IV.3. Ils donnent accès aux températures et vitesses de chauffage et refroidissement vues par l'Al2024-T3 au niveau du noyau soudé (centre de la soudure).

Il a été vu dans l'étude thermique du procédé (cf. chapitre II.2.3) que la **vitesse de rotation** influence majoritairement les températures générées⁵. Ainsi, la température la plus élevée (520°C) est obtenue pour la soudure produite avec une vitesse de rotation de 1000 tours/min ($\nu 240\omega 1000$). Pour la vitesse de rotation de 500 tours/min, les températures générées diminuent avec l'augmentation de la vitesse d'avance. Une température intermédiaire (340°C) est donc obtenue pour la soudure $\nu 60\omega 500$ tandis que la température la plus faible (290°C) est associée à la soudure $\nu 240\omega 500$.

De plus, il est noté que la vitesse d'avance impacte les **cinétiques de chauffage et de refroidissement** ainsi que le **temps de maintien** de l'alliage à la température de soudage. Ils sont d'autant plus longs que la vitesse d'avance diminue. Les vitesses de refroidissement sont de l'ordre de 50°C/s à la vitesse d'avance de 240 mm/min et sont réduites à 30°C/s pour une vitesse d'avance de 60 mm/min. De plus, les temps de maintien passent de l'ordre de la seconde à une dizaine de secondes avec la réduction de la vitesse d'avance.

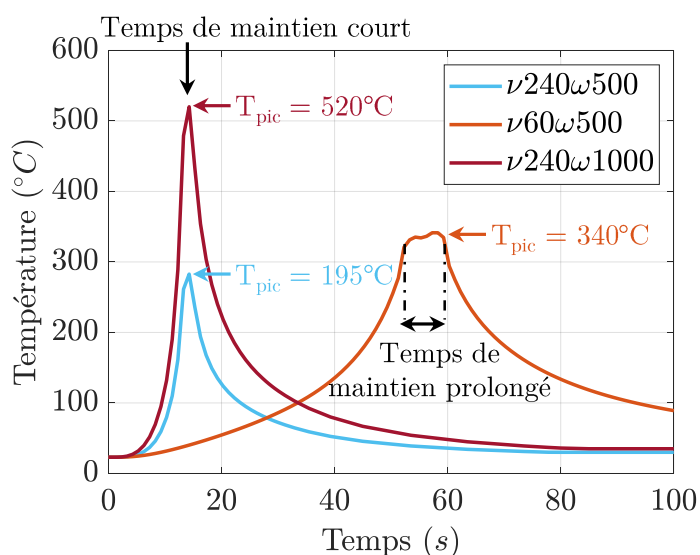


Figure IV.3 – Cycles thermiques générés dans les noyaux soudés pour les conditions de soudage étudiées. Résultats obtenus à partir du modèle thermique utilisé dans ces travaux de thèse (cf. partie II.2.3).

5. En particulier, dans la littérature le pseudo indice de chaleur ω^2/ν est généralement utilisé pour relier les températures atteintes aux paramètres FSW. Dans ces travaux, une meilleure corrélation est obtenue avec ω^3/ν .

IV.1.1.3 Etat des lieux des mécanismes de durcissement dans l'Al2024

Pour expliquer les différences de dureté observées sur nos cordons de soudure, il est rappelé dans les paragraphes qui suivent les différents mécanismes de durcissement rencontrés dans les alliages d'aluminium.

Le durcissement d'un **matériau métallique**, autrement dit l'augmentation de sa limite d'élasticité, qui peut parfois également évoluer vers une augmentation de sa charge à rupture, traduit la présence d'obstacles qui s'opposent au glissement des dislocations. Dans les alliages d'aluminium à durcissement structural, on recense plusieurs mécanismes de durcissement [Schmitt+2016].

Le durcissement par **solution solide** est lié à la présence d'éléments d'alliage en insertion ou en substitution dans le réseau cristallin (principalement le Cu et le Mg dans l'Al2024). Ces derniers créent des distorsions élastiques, par simple effet stérique, qui interagissent avec le champ de contrainte porté par les dislocations rendant plus difficile le déplacement des dislocations.

Le durcissement par **écrouissage** résulte de la multiplication de dislocations, pouvant provenir d'une déformation plastique du matériau. Les dislocations interagissent entre elles dans des plans différents et se bloquent mutuellement, créant un durcissement par écrouissage.

Le durcissement par **joints de grains** (effet Hall-Petch). Dans un matériau polycristallin, les différences d'orientation entre les grains entravent le franchissement des dislocations au niveau des joints de grains. Ces derniers forment en effet des obstacles difficiles à franchir pour les dislocations qui nécessitent, par conséquent, un incrément de contrainte donnant lieu au durcissement du matériau. Ainsi, plus la taille de grains est fine, plus la densité de joints de grains est importante, et plus le durcissement augmente.

Le durcissement par **précipitation**, aussi appelé durcissement **structural**, tire son origine des interactions précipités/matrice. En effet, la présence de précipités de taille nanométrique dispersés dans les grains forment des obstacles au glissement des dislocations. En particulier, suivant leur taille et leur cohérence avec la matrice, deux mécanismes de franchissement des précipités sont distingués : le cisaillement et le contournement [Schmitt+2016].

Lors du soudage FSW, l'échauffement de l'Al2024 couplé à sa déformation plastique conduisent à une évolution de son état de **précipitation** et à l'introduction de dislocations (**écrouissage**) pouvant se réarranger par les phénomènes de restauration et/ou recristallisation dynamiques (modification de la **taille des grains**, génération de **sous-structures**, ...). Par conséquent, dans cette partie l'impact des paramètres procédé sur les différentes contributions au durcissement de l'alliage seront investiguées qualitativement et quantitativement en termes de :

- **Structure granulaire** : taille et morphologie des grains, désorientations internes (écrouissage, sous-structure, recristallisation ...) et orientation cristallographique des grains par observations MEB, MET et analyses EBSD.
- **Etat de précipitation** : nature et proportions des phases durcissantes par observations MET et analyses DSC.

Afin d'appréhender ces évolutions, l'Al2024-T3 à l'état de réception est d'abord caractérisé et servira de référence.

IV.1.2 Microstructure initiale de l'Al2024-T3

Le matériau étant reçu sous forme de tôle laminée, les grains sont **allongés** selon les directions de laminage et transversale (figure IV.4). Dans ces travaux, les soudures sont produites de telle sorte que les directions de laminage et de soudage sont parallèles. Ainsi, pour la suite des observations seule la **face DTDN**, correspondant à une coupe transversale de joint soudé, sera considérée (figure IV.4).

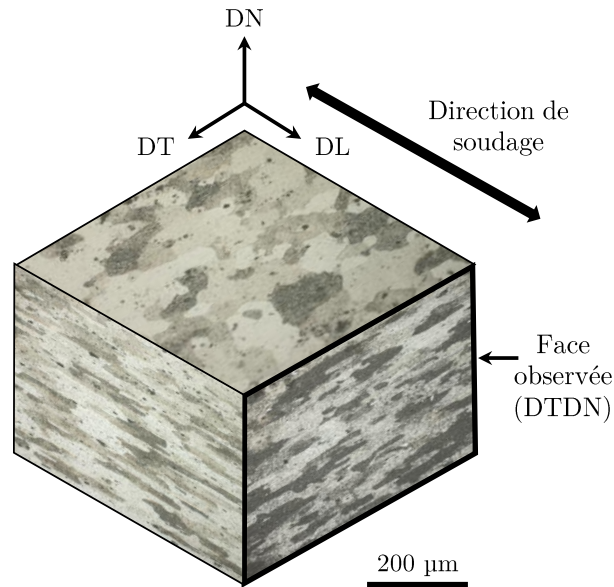


Figure IV.4 – Reconstruction 3D de la tôle d'Al2024 à partir de micrographies réalisées selon les 3 directions : DL (direction de laminage), DT (direction transversale) et DN (direction normale).

La **taille de grains** initiale est évaluée manuellement sur ImageJ à partir d'images au microscope optique. Le long des directions transversale et normale les grains mesurent respectivement $71 \pm 33 \mu\text{m}$ et $17 \pm 7 \mu\text{m}$ (figure IV.5.a).

Ces grains sont majoritairement séparés (86,5%) par des joints de grains **fortement désorientés** (notés HAGB pour *High Angle Grain Boundaries* en anglais), contre une faible proportion (13,5%) de joints de grains faiblement désorientés (notés LAGB pour *Low Angle Grain Boundaries* en anglais) (figure IV.5.b). Par ailleurs, l'analyse EBSD montre que l'alliage présente de faibles valeurs de GOS et de KAM⁶ (figures IV.5.c et d), traduisant un état initial peu écroui.

En terme d'orientation cristallographique, les résultats de figure de pôles indiquent que l'alliage est **texturé** (figure IV.5.e). L'opération de laminage induit en effet une orientation cristallographique préférentielle des grains, tel qu'illustré sur le schéma. Cette orientation cristallographique correspond à la composante de texture Goss, couramment rencontrées lors du laminage des alliages d'aluminium [Chenal+1999].

6. Le KAM (Kernel Average Misorientation) et le GOS (Grain Orientation Spread) sont présentés dans le chapitre II.3.3.3.

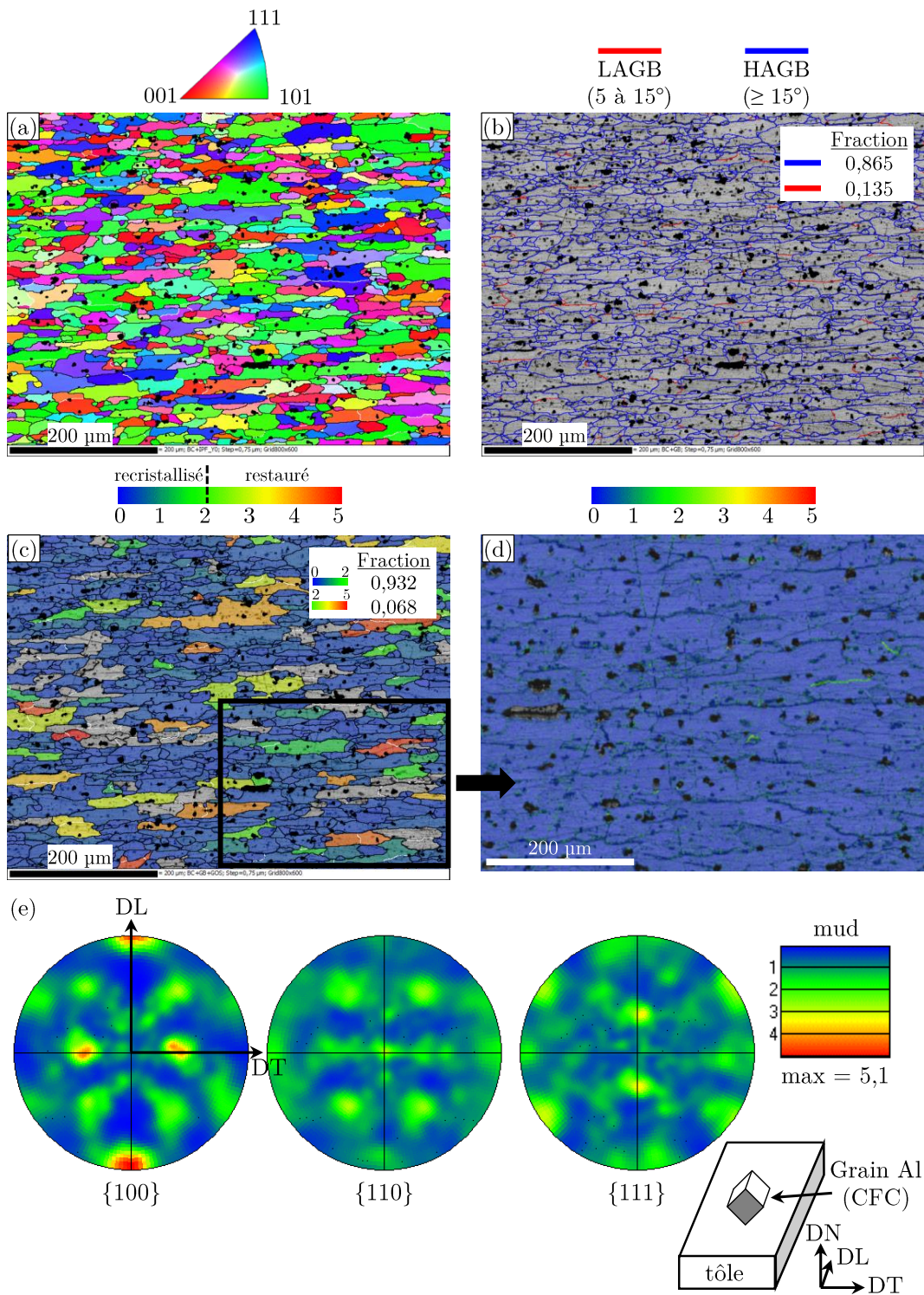


Figure IV.5 – Cartographies de l’Al2024-T3 à l’état de réception : (a) figure de pôles inverses, (b) distribution des joints de grains, (c) désorientations intragranulaires globales (GOS), (d) désorientations intragranulaires locales (KAM) et (e) figures de pôles.

Concernant les **phases en présence**, trois familles de précipités sont observées à différentes échelles.

Au MEB, des **phases constituantes** de taille grossière⁷ sont alignées selon la direction transversale (figure IV.6.a). L'analyse chimique révèle deux types de phases constituantes (figure IV.6.b) : les particules Al_2CuMg , de forme arrondie et de taille inférieure à 10 μm , ainsi que les particules enrichies en Mn, Fe et Si (probablement les phases $\text{Al}_{12}(\text{Mn,Fe})_3\text{Si}$ et $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ d'après WANG et al. [Wang+2005]) qui se distinguent par leur taille plus importante (jusqu'à $\simeq 30 \mu\text{m}$) et leur forme irrégulière.

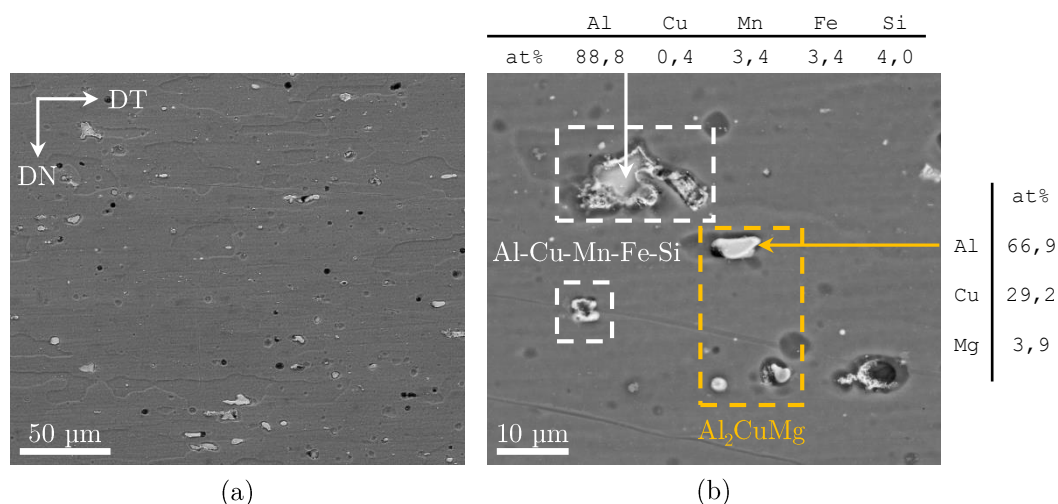


Figure IV.6 – Images MEB-BSE : (a) distribution et (b) composition chimique des phases constituantes observées dans l'Al2024.

En MET conventionnel, une seule population de précipités est observée. Il s'agit des **dispersoïdes** qui se présentent sous la forme de bâtonnets dispersés aléatoirement et alignés dans la même direction (figure IV.7.a). Leur longueur varie entre 100 et 500 nm sur 50 à 100 nm de large. L'analyse de leur composition chimique indique un enrichissement en Cu et Mn (figure IV.7.b), couramment associé à la phase T ($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$) [Wang+2005 ; Zhao+2013]. Par ailleurs, dans l'ensemble l'alliage présente **peu de dislocations**, hormis quelques grains caractérisés par une densité de dislocations assez importante (figure IV.7.c), probablement issues de son élaboration (étape écrouissage). Ces observations confirment ainsi les résultats tirés de l'analyse EBSD (figure IV.5).

Enfin, le dernier type de « précipité » présents dans l'Al2024-T3 est caractérisé en MET haute résolution. Il se présente sous la forme de **zones GPB**. Ces précurseurs à la précipitation durcissante S sont caractérisés à la fois en mode diffraction et en haute résolution, selon l'axe de zone $[001]_{\text{Al}}$. Ils sont mis en évidence via des spots de surstructure en position $1/2(022)_{\text{Al}}$ ⁸ sur le cliché de diffraction et la transformée de Fourier (FFT) de l'image haute résolution (figures IV.8.a et c). Ces clichés sont similaires aux résultats de ZHAO et al. [Zhao+2013] et de Bousquet2011b [Bousquet2011b] et attestent ainsi de la présence des zones GPB dans l'Al2024-T3 à l'état de réception.

7. Il est rappelé qu'en raison de leur taille grossière (supérieure au micron), les phases constituantes ne participent pas au durcissement de l'alliages.

8. Ils correspondent aux plans $(011)_{\text{Al}}$ normalement interdits.

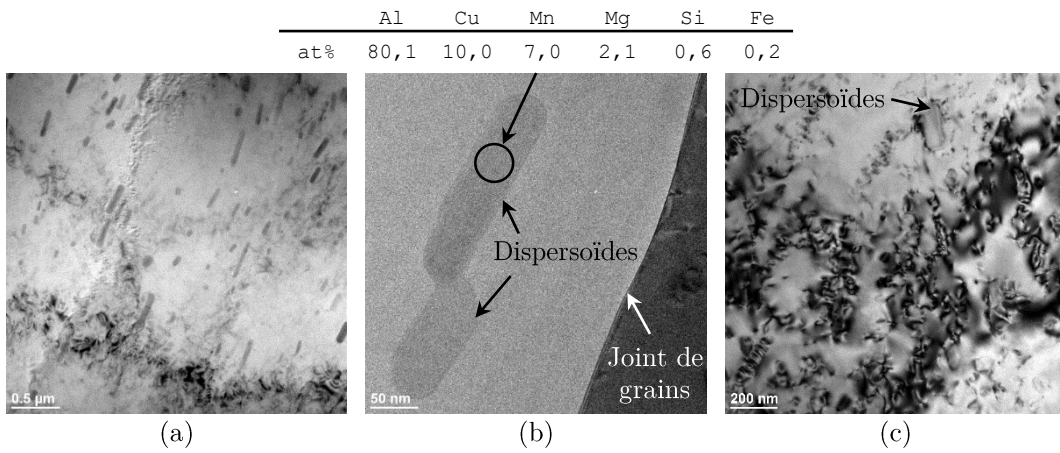


Figure IV.7 – Images MET en champ clair : (a) distribution et (b) composition chimique des dispersoïdes observés dans l’Al2024.

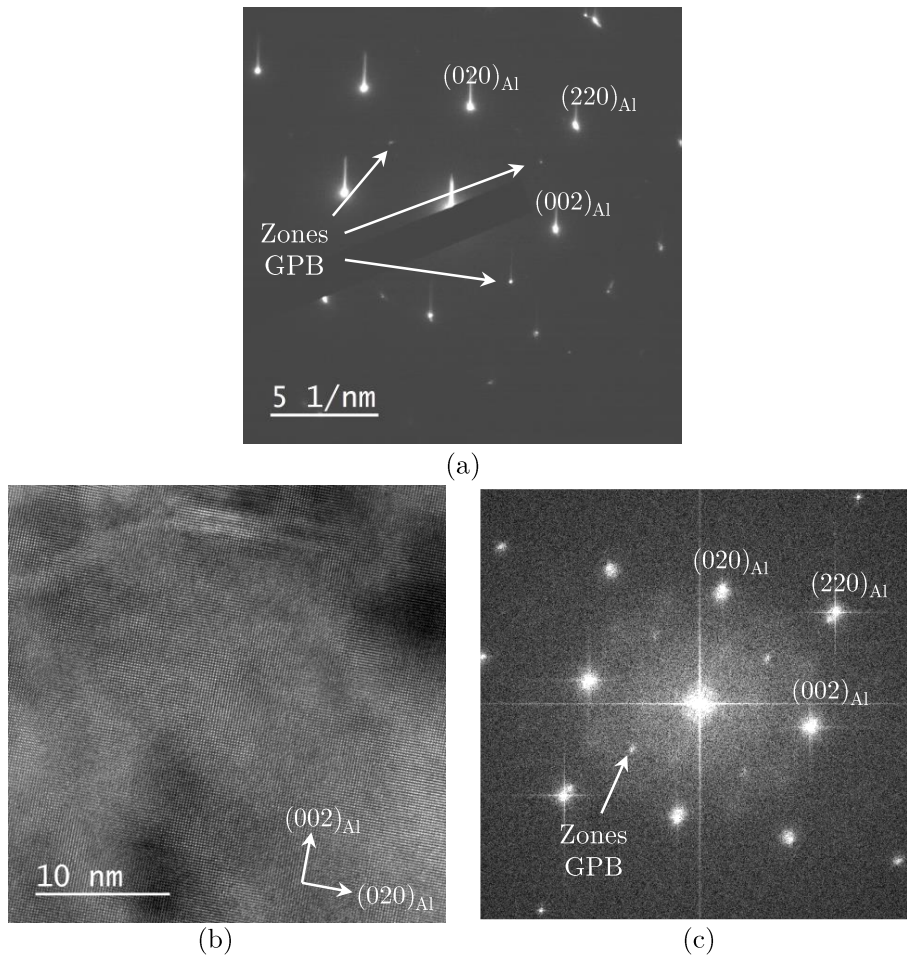


Figure IV.8 – Caractérisation des zones GPB au MET en axe de zone $[001]_{Al}$: (a) cliché de diffraction, (b) image haute résolution et (c) transformée de Fourier associée.

Le tableau IV.1 synthétise les principaux résultats présentés dans cette partie. Ils serviront de référence pour évaluer les évolutions de microstructure dans l'Al2024-T3 soudé par FSW.

Table IV.1 – Récapitulatif des résultats de caractérisations menées sur l'Al2024-T3 à l'état de réception.

Structure granulaire	
→ Grains	Allongés selon DT : $71 \pm 33 \mu\text{m}$ selon DT sur $17 \pm 7 \mu\text{m}$ selon DN
→ Joints de grains	Fortement désorientés (HAGB)
→ Désorientations intragranulaire	Peu écroui (GOS et KAM faibles)
→ Orientations cristallographiques	Echantillon texturé (Goss)
Etat de précipitation	
→ Phases constituantes	Al_2CuMg ($<10 \mu\text{m}$) et Al-Cu-Mg-Fe-Si ($<30 \mu\text{m}$) alignées selon DT
→ Dispersoïdes	$\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ dispersées aléatoirement et alignées selon la même direction
→ Phases durcissantes	Zones GPB et absence de précipités S

IV.1.3 Evolution de la structure granulaire

Le couplage thermomécanique généré lors du soudage FSW est susceptible de déformer les **grains**, ainsi que d'introduire des **dislocations** pouvant se réarranger par les phénomènes de restauration et/ou de recristallisation [Heidarzadeh+2020 ; Ma+2018]. En particulier, en raison des gradients de température et des différents niveaux de déformation plastique atteints selon la direction transversale, des caractéristiques distinctes sont observées dans les différentes zones soudées.

Une caractérisation **générale** de ces zones est d'abord présentée, suivie d'une caractérisation plus approfondie des **noyaux soudés**. Le couplage thermomécanique sévère y génère en effet des évolutions de structure granulaire plus complexes qui seront discutées dans les prochains paragraphes.

IV.1.3.1 Caractérisation générale des différentes zones soudées

Les figures IV.9, IV.10 et IV.11 présentent les résultats d'observations au microscope optique et au MEB conduites dans la ZAT, la ZATM et le noyau des trois conditions de soudage investiguées ($\nu 240\omega 500$, $\nu 60\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$). Ils mettent en évidence les évolutions de taille et de morphologie des **grains**, ainsi que les modifications de distribution des **phases constituantes**.

Dans la **ZAT**, les grains conservent une forme allongées selon DT, ainsi qu'une taille équivalente à celle initiale. De plus, les phases constituantes présentent des caractéristiques (taille et forme) similaires à l'Al2024 à l'état de réception (figures IV.9.b,

IV.10.b et IV.11.b). Ainsi, la montée en température de l'Al2024 ne conduit à aucune évolution significative de sa structure granulaire (observable au microscope optique ou au MEB), quels que soient les paramètres FSW.

Dans la **ZATM**, le malaxage exercé par l'outil entraîne simultanément la rotation des grains et la modification de l'orientation des phases constituantes, selon la direction de cisaillement (figures IV.9.c, IV.10.c et IV.11.c). Par ailleurs, une faible quantité de particules fragmentées est notée à l'approche de la transition ZATM/noyau, signe d'un début de déformation plastique.

Dans le **noyau**, les effets combinés de montée en température et de déformation plastique sévères modifient drastiquement la structure initiale au profit de grains fins et équiaxes, difficilement discernables en microscopie optique (figures IV.9.d, IV.10.d et IV.11.d). Ces modifications témoignent de la recristallisation dynamique de l'alliage. Par ailleurs, la fragmentation des phases constituantes est amplifiée par rapport à la ZATM, en raison d'une déformation plastique plus importante. Les particules fracturées forment des « trainées » réparties selon le flux de matière. Avec l'augmentation de la température de soudage (soudure $\nu 240\omega 1000$), la fragmentation s'accroît donnant lieu à une densité importante de fines phases constituantes distribuées de manière homogène dans le noyau (figure IV.11.d).

Ainsi, le soudage FSW conduit à des évolutions hétérogènes de taille de grains et de distribution de phases constituantes, à travers les différentes parties soudées. Bien que les **phases constituantes** ne participent pas au durcissement de l'alliage⁹, les observations menées sur les figures IV.9, IV.10 et IV.11 permettent de rendre compte de l'impact des paramètres FSW sur le niveau de déformation plastique subi par l'Al2024. En particulier, il est constaté que plus la température augmente, plus le **malaxage** de la matière (fragmentation des phases constituantes) s'intensifie. Ces résultats sont en accord avec l'étude menée sur le flux de matière au chapitre III.2.

9. Il convient à souligner qu'une caractérisation approfondie de la taille, la densité et la répartition des phases constituantes peut se révéler intéressante dans le cas de l'étude de la sensibilité à la **corrosion** des soudures FSW, tel qu'abordé dans les travaux de thèse de BOUSQUET [Bousquet2011b ; Bousquet2011].

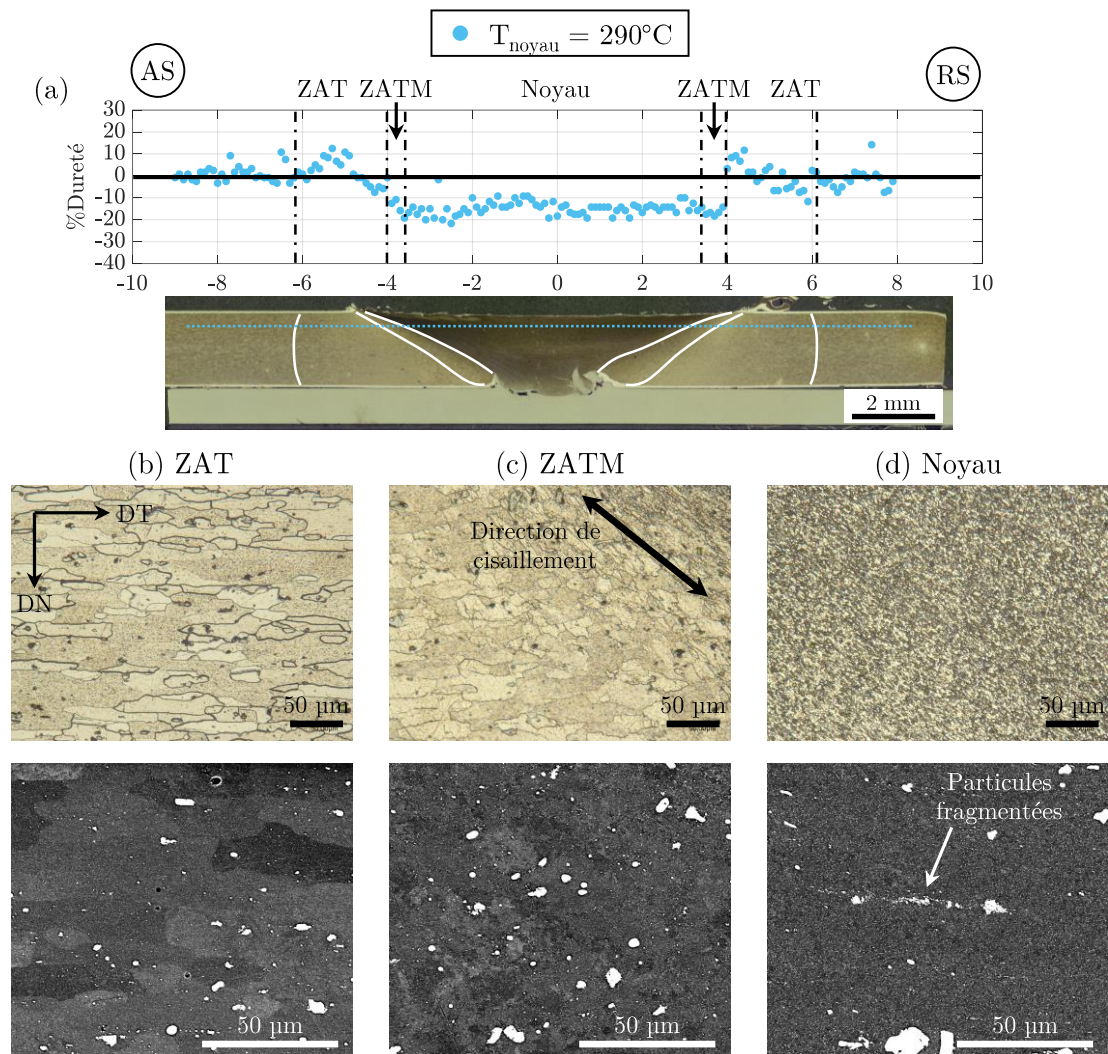


Figure IV.9 – (a) Coupe transversale de la soudure $\nu 240\omega 500$ (faible flux de chaleur) associée à son profil de dureté et micrographies optiques (en haut) et images MEB-BSE (en bas) de la distribution des grains et des phases constituantes dans (b) la ZAT, (c) la ZATM et (d) le noyau.

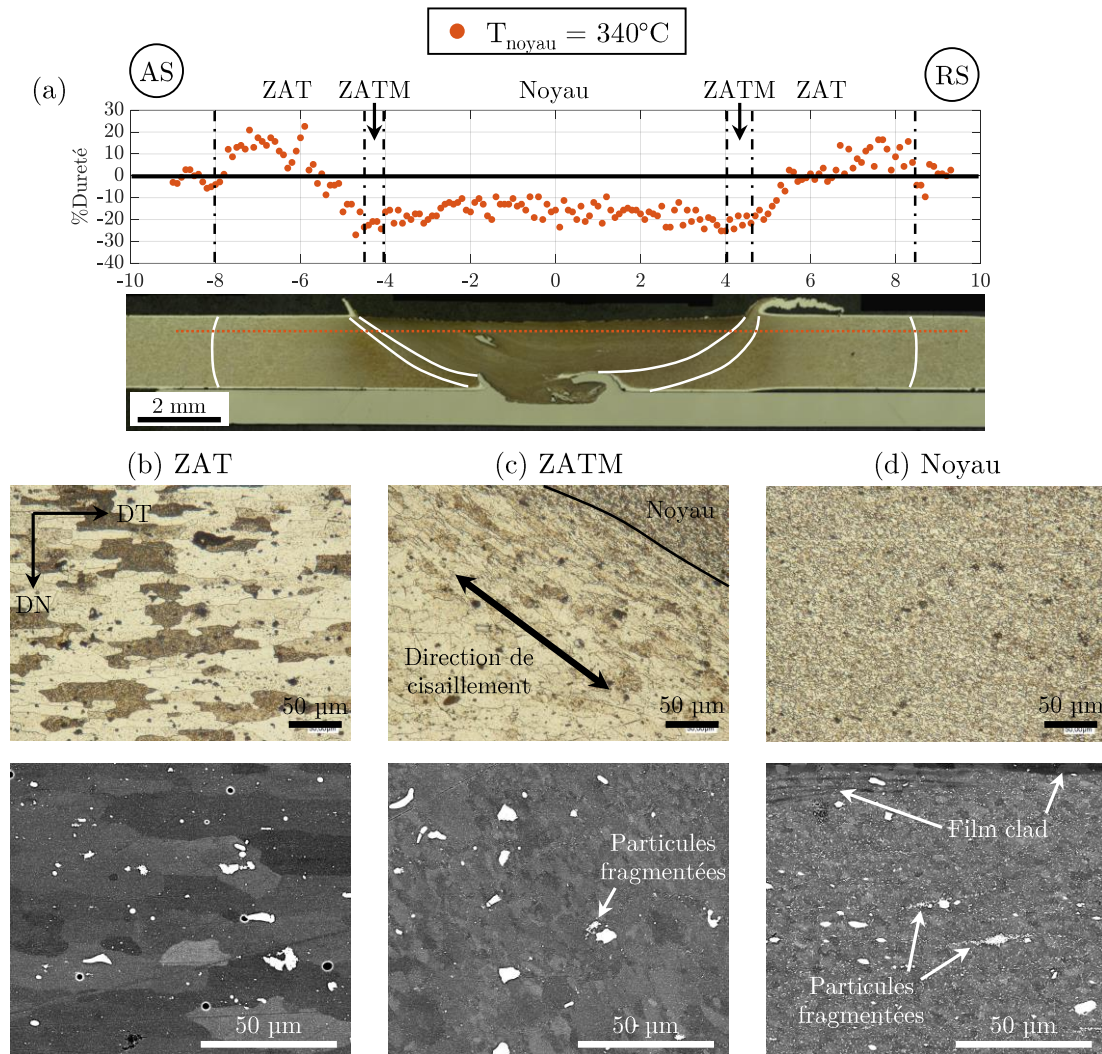


Figure IV.10 – (a) Coupe transversale de la soudure $\nu 60\omega 500$ (flux de chaleur intermédiaire) associée à son profil de dureté et micrographies optiques (en haut) et images MEB-BSE (en bas) de la distribution des grains et des phases constituantes dans (b) la ZAT, (c) la ZATM et (d) le noyau.

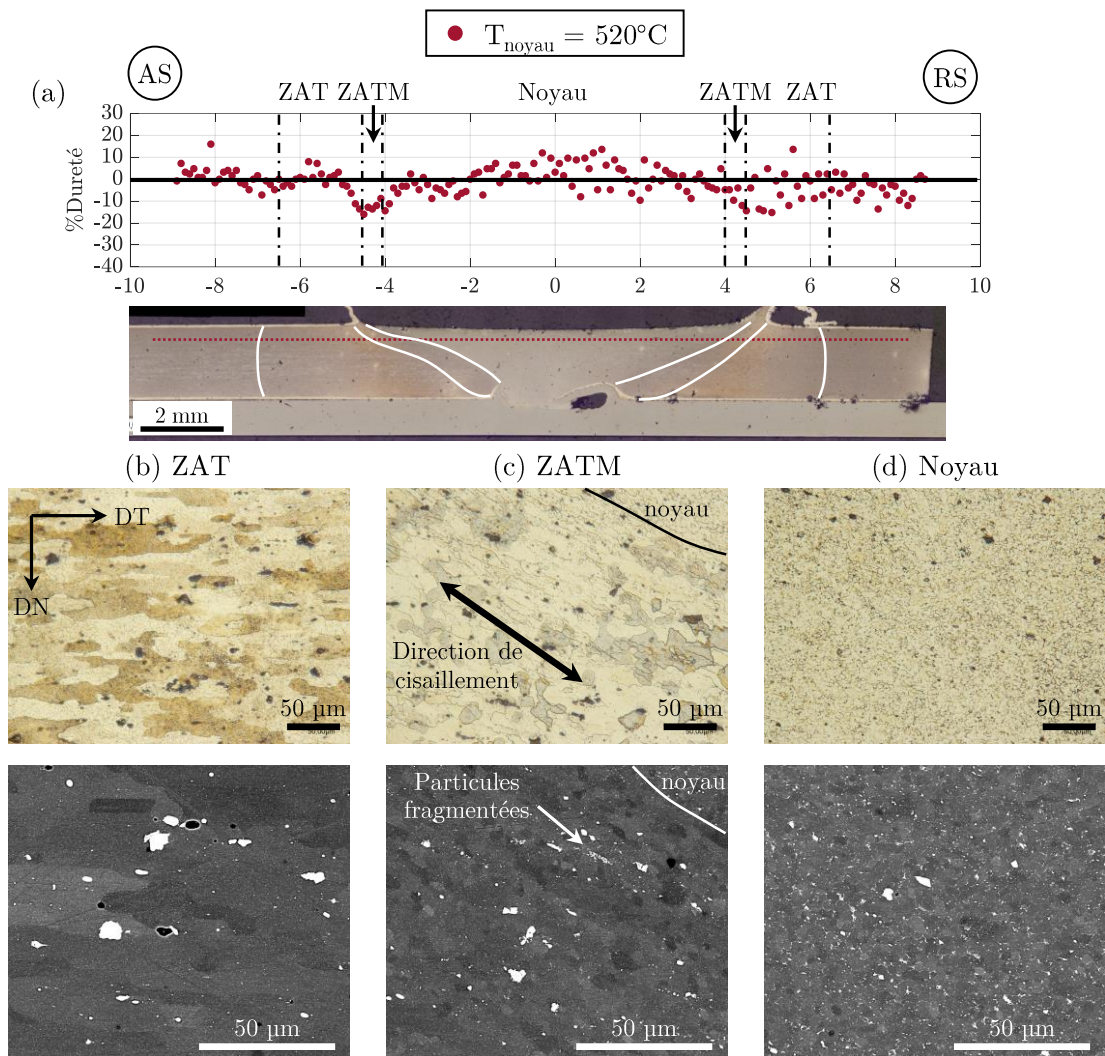


Figure IV.11 – (a) Coupe transversale de la soudure $\nu 240\omega 1000$ (flux de chaleur élevé) associée à son profil de dureté et micrographies optiques (en haut) et images MEB-BSE (en bas) de la distribution des grains et des phases constituantes dans (b) la ZAT, (c) la ZATM et (d) le noyau.

Concernant les variations de **taille et de morphologie des grains**, elles sont sensiblement identiques dans les ZAT et ZATM des trois soudures étudiées. Elles ne semblent donc pas être à l'origine des évolutions de ΔHV observées en fonctions des paramètres FSW (figures IV.9.a, IV.10.a et IV.11.a). Dans le noyau, une analyse plus approfondie des modifications microstructurales générées est menée sur les trois soudures étudiées ($\nu 240\omega 500$, $\nu 60\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$), à travers des analyses EBSD et des observations MET. L'influence des paramètres FSW sur les mécanismes de recristallisation mis en jeu et de leur impact sur le durcissement de l'alliage (HV_{noyau}) est discuté.

IV.1.3.2 Caractérisation des noyaux soudés

La figure IV.12 présente les résultats d'analyse EBSD réalisées sur les trois soudures étudiées, en termes de :

- Cartographie de figure de pôles inverses
- Cartographie de distribution des **joints de grains**, superposée à la cartographie en contraste de bande (BC)
- Cartographie de désorientation **intragranulaires globales** (GOS), superposé à la cartographie des désorientations des joints de grains (LAGB en blanc et HAGB en noir)
- Cartographie de désorientation **intragranulaires locales** (KAM)

Suite à l'acquisition des données, les cartographies présentées ont fait l'objet d'une routine de nettoyage, détaillée dans le chapitre II.3.3.3. Les parties noires visibles sur les cartographies correspondent à des régions non indexées (figure IV.12), probablement liées à la présence de **phases constituantes** dans l'Al2024. En effet, ces zones non indexées sont grossières dans le cas de la soudure au flux de chaleur faible et à l'inverse fines et dispersées de manière homogène pour la soudure au flux de chaleur élevé. Ces observations sont cohérentes avec les résultats de caractérisation des phases constituantes précédemment établis (figures IV.9.d, IV.10.d et IV.11.d).

Les cartographies mettent en évidence, pour les trois noyaux soudés, des microstructures à grains **fins et équiaxes** ($< 5 \mu\text{m}$ contre $71 \pm 33 \mu\text{m}$ selon DT sur $17 \pm 7 \mu\text{m}$ selon DN à l'état initial) (figures IV.12.a,e,i). Ces grains sont majoritairement séparés par des **HAGB** ($HAGB_{soudures} = [0,786 ; 0,892]$) (figures IV.12.b,f,j), dans une proportion équivalente à celle de l'Al2024 à l'état initial ($HAGB_{MB} = 0,865$). Certains grains sont séparés par des LAGB, c'est-à-dire des sous-joints de grains, dont la proportion augmente légèrement avec la température de soudage (figures IV.12.a,b,c).

Dans l'ensemble, les grains sont caractérisés par une valeur de GOS faible, indiquant de **faibles désorientations internes** et un état majoritairement recristallisé (figures IV.12.c,g,k). La proportion de grains recristallisés varie entre 85 et 89% suivant les conditions de soudage. Par ailleurs, la cartographie du KAM révèle peu d'écrouissage (figures IV.12.d,h,l) confirmant la **recristallisation complète** de l'alliage pour l'ensemble des soudures étudiées.

Ainsi, les paramètres FSW affectent peu l'état de déformation final de l'Al2024 dans la région des noyaux soudés. Seule la **taille de grains** évolue tel qu'un grossissement des grains est observé avec l'augmentation de l'apport de chaleur (figures IV.12.a,e,i).

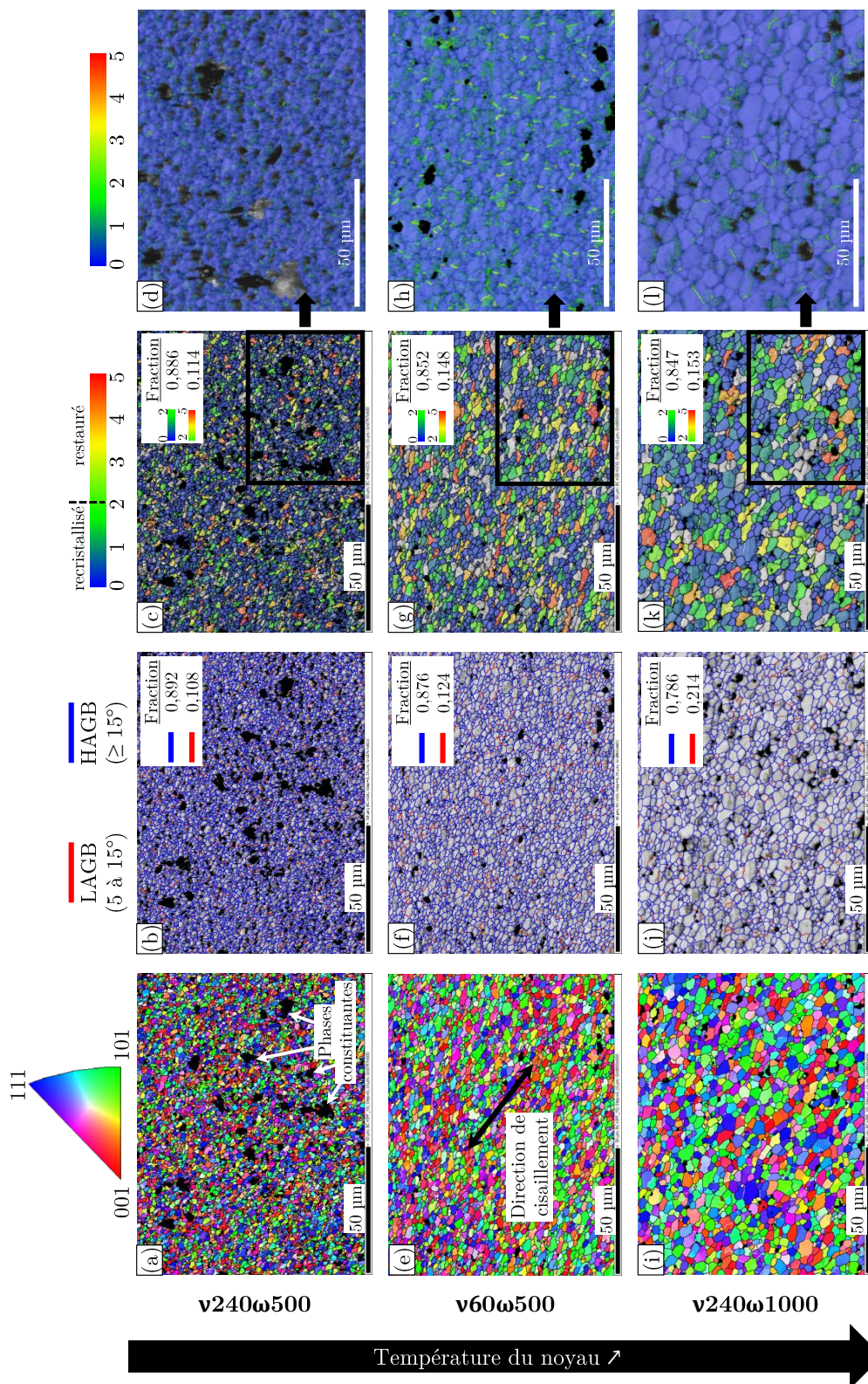


Figure IV.12 – Cartographies : (a,e,i) de figures de pôles inverses, (b,f,j) de distribution des joints de grains, (c,g,k) de désorientations intragranulaires globales (GOS) et (d,h,l) de désorientations intragranulaires locales (KAM), respectives pour les trois soudures $v240w500$, $v60w500$ et $v240w1000$.

IV.1.3.3 Mécanisme de recristallisation mis en jeu dans les noyaux

La présence simultanée de HAGB et de LAGB suggère la recristallisation de l'Al2024 par le mécanisme de **recristallisation dynamique continu** (RDC). En effet, contrairement au mécanisme de recristallisation dynamique discontinu¹⁰, qui produit également des grains équiaxes, la RDC résulte de la **transformation progressive des LAGB en HAGB** [McQueen+1975 ; Montheillet2009]. Il s'agit du mécanisme principalement rencontré lors du soudage FSW des alliages d'aluminium [Heidarzadeh+2020 ; Ma+2018].

L'aluminium étant un métal qui présente une **énergie de faute d'empilement** (EFE) élevée, il est caractérisé par des dislocations à **grande mobilité** qui se déplacent facilement par des mécanismes de glissement et de montée [Montheillet2009]. Ainsi, l'**accumulation** et l'**enchevêtrement** des dislocations créées par la déformation plastique exercée par l'outil (figure IV.13.b) se substituent rapidement au profit de la formation de sous-structures (restauration dynamique), facilitée par la montée en température. C'est la raison pour laquelle, très peu de grain écrouis sont distingués sur les résultats EBSD (figures IV.12.d,h,l). Parallèlement, le malaxage de la matière **déforme** les grains (modification de leur morphologie) qui s'orientent selon la direction de cisaillement, tel qu'observé dans la ZATM (figures IV.9.c, IV.10.c et IV.11.c). Le déplacement des dislocations favorise ensuite leur annihilation (dislocations de signes opposés) ou à l'inverse leur **empilement** (dislocations de mêmes signes) (figure IV.13.c) qui s'organise en sous-joints de grains et finalement divise les grains initiaux en **sous-grains** (figure IV.13.d). La création ininterrompue de dislocations en cours de soudage, conduit ensuite à une **augmentation progressive de la désorientations** des sous-joints de grains par empilement continu de dislocations, jusqu'à générer des joints de grains **fortement désorientés** (figure IV.13.e).

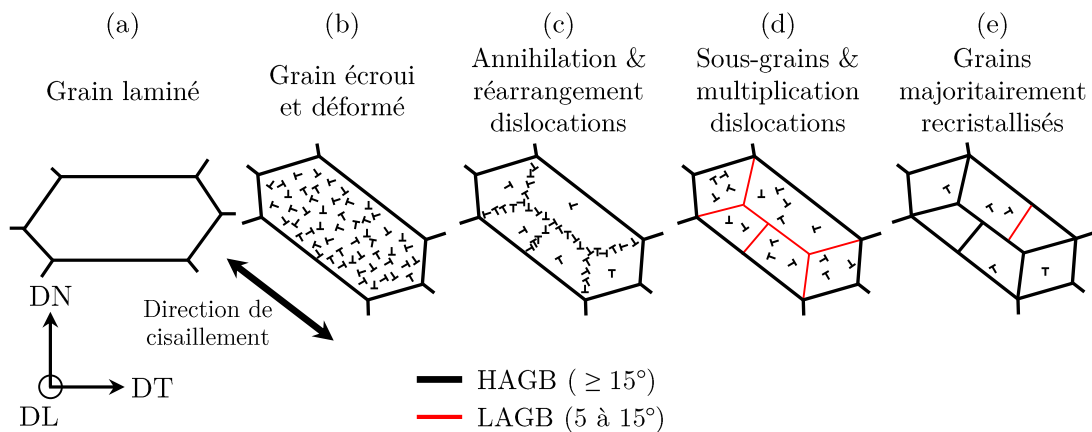


Figure IV.13 – Mécanisme de recristallisation dynamique à l'origine des évolutions microstructurales observées dans les noyaux soudés d'Al2024.

10. Mécanisme qui s'opère de manière hétérogène par germination et croissance de nouveaux grains lorsque, localement, l'écrouissage atteint une valeur critique

En particulier le dernier stade (état recristallisé) est majoritairement observé sur l'ensemble des noyaux soudés, tel qu'illustré en figure IV.14 par observation MET, confirmant ainsi les résultats EBSD. Quelques dislocations « résiduelles » ou introduites après la RDC peuvent être notées, ainsi que la présence de dispersoïdes au niveau des joints de grains, jouant leur rôle d'ancrage.

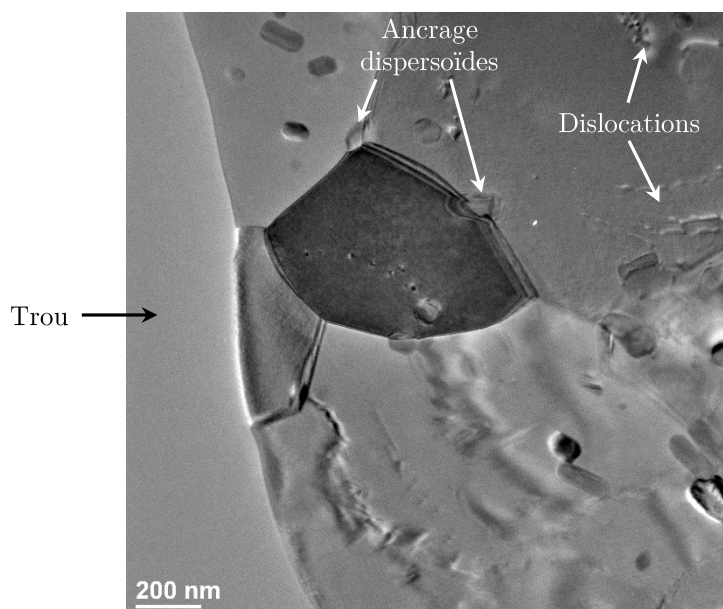


Figure IV.14 – Grains recristallisés (noyau) observés au MET en champ clair.

Pour les trois soudures investiguées, le même mécanisme de recristallisation dynamique est identifié (mécanisme de RDC). Les conditions thermomécaniques (température et niveau de déformation plastique) influencent la **taille de grains** finale, telles que leur valeur et leur dispersion augmentent avec l'élévation de la température de soudage (figure IV.15.a). La taille de grains passe de $1,3 \pm 0,6 \mu\text{m}$ à la température de soudage de 290°C ($\nu 240\omega 500$) à $2,7 \pm 1,4 \mu\text{m}$ à 520°C ($\nu 240\omega 1000$).

L'augmentation de la température de soudage favorise en effet le contournement des obstacles, ainsi que la montée et le mouvement dévié des dislocations ayant pour conséquence d'**accélérer** le mécanisme de RDC. On peut alors poser l'hypothèse que le **grossissement des grains** résulte de mécanismes de RDC plus avancés. Il prend suite aux étapes de RDC décrites en figure IV.13. En parallèle, la proportion de LAGB augmente légèrement avec l'élévation de la température (LAGB = 0,108 pour $\nu 240\omega 500$ (290°C) à LAGB = 0,214 pour $\nu 240\omega 500$ (520°C)), probablement en raison de l'introduction continue de dislocations ayant pour effet d'engendrer à nouveau les étapes de création/annihilation de dislocations, de réarrangement des dislocations, puis de formation de sous-grains séparés par des LAGB.

La comparaison des évolutions de taille de grains aux résultats de dureté (figure IV.15.b) ne montre aucune augmentation de dureté avec l'affinement des grains. Par conséquent, le mécanisme de durcissement par joints de grains (effet Hall-Petch) semble avoir un **effet négligeable** sur les évolutions de dureté de l'Al2024.

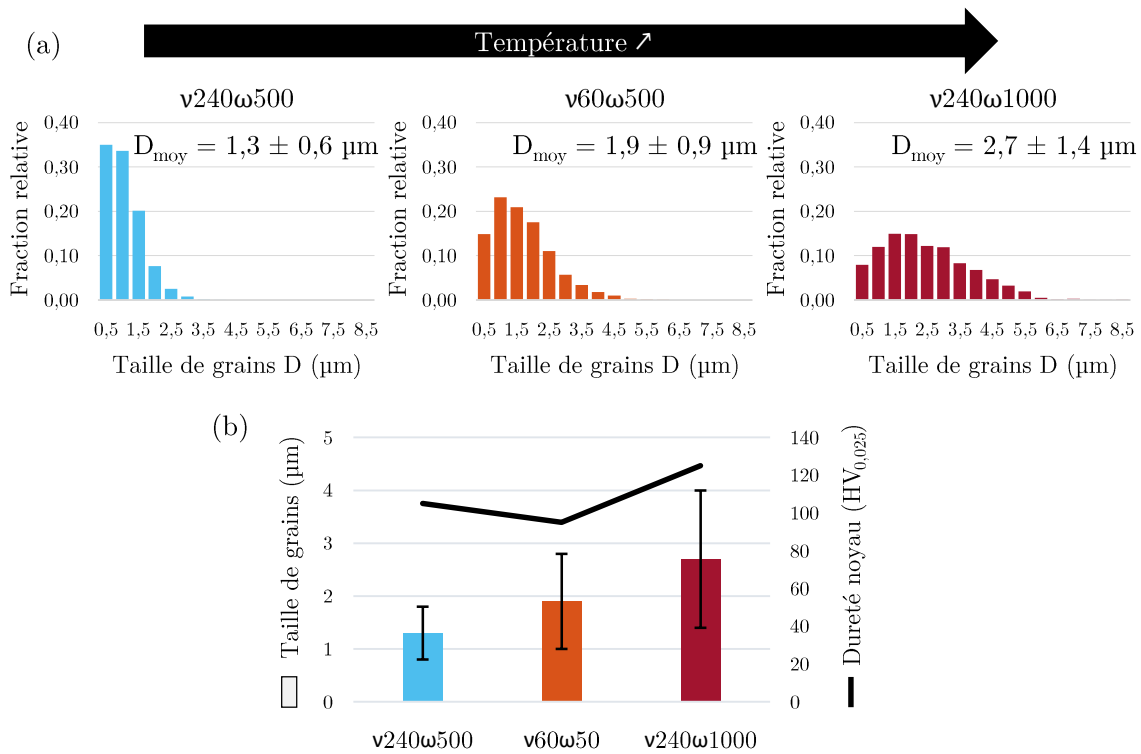


Figure IV.15 – (a) Distribution des tailles de grains et (b) impact sur la dureté des noyaux soudés pour les trois conditions de soudage étudiées.

IV.1.3.4 Modification de texture

Le développement d'une nouvelle structure granulaire par le mécanisme de RDC s'accompagne couramment d'une évolution de l'**orientation cristallographique** des grains [Fonda+2011; Ma+2018]. Les textures de recristallisation sont fonction du matériau, des conditions thermomécaniques (taux et mode de déformation, température, temps de maintien, ...) et de la texture initiale [Wang2014].

Dans ces travaux, les zones analysées dans les noyaux soudés présentent des textures différentes de l'Al2024 à l'état initial (figures IV.16.a,b,c et d). En particulier, il peut être noté que la position des plans $\{100\}_{Al}$, $\{110\}_{Al}$ et $\{111\}_{Al}$ entre les soudures v240 ω 500 et v240 ω 1000 sont relativement semblables (figures IV.16.b et c), signe de **mécanismes de déformation et de recristallisation** mis en jeu similaires. Leurs différences résident principalement dans la dispersion¹¹ des résultats qui s'accroît pour la soudure v240 ω 1000 ($mud = 2,4$) par rapport à la soudure v240 ω 500 ($mud = 3,6$). À l'inverse, une orientation cristallographique distincte est observée pour la soudure v60 ω 500, en plus d'une diminution du mud ($mud = 2,0$) (figure IV.16.d).

11. Le MUD (Multiple of Uniform Density) est l'échelle qui renseigne sur le nombre de points orientés selon une orientation donnée. Un échantillon sans texture présente des figures de pôles homogènes avec une échelle de mud à 1, alors qu'un échantillon texturé montre des maxima et des minima de densités au niveau des figures de pôles pouvant aller d'un mud de 0 (absence de cristaux orientés dans cette direction) à l'infini (densité importante de cristaux orientés selon une direction donnée).

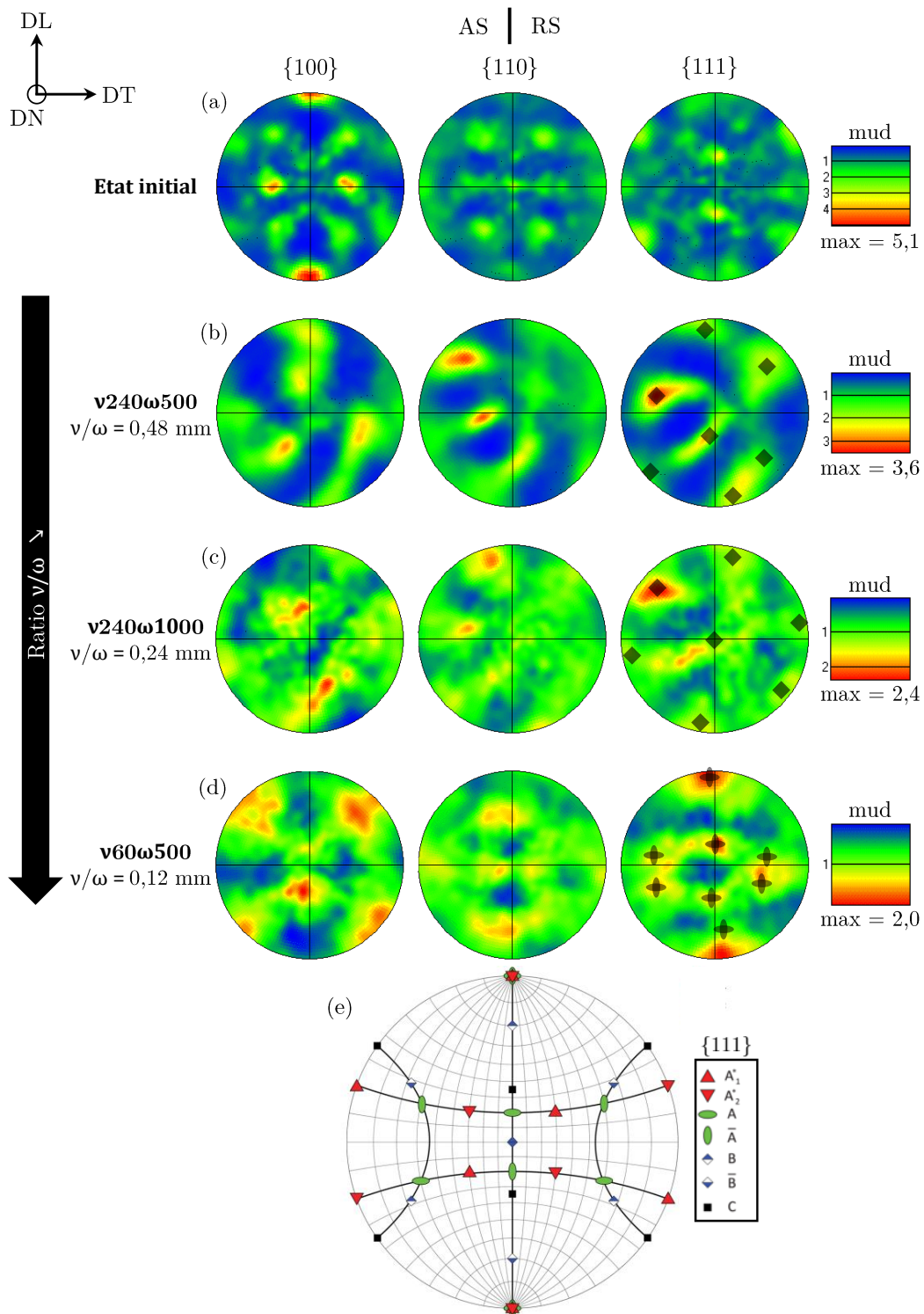


Figure IV.16 – Figures de pôle : (a) de l'Al2024 à l'état de réception et des soudures (b) $\nu 240\omega 500$, (c) $\nu 240\omega 1000$ et (d) $\nu 60\omega 500$ classées en fonction du ratio ν/ω décroissant et (e) figure de pôles {111} révélant les orientations cristallographiques idéales dans les métaux CFC associée aux déformations par cisaillement [Shen+2015].

Ainsi, une évolution des orientations cristallographiques de l'Al2024 (dans les noyaux soudés) est générée suite au soudage FSW. La texture résultante dépend des paramètres FSW, et plus particulièrement du **ratio** ν/ω , correspondant à l'avancée réalisée par l'outil entre deux tours successifs. Suivant les ratios ν/ω , deux textures de cisaillement différentes sont obtenues (figure IV.16.b,c et d) : la composante B/ \bar{B} ($\nu/\omega \geq 0,24$ mm) ou la composante A/ \bar{A} ($\nu/\omega \leq 0,12$ mm) [Fonda+2011 ; Shen+2015]. Ces dernières sont identifiées à partir de la figure de pôles {111} de référence (figure IV.16.e). Les textures de cisaillement A/ \bar{A} et B/ \bar{B} , rencontrées dans les matériaux CFC, correspondent à la formation de fibres d'orientation A ou B suite, respectivement, à l'alignement des plans de glissement {111} avec le plan de cisaillement ou l'alignement de la direction de glissement [110] avec la direction de cisaillement [Fonda+2011].

Concernant la soudure $\nu 240\omega 500$, la position des plans {111} par rapport à la texture B/ \bar{B} de référence sont décalés, probablement en raison d'un effet de positionnement de la zone analysée, légèrement décentré par rapport aux soudures $\nu 240\omega 1000$ et $\nu 60\omega 500$ ¹². FONDA et al. [Fonda+2011] montrent en effet que le niveau de déformation étant fonction de la position à travers la soudure (directions normale et transversale), les figures de pôles peuvent être « désalignées » rapport à la figure de pôles révélant les textures de cisaillement de référence. Pour pallier ce décalage, FONDA et al. [Fonda+2011] proposent un post-traitement des données visant à représenter les résultats de figure de pôles à partir d'un nouveau repère. Cette modification n'a cependant pas pu être réalisée sur le logiciel de traitement EBSD.

L'obtention de textures différentes met donc en évidence une évolution des **mécanismes de déformation et de recristallisation** mis en jeu en fonction des paramètres FSW. En particulier, LIU et al. [Liu+2019] montrent¹³ que la composante A/ \bar{A} tend à se développer, dans les noyaux soudés par FSW, pour des niveaux de déformation élevés, à la différence de la composante B/ \bar{B} plus couramment rencontrée pour des faibles niveaux de déformation.

On peut alors poser l'hypothèse qu'avec la réduction de ν/ω , la distance entre deux tours diminue. Par conséquent, à chaque tour réalisé, la matière est d'autant plus affectée par la déformation de l'outil ce qui mène à une **accumulation** de la déformation par cisaillement, favorisant ainsi le développement de la composante de texture A/ \bar{A} pour des faibles valeurs de ν/ω (figures IV.16.b à d).

12. Les analyses EBSD ont été réalisées de sorte à ce que la zone d'étude soit au centre des soudures par rapport aux directions normale et transversale.

13. L'étude de LIU et al. [Liu+2019] est menée sur du cuivre pur qui, comme l'aluminium, est un matériau de structure cristallographique CFC et à énergie de faute d'empilement élevée. Il est alors supposé que les relations mécanisme de déformation/texte résultante mises en évidence par LIU et al. [Liu+2019] sont transposables à l'étude de l'Al2024.

IV.1.4 Evolution de l'état de précipitation

L'apport de chaleur et la déformation plastique induit par le soudage FSW modifient l'état de précipitation de l'Al2024 [Genevois+2005 ; Heidarzadeh+2020 ; Jones+2005 ; Ma+2018 ; Su+2003]. Ces évolutions sont fonction des conditions thermiques (ZAT) et thermomécaniques (ZATM et noyau) générées localement. Afin d'identifier et de quantifier ces modifications microstructurales, des analyses DSC sont réalisées sur des échantillons prélevés dans la direction transversale. Ces résultats sont couplés à des observations MET menées dans les noyaux des soudures ou tirées de la littérature pour la ZAT et la ZATM.

IV.1.4.1 Résultats qualitatifs

Comme expliqué au chapitre II.3.3.5, la DSC est une technique qui exploite les échanges de chaleur libérés ou absorbés au cours de transformations exothermiques ou endothermiques (transformations de phase, changement d'état, recristallisation, ...), occasionnées par la montée en température des échantillons analysés. L'analyse DSC appliquée à l'Al2024-T3 fait ressortir deux pics : un premier pic endothermique (entre 150 et 230°C) associé à la dissolution des zones GPB et un second pic exothermique (entre 230 et 300°C¹⁴) lié à la précipitation de la phase S [Dixit+2009 ; Genevois+2005 ; Vafaei+2012]. Il est noté que ces deux pics sont suivis d'un pic endothermique, lié à la dissolution de la phase S, qui semblerait s'initier dès la fin de la précipitation S (à partir de 300°C) [Dixit+2007 ; Dixit+2009 ; Genevois+2005]. Les aires des pics endothermiques et exothermiques étant proportionnelles à la quantité de phase dissoute ou précipitée, les courbes DSC reflètent l'état de précipitation des différentes parties soudées. En particulier, elles donnent accès à la nature des phases en présence et permettent également de remonter à leur fraction volumique (voir détail en partie II.3.3.5), tel que :

- L'aire du premier pic est proportionnelle à la quantité de zones GPB présente dans l'échantillon : plus elle est élevée, plus la fraction volumique de zones GPB est importante initialement dans l'échantillon.
- L'aire du second pic traduit la quantité d'éléments ayant précipitée en phase S au cours de l'analyse DSC. Ainsi, la quantité de précipités S initialement présents dans l'échantillon correspond à l'écart existant entre la quantité de phase S précipitée lors de l'essai DSC et celle maximale pouvant être formée [Dixit+2009]. En particulier, la caractérisation de l'Al2024-T3 à l'état de réception a permis de vérifier l'absence de phase S (cf. partie IV.1.2). Par conséquent, l'aire associée au pic de précipitation est maximale et sera choisie comme référence. La quantité de précipités S présents dans l'échantillon est donc inversement proportionnelle à l'aire de ce pic de précipitation.

La figure IV.17 présente les courbes DSC de l'Al2024-T3 à l'état initial (référence), ainsi que celles d'échantillons prélevés à différentes positions le long de la direction

14. Il convient de souligner que ces températures de transformations sont décalées vers des températures plus élevées lorsque les vitesses de chauffage appliquées à l'analyse DSC sont rapides. Dans ces travaux, une vitesse standard de 20°C/min est choisie car elle constitue un bon compromis pour l'estimation des températures de transformation et l'obtention d'amplitudes de pic élevées.

transversale des trois joints soudés ($\nu 240\omega 500$, $\nu 60\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$). A partir des résultats de dureté, les zones de soudage (ZAT, ZATM et noyau) associées à ces échantillons ont été identifiées¹⁵. Dans l'ensemble, les courbes DSC possèdent des évolutions relativement similaires, caractérisées par un pic endothermique suivi d'un pic exothermique. Par ailleurs, les résultats sont symétriques suivant les côtés AS et RS. Cependant, les **aires** associées à ces pics, ainsi que les **températures** de transformation (position des pics), varient en fonction de la distance depuis le centre de la soudure, en lien avec l'évolution de l'**histoire thermomécanique** subie par l'Al2024.

En particulier, il peut être noté que les pics de précipitation S correspondant aux ZATM et noyaux soudés sont systématiquement plus larges, en raison d'une transformation qui s'initie pour des températures plus faibles. Or, il est reporté dans la littérature que l'introduction de dislocations dans ces zones déformées plastiquement lors du soudage (ZATM et noyau) accroît en effet la cinétique de précipitation de la phase S, en raison de la multiplication du nombre de **sites de précipitation hétérogène** [Deschamps+1998 ; Lan+2019 ; Quainoo+2004]. En revanche, la dissolution des zones GPB et de la phase S n'étant pas influencées par la déformation plastique, aucun décalage des pics n'est noté.

Dans les ZAT, ZATM et noyaux soudés, les aires des deux pics sont systématiquement diminuées (sans pour autant être nulles) par rapport à la référence, indiquant ainsi que les zones de soudage se composent d'une **précipitation mixte** zones GPB/phase S. En particulier, pour les soudures $\nu 240\omega 500$ et $\nu 60\omega 500$ un « aplatissement » des courbes en direction du centre de la soudure est observé (figures IV.17.a et b), mettant en évidence la présence d'une **précipitation S majoritaire** dans la ZATM et le noyau. A l'inverse, pour la soudure $\nu 240\omega 1000$, qui présente le flux de chaleur le plus élevé, une évolution moins marquée des courbes DSC est constatée le long de la soudure. Les aires des pics apparaissent relativement similaires à la référence, traduisant un état de précipitation majoritairement composé de **zones GPB** pour l'ensemble des zones soudées.

15. Il est précisé que les dimensions des prélèvements étant supérieures à la largeur de la ZATM, les échantillons désigné « ZATM » consistent en réalité à un mélange ZAT/ZATM.

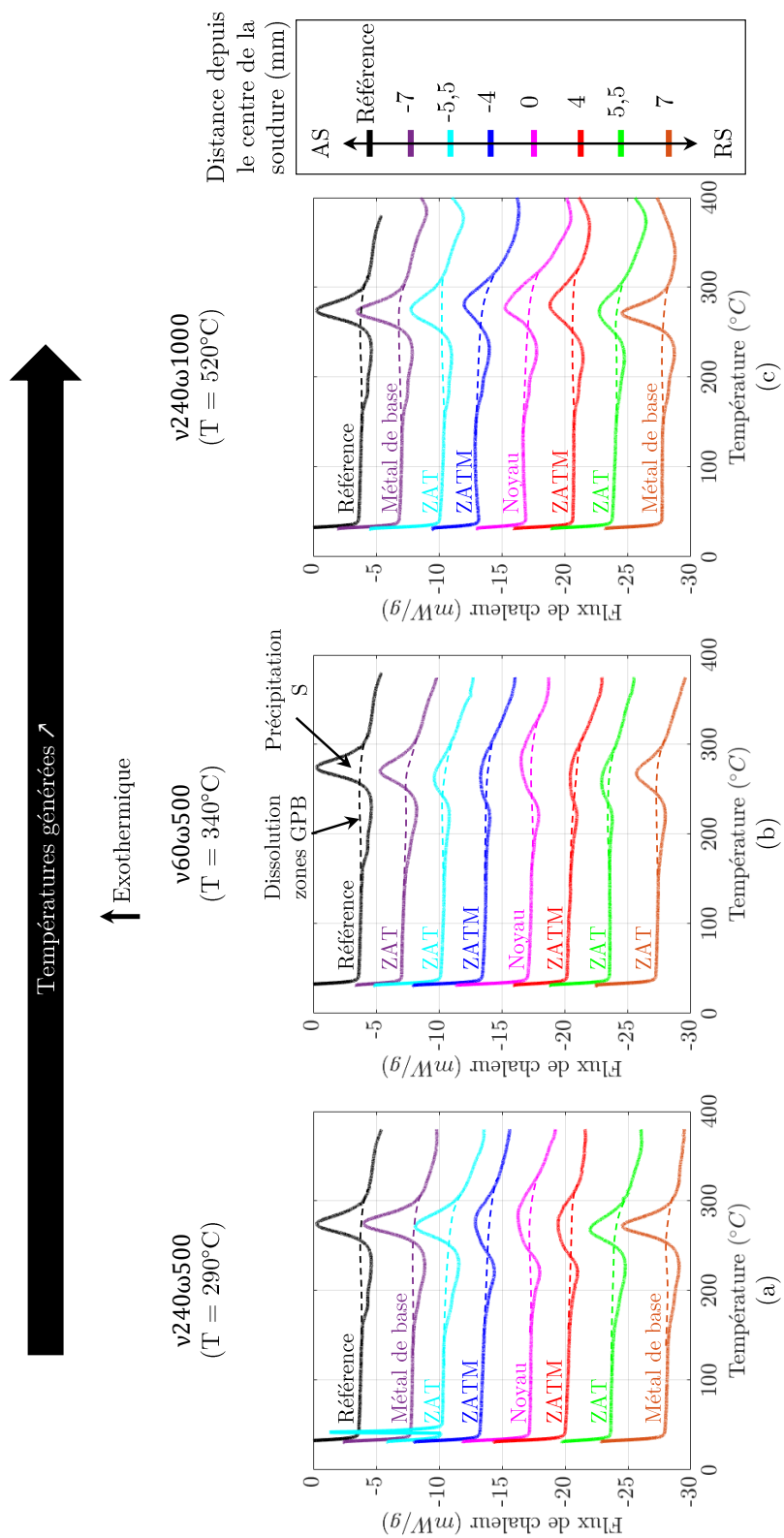


Figure IV.17 – Courbes DSC d'échantillons prélevés à différentes distances du centre de la soudure pour les conditions de soudage : (a) $\nu 240\omega 500$, (b) $\nu 60\omega 500$ et (c) $\nu 240\omega 1000$.

Les résultats d'analyses DSC sont confirmés par les observations MET menées dans les noyaux soudés. Pour la soudure $\nu 240\omega 500$, au faible flux de chaleur, une quantité importante de particules est observée (figure IV.18.a). L'analyse chimique met en évidence la présence de dispersoïdes (enrichissement Mn), dont l'orientation est modifiée sous l'effet du malaxage de la matière, et de **précipités S** (enrichissement Cu et Mg) (figure IV.18.b). Les températures estimées ($T_{pic} \simeq 290^\circ\text{C}$) sont en effet suffisamment élevées pour initier la dissolution des zones GPB au profit de la précipitation S.

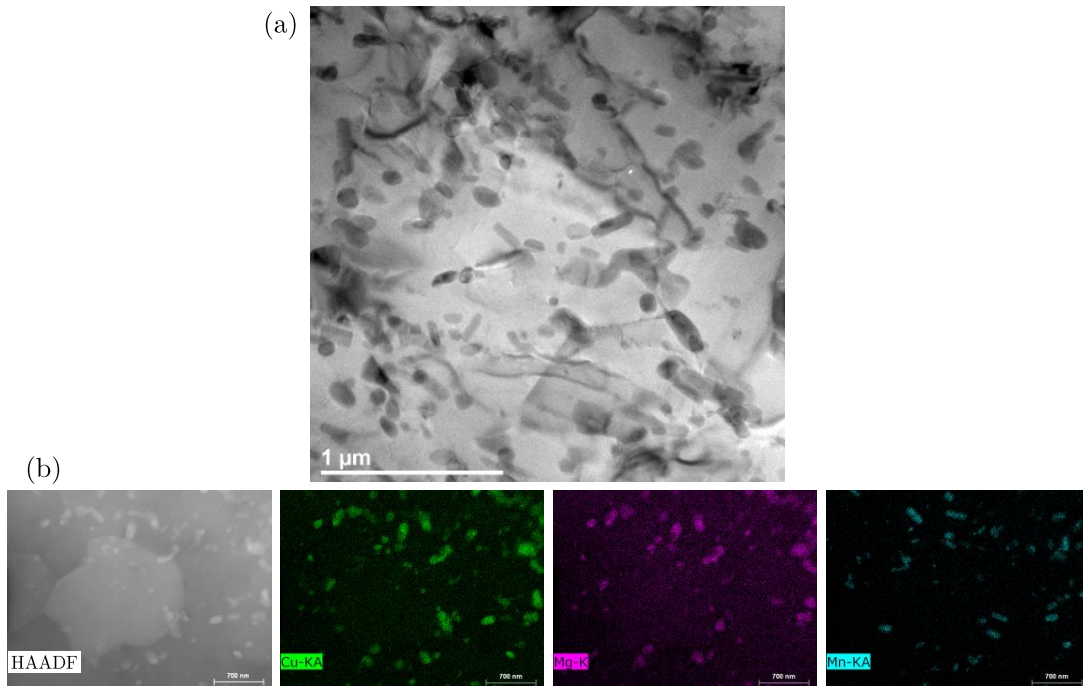


Figure IV.18 – Microstructure du noyau de la soudure $\nu 240\omega 500$ observée au MET : (a) champ clair et (b) cartographie EDS.

La soudure $\nu 240\omega 1000$ présente quant à elle une quantité nettement moins importante de particules (figure IV.19.a). L'analyse chimique révèle la présence majoritaire de dispersoïdes couplée à quelques précipités S (figure IV.19.b). Il est noté que pour les deux soudures $\nu 240\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$, les précipités S sont **grossiers** ($> 150 \mu\text{m}$ de long) et semblent se former par précipitation hétérogène sur les dispersoïdes (figures IV.18.a et IV.19.a), limitant ainsi leur contribution au durcissement de l'alliage.

La majeure différence entre les soudures investiguées réside dans la formation de **zones GPB** pour la soudure $\nu 240\omega 1000$ au flux de chaleur élevé (figure IV.19.c). Les températures générées ($T_{pic} \simeq 520^\circ\text{C}$) et le refroidissement ultérieur seraient en effet suffisamment importants pour (i) **remettre en solution solide** les éléments de Cu et de Mg, (ii) **éviter la décomposition** de la solution solide sursaturée et ainsi permettre la formation de zones GPB par maturation à l'ambiante.

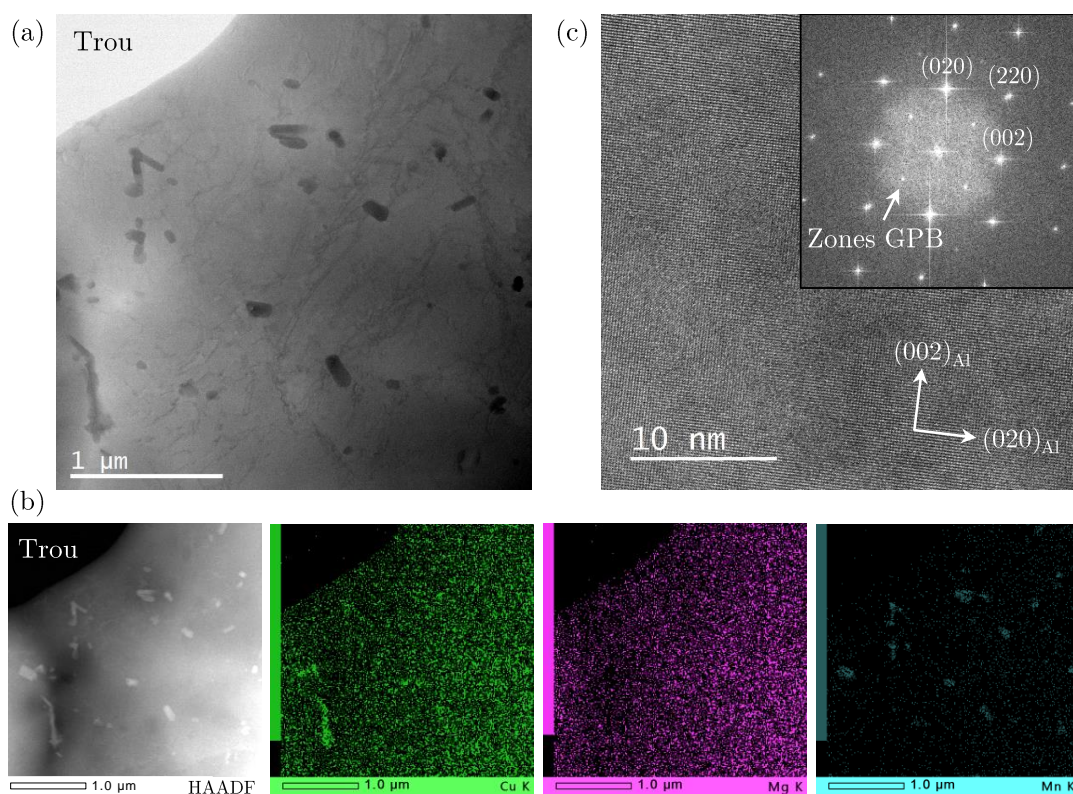


Figure IV.19 – Microstructure du noyau de la soudure $\nu 240\omega 1000$ observée au MET : (a) champ clair, (b) cartographie EDS et (c) image haute résolution avec la FFT associée.

IV.1.4.2 Résultats quantitatifs

Afin d'évaluer quantitativement l'impact des modifications de l'état de précipitation sur la dureté des soudures, les résultats sont complétés en figure IV.20 par l'évolution des fractions relatives en zones GPB et en précipités S à travers les trois joints soudés (procédure en partie II.3.3.5).

Pour l'ensemble des conditions de soudage étudiées, la montée en température générée dans la **ZAT** conduit à la dissolution des zones GPB au profit de la précipitation de la phase S. Dans le cas de la soudure $\nu 60\omega 500$, ces évolutions s'initient à des distances plus éloignées du centre de la soudure ($\simeq 7$ mm) par rapport aux joints soudés $\nu 240\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$ ($\simeq 6$ mm). Par ailleurs, les variations de fractions relatives en zones GPB et précipités S y sont plus accentuées, probablement en raison de la vitesse d'avance plus faible qui induit des **temps de transformation** plus longs. Par conséquent, une quantité plus importante de zones GPB se dissout, augmentant d'autant plus la quantité de précipités S formée. Il en résulte un **pic de dureté** plus sévère ($\simeq 20$ %) pour la soudure $\nu 60\omega 500$. En particulier, plusieurs auteurs montrent que ce renforcement est associé à la formation de **précipités S fins et durcissants** (figure IV.21.a) qui coïncide avec des conditions de revenu optimales de la phase S [Dixit+2009 ; Genevois+2005 ; Jones+2005].

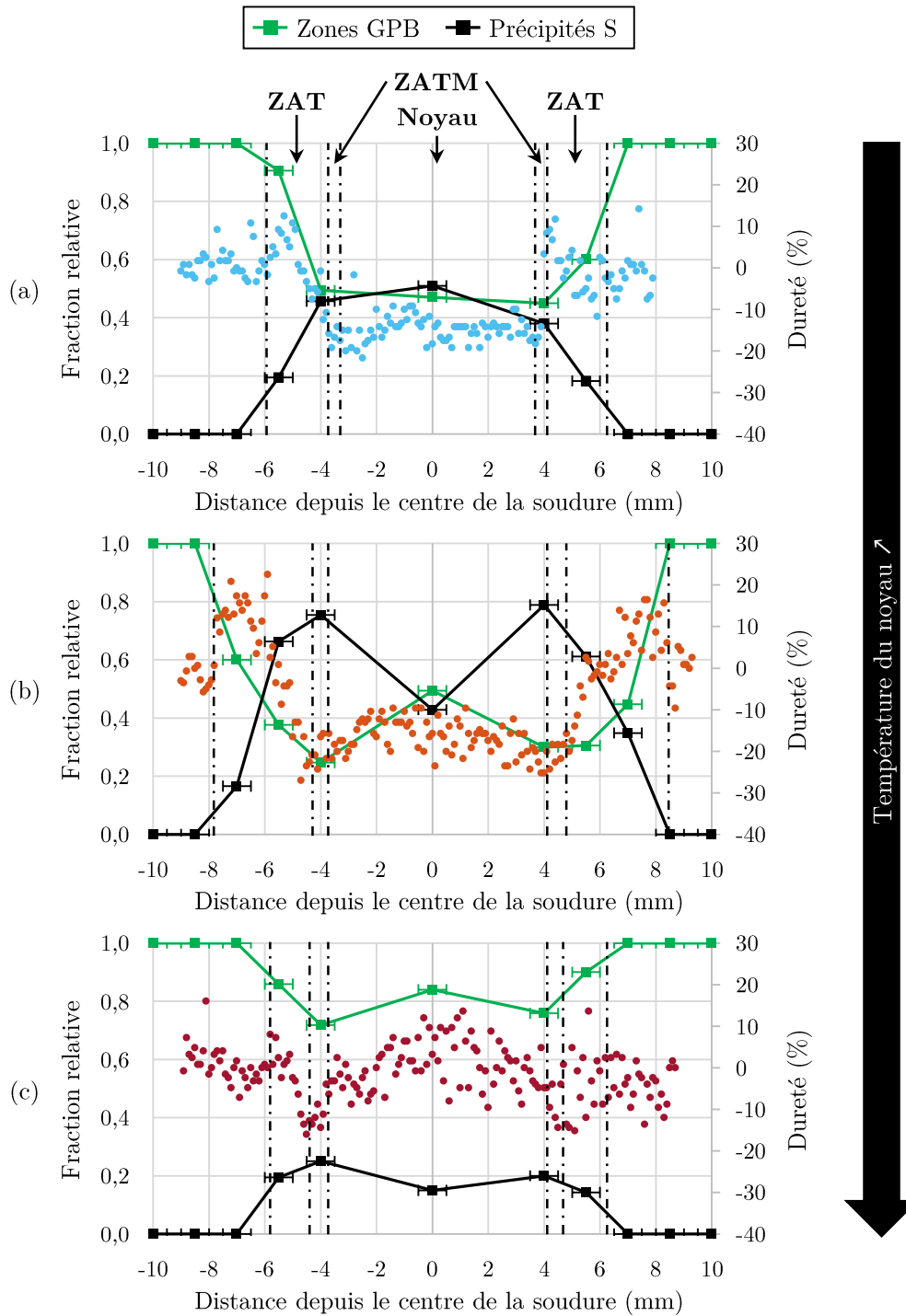


Figure IV.20 – Evolutions des fractions relatives en zones GPB et précipités S superposées aux profils de dureté des soudures : (a) $\nu_{240}\omega_{500}$, (b) $\nu_{60}\omega_{500}$ et (c) $\nu_{240}\omega_{1000}$.

Dans la **ZATM**, la diminution de la fraction relative en zones GPB et l'augmentation de celle en précipités S se poursuivent et atteignent leur **extremum**. Un adoucissement, menant systématiquement au **minimum de dureté**, est observé traduisant l'effet peu durcissant des précipités S formés. Plusieurs auteurs [Dixit+2007 ; Genevois+2005 ; Genevois2004 ; Jones+2005] montrent en effet que la précipitation S devient **grossière** et hétérogène (sur dispersoïdes ou aux joints de grains), en raison de conditions thermomécaniques menant à son sur-vieillessement, et réduisant ainsi sa contribution au renforcement de l'alliage (figure IV.21.b). Les résultats DSC montrent également la présence de **zones GPB « résiduelles »** n'ayant pas été entièrement dissous, probablement en raison des **temps de maintien insuffisants**. Ainsi, des fractions relatives en zones GPB relativement importantes sont maintenues pour les soudures $\nu 240\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$ (vitesse d'avance élevée), contre une quantité plus limitée pour la soudure $\nu 60\omega 500$ (faible vitesse d'avance). La faible teneur en zones GPB durcissants et la quantité importante de précipités S grossiers semblent donc à l'origine de l'adoucissement sévère observé pour la soudure $\nu 60\omega 500$, par rapport aux soudures $\nu 240\omega 500$ et $\nu 240\omega 1000$.

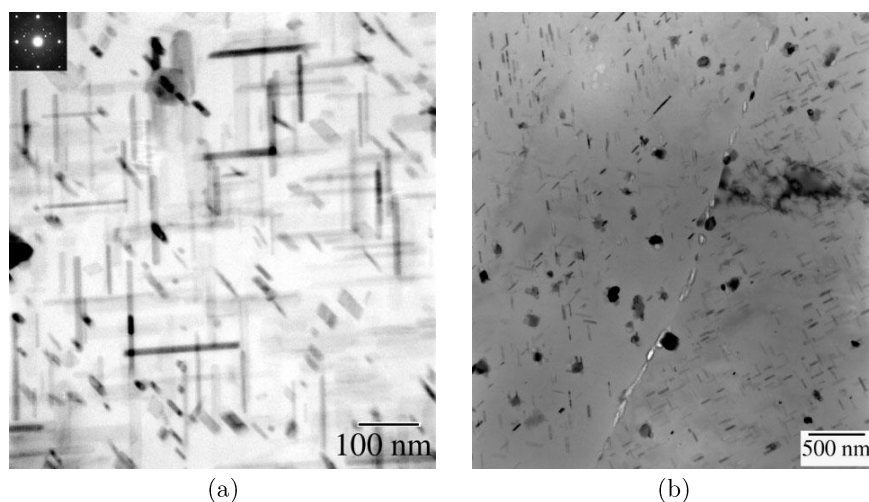


Figure IV.21 – Images MET en champ clair de : (a) la ZAT et (b) la ZATM, tirées des travaux de DIXIT et al. [Dixit+2009].

Dans le **noyau**, des évolutions distinctes sont obtenues suivant les **températures atteintes**. Pour la soudure $\nu 240\omega 500$ ($T_{pic} \simeq 290^\circ\text{C}$), des fractions relatives en zones GPB et précipités S du même ordre de grandeur que dans la ZATM sont constatées. Les conditions thermomécaniques ne semblent donc pas être suffisamment élevées pour engendrer une précipitation S plus abondante. Par conséquent, un **adoucissement** équivalent à la ZATM est obtenu. A l'inverse, pour la soudure $\nu 240\omega 1000$ ($T_{pic} \simeq 520^\circ\text{C}$), les températures générées sont suffisamment importantes pour remettre une large quantité de Cu et de Mg en solution solide et former à nouveau des **zones GPB** après refroidissement rapide et maturation à température ambiante, tel que caractérisé en MET (figure IV.19.c). Ce retour à état de précipitation proche des conditions initiales donne lieu à un **durcissement** équivalent au métal de base. Pour la soudure $\nu 60\omega 500$ ($T_{pic} \simeq 340^\circ\text{C}$), une évolution de l'état de précipitation **intermédiaire** est notée. Bien que les températures soient plus faibles que pour la soudure $\nu 240\omega 1000$, les temps de transformation plus longs semblent permettre une **remise en solution partielle** du

Cu et du Mg, donnant lieu à une augmentation de la fraction relative en zones GPB. Ceci se traduit par un léger **durcissement** du noyau par rapport à la ZATM.

Ainsi, de bonnes **corrélations** sont établies entre les variations de dureté et les évolutions de l'état de précipitation (figure IV.20). Les paramètres FSW conditionnent les températures atteintes localement ainsi que les temps de transformation ce qui impacte la **nature**, la **taille** et la **quantité** de phases durcissantes formées dans les différentes parties soudées.

IV.1.5 Discussion : relations paramètres FSW/microstructure/dureté

Le soudage FSW de l'Al2024 produit des évolutions **complexes** de microstructure qui sont fonction de l'histoire thermique ou thermomécanique générée localement. En particulier, un large éventail de **mécanismes métallurgiques** sont mis en jeu : déformation, écrouissage, restauration, recristallisation, évolution de la texture cristallographique, précipitation, dissolution, remise en solution solide et re-précipitation.

Ces évolutions modifient drastiquement la structure granulaire de l'Al2024 dans les zones déformées plastiquement. Dans la ZATM, les grains sont **déformés** selon la direction de cisaillement et probablement écrouis ce qui aurait tendance à durcir le matériau. Pourtant le minimum de dureté est obtenu. Dans le noyau, la recristallisation complète de l'Al2024 par le mécanisme de **recristallisation dynamique continu** affine les grains mais ne contribue pas au durcissement de l'alliage (absence d'écrouissage), ne permettant pas d'expliquer les différentes valeurs de HV_{noyau} obtenues.

Les résultats de caractérisation mettent en effet en exergue que la contribution du **durcissement par précipitation** prédomine sur les variations de dureté. Les zones GPB et les précipités S forment des obstacles plus difficiles à franchir que les joints de grains (HAGB) nouvellement formés. Ces phases durcissantes sont en effet plus **nombreuses** et **dispersées à des distances plus rapprochées** que les joints de grains, ce qui « épingle » plus efficacement les dislocations. Ces résultats sont en accord avec les travaux de modélisation de STARINK et al. [Starink+2003] qui montrent que la résistance mécanique des alliages d'aluminium à durcissement structural est généralement gouvernée à 70-80% par le renforcement par précipitation (soit 500-600 MPa), tandis que le cumul des autres mécanismes de durcissement (par écrouissage, par joints de grains, ...) atteint moins de 100 MPa.

Ainsi, les **principaux facteurs** déterminant les évolutions de dureté dans l'Al2024 sont la nature des phases en présence, le volume de précipités formés, leur taille et leur distribution¹⁶. Ces caractéristiques sont tributaires des **températures** générées et des **temps de maintien** pour permettre la dissolution ou la précipitation des phases.

Dans la **ZAT**, les conditions de soudage avoisinent probablement les conditions de **revenu optimales** de la phase S (précipitation fine) et un pic de dureté est donc obtenu. A l'inverse, l'augmentation de la température atteinte dans la **ZATM** semble correspondre à des conditions de **sur-revenu** (précipitation grossière) à l'origine de la chute de dureté. Le temps mis à disposition pour ces transformations augmente avec la

16. Dans ce travail, seules la nature des phases en présence (MET et DSC), leur fraction relative (DSC) et des indications de taille de précipités (MET) ont été caractérisés.

diminution de la **vitesse d'avance** (passe de l'ordre de la seconde à $\nu = 240$ mm/min à une dizaine de secondes à $\nu = 60$ mm/min) et s'accompagnent donc de quantités de phases dissoutes ou précipitées plus importantes. C'est la raison pour laquelle les phénomènes de durcissement dans la ZAT et d'adoucissement dans la ZATM, et donc ΔHV , s'amplifient pour des vitesses d'avance lentes.

Dans le **noyau**, l'élévation de la température rend possible la remise en solution solide du Cu et Mg et, par conséquent, la formation de zones GPB suite au refroidissement rapide et la maturation à température ambiante de l'Al2024. En particulier, un durcissement du noyau proportionnel à la quantité de zones GPB en présence est noté :

- A $T = 290^\circ\text{C}$, la dissolution de la phase S ($\simeq 300^\circ\text{C}$) n'a pas commencé. La fraction relative de zones GPB « résiduelle » est faible et la dureté est donc minimale
- A $T = 340^\circ\text{C}$, la dissolution de la phase S a débuté. La quantité de zones GPB « re-précipitée » augmente légèrement, ainsi que la dureté du noyau.
- A $T = 520^\circ\text{C}$, une dissolution importante de précipités S s'opère menant à un état de précipitation proche des conditions initiales (état T3). Ainsi, une dureté équivalente à l'Al2024-T3 est rétablie

Les températures générées lors du soudage de l'Al2024 sont proportionnelles au *pseudo indice de chaleur* ω^2/ν . Par conséquent, plus la **vitesse de rotation** augmente, plus la fraction relative de zones GPB s'intensifie et plus la dureté du noyau (HV_{noyau}) est élevée.

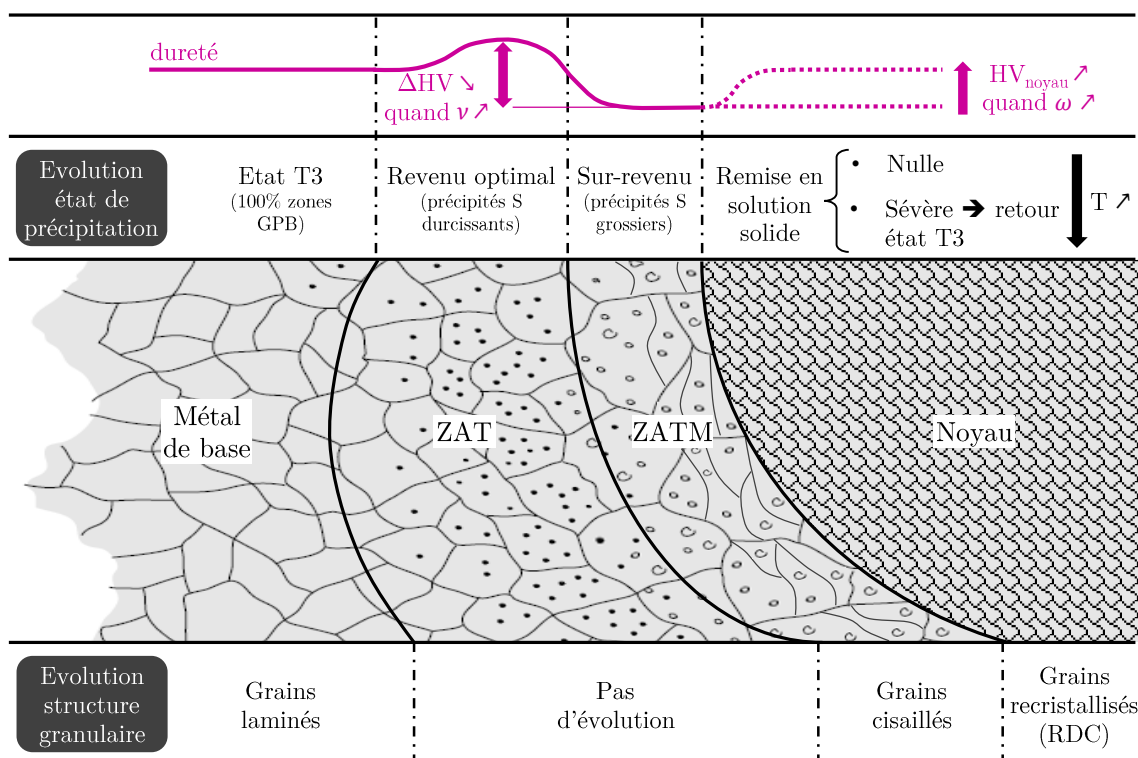


Figure IV.22 – Synthèse des mécanismes métallurgiques mis en jeu dans l'Al2024 le long de la direction transversale des soudures et de leur impact sur les évolutions de dureté. Figure adaptée de MESSLER [Messler2004].

Finalement, la compréhension des relations paramètres FSW/microstructure/dureté dégage des voies d'optimisation à la tenue mécaniques des soudures. En particulier, des profils de dureté admettant de faibles variations coïncident avec les conditions visées (minimisation du mismatching). Il apparait alors judicieux de choisir :

- Une **vitesse d'avance rapide** pour minimiser le sur-vieillessement de la phase S et ainsi éviter la localisation de la rupture dans la ZATM (zone la plus adoucie)
- Une **vitesse de rotation élevée** pour re-former une quantité importante de zones GPB et, par conséquent, rétablir une dureté dans le noyau équivalente au métal de base
- Le métal de base à l'état **T3**

Ces **préconisations** sont en accord avec les travaux de FU et al. [Fu+2013] qui obtiennent également une dureté moyenne équivalente au métal de base pour une vitesse de rotation élevée couplée à une vitesse d'avance rapide. Il convient cependant de souligner qu'en raison de la grande sensibilité du procédé FSW aux caractéristiques de l'outil (dimensions, forme, présence de détails géométriques), les paramètres de soudage identifiés comme optimaux, en terme de minimisation du mismatching, dans l'étude de FU et al. [Fu+2013] ($\nu = 1000$ mm/min et $\omega = 1500$ tours/min) diffèrent de ceux obtenus dans ce travail de thèse ($\nu = 240$ mm/min et $\omega = 1500$ tours/min).

IV.2 Evolutions microstructurales à l'interface

Le soudage vise à créer une **continuité métallurgique** à l'interface des métaux à assembler. En soudage homogène, la génération d'un **noyau commun** aux deux alliages assure la consolidation du joint soudé. Cependant, en soudage hétérogène la microstructure de l'interface est telle que :

- De part et d'autre les matériaux présentent des **propriétés distinctes** pouvant être à l'origine de la formation de défauts (cf. partie I)
- Une **diffusion** des éléments majoritaires s'opère
- Les matériaux sont susceptibles de réagir ensemble, sous l'effet de la température et la déformation plastique, et de former des **composés intermétalliques** fragiles

Par conséquent, l'interface présente de fortes **hétérogénéités** et constitue ainsi une zone critique pour la tenue mécanique des soudures. En particulier, la synthèse des études sur le soudage FSW Al/Ti (partie I.2.3) a fait ressortir que la microstructure de l'interface (épaisseur affectée, nature des phases en présence) affecte la zone de localisation de la rupture et les propriétés mécaniques finales des joints soudés.

L'objectif de cette partie est de **caractériser** les évolutions de microstructure à l'interface et d'évaluer l'influence des **paramètres FSW** sur celles-ci. Après une caractérisation générale au MEB, deux conditions de soudage menant à des caractéristiques distinctes seront sélectionnées dans le but d'identifier les différents **mécanismes métallurgiques** mis en jeu, via une étude en MET haute résolution. Afin d'appréhender ces évolutions, le diagramme de phase Ti-Al est d'abord présenté.

IV.2.1 Diagramme de phase Ti-Al et coefficients de diffusion

Dans la littérature, il existe plusieurs versions du diagramme de phase Ti-Al, traduisant ainsi sa **complexité**. Elles sont principalement attribuées aux difficultés de mise en œuvre des études expérimentales (contamination des alliages par l'oxygène à haute température, phases stables à haute température impossible à retenir à température ambiante, ...) et des similarités cristallographiques entre les phases riches en Al [Appel+2011; Denquin1994]. Dans ces travaux, le diagramme de phase proposé par SCHUSTER et al. [Schuster+2006] sera considéré car il est construit à partir de la confrontation de résultats théoriques (calculs thermodynamiques) et expérimentaux (figure IV.23). Bien qu'il contienne encore quelques incertitudes (domaines en pointillés), il sera utilisé pour comprendre les transformations qui se produisent dans le système Ti-Al.

Le diagramme de phase Ti-Al révèle les **limites de solubilités** respectives du Ti et de l'Al. Lors du soudage à l'état solide Al2024/Ti-6Al-4V, les alliages étant maintenus à des températures inférieures à la température de fusion de l'Al2024, les limites de solubilités sont telles que :

- La solubilité maximale du titane dans l'aluminium est très limitée : elle atteint un maximum de 0,7 %at. à 640°C
- La solubilité maximale de l'aluminium dans le titane est plus importante et s'étend de 11 à 15 %at. pour des températures comprises entre la température ambiante et 640°C.

Toutefois, le Ti-6Al-4V étant déjà composé de 11 %at. d'Al, le soudage Al2024/Ti-6Al-4V implique une **forte réactivité** de l'aluminium et du titane pouvant conduire au développement de composés intermétalliques. En particulier, le diagramme de phase distingue **quatre composés intermétalliques** stables et non stœchiométriques :

- Le Ti_3Al de structure hexagonal
- Le $TiAl$ de structure tétragonal
- Le $TiAl_2$ de structure tétragonal
- Le $TiAl_3$ de structure tétragonal

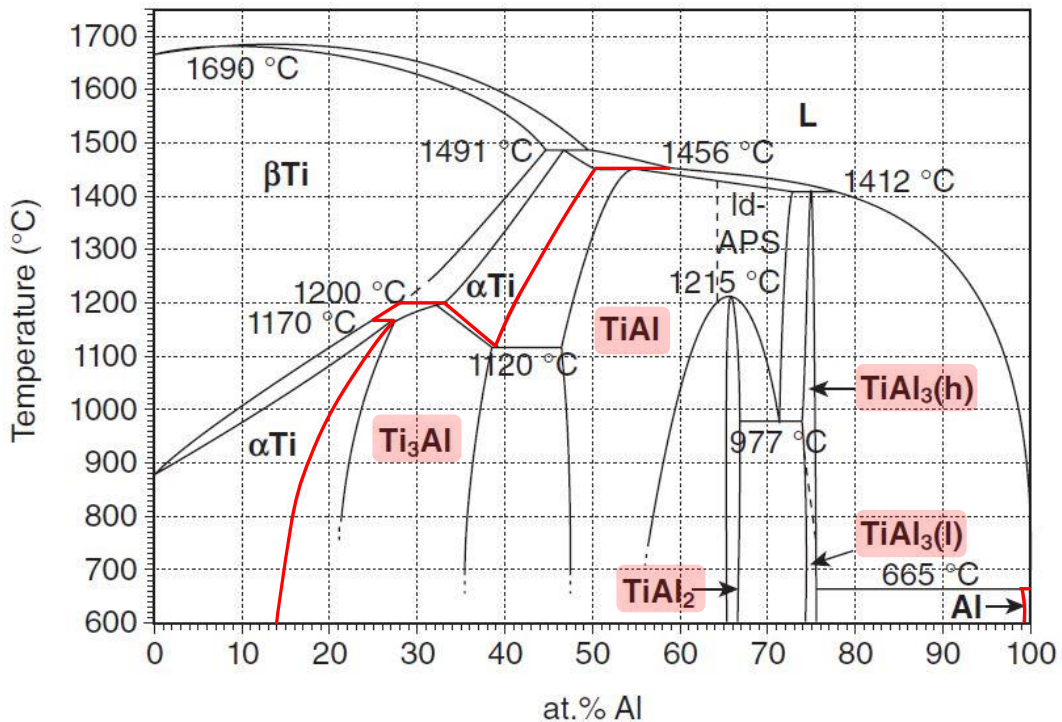


Figure IV.23 – Diagramme de phase Ti-Al d'après SCHUSTER et al. [Schuster+2006]. Les limites de solubilités respectives du Ti et de l'Al sont indiquées en rouge.

Il est cependant précisé que le diagramme de phase suppose des conditions à l'équilibre thermodynamique tandis que les conditions de soudage (temps de maintien à $T_{soudage}$ réduit, ainsi que chauffage et refroidissement rapides) sont telles que l'on s'éloigne des conditions d'équilibre. Ceci souligne ainsi la nécessité d'**étudier expérimentalement** les transformations qui se produisent à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V lors du soudage.

Le tableau IV.2 communique les coefficients d'interdiffusion de l'aluminium et du titane (Ti- α), calculés aux températures de 550°C et 575°C¹⁷. Il peut être noté que

17. Les températures générées à l'interface n'ont pas pu être estimées ni expérimentalement, ni numériquement dans ces travaux. Il est alors supposé que les valeurs de coefficient d'interdiffusion indiquées à 550°C et 575°C sont représentatives des phénomènes de diffusion mis en jeu dans les soudures FSW.

le coefficient de diffusion de l'aluminium dans la solution solide riche en titane (Ti- α) est bien supérieur au coefficient de diffusion du titane dans la solution solide riche en aluminium, quelle que soit la température. En particulier, la vitesse de diffusion de l'aluminium est environ 20 fois supérieure à celle du titane. Ceci favorise probablement la formation de composés intermétalliques riches en Al, tel que le TiAl₃.

Table IV.2 – Coefficients d'interdiffusion de l'aluminium (D_{Al}) et du titane Ti- α (D_{Ti}) [Thiyaneshwaran+2018].

Température (°C)	D_{Al} ($\times 10^{-15}$ m ⁻² /s)	D_{Ti} ($\times 10^{-15}$ m ⁻² /s)
550	4,3	0,25
575	27,1	1,2

IV.2.2 Caractérisations des interfaces

IV.2.2.1 Influence des paramètres FSW

L'influence des vitesses d'avance et de rotation, ainsi que de la géométrie du pion est évaluée sur la microstructure de l'interface (figures IV.24 et IV.25). Comme défini dans le chapitre I.2.3, deux types d'interface peuvent être générées en soudage FSW : (i) une interface **diffusive** où les matériaux conservent une interface nette et (ii) une interface **réactive** menant à une structure lamellaire suite à l'interpénétration des deux alliages [Simar+2017].

Pour les soudures produites avec un **pion plat**, les deux types d'interface sont obtenus. Pour la majorité des conditions étudiées, une interface **diffusive** est observée (figures IV.24.a,c,d,e,g). Dans la littérature, ce type d'interface est couramment associé à un faible flux de chaleur, tandis qu'à l'inverse un flux de chaleur élevé favorise l'obtention d'une interface réactive [Simar+2017; Yu+2019]. En particulier dans ces travaux, il est constaté que la diminution de la vitesse d'avance favorise la formation d'une interface **réactive** (figures IV.24.b,f), probablement en raison des **temps de réaction** plus longs. Néanmoins, la diminution de l'effort pour la soudure $\nu 60\omega 750$ ¹⁸ semble considérablement impacter le niveau de déformation plastique des matériaux et empêcher la génération d'une interface réactive.

Il peut être noté que pour les deux conditions de soudage menant à une interface réactive, des **fissures** sont générées au sein de la structure lamellaire. Leur formation peuvent être liée au phénomène de stratification (structure lamellaire) qui augmente le nombre d'interfaces favorables à l'initiation de micro-fissures ou bien au développement de phases fragiles de type composés intermétalliques (figures IV.24.b,f).

18. Il est rappelé que lors de la production des soudures, la réalisation des ces conditions de soudage avec un effort de 8250 N a conduit à la perforation de la tôle de Ti-6Al-4V suite à l'enfoncement excessif de l'outil. Ainsi, l'effort a été réduit pour permettre la production de ces soudures avec un flux de chaleur plus approprié (cf. chapitre II.1.2).

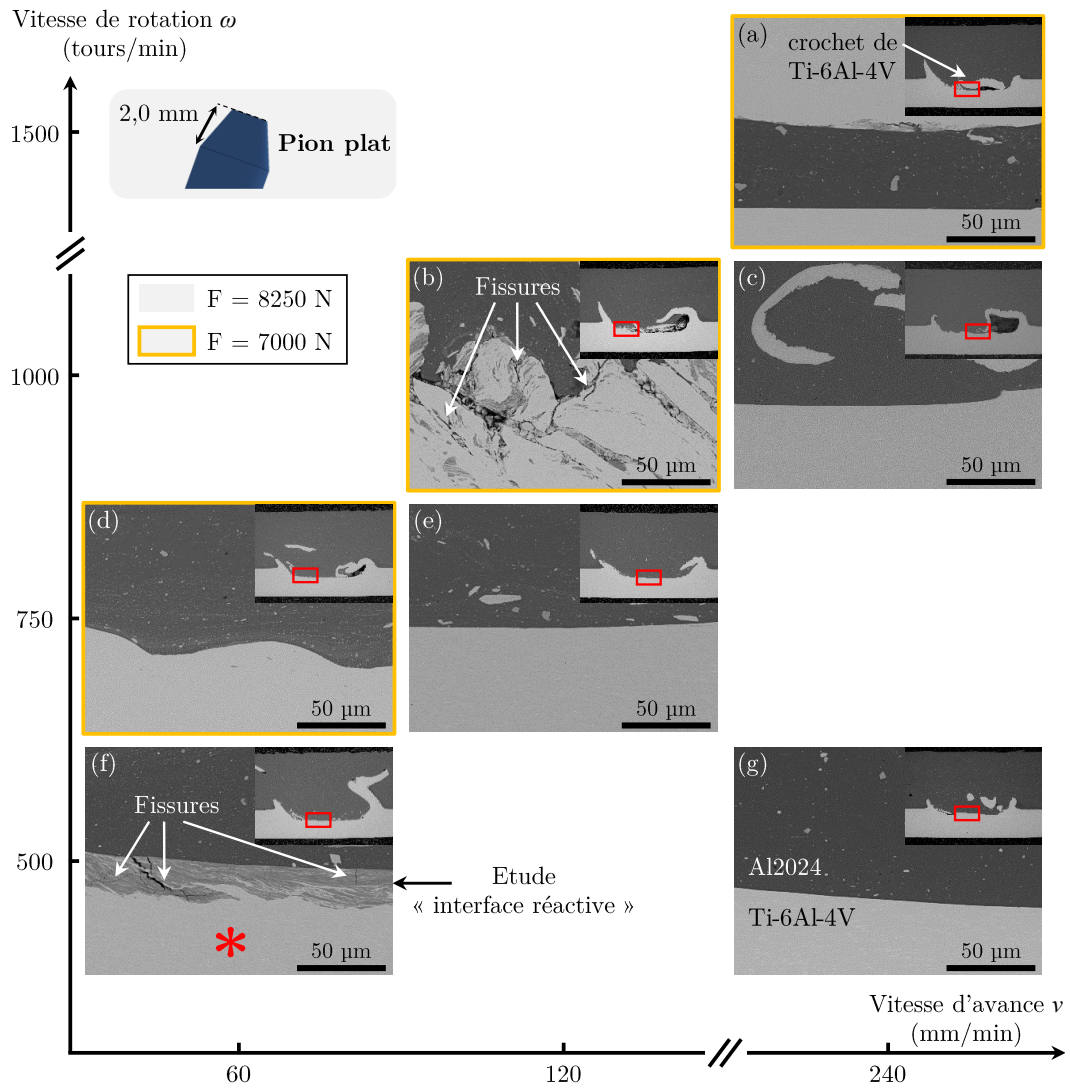


Figure IV.24 – Influence des paramètres FSW sur la microstructure de l'interface des soudures produites avec un pion plat. Images MEB-BSE.

La modification de la géométrie en bout de pion au profit d'un pion **hémisphérique** affecte les évolutions microstructurales à l'interface (figure IV.25). En particulier, une interface **diffusive** est systématiquement observée, même à faible vitesse d'avance (figure IV.25.b).

Par conséquent, il est montré que la microstructure de l'interface dépend des conditions thermomécaniques et plus particulièrement du **flux de chaleur** et des **temps de maintien**, qui gouvernent les mécanismes de diffusion, mais également du niveau de **déformation plastique**. Dans ces travaux, l'influence de la déformation plastique sera évaluée. Pour cela, les deux soudures $\nu 60\omega 500$ produites avec des géométries de pion différentes et menant à des interfaces réactive et diffusive sont sélectionnées pour une étude plus approfondie au MET (voir images annotées par « * » sur les figures IV.24 et IV.25).

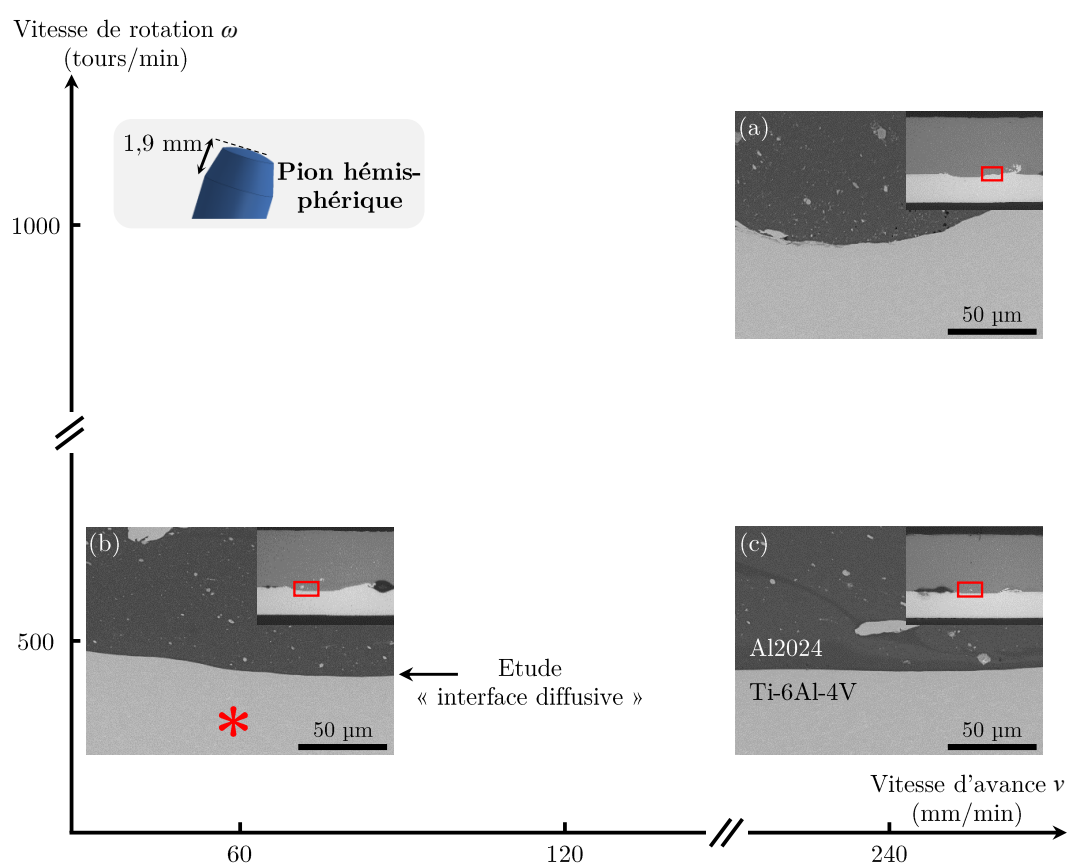


Figure IV.25 – Influence des paramètres FSW sur la microstructure de l'interface des soudures produites avec un pion hémisphérique. Images MEB-BSE.

L'analyse MEB-EDS des interfaces est donnée en figure IV.26, tandis que l'annexe C.1 présente les résultats de microsonde de Castaing menés sur l'interface réactive.

Dans le cas de l'interface **réactive** (pion plat), la composition chimique en Al et Ti évolue telle que des zones **enrichies en Al et Ti** s'intercalent successivement à travers la structure lamellaire (figure IV.26.a). Par ailleurs, il peut être noté que la composition chimique de ces lamelles riches en Al et Ti n'atteint pas la composition chimique des métaux de base (Al2024 et Ti-6Al-4V). Bien que ces résultats suggèrent la

formation de **phases intermédiaires** (solutions solides riches Al et Ti et/ou composés intermétalliques), ils ne permettent pas de conclure quant à la nature des phases en présence. Le volume de la poire d'interaction [Nosko+], résultant de l'interaction électron/matière, excède en effet l'épaisseur des lamelles (figure IV.26.c), que ce soit pour les analyses MEB-EDS et de microsonde de Castaing (voir annexe C.1). Il est par ailleurs probable que l'interface ne soit pas strictement parallèle au faisceau électron et que les zones sondées en profondeur diffèrent de celles observées en surface. Par conséquent, ces résultats d'analyse chimique (MEB-EDS et microsonde de Castaing) consistent en une moyenne des compositions chimiques sur plusieurs lamelles et sont donc insuffisants pour évaluer précisément la composition chimique de l'interface.

A l'inverse, pour l'interface **diffusive** (pion hémisphérique), une **diffusion limitée** de l'Al et du Ti est observée (figure IV.26.b). A l'interface, la composition chimique en Al et Ti chute brutalement sur une épaisseur de $\sim 2,5 \mu\text{m}$, correspondant au volume de la poire d'interaction. A l'échelle du MEB, aucune évolution de microstructure n'est donc notée. Néanmoins, le soudage FSW est susceptible de générer des évolutions microstructurales à l'échelle nanométrique, tel qu'observé par CHOI et al. [Choi+2018], qui nécessitent donc des moyens d'investigation possédant une meilleure résolution.

Ainsi, l'analyse des évolutions de microstructure à l'interface de ces soudures fait l'objet d'une **étude au MET** qui présente non seulement l'intérêt d'atteindre une résolution à l'**échelle atomique** (image haute résolution) mais également de pouvoir identifier les phases en présence à partir de leurs « **signature** » **cristallographique** via des clichés de diffraction.

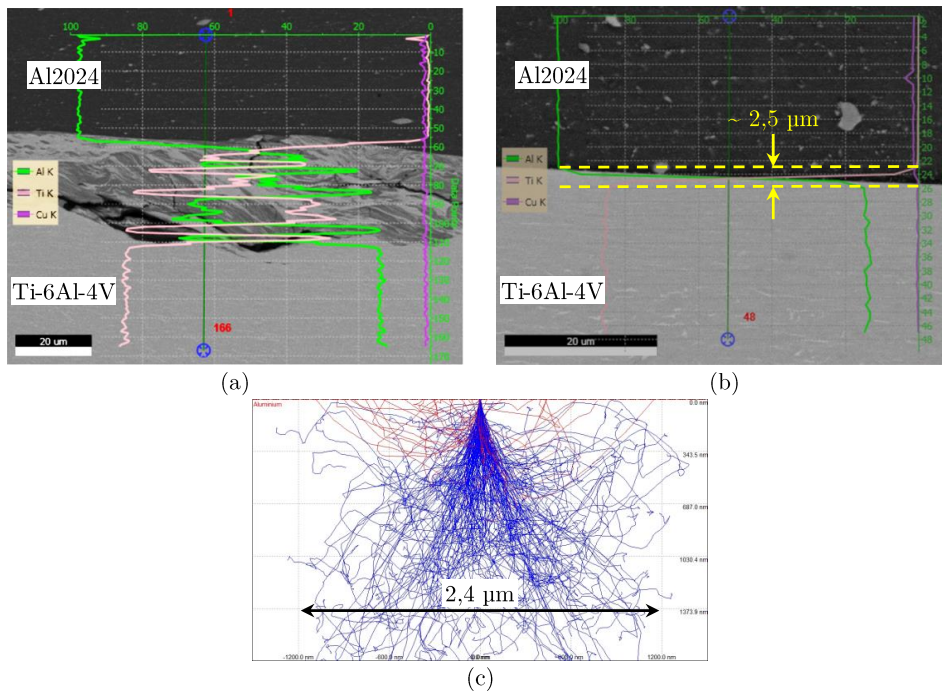


Figure IV.26 – Evolution de la composition chimique le long de l'interface des soudures $\nu 60\omega 500$ produites avec : (a) un pion plat et (b) un pion hémisphérique et (c) comparaison avec le volume de la poire d'interaction générée dans l'Al sous 15 kV [Nosko+].

IV.2.2.2 Analyses MET de l'interface réactive

L'analyse MET de l'interface réactive se divise en trois fenêtres d'observation¹⁹ : la fenêtre Ti-6Al-4V/interface, celle de l'interface et celle de l'interface/Al2024 (figure IV.27). Dans chaque fenêtre d'observation, des images associées à des **analyses EDS** et des **clichés de diffraction** sont réalisés. En particulier, l'indexation de ces derniers est effectuée à partir de fiches CIF²⁰ de référence et d'abaques pour déterminer les orientations cristallographiques, répertoriées en annexe C.2.

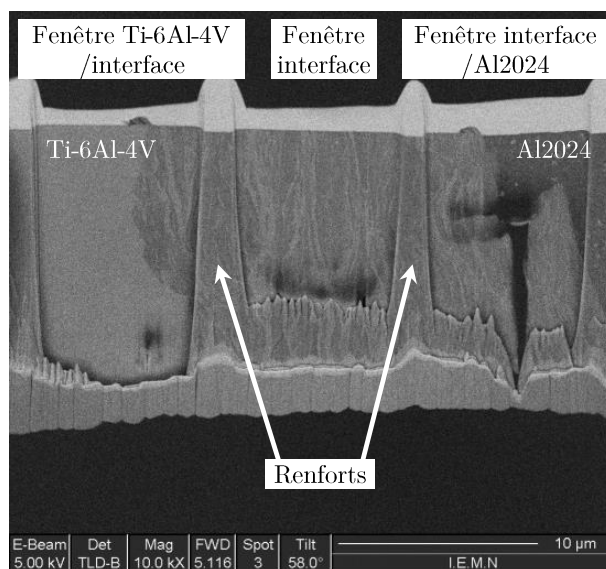


Figure IV.27 – Préparation FIB de l'interface réactive.

Fenêtre Ti-6Al-4V/interface

Dans la fenêtre Ti-6Al-4V/interface, l'image HAADF met en évidence l'alternance de très **fines lamelles** successivement enrichies en Al et Ti, dont l'épaisseur varie entre la dizaine et plusieurs centaines de nanomètres (figure IV.28.a).

Du côté « interface », la cartographie montre une composition chimique majoritairement riche en Al dans laquelle s'intercalent des bandes riches en Ti (figure IV.28.b). Ces résultats suggèrent ainsi que la stratification de la région de l'interface (structure lamellaire), caractéristique de l'interface réactive, résulterait de **l'infiltration de bandes de Ti-6Al-4V dans l'Al2024**. Néanmoins, le profil réalisé du Ti-6Al-4V vers l'interface met en exergue que les évolutions de composition chimique diffèrent des métaux de base. En particulier, sur des régions relativement homogènes, les résultats suggèrent la formation du TiAl_3 (≈ 75 %at.Al et 25 %at.Ti), du TiAl (≈ 50 %at.Al et Ti) et du Ti_3Al (≈ 25 %at.Al et 75 %at.Ti).

19. L'épaisseur de l'interface (≈ 15 - 20 μm) est en effet trop élevée pour réaliser une lame transparente aux électrons sur toute sa longueur. La préparation FIB a donc consisté à amincir la lame entre des « renforts » qui assurent sa consolidation.

20. Les fiches CIF utilisées proviennent du site : <https://materialsproject.org/materials> et sont visualisées à partir du logiciel VESTA (Onglet « Utilities » puis sélectionner « Powder Diffraction Pattern »).

Le cliché de diffraction (noté DIFF) réalisé à la fois dans le Ti-6Al-4V et dans la zone interfaciale, supposément composée de TiAl_3 , est donné en figure IV.28.c. Il se présente sous la forme d’anneaux concentriques qui indiquent la présence d’une multitude de **grains nanométriques orientés aléatoirement**. En particulier, la présence du Ti- α ainsi que la formation du TiAl_3 sont confirmés. Par ailleurs, le TiAl est également identifié mettant ainsi en évidence que, bien que les résultats de compositions chimiques sont fiables, ils ne sont pas suffisants pour identifier les phases générées.

Remarque : *il est précisé que du fait de la similarité des structures cristallographiques entre le Ti- α et les composés intermétalliques Ti-Al, certaines distances interréticulaires peuvent correspondre à plusieurs plans cristallographiques entre les différentes phases (figure IV.28.c).*

Du côté « Ti-6Al-4V », une nanostructuration de l’alliage est également observée. Elle résulterait de la recristallisation dynamique du Ti-6Al-4V au sein de **bandes de cisaillement**. Ce point est plus amplement discuté dans la partie III.3.

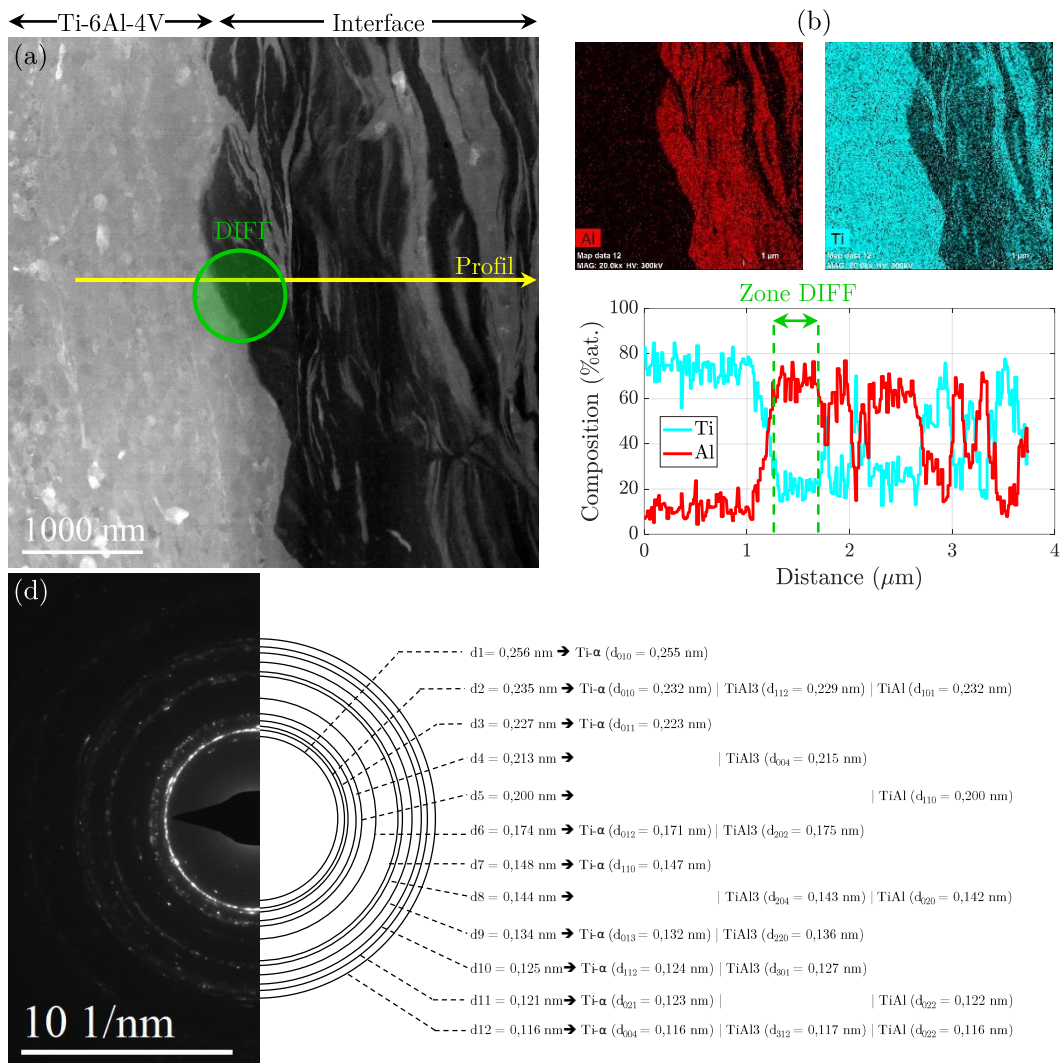


Figure IV.28 – Résultats MET de la fenêtre Ti-6Al-4V/interface : (a) image HAADF, (b) analyses EDS et (c) cliché de diffraction indexé.

Fenêtre interface

Dans la fenêtre « interface », des résultats similaires aux caractérisations précédentes sont notés. En particulier, le TiAl_3 et le TiAl sont à nouveau identifiés dans une région composée à $\sim 75\% \text{at. Al}$ et $25\% \text{at. Ti}$ (figures IV.29.b et c). Des clichés de diffraction sont également réalisés dans des bandes enrichies en Ti. Les résultats, présentés en annexe C.3, indiquent la formation du Ti_3Al , en plus du TiAl .

Ainsi, les bandes enrichies en Al consisteraient en un mélange $\text{TiAl}_3/\text{TiAl}$, tandis que celle enrichies en Ti semblent être associées à un mélange $\text{Ti}_3\text{Al}/\text{TiAl}$.

Par ailleurs, en plus d'une évolution des composition chimiques en Al et Ti à travers la structure lamellaire, les résultats de cartographies mettent en évidence la présence de **particules enrichies en Mg**, probablement issue de l'Al2024, au sein de la zone interfaciale (figure IV.29.b).

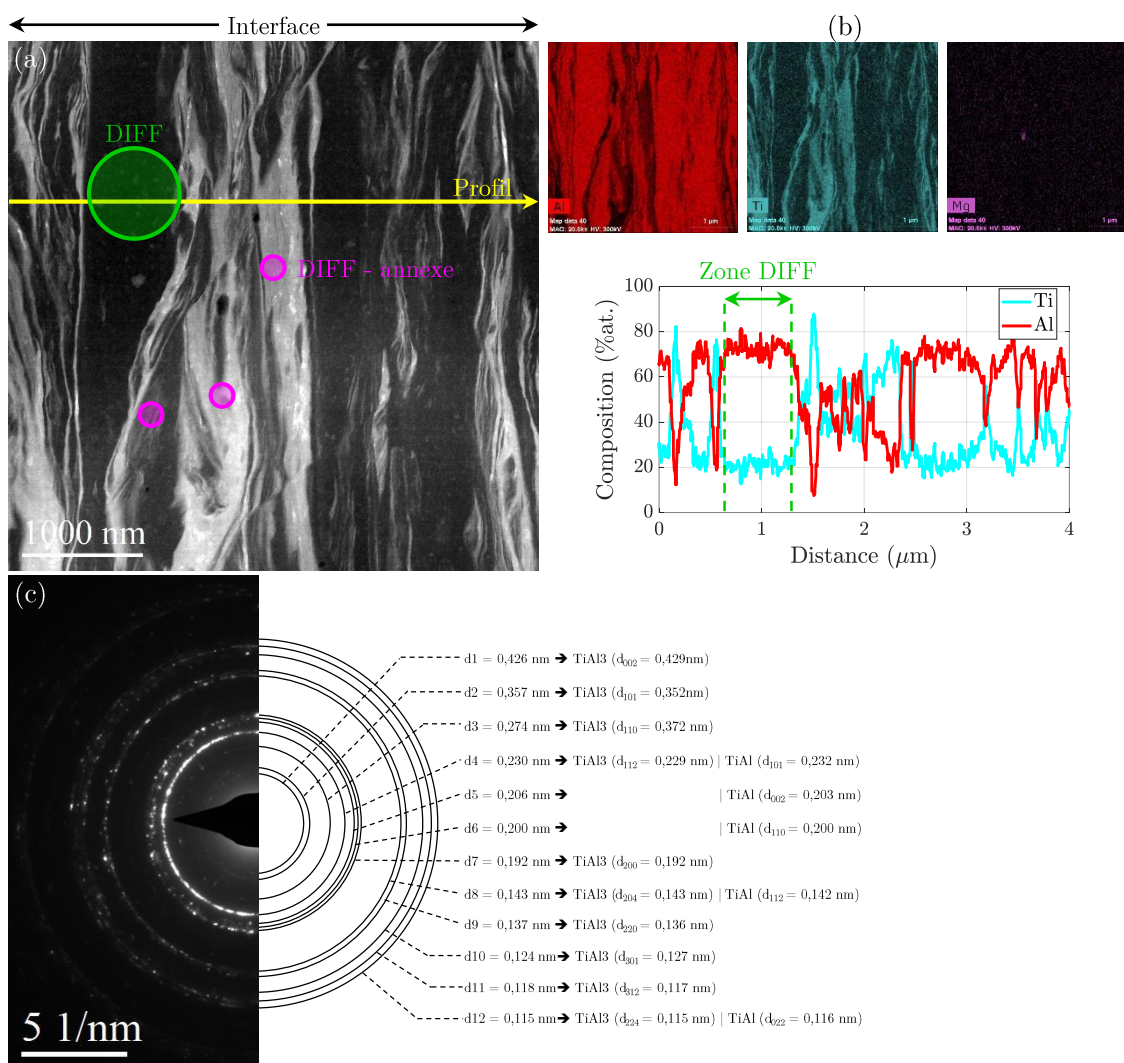


Figure IV.29 – Résultats MET de la fenêtre interface : (a) image HAADF, (b) analyses EDS et (c) cliché de diffraction indexé.

Fenêtre interface/Al2024

Comme précédemment, des bandes enrichies en Al et Ti sont observées dans la fenêtre interface/Al2024. En particulier, la zone riche en Al se compose des phases intermétalliques $TiAl_3$ et $TiAl$, confirmant les observations formulées ci-dessus. Par ailleurs, il est noté que malgré la proximité de l'Al2024, du **titane** est identifié de ce côté de la soudure. Ceci indique soit une diffusion importante du Ti à travers l'interface, soit un malaxage important de la matière ayant conduit au déplacement du Ti-6Al-4V proche de l'Al2024.

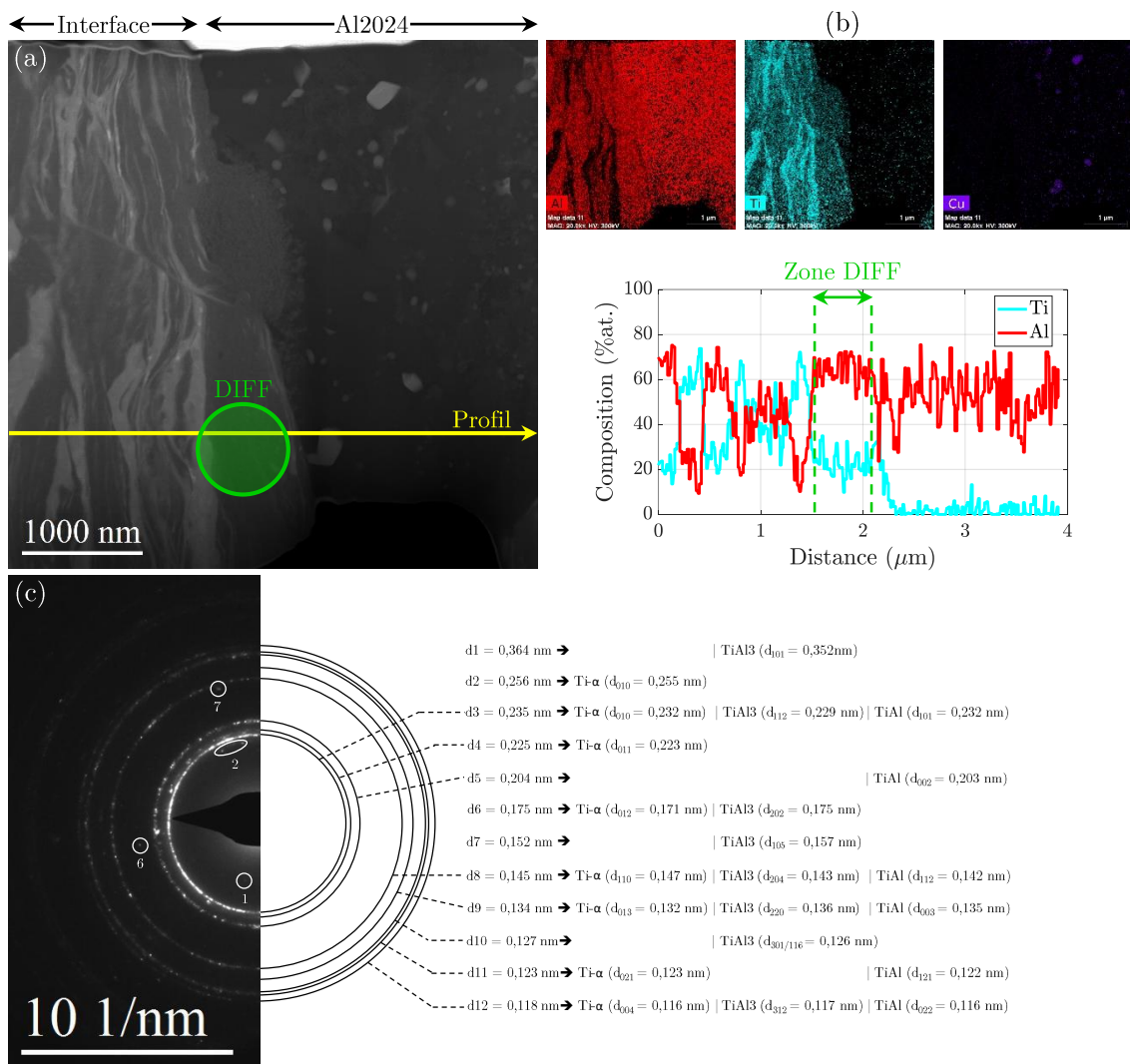


Figure IV.30 – Résultats MET de la fenêtre interface/Al2024 : (a) image HAADF, (b) analyses EDS et (c) cliché de diffraction indexé.

IV.2.2.3 Analyses MET de l'interface diffusive

La préparation de la lame mince pour l'analyse MET de l'interface diffusive est également conduite par FIB (figure IV.31.a). Plusieurs fenêtres sont réalisées mais les observations se sont principalement concentrées sur la région encadrée sur la figure IV.31.b.

Comme pour l'interface réactive, des images, des analyses chimiques (EDS) et des clichés de diffraction sont réalisés dans le but d'évaluer la diffusion des éléments d'alliage et vérifier l'absence de nouvelle phase, tel que supposé à partir des résultats MEB

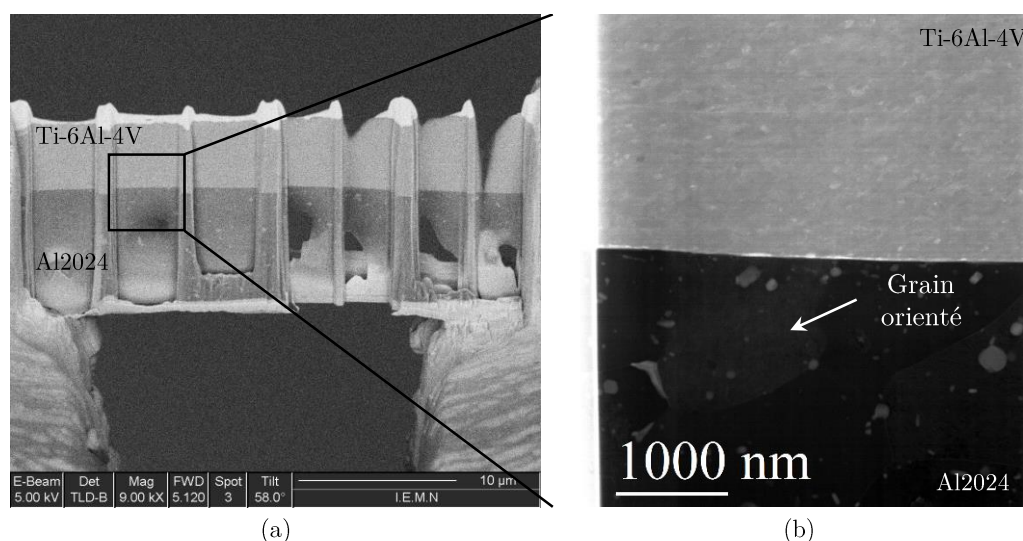


Figure IV.31 – (a) Préparation FIB de l'interface diffusive et (b) image HAADF de la zone d'analyse principalement étudiée.

Les résultats d'analyses chimique menées sur l'interface diffusive mettent en évidence une **interdiffusion de l'Al et du Ti sur 10 nm** (figure IV.32.c). Cette valeur peut aussi être due au fait que l'interface n'est pas complètement parallèle aux électrons. Elle donne cependant un ordre de grandeur de la diffusion de l'Al et du Ti sur quelques nanomètres.

De plus, une évolution hétérogène de la composition en éléments d'alliage est notée au niveau de l'interface, principalement côté Al2024 (figures IV.32.b et c). A titre comparatif, les compositions chimiques des métaux de base sont rappelées dans le tableau IV.3.

Table IV.3 – Composition chimique des métaux de base (% atomique).

	Ti	Al	V	Fe	Cu	Mg	Mn	Si
Ti-6Al-4V	Bal.	11,3	2,8	0,3	-	-	-	-
Al2024	-	Bal.	-	0,02	1,7	1,9	0,4	0,08

La composition chimique en Al diminue à l'approche de l'interface au profit d'un enrichissement en Cu (2,9 %at.) et en Si (1,2 %at.) au sein de l'interface et d'une augmentation de la teneur en Mg (3,6 %at.) avant la zone délimitant l'interface. Ces

évolutions peuvent à nouveau être attribuées au fait que l'interface n'est pas strictement parallèle au faisceau d'électrons ou bien à une diffusion hétérogène du Cu, du Si et du Mg dans la solution solide riche en Al.

Côté Ti-6Al-4V, un enrichissement en Fe (élément bêtagène) est observé à environ 30 nm de l'interface (figures IV.32.b et c), signe de la présence majoritaire de grains de Ti- α à proximité de l'interface.

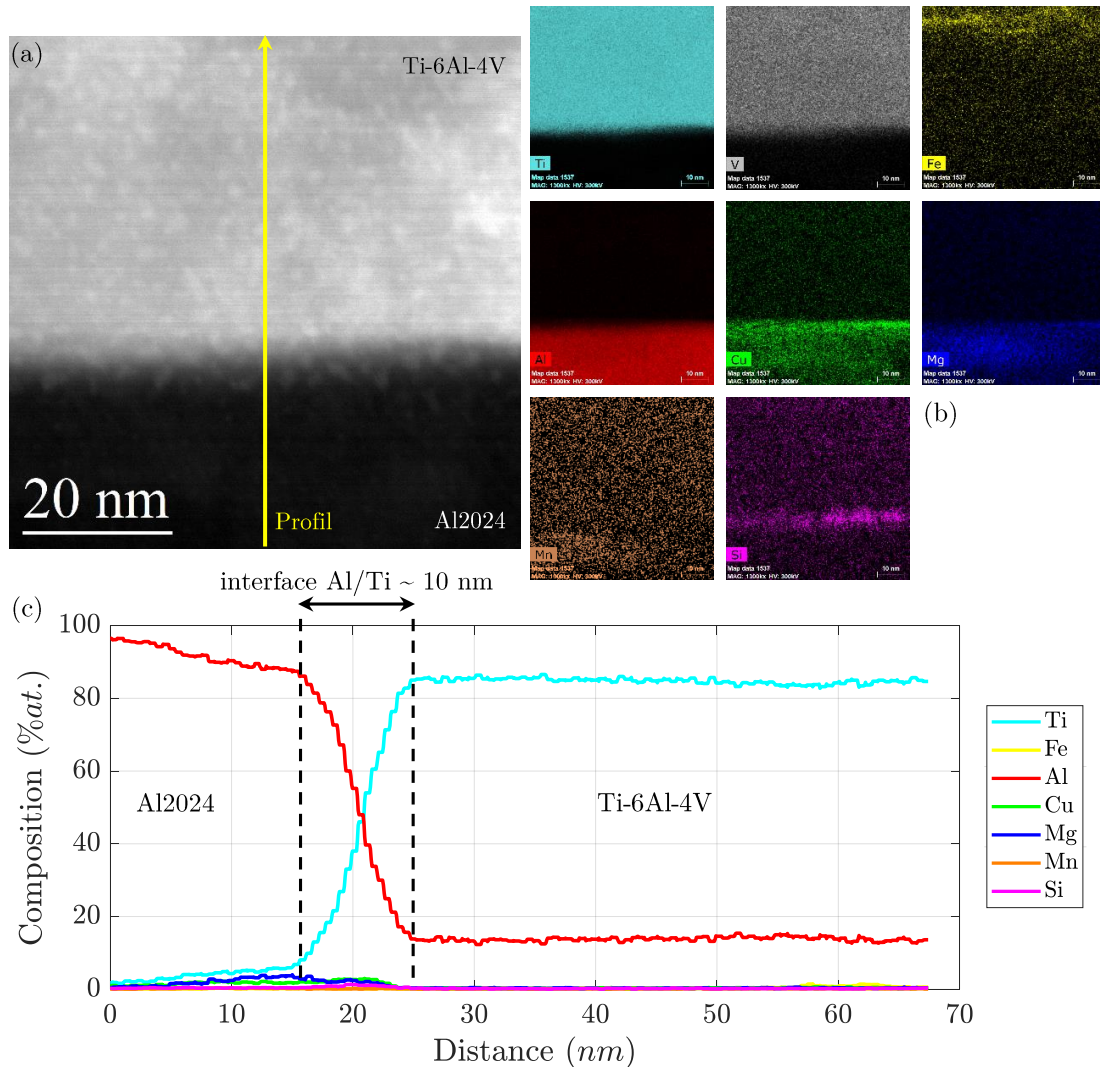


Figure IV.32 – Résultats d'analyses chimique de l'interface diffusive : (a) image HAADF, (b) cartographie EDS et (c) profil de composition chimique EDS.

Contrairement à l'interface réactive, l'utilisation d'un pion hémisphérique ne conduit pas au développement de nouvelles phases au sein de l'interface diffusive. Le profil de composition n'indique en effet aucune concentration chimique pouvant correspondre à la stœchiométrie des composés intermétalliques Ti-Al (figure IV.32.c). En particulier, le cliché de diffraction, présenté en figure IV.33.b, confirme ces résultats : **aucun composé intermétallique n'est identifié** et l'interface se compose donc uniquement des solutions solides riche en Al (Al2024) et riche en Ti (en particulier la phase Ti- α du Ti-6Al-4V).

Sur la zone d'analyse le grain d'Al2024 est orienté selon l'axe de zone $[0\ 1\ 1]_{Al}$ (figure IV.33.a). Côté Ti-6Al-4V, la déformation plastique sévère exercée par le pion conduit à la formation de grains recrystallisés de taille nanométrique (figure IV.33.a). Cependant, au niveau de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V, un grain de Ti- α d'environ 30 nm d'épaisseur²¹ et orienté selon l'axe de zone $[2\ \bar{1}\ \bar{1}\ 0]_{Ti}$ est observé. Plus particulièrement, l'inspection de l'interface tout le long de la fenêtre d'observation et de celle adjacente met en évidence que ce grain, qui conserve cette orientation cristallographique, est systématiquement présent.

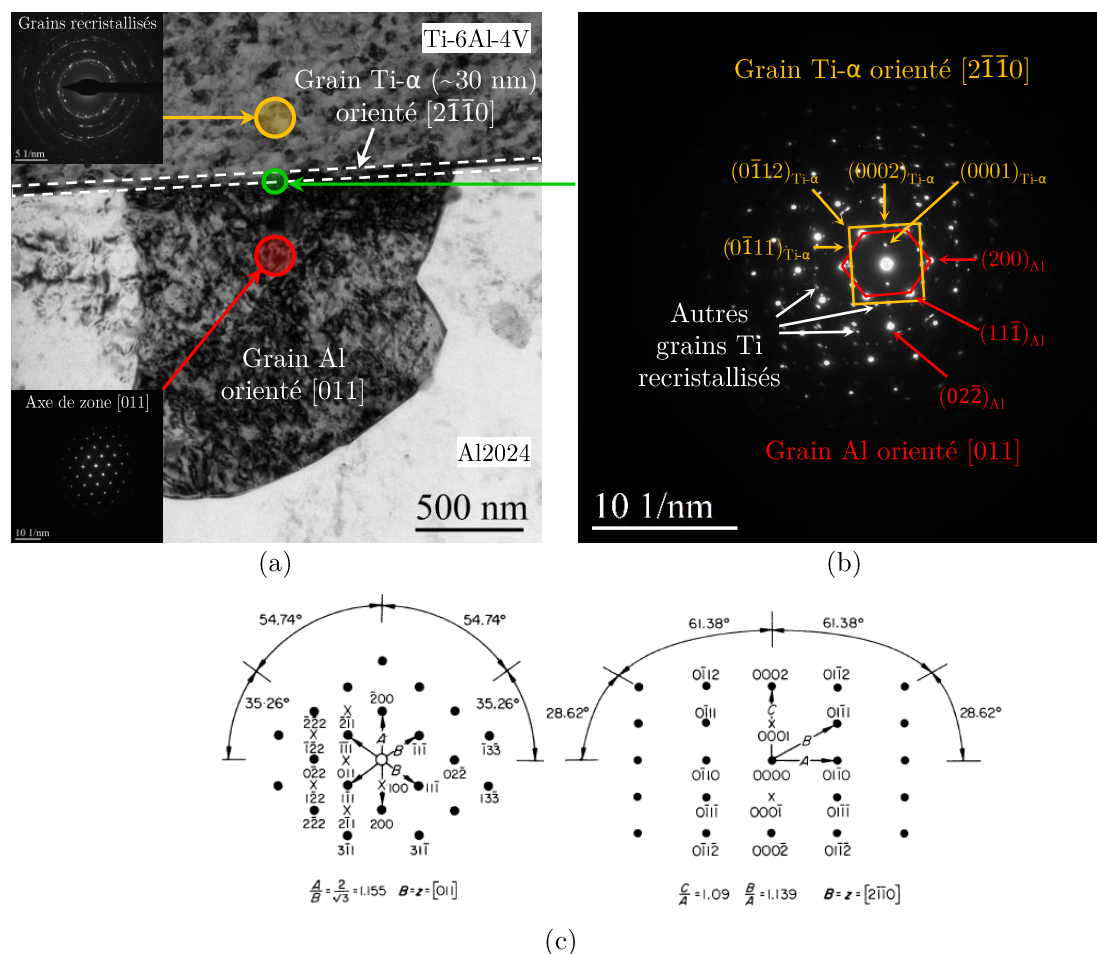


Figure IV.33 – Caractérisation des phases en présence : (a) image MET faisant apparaître les clichés de diffraction des métaux de base et (b) cliché de diffraction de l'interface indexé à partir (c) d'abaques (CFC à gauche et HC à droite).

Afin d'étudier plus en détail les mécanismes métallurgiques impliqués à l'interface, l'échantillon est examiné en **haute résolution** (figure IV.34.a). Ainsi, la FFT associée fait uniquement apparaître les spots associés au grain Al orienté selon l'axe de zone $[0\ 1\ 1]_{Al}$ et au grain Ti orienté selon l'axe de zone $[2\ \bar{1}\ \bar{1}\ 0]_{Ti\alpha}$ et s'affranchit des autres spots liés à la présence des grains nanométriques de Ti-6Al-4V (figure IV.34.b). En particulier, sur la FFT plusieurs **relations d'orientation** sont mises en évidence :

21. L'épaisseur de ce grain correspond à la distance d'appauvrissement en Fe confirmant la présence d'un grain Ti- α .

- Entre les directions $[0\ 1\ 1]_{Al}$ et $[2\ \bar{1}\ \bar{1}]_{Ti\alpha}$
- Entre les plans $(0\ 2\ \bar{2})_{Al}$ et $(0\ 0\ 2)_{Ti\alpha}$
- Entre les plans $(2\ 0\ 0)_{Al}$ et $(0\ \bar{1}\ 1\ 0)_{Ti\alpha}$

Pour évaluer s'il y a continuité des plans cristallins, deux spots appartenant à l'Al et au Ti et présentant une relation d'orientation commune sont sélectionnés. La transformée de Fourier inverse (notée IFFT) associée est présentée en figure IV.34.c. Elle fait uniquement apparaître les plans $(0\ \bar{1}\ 1\ 0)_{Ti}$ côté Ti-6Al-4V et les plans $(2\ 0\ 0)_{Al}$ côté Al2024. En particulier, il est constaté qu'à 4 distances interréticulaires des plans $(0\ \bar{1}\ 1\ 0)_{Ti}$ ($d_{(0\ \bar{1}\ 1\ 0)} = 0,255\text{ nm}$) correspond 5 distances interréticulaires des plans $(2\ 0\ 0)_{Al}$ ($d_{(2\ 0\ 0)} = 0,203\text{ nm}$) et une **dislocation de misfit** pour accommoder le décalage existant.

Il existe ainsi une **continuité des plans cristallins** entre les plans $(0\ 2\ \bar{2})_{Al}$ et $(0\ 0\ 2)_{Ti}$ mais également entre $(2\ 0\ 0)_{Al}$ et $(0\ \bar{1}\ 1\ 0)_{Ti}$. Par conséquent, sur la zone d'analyse, l'interface Al2024/Ti-6Al-4V est **semi-cohérente**.

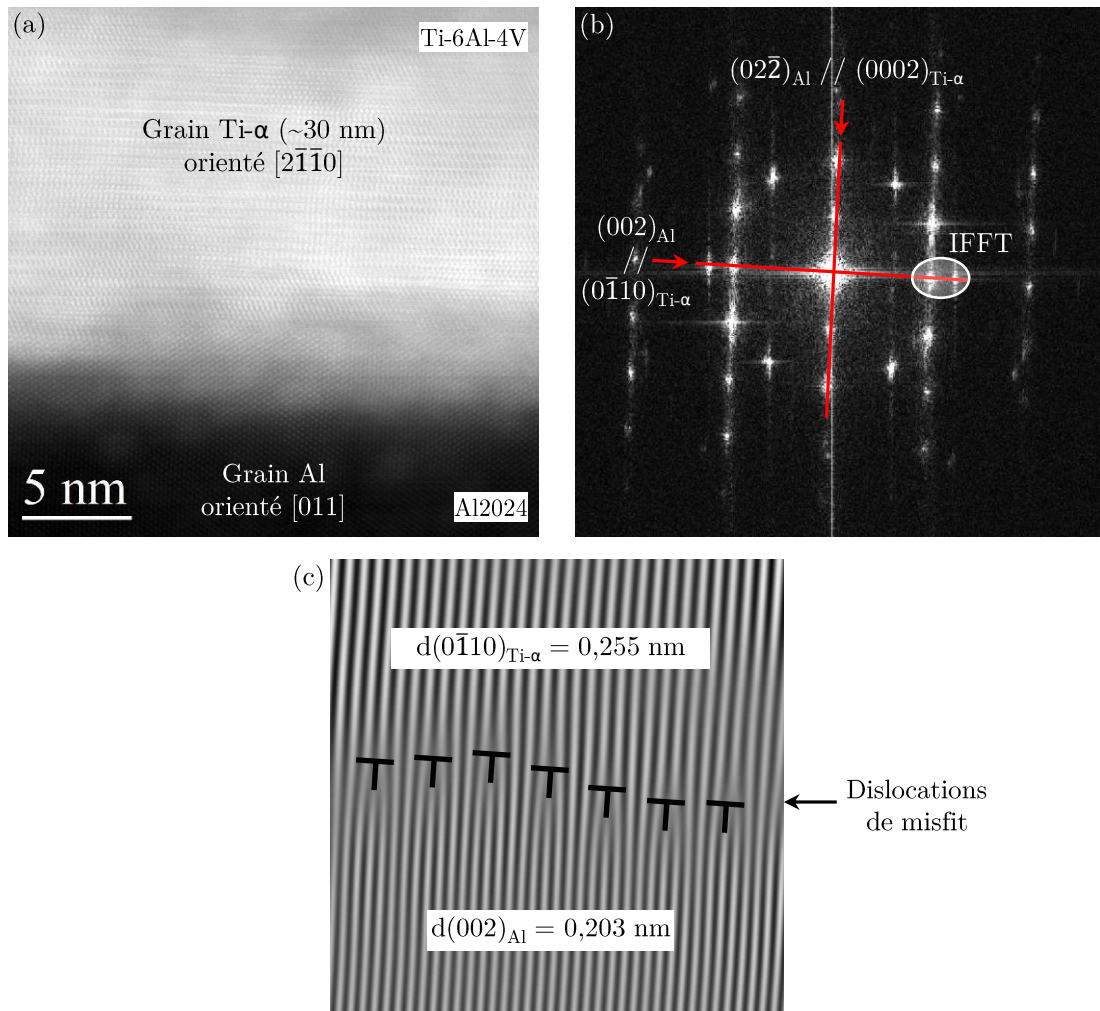


Figure IV.34 – (a) Image haute résolution de l'interface, (b) FFT associée et (c) IFFT des plans sélectionnés.

IV.2.2.4 Synthèse des caractérisations

La modification de la **géométrie du pion** impacte significativement les évolutions microstructurales à l'interface.

Dans le cas du **pion plat**, l'interface se caractérise par une **structure lamellaire**. Des bandes **parallèles** à l'interface initiale Al2024/Ti-6Al-4V et successivement enrichies en Al et Ti sont générées. En particulier, les conditions thermomécaniques conduisent à la formation de plusieurs **composés intermétalliques** : le Ti_3Al , le TiAl et le TiAl_3 qui se présentent sous la forme de **grains nanométriques** (de diamètre compris entre 10 et 50 nm). Par ailleurs, il est constaté que des grains de la phase $\text{Ti-}\alpha$ du Ti-6Al-4V sont caractérisés à l'interface, alors qu'aucun grain de la matrice d'Al2024 (solution solide riche en Al) n'a été identifié. Enfin, l'arrangement des phases en présence est telle que des composés intermétalliques riches en Al sont formés non seulement proche de l'Al2024 mais également près du Ti-6Al-4V, et inversement.

Dans le cas du **pion hémisphérique**, aucune nouvelle phase n'est formée à l'interface. Une diffusion du Ti et de l'Al sur 10 nm et une diffusion hétérogène des éléments d'alliage (Cu, Mg, Mn, Si) sont générées. L'interface est donc de type **diffusive**. Par ailleurs, dans le Ti-6Al-4V l'alliage subit des évolutions de microstructure telle qu'un **unique grain $\text{Ti-}\alpha$ orienté** selon l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]$ est formé tout le long de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V. En particulier, sur la région analysée cette modification de microstructure semble conduire à une **continuité des plans cristallins** entre l'Al2024 et le Ti-6Al-4V et donc à la génération d'une **interface semi-cohérente**.

Afin d'appréhender la raison pour laquelle des composés intermétalliques sont uniquement générés avec un pion plat, la **séquence de formation des composés intermétalliques** par réaction à l'état solide, et l'influence des **conditions thermomécaniques** sur celle-ci, sont discutées ci-après.

IV.2.3 Séquence de formation des composés intermétalliques

A l'état solide, la réactivité entre deux constituants est gouvernée par le phénomène de **diffusion**, qui traduit le déplacement aléatoire d'atomes dans le réseau cristallin. La diffusion dépend de l'**agitation thermique**, fortement influencée par la température, et de la **densité de défauts** qui favorisent la migration d'un atome vers un autre site du réseau cristallin. Ainsi, de la diffusion résulte une évolution des concentrations des espèces mises en contact au niveau de l'interface, pouvant conduire à la formation de **nouvelles phases**. Ce sont alors les lois thermodynamiques qui prévoient la création du matériau le plus stable.

La force motrice à la formation d'une nouvelle phase est donnée par la variation de l'énergie libre de Gibbs, notée ΔG° , définie telle que :

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ \quad (\text{IV.2})$$

A l'état solide, la variation d'entropie ΔS° étant quasi nulle, l'**enthalpie de formation** ΔH° est équivalente à la variation d'énergie libre de Gibbs ΔG° [Pretorius+1993]. De plus, la création d'une nouvelle phase par réaction à l'état solide est un processus **dynamique** et **hors équilibre**. Cela signifie que les réactions conduisent à la formation d'une seule phase à la différence des systèmes à l'équilibre où la formation de plusieurs phases à la suite peut être observée [Pretorius+1993]. Par conséquent dans le cas du système Ti-Al, le TiAl_2 , résultant d'une série de réactions impliquant le TiAl comme réactif de départ [Sujata+1997], ne peut être formé en premier par réaction à l'état solide. C'est la raison pour laquelle il n'a pas été caractérisé précédemment.

Le calcul des enthalpies de formation des phases du système Ti-Al fait l'objet de plusieurs travaux [Kattner+1992; Sujata+1997]. En particulier, KATTNER et al. [Kattner+1992] proposent trois modèles analytiques pour exprimer l'énergie de formation des solutions solides (Al, Ti- α , Ti- β), des phases ordonnées stœchiométriques (d'après KATTNER et al. le Ti_3Al_5 et le TiAl_2 qui ne sont pas considérés dans ce travail de thèse) et des phases ordonnées non stœchiométriques (Ti_3Al , TiAl, TiAl_3). Les enthalpies de formation des composés intermétalliques susceptibles de se former à l'état solide sont données en figure IV.35. Pour l'intervalle de température donné (inférieur à $T_{\text{fusion}}^{\text{Al}}$), l'ensemble des enthalpies sont négatives. Ainsi, la formation du Ti_3Al , du TiAl et du TiAl_3 peuvent se produire **spontanément**. De plus, il est noté que le TiAl_3 possède l'énergie de formation la plus faible, suivi du TiAl et du Ti_3Al pour des températures inférieures à 775 K, ou inversement le cas échéant. Ainsi, d'un point de vue thermodynamique, le TiAl_3 est le composé le plus **stable** et serait donc susceptible de se former en premier.

Cependant, lors de réactions à l'état solide, la considération des enthalpies de formation n'est pas un **critère suffisant** pour prédire la génération des phases. En terme d'exemple, dans le cas du système Cr-Si, il est expérimentalement observé que le CrSi_3 se forme en premier alors que le Cr_5Si_3 est thermodynamiquement le plus stable (enthalpie de formation la plus faible) [Pretorius+1993]. Ces divergences mettent ainsi en évidence l'influence d'autres facteurs dans la formation de phases par réaction à l'état solide. En particulier, PRETORIUS et al. [Pretorius+1993] proposent un modèle de chaleur effective prenant non seulement en compte l'énergie requise pour la formation des phases mais également l'influence de la **mobilité atomique**.

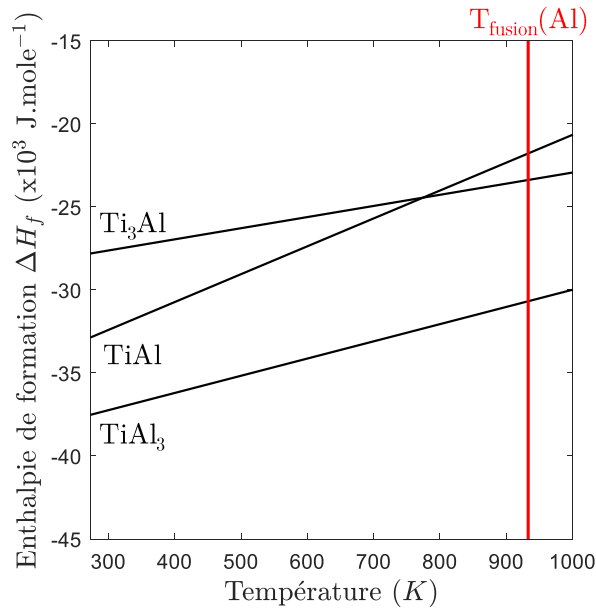


Figure IV.35 – Enthalpies de formation du Ti_3Al , du TiAl et du TiAl_3 en fonction de la température.

IV.2.3.1 Modèle de chaleur effective de formation

Le modèle de chaleur effective de formation (noté EHF pour *Effective Heat of Formation* en anglais) vise à prédire la **séquence de formation** des composés intermétalliques par réaction à l'état solide. En particulier, PRETORIUS et al. [Pretorius+1993] montrent que la **concentration effective** des éléments qui interagissent à l'interface conditionne l'énergie réellement libérée (énergie effective ΔH_{eff}) par la réaction. La figure IV.36 met en effet en exergue que suivant la concentration effective des éléments présents à l'interface, l'**énergie effective** de formation ΔH_{eff} peut être différente de l'enthalpie de formation ΔH_f théorique. En particulier, ceci se produit lorsqu'un élément est en excès par rapport à la stœchiométrie. Dès lors, l'élément en déficit limite la quantité de composés intermétalliques pouvant être générés et l'énergie effective libérée par la réaction est donc inférieure à l'enthalpie de formation théorique ($\Delta H_{eff} < \Delta H_f$).

Ainsi, l'énergie effective de formation ΔH_{eff} est définie telle que :

$$\Delta H_{eff} = \Delta H_f \times \frac{C_e}{C_l} \quad (\text{IV.3})$$

Avec C_e la concentration effective de l'élément limitant à l'interface et C_l la concentration de l'élément limitant à la composition stœchiométrique.

Bien que ce modèle rencontre quelques difficultés pour prédire la formation des phases dans les systèmes présentant simultanément des composés définis à fusion congruente et non congruente [Xu+2006], il a été appliqué avec succès à plus de 15 systèmes métal-aluminium [Pretorius+1993]. En particulier, les composés définis du système Ti-Al étant tous à fusion congruente, le **modèle EHF peut être appliqué à ces travaux**. Ceci nécessite par conséquent d'évaluer la concentration effective de l'élément limitant à l'interface.

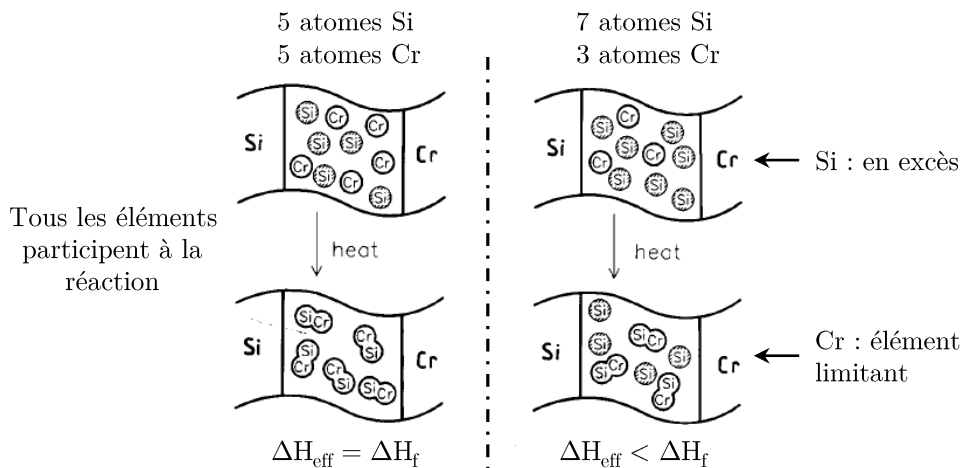
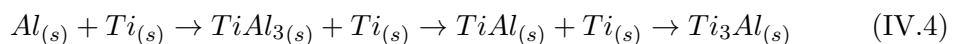


Figure IV.36 – Influence de la concentration effective des éléments à l’interface sur l’énergie de formation des phases [Pretorius+1993].

La **concentration effective** des éléments à l’interface dépend de nombreux facteurs, tels que la température, la mobilité atomique, ou encore la présence d’impuretés. Elle ne peut cependant pas être déterminée expérimentalement. C’est pourquoi, PRETORIUS et al. [Pretorius+1993] se basent sur l’hypothèse selon laquelle la réaction se produit pour une composition où les atomes ont une **mobilité maximale**. En particulier, ceci correspondant à la concentration du liquidus le plus faible. Ce postulat s’appuie sur les travaux de BROWN et al. [Brown+1980] qui montrent que les coefficients de diffusion sont inversement proportionnels à la température de fusion. Dès lors, plusieurs cas d’application sont traités dans le modèle EHF pour déterminer la concentration effective de l’élément limitant.

Dans le cas du **système Ti-Al**, la valeur du liquidus le plus faible coïncide avec la température de fusion de l’aluminium. Le modèle prévoit alors de choisir « *une concentration effective arbitraire de 98 %at. de l’élément ayant le point de fusion le point faible* », soit $C_e = 98$ %at. d’aluminium avec le titane comme élément limitant. Le coefficient de diffusion du titane (phase Ti- α) étant plus faible que celui de l’aluminium (tableau IV.2), cette hypothèse apparaît donc cohérente avec le choix de C_e qui doit refléter une mobilité atomique maximale.

L’évolution de l’énergie effective de formation ΔH_{eff} des composés intermétalliques est représentée en figure IV.37. Pour $C_e = 98$ %at. d’Al, la chaleur effective la plus faible est obtenue pour le TiAl_3 , suivi du TiAl et enfin du Ti_3Al . Par conséquent, le modèle EHF prévoit la croissance des composés intermétalliques selon la **séquence de formation** suivante :



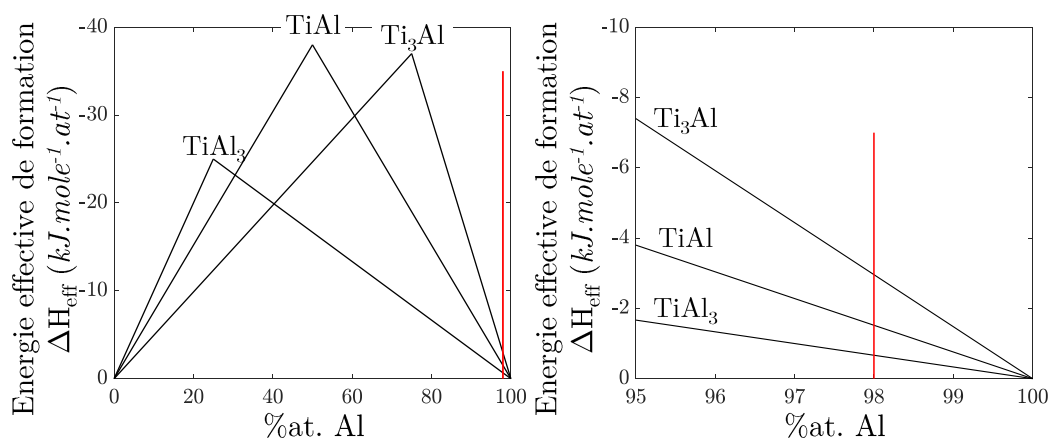


Figure IV.37 – Energie effective de formation du Ti_3Al , du $TiAl$ et du $TiAl_3$ (a) entre 0 et 100 %at. d'Al et (b) entre 95 et 100 %at. d'Al

IV.2.3.2 Influence des conditions thermomécaniques

Dans les travaux de **diffusion à l'état solide**, la formation du $TiAl_3$ comme premier composé intermétallique à se former est vérifiée expérimentalement. En particulier, THIYANESHWARAN et al. [Thiyaneshwaran+2018] montrent que la vitesse de diffusion de l'Al est près de 20 fois supérieure à celle du $Ti-\alpha$. Par conséquent, le $TiAl_3$ précipite majoritairement côté Ti (figure IV.38.a). Il s'agit cependant du seul composé intermétallique observé, tandis qu'en **mécanosynthèse** (*mechanical alloying*) et en **soudage FSW** les trois composés intermétalliques $TiAl_3$, $TiAl$ et Ti_3Al sont couramment caractérisés [Choi+2018 ; Guo+1991 ; Lü+2013 ; Yu+2019 ; Zhao+2019]. Plus particulièrement, CHOI et al. [Choi+2018] (soudage FSW Al/Ti purs) observent la croissance successive du $TiAl_3$, du $TiAl$ et du Ti_3Al avec l'augmentation de la vitesse de rotation, tel que le $TiAl$ se forme entre le Ti et le $TiAl_3$ puis finalement le Ti_3Al croit entre le Ti et le $TiAl$ (figure IV.38.b). Cette « chronologie » de formation est à nouveau attribuée à une diffusion plus importante de l'Al que le $Ti-\alpha$ [Choi+2018].

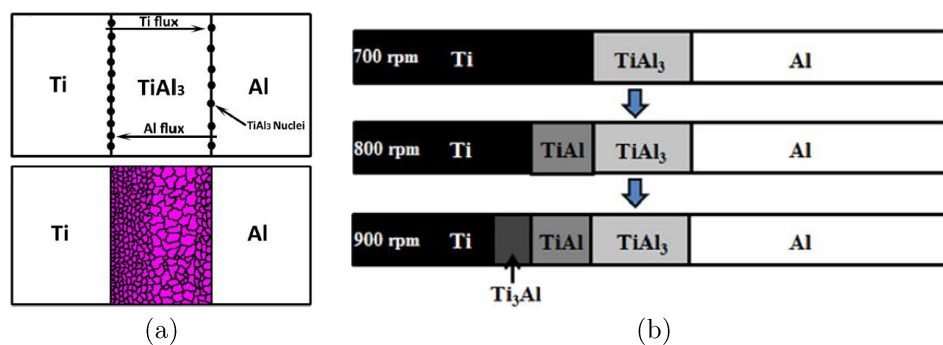


Figure IV.38 – Formation des composés intermétalliques par le biais de procédés (a) thermique [Thiyaneshwaran+2018] et (b) thermomécanique [Choi+2018].

Les différences observées dans la nature des phases formées entre les procédés thermiques et thermomécaniques sont principalement attribuées à l'influence majeure

de la **déformation plastique** dans les mécanismes de diffusion à l'état solide. Les conditions thermomécaniques conditionnent en effet les vitesses de diffusion des éléments, tel que :

$$D = D_0 \exp^{-\frac{Q}{RT}} \quad (\text{IV.5})$$

Avec D le coefficient de diffusion, D_0 le coefficient pré-exponentielle, Q l'énergie d'activation, T la température et R la constante des gaz parfaits.

Ainsi, plus la **température** est élevée, plus la vitesse de diffusion augmente en raison d'une mobilité atomique plus importante. L'**énergie d'activation** Q représente l'énergie requise pour mettre en mouvement les atomes. Elle est égale à la somme de l'énergie nécessaire pour créer une lacune ($Q_{forming}$) et la déplacer (Q_{moving}) (figure IV.39). Ainsi, plus l'énergie d'activation diminue, plus le mouvement des atomes est facilité. Dans le cas des procédés thermomécaniques, la déformation plastique introduit des défauts (lacunes, dislocations, ...) ayant ainsi pour conséquence de réduire l'énergie d'activation totale puisqu'une partie de l'énergie requise pour former les lacunes n'est plus nécessaire [Lü+2013]. Par conséquent, la **déformation plastique favorise la diffusion** des éléments.

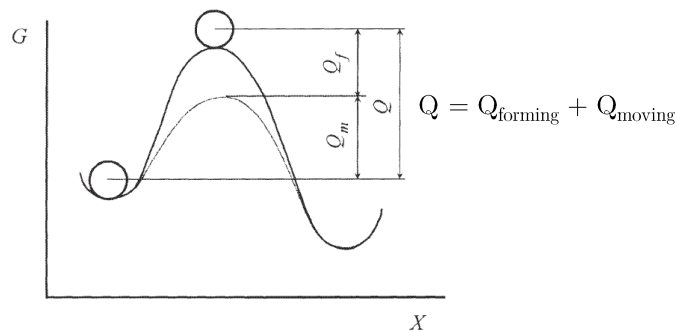


Figure IV.39 – Définition de l'énergie d'activation Q [Lü+2013].

IV.2.4 Discussion : mécanismes de formation des interfaces

Les évolutions de microstructure à l'interface sont majoritairement tributaires des **mécanismes de diffusion** mis en jeu. Elles dépendent ainsi des **températures** générées localement et du niveau de **déformation plastique**.

Tel que montré dans le chapitre III, le choix de l'outil conditionne l'état de contrainte généré à l'interface. Dans le cas du **pion plat** (longueur de 2,0 mm), l'interface est sollicitée en traction-cisaillement (faces latérales) et en compression-cisaillement (sous le pion). A l'inverse, dans le cas du **pion hémisphérique**, qui « effleure » la tôle de Ti-6Al-4V (longueur de 1,9 mm), l'interface est uniquement sollicitée en compression-cisaillement. Ainsi, les soudures produites avec un pion plat seraient davantage déformées plastiquement, favorisant ainsi la **diffusion** des éléments.

Par conséquent, les différences de **sollicitations mécaniques** seraient à l'origine des évolutions de microstructure distinctes observées à l'interface des deux soudures produites aux mêmes vitesses d'avance et de rotation.

IV.2.4.1 Interface réactive

L'utilisation d'un **pion plat** semble favoriser un malaxage de la matière à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V (figure IV.40.a) menant localement à la formation d'une **structure lamellaire** (alternance de bandes d'Al2024 et de Ti-6Al-4V tel qu'illustré en figure IV.40.b), probablement en raison de la sollicitation de traction-cisaillement exercée latéralement par le pion.

La déformation plastique associée à ce malaxage faciliterait le développement de **nouvelles phases** à travers (i) l'augmentation de la **densité de défauts** et (ii) la réduction de la **distance de diffusion** entre les différentes lamelles (figure IV.40.c). En particulier, la croissance des composés intermétalliques suit la **séquence de formation** prévue par le modèle EHF (cf. partie IV.2.3.1), tel que le TiAl_3 se forme en premier, suivi du TiAl entre le Ti et le TiAl_3 et enfin du Ti_3Al entre le Ti et le TiAl . L'aluminium jouerait alors le rôle de « réservoir » pour la formation des différents composés intermétalliques. Par conséquent, l'absence de bande d'Al2024 au sein de l'interface réactive indique que l'Al a entièrement été consommé au profit de la génération de nouvelles phases (figure IV.40.d).

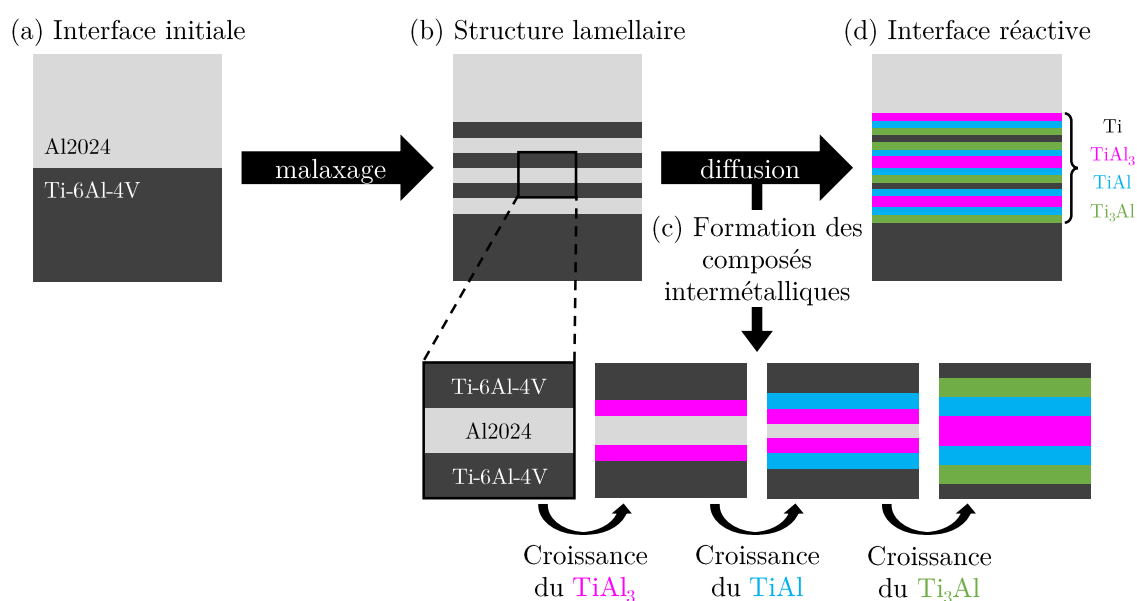


Figure IV.40 – Mécanisme proposé pour la formation de l'interface réactive.

IV.2.4.2 Interface diffusive

L'utilisation d'un **pion hémisphérique** ne permet pas la formation de nouvelles phases, probablement en raison de mécanismes de diffusion moins intenses (énergie mécanique réduite). A la place, des évolutions microstructurales sur quelques dizaines de nanomètres sont observées. En particulier, une **continuité chimique** est générée à travers une interdiffusion de l'Al et du Ti sur environ 10 nm, ainsi qu'une diffusion hétérogène des éléments d'alliages de l'Al2024 (Cu, Mg, Mn et Si). De plus, une **continuité cristallographique** est obtenue suite à la génération d'un grain de $\text{Ti-}\alpha$ orienté selon l'axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]$ tout le long de l'interface. Sur la zone d'analyse

($\simeq 3 \mu\text{m}$), il y a continuité des plans $(02\bar{2})_{Al}$ et $(0002)_{Ti_\alpha}$ et des plans $(200)_{Al}$ ²² et $(0\bar{1}10)_{Ti_\alpha}$, menant ainsi à une interface semi-cohérente via l'introduction de dislocations de misfit.

En particulier, cette relation d'orientation entre les systèmes CFC (ou CC) et HC correspond à la **relation d'orientation de Burgers**, largement étudiée dans le cadre de la transformation allotropique des alliages de titane (Ti_α (HC) \rightleftharpoons Ti_β (CC)). Cette relation implique que le plan basal, de type (0001) , de la maille hexagonale correspond à un des six plans de type (110) de la maille cubique et qu'une direction $[2\bar{1}\bar{1}0]$ de la maille hexagonale coïncide avec une des directions $[111]$ de la maille cubique. Il s'agit d'une configuration entre les structures cubique et hexagonale assurant la **minimisation des énergies d'interface**, probablement à l'origine du développement de l'interface cohérente entre les alliages Al2024 (CFC) et Ti-6Al-4V (grains $Ti-\alpha$ HC) suite au soudage FSW.

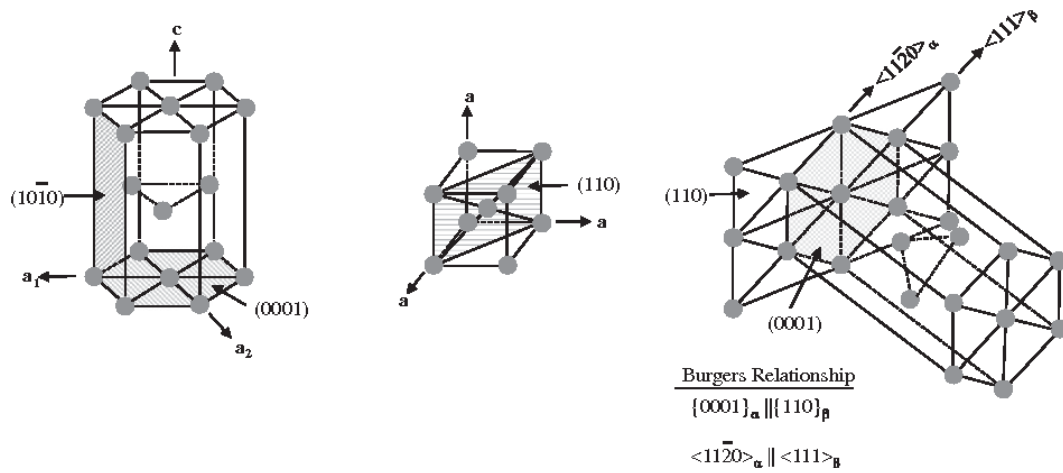


Figure IV.41 – Relation d'orientation de Burgers entre les structures de type CC ou CFC et HC.

22. Les plans $(02\bar{2})$, (0002) et (200) sont respectivement parallèles aux plans (011) , (0001) et (100)

IV.3 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, les **évolutions microstructurales** mises en jeu dans l'Al2024 et à l'interface ont été investiguées et l'influence des paramètres FSW a été discutée.

Dans l'Al2024, un large éventail de mécanismes métallurgiques sont impliqués simultanément. En conséquence, des profils de dureté variés sont obtenus tels que ΔHV diminue pour des vitesses d'avance rapides et HV_{noyau} augmente pour des vitesses de rotation élevées.

Sous l'effet de la déformation plastique et de la montée en température, une microstructure à grains fins et recristallisés est obtenue dans le noyau par le biais du mécanisme de **recristallisation dynamique continu**. Les évolutions sont telles que les **désorientations intragranulaires** sont faibles et que la **taille de grains** diminue avec la réduction de la température en raison d'un écrouissage plus sévère. Néanmoins, les mécanismes de durcissement associés à ces évolutions (absence d'écrouissage, effet Hall-Petch) présentent une **contribution mineure** au renforcement de l'alliage.

Le durcissement final est en effet étroitement lié aux évolutions de l'**état de précipitation**. En particulier, en direction du centre de la soudure, les conditions thermomécaniques conditionnent successivement :

- Dans la **ZAT**, une précipitation fine et durcissante de la phase S génère le maximum de dureté
- Dans la **ZATM**, la phase S est toujours majoritaire mais conduit au minimum de dureté en raison d'une précipitation grossière
- Dans le **noyau**, suivant les températures atteintes une remise en solution solide des éléments d'alliage est observée. Ceci conduit à la formation de zones GPB suite au refroidissement rapide, assimilable à une trempe. En particulier, plus les températures générées sont élevées, plus la quantité de zones GPB reformées augmente et plus la dureté s'élève

La vitesse d'avance influe directement sur les temps de transformation (dissolution et précipitation), tandis que la vitesse de rotation contrôle majoritairement l'échauffement de l'alliage (flux de chaleur proportionnel à ω^2/ν). Ainsi, la réduction des hétérogénéités métallurgiques pour l'**optimisation** des propriétés mécaniques nécessite :

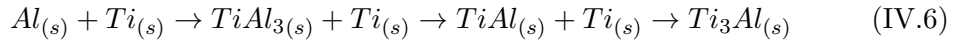
- Une **vitesse d'avance rapide** dans l'optique de minimiser les phénomènes de dissolution et de précipitation dans la ZAT et la ZATM (réduction de ΔHV)
- Une **vitesse de rotation élevée** en vue de favoriser une remise en solution solide massive et ainsi obtenir une fraction relative de zones GPB équivalente à l'état T3 (augmentation de HV_{noyau})
- Par conséquent, choisir l'Al2024 à l'**état T3**. L'état T6 ne pouvant être obtenu dans le noyau suite au soudage FSW (sans traitement thermique ultérieur)

Dans ces travaux, **aucune influence de l'outil** sur les profils de dureté n'a été observée. Les deux outils utilisés diffèrent uniquement en termes de longueur de pion et de géométrie en bout de pion (plat VS hémisphérique) et affectent donc uniquement les évolutions de microstructure à l'interface et dans le Ti-6Al-4V (cf. chapitre III). Il est néanmoins précisé que l'ajout d'un filetage, tel que suggéré en conclusion du chapitre III.5, pourrait modifier le flux de chaleur généré dans l'Al2024 et donc les évolutions de microstructure associée. En particulier, l'augmentation de l'échauffement contribuerait

probablement à une remise en solution plus importante des éléments d'alliage, qui serait donc bénéfique au renforcement du noyau.

A l'interface, des évolutions microstructurales plus fines sont observées, nécessitant des moyens de caractérisation accédant à des **échelles très fines** (MET haute résolution). Deux conditions de soudage ont été plus particulièrement investiguées de sorte à évaluer l'influence de la déformation plastique de l'**outil** (mêmes vitesses d'avance et de rotation) sur les mécanismes métallurgiques mis en jeu.

L'utilisation d'un **pion plat** a conduit au développement de nouvelles phases, en dépit des temps courts associés au FSW. Hormis le $TiAl_2$, qui nécessite la présence du $TiAl_3$ pour se former, tous les **composés intermétalliques** du diagramme de phase Ti-Al ont été caractérisés. Ces derniers se forment selon la séquence de précipitation prévue par le modèle de chaleur effective de formation (EHF) :



En particulier, la génération des composés intermétalliques résulte de **conditions thermomécaniques** favorables (introduction de défauts, interpénétration des matériaux) qui accélèrent les mécanismes de diffusion, nécessaires à la formation de nouvelles phases. L'interface est alors qualifiée de **réactive**.

A l'inverse, l'utilisation d'un **pion hémisphérique**, semblerait réduire la déformation plastique des matériaux. Par conséquent, aucune nouvelle phase n'est formée. A la place, une interface de type **diffusive** est observée menant à l'interdiffusion de l'Al et du Ti sur environ 10 nm. Sur la zone d'analyse, en plus de cette **continuité chimique**, une **continuité cristallographique** (relation de Burgers) est observée, menant à l'obtention d'une interface semi-cohérente. Cette propriété n'a cependant pas pu être vérifiée sur plusieurs régions de l'échantillon.

Les mécanismes de formation des interfaces reposant sur des **phénomènes de diffusion**, l'interface réactive serait favorisée pour un pion plat (déformation plastique supérieure), des températures élevées et des temps de transformation longs. C'est pourquoi elle est observée pour la soudure produite à faible vitesse d'avance et effort élevé. Néanmoins, les évolutions de microstructure étant fines, les résultats MEB ne permettent pas d'évaluer si d'autres conditions de soudage ont conduit à la formation d'une fine couche ($< 1 \mu m$) de composés intermétalliques à l'interface.

Par ailleurs, dans cette thèse les résultats d'essais mécaniques étant majoritairement gouvernés par la présence de crochets ou de film de clad (cf. chapitre III), ils ne permettent pas de conclure quant à l'impact des évolutions de microstructure à l'interface sur la tenue mécanique des soudures. Il semblerait néanmoins que la formation d'une interface réactive d'épaisseur importante (15 à 20 μm) soit à éviter en raison de la formation de phases fragiles qui **détérioreraient la ténacité** de la jonction. Ceci semble en particulier être le cas, tel qu'illustré par la présence de **fissures** à l'interface.

Plusieurs travaux suggèrent que la formation d'une **interface réactive de faible épaisseur** permette d'assurer la cohésion de la jonction et coïnciderait ainsi avec le choix de paramètres minimisant l'apport de chaleur, le niveau de déformation plastique et/ou le temps de transformation. La formation d'une interface **diffusive** présentant une continuité chimique et cristallographique semble, quant à elle, ouvrir des perspectives intéressantes à la tenue mécanique des soudures.



Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale	203
Perspectives	206

Conclusion générale

Ces travaux de thèse ont permis d'appréhender les différents **phénomènes physiques** mis en jeu lors du soudage FSW entre l'alliage d'aluminium Al2024-T3 (1,8 mm d'épaisseur) et l'alliage de titane Ti-6Al-4V (0,8 mm d'épaisseur), dans la configuration d'assemblage en transparence. Ils complètent les études déjà menées dans la littérature et apportent une vision plus éclairée de :

- **L'influence des paramètres FSW** sur les évolutions du flux de matière et de microstructures générées dans les alliages métalliques de base et à leur interface
- La contribution de ces évolutions multi-échelles sur le **comportement mécanique** des soudures

Dans cette thèse, 17 soudures correspondant à 17 conditions opératoires différentes ont été produites et caractérisées. L'influence des paramètres principaux, comprenant la vitesse d'avance, la vitesse de rotation et la géométrie de l'outil de soudage, ainsi que des paramètres secondaires, incluant la double-passe et le mode de chargement AS/RS, ont été investigués. Le choix de l'ensemble de ces paramètres FSW a un impact sur les niveaux de température atteints ainsi que sur les mécanismes de déformation plastique de l'Al2024 et du Ti-6Al-4V. Tous ces effets influencent alors les phénomènes d'écoulement de matière et les évolutions de microstructure induites dans les soudures.

La **gamme de températures atteintes** dans les noyaux soudés a été estimée par le biais d'approches expérimentale (thermographie infrarouge) et numérique (modèle

thermique). Les résultats obtenus par ces deux méthodes sont cohérents et mettent en évidence qu'en fonction des paramètres procédé, les températures atteintes aux extrémités des noyaux soudés sont comprises dans la gamme 290-520°C. Il est montré que l'élévation de la température s'opère avec l'augmentation de la vitesse de rotation ω et la diminution de la vitesse d'avance ν . En particulier, la **vitesse de rotation** possède une influence plus marquée sur les températures générées, justifiant ainsi l'utilisation du *pseudo-indice de chaleur* ω^2/ν pour décrire la thermo-dépendance des phénomènes d'écoulement de matière et d'évolutions microstructurales.

Plusieurs conditions de soudage initialement prévues dans le plan d'expérience n'ont pas pu être réalisées. Elles correspondent aux paramétries à vitesse de rotation élevées (pour $\omega = 1000$ et 1500 tours/min). Elles sont caractérisées par une montée en température excessive de l'Al2024 menant à la plongée de l'outil et à la perforation de la tôle de Ti-6Al-4V. Ainsi, dans cette thèse la caractérisation des soudures s'est focalisée sur les joints soudés appartenant au domaine « soudable ».

A l'échelle du flux de matière, une caractérisation 2D et 3D des soudures a été menée. La **tomographie à rayons X** (3D) a permis d'investiguer les phénomènes d'écoulement de la matière dans les soudures hétérogènes Al2024/Ti-6Al-4V. Dans mes travaux, cette technique a permis non seulement de décrire qualitativement (vues 3D) le réarrangement des matériaux à l'interface mais également de caractériser quantitativement les caractéristiques du flux de matière. On peut noter qu'à la date de rédaction de ce mémoire, aucune publication ne faisait référence à cette technique dans ces termes. Ces résultats ont permis de proposer un **scénario du flux de matière** reposant sur des mécanismes d'extrusion et de déposition de la matière qui s'opèrent de manière « saccadée » par empilement de couches successives à chaque tour réalisé par l'outil. Les paramètres FSW influencent ces mécanismes d'écoulement de matière et conduisent dans le cas d'un pion plat de longueur 2,0 mm à la formation de **crochets** de Ti-6Al-4V dont la taille et la forme évoluent en fonction de l'apport de chaleur ω^2/ν . Dans le cas du pion hémisphérique de longueur 1,9 mm, l'extrusion du Ti-6Al-4V est limitée et la formation de crochets est donc évitée. A la place, il engendre une redistribution de la couche d'Al pur (désignée par le terme clad dont l'épaisseur est de l'ordre de 50 μm) recouvrant initialement la tôle d'Al2024, sous la forme d'un **film continu de clad** à travers le noyau.

De cette étude, la longueur du pion et la géométrie de la surface de contact de l'outil (plat et hémisphérique) ont été investigués. Il en ressort que l'**outil FSW** est un paramètre d'influence majeur qui impacte l'aspect général des soudures. Il contrôle la quantité de matière extrudée qui migre dans l'Al2024, en raison du contrôle des essais en effort, ainsi que l'**état de contraintes** exercé dans la tôle inférieure en Ti-6Al-4V. En particulier, les observations microstructurales conduites dans le Ti-6Al-4V proche de l'interface ont montré la formation de **bandes de cisaillement**. Elles témoignent d'une déformation plastique sévère de l'alliage semblable à celle typiquement rencontrée dans les procédés à grandes vitesses de déformation, tel que l'usinage. La comparaison des résultats entre les soudures produites avec un pion plat et un pion hémisphérique a mis en évidence une déformation plastique plus importante du Ti-6Al-4V dans le cas du pion plat. Ceci résulte de la répartition des contraintes sous le pion, des conditions de frottement et d'une approche que nous avons pu développer dans ce mémoire qui est la formation de sollicitations de traction-cisaillement (face latérale du pion). Elles favorisent la formation de porosités et de fissures et conduisent à une zone fortement

endommagée dans le cas de la soudure produite avec un pion plat et l'apport de chaleur ω^2/ν le plus élevé.

A l'échelle de la **microstructure**, les analyses ont essentiellement portées sur l'étude des évolutions métallurgiques et des mécanismes associés activés dans l'Al2024-T3 et à l'interface Al2024/Ti-6Al-4V.

Dans l'**Al2024-T3**, et plus particulièrement dans la ZATM et le noyau, la montée en température de l'alliage couplée à sa déformation plastique induisent simultanément la modification de son état de précipitation (initialement composé de zones GPB) et la multiplication ainsi que le réarrangement des dislocations. Des analyses complémentaires par EBSD et MET ont mis en évidence dans les noyaux soudés le mécanisme de **recristallisation dynamique continu**. Cette évolution de la structure granulaire s'accompagne d'une modification de la texture initiale de laminage au profit d'une composante de **texture de cisaillement**. En parallèle, des essais DSC réalisés sur des échantillons prélevés dans les différentes zones de soudage (ZAT, ZATM et noyau) ont mis en évidence que des phénomènes de dissolution, de précipitation et de remise en solution solide sont mis en jeu en fonction des températures atteintes localement. L'ensemble de ces modifications métallurgiques impactent la dureté de l'alliage et sont telles que le mécanisme de **durcissement structural** (par précipitation) prédomine sur les variations de dureté, en raison d'une action plus efficace des précipités (par rapport aux joints de grains) pour entraver le mouvement des dislocations. Par conséquent, la maîtrise des propriétés mécaniques de l'Al2024-T3 soudés par FSW nécessite de maîtriser les évolutions de son état de précipitation. En particulier, dans ces travaux il est montré que l'augmentation de la vitesse d'avance ν minimise les phénomènes de dissolution et de précipitation, et donc les variations de dureté entre la ZAT et la ZATM, en raison de temps de transformation plus réduits. L'augmentation de la vitesse de rotation ω accroît quant à elle l'apport de chaleur ω^2/ν et favorise un retour à un état de précipitation initial composé de zones GPB, suite à la remise en solution solide des éléments d'alliage et un refroidissement rapide. Ainsi, la soudure $\nu 240\omega 1000$ (T = 520°C) qui combine vitesse d'avance rapide et vitesse de rotation élevée, présente de très faibles hétérogénéités de dureté. Ceci peut se révéler particulièrement intéressant pour éviter les phénomènes de localisation de la déformation plastique dans les zones les plus adoucies, lors de la sollicitation mécanique (essai de traction) du joint soudé.

A l'**interface Al2024/Ti-6Al-4V**, les mécanismes métallurgiques qui assurent une continuité métallurgique (liaison) entre les alliages ont été investigués par des analyses en **MET haute résolution**. Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une collaboration avec M^{me} Avettand Fénoël du laboratoire UMET (Université Lille 1). Deux conditions de soudage, qui diffèrent par l'outil de soudage utilisé, ont été étudiées. Ces travaux ont montré que l'intensification de la déformation plastique, à travers l'utilisation d'un pion plat, accroît intensément les mécanismes de diffusion et donc la « réactivité » de l'Al et du Ti. Ainsi, le procédé FSW conduit à la formation de **composés intermétalliques** qui se développent selon la séquence de précipitation prédit par le modèle EHF (*Effective Heat of Formation*) dans l'ordre suivant : TiAl₃, TiAl et Ti₃Al. A l'inverse, l'utilisation d'un pion hémisphérique ne modifie pas la nature des phases en présence en raison d'une déformation plastique moindre qui atténue les phénomènes de diffusion. Une interface de type diffusive est générée et se caractérise non seulement par une continuité chimique, entre la phase α du titane et la solution solide riche en Al, mais également une continuité cristallographique. Des dislocations de misfit ont en effet été caractérisées, mettant en

exergue une minimisation de l'énergie à l'interface à travers le développement d'une **interface semi-cohérente**.

Finalement, le soudage FSW est un procédé **multidisciplinaire** qui met en jeu des phénomènes thermiques, d'écoulement de matière et métallurgiques. L'ensemble des évolutions générées de l'échelle du flux de matière à l'échelle du grain et de l'atome conditionnent les **propriétés mécaniques** des joints soudés. En particulier, dans ces travaux, l'instrumentation des essais de traction-cisaillement par corrélation d'images a permis d'évaluer la contribution de ces modifications macro et microstructurales sur le comportement mécanique des soudures. Il est montré que les évolutions liées au **flux de matière** (crochets, film continu de clad) prédominent sur les mécanismes de rupture. Ils constituent en effet des défauts qui génèrent des phénomènes de concentration de contraintes et entravent le développement de la déformation plastique à travers les éprouvettes soudées. La rupture est systématiquement de type de **fragile** et la charge à rupture atteint au maximum 8336 N, correspondant à 50% de la charge à rupture de l'Al2024 avec l'utilisation d'un pion hémisphérique.

Perspectives

Ces travaux ont permis d'apporter de nombreux éléments de compréhension vis-à-vis des différents mécanismes mis en jeu, de l'influence des paramètres FSW sur ceux-ci et de leur impact sur les propriétés mécaniques. A partir des résultats et des discussions apportés dans ces travaux de thèse, des **préconisations** pour l'amélioration des propriétés mécaniques peuvent être dressées :

- Eliminer les hétérogénéités géométrique et chimique, c'est-à-dire les défauts générés à l'échelle du flux de matière tels que les crochets et le film continu de clad. Pour cela, le choix d'un **outil de soudage** avec un pion hémisphérique, dont la longueur permet d'« effleurer » la tôle de Ti-6Al-4V (1,9 mm pour une tôle d'Al2024 de 1,8 mm d'épaisseur), ainsi que le retrait du clad avant soudage constitueraient des modifications judicieuses à apporter. En cas de conservation de tôles en Al2024 dites « claddées », l'utilisation d'un **outil FSW plus complexe** avec un filetage et/ou présentant une section transversale dotée de gorges pourrait être envisagée en vue d'améliorer le malaxage de la matière et ainsi distribuer de manière plus homogène le clad d'Al pur dans le noyau soudé.
- Minimiser les hétérogénéités métallurgiques dans l'Al2024-T3. L'étude des relations paramètres FSW/microstructure/dureté a mis en évidence que le choix de **vitesse d'avance et de rotation élevées** ($\nu 240\omega 1000$) coïncident avec les conditions visées pour limiter les variations de dureté.
- Contrôler la microstructure de l'interface. Ces travaux de thèse n'ont pas permis de conclure quant à l'impact des évolutions de microstructure à l'interface sur la tenue mécanique des joints soudés. Les résultats de la littérature s'accordent néanmoins sur le fait qu'une minimisation de l'épaisseur de la couche de réaction des éléments ($< 2-5 \mu\text{m}$) contribue à augmenter les propriétés mécaniques des soudures [Heidarzadeh+2020]. Par ailleurs, l'établissement d'une interface semi-cohérente n'a jamais été reportée et il serait ainsi intéressant d'évaluer son impact sur la tenue mécanique des soudures. Ainsi, l'étude des **relations paramètres FSW/-microstructure de l'interface/propriétés mécanique** nécessite d'être plus

amplement investiguée. Sur la même thématique, une autre voie d'optimisation consisterait à utiliser un **métal intermédiaire** (à insérer entre les tôles à assembler) compatible à la fois avec l'Al2024 et le Ti-6Al-4V (c'est-à-dire présentant une large limite de solubilité avec l'Al et le Ti) de sorte à éviter la formation de composés intermétalliques Ti-Al [Messler2004].

En plus de ces perspectives industrielles, ces travaux de thèse ouvrent de nouvelles **perspectives scientifiques** à la fois sur le court terme, pour répondre aux questions non résolues dans cette thèse, mais également à moyen et long termes. Ces perspectives concernent les différents points abordés au long de cette étude.

Concernant l'**étude thermique** du procédé FSW, ces travaux ont montré que le *pseudo-indice de chaleur* ω^2/ν présentait des limites pour décrire l'influence des paramètres FSW sur le flux de chaleur et un nouvel indice ω^3/ν a été proposé. Il serait intéressant de poursuivre cette étude en multipliant notamment les mesures thermiques sur plusieurs conditions de soudage pour confirmer la cohérence de l'indice ω^3/ν ou alors proposer un nouvel indice de chaleur plus représentatif des évolutions constatées. De plus, une amélioration du dispositif expérimental doit être envisagée. Pour les prochaines campagnes d'investigations thermiques, on devra peindre en noir l'ensemble des éléments visualisés par le champ de la caméra infrarouge afin de limiter les problèmes de réflexion en fixant l'émissivité de l'ensemble des objets étudiés à 0,95. De plus, le couplage des méthodes d'instrumentation par thermographie infrarouge et par thermocouples permettrait d'une part de consolider les mesures expérimentales et d'autre part d'améliorer le modèle numérique. Enfin, à plus long terme il pourrait être intéressant de concevoir un outil de soudage instrumenté qui possède une géométrie adaptée à la configuration des essais de soudage. Ceci pourrait consister à insérer des thermocouples dans l'outil FSW, au niveau de l'épaule et du pion et qui permettra d'avoir une information du niveau moyen de température dans l'outil. Pour accéder au niveau de température dans le noyau et à l'interface des matériaux, il faudra coupler les valeurs expérimentales avec des méthodes numériques.

Comme recommandé précédemment, l'utilisation d'un outil de soudage plus complexe avec un filetage et/ou présentant une section transversale dotée de gorges nécessiterait de poursuivre l'**étude du flux de matière**, dans le but d'identifier les paramètres procédé optimisant une distribution uniforme du film de clad, si les industriels veulent conserver ce film protecteur de clad. Ceci implique cependant de réfléchir à une nouvelle méthode de suivi des mouvements de matière entre l'Al2024 et l'Al pur du clad (absence de contraste chimique). L'utilisation de traceurs métalliques possédant une composition chimique différente de l'Al2024 et du Ti-6Al-4V pourrait être envisagée. A plus long terme, une modélisation de l'écoulement des matériaux au cours du soudage pourrait être réalisée, à partir de la compréhension des mécanismes de flux de matière, et permettrait une optimisation plus rapide des conditions de soudage.

En ce qui concerne les **modifications microstructurales** engendrées par le soudage FSW, plusieurs points n'ont pas été traités dans ces travaux. En particulier, dans l'Al2024 des analyses EBSD pourraient être menées dans la ZAT et la ZATM afin d'identifier les mécanismes métallurgiques mis en jeu. Il serait intéressant de vérifier l'absence d'écrouissage dans la ZAT et de déterminer si la recristallisation dynamique continue a commencé dans la ZATM ou si celle-ci fait l'objet d'une restauration dynamique. De plus, l'étude des évolutions de texture mériterait d'être approfondie afin de mieux

comprendre les mécanismes de déformation qui s'opèrent dans les noyaux soudés. A moyen terme, une modélisation des propriétés mécaniques finales de l'Al2024 pourrait être menée en considérant l'état de précipitation généré dans les différentes zones soudage en fonction des températures atteintes localement et des temps de maintien. A plus long terme, ce modèle pourrait être généralisé à l'ensemble des alliages d'aluminium à durcissement structural en adaptant les propriétés mécaniques finales selon la séquence de précipitation de l'alliage.

Comme mentionné précédemment dans les préconisations industrielles, l'étude des évolutions de microstructure à l'interface nécessite d'être poursuivie. En particulier, il serait intéressant d'étendre les caractérisations MET à d'autres conditions de soudage afin d'identifier précisément le type d'interface généré et ainsi évaluer l'influence des paramètres FSW sur les évolutions microstructurales induites à l'interface. De plus, il apparaît primordial d'évaluer l'impact de ces évolutions sur les propriétés mécaniques des soudures. Pour cela, il pourrait être envisagé d'identifier d'autres essais mécaniques permettant d'évaluer la cohésion de l'interface Al2024/Ti-6Al-4V, tout en s'affranchissant de la contribution des autres évolutions (flux de matière, modifications de microstructure dans l'Al2024) sur la tenue mécanique des joints soudés.

D'un point de vue application industrielle et procédé, il serait également intéressant de mener des études sur le soudage Al2024-T3/Ti-6Al-4V en **configuration bout à bout**. Pour l'optimisation des propriétés mécaniques, il sera possible de s'appuyer sur les résultats obtenus dans ces travaux de thèse (impact des évolutions de dureté dans l'Al2024 et de la microstructure de l'interface sur le comportement mécanique des soudures). La production de ce type d'assemblage nécessite cependant d'initier des travaux sur le développement de robots capables à la fois d'atteindre des charges importantes (pénétration dans le Ti-6Al-4V) et de garantir des trajectoires précises à l'interface. Ceci est à ce jour rendu difficile en raison des différences de propriétés mécaniques et thermiques des alliages Al2024 et Ti-6Al-4V qui tendent à dévier la trajectoire du robot.

Enfin, en vue d'une industrialisation du procédé FSW, il apparaît important d'initier des travaux sur **l'usure de l'outil FSW**. En particulier, il serait intéressant d'évaluer l'influence des conditions de soudage (paramètres FSW en phase de soudage stationnaire mais également étudier la phase de plongée de l'outil) sur les mécanismes de dégradation et la durée de vie de l'outil. A plus long terme, une optimisation de la composition de l'outil ou l'utilisation d'un revêtement pourrait être envisagée, tout en prenant en compte les problématiques de rentabilités économiques vis-à-vis du coût de l'outil et de sa durée de vie.



Annexes du chapitre 2

A.1	Compléments sur l'estimation des températures générées	209
A.1.1	Principe de la thermographie infrarouge	209
A.1.2	Présentation du modèle thermique	214
A.2	Compléments sur les méthodes de caractérisation des soudures	219
A.2.1	Préparation métallographique des échantillons	219
A.2.2	Principe de fonctionnement de l'EBSD	221
A.2.3	Principe de fonctionnement du MET	226

A.1 Compléments sur l'estimation des températures générées

A.1.1 Principe de la thermographie infrarouge

Principe et dispositif d'essai

Tout corps ayant une température supérieure au zéro absolu ($-273,15^{\circ}\text{C}$) émet un rayonnement thermique. Ce dernier est émis dans le domaine infrarouge du spectre électromagnétique, correspondant à des longueurs d'onde comprises entre $0,8\ \mu\text{m}$ et $1000\ \mu\text{m}$ [Pajani2013]. La distribution spatiale de la radiation dépend de la température de l'objet. La pyrométrie ou respectivement la thermographie IR, consiste à mesurer, sans contact, le flux émis à la surface d'un objet en un point (mesure ponctuelle) ou selon une matrice de pixels projetés dans l'espace objet par un objectif (mesure de champ). L'acquisition se fait par le biais d'une **caméra**, composée de détecteurs sensibles aux rayonnements infrarouges.

Le choix de la caméra IR dépend de la gamme de température visée. La figure A.1 montre, pour différentes températures, l'allure des spectres d'émission théoriques (loi de Planck) pour un objet absorbant puis restituant l'intégralité des rayonnements qui lui

parviennent (corps noir d'émission unitaire) [Pajani2013]. Le rayonnement maximal se déplace vers les faibles longueurs d'onde lorsque la température augmente. La technologie des caméras IR ne permet une détection que sur une partie limitée du spectre. Il en existe de trois types : celles opérant sur la gamme [0,9 μm - 1,7 μm] (bande I), celles sur la gamme [3 μm - 5 μm] (bande II) et celles sur la gamme [8 μm - 12 μm] (bande III) (figure A.1) [Pajani2013]. Lors du soudage FSW, les températures atteintes dans l'alliage Al2024 sont supposées comprises entre 200°C et 600°C (inférieures à la température de fusion de l'alliage). A ces températures, les maxima des spectres d'émission se trouvent au niveau de la gamme des longueurs d'onde [3 μm - 5 μm], dites moyennes. Une caméra IR FLIR SC7000 opérant en bande II a donc été utilisée. Cette caméra présente, de plus, l'avantage d'être refroidie pour une bonne stabilité temporelle et de posséder une forte détectivité [Escriba2005], ainsi qu'une fréquence d'acquisition élevée et ajustable. Ces propriétés s'appliquent particulièrement bien à notre cas d'étude appliqué à un alliage d'aluminium qui présente une conductivité thermique élevée. La caméra IR a été positionnée dans l'axe de la soudure et du côté opposé au sens d'avance de manière à visionner le champ thermique généré au cours du soudage (figure A.2).

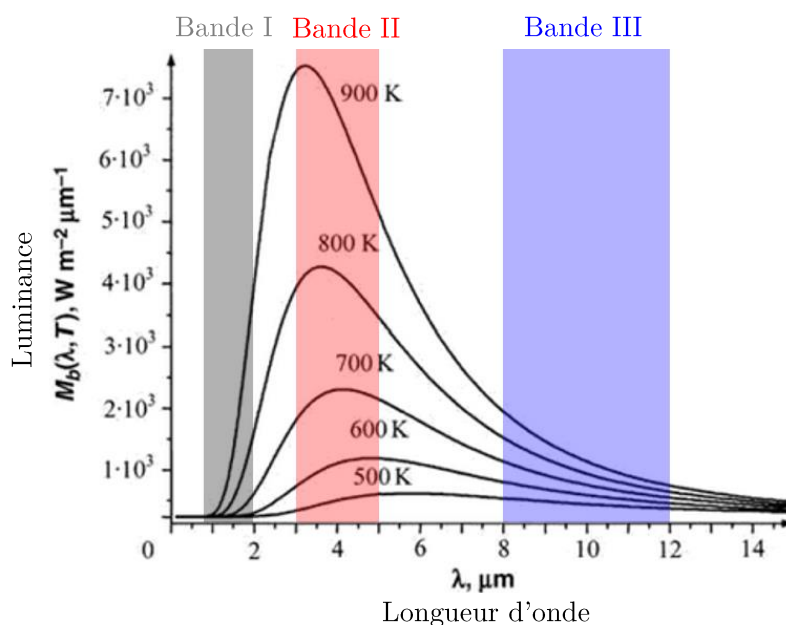


Figure A.1 – Spectres d'émission d'un corps noir pour différentes températures et positionnement des bandes spectrales de fonctionnement des caméras thermiques [Minkina+2009].

La caméra fournit un thermosignal proportionnel au flux rayonné issu de la scène thermique. La détermination de la température à partir du flux détecté se fait selon deux étapes :

1. Premièrement, la caméra thermique est **étalonnée** sur un corps noir d'émission unitaire [Pajani2013; Thiam2017]. La relation entre le signal délivré par la caméra et la température de l'objet étant non linéaire, l'étalonnage comprend également une étape de choix de modèle et de système d'interpolation permettant une conversion en tout point du flux détecté. Dans notre cas, le modèle est imposé

par le fournisseur et consiste en une interpolation linéaire entre chaque point d'étalonnage.

2. Pour les corps réels, la quantité de flux émis dépend de leurs propriétés radiatives [Pajani2013]. N'étant pas des émetteurs parfaits, le flux ϕ se divise en flux (i) émis ϕ_e , (ii) réfléchi ϕ_r et (iii) transmis ϕ_t . La conservation de l'énergie impose le bilan radiatif suivant :

$$\phi = \phi_e + \phi_r + \phi_t \quad \Leftrightarrow \quad 1 = \varepsilon + \rho + \tau \quad (\text{A.1})$$

$$\text{Avec } \varepsilon = \frac{\phi_e}{\phi}, \quad \rho = \frac{\phi_r}{\phi}, \quad \tau = \frac{\phi_t}{\phi}$$

Où ε désigne l'émissivité, ρ le facteur de réflexion et τ le facteur de transmission. Ce dernier étant nul pour les objets opaques [Pajani2013], on obtient finalement :

$$1 = \varepsilon + \rho \quad (\text{A.2})$$

Ainsi, le flux détecté par la caméra comprend à la fois un flux émis, lié à l'échauffement du matériau au cours du soudage, et un flux réfléchi qui provient de l'environnement de l'expérimentation (figure A.2). Pour évaluer la quantité de flux émis, la connaissance de l'émissivité du matériau est primordiale. Cette propriété représente l'aptitude d'un objet à émettre un rayonnement et peut varier entre 0 et 1 où 1 désigne un émetteur parfait (le corps noir). La seconde étape consiste donc à **corriger** la température mesurée en pondérant le flux détecté par l'émissivité du matériau.

Finalement, la mesure de température par thermographie est influencée par les propriétés radiatives du matériau et par l'environnement de l'expérimentation. L'erreur sur la température (ΔT) mesurée est donnée par [Watanabe+2014] :

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{\lambda T}{C_2} \times \frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon} \quad (\text{A.3})$$

Où λ désigne la longueur d'onde et C_2 est une constante [Minkina+2009].

Des conditions expérimentales réunissant des mesures à faibles températures, avec une longueur d'onde faible, sur des matériaux à émissivités élevées avec une connaissance précise de cette dernière ($\Delta \varepsilon$ faible) permettent ainsi de minimiser l'erreur sur la température mesurée.

Dans notre cas, l'erreur a été estimée à 3% en considérant les cas les plus défavorables (température de 600°C mesurée à une longueur d'onde de 5 μm avec une erreur de 10% sur l'émissivité).

Mesure des émissivités

Nous avons vu que pour évaluer les températures atteintes par thermographie IR, il est nécessaire de connaître l'émissivité des objets étudiés. Cette propriété dépend de la nature des matériaux, de leur état de surface, ainsi que de l'angle d'observation [Pajani2013]. La température peut également modifier l'émissivité par thermodépendance ou par la création d'une couche d'oxyde, qui s'apparente alors à un autre matériau aux propriétés radiatives différentes.

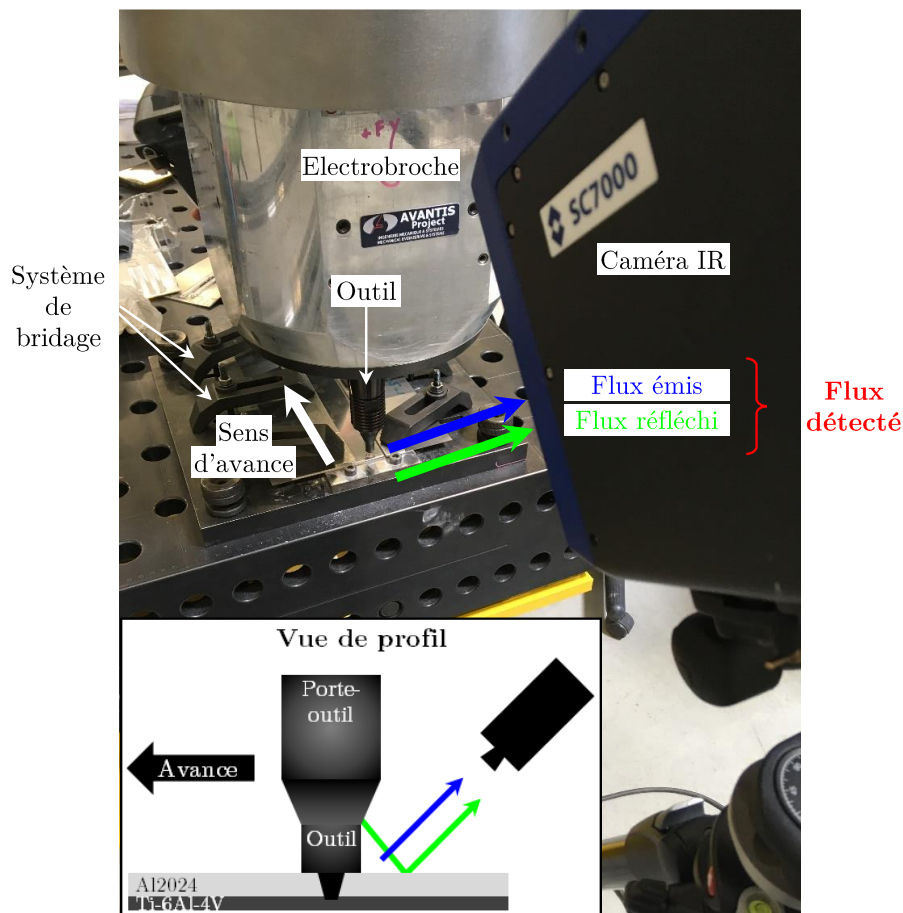


Figure A.2 – Dispositif expérimental pour l’instrumentation des essais de soudage par thermographie IR avec encadré pour illustrer la réflexion du flux par l’outil.

Dans le cas du soudage FSW, la modification de rugosité engendrée par le passage de l’outil (stries en surface du cordon de soudure) a une influence forte sur la valeur de l’émissivité, sa distribution angulaire et son anisotropie. Pour prendre en compte cette variation dans la mesure, il est nécessaire de caractériser l’émissivité (i) de la tôle d’Al2024 à l’état de réception et (ii) des cordons de soudure pour chaque condition opératoire (figure A.3.b). Ces émissivités ont été déterminées, à température ambiante, par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), pour un angle d’incidence de 8° . De plus, il a été supposé qu’aucun oxyde ne se formait lors du soudage. Les valeurs d’émissivité ont été relevées au centre de la gamme spectrale de détection de la caméra, c’est-à-dire à $\lambda = 4 \mu\text{m}$ (figure A.3.b). Notons que les pics qui apparaissent à $3,3 \mu\text{m}$ et $4,3 \mu\text{m}$ correspondent respectivement aux pics d’absorption de la vapeur d’eau (H_2O) et du dioxyde de carbone (CO_2) présents dans l’air [Escriba2005 ; Pajani2013].

Dans ces travaux, nous ne nous sommes pas intéressés à l’évolution de la température de l’outil. Cependant, et afin d’anticiper les problèmes de réflexion sur la tôle d’Al2024, il a été décidé de peindre l’outil avec une peinture noire et de fixer ainsi son émissivité à 0,95. Cette approche se justifie par une volonté de connaître précisément la source de rayonnement parasite, afin d’envisager une correction à posteriori. En effet, l’outil étant de forme convexe, il ne permet pas de caractérisation par spectrométrie IRTF.

Afin de ne pas subir sa valeur et sa distribution angulaire, il a été décidé de la fixer par une peinture qui, de plus, à l'avantage de rendre l'émission du rayonnement quasiment isotrope (figure A.3.c). L'inconvénient majeur de cette approche est l'amplification du rayonnement parasite en favorisant son émission via la peinture.

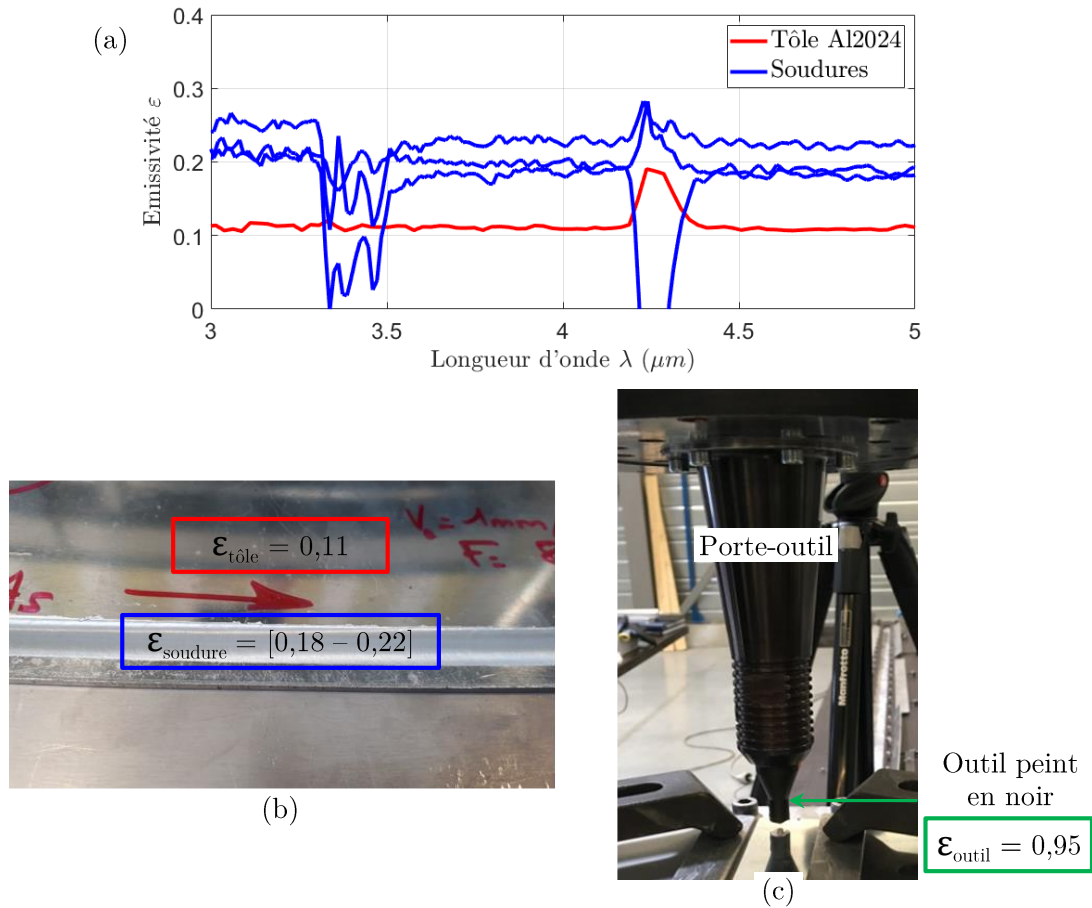


Figure A.3 – Valeurs des émissivités (a) de l'Al2024 déterminées par spectrométrie IRTF (relevées à $\lambda = 4 \mu\text{m}$), (b) influencées par la rugosité formée au niveau du cordon de soudure et (c) émissivité fixée à 1 pour l'outil peint en noir.

A.1.2 Présentation du modèle thermique

Le modèle thermique s'applique à modéliser le flux de chaleur généré lors du soudage FSW par l'action du frottement de l'outil sur une tôle en Al2024. Sa validation est réalisée par le biais d'un montage expérimentale instrumenté par des thermocouples, positionnés perpendiculairement à la direction de soudage (figure A.4). Le modèle est développé sur Abaqus et représente ce montage expérimental.

Le traitement du problème thermique se fait par le biais de routines de résolution dont dispose Abaqus. En particulier, les transferts thermiques sont résolus via l'équation de la chaleur définie ci-dessous (équation A.4). Elle est résolue en Abaqus standard dans le mode « heat transfer ».

$$\rho \cdot C_p \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad}(T)) + Q \quad (\text{A.4})$$

Avec ρ la masse volumique du matériau, C_p sa chaleur spécifique λ sa conductivité thermique considérée comme variable avec la température T et Q la source de chaleur.

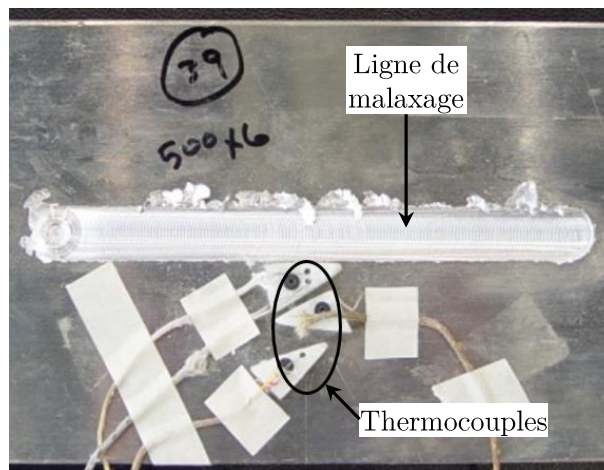


Figure A.4 – Dispositif expérimentale avec positionnement de 4 thermocouples disposés à 2, 4, 10 et 20 mm perpendiculairement à la ligne de malaxage.

Le modèle thermique est présenté dans les paragraphes suivants en termes de définition des éléments constituant le modèle et de leurs dimensions, de propriétés des matériaux considérées, de conditions aux limites choisies, de définition du maillage, de chargement du flux thermique et de calibration à partir des données expérimentales.

Composition et dimensions du modèle

Le modèle se compose d'une tôle en alliage d'aluminium Al2024 de 2,3 mm d'épaisseur, disposée sur une enclume en acier. Leurs dimensions respectives sont de 140 x 95 x 2,3 mm³ et de 140 x 150 x 50 mm³. Le modèle représente une **ligne de malaxage** réalisée en pleine matière d'une tôle en Al2024.

Bien qu'il ait été montré que les températures générées lors du soudage diffèrent légèrement suivant les côtés avançant et reculant, il est supposé dans ce modèle que le

flux de chaleur est **symétrique**. De ce fait, seulement la moitié du dispositif expérimental est représentée. Cela permet de réduire les temps de calcul.

Afin de pouvoir calibrer le modèle avec les résultats expérimentaux, des nœuds sont positionnés à des distances spécifiques, perpendiculairement à la direction de soudage. Leurs coordonnées correspondent à la position des thermocouples.

La représentation 3D du modèle est donnée en figure A.5.

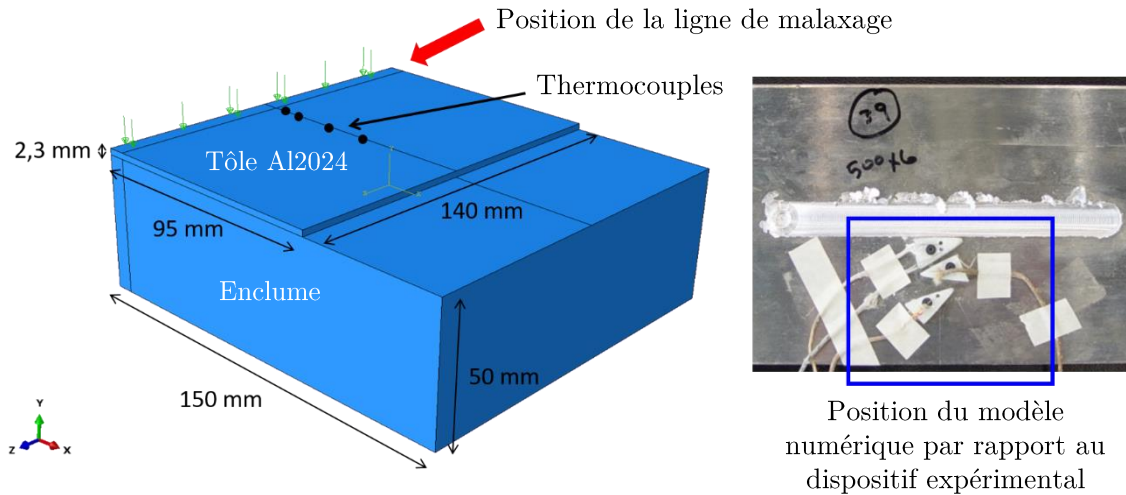


Figure A.5 – Dimensions du modèle thermique et comparaison par rapport au dispositif expérimental.

Propriétés des matériaux

Afin de décrire au mieux la distribution spatiale du flux de chaleur généré lors du soudage, les propriétés thermiques des matériaux sont introduites dans le modèle. La conductivité thermique, la chaleur spécifique et la masse volumique de l'Al2024 (tôle) et l'acier 304L (enclume) sont données en figure A.6. Ces données sont tirées de [Cverna2002].

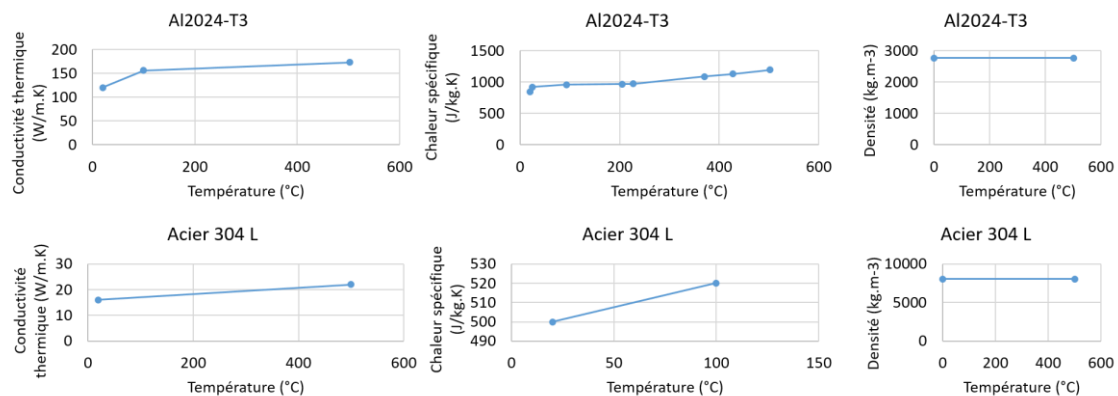


Figure A.6 – Propriétés thermiques de l'alliage d'aluminium Al2024 et de l'acier 304L utilisées pour le modèle.

Conditions aux limites

Des conditions aux limites sont imposées au modèle afin d'être le plus représentatif possible des échanges thermiques produits lors du soudage FSW. Elles se décomposent en trois types :

Conditions initiales

La température ambiante est fixée à 23°C. Il est alors supposé que les surfaces libres de la tôle en Al2024 et de l'enclume en acier possèdent une température initiale de 23°C.

Conditions d'échange thermique entre les surfaces libres et l'air ambiant

Les surfaces supérieures et latérales de la tôle en Al2024 sont en contact avec l'air. Il en est de même pour l'enclume, à l'exception de la partie en contact avec la tôle. Les conditions d'échange entre ces éléments et l'air sont modélisées par le biais d'un échange thermique convectif, défini tel que :

$$\Phi_{convectif} = h(T_s - T_i)$$

Avec $\Phi_{convectif}$ le flux de chaleur convectif par unité de surface, h le coefficient d'échange convectif, T_s la température au niveau de la surface de la tôle en Al2024 et T_i la température loin de la surface d'échange (soit $T_i = 23^\circ\text{C}$, la température ambiante).

Le coefficient d'échange convectif est fixé à $15 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$. Il s'agit d'une valeur classiquement utilisée dans les travaux portant sur la modélisation thermique du FSW. Cet échange convectif est imposé uniquement à la tôle en Al2024, tandis que les surfaces libres de l'enclume sont maintenues à une température constante de 23°C tout au long au chargement.

Conditions d'échange thermique entre la tôle et l'enclume

La surface inférieure de la tôle en Al2024 est en contact avec l'enclume. Ce contact est défini en vue d'intégrer au modèle le transfert de chaleur de la tôle en Al2024, échauffée par le frottement de l'outil, vers l'enclume. Cet échange se traduit par l'intégration d'un coefficient de transfert thermique par contact (W), tel que :

$$\Phi_{contact} = W(T_{Al2024} - T_{enclume})$$

Avec $\Phi_{contact}$ le flux de chaleur, par unité de surface, transmis par contact et $(T_{Al2024} - T_{enclume})$ la différence de température entre la tôle en Al2024 et l'enclume.

Lorsque ce contact est parfait ($W \rightarrow +\infty$), il est alors considéré que la totalité du flux de chaleur généré lors du soudage est transmise vers l'enclume. Cette condition ne reflète pas le transfert de chaleur réel et impose donc la détermination du coefficient de transfert thermique par contact (W). Ceci est réalisé lors de la calibration du modèle à partir des données expérimentales.

Maillage

Le maillage se compose d'éléments 3D hexaédriques, dont la dénomination sous Abaqus est « DC3D8 heat transfer » avec 8 points d'intégration. Les dimensions du maillage diffèrent suivant les régions du modèle (figure A.7).

Maillage de l'enclume

Etant donné que peu d'intérêt est porté à l'évolution de la température de l'enclume, cette dernière est maillée grossièrement.

Maillage de la tôle en Al2024

Deux dimensions de maillage différentes ont été effectuées. Sur la majorité de la tôle, la dimension du maillage est de 1 mm selon X et de 1 mm selon Z. Selon Y, le maillage est réalisé tel que l'épaisseur de la tôle comporte 4 mailles. Par ailleurs, le maillage est défini de sorte à ce qu'il soit concordant avec les nœuds définis aux coordonnées des thermocouples. Au niveau de la zone de la soudure, le maillage est affiné telle que la taille de la maille soit de 0,5 mm selon X et de 1 mm selon Z et que l'épaisseur (Y) contienne 4 mailles. Ceci permet d'évaluer plus finement les niveaux de température atteints dans cette zone d'intérêt.

Au total, le modèle est constitué de 52 621 éléments de maillage et possède un temps de calcul de 44 min (avec un CPU de 4). Au préalable, des tests de convergence sont réalisés de manière à déterminer le meilleur compromis précision/temps de calcul.

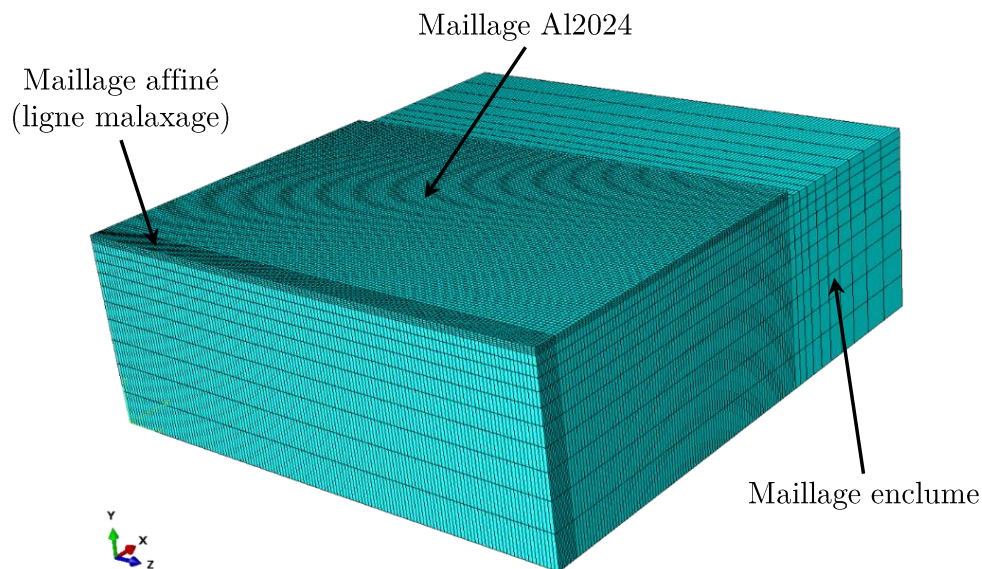


Figure A.7 – Maillage du modèle.

Chargement

Le chargement représente le flux thermique généré lors du soudage FSW et à imposer au modèle. Le chargement utilisé dans ce modèle est celui proposé par CHAO et QI [Chao+1998]. Ce dernier considère la source de chaleur comme étant principalement générée mécaniquement, sous l'action du frottement entre l'outil et la tôle. La source de chaleur provoquée par la déformation plastique est négligée. De plus, compte tenu de la surface supérieure de l'épaulement par rapport à celle du pion, seul le frottement de l'épaulement est pris en compte. Ce chargement est appliqué sur la zone du modèle correspondant à la soudure, à l'aide d'une fonction sous-routine DFLUX qui permet de

définir un flux thermique transitoire, c'est-à-dire non uniforme en fonction du temps et de la position. Le chargement est défini tel que :

$$Q(r) = \frac{F \cdot k\mu}{\pi r^2} \times \frac{2\pi\omega}{60} \times r_e \quad (\text{A.5})$$

Avec Q le flux de chaleur, F l'effort de forge, r_e le rayon de l'épaulement, ω la vitesse de rotation, μ le coefficient de frottement et k le rendement représentant la proportion de puissance mécanique dissipée sous forme de chaleur et transmise à la tôle en Al2024.

Dans ce modèle, seul le régime établi de la soudure est représenté. Les phases de plongée, de stabilisation et d'extraction de l'outil sont ignorées. Deux actions sont imposées au chargement. Dans un premier temps, le déplacement du flux thermique est fixé à une valeur correspondant à la vitesse d'avance des soudures. Puis un refroidissement de 50 s est appliqué.

L'histoire thermique des nœuds positionnés aux coordonnées des thermocouples sont extraites en vue de comparer les résultats numériques aux courbes expérimentales et, finalement, calibrer le modèle thermique.

Calibration du modèle

La calibration du modèle a pour objectif de déterminer, par une méthode inverse, les paramètres inconnus du modèle en recalant les courbes numériques avec celles expérimentales. Ci-dessous les paramètres inconnus du modèle :

- Le coefficient de transfert thermique par contact (W)
- Le rendement (k) et le coefficient de frottement (μ). La valeur du coefficient de frottement étant difficile à évaluer, ces deux paramètres ont été traités conjointement ($k\mu$)

Il est supposé que ces deux paramètres sont constants quelque soient les conditions de soudage.

La calibration consiste à réaliser plusieurs études d'influence. Plusieurs valeurs de coefficient de transfert thermique par contact W et de couple de paramètres $k\mu$ sont testées. Les résultats permettant d'ajuster au mieux les courbes numériques et expérimentales sont :

- $W = 200 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
- $k\mu = 0,175$

Synthèse

Finalement, la démarche mise en œuvre pour développer ce modèle thermique est résumée sur la figure A.8.

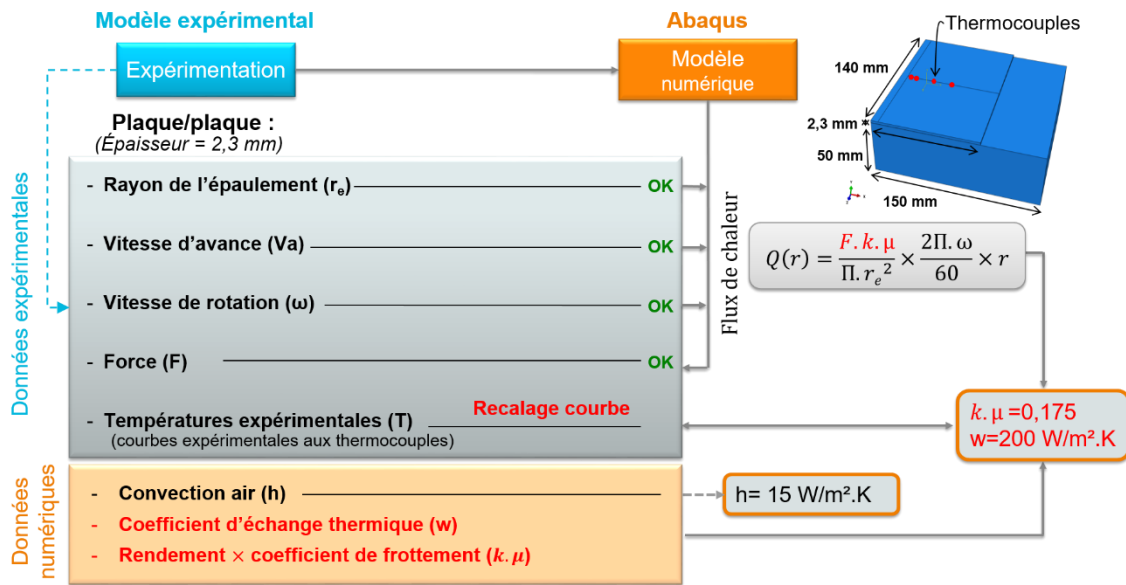


Figure A.8 – Schéma de la démarche pour la calibration du modèle thermique.

A.2 Compléments sur les méthodes de caractérisation des soudures

A.2.1 Préparation métallographique des échantillons

La caractérisation microstructurale des soudures est conduite sur des échantillons **polis miroir** pour les observations standards (microscope optique, MEB, microsonde de Castaing), ainsi que pour les analyses EBSD, tandis que des lames minces, transparentes aux électrons, sont préparées pour les observations au MET.

Suivant le type d'analyse effectuée, trois protocoles de préparation métallographique sont utilisés et sont décrits ci-après.

Observations standards

Les observations au microscope optique, au MEB, à la microsonde de Castaing ou encore les mesures de micro-dureté sont réalisées sur des échantillons polis miroir.

Au préalable, les échantillons sont enrobés. Le cycle thermique d'enrobage à chaud atteint un pic de température qui s'élève à 180°C pendant 450s. A cette température, l'évolution de l'état de précipitation de l'Al2024-T3 est déjà initiée (dissolution des zones GPB). L'**enrobage à froid** est donc privilégié. Une résine de type époxy avec un faible pic exothermique de polymérisation ($T_{pic} < 40^\circ\text{C}$) est utilisée.

Le polissage est ensuite réalisé sur une polisseuse automatique Buehler EcoMet 300, d'après le protocole de polissage est décrit dans le tableau A.1. Pour s'assurer du retrait des impuretés, les échantillons sont nettoyés aux **ultrasons** pendant 5 min entre chaque étape de polissage. Ce temps de nettoyage passe ensuite à 20 min (minimum)

après l'étape de finition à la silice colloïdale. Enfin, une attention toute particulière est apportée au **séchage** des échantillons, pour éviter l'accumulation d'impuretés au niveau de l'interface entre les tôles.

Table A.1 – Protocole de polissage standard.

Temps (min)	Papier (μm)	Lubrifiant	Force (lbs)	Vitesse de rotation (trs/min)	Rotation Base/Tête
1	SiC 320 SiC 600 SiC 1200	Eau	5	Base = 150 Tête = 60	Même sens
5 10	Disque 9 Disque 6 Disque 3 Disque 1	Suspensions diamantées polycristallines adaptées (9,6,3,1 μm)	4	Base = 200 Tête = 60	Sens inverse
5	Drap de finition	Silice colloïdale			

Suivant la zone d'intérêt à caractériser des **attaques chimiques** peuvent être réalisées afin de révéler la microstructure :

- Observation de l'**A12024** : attaque Keller, diluée avec 50% d'eau, pendant 5s.
- Observation du **Ti-6Al-4V** : attaque Weck pendant 5s.
- Observation de l'**interface**, analyse à la microsonde de Castaing et mesures de micro-dureté : pas d'attaque chimique.

Précisons que la réalisation successive des deux attaques chimiques ne permet pas de révéler simultanément les microstructures des alliages d'aluminium et de titane.

Avant l'observation au MEB, les échantillons enrobés à froid (résine non conductrice) sont laqués à la **laque d'argent**, de sorte à créer un pont conducteur entre l'échantillon et le porte-échantillon. Cela évite l'accumulation d'électrons à la surface de l'échantillon et permet ainsi de réduire les effets de charge lors de l'observation.

Analyses EBSD

Les échantillons prévus pour les analyses EBSD nécessitent un état de surface exempt de rayures pour permettre une bonne indexation. Ils bénéficient d'un protocole de polissage amélioré. Une étape supplémentaire par **voie électrolytique** est effectuée par rapport au protocole décrit dans le tableau A.1. Ainsi, après l'étape de finition à la silice colloïdale, les échantillons sont plongés dans une solution composée à 1/3 d'acide nitrique et à 2/3 de méthanol et refroidie à -25°C . Une tension de 15V est ensuite appliquée pendant 3 à 5s.

Observations au MET

Les observations au MET nécessitent des échantillons suffisamment amincis pour être transparents aux électrons. La préparation est réalisée à la plateforme de microcaractérisation Raimond Castaing (Toulouse). Les échantillons sont d'abord découpés sous forme de disque de 3 mm de diamètre et amincis mécaniquement jusqu'à 40 μm d'épaisseur. Un amincissement électrolytique, avec l'équipement Tenupol de chez Struers, est ensuite réalisé avec un électrolyte commercial de chez Struers de type A2, adapté à l'aluminium. L'échantillon est finalement transparent sur les bords du trou créé par l'électrolyte.

A.2.2 Principe de fonctionnement de l'EBSD

L'analyse EBSD s'effectue dans un MEB équipé d'un détecteur EBSD. Ce dernier se compose d'un écran phosphorescent positionnée sur une caméra numérique (figure A.9) qui enregistre en temps réel les données nécessaires à la caractérisation de l'échantillon [Baudin2010].

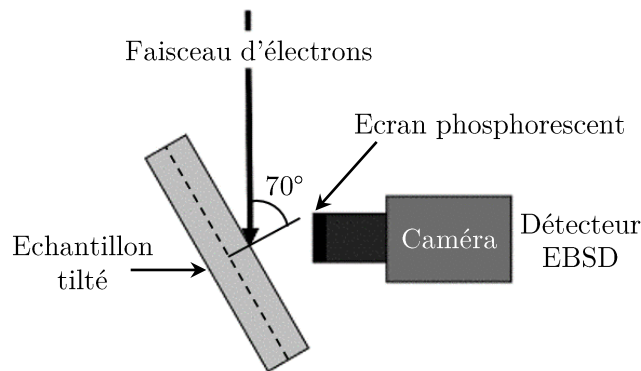


Figure A.9 – Dispositif expérimental pour l'analyse EBSD [Baudin2010].

Comme son nom l'indique, son principe est basé sur la diffraction des électrons rétrodiffusés, produits lors de l'interaction électron/matière. Parmi ces électrons, certains sont nécessairement en condition de Bragg avec les différentes familles de plans atomiques [Baudin2010] et, par conséquent, diffractent au contact de la structure cristalline, en satisfaisant la relation suivante :

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (\text{A.6})$$

n étant l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde du faisceau d'électrons incident qui dépend directement de la tension d'accélération du MEB, d_{hkl} la distance interréticulaire des plans $\{hkl\}$ et θ l'angle d'incidence pour lequel la diffraction a lieu.

Analyse : formation d'un diagramme de Kikuchi

La diffraction des électrons rétrodiffusés suivant un plan cristallin génèrent deux cônes de diffraction appelés « cônes de Kossel ». Ils sont symétriques et partagent un axe commun qui correspond à la normale au plan $\{hkl\}$. Leur ouverture au sommet

dépend de la valeur de l'angle de Bragg θ et vaut, plus particulièrement, $90^\circ - \theta$ [Schwartz+2009]. Les valeurs usuelles de longueur d'onde du faisceau incident λ et de distances interréticulaires d_{hkl} conduisent à des valeurs de θ faibles, de l'ordre de $0,5^\circ$ [Engler+2009]. Par conséquent, des cônes de Kossel à grande ouverture sont générés. Leur intersection avec le détecteur EBSD est imprimée sur l'écran phosphorescent. Les portions de cônes qui y sont obtenues forment des droites, du fait de la forme aplatie des cônes de Kossel (figure A.10).

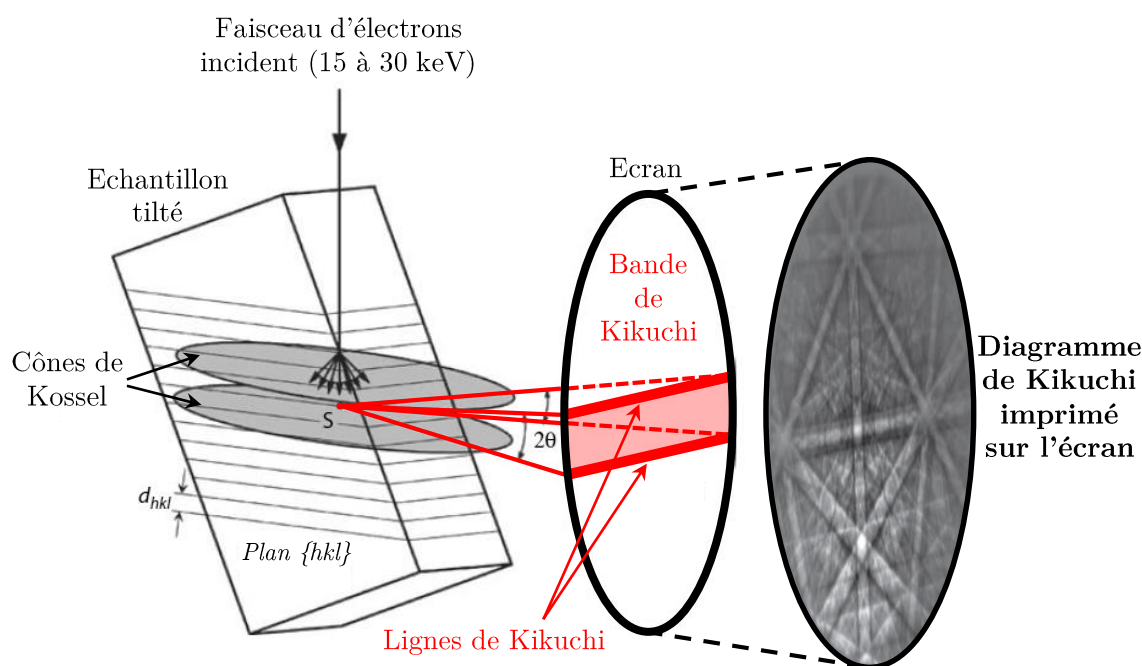


Figure A.10 – Principe de fonctionnement de l'analyse EBSD basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés et la formation de diagrammes de Kikuchi. Photo tirée de [Engler+2009].

Ainsi, pour chaque famille de plans diffractés, les deux cônes de Kossel générés forment deux droites de Kikuchi parallèles qui délimitent une bande de Kikuchi. L'ensemble des bandes de Kikuchi obtenues constitue un diagramme de Kikuchi (figure A.10). Il représente la signature de la structure cristallographique et de son orientation en tout point de l'échantillon balayé lors de son analyse. En particulier, la largeur des bandes de Kikuchi est liée à la nature des plans $\{hkl\}$ ayant diffractés (pour une distance échantillon-détecteur donnée), tandis que les angles entre les différentes bandes traduisent les angles entre les plans atomiques. De plus, l'intersection de bandes correspond à un axe de zone, et les grands axes de zones sont reconnus par l'intersection de plusieurs bandes [Engler+2009]. Par conséquent, la position des bandes de Kikuchi est liée à l'orientation cristallographique du cristal analysé.

La réalisation de cartographies d'orientation est donc basée sur l'interprétation des diagrammes de Kikuchi. Elle se fait lors de l'étape d'indexation.

Indexation : interprétation d'un diagramme de Kikuchi

L'indexation est entièrement gérée informatiquement. Des algorithmes de détection des bandes permettent d'indexer automatiquement les diagrammes de Kikuchi numérisés lors de la phase précédente d'analyse [Baudin2010]. L'indexation se fait en trois étapes.

Pour commencer, des opérations de prétraitement sont effectuées. Il s'agit essentiellement de traitement d'images, telles que l'élimination du bruit de fond ou l'amélioration du contraste, en vue d'optimiser la reconnaissance des bandes de Kikuchi [Engler+2009].

Ensuite, la détection des bandes de Kikuchi est réalisée par l'intermédiaire de la transformée de Hough. Cette étape consiste à associer à chaque droite obtenue dans le repère de l'image (x,y) , un point dans un nouveau repère qualifié d'espace de Hough (ρ,θ) [Engler+2009]. La transformée de Hough est définie telle que :

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad \text{avec} \quad \theta \in [0^\circ, 180^\circ], \rho \in \mathbb{R}$$

Il en découle, qu'à chaque point du repère image est associé une sinusoïde dans l'espace de Hough [Engler+2009]. L'ensemble des points appartenant à une même bande de Kikuchi forme des sinusoïdes qui s'intersectent en un point donné, de coordonnées (ρ,θ) (figure A.11.a). La difficulté associée à la détection de ligne est ainsi contournée par le biais de la transformée de Hough, qui convertit ce problème en une opération plus simple de détection de points (figure A.11.b).

Pour finir, l'indexation se fait à partir des points de plus haute intensité repérés dans l'espace de Hough (figure A.12.a). Ces derniers représentent les lignes de Kikuchi les plus marquées (figure A.12.b). Il est alors possible de déterminer l'orientation cristallographique de chaque cristal analysé. Cette indexation se fait en comparant (i) la largeur des bandes (représentant la distance interréticulaire) et (ii) les angles entre ces bandes (représentant les angles entre les plans atomiques) à des valeurs théoriques. Plus particulièrement, les différents diagrammes de Kikuchi qu'il est possible d'obtenir, pour différentes orientations cristallographiques, sont simulés et comparés aux résultats obtenus. L'identification se fait ensuite par les indices de Miller les plans atomiques ayant diffractés (figure A.12.c). Cette étape nécessite donc au préalable de renseigner la nature des phases observées.

Après les étapes d'analyse et d'indexation, la qualité des résultats obtenus est évaluée.

Estimation de la qualité des étapes d'analyse et d'indexation

Suite à la phase d'analyse, des indices de qualité (IQ) sont calculés à partir de la qualité des diagrammes de diffraction. Ils se basent sur (i) le contraste des bandes de Kikuchi (noté BC pour *band contrast*) et (ii) leur netteté (noté BS pour *band slope*). Ils dépendent de facteurs de natures variées : la microstructure (présence de dislocations, de joints de grain, ...), l'orientation cristallographique (contraste accentué pour certaines familles de plans), la préparation de l'échantillon et les conditions de mesure [Barbier2010 ; Léaux2012]. Bien que l'interprétation de ces critères est délicate (influences multiples), ces indices de qualité sont utilisés pour renseigner sur la microstructure.

Après la phase d'indexation, la fiabilité de l'interprétation des diagrammes de Kikuchi est estimée. L'écart (en degré) entre le diagramme de Kikuchi expérimental et celui

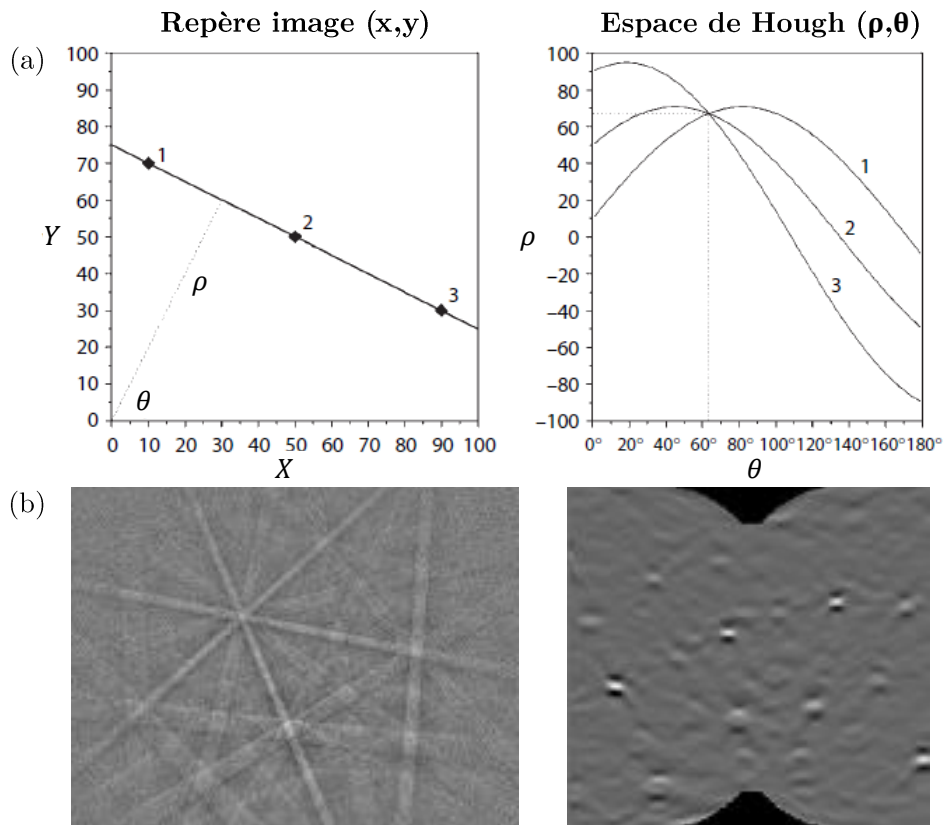


Figure A.11 – Transformée de Hough (a) théorique et (b) appliquée au diagramme de Kikuchi [Engler+2009].

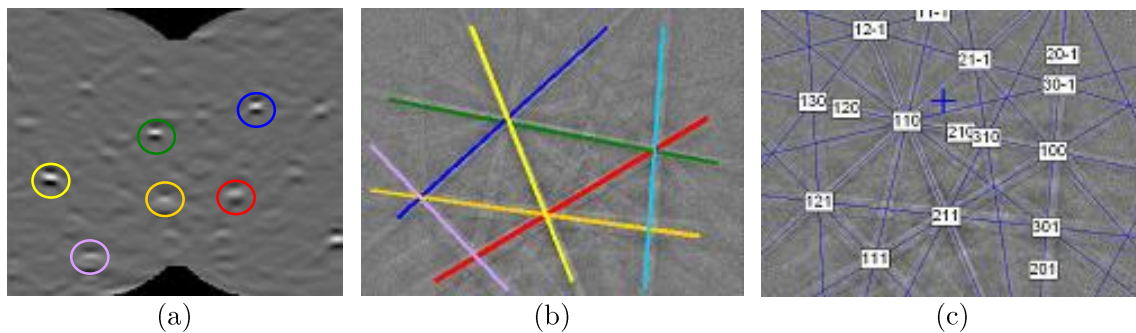


Figure A.12 – Etapes de l'indexation : (a) identification des points à haute intensité dans l'espace de Hough, (b) identification des bandes de Kikuchi associées et (c) indexation de ces bandes par les indices de Miller.

simulé, pour l'orientation cristallographique déterminée, est évalué. Cette valeur est désignée de MAD (Mean Angular Deviation) et représente ainsi la qualité de l'indexation [Barbier2010; Galand2011]. Une faible valeur garantit une bonne précision de la mesure d'orientation cristallographique ($MAD < 0,5^\circ$).

Finalement, l'analyse EBSD consiste à réaliser une cartographie sur une surface prédéterminée de l'échantillon. A chaque noeud, le système effectue une acquisition et

une indexation d'un diagramme de Kikuchi. A partir des données brutes d'acquisition et d'indexation (figure A.13), les données suivantes en sont extraites [Barbier2010] :

- **Données spatiales** : la position des points (x,y) qui sera ensuite à relier au repère de l'échantillon (DL, DN et DT)
- **Données cristallographiques** : l'orientation cristallographique (angles d'Euler : ϕ_1 , ϕ , ϕ_2) du cristal analysé et les phases en présence
- **Données microstructurales** : la microstructure est révélée par le biais des indices de qualité (BC et BS). En pratique, le BC est plus utilisé que le BS en raison de sa plus grande sensibilité aux désorientations entre les grains [Léaux2012].
- **Données liées à la qualité des mesures** : calcul du MAD

Orientations											
Index	Phase	X (μm)	Y (μm)	phi1 ($^\circ$)	PHI ($^\circ$)	phi2 ($^\circ$)	MAD ($^\circ$)	AFI	BC	BS	Status
100	Aluminium	74,250	0,000	255,78	39,79	56,60	0,24	0	153	81	10 bands detected
101	Aluminium	75,000	0,000	255,77	39,69	56,53	0,51	0	108	58	8 bands detected
102	Zero	75,750	0,000	0,00	0,00	0,00	0,00	0	35	39	Indexing not possible
103	Zero	76,500	0,000	0,00	0,00	0,00	0,00	0	27	38	Indexing not possible
104	Zero	77,250	0,000	0,00	0,00	0,00	0,00	0	33	39	Indexing not possible
105	Aluminium	78,000	0,000	127,35	25,53	48,49	0,51	0	125	66	9 bands detected
106	Aluminium	78,750	0,000	126,21	25,51	49,23	0,20	0	120	67	9 bands detected
107	Aluminium	79,500	0,000	126,84	25,54	48,75	0,31	0	133	84	9 bands detected
108	Aluminium	80,250	0,000	127,16	25,46	48,46	0,46	0	137	87	12 bands detected
109	Aluminium	81,000	0,000	127,18	25,52	48,37	0,29	0	147	78	10 bands detected
110	Aluminium	81,750	0,000	127,20	25,55	48,26	0,20	0	158	87	10 bands detected

Figure A.13 – Exemple de données brutes obtenues lors de l'analyse EBSD d'un alliage d'aluminium Al2024-T3.

A.2.3 Principe de fonctionnement du MET

La microscopie électronique en transmission (MET) permet l'observation d'éléments de taille nanométrique, tels que des précipités ou des défauts (dislocations) présents dans le matériau. Pour cela, des électrons de haute énergie sont utilisés pour former une image [Colliex2008 ; Williams+1996]. Ainsi, par comparaison, la faible longueur d'onde de ces électrons par rapport à la lumière visible assure une meilleure résolution en MET qu'en microscopie optique. En particulier, les microscopes électroniques les plus performants atteignent actuellement des résolutions de l'ordre de 1 Å [Williams+1996]. Le développement de lentilles électromagnétiques capables de focaliser des électrons à haute énergie est à l'origine des premiers MET [Williams+1996]. Elles sont associées à un système de pompage destiné à assurer le fonctionnement du microscope sous vide et à un système de détection pour la formation d'images, après interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon.

Les éléments composant un MET sont d'abord décrits. Les effets de l'interaction entre les électrons et la matière donnant naissance à une image ou à un cliché de diffraction sont ensuite présentés. La haute résolution permettant d'atteindre une résolution à l'échelle atomique est également abordée.

Equipement

Un microscope électronique en transmission se compose de plusieurs éléments (figure A.14) :

- D'un canon à électrons constitué d'une source d'électrons et d'un accélérateur d'électrons. Les tensions d'accélération usuelles se situent entre 100 et 300 keV [Williams+1996].
- De lentilles électromagnétiques qui sont préférées aux lentilles électrostatiques non adaptées aux tensions élevées rencontrées en MET. Il en existe de trois types qui permettent (i) de focaliser le faisceau d'électrons (lentilles condenseur), (ii) de former des images (lentilles objectif et intermédiaires) et (iii) d'agrandir l'image (lentilles projecteur) [Kociak2007]. Notons que les problèmes d'aberration liées à ces lentilles (principalement géométrique et chromatique) limitent la résolution des MET [Kociak2007 ; Williams+1996].
- D'un porte-échantillon permettant des déplacements de l'échantillon en cours d'observation
- De diaphragmes dont le rôle consiste à (i) sélectionner le mode d'illumination de l'échantillon (diaphragme condenseur) et à (ii) choisir le mode d'observation (diaphragmes de contraste, aussi appelé diaphragme objectif, ou de sélection d'aire) [Karlík+2008b].
- D'un écran phosphorescent qui transforme l'image électronique en une image optique.
- D'un système d'acquisition des différents signaux recueillis : une caméra numérique pour l'imagerie et un détecteur EDX (Electron Dispersive X-ray) et/ou EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) pour la spectrométrie.

L'ensemble est placé sous vide pour éviter la diffusion des électrons par les atomes de gaz ambiant.

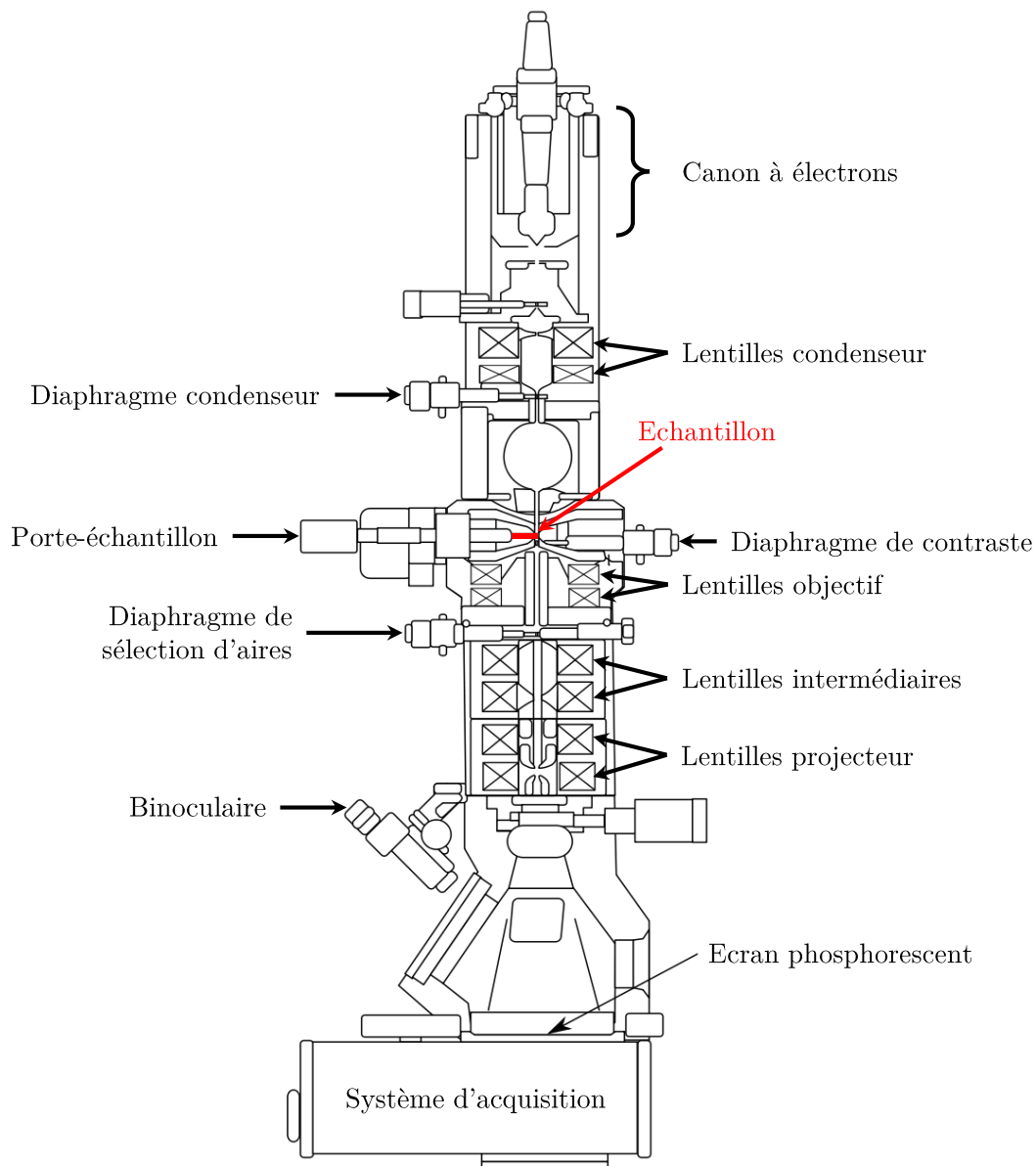


Figure A.14 – Schéma d'un microscope électronique en transmission [Colliex2008].

Interactions électrons/matière

Le principe du MET repose sur l'**interaction électrons/matière** [Colliex2008 ; Kociak2007 ; Willaime1987 ; Williams+1996]. Comme son nom l'indique, la microscopie électronique en transmission est basée sur la détection des électrons ayant **traversé** l'échantillon. C'est pourquoi, dans la colonne, le système de détection est positionné sous l'échantillon (figure A.14). De plus, les observations au MET sont conduites sur des échantillons préparés sous forme de lames suffisamment minces pour être transparentes aux électrons (épaisseur de l'ordre de la centaine de nanomètres) [Williams+1996].

Après l'interaction électrons/matière, trois types d'électrons (figure A.15) sont produits à la sortie de l'échantillon :

- Les électrons **transmis**, n'ayant pas interagi avec l'échantillon (faisceau transmis).
- Les électrons **diffractés** (faisceau diffracté). Lors du passage des électrons dans la matière, certains sont diffractés par le réseau cristallin si les conditions de diffraction sont respectées. Ils résultent d'interactions élastiques (conservation de l'énergie) avec les atomes constituant l'échantillon.
- Les électrons issus d'interactions inélastiques (perte d'énergie).

A partir de ces différents faisceaux d'électrons, il est possible de recueillir, sur une même zone d'analyse, des informations en termes d'imagerie, de diffraction et de composition chimique. L'exploitation des faisceaux transmis et diffractés permet la représentation de l'échantillon selon deux modes d'observation (image et diffraction). L'étude des électrons diffusés inélastiquement permet la réalisation d'analyses chimiques par spectrométrie de perte d'énergie électronique (EELS), si le MET est équipé du détecteur associé.

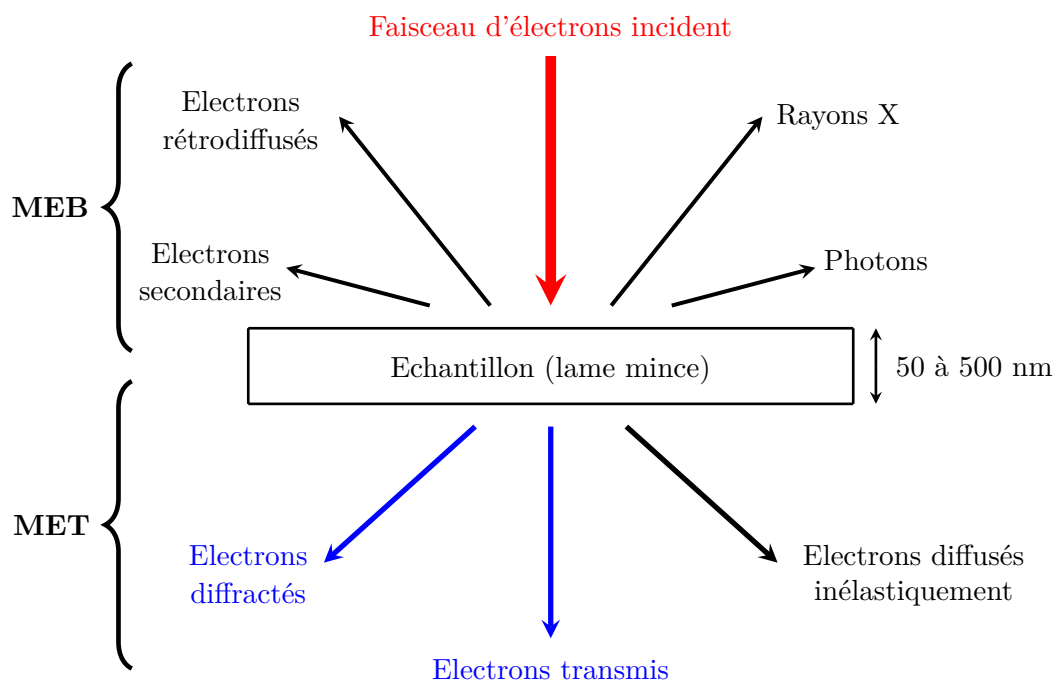


Figure A.15 – Représentation des interactions entre les électrons du faisceau incident et la matière. Figure adaptée de [Williams+1996].

Modes d'observation

Il existe deux modes d'observation : le mode image et le mode diffraction. Le passage d'un mode à l'autre se fait via l'insertion (i) du diaphragme de contraste dans le plan focal de la lentille objectif ou (ii) du diaphragme de sélection d'aire dans le plan image de la lentille objectif (figure A.16).

Le **mode image** est obtenu en se plaçant dans le plan image dans la lentille objectif (espace direct) (figure A.16.a). Afin d'avoir une image contrastée, on utilise le **diaphragme de contraste** qui permet la sélection du faisceau transmis ou d'un faisceau diffracté et, par conséquent, la formation d'images en champ clair ou en champ

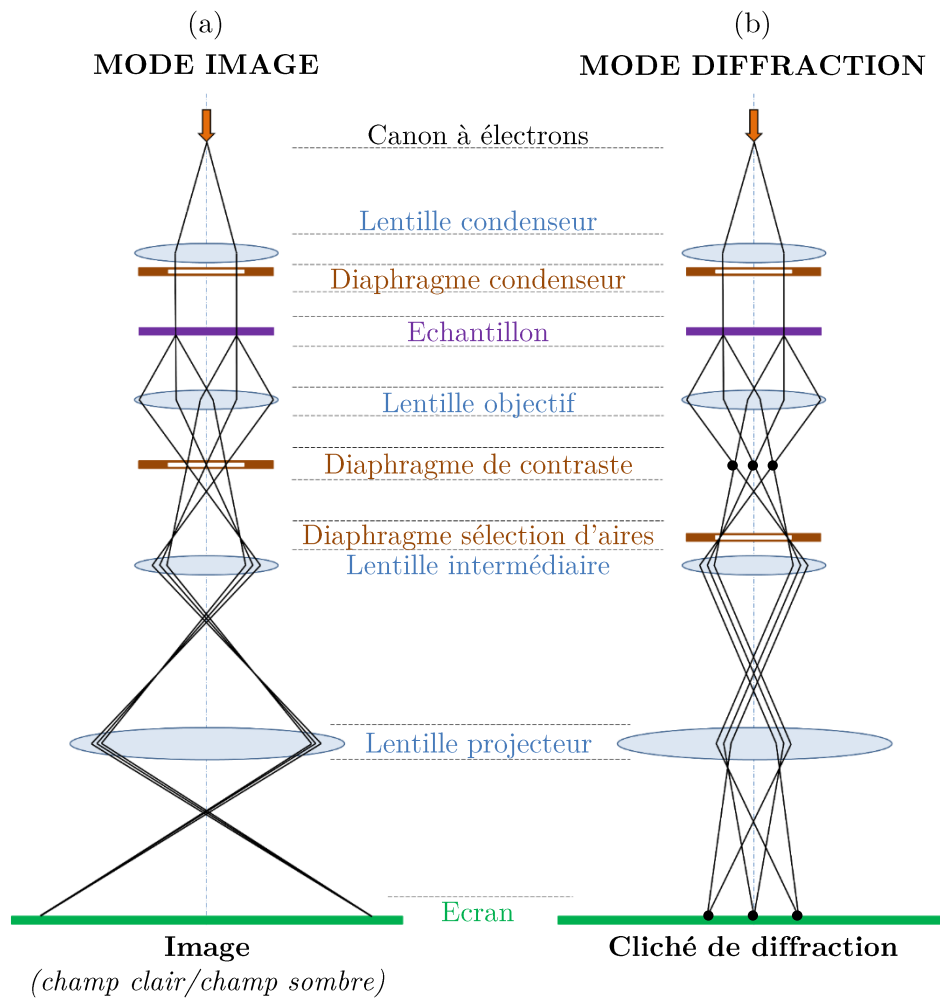


Figure A.16 – Représentation des modes image et diffraction dans un MET.

sombre (figure A.17). Lorsque le diaphragme est centré sur le faisceau transmis, on obtient une image en **champ clair** (figure A.17.a). Cela signifie que seul le faisceau transmis participe à la formation de l'image. Il apparaît en clair tandis que les faisceaux diffractés, bloqués par le diaphragme, apparaissent en sombre. Au contraire, en **champ sombre** on sélectionne un faisceau diffracté (figure A.17.b). Seules les informations contenues dans ce faisceau apparaissent en clair tandis que le reste (faisceau transmis et faisceaux diffractés à d'autres angles) est exclu et ressort en sombre. Notons qu'en pratique en champ sombre, le faisceau incident est incliné de sorte que le faisceau diffracté soit centré sur l'axe optique [Karlik+2008a ; Williams+1996].

Par ailleurs, les irrégularités induites par la présence de défauts dans le réseau cristallin peuvent, suivant les conditions d'orientations, diffracter localement les électrons. Par conséquent, le mode image permet également de faire ressortir des **défauts** telles que des dislocations, mais également des joints de grains.

L'interprétation du contraste de l'image obtenue reste néanmoins délicate. Ce dernier pouvant provenir à la fois du contraste de diffraction (décrit précédemment) mais également du contraste dit massif qui dépend, entre autres, de l'épaisseur de la

lame mince [Karlik+2008a]. Le contraste de diffraction dépend, quant à lui, fortement de l'inclinaison de l'échantillon, qu'il est possible de modifier. Cette habilité permet ainsi de choisir des conditions plus favorables pour visualiser des défauts cristallins [Karlik+2008a].

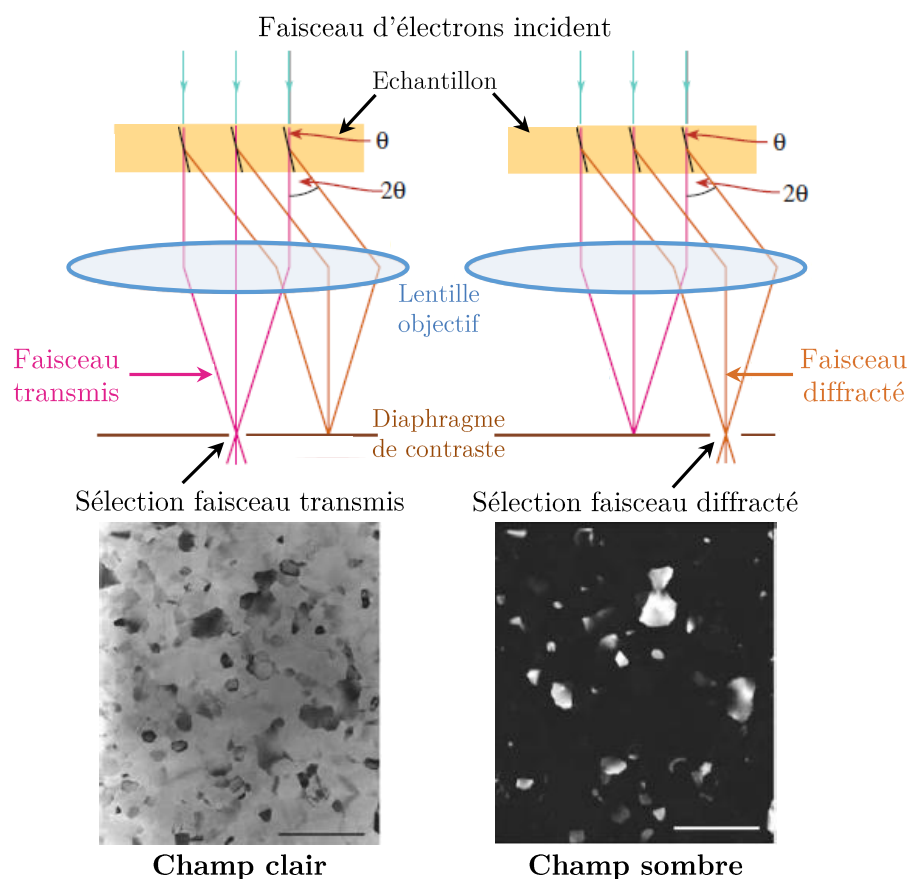


Figure A.17 – Formation d’images en champ clair ou en champ sombre à travers la sélection des faisceaux transmis ou diffracté. Photos tirées de [Williams+1996].

Le **mode diffraction** est formé dans le plan focal de la lentille objectif (espace réciproque) (figure A.16.b). On obtient alors un **cliché de diffraction** (figure A.18). Ce dernier caractérise la structure cristalline de la zone observée et son orientation [Karlik+2008b]. Il permet de visualiser des familles de plan parallèles au faisceau électronique incident. En utilisant le **diaphragme de sélection d’aire**, il est possible d’afficher le cliché de diffraction sur une zone plus ou moins grande. Dans le cas d’un matériau polycristallin, ce cliché peut se présenter sous deux formes [Karlik+2008b]. Si le diaphragme de sélection d’aire est centré sur un seul cristal, le cliché se compose de **tâches lumineuses**, aussi appelées spots (figure A.18.b). Celle centrale correspond au faisceau transmis (notée (000)) tandis que les autres, d’intensités variables, représentent les plans ayant diffractés. A partir de la distance et de la position des spots, il est possible de caractériser (i) la nature du cristal en déterminant les paramètres de maille et (ii) son orientation cristallographique. A l’inverse, si la zone analysée comprend une multitude de cristaux orientés différemment, le cliché se présente alors sous la forme d’une **série d’anneaux** concentriques et centrés autour d’une tâche centrale, qui

correspond toujours au faisceau transmis (figure A.18.a). La distance entre les anneaux traduit la distance entre les plans cristallins ayant diffractés. De la même manière, il est possible d'identifier la nature des phases en présence.

L'exploitation des clichés de diffraction consiste à **indexer** les plans ayant diffractés. Pour cela, les distances entre les spots ou entre les anneaux (espace réciproque) sont converties en distances interréticulaires (espace direct). Elles sont ensuite comparées à des banques de données de caractérisation de phases afin d'identifier la nature des phases présentes dans l'échantillon. Dans le cas des clichés de diffraction présentant des spots, les angles entre ces derniers sont également relevés et comparés à des clichés théoriques (figure A.18.c). L'orientation cristallographique du cristal peut alors être déterminée. En pratique, pour faciliter l'étape d'indexation, l'échantillon est incliné avec une direction cristallographique particulière parallèle au faisceau incident. Cette dernière est appelée **axe de zone** et correspond à une direction parallèle à un axe du cristal présentant un haut niveau de symétrie.

Notons qu'à partir des clichés de diffraction, il est ensuite possible de sélectionner le faisceau transmis ou diffracté afin d'imager la microstructure en basculant dans le mode image (figure A.16.a).

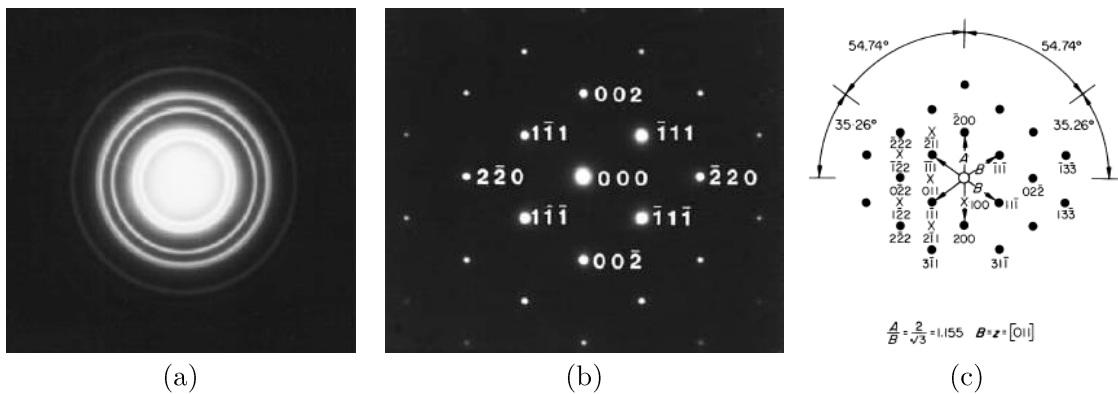


Figure A.18 – Exemples de clichés de diffraction obtenus sur (a) un polycristal à grains fins formant des anneaux, (b) un cristal positionné en axe de zone $[011]$ et indexé à partir (c) d'un cliché de diffraction théorique pour une structure cristalline cubique faces centrées. Photos tirées de [Williams+1996].

Les modes image et diffraction permettent d'observer (champ clair et champ sombre) et de caractériser (cliché de diffraction) une grande partie de la microstructure. Néanmoins, certaines informations sont difficilement accessibles dans ces modes et nécessitent une imagerie en haute résolution. Cette dernière donne accès à une résolution à l'échelle atomique.

Haute résolution

Les images en haute résolution représentent la projection des colonnes atomiques parallèle au faisceau incident [Colliex2008]. Elles sont constituées d'alignement de points blancs et noirs, séparés par des distances équivalentes aux distances interréticulaires du cristal. La haute résolution donne donc accès à des informations sur l'organisation

cristalline de l'échantillon, ainsi que sur la présence de défauts. Elle est utilisée pour visualiser des nano-hétérogénéités (amas d'atomes, ségrégations, ...) (figure A.19.a), évaluer la continuité des plans cristallographiques à travers une interface ou identifier des structures atomiques locale. A partir des images obtenues, il est en effet possible de réaliser la transformée de Fourier (FFT) de celle-ci pour simuler le cliché de diffraction associé et ainsi caractériser la structure cristalline (figure A.19.b).

La haute résolution peut être obtenue dans les MET conventionnels ou dans un autre type de microscope électronique en transmission équipé d'un système de balayage, appelé STEM (pour *Scanning Transmission Electron Microscope*).

En MET conventionnel, la haute résolution (image HRTEM pour *High Resolution Transmission Electron Microscope*) est obtenue en faisant interférer les faisceaux transmis et diffractés dans le plan image de la lentille objectif. Cette spécificité permet de révéler la périodicité du réseau cristallin [Karlik+2008a]. En se positionnant en axe de zone, il est alors possible de révéler les colonnes atomiques (figure A.19).

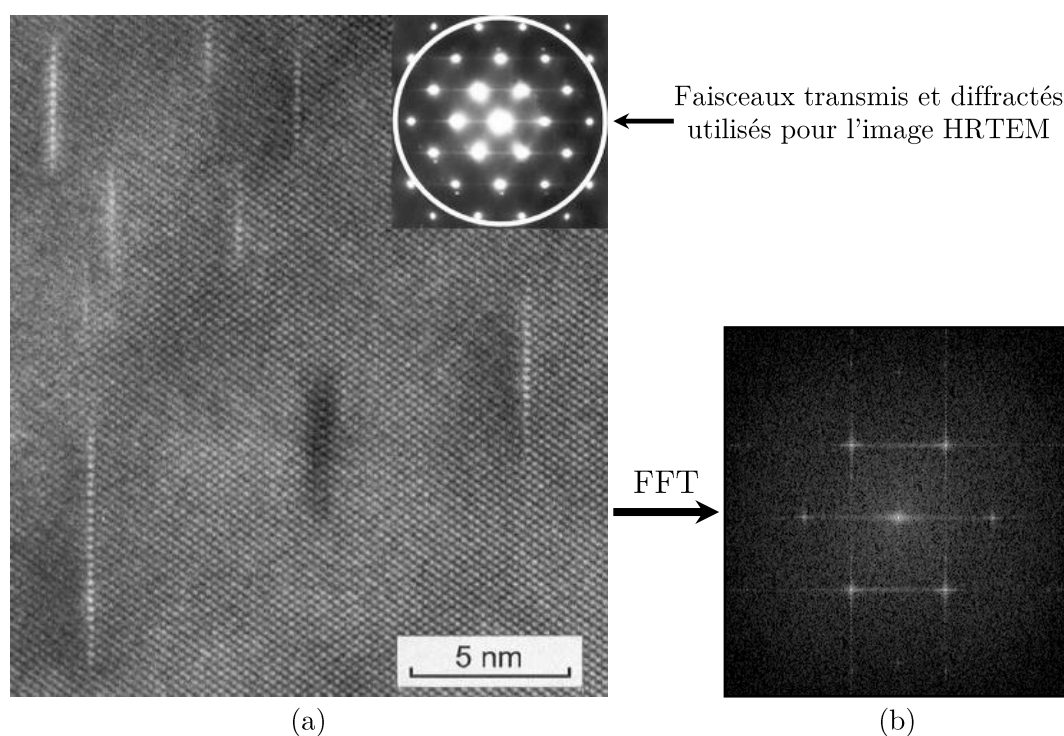


Figure A.19 – (a) Image HRTEM (axe de zone [110]) d'un alliage d'aluminium de la série 2000 (Al-Cu) permettant l'observation des zones de Guinier-Preston (zones GP) et (b) cliché de diffraction simulé. Photo (a) tirée de [Karlik+2008a].

En STEM, le faisceau d'électrons est focalisé au sein d'une sonde de taille sub-nanométrique (figure A.20.a). La formation d'images se fait alors par balayage de la sonde sur la surface à étudier (comme en MEB) [Karlik+2008a]. A chaque pas d'analyse, les électrons transmis et diffractés sont collectés. En plus des modes image et diffraction, le STEM permet l'acquisition d'images HAADF via un détecteur à grand champ angulaire portant le même nom (HAADF pour *High angle Annular Dark Field Detector*), qui capte des électrons supplémentaires à grande déviation (figure A.20.a). Ces derniers résultent d'interactions avec le noyau des atomes constituant l'échantillon. L'image

obtenue présente alors un contraste en numéro atomique (contraste en Z) qui offre donc une information qualitative sur la composition chimique de l'échantillon [Karlik+2008a]. La haute résolution en STEM, notée HRSTEM (*High Resolution Scanning Transmission Electron Microscope*), permet donc également d'imager les colonnes atomiques, en prodiguant en plus un contraste « chimique » (figure A.20.b).

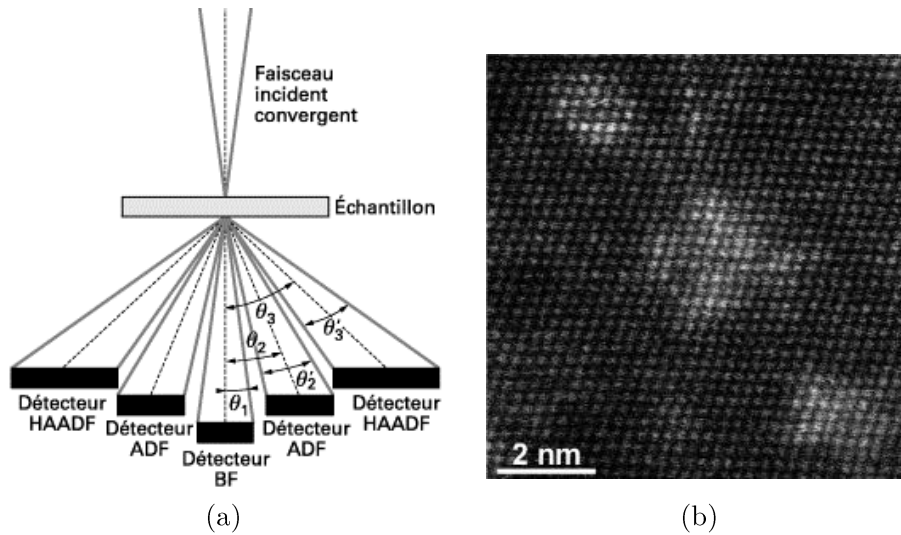


Figure A.20 – (a) Schéma des détecteurs des électrons diffusés élastiquement (ADF) et diffusés élastiquement à grands angles (HAADF) dans un STEM et (b) exemple d'image HRSTEM d'un alliage d'aluminium Al-3%Ag. Le contraste en Z permet de révéler les colonnes atomiques en Ag qui ressortent plus claires. Photos tirées de [Karlik+2008a].

Annexes du chapitre 3

B.1	Influence du nouvel indice de chaleur ω^3/ν sur les caractéristiques du flux de matière	235
B.2	Résultats complémentaires des caractérisations du film continu de clad	238
B.3	Abaque utilisée pour estimer le facteur de concentration de contrainte K_t	242

B.1 Influence du nouvel indice de chaleur ω^3/ν sur les caractéristiques du flux de matière

La relation ω^3/ν donne une bonne description de l'influence des paramètres FSW sur l'apport de chaleur et donc sur les caractéristiques du flux de matière. Avec l'élévation de ω^3/ν , la profondeur de pénétration du pion augmente¹ (figure B.2.a). En conséquence, les vues 3D de tomographie à rayons X montrent une augmentation du volume de crochets de Ti-6Al-4V ayant pénétré dans l'Al2024 (figure B.1). En raison de la dissymétrie du procédé, les caractéristiques des crochets AS et RS évoluent différemment avec ω^3/ν . Le crochet AS croît linéairement avec l'augmentation de ω^3/ν (figure B.2.b). Du côté RS, la hauteur du crochet s'amplifie jusqu'à $\omega^3/\nu = 2000$ puis décline jusqu'à atteindre de très faibles valeurs associées à la rupture du crochet RS (figure B.1.a). En particulier, les résultats qualitatifs indiquent une intensification de la déformation plastique du crochets RS (augmentation de sa flexion) avec l'élévation de ω^3/ν (figure B.1).

1. Une relation non linéaire est obtenue. Elle est probablement liée aux difficultés rencontrées lors de l'analyse d'image pour distinguer l'interface Al2024/Ti-6Al-4V de la présence de fragments d'Al2024 positionnés aux alentours de cette interface. Ceci tend ainsi à sous-évaluer la profondeur de pénétration.

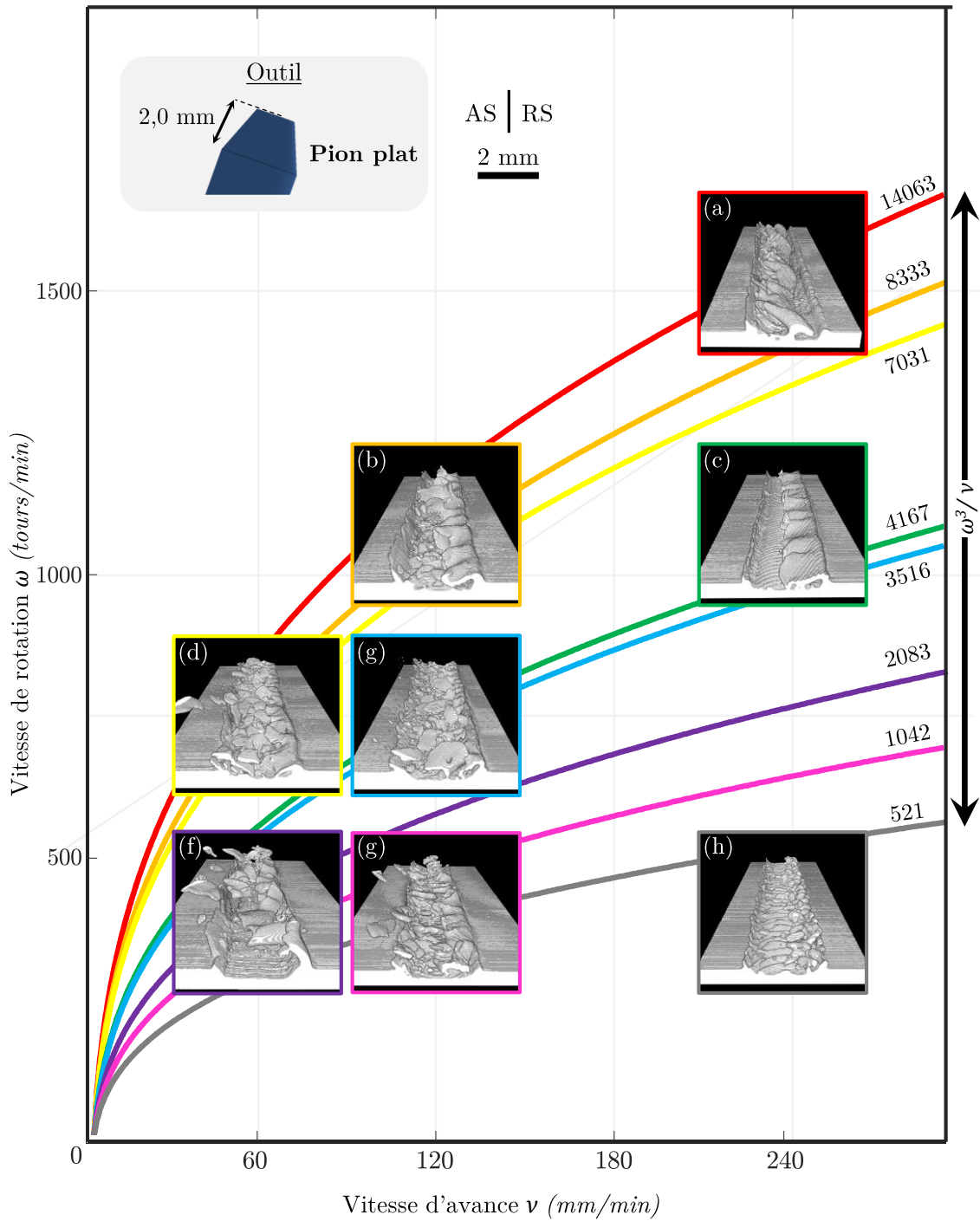


Figure B.1 – Vues 3D de la distribution du Ti-6Al-4V (blanc) dans les soudures produites avec un pion plat en fonction des paramètres FSW. Les isolines correspondant aux valeurs de ω^3/v des soudures sont également insérées.

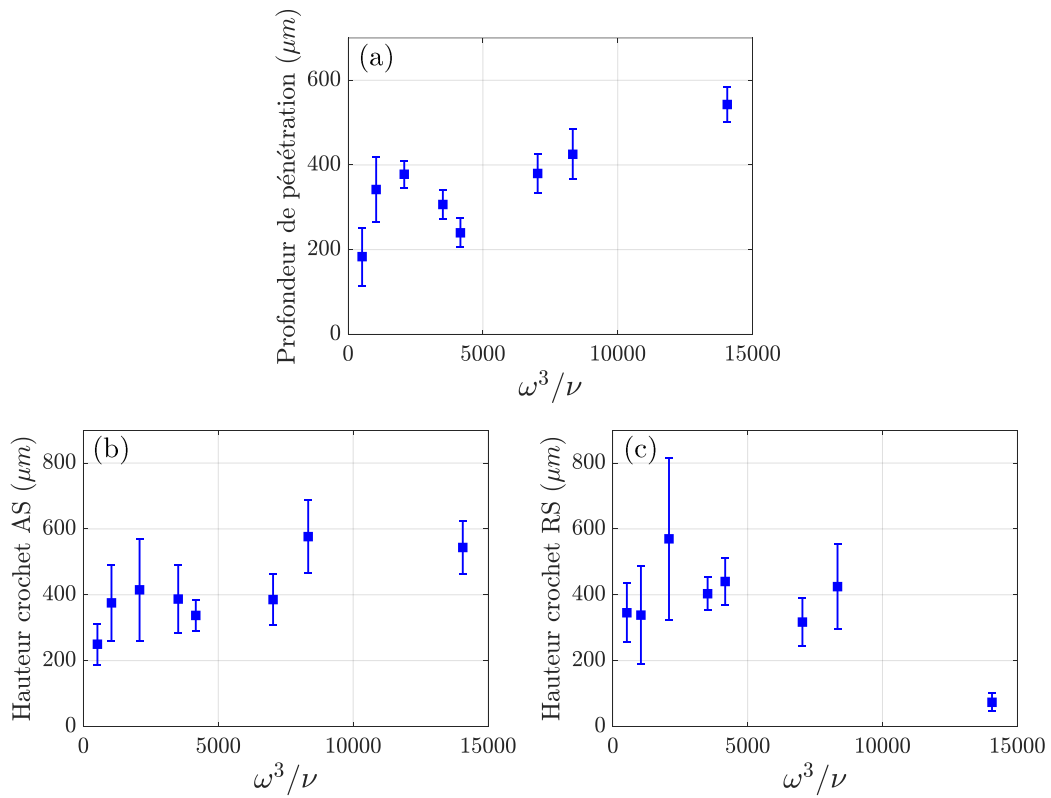


Figure B.2 – Influence de ω^3/ν sur les grandeurs caractéristiques du flux de matière : (a) la profondeur de pénétration, (b) la hauteur du crochet AS et (c) la hauteur du crochet RS.

B.2 Résultats complémentaires des caractérisations du film continu de clad

L'influence des vitesses d'avance et de rotation sur l'aspect du film continu de clad est présentée sur les figures B.3, B.4 et B.5, à la fois sur des coupes transversales de cordon de soudure et sur des éprouvettes de traction rompues.

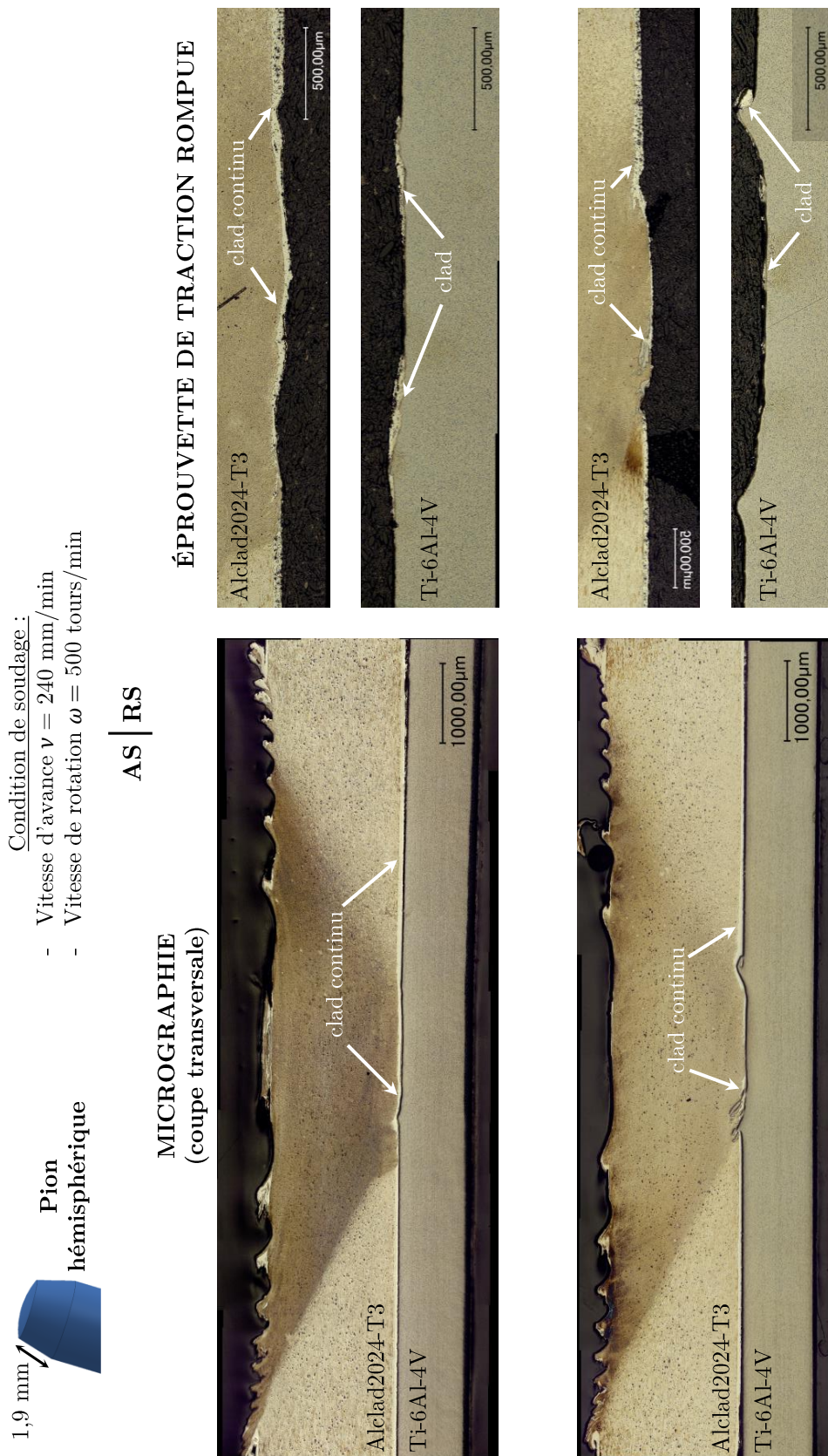


Figure B.3 – Micrographies (coupes transversales) prélevées à différentes positions du cordon et micrographies des éprouvettes de traction-cisaillement après essai, pour la soudure produites à $v = 240$ mm/min et $\omega = 500$ tours/min.

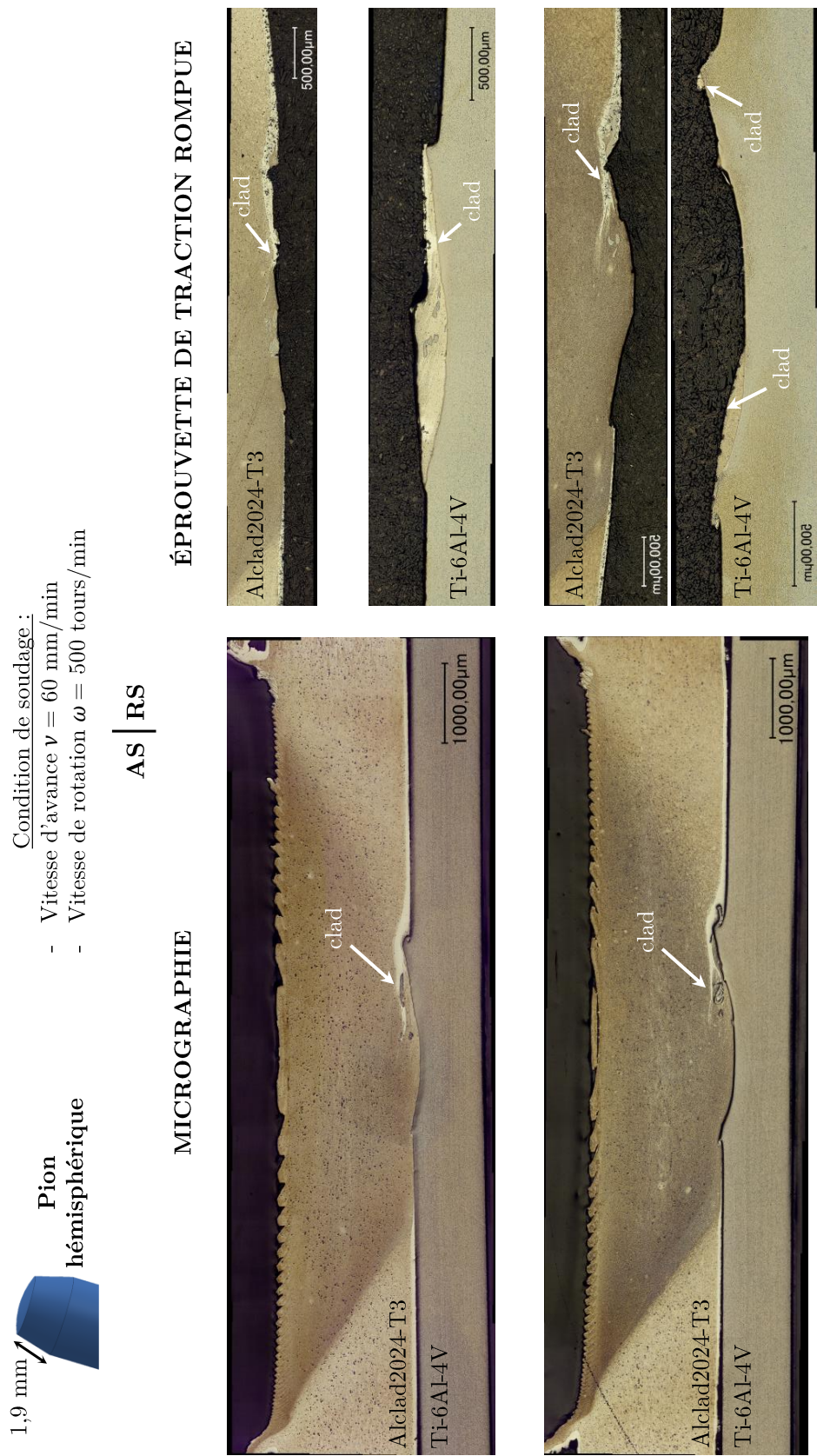


Figure B.4 – Micrographies (coupes transversales) prélevées à différentes positions du cordon et micrographies des éprouvettes de traction-cisaillement après essai, pour la soudure produites à $v = 60$ mm/min et $\omega = 500$ tours/min.

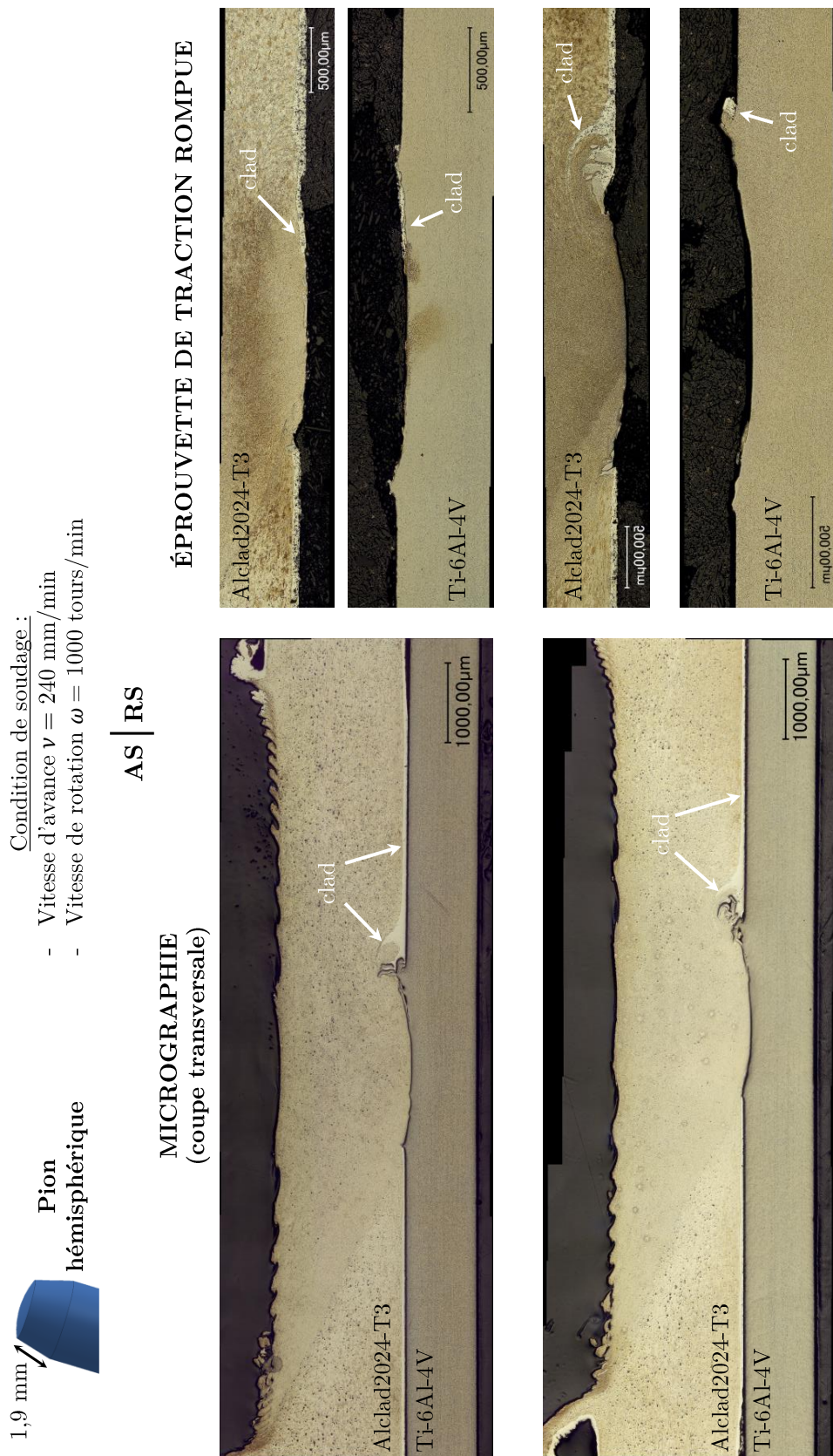


Figure B.5 – Micrographies (coupes transversales) prélevées à différentes positions du cordon et micrographies des éprouvettes de traction-cisaillement après essai, pour la soudure produites à $v = 240$ mm/min et $\omega = 1000$ tours/min.

B.3 Abaque utilisée pour estimer le facteur de concentration de contrainte K_t

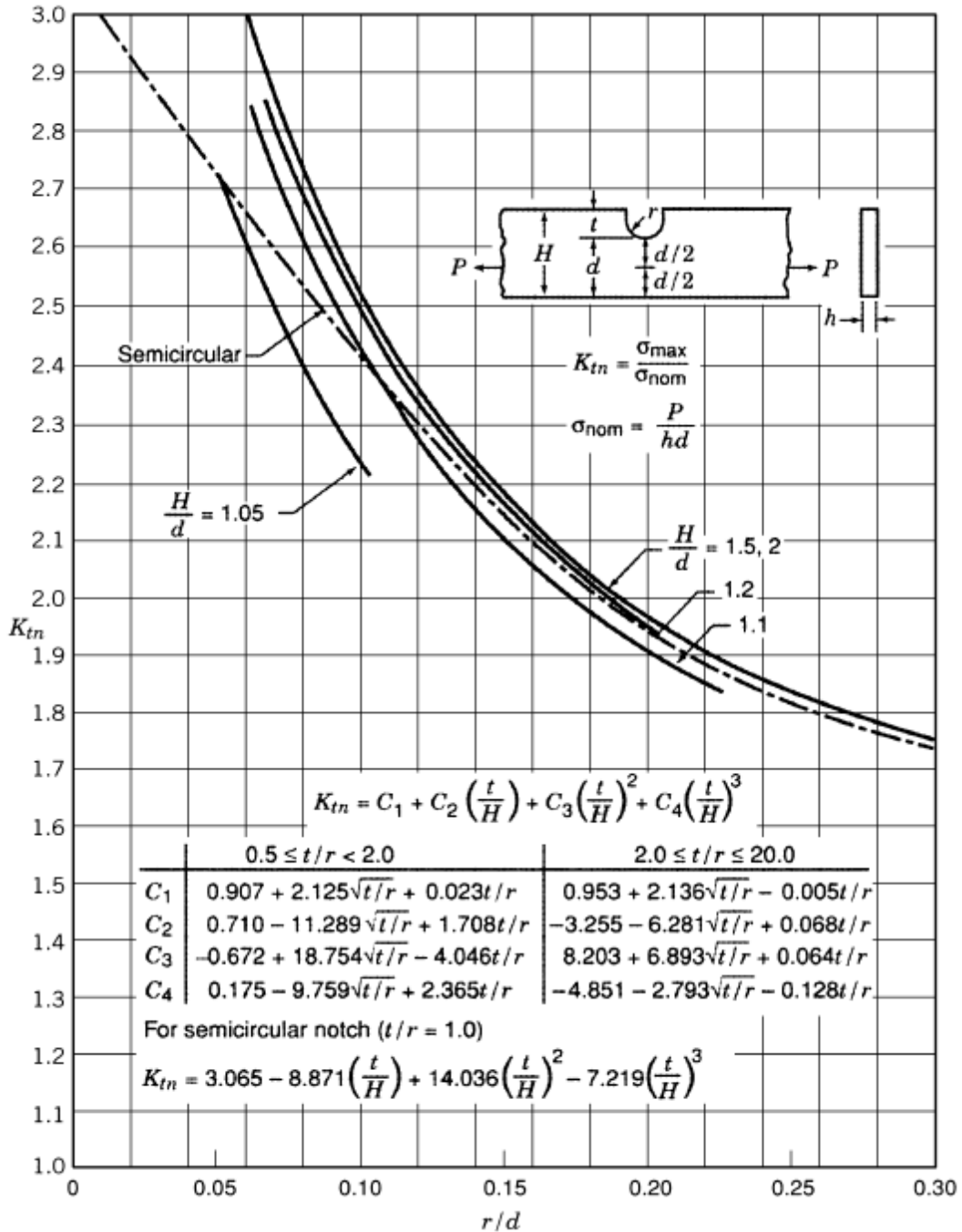


Figure B.6 – Abaque d’une plaque entaillée en U d’un côté et sollicitée en traction [Pilkey+2020].



Annexes du chapitre 4

C.1	Résultats de microsonde de Castaing conduits sur l'interface réactive .	243
C.2	Documents pour l'indexation des clichés de diffraction	244
C.3	Résultats complémentaires des analyses MET de l'interface réactive . .	249

C.1 Résultats de microsonde de Castaing conduits sur l'interface réactive

Le tableau C.1 présente les résultats d'analyse chimique quantitatifs réalisés à la microsonde de Castaing, sur différents pointés à travers la structure lamellaire de l'interface réactive (figure C.1).

Table C.1 – Résultats quantitatifs (en %at.) des analyses EDS réalisées à la microsonde de Castaing sur les métaux de base (Al2024 et Ti-6Al-4V) et sur la zone lamellaire de l'interface réactive (pointés 1 à 9).

	Ti	V	Mg	Cu	Al
Al2024	0,05	0	0,82	1,07	98,07
Ti-6Al-4V	84,36	2,91	0	0,04	12,70
Pointé 1	83,74	2,99	0,02	0,01	12,23
Pointé 2	81,29	4,40	0,04	0,09	14,18
Pointé 3	23,37	1,24	1,20	1,53	72,66
Pointé 4	21,80	1,16	0,82	1,02	75,20
Pointé 5	30,68	1,82	0,71	1,09	65,71
Pointé 6	31,47	1,67	0,87	1,03	64,96
Pointé 7	27,54	1,54	0,97	1,32	68,64
Pointé 8	24,34	1,39	0,85	1,09	72,33
Pointé 9	0,31	0,15	0,33	8,55	90,66

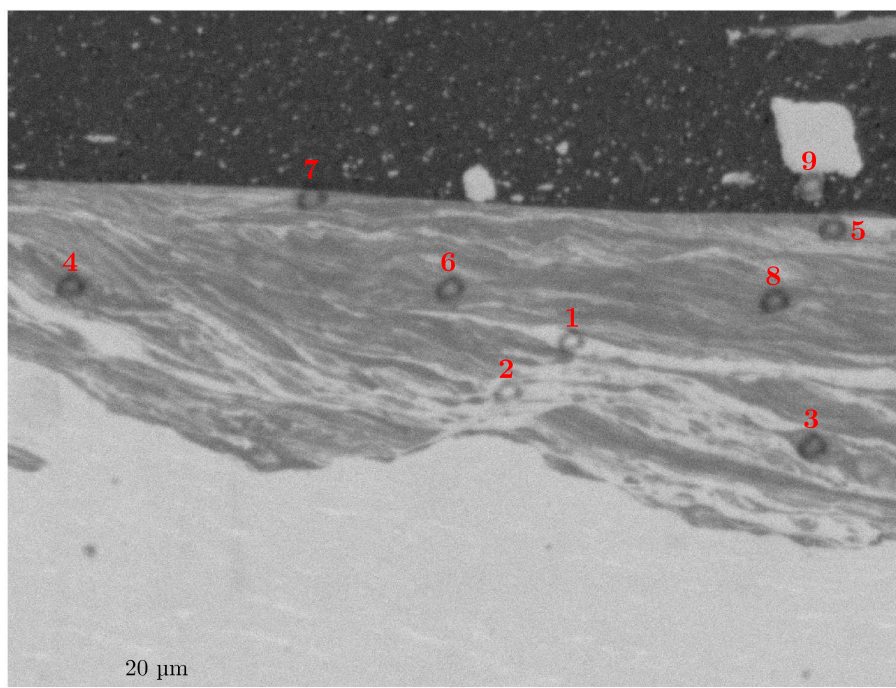


Figure C.1 – Image MEB-BSE faisant apparaître les pointés d’analyse EDS réalisés à la microsonde de Castaing.

C.2 Documents pour l’indexation des clichés de diffraction

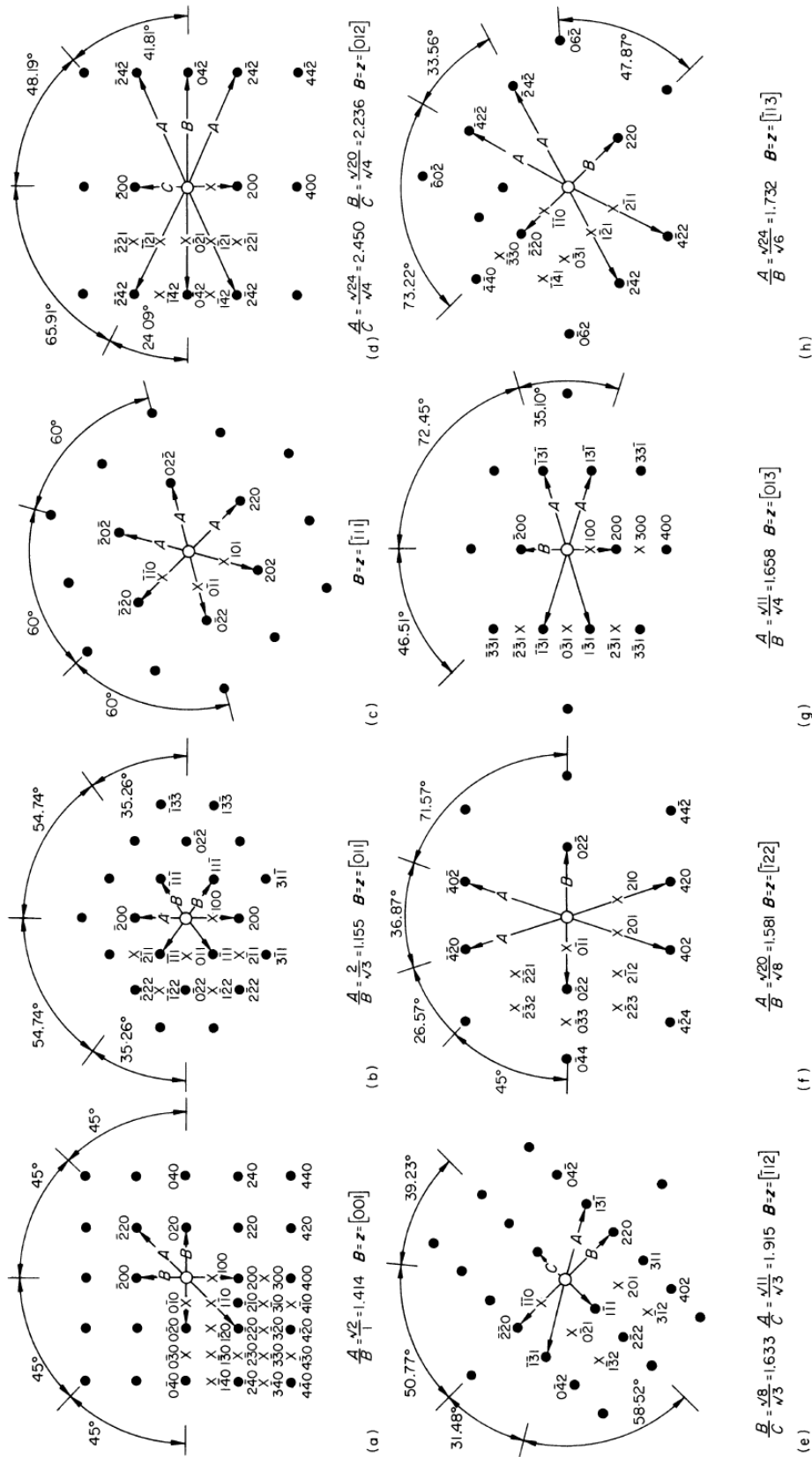


Figure C.2 – Clichés de diffraction théoriques pour la détermination de l'orientation cristallographique d'un cristal de structure CFC (cubique faces centrées) [Edington1975].

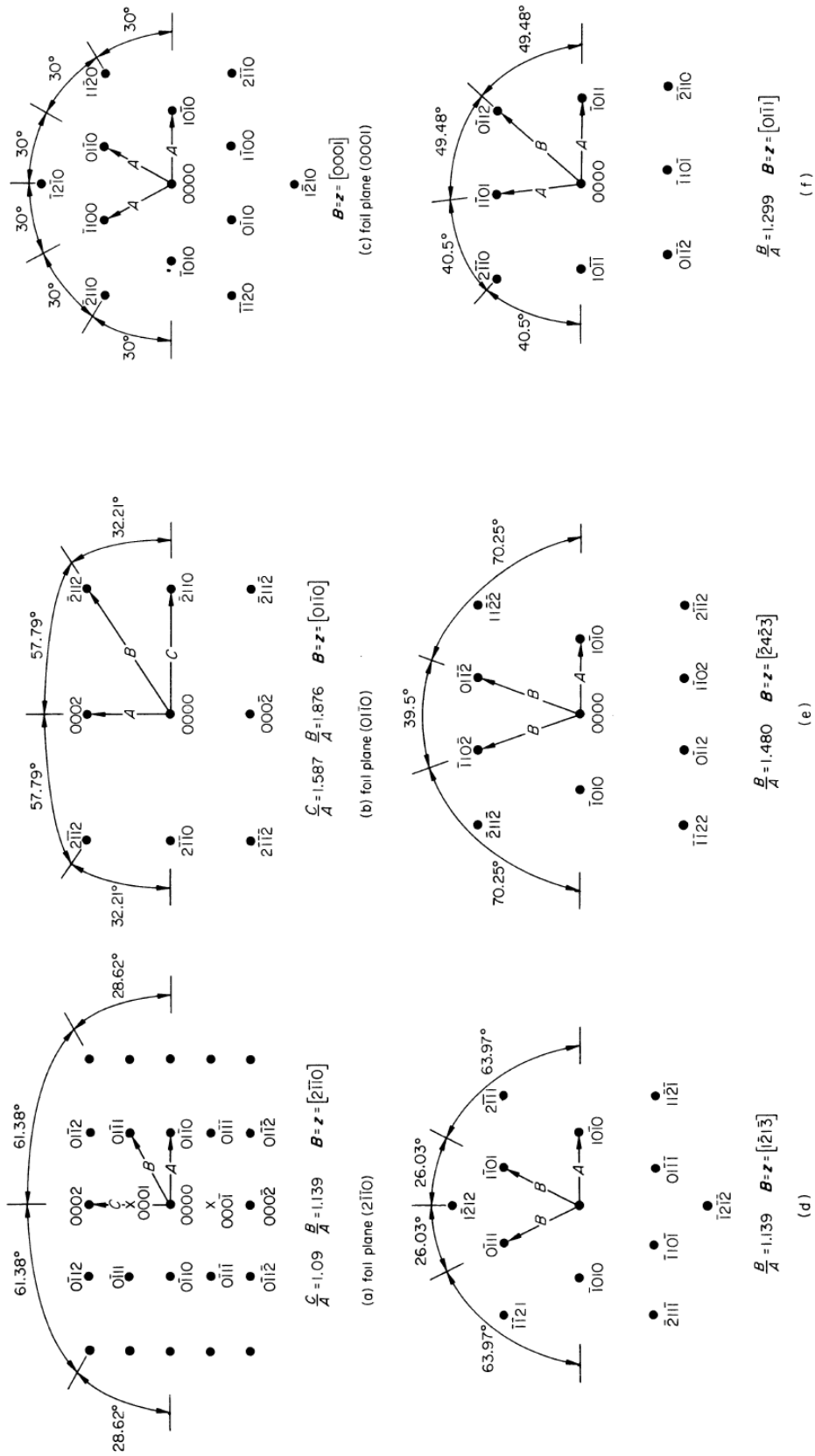


Figure C.4 – Clichés de diffraction théoriques pour la détermination de l'orientation cristallographique d'un cristal de structure HC (hexagonal compacte) [Edington1975].

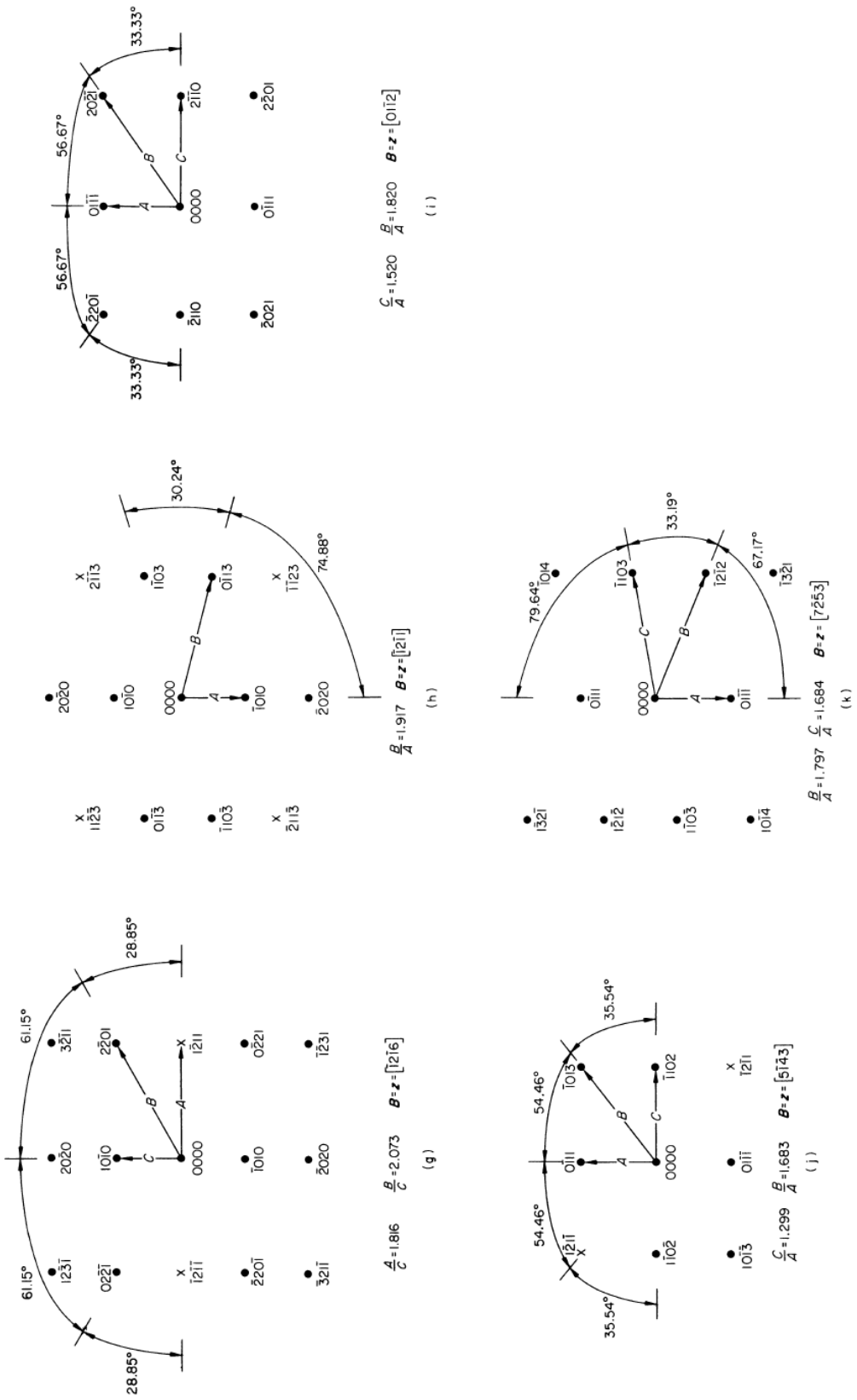


Figure C.5 – Suite de la figure C.4 [Edington1975].

C.3 Résultats complémentaires des analyses MET de l'interface réactive

Les zones d'analyse se situent au sein de la structure lamellaire dans la fenêtre « interface » (figures C.6, C.7 et C.8). Plusieurs zones de compositions différentes (déterminées à partir des résultats de cartographie) sont investiguées. Des clichés de diffraction sont réalisés et permettent d'identifier les phases en présence : le TiAl et le Ti_3Al .

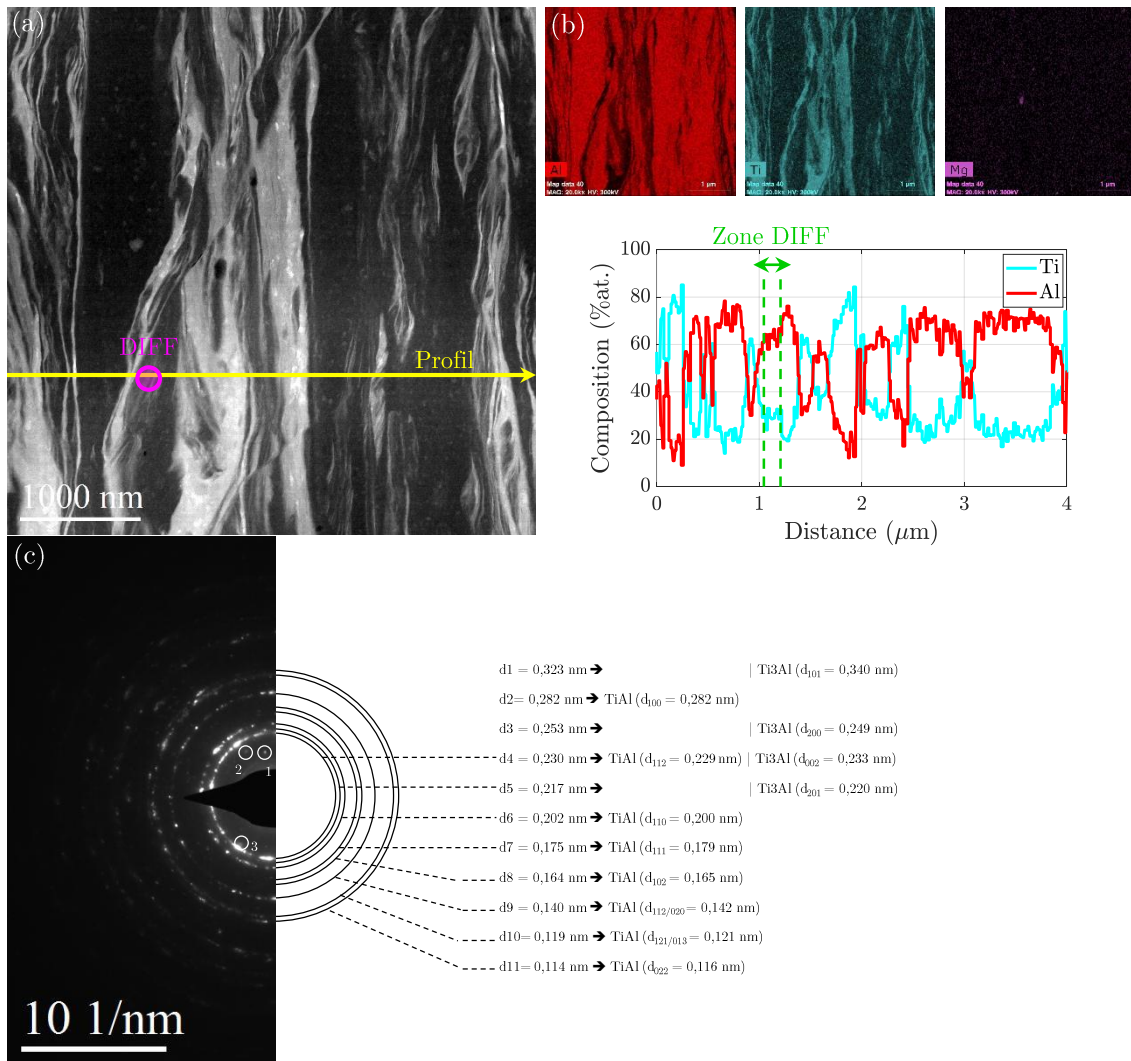


Figure C.6 – Résultats MET (fenêtre interface) de la zone composée à ~ 65 %at. d'Al et 35 %at. de Ti : (a) image HAADF, (b) analyses chimiques et (c) cliché de diffraction indexé.

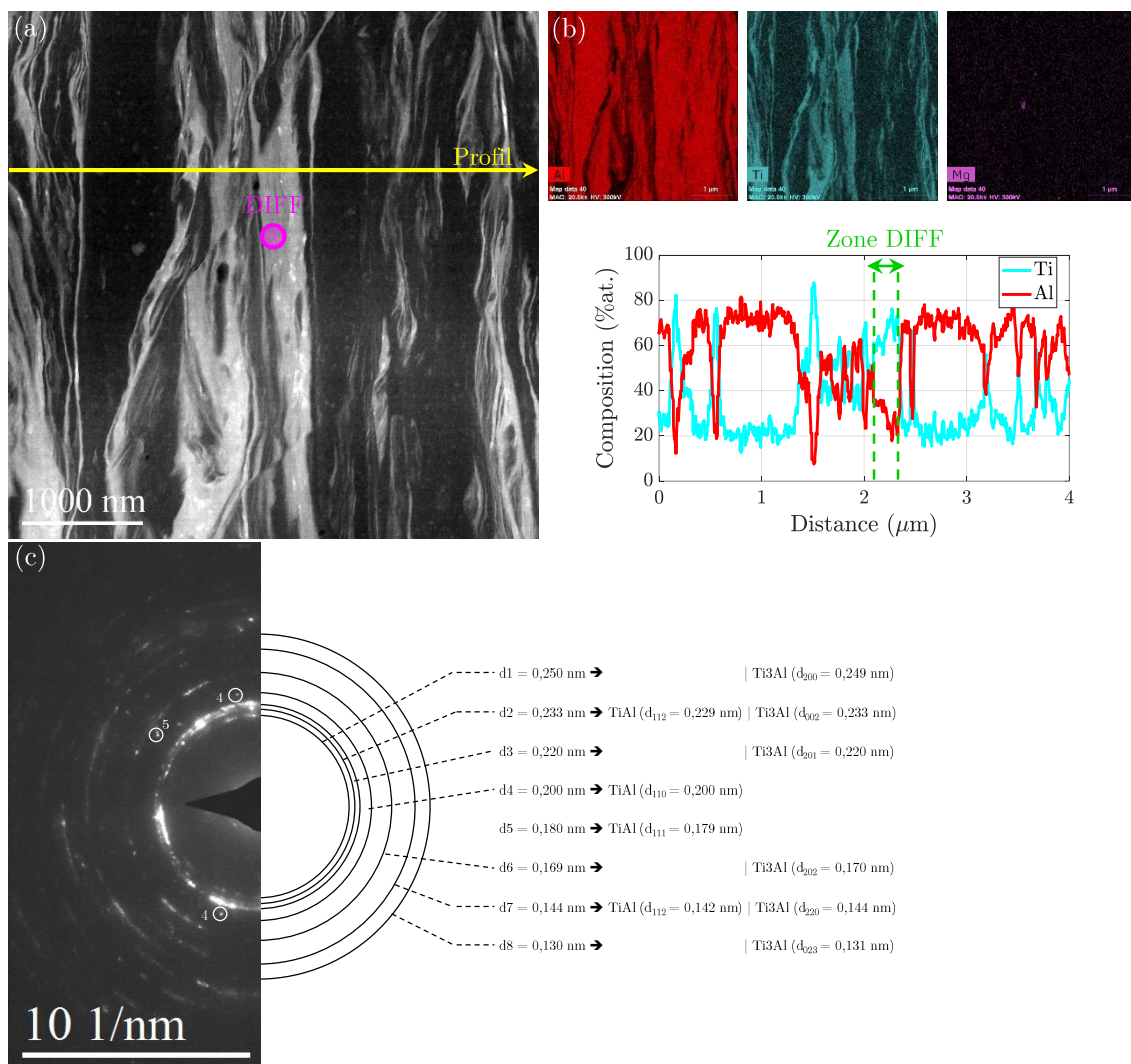


Figure C.7 – Résultats MET (fenêtre interface) de la zone composée à ~ 70 %at. d'Al et 30 %at. de Ti : (a) image HAADF, (b) analyses chimiques et (c) cliché de diffraction indexé.

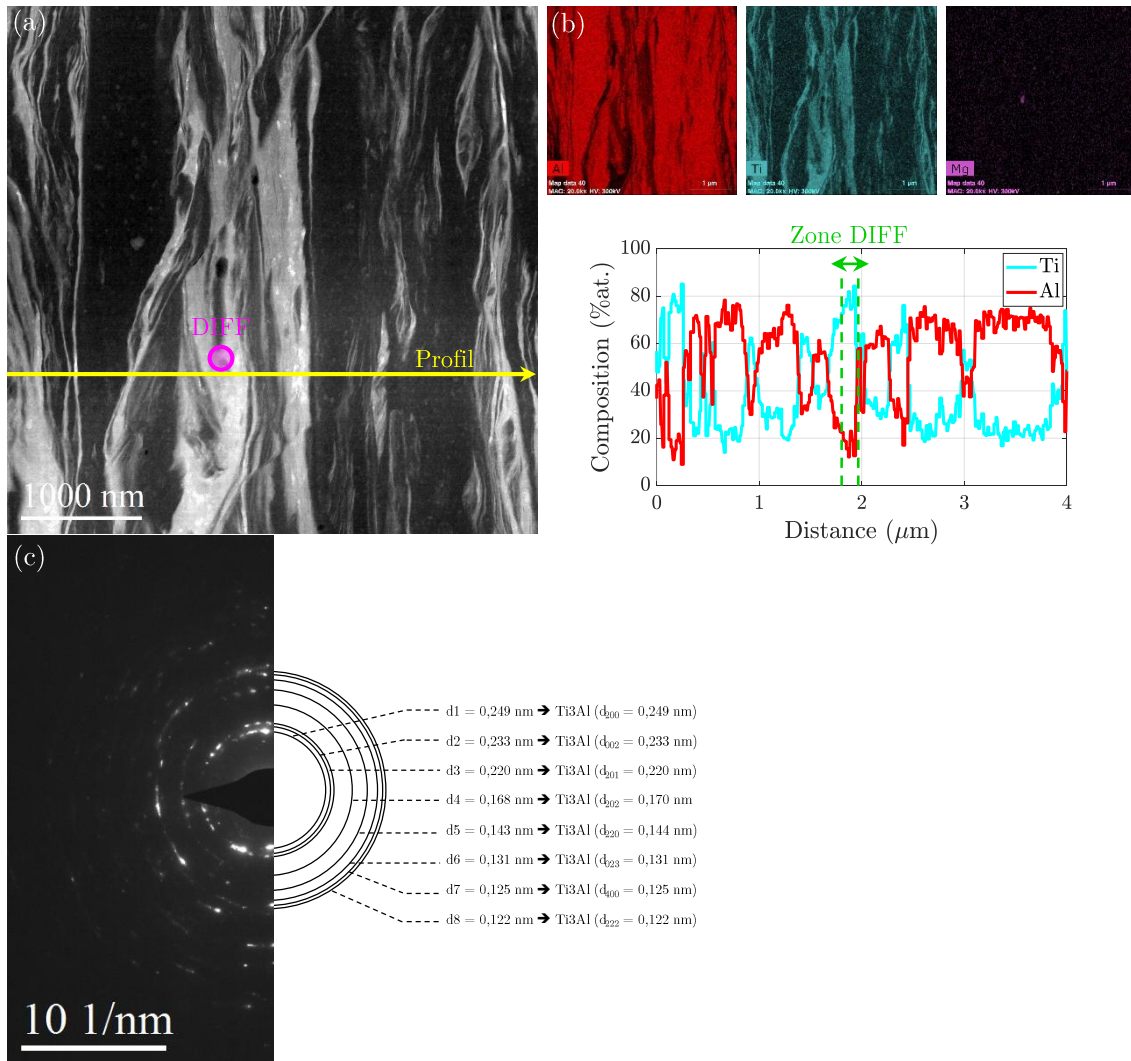


Figure C.8 – Résultats MET (fenêtre interface) de la zone composée à ~ 75 %at. d'Al et 25 %at. de Ti : (a) image HAADF, (b) analyses chimiques et (c) cliché de diffraction indexé.



Bibliographie

- [Abis+2001] S. Abis, M. Massazza, P. Mengucci, and G. Riontino. “Early ageing mechanisms in a high-copper Al-Cu-Mg alloy.” In: *Scripta Materialia* 45.6 (Sept. 2001), pp. 685–691 (cit. on p. 31).
- [Appel+2011] F. Appel, J.D.H. Paul, and M. Oehring. “Constitution.” In: *Gamma Titanium Aluminide Alloys*. John Wiley & Sons, Ltd, 2011. Chap. 2, pp. 5–23 (cit. on p. 178).
- [Arbegast+1998] W. J. Arbegast and P. J. Hartley. “Characteristics of friction stir welded aluminum alloys.” In: *Proceedings of the Fifth International Conference on Trends in Welding Research*. Pine Mountain, USA, June 1998 (cit. on p. 61).
- [Ashby2005] M. F. Ashby. *Materials selection in mechanical design*. Third Edition. Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2005 (cit. on p. 7).
- [AWS1732016] AWS-D17.3. *Specification for Friction Stir Welding of Aluminum Alloys for Aerospace Applications*. Standard. 2016 (cit. on p. 63).
- [Badel2008] P. BADEL. « Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X ». Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Thèse de doct. 2008 (cf. p. 66, 67).
- [Bagaryatsky1952] Y.A. Bagaryatsky. “Structural changes on aging Al-Cu-Mg alloys.” In: *Dokl Akad SSSR*. Vol. 87. 3. 1952, pp. 397–559 (cit. on p. 31).
- [Barbier2010] D. BARBIER. « Analyse de microstructures par la technique EBSD ». In : *Mecamat*. Jan. 2010 (cf. p. 70-73, 223-225).
- [Barriobero Vila2015] P. Barriobero Vila. “Phase transformation kinetics during continuous heating of $\alpha + \beta$ and metastable β titanium alloys.” PhD thesis. Vienna University of Technology, 2015, p. 74 (cit. on pp. 37–39).
- [Bastier2006] A. BASTIER. « Modélisation du soudage d’alliages d’aluminium par friction et malaxage ». Ecole Polytechnique X, thèse de doct. 2006 (cf. p. 8, 21).

-
- [Baudin2010] T. BAUDIN. « [Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur : Essais métallographiques des métaux et alliages* (2010) (cf. p. 70, 71, 73-77, 221, 223).
- [Besharati Givi+2014] M.K. Besharati Givi and P. Asadi. “[1 - General introduction.](#)” In: *Advances in Friction-Stir Welding and Processing*. Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. Woodhead Publishing, 2014, pp. 1–19 (cit. on pp. 11, 16, 17).
- [Blondeau2001] R. BLONDEAU. *Métallurgie et mécanique du soudage*. Traité MIM - Mécanique et Ingénierie des Matériaux Alliages métalliques. Paris : Hermès Science publications, 2001 (cf. p. 91, 147, 148).
- [Bonnet+2008] C. Bonnet, F. Valiorgue, J. Rech, and H. Hamdi. “[Improvement of the numerical modeling in orthogonal dry cutting of an AISI 316L stainless steel by the introduction of a new friction model.](#)” In: *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology* 1.2 (2008), pp. 114–118 (cit. on p. 117).
- [Bousquet2011] E. BOUSQUET. « Durabilité des assemblages soudés stir welding (FSW) : corrélation entre microstructure et sensibilité à la corrosion ». Thèse de doct. Université Bordeaux 1, juil. 2011 (cf. p. 34, 80, 147, 157).
- [Briez2018] L. BRIEZ. « Relations microstructure-propriétés à haute température dans les alliages d'aluminium pour application aéronautique ». PSL Research University. Thèse de doct. 2018 (cf. p. 31, 83).
- [Brown+1980] A.M. Brown and M.F. Ashby. “Correlations for diffusion constants.” In: *Acta Metallurgica* 28.8 (1980), pp. 1085–1101 (cit. on p. 195).
- [Buffa+2009] G. Buffa, G. Campanile, L. Fratini, and A. Prisco. “[Friction stir welding of lap joints: Influence of process parameters on the metallurgical and mechanical properties.](#)” In: *Materials Science and Engineering: A* 519.1 (2009), pp. 19–26 (cit. on pp. 19, 25, 49, 53, 134).
- [Bunge2013] H.J. Bunge. *Texture analysis in materials science: mathematical methods*. Elsevier, 2013 (cit. on p. 76).
- [Campbell2011] F.C. Campbell. *Joining: Understanding the Basics*. Engineering Pro collection. ASM International, 2011 (cit. on p. 8).
- [Cazes2003] R. CAZES. « [Soudage par friction-malaxage](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur : Assemblage des matériaux par soudage* (2003) (cf. p. 10, 11, 18, 63).
- [Cederqvist+2001] L. Cederqvist and A.P. Reynolds. “[Factors affecting the properties of friction stir welded aluminum lap joints.](#)” In: *Welding Journal* 80.12 (2001), 281S–287S (cit. on pp. 19, 24, 25, 49, 53, 134).
- [Chao+1998] Y. J. Chao and X. Qi. “[Thermal and Thermo-Mechanical Modeling of Friction Stir Welding of Aluminum Alloy 6061-T6.](#)” In: *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science* 7.2 (Oct. 1998), pp. 215–233 (cit. on pp. 59, 217).
- [Chen+2008] Y.C. Chen and K. Nakata. “Friction stir lap joining aluminum and magnesium alloys.” In: *Scripta materialia* 58.6 (2008), pp. 433–436 (cit. on p. 84).
- [Chenal+1999] B. CHENAL et J. DRIVER. « [Écrouissage d'alliages d'aluminium](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur : Méthodes de caractérisation et d'analyse des métaux et alliages* (1999) (cf. p. 152).

- [Choi+2018] J.-W. Choi, H. Liu, and H. Fujii. “Dissimilar friction stir welding of pure Ti and pure Al.” In: *Materials Science and Engineering: A* 730 (July 2018), pp. 168–176 (cit. on pp. 40, 41, 183, 196).
- [Colliex2008] C. COLLIEX. *La Microscopie Electronique, (trad. H. Kohl)*. Wiss. Verlag-Ges., 2008 (cf. p. 226, 227, 231).
- [Colligan1999] K. Colligan. “Material flow behavior during friction stir welding of aluminum.” In: *Welding Research - Supplement to the Welding Journal* 78 (1999), pp. 229–237 (cit. on p. 22).
- [Colligan2010] K.J. Colligan. “Chapter 6 - Solid state joining: fundamentals of friction stir welding.” In: *Failure Mechanisms of Advanced Welding Processes*. Ed. by Xin Sun. Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. Woodhead Publishing, 2010, pp. 137–163 (cit. on pp. 10, 11).
- [Courbon+2014] C. Courbon, T. Mabrouki, J. Rech, D. Mazuyer, F. Perrard, and E. D’Eramo. “Further insight into the chip formation of ferritic-pearlitic steels: Microstructural evolutions and associated thermo-mechanical loadings.” In: *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 77 (2014), pp. 34–46 (cit. on p. 128).
- [Cverna2002] F. Cverna. *Thermal properties of metals: asm ready reference. Materials Park*. 2002 (cit. on p. 215).
- [Davis1993] J.R. Davis. *Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM International, 1993 (cit. on p. 30).
- [Demmouche2012] Y. DEMMOUCHE. « Étude du comportement en fatigue d’assemblages soudés par FSW pour applications aéronautiques ». 2012ENAM0050. Thèse de doct. 2012 (cf. p. 147).
- [Denquin1994] A. DENQUIN. « Etude des transformations de phase et approche du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl : une contribution au développement de nouveaux alliages intermétalliques ». Université des Sciences et Technologies de Lille. Thèse de doct. 1994 (cf. p. 178).
- [Deschamps+1998] A. Deschamps, F. Livet, and Y. Bréchet. “Influence of predeformation on ageing in an Al–Zn–Mg alloy—I. Microstructure evolution and mechanical properties.” In: *Acta Materialia* 47.1 (1998), pp. 281–292 (cit. on p. 169).
- [Deschamps+2011] A. Deschamps, T.J. Bastow, F. de Geuser, A.J. Hill, and C.R. Hutchinson. “In situ evaluation of the microstructure evolution during rapid hardening of an Al–2.5Cu–1.5Mg (wt%) alloy.” In: *Acta Materialia* 59.8 (2011), pp. 2918–2927 (cit. on p. 31).
- [DeschauxBeaume2009] F. DESCHAUX-BEAUME. « Matériaux et assemblages hétérogènes : de l’élaboration à la caractérisation mécanique ». Habilitation à diriger des recherches. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2009 (cf. p. 7, 9).
- [Dinzart1994] F. DINZART. « Bandes de cisaillement adiabatique : effets géométriques et effets de conduction ». Université de Metz. Thèse de doct. 1994 (cf. p. 128).
- [Dixit+2007] V. Dixit, R.S. Mishra, R.J. Lederich, and R. Talwar. “Effect of initial temper on mechanical properties of friction stir welded Al-2024 alloy.” In: *Science and Technology of Welding and Joining* 12.4 (2007), pp. 334–340 (cit. on pp. 80, 168, 174).

-
- [Dixit+2009] V. Dixit, R.S. Mishra, R.J. Lederich, and R. Talwar. “Influence of process parameters on microstructural evolution and mechanical properties in friction stirred Al-2024 (T3) alloy.” In: *Science and Technology of Welding and Joining* 14.4 (2009), pp. 346–355 (cit. on pp. 80, 168, 172, 174).
- [Dodd+2012] B. Dodd and Y. Bai. *Adiabatic shear localization: frontiers and advances*. Elsevier, 2012 (cit. on p. 128).
- [Donachie2000] M.J. Donachie. *Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition*. ASM International, 2000 (cit. on pp. 36–39).
- [Dressler+2009] U. Dressler, G. Biallas, and U.A. Mercado. “Friction stir welding of titanium alloy TiAl6V4 to aluminium alloy AA2024-T3.” In: *Materials Science and Engineering: A* 526.1-2 (2009), pp. 113–117 (cit. on pp. 28, 29, 39, 41).
- [Dubost+1991] B. DUBOST et P. SAINFORT. « Durcissement par précipitation des alliages d’aluminium ». In : *Techniques de l’ingénieur - Méthodes de caractérisation et d’analyse des métaux et alliages* (1991) (cf. p. 30-33, 147).
- [Dubost2013] *Les alliages d’aluminium pour l’allègement des structures dans l’aéronautique et la carrosserie automobile*. 2013 (cf. p. 147).
- [Dubourg+2010] L. Dubourg, A. Merati, and M. Jahazi. “Process optimisation and mechanical properties of friction stir lap welds of 7075-T6 stringers on 2024-T3 skin.” In: *Materials and Design* 31.7 (2010), pp. 3324–3330 (cit. on p. 24).
- [Dursun+2014] Tolga Dursun and Costas Soutis. “Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys.” In: *Materials & Design (1980-2015)* 56 (2014), pp. 862–871 (cit. on p. 1).
- [Edington1975] J.W. Edington. “Electron Diffraction in the Electron Microscope.” In: *Electron Diffraction in the Electron Microscope*. London: Macmillan Education UK, 1975, pp. 1–77 (cit. on pp. 245–248).
- [Elmer+2005] J.W. Elmer, T.A. Palmer, S.S. Babu, and E.D. Specht. “In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti–6Al–4V.” In: *Materials Science and Engineering: A* 391.1-2 (2005), pp. 104–113 (cit. on pp. 37, 125).
- [Engler+2009] O. Engler and V. Randle. *Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping, Second Edition*. CRC Press, 2009 (cit. on pp. 70, 222–224).
- [ESAB2011] ESAB. *Friction stir welding*. Tech. rep. Sweden, 2011 (cit. on p. 16).
- [Escriba2005] C. ESCRIBA. « Conception, réalisation et caractérisation de capteurs infrarouges à thermopiles : application à la détection de présence passive dans l’habitat ». Thèse de doct. Université Paul Sabatier - Toulouse III, déc. 2005 (cf. p. 210, 212).
- [Feulvarch2016] E. FEULVARCH. « Modélisation numérique du procédé de soudage par friction malaxage ». In : *Techniques de l’ingénieur : Assemblage des matériaux par soudage* (2016) (cf. p. 12, 21, 27).
- [Fonda+2011] R.W. Fonda and K.E. Knipling. “Texture development in friction stir welds.” In: *Science and Technology of welding and joining* 16.4 (2011), pp. 288–294 (cit. on pp. 165, 167).

- [Frederique2017] L. FREDERIQUE. « Identification et réduction de l'artefact métallique en tomographie à rayons X ». Université de Bordeaux. Thèse de doct. 2017 (cf. p. 113).
- [Fu+2013] R.-D. Fu, J.-F. Zhang, Y.-J. Li, J. Kang, H.-J. Liu, and F.-C. Zhang. “Effect of welding heat input and post-welding natural aging on hardness of stir zone for friction stir-welded 2024-T3 aluminum alloy thin-sheet.” In: *Materials Science and Engineering: A* 559 (2013), pp. 319–324 (cit. on pp. 35, 177).
- [Galand2011] R. GALAND. « Caractérisation physique de la microstructure des interconnexions avancées Cu/Low-k pour l'étude des défaillances par électromigration ». Université de Grenoble. Thèse de doct. 2011 (cf. p. 71, 72, 224).
- [Gallais+2007] C. Gallais, A. Simar, D. Fabregue, A. Denquin, G. Lapasset, B. De Meester, Y. Brechet, and T. Pardoen. “Multiscale analysis of the strength and ductility of AA 6056 aluminum friction stir welds.” In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 38.5 (2007), pp. 964–981 (cit. on pp. 147, 148).
- [Genevois+2005] C. Genevois, A. Deschamps, A. Denquin, and B. Doisneau-Cottignies. “Quantitative investigation of precipitation and mechanical behaviour for AA2024 friction stir welds.” In: *Acta Materialia* 53.8 (2005), pp. 2447–2458 (cit. on pp. 32, 34, 80, 147, 168, 172, 174).
- [Genevois2004] C. GENEVOIS. « Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 et 5000 et comportement mécanique résultant ». Thèse de doct. Institut National Polytechnique de Grenoble, sept. 2004 (cf. p. 26, 34, 35, 80, 81, 83, 147, 174).
- [Geyer+2021] M. Geyer, V. Vidal, T. Pottier, C. Boher, and F. Rézaï-Aria. “Investigations on the material flow and the role of the resulting hooks on the mechanical behaviour of dissimilar friction stir welded Al2024-T3 to Ti-6Al-4V overlap joints.” In: *Journal of Materials Processing Technology* 292 (2021), p. 117057 (cit. on p. 90).
- [Graebel2001] W. Graebel. *Engineering Fluid Mechanics*. Engineering fluid mechanics. Taylor & Francis, 2001 (cit. on p. 118).
- [Gratecap+2012] F. Gratecap, M. Girard, S. Marya, and G. Racineux. “Exploring material flow in friction stir welding: tool eccentricity and formation of banded structures.” In: *International journal of material forming* 5.2 (2012), pp. 99–107 (cit. on p. 22).
- [Gratecap2007] F. GRATECAP. « Études du procédé de soudage par frottement et malaxage (FSW) ». Université de Nantes. Thèse de doct. 2007 (cf. p. 120, 121).
- [Guedoiri2012] A. GUEDOIRI. « Contribution à la modélisation et à la simulation numérique du soudage par friction et malaxage ». ENSAM. Thèse de doct. 2012 (cf. p. 26).
- [Guillo2014] M. GUILLO. « Commande en effort robuste et compensation de trajectoire en temps réel pour les robots industriels sous fortes charges : application au soudage par friction malaxage robotisé (RFSW) ». INSA de Rennes. Thèse de doct. 2014 (cf. p. 15).
- [Guo+1991] W. Guo, S. Martelli, N. Burgio, M. Magini, F. Padella, E. Paradiso, and I. Soletta. “Mechanical alloying of the Ti-Al system.” In: *Journal of materials science* 26.22 (1991), pp. 6190–6196 (cit. on p. 196).

-
- [Heidarzadeh+2020] A. Heidarzadeh, S. Mironov, R. Kaibyshev, G. Çam, A. Simar, A. Gerlich, F. Khodabakhshi, A. Mostafaei, D.P. Field, J.D. Robson, A. Deschamps, and P.J. Withers. “[Friction stir welding/processing of metals and alloys: A comprehensive review on microstructural evolution.](#)” In: *Progress in Materials Science* (2020), p. 100752 (cit. on pp. 156, 163, 168, 206).
- [Hovanski+2017] Y. Hovanski, R. Mishra, Y. Sato, P. Upadhyay, and D. Yan. *Friction Stir Welding and Processing IX*. The Minerals, Metals & Materials Series. Springer International Publishing, 2017 (cit. on p. 147).
- [Huang+2017] Y. Huang, Z. Lv, L. Wan, J. Shen, and J.F. Dos Santos. “[A new method of hybrid friction stir welding assisted by friction surfacing for joining dissimilar Ti/Al alloy.](#)” In: *Materials Letters* 207 (Nov. 2017), pp. 172–175 (cit. on p. 40).
- [Huang+2018] Y. Huang, X. Meng, Y. Xie, L. Wan, Z. Lv, J. Cao, and J. Feng. “Friction stir welding/processing of polymers and polymer matrix composites.” In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 105 (2018), pp. 235–257 (cit. on p. 11).
- [Humphreys+2004] “[Chapter 3 - Deformation Textures.](#)” In: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*. Ed. by F.J. Humphreys and M. Hatherly. Second Edition. Elsevier, 2004, pp. 67–89 (cit. on p. 77).
- [ISO259012016] ISO25901. *Soudage et techniques connexes — Vocabulaire — Partie 3 : Procédés de soudage*. Standard. Organisation internationale de normalisation, mar. 2016 (cf. p. 7).
- [Jana+2010] S. Jana, Y. Hovanski, and G. J. Grant. “Friction stir lap welding of magnesium alloy to steel: a preliminary investigation.” In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 41.12 (2010), pp. 3173–3182 (cit. on p. 84).
- [Jemal2011] N. JEMAL. « Qualification du domaine de soudabilité en soudage par friction malaxage ». ENSAM. Thèse de doct. 2011, 1 vol. (157 p.) (Cf. p. 22, 23).
- [Jones+2005] M.J. Jones, P. Heurtier, C. Desrayaud, F. Montheillet, D. Allehaux, and J.H. Driver. “[Correlation between microstructure and microhardness in a friction stir welded 2024 aluminium alloy.](#)” In: *Scripta Materialia* 52.8 (2005), pp. 693–697 (cit. on pp. 168, 172, 174).
- [Kadlec+2015] M. Kadlec, R. Růžek, and L. Nováková. “[Mechanical behaviour of AA 7475 friction stir welds with the kissing bond defect.](#)” In: *International Journal of Fatigue* 74 (2015), pp. 7–19 (cit. on p. 19).
- [Kar+2018] A. Kar, S. Suwas, and S. V. Kailas. “[Two-pass friction stir welding of aluminum alloy to titanium alloy: A simultaneous improvement in mechanical properties.](#)” In: *Materials Science and Engineering: A* 733 (2018), pp. 199–210 (cit. on pp. 28, 29, 39, 41, 53, 65).
- [Karlik+2008a] M. KARLIK et B. JOUFFREY. « [Étude des métaux par microscopie électronique en transmission \(MET\) - Formation des images](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages* (2008) (cf. p. 229, 230, 232, 233).
- [Karlik+2008b] M. KARLIK et B. JOUFFREY. « [Étude des métaux par microscopie électronique en transmission \(MET\) - Microscope, échantillons et diffraction](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages* (2008) (cf. p. 226, 230).

- [Kattner+1992] U.R. Kattner, J.-C. Lin, and Y.A. Chang. “Thermodynamic assessment and calculation of the Ti-Al system.” In: *Metallurgical Transactions A* 23.8 (1992), pp. 2081–2090 (cit. on p. 193).
- [Kerisit+2010] C. KERISIT, S. JACOMET, N. BOZZOLO, M. HOUILLON, W. GESLIN, V. LLORCA et R. E. LOGÉ. « Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la recristallisation ». In : (oct. 2010). Sous la dir. de Fédération Française des MATÉRIAUX, p. 9 (cf. p. 74, 75).
- [Khalilabad+2018] M.M. Khalilabad, Y. Zedan, D. Texier, M. Jahazi, and P. Bocher. “Effect of tool geometry and welding speed on mechanical properties of dissimilar AA2198–AA2024 FSWed joint.” In: *Journal of Manufacturing Processes* 34 (2018), pp. 86–95 (cit. on p. 84).
- [Kociak2007] M. KOCIAK. « Introduction à la microscopie électronique ». In : *École thématique de la Société Française de la Neutronique* 12 (2007), p. 61-74 (cf. p. 226, 227).
- [Lan+2019] J. Lan, X. Shen, J. Liu, and L. Hua. “Strengthening mechanisms of 2A14 aluminum alloy with cold deformation prior to artificial aging.” In: *Materials Science and Engineering: A* 745 (2019), pp. 517–535 (cit. on p. 169).
- [Léaux2012] F. LÉAUX. « Relation entre microstructure et fatigue d’un acier ferritique utilisé dans l’industrie automobile : élaboration d’indicateurs d’endommagement ». Université Lille 1. Thèse de doct. 2012 (cf. p. 223, 225).
- [Lee+2008] C.-Y. Lee, W.-B. Lee, J.-W. Kim, D.-H. Choi, Y.-M. Yeon, and S.-B. Jung. “Lap joint properties of FSWed dissimilar formed 5052 Al and 6061 Al alloys with different thickness.” In: *Journal of Materials Science* 43.9 (2008), pp. 3296–3304 (cit. on p. 24).
- [Legrand2015] V. LEGRAND. « Modélisation des processus de précipitation et prédiction des propriétés mécaniques résultantes dans les alliages d’aluminium à durcissement structural : Application au soudage par Friction Malaxage (FSW) de tôles AA2024 ». Thèse de doct. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, déc. 2015 (cf. p. 80).
- [Li+1999] Y. Li, L.E. Murr, and J.C. McClure. “Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum.” In: *Materials Science and Engineering: A* 271.1-2 (1999), pp. 213–223 (cit. on p. 22).
- [Li+2014] B. Li, Z. Zhang, Y. Shen, W. Hu, and L. Luo. “Dissimilar friction stir welding of Ti-6Al-4V alloy and aluminum alloy employing a modified butt joint configuration: Influences of process variables on the weld interfaces and tensile properties.” In: *Materials & Design* 53 (2014), pp. 838–848 (cit. on p. 28).
- [Lienert+2011] T. Lienert, T. Siewert, S. Babu, and V. Acoff. *Welding Fundamentals and Processes*. Vol. 6A. ASM Handbook International, Oct. 2011 (cit. on pp. 7, 9).
- [Liu+2016] H. Liu, Y. Hu, Y. Peng, C. Dou, and Z. Wang. “The effect of interface defect on mechanical properties and its formation mechanism in friction stir lap welded joints of aluminum alloys.” In: *Journal of Materials Processing Technology* 238 (2016), pp. 244–254 (cit. on p. 24).

-
- [Liu+2018] F.C. Liu, Y. Hovanski, M.P. Miles, C.D. Sorensen, and T.W. Nelson. “A review of friction stir welding of steels: Tool, material flow, microstructure, and properties.” In: *Journal of Materials Science & Technology* 34.1 (2018), pp. 39–57 (cit. on p. 11).
- [Liu+2019] X.C. Liu, Y.F. Sun, T. Nagira, K. Ushioda, and H. Fujii. “Strain rate dependent micro-texture evolution in friction stir welding of copper.” In: *Materialia* 6 (2019), p. 100302 (cit. on p. 167).
- [Lohwasser+2009] D. Lohwasser and Z. Chen. *Friction Stir Welding: From Basics to Applications*. Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. Elsevier Science, Dec. 2009, pp. 1–424 (cit. on pp. 11, 14, 19).
- [Lu+1998] J. LU et H.-P. LIEURADE. « Concentration de contraintes ». In : *Techniques de l'ingénieur : Calcul et modélisation en mécanique* (1998) (cf. p. 135).
- [Lü+2013] L. Lü and M.O. Lai. *Mechanical Alloying*. Springer US, 2013 (cit. on pp. 196, 197).
- [Lütjering+2000] G. Lütjering, J.C. Williams, and A. Gysler. “Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Alloys.” In: *Microstructure and Properties of Materials*. Oct. 2000. Chap. 1, pp. 1–77 (cit. on p. 38).
- [Ma+2018] Z. Y. Ma, A. H. Feng, D. L. Chen, and J. Shen. “Recent Advances in Friction Stir Welding/Processing of Aluminum Alloys: Microstructural Evolution and Mechanical Properties.” In: *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 43.4 (2018), pp. 269–333 (cit. on pp. 34, 156, 163, 165, 168).
- [Martinsen+2015] K. Martinsen, S. J. Hu, and B. E. Carlson. “Joining of dissimilar materials.” In: *CIRP Annals* 64.2 (Jan. 2015), pp. 679–699 (cit. on pp. 1, 10).
- [Mathers2002] G. Mathers. *The Welding of Aluminium and its Alloys*. Woodhead publishing, 2002 (cit. on pp. 8, 54).
- [McQueen+1975] H.J. McQueen and J.J. Jonas. “Recovery and Recrystallization during High Temperature Deformation.” In: *Plastic Deformation of Materials*. Ed. by R.J. Arsenault. Vol. 6. Treatise on Materials Science & Technology. Elsevier, 1975, pp. 393–493 (cit. on p. 163).
- [Messler2004] R. W. Messler. *Joining of Materials and Structures: From Pragmatic Process to Enabling Technology*. Butterworth-Heinemann, 2004 (cit. on pp. 8, 9, 176, 207).
- [Messler2008] R.W. Messler. *Principles of Welding: Processes, Physics, Chemistry, and Metallurgy*. Wiley, 2008 (cit. on p. 7).
- [Messler2019] R.W. Messler. *A Practical Guide to Welding Solutions: Overcoming Technical and Material-Specific Issues*. Wiley, 2019 (cit. on pp. 7, 9).
- [Michel2016] A. MICHEL. « Pièces mécaniques soudées - Comportement élastique ». In : *Techniques de l'ingénieur - Assemblages et fixations mécaniques* (2016) (cf. p. 134).
- [Minkina+2009] W. Minkina and S. Dudzik. *Infrared Thermography: Errors and Uncertainties*. Wiley, 2009 (cit. on pp. 210, 211).
- [Mironov+2018] S. Mironov, Y.S. Sato, and H. Kokawa. “Friction-stir welding and processing of Ti-6Al-4V titanium alloy: A review.” In: *Journal of Materials Science & Technology* 34.1 (2018), pp. 58–72 (cit. on p. 11).

- [Mishra+2005] R. S. Mishra and Z.Y. Ma. “Friction stir welding and processing.” In: *Materials science and engineering: R: reports* 50.1-2 (2005), pp. 1–78 (cit. on pp. 11, 12, 147).
- [Montheillet2009] F. MONTHEILLET. « [Métallurgie en mise en forme à chaud](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur - Mise en forme des métaux : aspects rhéologiques et métallurgiques* (2009) (cf. p. 163).
- [Murr+2002] L.E. Murr, E.A. Trillo, S. Pappu, and C. Kennedy. “[Adiabatic shear bands and examples of their role in severe plastic deformation](#).” In: *Journal of materials science* 37.16 (2002), pp. 3337–3360 (cit. on p. 128).
- [Murr+2009] L.E. Murr, A.C. Ramirez, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, E.Y. Martinez, D.H. Hernandez, and E. Martinez. “[Microstructure evolution associated with adiabatic shear bands and shear band failure in ballistic plug formation in Ti-6Al-4V targets](#).” In: *Materials Science and Engineering: A* 516.1-2 (2009), pp. 205–216 (cit. on p. 128).
- [Murr2010] L. Murr. “A review of FSW research on dissimilar metal and alloy systems.” In: *Journal of Materials Engineering and Performance* 19.8 (2010), pp. 1071–1089 (cit. on p. 11).
- [Murry+2010] G. Murry and D. Kaplan. “Traditional Welding Processes.” In: *Metalurgy and Mechanics of Welding*. John Wiley & Sons, Ltd, 2010. Chap. 1, pp. 1–30 (cit. on p. 7).
- [Murry1994] G. MURRY. « [Soudage et soudabilité métallurgique des métaux](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur - Mise en forme des métaux : aspects mécaniques et thermiques* (1994) (cf. p. 8).
- [Nandan+2008] R. Nandan, T. DebRoy, and H.K.D.H. Bhadeshia. “Recent advances in friction stir welding process, weldment structure and properties.” In: *Progress in Materials Science* 53.6 (2008), pp. 980–1023 (cit. on p. 11).
- [Niel2011] A. NIEL. « Etude et modélisation du phénomène de fissuration à chaud en soudage à l’arc : Application à l’alliage d’aluminium 6061 ». Thèse de doct. Université de Montpellier, nov. 2011 (cf. p. 8).
- [Nosko+] M. Nosko and L. Orovcik. *Simulation of interaction trajectories between incident electron beam and specimen*. URL: <http://www.umms.sav.sk/6445-en/simulation-of-interaction-trajectories-between-incident-electron-beam-and-specimen/>. (accessed: 02.09.2021) (cit. on p. 183).
- [Paillard2014] P. PAILLARD. « [Procédés de soudage - Introduction](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur : Assemblage des matériaux par soudage* (2014) (cf. p. 7).
- [Pajani2013] D. PAJANI. « [Thermographie Principes et mesure](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Mesure de température : généralités, échelles de température et étalonnage* (2013) (cf. p. 209-212).
- [Patou2018] J. PATOU. « Élaboration de pièces composites complexes par consolidation autoclave à partir de préformes textiles thermoplastiques renforcées fibres de carbone ». Thèse de doct. Ecole des Mines d’Albi-Carmaux, oct. 2018 (cf. p. 66, 67).

-
- [Peters+2003] M. Peters, J. Kumpfert, C.H. Ward, and C. Leyens. “Titanium Alloys for Aerospace Applications.” In: *Advanced Engineering Materials* 5.6 (2003), pp. 419–427. eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adem.200310095> (cit. on p. 36).
- [Peters+2005] M. Peters and C. Leyens. “Fabrication of Titanium Alloys.” In: *Titanium and Titanium Alloys*. John Wiley & Sons, Ltd, 2005. Chap. 8, pp. 245–261 (cit. on p. 36).
- [Picot+2017] F. Picot, A. Gueydan, and E. Hug. “Influence of friction stir welding parameters on titanium-aluminum heterogeneous lap joining configuration.” In: *AIP Conference Proceedings*. Vol. 1896. 1. AIP Publishing LLC. 2017, p. 050008 (cit. on p. 84).
- [Picot2018] F. PICOT. « Optimisation des conditions de mise en oeuvre de la jonction Ti/Al par FSW : influences des propriétés mécaniques et métallurgiques des interfaces ». Université de Caen Normandie. Thèse de doct. 2018 (cf. p. 28, 29, 34, 40, 42, 43).
- [Pilkey+2020] W. D. Pilkey, D. F. Pilkey, and Z. Bi. *Peterson’s Stress Concentration Factors*. John Wiley & Sons, Feb. 2020 (cit. on pp. 135, 136, 242).
- [Polmear+2017] I. Polmear, D. St-John, J.-F. Nie, and M. Qian. *Light alloys: metallurgy of the light metals*. Butterworth-Heinemann, 2017 (cit. on p. 30).
- [Pretorius+1993] R. Pretorius, T.K. Marais, and C.C. Theron. “Thin film compound phase formation sequence: An effective heat of formation model.” In: *Materials Science Reports* 10.1 (1993), pp. 1–83 (cit. on pp. 193–195).
- [Proietti2016] A. PROIETTI. « Rhéologie d’agrégats olivine-orthopyroxène sous haute pression ». Université Toulouse III - Paul Sabatier. Thèse de doct. 2016 (cf. p. 76).
- [Quainoo+2004] G.K. Quainoo and S. Yannacopoulos. “The effect of cold work on the precipitation kinetics of AA6111 aluminum.” In: *Journal of materials science* 39.21 (2004), pp. 6495–6502 (cit. on p. 169).
- [Rai+2011] R. Rai, A. De, H. K. D. H. Bhadeshia, and T. DebRoy. “Review: friction stir welding tools.” In: *Science and Technology of Welding and Joining* 16.4 (2011), pp. 325–342 (cit. on pp. 17, 52, 143).
- [Rech+2013] J. Rech, P. J. Arrazola, C. Claudin, C. Courbon, F. Pusavec, and J. Kopac. “Characterisation of friction and heat partition coefficients at the tool-work material interface in cutting.” In: *CIRP Annals* 62.1 (Jan. 2013), pp. 79–82 (cit. on p. 117).
- [Robe2017] H. ROBE. « Apports à la compréhension du soudage FSW hétérogène d’alliages d’aluminium par une approche expérimentale et numérique ». Ecole centrale de Lyon et école Nationale d’Ingénieurs de Saint-Etienne. Thèse de doct. 2017 (cf. p. 21, 27, 147).
- [Schmidt+2008] H. B. Schmidt and J. H. Hattel. “Thermal modelling of friction stir welding.” In: *Scripta Materialia* 58.5 (2008), pp. 332–337 (cit. on p. 21).
- [Schmitt+2016] J.-H. SCHMITT et T. IUNG. « Durcissement des alliages métalliques - Impact de la microstructure sur la déformation plastique ». In : *Techniques de l’ingénieur - Méthodes de caractérisation et d’analyse des métaux et alliages* (2016) (cf. p. 151).

- [Schreier+2009] H. Schreier, J.-J. Orteu, M. A. Sutton, et al. *Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications*. Vol. 1. Springer, 2009 (cit. on p. 85).
- [Schuster+2006] J.C. Schuster and M. Palm. “Reassessment of the binary aluminum-titanium phase diagram.” In: *Journal of phase equilibria and diffusion* 27.3 (2006), pp. 255–277 (cit. on pp. 10, 178, 179).
- [Schwartz+2009] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, and D.P. Field. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, 2009 (cit. on pp. 70, 71, 76, 77, 222).
- [Shen+2015] J. Shen, F. Wang, U.F.H. Suhuddin, S. Hu, W. Li, and J.F. Dos Santos. “Crystallographic texture in bobbin tool friction-stir-welded aluminum.” In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 46.7 (2015), pp. 2809–2813 (cit. on pp. 166, 167).
- [Shih+1996] H.-C. Shih, N.-J. Ho, and J.C. Huang. “Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys.” In: *Metallurgical and materials transactions A* 27.9 (1996), pp. 2479–2494 (cit. on pp. 32, 33).
- [Simar+2017] A. Simar and M.-N. Avettand-Fènoël. “State of the art about dissimilar metal friction stir welding.” In: *Science and Technology of Welding and Joining* 22.5 (2017), pp. 389–403 (cit. on pp. 11, 40, 180).
- [Siret2010] O. SIRET. « Etude de la soudabilité à froid des alliages d’aluminium : influence de la sollicitation mécanique sur la création des jonctions métalliques ». Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. Thèse de doct. 2010 (cf. p. 8).
- [Starink+2003] M.J. Starink and S.C. Wang. “A model for the yield strength of overaged Al-Zn-Mg-Cu alloys.” In: *Acta Materialia* 51.17 (2003), pp. 5131–5150 (cit. on p. 175).
- [Starink+2004] M.J. Starink, N. Gao, and J.L. Yan. “The origins of room temperature hardening of Al-Cu-Mg alloys.” In: *Materials Science and Engineering: A* 387 (2004), pp. 222–226 (cit. on p. 80).
- [StGeorges+2015] L. St-Georges, L.I. Kiss, and D. Beaulieu. *Le soudage par friction malaxage: Principes et applications*. Collection Vallée de l’aluminium. Les Presses de l’Aluminium, 2015 (cit. on pp. 10–19, 52, 143).
- [Su+2003] J.-Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra, and M. Mahoney. “Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium.” In: *Acta Materialia* 51.3 (2003), pp. 713–729 (cit. on p. 168).
- [Sujata+1997] M. Sujata, S. Bhargava, and S Sangal. “On the formation of TiAl₃ during reaction between solid Ti and liquid Al.” In: *Journal of materials science letters* 16.14 (1997), pp. 1175–1178 (cit. on p. 193).
- [Surand2013] M. SURAND. « Étude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l’alliage TA6V de 20 à 600 degrés Celsius ». Institut National Polytechnique de Toulouse. Thèse de doct. 2013 (cf. p. 38).
- [Thiam2017] A. THIAM. « Contribution à l’étude et à l’optimisation du procédé de thermographie active appliquée à la détection de défauts surfaciques ». Université de Bourgogne Franche-Comté. Thèse de doct. 2017 (cf. p. 210).

-
- [Thiery2013] C. Thiery. “Tomographie à rayons X.” In: *Techniques de l'ingénieur CND : méthodes globales et volumiques* (2013) (cit. on p. 66).
- [Thiyaneshwaran+2018] N. Thiyaneshwaran, K. Sivaprasad, and B. Ravisankar. “Nucleation and growth of TiAl₃ intermetallic phase in diffusion bonded Ti/Al Metal Intermetallic Laminate.” In: *Scientific reports* 8.1 (2018), pp. 1–8 (cit. on pp. 180, 196).
- [Thomas+1995] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham, M.G. Murch, P. Temple-smith, and C.J. Dawes. *Friction stir butt welding. International Patent No. US 5,460,317*. Oct. 1995 (cit. on p. 11).
- [Vafaei+2012] R. Vafaei, M.R. Toroghinejad, and R. Pippan. “Evaluation of mechanical behavior of nano-grained 2024 Al alloy during high pressure torsion (HPT) process at various temperatures.” In: *Materials Science and Engineering: A* 536 (2012), pp. 73–81 (cit. on p. 168).
- [Vergel2010] C. VERGEL. « Métallurgie de l'aluminium ». In : *Techniques de l'ingénieur : Métaux et alliages non ferreux* (2010) (cf. p. 30).
- [Verstraete2017] K. VERSTRAETE. « Étude du multi-colaminage de matériaux différents ». Université Paris-Saclay. Thèse de doct. 2017 (cf. p. 78).
- [Wang+2004] S.C. Wang and M.J. Starink. “The assessment of GPB2/S” structures in Al–Cu–Mg alloys.” In: *Materials Science and Engineering: A* 386.1 (Nov. 2004), pp. 156–163 (cit. on p. 31).
- [Wang+2005] S.C. Wang and M.J. Starink. “Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys.” In: *International Materials Reviews* 50.4 (Aug. 2005), pp. 193–215 (cit. on pp. 30–33, 154).
- [Wang+2019] T. Wang, H. Sidhar, R. S. Mishra, Y. Hovanski, P. Upadhyay, and B. Carlson. “Effect of hook characteristics on the fracture behaviour of dissimilar friction stir welded aluminium alloy and mild steel sheets.” In: *Science and Technology of Welding and Joining* 24.2 (2019), pp. 178–184 (cit. on pp. 24, 139).
- [Wang2014] W. WANG. « Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux alliages à base de Ni ». Université Paris Sud. Thèse de doct. 2014 (cf. p. 74, 75, 165).
- [Watanabe+2014] H. Watanabe, J. Ishii, H. Wakabayashi, T. Kumano, and L. Hanssen. “Chapter 9 - Spectral Emissivity Measurements.” In: *Spectrophotometry*. Ed. by Thomas A. Germer, Joanne C. Zwinkels, and Benjamin K. Tsai. Vol. 46. Experimental Methods in the Physical Sciences. Academic Press, 2014, pp. 333–366 (cit. on p. 211).
- [Welsch+1993] G. Welsch, R. Boyer, and E.W. Collings. *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 1993 (cit. on p. 36).
- [Willaime1987] C. WILLAIME. *Initiation à la microscopie électronique par transmission : minéralogie, sciences des matériaux*. Société française de Minéralogie et de Cristallographie, 1987, p. 437 (cf. p. 227).
- [Williams+1996] David B. Williams and C. Barry Carter. “The Transmission Electron Microscope.” In: *Transmission Electron Microscopy*. Springer US, 1996, pp. 3–17 (cit. on pp. 78, 226–231).
- [Wils2011] P. WILS. « Tomographie par rayons X : correction des artefacts liés à la chaîne d'acquisition ». Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Thèse de doct. 2011 (cf. p. 113).

- [Wojciechowski+2019] C. WOJCIECHOWSKI et C. BOHER. *Communication orale à la Commission FSW du 23 février 2021/Visioconférence - Projet Cleansky FUnHEAD N° 831833*. Institut Clément Ader, 2019 (cf. p. 54, 58, 59).
- [Wu+2015] A. Wu, Z. Song, K. Nakata, J. Liao, and L. Zhou. “Interface and properties of the friction stir welded joints of titanium alloy Ti6Al4V with aluminum alloy 6061.” In: *Materials & Design* 71 (Apr. 2015), pp. 85–92 (cit. on pp. 40–42).
- [Xu+2006] L. Xu, Y.Y. Cui, Y.L. Hao, and R. Yang. “Growth of intermetallic layer in multi-laminated Ti/Al diffusion couples.” In: *Materials Science and Engineering: A* 435-436 (2006), pp. 638–647 (cit. on p. 194).
- [Yang+2011] Q. Yang, X. Li, Ke Chen, and Y.J. Shi. “Effect of tool geometry and process condition on static strength of a magnesium friction stir lap linear weld.” In: *Materials Science and Engineering: A* 528.6 (2011), pp. 2463–2478 (cit. on pp. 19, 24, 25, 53, 134).
- [Yazdanian2012] S. Yazdanian. “Metallurgical studies of friction stir lap welding.” Auckland University of Technology. Thesis. 2012 (cit. on p. 24).
- [Yu+2019] Mingrun Yu, Hongyun Zhao, Zhihua Jiang, Zili Zhang, Fei Xu, Li Zhou, and Xiaoguo Song. “Influence of welding parameters on interface evolution and mechanical properties of FSW Al/Ti lap joints.” In: *Journal of Materials Science & Technology* 35.8 (Aug. 2019), pp. 1543–1554 (cit. on pp. 40–43, 180, 196).
- [Yuan+2012] W. Yuan, B. Carlson, R. Verma, and R. Szymanski. “Study of top sheet thinning during friction stir lap welding of AZ31 magnesium alloy.” In: *Science and Technology of Welding and Joining* 17.5 (2012), pp. 375–380 (cit. on pp. 19, 25, 53, 134).
- [Zeng+2019] X.H. Zeng, P. Xue, L.H. Wu, D.R. Ni, B.L. Xiao, K.S. Wang, and Z.Y. Ma. “Microstructural evolution of aluminum alloy during friction stir welding under different tool rotation rates and cooling conditions.” In: *Journal of Materials Science & Technology* 35.6 (2019), pp. 972–981 (cit. on p. 35).
- [Zettler2010] R. Zettler. “3 - Material deformation and joint formation in friction stir welding.” In: *Friction Stir Welding*. Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies. Woodhead Publishing, 2010, p. 60 (cit. on p. 22).
- [Zhang+2011] Z. Zhang, B. L. Xiao, D. Wang, and Z. Y. Ma. “Effect of Alclad Layer on Material Flow and Defect Formation in Friction-Stir-Welded 2024 Aluminum Alloy.” In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 42.6 (June 2011), pp. 1717–1726 (cit. on p. 147).
- [Zhang+2012] Y. N. Zhang, X. Cao, S. Larose, and P. Wanjara. “Review of tools for friction stir welding and processing.” In: *Canadian Metallurgical Quarterly* 51.3 (2012), pp. 250–261 (cit. on pp. 17, 18, 52, 143).
- [Zhang+2016] H. Zhang, M. Wang, X. Zhang, Z. Zhu, T. Yu, and G. Yang. “Effect of welding speed on defect features and mechanical performance of friction stir lap welded 7B04 aluminum alloy.” In: *Metals* 6.4 (2016), p. 87 (cit. on pp. 19, 25, 49, 53, 134).
- [Zhao+2013] Y.L. Zhao, Z.Q. Yang, Z. Zhang, G.Y. Su, and X.L. Ma. “Double-peak age strengthening of cold-worked 2024 aluminum alloy.” In: *Acta Materialia* 61.5 (2013), pp. 1624–1638 (cit. on p. 154).

-
- [Zhao+2019] H. Zhao, M. Yu, Z. Jiang, L. Zhou, and X. Song. “[Interfacial microstructure and mechanical properties of Al/Ti dissimilar joints fabricated via friction stir welding](#).” In: *Journal of Alloys and Compounds* 789 (June 2019), pp. 139–149 (cit. on pp. 40, 196).
- [Zhou+2006] C. Zhou, X. Yang, and G. Luan. “[Effect of kissing bond on fatigue behavior of friction stir welds on Al 5083 alloy](#).” In: *Journal of materials science* 41.10 (2006), pp. 2771–2777 (cit. on p. 19).
- [Zhou+2019] L. Zhou, M. Yu, H. Zhao, Z. Jiang, F. Guo, and X. Song. “[Dissimilar friction stir welding of AA6061 and Ti6Al4V alloys: A study on microstructure and mechanical properties](#).” In: *Journal of Manufacturing Processes* 48 (Dec. 2019), pp. 119–126 (cit. on p. 42).
- [Zimmer2009] S. ZIMMER. « Contribution a l’industrialisation du soudage par friction malaxage ». Ecole Nationale Supérieure d’Arts et Métiers. Thèse de doct. 2009 (cf. p. 15).

Résumé

Impact des paramètres du procédé FSW sur les évolutions métallurgiques multi-échelles et le comportement mécanique de soudures hétérogènes Al2024/Ti-6Al-4V en transparence

Le soudage hétérogène Al2024/Ti-6Al-4V présente des possibilités d'allègement dans le secteur aéronautique, grand consommateur d'alliages de titane, à travers le remplacement des structures monolithiques en titane par des structures dites « hybrides » Al2024/Ti-6Al-4V. En raison de leurs grandes différences de propriétés physiques et de la formation de phases fragiles à l'interface, leur soudage par les procédés classiques par fusion n'est pas maîtrisé. Le procédé de soudage par friction malaxage (FSW), s'opérant à l'état solide, se positionne comme un candidat prometteur au soudage Al2024/Ti-6Al-4V. Cette thèse vise à appréhender les relations existantes entre les paramètres du procédé, les évolutions métallurgiques induites à différentes échelles (du flux de matière aux échelles du grain et atomique) et le comportement mécanique des soudures, en vue de dégager des conditions de soudage optimisées au regard des propriétés mécaniques. En particulier, les soudures étant régies par des phénomènes thermique, d'écoulement de matière et métallurgique, les travaux de recherche sont organisés autour de ces trois aspects.

MOTS-CLÉS : Procédé FSW, Soudage hétérogène, Alliage d'aluminium Al2024, Alliage de titane Ti-6Al-4V, Flux de matière, Microstructure, Interface, Comportement mécanique.

Tout d'abord, l'instrumentation des essais FSW par thermographie infrarouge, couplée à des résultats numériques, ont permis de relier les conditions de soudage étudiées à un indice de chaleur. La caractérisation des soudures a ensuite révélé la formation de discontinuités « macroscopiques » (crochets, film continu de clad) dont les caractéristiques sont tributaires du flux de matière. A une échelle plus fine, des hétérogénéités métallurgiques, principalement attribuées à des évolutions de l'état de précipitation, sont observées dans l'Al2024. Enfin, à l'interface des hétérogénéités chimiques, pouvant donner lieu à la formation de composés intermétalliques, ont été identifiées. La contribution de toutes ces évolutions sur le comportement mécanique des joints soudés a été évaluée par corrélation d'images. En particulier, il est montré que les évolutions liées au flux de matière prédominent pour les conditions de soudage étudiées. L'ensemble des résultats obtenus dans ce travail ouvrent des perspectives intéressantes pour l'optimisation des propriétés mécaniques.

Abstract

Impact of FSW parameters on the multi-scale metallurgical evolutions and the mechanical behaviour of dissimilar Al2024/Ti-6Al-4V lap joints

Dissimilar Al2024/Ti-6Al-4V welding presents opportunities of light-weighting in the aircraft industry, large consumer of titanium alloys, through the replacement of titanium monolithic structures with "hybrid" Al2024/Ti-6Al-4V structures. However, due to their large differences in physical properties and the formation of brittle intermetallic compounds, Al2024/Ti-6Al-4V welding by conventional fusion joining processes is very difficult. Friction stir welding (FSW) emerges as a promising candidate for Al2024/Ti-6Al-4V welding, since it is a solid state joining process. The aim of this thesis is to understand the relationship between the process parameters, the metallurgical evolutions induced at different scales (from the material flow to the grain and the atomic scales) and the mechanical behaviour of the welds, in order to identify optimized welding conditions regarding to the mechanical properties. In particular, since welds are governed by thermal, material flow and metallurgical phenomena, research

studies are organized around these three points. The use of infrared thermography, coupled with numerical results, allow to establish a relationship between FSW parameters and a heat index. Then, the characterization of the welds reveals the formation of "macroscopic" discontinuities (hooks, continuous Alclad film) whose features depend on the material flow. On the scale of the microstructure, metallurgical heterogeneities, mainly related to the evolutions of the precipitation state, are observed in the Al2024. Finally, at the interface, chemical heterogeneities, which can lead to the formation of intermetallic compounds, are identified. The contribution of all these evolutions on the mechanical behaviour of the welds is assessed by digital image correlation. In particular, it is shown that the evolutions related to the material flow are predominant for the studied welding conditions. All the results obtained in this work offer some interesting perspectives for the optimization of the mechanical properties.

KEYWORDS: FSW process, Dissimilar welding, Aluminium alloy Al2024, Titanium alloy Ti-6Al-4V, Material flow, Microstructure, Interface, Mechanical behaviour.