



**HAL**  
open science

# Caractérisation et modélisation du rôle des défauts microstructuraux dans la fatigue oligocyclique des alliages d'aluminium de fonderie : Application au procédé à modèle perdu

Sébastien Dézécot

► **To cite this version:**

Sébastien Dézécot. Caractérisation et modélisation du rôle des défauts microstructuraux dans la fatigue oligocyclique des alliages d'aluminium de fonderie : Application au procédé à modèle perdu. Matériaux. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LYSEI148 . tel-01755485

**HAL Id: tel-01755485**

**<https://theses.hal.science/tel-01755485>**

Submitted on 30 Mar 2018

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

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



# INSA

N°d'ordre NNT : 2016LYSEI148

**THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON**  
opérée au sein de  
**I'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon**

**Ecole Doctorale N° EDA 034**  
**Matériaux de Lyon**

**Spécialité de doctorat : Matériaux**

Soutenue publiquement le 15/12/2016, par :  
**Sébastien Dézécot**

---

**Caractérisation et modélisation du rôle des défauts microstructuraux dans la fatigue oligocyclique des alliages d'aluminium de fonderie: application au procédé à modèle perdu**

---

Devant le jury composé de :

|                     |                        |                 |                    |
|---------------------|------------------------|-----------------|--------------------|
| Pommier, Sylvie     | Professeur             | ENS Cachan      | Examineur          |
| Morel, Franck       | Professeur             | ENSAM ParisTech | Rapporteur         |
| Mabru, Catherine    | Professeur             | ISAE-SUPAERO    | Rapporteur         |
| Requena, Guillermo  | Professeur             | DLR             | Examineur          |
| Buffière, Jean-Yves | Professeur             | INSA de Lyon    | Directeur de thèse |
| Maurel, Vincent     | Maître de recherche    | Mines ParisTech | Directeur de thèse |
| Szmytka, Fabien     | Enseignant chercheur   | ENSTA ParisTech | Examineur          |
| Köster, Alain       | Ingénieur de recherche | Mines ParisTech | Examineur          |
| Osmond, Pierre      | Ingénieur-Docteur      | Groupe PSA      | Invité             |



## Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

| SIGLE            | ECOLE DOCTORALE  | NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE   |
|------------------|--|---|
| <b>CHIMIE</b>    | <b>CHIMIE DE LYON</b><br><a href="http://www.edchimie-lyon.fr">http://www.edchimie-lyon.fr</a><br><br>Sec : Renée EL MELHEM<br>Bat Blaise Pascal 3 <sup>e</sup> etage<br><a href="mailto:secretariat@edchimie-lyon.fr">secretariat@edchimie-lyon.fr</a><br>Insa : R. GOURDON   | <b>M. Stéphane DANIELE</b><br>Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon<br>IRCELYON-UMR 5256<br>Equipe CDFA<br>2 avenue Albert Einstein<br>69626 Villeurbanne cedex<br><a href="mailto:directeur@edchimie-lyon.fr">directeur@edchimie-lyon.fr</a>                     |
| <b>E.E.A.</b>    | <b>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</b><br><a href="http://edeea.ec-lyon.fr">http://edeea.ec-lyon.fr</a><br><br>Sec : M.C. HAVGOUDOUKIAN<br><a href="mailto:Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr">Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr</a>  | <b>M. Gérard SCORLETTI</b><br>Ecole Centrale de Lyon<br>36 avenue Guy de Collongue<br>69134 ECULLY<br>Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17<br><a href="mailto:Gerard.scorletti@ec-lyon.fr">Gerard.scorletti@ec-lyon.fr</a>   |
| <b>E2M2</b>      | <b>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION</b><br><a href="http://e2m2.universite-lyon.fr">http://e2m2.universite-lyon.fr</a><br><br>Sec : Safia AIT CHALAL<br>Bat Darwin - UCB Lyon 1<br>04.72.43.28.91<br>Insa : H. CHARLES<br><a href="mailto:Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr">Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr</a> | <b>Mme Gudrun BORNETTE</b><br>CNRS UMR 5023 LEHNA<br>Université Claude Bernard Lyon 1<br>Bât Forel<br>43 bd du 11 novembre 1918<br>69622 VILLEURBANNE Cédex<br>Tél : 06.07.53.89.13<br><a href="mailto:e2m2@univ-lyon1.fr">e2m2@univ-lyon1.fr</a>   |
| <b>EDISS</b>     | <b>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE</b><br><a href="http://www.ediss-lyon.fr">http://www.ediss-lyon.fr</a><br>Sec : Safia AIT CHALAL<br>Hôpital Louis Pradel - Bron<br>04 72 68 49 09<br>Insa : M. LAGARDE<br><a href="mailto:Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr">Safia.ait-chalal@univ-lyon1.fr</a>                              | <b>Mme Emmanuelle CANET-SOULAS</b><br>INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1<br>Bâtiment IMBL<br>11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon<br>696621 Villeurbanne<br>Tél : 04.72.68.49.09 Fax :04 72 68 49 16<br><a href="mailto:Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr">Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr</a> |
| <b>INFOMATHS</b> | <b>INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES</b><br><a href="http://infomaths.univ-lyon1.fr">http://infomaths.univ-lyon1.fr</a><br><br>Sec : Renée EL MELHEM<br>Bat Blaise Pascal<br>3 <sup>e</sup> etage<br><a href="mailto:infomaths@univ-lyon1.fr">infomaths@univ-lyon1.fr</a>  | <b>Mme Sylvie CALABRETTO</b><br>LIRIS – INSA de Lyon<br>Bat Blaise Pascal<br>7 avenue Jean Capelle<br>69622 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87<br><a href="mailto:Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr">Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr</a>                            |
| <b>Matériaux</b> | <b>MATERIAUX DE LYON</b><br><a href="http://ed34.universite-lyon.fr">http://ed34.universite-lyon.fr</a><br><br>Sec : M. LABOUNE<br>PM : 71.70 –Fax : 87.12<br>Bat. Saint Exupéry<br><a href="mailto:Ed.materiaux@insa-lyon.fr">Ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>   | <b>M. Jean-Yves BUFFIERE</b><br>INSA de Lyon<br>MATEIS<br>Bâtiment Saint Exupéry<br>7 avenue Jean Capelle<br>69621 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél : 04.72.43 71.70 Fax 04 72 43 85 28<br><a href="mailto:Ed.materiaux@insa-lyon.fr">Ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>                                  |
| <b>MEGA</b>      | <b>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE</b><br><a href="http://mega.universite-lyon.fr">http://mega.universite-lyon.fr</a><br><br>Sec : M. LABOUNE<br>PM : 71.70 –Fax : 87.12<br>Bat. Saint Exupéry<br><a href="mailto:mega@insa-lyon.fr">mega@insa-lyon.fr</a>   | <b>M. Philippe BOISSE</b><br>INSA de Lyon<br>Laboratoire LAMCOS<br>Bâtiment Jacquard<br>25 bis avenue Jean Capelle<br>69621 VILLEURBANNE Cedex<br>Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37<br><a href="mailto:Philippe.boisse@insa-lyon.fr">Philippe.boisse@insa-lyon.fr</a>                |
| <b>ScSo</b>      | <b>ScSo*</b><br><a href="http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/">http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/</a><br><br>Sec : Viviane POLSINELLI<br>Brigitte DUBOIS<br>Insa : J.Y. TOUSSAINT<br><a href="mailto:viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr">viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr</a>  | <b>Mme Isabelle VON BUELTZINGLOEWEN</b><br>Université Lyon 2<br>86 rue Pasteur<br>69365 LYON Cedex 07<br>Tél : 04.78.77.23.86 Fax : 04.37.28.04.48  |

\*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

*Ceux qui sont férus de pratique sans posséder la science sont comme le pilote qui s'embarque sans timon ni boussole et ne saurait jamais avec certitude où il va.*

**Léonard de Vinci**

# Résumé

Cette étude s'attache à caractériser les mécanismes d'endommagement qui mènent à la rupture d'un alliage AlSi7Cu3Mg élaboré par un procédé à modèle perdu sous sollicitations cycliques isothermes à 250°C en condition de plasticité généralisée. Sa caractérisation par micro-tomographie aux rayons X ( $\mu$ CT) a montré la complexité et l'aspect 3D marqué de la microstructure : présence de pores de morphologies complexes de grandes tailles ( $>1\text{mm}$ ) et d'un réseau inter-connecté de particules.

Un montage expérimental a été développé pour réaliser des essais de fatigue à haute température suivis in situ par  $\mu$ CT synchrotron. Ces essais ont mis en évidence les interactions entre les fissures et les éléments microstructuraux. Les fissures s'amorcent au cœur des éprouvettes à proximité des cavités de retrait au niveau de particules dures. La propagation des fissures apparaît corrélée à la rupture progressive des particules présentes en pointe de fissure. Ces observations ont été complétées par des essais de fissuration réalisés sur des éprouvettes macroscopiques. Un matériau sans pore (similaire au premier) a été produit pour dissocier le rôle des pores et celui des particules dans la fissuration du matériau. L'influence des pores se révèle du premier ordre pour l'amorçage.

Des maillages éléments finis réalistes ont été générés pour réaliser des simulations élasto-viscoplastiques qui ont permis de proposer un critère d'amorçage. Les zones critiques vis-à-vis de l'amorçage de fissures sont celles où l'énergie de déformation inélastique est maximale. Les chemins de fissuration correspondent aux zones localisant les déformations inélastiques et présentant de fortes triaxialités des contraintes. L'ensemble de ces analyses a donc permis de proposer un scénario complet d'endommagement.

Enfin, les essais sur éprouvettes macroscopiques ont permis de proposer un modèle pour décrire la vitesse de propagation des fissures et ceci pour les deux matériaux. Ce modèle, facilement utilisable en bureau d'étude, a été validé pour différents niveaux de chargements.



# Table des matières

|  |           |
|--|-----------|
| Liste des écoles doctorales  | i         |
| Résumé   | iii       |
| Table des matières   | v         |
| Table des figures  | ix        |
| Liste des tableaux   | xxi       |
| Introduction   | xxiii     |
| <b>1 Matériau et caractérisation</b>   | <b>1</b>  |
| 1.1 Généralités . . . . .  | 1         |
| 1.1.1 Alliages d'aluminium de fonderie . . . . .                                 | 1         |
| 1.1.2 Microstructure et propriétés . . . . .                                     | 7         |
| 1.1.3 La microstructure mésoscopique et propriétés en fatigue . . . . .          | 13        |
| 1.2 Procédé à Modèle Perdu (PMP) . . . . .                                       | 17        |
| 1.3 L'alliage AlSi7Cu3Mg étudié . . . . .  | 20        |
| 1.3.1 Caractérisation microstructurale . . . . .                                 | 21        |
| 1.3.2 Les grains . . . . .   | 25        |
| 1.3.3 La distribution des pores . . . . .  | 27        |
| 1.4 Obtention d'un matériau modèle . . . . .                                     | 29        |
| 1.4.1 Caractérisation de la porosité dans le matériau compacté à chaud . . . . . | 31        |
| 1.4.2 Caractérisation des particules de silicium . . . . .                       | 32        |
| 1.4.3 Propriétés mécaniques de la matrice . . . . .                              | 35        |
| 1.5 Modélisation du comportement mécanique . . . . .                             | 36        |
| 1.6 Synthèse . . . . .   | 39        |
| <b>2 Méthodes expérimentales - Suivi de fissure <i>in situ</i></b>               | <b>41</b> |
| 2.1 La tomographie aux rayons X . . . . .  | 42        |
| 2.1.1 Principe . . . . .   | 42        |
| 2.1.2 La tomographie de laboratoire . . . . .                                    | 45        |
| 2.1.3 La tomographie synchrotron . . . . .                                       | 46        |

|          |  |            |
|----------|--|------------|
| 2.1.4    | Défauts de reconstruction . . . . .  | 48         |
| 2.2      | Suivi tridimensionnel par tomographie RX . . . . .   | 49         |
| 2.2.1    | Développement d'un dispositif expérimental . . . . .   | 50         |
| 2.2.2    | Géométries et sélection des éprouvettes . . . . .  | 54         |
| 2.2.3    | Conditions expérimentales . . . . .  | 55         |
| 2.3      | Suivi de surface : Essai de fissuration . . . . .  | 61         |
| 2.3.1    | Éprouvettes de fissuration . . . . .   | 61         |
| 2.3.2    | Montage expérimental . . . . .   | 61         |
| 2.3.3    | Le suivi des fissures . . . . .  | 63         |
| 2.3.4    | Conditions d'essai . . . . .   | 64         |
| 2.4      | Synthèse . . . . .   | 66         |
| <b>3</b> | <b>Amorçage et propagation de fissures en fatigue oligocyclique</b>  | <b>67</b>  |
| 3.1      | Micro-mécanismes d'endommagement : matériau PMP . . . . .  | 67         |
| 3.1.1    | Microstructure et tomographie à haute température . . . . .  | 68         |
| 3.1.2    | Mécanismes d'amorçage . . . . .  | 71         |
| 3.1.3    | Micro-propagation . . . . .  | 75         |
| 3.2      | Rôle des phases eutectiques seules : matériau PMP+CIC . . . . .  | 81         |
| 3.3      | Validation des mécanismes : défaut modèle . . . . .  | 82         |
| 3.3.1    | Vue globale de l'échantillon . . . . .   | 82         |
| 3.3.2    | Suivi de fissure . . . . .   | 83         |
| 3.4      | Essais de fissuration . . . . .  | 88         |
| 3.4.1    | Propagation de fissure . . . . .   | 89         |
| 3.4.2    | Chemin de fissuration . . . . .  | 98         |
| 3.5      | Synthèse . . . . .   | 105        |
| <b>4</b> | <b>Modélisation de l'amorçage et de la propagation de fissure de fatigue en plasticité généralisée</b>         | <b>107</b> |
| 4.1      | Modèles de durée de vie et de vitesse de propagation en fatigue oligocyclique : revue de littérature . . . . . | 108        |
| 4.1.1    | Modèles de durée de vie . . . . .  | 108        |
| 4.1.2    | Modèle de vitesse de propagation . . . . .   | 110        |
| 4.2      | Génération de maillages et modèles . . . . .   | 112        |
| 4.2.1    | Procédure de maillage . . . . .  | 113        |
| 4.2.2    | Définition de la taille de maille dans les zones d'intérêt . . . . .   | 117        |
| 4.2.3    | Conditions limites et chargements . . . . .  | 119        |
| 4.3      | Simulations EF sur éprouvettes réalistes . . . . .   | 121        |
| 4.3.1    | Analyse de l'influence de défauts réels (matériau PMP) . . . . .   | 121        |
| 4.3.2    | Analyse de l'influence d'un défaut modèle (matériau PMP+CIC) . . . . .   | 131        |
| 4.4      | Propagation de fissures . . . . .  | 136        |
| 4.5      | Synthèse . . . . .   | 140        |
| <b>5</b> | <b>Discussion et perspectives</b>  | <b>143</b> |

|       |  |            |
|-------|--|------------|
| 5.1   | Discussion . . . . .   | 143        |
| 5.1.1 | Essais sur éprouvettes miniatures . . . . .  | 143        |
| 5.1.2 | Mécanismes d'endommagement . . . . .   | 144        |
| 5.1.3 | Modélisation de l'amorçage et de la propagation . . . . .  | 148        |
| 5.1.4 | Coalescence de fissures . . . . .  | 149        |
| 5.2   | Perspectives . . . . .   | 150        |
|       | <b>Conclusion</b>  | <b>153</b> |
|       | <b>A Éprouvettes synchrotron</b>   | <b>155</b> |
|       | <b>B Essais à 200°C</b>  | <b>157</b> |
|       | <b>C Estimation par modélisation EF de la déformation plastique lors des<br/>essais de fissuration</b> | <b>159</b> |
|       | <b>D Articles dans des revues à comité de relecture</b>  | <b>163</b> |
|       | <b>Références bibliographiques</b>   | <b>165</b> |



# Table des figures

|     |   |      |
|-----|---|------|
| 1   | Exemples d'interactions entre des fissures de fatigue thermomécanique avec les éléments de la microstructure (pores, particules de silicium et intermétalliques) observées par microscopie électronique à balayage [TAB 11]. . . . .  | xxiv |
| 2   | (a) Vue en perspective d'une culasse et détails du champ d'énergies plastiques dissipées simulé par calculs éléments finis aux pontets inter-soupapes [SZM 13b]. (b) Exemples de fissures sur des pontets inter-soupapes (microscopie optique) [THO 04]. . . . .  | xxv  |
| 1.1 | Deux exemples de pièces de fonderie produites pour l'automobile, (a) une culasse et (b) un bloc moteur. La mise en forme par moulage permet de réduire le nombre d'opérations pour obtenir de telles formes très complexes.   | 2    |
| 1.2 | (a) Représentation 3D d'une dendrite lors de la solidification d'un alliage Al-15m%Cu [CAI 16] et (b) vue partielle du diagramme de phase Al-Si d'après [MUR 84] mettant en évidence l'eutectique à 12,2% (atomique) de silicium. . . . .   | 3    |
| 1.3 | Structure dendritique d'alliage d'aluminium AlSi7Mg06 (ASTM A357) : (a) alliage coulé dans un moule en sable non traité thermiquement et présentant des dendrites de solution solide d'aluminium ainsi qu'un eutectique lamellaire [FON 89], (b) micrographie sous lumière polarisée montrant les grains après une attaque électrolytique [CES 09]. L'espacement interdendritique secondaire (SDAS) est schématisé sur la sous-figure (c) d'après [KUR 89]. . . . . | 4    |
| 1.4 | (a) Propriétés mécaniques d'un alliage d'aluminium A356 en fonction du SDAS [SPE 63] et (b) évolution du SDAS en fonction du taux de refroidissement pour un alliage similaire [WAN 01b]. . . . .   | 5    |
| 1.5 | Clichés MEB d'intermétalliques riches en fer (a) $\beta$ -AlFeSi [TAS 07] et (b) $\alpha$ -AlFeSi [TAS 07]. . . . .   | 8    |
| 1.6 | Séquence de précipitation d'un alliage d'aluminium Al-Cu d'après [ASH 13, POR 09]. (a) zone GP, (b) $\theta''$ , (c) $\theta'$ et (d) $\theta$ Al <sub>2</sub> Cu. . . . .  | 9    |
| 1.7 | Évolution de la limite élastique d'un alliage d'aluminium contenant 4% de cuivre pendant un vieillissement à 150°C [ASH 13]. . . . .  | 11   |

---

|      |   |    |
|------|---|----|
| 1.8  | (a) Principales étapes d'un traitement thermique pour alliage d'aluminium durcissable par précipitation. (b) Courbes schématiques des lignes de solvus des phases métastables et temps nécessaire pour commencer la précipitation à différentes températures pour un alliage Al-Cu de concentration $\chi$ % en Cu [POR 09]. . . . .  | 11 |
| 1.9  | Évolution de la dureté (10 kg) d'alliages (a) AlSi7Mg03 et (b) AlSi7Cu3 (traités au pic , T6) en fonction du temps pour différentes températures de revenu [BAR 04]. . . . .  | 13 |
| 1.10 | Principaux défauts de fonderie : (a) pores gazeux et cavité de retrait dans un alliage A319 produit par un procédé à modèle perdu [WAN 06], (b) faciès de rupture d'une éprouvette de fatigue en A357 élaboré par moulage coquille montant une cavité de retrait et laissant apparaître les bras de dendrites secondaires [BRO 12a], (c) faciès de rupture montrant un film d'oxyde sur le site d'amorçage d'une fissure de fatigue dans un A357 mis en forme par moulage semi-solide [BRO 12a]. Les zones plus foncées sur les images (b) et (c) surlignent la présence des défauts. . . . . | 15 |
| 1.11 | (a) Influence de la taille du pore où se sont amorcées les fissures principales sur le nombre de cycles à rupture d'un alliage A356 affiné au strontium pour deux niveaux de chargements [WAN 01a] et (b) courbes de Wöhler pour différentes qualités d'un alliage AlSi10Mg (S1 étant le matériau contenant le moins de pores et S6 celui en contenant le plus)[LIN 06]. . . . .  | 15 |
| 1.12 | Influence du strontium sur deux alliages ne comportant aucun pore pour différentes valeurs de SDAS : (a) A356 + CIC et (b) A357 + CIC [WAN 01b].  | 16 |
| 1.13 | Effet des traitements thermique et de l'affinement au Sr sur les particules de silicium d'un alliage Al-Si : (a) non traité thermiquement et non affiné, (b) T6 et non affiné, (c) non traité thermiquement et affiné au strontium et (d) T6 et affiné au strontium [DEZ 13]. . . . .   | 17 |
| 1.14 | Différentes étapes du procédé "Lost Foam Casting" [BRO 00]. . . . .   | 18 |
| 1.15 | Schématisation de l'évacuation des résidus de polymère lors de sa dégradation induite par l'arrivée de métal en fusion [BRO 00]. . . . .  | 20 |
| 1.16 | Photographie de la face flamme d'une culasse "prototype". Les zones de prélèvement des éprouvettes miniatures pour les essais <i>in situ</i> (flèches) correspondent aux pontets inter-soupapes. Les prélèvements ont aussi lieu dans la profondeur (à la verticale de ces zones). . . . .  | 21 |
| 1.17 | Micrographies optiques de la zone utile d'une éprouvette d'essai <i>in situ</i> à faible grossissement. Vue d'ensemble qui permet de distinguer les différents constituants de la microstructure. Les plus gros précipités et intermétalliques sont visibles : les particules de silicium en gris foncé, les Al <sub>2</sub> Cu en gris et en clair (blanc) la matrice de phase $\alpha$ . . . . .  | 22 |
| 1.18 | Histogrammes du (a) SDAS, (b) diamètre de Féret des particules de silicium et (c) du diamètre de Féret des pores. . . . .   | 23 |

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1.19 | Micrographie électronique de l'alliage étudié; la morphologie des phases secondaires de grandes tailles y apparaît complexe. Le réseau d' $\text{Al}_2\text{Cu}$ est visible en blanc. . . . .   | 24 |
| 1.20 | Rendu 3D de la microstructure de l'alliage. Autour des pores (en violet), les particules riches en fer (en vert) et en cuivre (en jaune) forment un dense réseau tridimensionnel. Les particules de Si, bien que visibles sur les coupes 2D reconstruites, ont été volontairement omises par souci de clarté. . . . .                      | 25 |
| 1.21 | (a) Métallographie MEB (électrons secondaires) d'une phase riche en cuivre (blanc) et d'intermétalliques $\beta\text{-AlFeSi}$ (aiguilles). (b) Image à très fort grossissement de précipités $\theta/\theta'\text{-Al}_2\text{Cu}$ à l'intérieur d'une dendrite. . . . .  | 25 |
| 1.22 | Analyse EDX d'une zone eutectique contenant une particule de phase $\text{Al}_2\text{Cu}$ de taille importante. La concentration de fer au niveau des aiguilles confirme la présence de $\beta\text{-AlFeSi}$ , de plus certains composés (non identifiés dans cette étude) riches en cuivre, manganèse et silicium sont visibles. . . . . | 26 |
| 1.23 | Cartographie EBSD (IPF Z) de la zone centrale de la face d'une éprouvette de fatigue <i>in situ</i> . . . . .  | 26 |
| 1.24 | Cartographies EBSD (IPF Z) d'une zone eutectique avec des petits grains et des particules de silicium (a) et de grains millimétriques (b). . . . .   | 27 |
| 1.25 | Volume des pores dans la profondeur de la culasse. . . . .   | 28 |
| 1.26 | Représentation de l'estimation de la densité de probabilité de la profondeur et du volume de (a) tous les pores et (b) seulement les pores dont le volume est supérieur à $2,0 \cdot 10^7 \mu\text{m}^3$ . . . . .   | 28 |
| 1.27 | Représentation de l'estimation de la densité de probabilité de la sphéricité et du volume de (a) tous les pores et (b) seulement les pores dont le volume est supérieur à $2,0 \cdot 10^7 \mu\text{m}^3$ . . . . .   | 29 |
| 1.28 | Zones de prélèvements de la matière pour CIC. . . . .  | 30 |
| 1.29 | Coupes tomographiques orthogonales du matériau après application d'une CIC (a) et suivant trois plans différents en (b), (c) et (d). Aucun pore n'est visible dans le volume analysé. . . . .  | 31 |
| 1.30 | Micrographie au MEB résultant de l'assemblage de l'images Multiscans : (a) matériau d'origine et (b) matériau avec CIC. . . . .  | 32 |
| 1.31 | Analyse morphologique, (a) exemple de particules de silicium identifiées par seuillage sur les images 2D obtenues au MEB et (b) contours de ces particules par analyse d'image. . . . .  | 33 |
| 1.32 | Distributions des différents diamètres de Féret de toutes les particules de silicium de la figure 1.30. . . . .  | 34 |
| 1.33 | Histogrammes de la circularité et de l'allongement des particules de silicium. . . . .   | 34 |
| 1.34 | Histogramme du facteur de forme et du facteur de Féret. . . . .  | 35 |
| 1.35 | (a) Éprouvette et (b) principe de l'essai d'écrouissage cyclique. . . . .  | 38 |
| 1.36 | Comportement cyclique du matériau sans pore à $250^\circ\text{C}$ : (a) boucles contraintes/déformations pour $\Delta\varepsilon$ variant entre 0,1% et 0,6% et (b) courbes de relaxation lors du maintien aux déformations maximales pour les boucles à 0,1% et 0,5%. . . . .   | 38 |

---

|      |  |    |
|------|--|----|
| 2.1  | Schématisation du principe d'acquisition de la tomographie RX pour une coupe ( $Z$ constant). (a) Une radiographie 1D est enregistrée pour chaque position angulaire $\theta$ entre 0 et $180^\circ$ . L'assemblage des différentes radiographies 1D (b) constitue le sinogramme [LAC 14]. . . . .   | 43 |
| 2.2  | Évolution du coefficient d'atténuation massique des RX [HUB 95] de plusieurs éléments en fonction de l'énergie du faisceau incident. . . . .   | 44 |
| 2.3  | Effet du durcissement de faisceau sur une pièce en aluminium. La courbe correspond au profil de niveaux de gris le long de la ligne rouge [BUF 14] : le niveau de gris n'est pas uniforme vers les bords de l'échantillon. . . . .   | 45 |
| 2.4  | Schématisation du contraste observable sur le détecteur en fonction $D$ (distance objet-détecteur) [MOM 05] : après une certaine distance de propagation des franges d'interférences apparaissent au niveau des interfaces air/objet. . . . .  | 47 |
| 2.5  | Mise en évidence de l'intérêt du contraste de phase sur des reconstruction de coupes tomographiques. (a) Composite d'aluminium renforcé de particules de SiC en contraste d'absorption ( $D=3\text{mm}$ ), et (b) en contraste de phase ( $D=83\text{cm}$ ) [CLO 99b]. (c) Imagerie d'une fissure courte dans de l'acier sans contraste de phase et (d) avec contraste de phase. La taille de voxel est de $6,7 \mu\text{m}$ (a)-(b) et $0,7 \mu\text{m}$ (c)-(d). . . . . | 48 |
| 2.6  | (a) Radiographie en contraste de phase de billes en latex de diamètre $9 \mu\text{m}$ et (b) Image filtrée par l'algorithme de Paganin. L'image de référence a été réalisée en laboratoire à l'aide d'une technique nommée "point-projection X-ray microscopy", plus de détails sont disponibles dans [PAG 02]. . . . .  | 49 |
| 2.7  | Vue 3D de la CAO du four. . . . .  | 51 |
| 2.8  | Représentation schématique du montage expérimentale : (a) vue de dessus du four et (b) vue de côté de la machine de fatigue utilisée. . . . .  | 52 |
| 2.9  | Évolution du rapport de transmission $I_1/I_0$ pour différentes configurations de tubes et d'éprouvettes cylindriques pour des énergies de faisceaux monochromatiques incidentes $I_0$ allant de 15 à 45 KeV. L'épaisseur de quartz est fixée à 2 mm et 4 mm (épaisseurs de la paroi du tube respectives de 1 et 2 mm) et le diamètre de l'éprouvette en aluminium varie de 1 à 4 mm. . . . .  | 53 |
| 2.10 | Géométrie d'une des éprouvettes utilisées pour des essais à l'ESRF. Les dimensions (en millimètres) sont celles obtenues après polissage. . . . .  | 55 |
| 2.11 | Résultats d'une simulation EF d'une mise en traction initiale dont la déformation équivalente globale équivaut à 0,4 % à $250^\circ\text{C}$ . La géométrie de l'éprouvette est celle donnée à la figure 2.10. Les champs sont représentés en perspective sur les surfaces extérieures sur les figures (a),(b),(c) et à cœur, dans le plan médian de l'éprouvette parallèle au plan (1,2) sur les figures (d),(e),(f). . . . .   | 56 |

|      |  |    |
|------|--|----|
| 2.12 | Protocole expérimental de préparation des éprouvettes synchrotron. (a) Extraction par électroérosion de plusieurs éprouvettes, (b) Tomographie de laboratoire de chacune des éprouvettes, (c) Première sélection : suppression des éprouvettes contenant des défauts dans les congés de raccordement, (d) Maillage grossier de l'éprouvette et des pores & simulations EF d'une mise en charge, (e) Seconde sélection : suppression des éprouvettes concentrant les contraintes dans les congés, (f) Polissage manuel des éprouvettes restantes.   | 57 |
| 2.13 | (a) Photographie du montage sur la ligne ID19. (b) Vue de l'éprouvette chauffée à 250°C telle qu'elle apparaît à travers l'une des lumières pratiquée dans les parois du four.   | 58 |
| 2.14 | Schématisation des 3 phases de chargement expérimentales à l'aide du dispositif de cyclage <i>in situ</i> : (a) mise en charge initiale, (b) protocole des 5 premiers cycles et (c) chargement réalisé entre le 5ème et le dernier cycle.  | 59 |
| 2.15 | Simulations EF EVP de la mise en charge initiale à 250°C : (a) effet du nombre de paliers lors de la mise en charge et (b) effet de la vitesse de mise en charge sur la contrainte maximale. Les valeurs correspondent aux contraintes moyennes dans la zone utile dans la direction de l'application de l'effort. Les légendes ( <b>T</b> xxx et <b>M</b> yyy) se lisent de la manière suivante : T pour traction, M pour maintien en position du mors et xxx (ou yyy) la durée (en secondes) de la phase précédente. Le maillage, la loi de comportement et le déplacement total appliqué sont les mêmes pour chaque simulation. | 60 |
| 2.16 | Plan des éprouvettes SENT utilisées pour les essais de fissuration (en mm).  | 62 |
| 2.17 | Montage expérimentale utilisé pour la réalisation des essais : (a) vue globale et (b) grossissement sur une éprouvette installée à l'intérieur du four.  | 63 |
| 2.18 | Évolution schématique des sorties permettant d'automatiser la prise d'images.  | 64 |
| 2.19 | Exemple d'observation <i>in situ</i> montrant une fissure après 7833 et 11617 cycles lors d'un essai préliminaire à $R_\epsilon = -1$ et $\epsilon_{max} = 0,1\%$ à 250°C.   | 65 |
| 2.20 | Vues de face et coté des éprouvettes (a) A_A2B et (b) A_B2B avant essais reconstruites en 3D à partir de volumes de tomographie réalisés en laboratoire. La matrice d'aluminium est rendue transparente afin de laisser apparaître les pores et retassures.  | 66 |
| 3.1  | (a) Coupe de tomographie de la zone centrale de l'éprouvette ESRF1_A4, (b) Détail de la zone encadrée laissant apparaître les différents éléments de la microstructure, (c) Profils des niveaux de gris le long des lignes placées sur la sous-figure précédente. Un filtre de type Paganin est appliqué avant reconstruction et la taille de voxel est de 2,75 $\mu\text{m}$ . Le système d'axe reste le même par la suite.   | 69 |

---

|      |   |    |
|------|---|----|
| 3.2  | Rendus 3D de la zone utile de l'éprouvette ESRF1_A4. (a) Perspective montrant les surface extérieures et les pores. Les défauts jouant un rôle clef pour l'endommagement sont nommés P1, P2 et P3. (b) Vue de dessus du volume précédent. Les plans 1 et 2 correspondent à ceux où seront extraites les coupes tomographiques dans la suite de cette partie. . . . .      | 70 |
| 3.3  | Coupes tomographiques dans le Plan 1 de la figure 3.2b à l'état initial (a) et après 1 cycle à charge maximale (b). Le sous-volume est placé sur le site où la première fissure s'est amorcée. Vue agrandie d'un détail de la même image (X2). . . . .  | 72 |
| 3.4  | Coupes tomographiques dans le Plan 2 de la figure 3.2b à l'état initial (a) et après 5 cycles à charge maximale (b). Les sous-volumes (X2) sont placés au niveau des sites d'amorçage. . . . .  | 73 |
| 3.5  | Rendus 3D de l'intérieur de l'éprouvette montrant les pores et l'endommagement à l'état initial (a) et après 20 cycles (b). . . . .   | 74 |
| 3.6  | Évolution coupe par coupe dans des plans perpendiculaires à l'axe Z de la porosité et de la contrainte nominale (ratio F/S). La profondeur correspond à la distance relative entre la surface haute de la figure 3.2a et la coupe analysée. La charge maximale expérimentalement appliquée est nommée F et la surface de matrice dans chaque coupe horizontale S. . . . . | 75 |
| 3.7  | Coupes tomographiques montrant l'évolution de l'endommagement à différents nombres de cycles dans le plan 1 (figure 3.2b) : (a) 5 cycles, (b) 10 cycles, (c) 30 cycles, (d) 40 cycles et (e) 50 cycles. La direction de chargement est verticale et les marqueurs sur les sous-figures indiquent les pores et les particules rompues. . . . .                             | 77 |
| 3.8  | Coupes tomographiques montrant l'évolution de l'endommagement à différents nombres de cycles dans le plan 2 (figure 3.2b) : (a) 10 cycles, (b) 30 cycles, (c) 40 cycles et (d) 50 cycles. La direction de chargement est verticale et les marqueurs sur les sous-figures montrent les pores et les particules rompues. . . . .  | 78 |
| 3.9  | Vues projetées de l'évolution des fissures F1 et F2 à l'intérieur de l'échantillon. Les lignes pointillées de la figure b indiquent les positions des plans observés sur les figures 3.3, 3.4, 3.7 et 3.8. . . . .  | 80 |
| 3.10 | Évolution de (a) la surface projetée ( $S_{proj}$ ) des fissures en pourcentage de la surface totale ( $S_{tot}$ ) et (b) vitesses de croissance des fissures. . . . .  | 81 |
| 3.11 | Coupe tomographique (a) horizontale et (b) verticale de l'éprouvette ESRF2_CIC après 600 cycles à 250°C. Aucun endommagement n'est visible. . . . .   | 82 |
| 3.12 | Image 3D de la zone utile de l'éprouvette ESRF2_T1. (a) Rendu 3D montrant les surface extérieures ainsi que le perçage traversant. Le diamètre du trou est de 0,5 mm. (b) Coupe tomographique verticale montrant le trou ainsi que la microstructure avoisinante au centre de l'éprouvette. . . . .   | 83 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 3.13 | (a) Coupe tomographique de l'éprouvette ESRF2_T1 à l'état initial. Les lignes rouges, vertes et bleues délimitent respectivement des empilements de 60, 200 et 400 coupes tomographies parallèles au plan XY. (b) Projection des niveaux de gris minimums sur 60 coupes à l'état initial. . . . .   | 84  |
| 3.14 | Projections dans un plan orthogonal à la direction de sollicitation des fissures à différents nombres de cycles pour différents volumes de projection. Projections sur (a) 60 coupes, (b) 200 coupes et (c) 400 coupes. . . . .   | 85  |
| 3.15 | (a) Projection de l'endommagement à 800 cycles réalisé sur 400 coupes. (b) Visualisation de la microstructure sur des coupes tomographiques verticales à N=1000 cycles. Ces coupes sont représentées par 3 lignes verticales sur la sous-figure (a). Les marqueurs violet et rouges servent à donner l'orientation des coupes afin de faciliter la lecture. . . . . | 86  |
| 3.16 | Visualisation sur des coupes reconstruites de l'endommagement en fonction du nombre de cycle (à charges maximales). . . . .   | 87  |
| 3.17 | Volumes indicatifs des différentes structures étudiées de l'échelle microscopique à celle de la culasse. . . . .  | 88  |
| 3.18 | Observation au microscope optique de la propagation de la fissure principale à la surface de l'éprouvette A_A1H (matériau PMP) au cours de l'essai de propagation. Les images sont prises à charge maximale. Les marqueurs allant de <i>a</i> à <i>f</i> indiquent les sites où les événements principaux ont lieu (voir détails dans le texte). . . . .            | 90  |
| 3.19 | Propagation de la fissure principale à la surface de l'éprouvette B_A2 (matériau PMP+CIC) à charges maximales. Les marqueurs allant de <i>a'</i> à <i>f'</i> indiquent les sites où les événements principaux ont lieu. . . . .   | 91  |
| 3.20 | Protocole de mesure de la longueur de fissure à partir des images prises en surface. . . . .  | 92  |
| 3.21 | Influence de la méthode de mesure sur la longueur de fissure <i>a</i> et sur la vitesse de propagation de l'éprouvette A_A1H. . . . .   | 93  |
| 3.22 | Évolution des contraintes maximales et minimales pour les éprouvettes (a) contenant des pores (lot A) et (b) celles sans pores (lot B) en fonction du nombre de cycles. . . . .   | 94  |
| 3.23 | Superposition des boucles contraintes/déformations pour les éprouvettes (a) contenant des pores (lot A) et (b) celles sans pores (lot B) lors du 2 <sup>ème</sup> /3 <sup>ème</sup> cycle. . . . .  | 95  |
| 3.24 | Évolution de la longueur des fissures des éprouvettes du lot A (PMP). . . . .   | 96  |
| 3.25 | Évolution de la longueur des fissures des éprouvettes du lot B (PMP+CIC). . . . .   | 96  |
| 3.26 | Évolution de la vitesse de fissuration des éprouvettes du lot A (PMP). . . . .  | 97  |
| 3.27 | Évolution de la vitesse de fissuration des éprouvettes du lot B (PMP+CIC). . . . .  | 98  |
| 3.28 | Micrographies optique <i>post mortem</i> de (a) la face filmée et (b) la face opposée de l'éprouvette A_A1H (Lot A). Les sous-figures (c), (d), (e), (f), (g) et (h) sont des grossissements des zones repérées par les cadres en pointillé. . . . .  | 100 |

---

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 3.29 | Micrographies optique <i>post mortem</i> de (a) la face filmée et (b) la face opposée de l'éprouvette B_A1 (Lot B). Les sous-figures (c), (d), et (e) sont des grossissements des zones ciblées par les cadres en pointillé. . . . .   | 101 |
| 3.30 | Assemblage de cartographies EBSD (IPF Y) <i>post mortem</i> de l'éprouvette A_A2B. La face analysée est la face opposée : l'entaille est située à gauche.  | 101 |
| 3.31 | Vues 3D d'une éprouvette de fissuration montrant les pores (bleu) ainsi que les plans dans lesquels les coupes de tomographies des figures 3.32 et 3.33 seront extraites. Les volumes correspondent à l'éprouvette A_A2B : les pores apparaissent en bleu et les surfaces de la zone utile de l'éprouvette en gris. . . . .  | 102 |
| 3.32 | Coupes tomographiques parallèles au plan xz de la figure 3.31 montrant l'interaction de la fissure avec les éléments microstructuraux. . . . .   | 103 |
| 3.33 | Coupes tomographiques parallèles au plan yz de la figure 3.31 montrant l'interaction de la fissure avec les éléments microstructuraux. . . . .   | 103 |
| 3.34 | Analyse des champs de déformation (en surface) de l'éprouvette B_A4 après 42 cycles (a) permettant d'identifier la zone fissurée et après 146 cycles (b). La déformation entre l'image de référence (N=0) et celle correspondant au maximum de déformation à N=42 est calculée sur l'image (c). La figure (d) correspond à la déformation entre le minimum et le maximum de déformation du cycle 42. . . . . | 104 |
| 4.1  | Modèle de durée de vie en fatigue incluant l'expression de la déformation totale comme la somme de deux lois puissances [MAN 65]. . . . .  | 108 |
| 4.2  | $\Delta W_e$ et $\Delta W_p$ dans un cas uni-axial [XIA 96, ELL 93]. . . . .   | 112 |
| 4.3  | Maillages issus de données tomographiques : (a) une dendrite d'un alliage Al-Cu [FUL 09] et (b) une griffe de Velociraptor [MAN 09]. . . . .   | 113 |
| 4.4  | Principaux volumes générés lors du processus de traitement d'image : (a) état initial, (b) segmentation de la matrice, (c) génération d'un volume ne contenant que la surface extérieure de l'éprouvette et (d) génération d'un volume ne contenant que les pores internes les plus volumineux. . . . .  | 115 |
| 4.5  | Exemple de maillage surfacique d'un pore sphérique généré par la méthode du "Marching Cube". . . . .   | 116 |
| 4.6  | Exemples de zones remaillées en surface : (a) pores internes avec une taille de maille constante et (b) surface extérieure présentant des éléments de différentes tailles. . . . .   | 116 |
| 4.7  | Protocole de remaillage sous Gmsh : (a) assemblage des maillages surfaciques, (b) génération d'une cartographie de la taille des éléments intégrant des gradients de tailles et (c) remaillage volumique final suivant une carte de distances calculée à l'étape (b). . . . .  | 117 |
| 4.8  | (a) Sous-volume utilisé pour l'analyse de sensibilité et (b) composante du tenseur des contraintes $\sigma_{33}$ estimée dans le plan orthogonal à la direction de chargement placé en $Z=780 \mu\text{m}$ . . . . .   | 118 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 4.9  | Évolution de la contrainte à proximité du pore le long de la direction 1 de la figure 4.8b pour différents maillages. . . . .   | 119 |
| 4.10 | (a) Plan de l'éprouvette ESRF1_A4 et (b) maillage de sa zone utile. Le chargement est appliqué sur la surface SH1 alors que le déplacement des nœuds appartenant à SB1 est bloqué. . . . .  | 120 |
| 4.11 | Maillages de l'éprouvette ESRF2_T1 : (a) maillage se limitant au champ de vue et (b) maillage artificiellement agrandi. Le chargement est appliqué sur la surface SH2 alors que les déplacements des nœuds appartenant à SB2 sont bloqués. . . . .  | 121 |
| 4.12 | Maillage de l'éprouvette ESRF1_A4 vu de dessus. Les points SV1, SV2, SV3 et SV4 correspondent respectivement aux centres des sous-volumes d'intérêts listés dans le tableau 4.2. . . . .  | 122 |
| 4.13 | (a) Boucle contrainte/déformation moyenne à l'intérieur de l'ensemble de la zone maillée. Les courbes (b),(c) et (d) présentent l'évolution des contraintes et des déformations à l'intérieur de sous-volumes de rayons différents centrés sur le point SV1. Les rayons des sphères sont respectivement de 200, 100 et 50 $\mu\text{m}$ . . . . .             | 124 |
| 4.14 | Effet de la localisation du sous-volume sur l'évolution des contraintes et déformations à l'intérieur de sphères de 50 $\mu\text{m}$ de rayon. Plus de détails sont donnés dans les tableaux 4.2 et 4.3. . . . .  | 125 |
| 4.15 | Contrainte équivalente de von Mises normée dans le plan 1 (voir chapitre 3) en position haute du premier cycle : (a) dans le cas d'un chargement macroscopique élastique et (b) en plasticité généralisée. . . . .  | 126 |
| 4.16 | Déformation plastique normée dans le plan 1 (voir chapitre 3) en position haute du premier cycle : (a) dans le cas d'un chargement macroscopique élastique et (b) en plasticité généralisée . . . . .   | 126 |
| 4.17 | (a) Mise en évidence du plan 1 (voir figure 3.2) sur un rendu 3d du maillage utilisé. (b) Champs des déformations plastiques cumulées après 3 cycles (numériques). . . . .  | 127 |
| 4.18 | (a) Grossissement du champs de déformations plastiques cumulées autour de la cavité de retrait (zone encadrée sur la figure 4.17b) et (b) coupe tomographique extraite dans un plan similaire montrant le site d'amorçage de la première fissure. . . . .   | 128 |
| 4.19 | Contraintes équivalentes au sens de von Mises dans le plan 1. . . . .   | 128 |
| 4.20 | Energies élastiques et plastiques estimées en SV1 pour : (a) des volumes de différents rayons sur les trois premiers cycles et (b) pour chaque cycle dans SV1-R50. . . . .  | 130 |
| 4.21 | Superpositions de la coupe tomographique du plan XY où s'est amorcée la première fissure et des énergies calculées à la surface de la cavité de retrait. L'énergie élastique $W_e$ est représentée en (a) et l'énergie plastique $W_p$ en (b). Les microfissures (à N=5 expérimentalement) sont représentées (projections) en blanc sur ce même plan. . . . . | 131 |

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 4.22 | (a) Déformation plastique cumulée, (b) Triaxialité des contraintes dans l'intervalle $[-1;1]$ et dans l'intervalle $[0,33;1]$ en (c) après 3 cycles (à charge maximale). (d) Fissure expérimentale après 40 cycles à 250°C. Le trait en pointillés représente schématiquement le chemin de la fissure après 50 cycles. | 132 |
| 4.23 | Vue 3D de la zone centrale de l'éprouvette ESRF2_T1. Les résultats des simulations des figures 4.24 et 4.25 sont extraits dans le plan indiqué par une flèche au centre du sous-volume dont le maillage est affiché. . . . .   | 133 |
| 4.24 | Confrontation (a) d'une fissure courte réelle observée le long du trou de l'éprouvette ESRF2_T1 et (b) de la déformation plastique cumulée au bord du trou. Les valeurs sont seuillées à 1%. . . . .   | 133 |
| 4.25 | (a) Bifurcation de la fissure à 45° dans le plan où (b) la déformation plastique est élevée et localisée dans des plans orientés similairement. . . . .  | 134 |
| 4.26 | Endommagement visible lors du 800 <sup>ème</sup> cycle : (a) rendu 3D et (b) projection de l'endommagement dans le plan orthogonal à la direction de sollicitation. . . . .  | 135 |
| 4.27 | (a) Champs de déformation plastique cumulée dans une coupe verticale, (b) dans le plan incliné passant par le centre du trou et intersectant les zones où la déformation plastique cumulée est maximale, et (c) triaxialité des contraintes dans ce même plan. . . . .   | 135 |
| 4.28 | Éléments où l'énergie (a) plastique et (b) élastique est maximum dans la zone proche du défaut. . . . .  | 136 |
| 4.29 | Évolution des énergies (a) élastiques $W_e$ et (b) plastiques $W_p$ au cours des cycles sur le matériau industriel (PMP). . . . .  | 137 |
| 4.30 | Évolution des énergies (a) élastiques $W_e$ et (b) plastiques $W_p$ au cours des cycles sur le matériau sans pores (PMP+CIC). . . . .  | 137 |
| 4.31 | Évolution des énergies (a) élastiques $W_e$ et (b) plastiques $W_p$ en fonction de la longueur de fissure $a$ pour le matériau industriel (PMP). . . . .   | 138 |
| 4.32 | Évolution des énergies (a) élastiques $W_e$ et (b) plastiques $W_p$ en fonction de la longueur de fissure $a$ pour le matériau sans pores (PMP+CIC). . . . .   | 138 |
| 4.33 | Vitesse de fissuration expérimentale en fonction de la longueur de fissure dans le matériau PMP. Les lignes correspondent aux vitesses calculées d'après le modèle de Maurel et al. [MAU 09]. . . . .  | 139 |
| 4.34 | Vitesse de propagation expérimentale et numérique des essais SENT sur le matériau sans pores (PMP+HIP). Les paramètres du modèle sont (a) les mêmes que ceux identifiés sur le matériau PMP et (b) ré-optimisés pour ce jeu de données. . . . .  | 140 |
| 5.1  | Champs de déformations plastique cumulée (a) et de la triaxialité des contraintes (b) après trois cycles (dans le plan 1 défini sur la figure 3.2b) dans le cas d'une simulation réalisée à $R_\epsilon=0$ plutôt qu'à $R_\sigma=0$ (figures 4.22a et 4.22c). . . . .  | 144 |

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| 5.2 | Résultats de la simulation d'un essai de traction ( $\varepsilon_{max} = 0,4\%$ ) d'une éprouvette "miniature" générée à partir d'une CAO : (a) maillage et plan de coupe, (b) déformations plastiques cumulées dans le plan illustré sur la sous-figure (a) et (c) triaxialité des contraintes dans cette même coupe. . . . .  | 146 |
| 5.3 | Représentation schématique des mécanismes d'amorçage et de la propagation. (a) étape I : endommagement des particules dures lors des premiers cycles, (b) étape II : amorçage d'une fissure lorsque le ligament entre le pore et la zone endommagée est rompu et (c) étape III : propagation de la fissure par une répétition des étapes I et II en pointe de la fissure. . . . . | 154 |
| A.1 | Dimensions des éprouvettes de la campagne d'essai ESRF2 : en noir les nouvelles cotes et en rouge celles de l'ancienne géométrie. L'épaisseur est fixée à 3,5 mm. . . . .   | 155 |
| A.2 | Résultats d'une simulation EF d'une mise en traction dont la déformation totale équivaut à 0,4 % à 250°C de la nouvelle éprouvette. Les champs sont représentés en perspective sur les surfaces extérieures sur les figures (a),(b),(c) et à cœur, dans le plan médian de l'éprouvette parallèle au plan (1,2) sur les figures (d),(e),(f). . . . .                               | 156 |
| B.1 | Coupe tomographique d'une éprouvette testée à 5000 cycles, 22000 cycles et 22800 cycles. . . . .  | 157 |
| B.2 | Coupe issue d'un calcul éléments finis montrant la déformation plastique cumulée après le premier cycle. . . . .  | 158 |
| C.1 | Conditions de chargement de la simulation EF. . . . .   | 160 |
| C.2 | Maillage 3D de l'éprouvette SENT. . . . .   | 160 |
| C.3 | Évolution de la plasticité cumulée : $\varepsilon_{max} = 0,125\%/R_{\varepsilon} = 0$ . . . . .  | 161 |
| C.4 | Évolution de la plasticité cumulée : $\varepsilon_{max} = 0,125\%/R_{\varepsilon} = -1$ . . . . .   | 161 |
| C.5 | Évolution de la plasticité cumulée : $\varepsilon_{max} = 0,250\%/R_{\varepsilon} = 0$ . . . . .  | 162 |
| C.6 | Évolution de la plasticité cumulée : $\varepsilon_{max} = 0,250\%/R_{\varepsilon} = -1$ . . . . .   | 162 |



# Liste des tableaux

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| 1.1 | Nomenclature ASTM des alliages d'aluminium de fonderie . . . . .  | 6   |
| 1.2 | Nomenclature des traitements thermiques les plus utilisés en fonderie [STU 11].   | 12  |
| 1.3 | Composition chimique des alliages en pourcentages massiques. . . . .  | 21  |
| 1.4 | Principaux paramètres microstructuraux de l'alliage AlSi7Cu3Mg élaboré<br>par le procédé PMP. . . . .   | 23  |
| 1.5 | Paramètres morphologiques des particules de la figure 1.31 (voir le texte<br>pour une définition des différents paramètres). . . . .  | 33  |
| 1.6 | Macro et micro duretés du matériau . . . . .  | 36  |
| 2.1 | Conditions des essais de fissuration des éprouvettes SENT à 250°C . . . . .   | 65  |
| 3.1 | Liste des éprouvettes testées à <i>in situ</i> au synchrotron sur la ligne ID19 de<br>l'ESRF. . . . .   | 68  |
| 3.2 | Principaux résultats des essais de fissuration SENT. . . . .  | 97  |
| 4.1 | Conditions limites et chargements des simulations EF pour les éprouvettes<br>ESRF1_A4 et ESRF2_T1. . . . .  | 120 |
| 4.2 | Paramètres des sous-volumes utilisés pour les simulations EF de 50 cycles. .  | 123 |
| 4.3 | Valeurs calculées de $\sigma_{33}^{max}$ , $\sigma_{33}^{min}$ et de la déformation plastique cumulée<br>(estimée sur tous les cycles) $\varepsilon_{cum}$ obtenues pour les sous-volumes sphériques<br>listés dans le tableau 4.2 après 50 cycles. . . . . | 124 |
| 4.4 | Paramètres du modèle de fissuration identifiés pour chacun des matériaux. .   | 139 |



# Introduction

## Contexte industriel et scientifique

Durant plusieurs décennies la masse des véhicules n'a cessé d'augmenter du fait de l'amélioration de la sécurité et du confort des automobiles. A partir des années 2000 les constructeurs ont commencé à substituer certaines pièces produites en fonte (dont les culasses) par des alliages d'aluminium dans le but d'endiguer l'augmentation de la consommation en carburant inhérente à la masse des véhicules. Ces allègements ont permis de diminuer le rapport consommation en carburant/masse. Cependant de nouvelles réglementations européennes limiteront les émissions polluantes des véhicules à l'horizon 2020 : 95 g/km de CO<sub>2</sub> [Eur 14]. Cet objectif peut être atteint en réduisant encore une fois les consommations. La stratégie adoptée par le groupe PSA a été de mener une politique de "downsizing" (diminution du rapport cylindrée/puissance) couplée à une optimisation de l'utilisation de la matière. Depuis quelques années, le Procédé à Modèle Perdu (PMP : un modèle de la pièce est produit en polystyrène et il est ensuite sublimé au contact de l'alliage d'aluminium en fusion lors du remplissage du moule) a été introduit afin de remplacer la Coulée par Gravité (CG). Ce changement induit des réductions de coûts et des possibilités d'optimisation des géométries de pièces, ce qui permet des réductions de masse et donc au final de consommation. Une spécificité importante du procédé PMP est que la vitesse de refroidissement des pièces de fonderie après coulée est relativement lente par rapport au procédé CG, ce qui crée une microstructure plus grossière mais également une augmentation du nombre de pores et d'inclusions (intermétalliques, oxydes).

Récemment, la thèse de Shadan Tabibian [TAB 11] a montré que, pour ce type de matériau, l'endommagement en fatigue oligocyclique thermomécanique (LCF / TMF) est le résultat d'une compétition entre pores, phases intermétalliques et eutectiques, ce qui peut réduire de façon drastique, dans certains cas, la durée de vie et, par conséquent, la fiabilité des pièces. Néanmoins, l'analyse des mécanismes d'endommagement s'est révélée difficile à partir d'observations en deux dimensions traditionnelles (analyse de surface, faciès de rupture).

Par ailleurs, une des conséquences les plus néfastes de ce "downsizing" est l'augmentation constante des flux de combustion et des températures matières pour des puissances spécifiques constantes, et donc des contraintes mécaniques, toujours plus élevées. La cu-

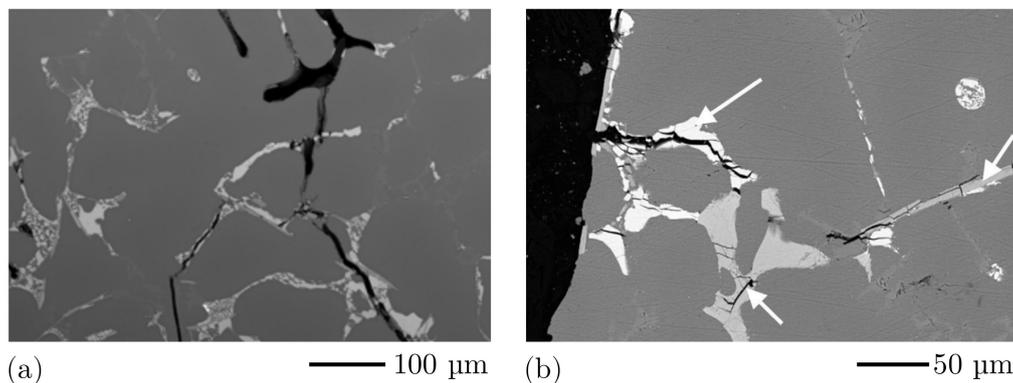


FIGURE 1 – Exemples d’interactions entre des fissures de fatigue thermomécanique avec les éléments de la microstructure (pores, particules de silicium et intermétalliques) observées par microscopie électronique à balayage [TAB 11].

lasse devient donc l’une des pièces les plus critiques du moteur automobile, soumise à des chargements thermomécaniques sévères notamment lors du cycle de démarrage-arrêt du véhicule [JAV 14, SZM 13b].

L’enjeu principal de cette thèse est d’établir une compréhension fine du phénomène d’endommagement sous fortes charges et haute température pour les alliages d’aluminium de moulage utilisées pour la fabrication des culasses par procédé PMP. Cela permettra d’améliorer les critères de fatigue et, par conséquent, la fiabilité cible des composants du moteur par la définition, la compréhension et l’intégration au processus de dimensionnement du rôle fondamental joué par les particularités microstructurales dans le processus d’endommagement par fatigue. Pour cela, il est nécessaire de réaliser des analyses métallurgiques fines en 3D, des essais de fatigue isothermes sur des éprouvettes dont les dimensions sont proches de celles d’un pontet inter-soupapes, ainsi que des calculs de microstructure qui permettront de proposer une cinétique d’endommagement à l’échelle de la microstructure que l’on tentera de convertir ensuite en critère macroscopique, utilisable en bureau d’étude.

## Présentation du projet et des objectifs

Ce projet de recherche s’inscrit dans un plus vaste programme soutenu par l’ANR via le projet INDiANA (INfluence of casting Defects in the low cycle thermomechanical fatigue damage of lost foam casting AlumiNium Alloys). De nombreux partenaires scientifiques ont collaboré : le Laboratoire de Mécanique de Lille (E. Charkaluk, porteur du projet), le laboratoire MATEIS de l’INSA Lyon, le Centre Technique des Industrie de Fonderie, le Centre des Matériaux Mines ParisTech, le Laboratoire de Mécaniques des Solides de l’Ecole Polytechnique, et l’Institut Jean le Rond D’Alembert. Ces travaux de thèse sont plus particulièrement le fruit d’une collaboration entre PSA, MATEIS et le Centre des

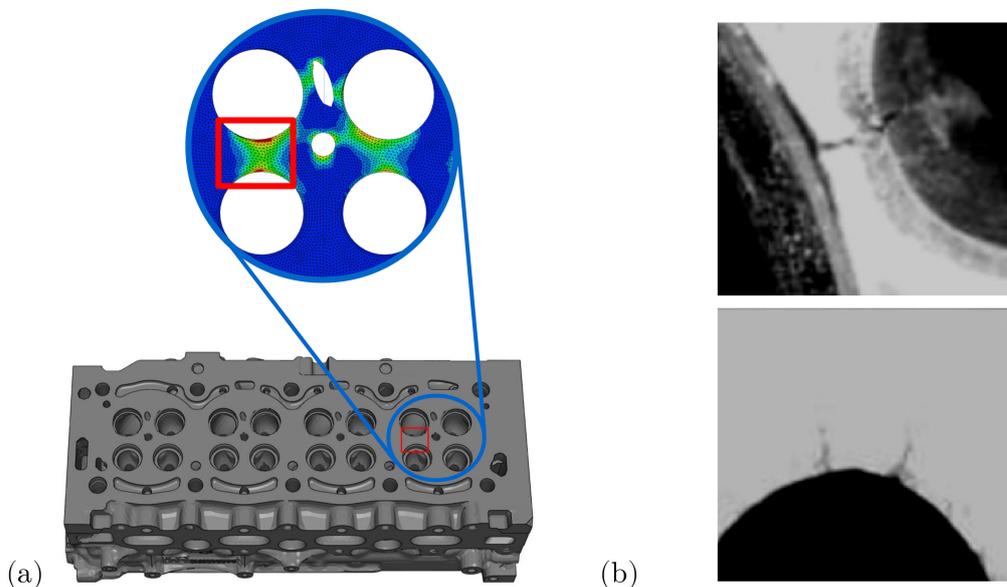


FIGURE 2 – (a) Vue en perspective d’une culasse et détails du champ d’énergies plastiques dissipées simulé par calculs éléments finis aux pontets inter-soupapes [SZM 13b]. (b) Exemples de fissures sur des pontets inter-soupapes (microscopie optique) [THO 04].

Matériaux et ont pour objectif de caractériser l’amorçage et le développement de l’endommagement d’alliages Al-Si de fonderie pour des chargements de fatigue oligocyclique à haute température (température maximum de 250°C). Les différents objectifs de la thèse sont :

- Caractérisation 3D d’échantillons de matière prélevés dans les culasses de manière à établir des statistiques précises en termes de porosités et d’intermétalliques pour les éprouvettes d’essais.
- Réalisation d’essais de fatigue oligocyclique à haute température (250°C) sur des éprouvettes de traction *in situ* et observation en temps réel de la propagation 3D de microfissures à partir des « défauts » de fonderie.
- Réalisation d’essais de propagation de fissure en plasticité généralisée à chaud sur des éprouvettes macroscopiques.
- Maillage de microstructure d’éprouvette conforme aux observations en 3D et simulation par éléments finis des essais *in situ*.
- Proposition d’un modèle de tenue à la fatigue en cohérence avec l’ensemble des autres travaux du projet.

Il est important de noter que, dans le cadre des essais *in situ*, d’étroits liens ont été noués avec le LML. L’ensemble des campagnes d’essais synchrotron ont été partagées avec Nora Dahdah, doctorante au LML, qui s’est principalement intéressée à la corrélation d’images

3D (DVC) pour caractériser la localisation des déformations et identifier l'influence des particules sur la réponse mécanique du matériau.

Ce manuscrit est composé de quatre chapitres dont le découpage est le suivant :

- Le premier chapitre décrit les matériaux de l'étude et fait le lien entre microstructure et propriétés mécaniques du point de vue de la littérature. La caractérisation microstructurale et mécanique des deux matériaux est exposée dans une seconde partie.
- Le second chapitre expose les méthodes expérimentales en se focalisant sur les essais de fatigue. Un rappel est fait sur la tomographie aux rayons X afin d'introduire les essais réalisés sous rayonnement synchrotron. La méthodologie des essais de fissuration macroscopique est ensuite exposée.
- Les résultats expérimentaux sont décrits dans le chapitre 3. Une première partie est consacrée à l'identification des micro-mécanismes d'endommagement par analyse 3D. Par la suite, des essais de fissuration sur éprouvettes macroscopiques seront décrits.
- Le dernier chapitre est intégralement consacré à la modélisation du comportement mécanique du matériau d'un point de vue aussi bien local (maillages basés sur des volumes 3D) que global (modèle de fissuration macroscopique).

Le manuscrit se termine par une discussion suivie d'une conclusion générale faisant le lien entre les deux échelles d'analyse dans le but d'expliquer comment s'amorcent et se propagent les fissures dans ce matériau en régime de fatigue oligocyclique.

# Chapitre 1

## Matériau et caractérisation

Les alliages d'aluminium de fonderie ont la particularité de présenter des microstructures complexes et remarquables à plusieurs "échelles". Cette spécificité a une influence sur leur comportement mécanique et leur résistance à la fatigue. La première partie de ce chapitre est une présentation générale des alliages d'aluminium, avant de traiter plus en détail l'alliage de cette étude. Une dernière décrit les propriétés mécaniques de ces alliages en faisant le lien avec les parties précédentes.

### Sommaire

---

|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| <b>1.1</b> | <b>Généralités</b>   | <b>1</b>  |
| 1.1.1      | Alliages d'aluminium de fonderie                                 | 1         |
| 1.1.2      | Microstructure et propriétés                                     | 7         |
| 1.1.3      | La microstructure mésoscopique et propriétés en fatigue          | 13        |
| <b>1.2</b> | <b>Procédé à Modèle Perdu (PMP)</b>                              | <b>17</b> |
| <b>1.3</b> | <b>L'alliage AlSi7Cu3Mg étudié</b>                               | <b>20</b> |
| 1.3.1      | Caractérisation microstructurale                                 | 21        |
| 1.3.2      | Les grains   | 25        |
| 1.3.3      | La distribution des pores  | 27        |
| <b>1.4</b> | <b>Obtention d'un matériau modèle</b>                            | <b>29</b> |
| 1.4.1      | Caractérisation de la porosité dans le matériau compacté à chaud | 31        |
| 1.4.2      | Caractérisation des particules de silicium                       | 32        |
| 1.4.3      | Propriétés mécaniques de la matrice                              | 35        |
| <b>1.5</b> | <b>Modélisation du comportement mécanique</b>                    | <b>36</b> |
| <b>1.6</b> | <b>Synthèse</b>  | <b>39</b> |

---

## 1.1 Généralités

### 1.1.1 Alliages d'aluminium de fonderie

La mise en forme de pièces métalliques par fonderie existe depuis l'antiquité et cela principalement via des procédés à modèles perdus [PAT 12]. De nos jours, ce sont les

méthodes de mises en forme thermomécaniques induisant une déformation plastique du matériau qui sont les plus répandues : laminage, extrusion, forgeage, emboutissage, etc. Si, ces méthodes utilisent toujours comme matière de base un matériau qui a été préalablement fondu. Ce ne sont pas pour autant des pièces de fonderie. Il convient donc tout d'abord de définir dès maintenant ce qu'est une pièce dite de "fonderie".

Une pièce de fonderie est une pièce dont la forme finale est directement celle obtenue à la sortie du moule, à l'exception des opérations d'ébavurage et de quelques retouches par usinage. Deux exemples de pièces de fonderie utilisées dans l'automobile sont illustrées figure 1.1. Les pièces ne subissant pas d'autres opérations de mise en forme, la densité de dislocations est assez faible au sein du matériau : les pièces de fonderie sont donc peu sensibles au phénomène de recristallisation lors des traitements thermiques ultérieurs éventuels que subit la pièce lors de sa fabrication. Comme nous le verrons plus tard, plusieurs paramètres microstructuraux, tels que l'espacement interdendritique secondaire ou la taille de grains, sont fixés dès l'étape de coulée. Il convient donc de bien comprendre comment se forme et évolue chacun des constituants microstructuraux.

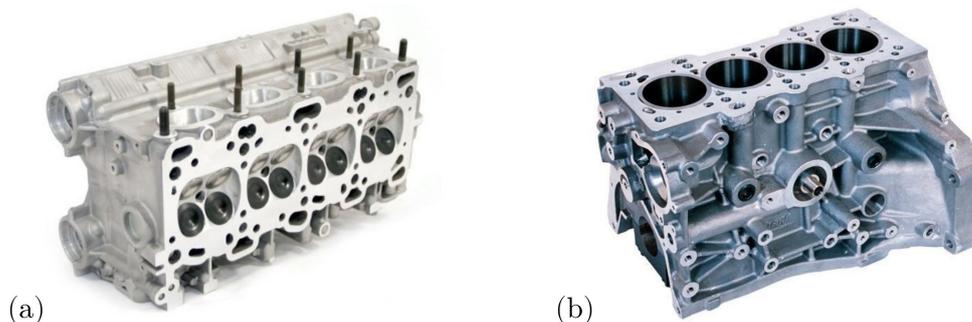


FIGURE 1.1 – Deux exemples de pièces de fonderie produites pour l'automobile, (a) une culasse et (b) un bloc moteur. La mise en forme par moulage permet de réduire le nombre d'opérations pour obtenir de telles formes très complexes.

En fonderie, les matériaux utilisés sont principalement des alliages à bas point de fusion tels que les alliages présentant un eutectique. Ceci est le cas des mélanges Fe+C, Pb+Sn, et dans le cas des alliages d'aluminium, les mélanges Al+Si (voir le diagramme de phase à la figure 1.2b). On distingue alors les alliages hypoeutectiques, eutectiques et hypereutectiques.

#### 1.1.1.1 Structure des alliages d'aluminium de fonderie hypoeutectiques

Les alliages d'aluminium moulés par un procédé classique (moulage coquille, gravité...) possèdent une structure dendritique qui résulte des conditions de solidification et principalement des gradients thermiques générés par le refroidissement. Les cristaux d'aluminium commencent ainsi à se solidifier dans les zones froides localisées le plus souvent à l'interface moule/métal en fusion. Les premiers germes se solidifient donc à partir des parois

du moule (ou des impuretés présentes dans le métal liquide) et croissent, sous forme de dendrites (figure 1.2a), suivant les directions de refroidissement [BAI 02, ASH 13].

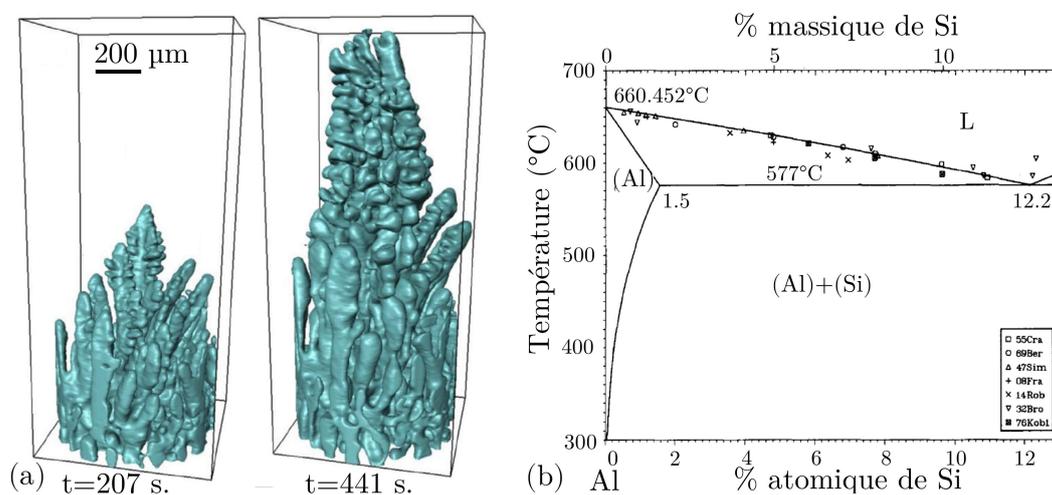


FIGURE 1.2 – (a) Représentation 3D d’une dendrite lors de la solidification d’un alliage Al-15m%Cu [CAI 16] et (b) vue partielle du diagramme de phase Al-Si d’après [MUR 84] mettant en évidence l’eutectique à 12,2% (atomique) de silicium.

Dans le cas d’un alliage Al-Si, une dendrite est composée d’une phase  $\alpha$  qui consiste en une solution solide Al+Si riche en Al (figure 1.3a). Lors du refroidissement, le silicium, très peu soluble dans l’aluminium (figure 1.2b), est rejeté vers le front de solidification. La couche de liquide proche de la dendrite accumule ce silicium et voit sa température de fusion diminuer. La solidification est donc localement ralentie, puisque pour solidifier cette couche, une quantité supplémentaire de chaleur doit localement être évacuée. Ce ralentissement explique pourquoi les cristaux de phase  $\alpha$  ne croissent pas sous forme de sphère (forme qui correspondrait à une minimisation de l’énergie de surface) mais plutôt sous forme dendritique. En effet, si localement une protubérance d’un cristal arrive à traverser cette fine couche (riche en Si), elle se trouve alors dans un liquide non-enrichi et peut solidifier plus rapidement. L’apparition multiple de ce type d’instabilité lors de la solidification forme alors une dendrite [ASH 13]. En fin de solidification, les dernières zones enrichies en silicium, présentes entre les dendrites, se solidifient à 577°C pour former des zones eutectiques, mélanges de phase  $\alpha$  et de particules de silicium (figure 1.3a).

Lors de la solidification, chaque germe de solide donne naissance à un arbre de dendrite primaire qui va ensuite se subdiviser en bras secondaires voire tertiaires pour former un grain, tel qu’illustré sur la figure 1.3b. Deux paramètres peuvent être utilisés pour caractériser la finesse de la microstructure : soit la longueur de l’arbre primaire, soit, plus souvent, l’espacement entre ses ramifications (bras) secondaires. L’espacement interdendritique secondaire, représenté schématiquement sur la figure 1.3c, est nommé d’après son acronyme

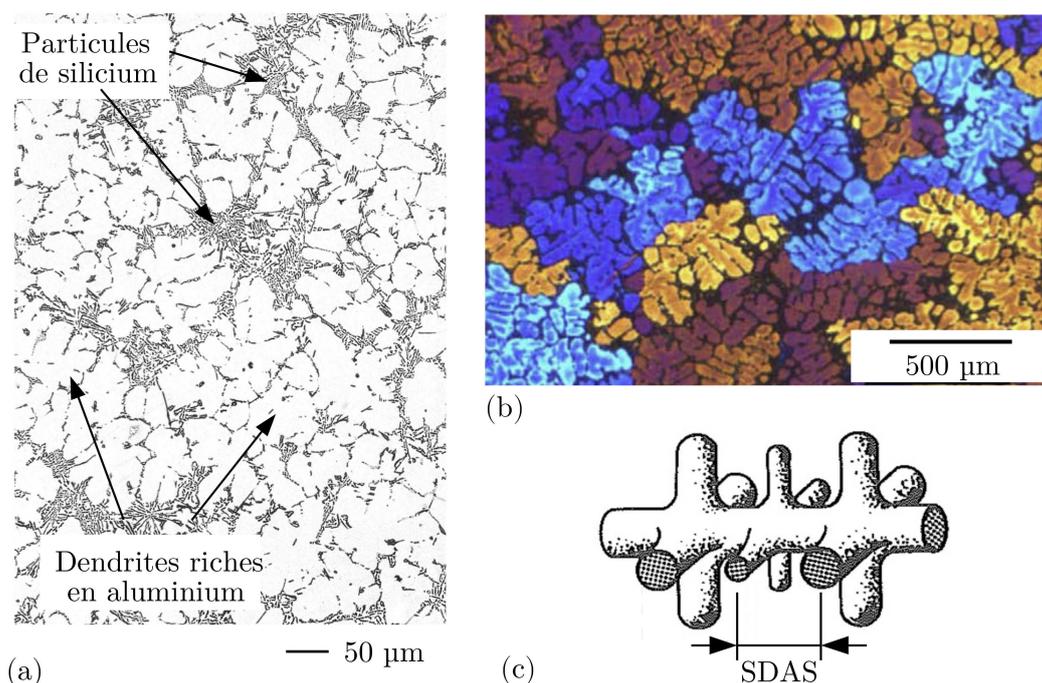


FIGURE 1.3 – Structure dendritique d’alliage d’aluminium AlSi7Mg06 (ASTM A357) : (a) alliage coulé dans un moule en sable non traité thermiquement et présentant des dendrites de solution solide d’aluminium ainsi qu’un eutectique lamellaire [FON 89], (b) micrographie sous lumière polarisée montrant les grains après une attaque électrolytique [CES 09]. L’espace interdendritique secondaire (SDAS) est schématisé sur la sous-figure (c) d’après [KUR 89].

anglais, SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing). Le SDAS est plus utilisé que la taille de grains pour caractériser la finesse de la microstructure et évaluer certaines propriétés mécaniques des pièces moulées. En effet, la figure 1.4a montre que l’allongement à rupture et la résistance mécanique augmentent lorsque la taille des dendrites diminue. Le SDAS est principalement lié au taux de refroidissement (voir figure 1.4b) [WAN 01b] et représente un indicateur robuste des caractéristiques mécaniques du matériau. Une pièce présentant une microstructure fine due à un taux de refroidissement élevé présentera peu de ségrégation, de cavités de retrait, de criques à chaud et la taille des pores y sera minimisée, ce qui, *in fine*, aboutira à de bonnes propriétés mécaniques [ASM 08].

L’eutectique est composé de phase  $\alpha$  ainsi que de particules de silicium qui sont caractérisées par leurs morphologies, leurs tailles et leur arrangement spatial. Sur des coupes métallographiques classiques, les particules de silicium brut de fonderie ont une forme aciculaire si aucun modificateur d’eutectique n’est ajouté à l’alliage [CLO 90, MOU 03]. Ces particules forment en réalité un réseau tridimensionnel de plaquettes dont les projections sur le plan d’observation ont des tailles variant couramment de 2 à 100  $\mu\text{m}$  [VOO 04].

Lorsque d’autres éléments sont ajoutés (tels que Fe, Cu, Mg,...), cela provoque la for-

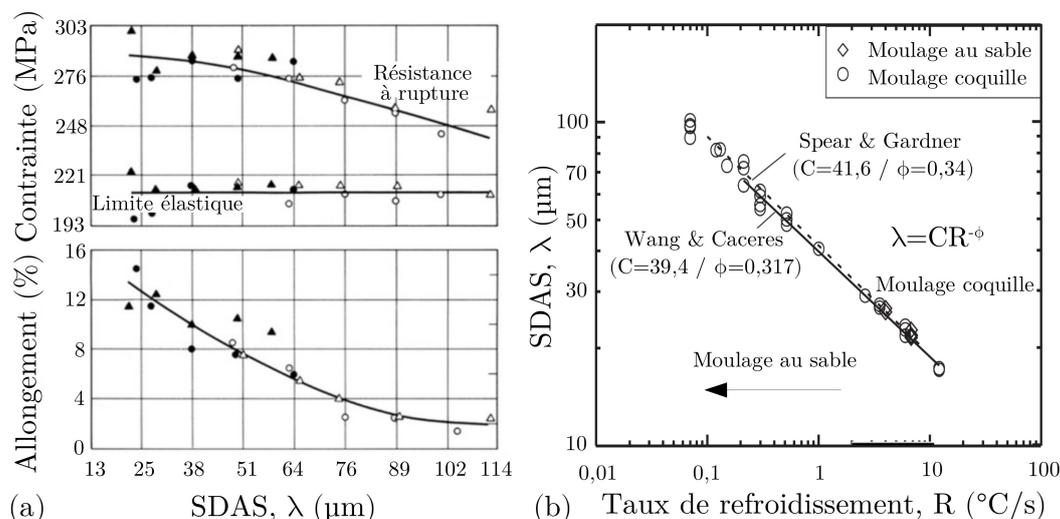


FIGURE 1.4 – (a) Propriétés mécaniques d'un alliage d'aluminium A356 en fonction du SDAS [SPE 63] et (b) évolution du SDAS en fonction du taux de refroidissement pour un alliage similaire [WAN 01b].

mation de précipités au sein de l'alliage. La nature de ces précipités intermétalliques, par exemple  $\text{FeMg}_3\text{Si}_6\text{Al}_8$ , dépend des teneurs en éléments d'alliage et en impuretés [ASM 08]. Les plus petits de ces précipités, de tailles nanométriques, sont localisés au sein de la phase  $\alpha$  et les plus gros (micrométriques) au niveau des zones eutectiques ; on parle alors plutôt de particules intermétalliques. Ces dernières se forment avant la phase eutectique lors de la croissance des dendrites [TER 10].

### 1.1.1.2 Principaux éléments d'alliage

L'aluminium pur est connu pour être très mou ( $20 < \text{dureté Vickers} < 30$ ) et ductile, ce qui limite son utilisation comme matériau de structure. Des éléments d'alliages sont donc ajoutés pour obtenir de meilleures propriétés, notamment mécaniques (limite élastique, ténacité, résistance à la corrosion, etc). L'amélioration de ces propriétés peut être en partie obtenue par effet de solution solide. Comme le montre la nomenclature des alliages d'aluminium de fonderie présente dans le tableau 1.1, certains de ces alliages peuvent être durcis par précipitation, et leurs propriétés sont modifiées par des traitements thermiques. Ce phénomène sera expliqué plus en détail dans la suite de ce premier chapitre.

| Séries | Principal constituant | Durcissement par solution solide | Durcissement par précipitation |
|--------|-----------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| 1xx.x  | Al 99 %               | X                                |                                |
| 2xx.x  | Cu %                  | X                                | X                              |
| 3xx.x  | Si+Mg (+Cu) %         | X                                | X                              |
| 4xx.x  | Si %                  | X                                |                                |
| 5xx.x  | Mg %                  | X                                |                                |
| 7xx.x  | Zn %                  | X                                | X                              |
| 8xx.x  | Sn %                  | X                                | X                              |
| 9xx.x  | autres %              | X                                | X                              |

Tableau 1.1 – Nomenclature ASTM des alliages d'aluminium de fonderie

En fonderie, le silicium est le principal élément ajouté à l'aluminium, principalement à des fins de mise en forme. Pour un alliage hypoeutectique (fraction massique de Si inférieur à 12.2%), il permet tout d'abord d'abaisser la température de fusion. Cependant, la coulabilité de l'alliage (aptitude de l'alliage à remplir correctement une empreinte) s'améliore avec l'augmentation de la fraction en silicium, ce qui implique une recherche d'une teneur optimale en fonction de l'application visée. Enfin, le silicium voit son volume augmenter lorsqu'il refroidit : il limite ainsi la formation de cavités de retrait.

La composition de l'alliage est alors choisie pour obtenir un compromis entre propriétés de moulage et mécaniques d'usage. Ces dernières sont également améliorées par certains éléments dont les principaux sont :

- Le strontium. Cet élément modifie la structure de l'eutectique. L'ajout de strontium permet d'obtenir une forme lamellaire pour les particules de silicium s'il est présent à de faibles taux et une forme fibreuse pour des taux plus importants. Dans la pratique industrielle, un taux massique de strontium compris entre 0.015% et 0.050% est habituellement utilisé [DOU 09]. Cet élément affecte aussi la phase primaire  $\alpha$  en améliorant l'équiaxialité des dendrites [ZHO 10]. Toutefois, il provoque ainsi une augmentation de la solubilité de l'hydrogène, ce qui augmente le risque d'apparition de porosités gazeuses : un facteur diminuant les propriétés mécaniques [CLO 90, LI 12]. Le sodium et l'antimoine sont également connus pour modifier la morphologie de l'eutectique.
- Le cuivre. Son ajout permet la formation de précipités  $Al_2Cu$  dans la phase  $\alpha$  primaire et ainsi l'augmentation des propriétés mécaniques. La fraction ainsi que la morphologie de ces phases peuvent être optimisées par traitement thermique. En fonction de la quantité ajoutée, le cuivre peut également former des phases intermétalliques micrométriques. Le cuivre permet aussi d'améliorer l'usinabilité et la tenue

à chaud du matériau, ainsi que de diminuer son coefficient de dilatation thermique [BAI 02]. Cela en fait un composant important quand l'alliage est destiné à une culasse automobile [CAC 02]. Cependant la résistance à la corrosion est impactée de manière négative par cet élément. Les alliages chargés en cuivre sont souvent utilisés lorsque la ductilité n'est pas une caractéristique recherchée pour l'application donnée comme pour la fabrication de culasses de moteurs à combustion [BAR 04].

- Le magnésium. De manière similaire au cuivre, le magnésium permet d'améliorer les propriétés mécaniques en formant des précipités de  $Mg_2Si$  lorsqu'il est en présence de silicium. Cette phase, à l'équilibre, est elle aussi durcissante. Néanmoins son caractère très fragile force à l'utiliser avec précaution, et implique de faibles taux de Mg dans la pratique.
- Le titane : le titane est utilisé comme agent affineur de grains. Lorsqu'il est associé au bore, il forme un composé  $TiB_2$  qui sert de germe lors de la solidification permettant ainsi de diminuer la taille de grains dans le matériau solidifié.

D'autres éléments lourds, tels que le zirconium ou le vanadium, peuvent aussi être ajoutés pour améliorer les propriétés mécaniques à haute température. Ces éléments apportent un durcissement de type solution solide [OSM 10].

Si l'ajout d'éléments d'alliage permet d'augmenter les propriétés de l'aluminium, la formation inéluctable de composés intermétalliques aux morphologies, tailles et répartitions mal contrôlées peut se révéler problématique. Le cas de l'élément Fe est ainsi un exemple très représentatif. L'élément Fe est considéré comme une impureté pour les alliages d'aluminium : un alliage primaire en contient entre 0.05-0.3%(m) alors qu'un alliage secondaire (recyclé) peu en contenir jusqu'à 1%(m). Le fer a pour effet de réduire la fluidité du métal liquide, et de diminuer les propriétés mécaniques (ductilité, contrainte à rupture) par la formation d'intermétalliques fragiles qui peuvent être divisés en trois grandes familles :

- $\beta$ -AlFeSi ( $Al_5FeSi$ ) sous forme de plaquettes (aiguilles en 2D).
- $\alpha$ -AlFeSi ( $Al_8Fe_2Si$ ) sous forme de particules 3D de formes complexes appelées *Chinese Scripts* du fait de leur ressemblance avec les idéogrammes chinois sur les coupes métallographiques.
- $\pi$ - $Al_8FeMg_3Si_6$

Au final, la composition chimique des alliages représente un nécessaire compromis entre les propriétés recherchées, le coût et la facilité de mise en forme.

### 1.1.2 Microstructure et propriétés

Certains alliages d'aluminium peuvent voir leurs microstructures évoluer si des températures permettant le durcissement par précipitation sont atteintes lors de traitements thermiques (pendant l'élaboration ou en service). Ces évolutions conditionnent alors leurs propriétés mécaniques.

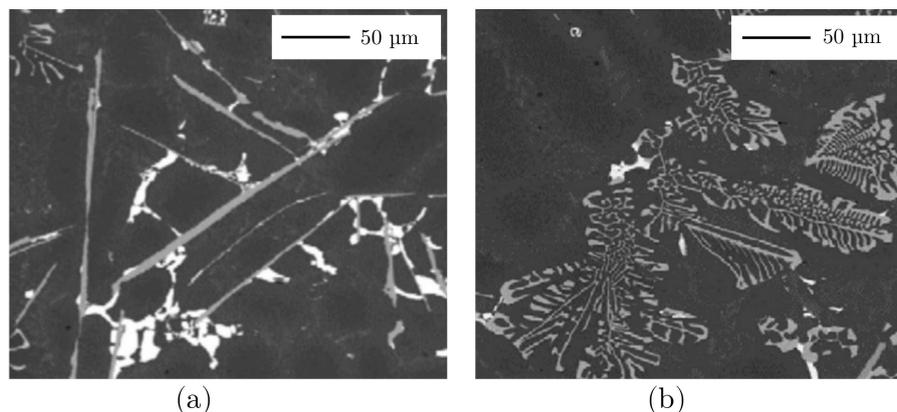


FIGURE 1.5 – Clichés MEB d'intermétalliques riches en fer (a)  $\beta$ -AlFeSi [TAS 07] et (b)  $\alpha$ -AlFeSi [TAS 07].

Comme expliqué précédemment, ces alliages ont une microstructure multi-échelle : une échelle mésoscopique (1 à 100  $\mu\text{m}$ ) correspondant à la structure dendritique et eutectique, et une échelle nanométrique, correspondant à l'existence de précipités à l'intérieur des dendrites. C'est cette dernière échelle qui pilote le comportement mécanique du matériau et qui est la plus sensible aux évolutions induites par d'éventuels traitements thermiques. Les composés eutectiques (particules de Si, intermétalliques à l'équilibre) sont principalement affectés, le cas échéant, par l'étape de mise en solution solide du traitement thermique.

### 1.1.2.1 Le durcissement par précipitation

Les propriétés mécaniques des alliages de fonderie étant fortement liées à leurs état de précipitation à l'échelle nanométrique, il semble utile d'expliquer comment se forment et évoluent ces précipités. Ce paragraphe présente quelques rappels sur le durcissement par précipitation depuis une Solution Solide Sur-Saturée (SSSS). Pour plus de détails voir [POR 09]. Sur la base du système binaire Al-Cu, cette SSSS est obtenue par une mise en solution<sup>1</sup> suivie d'une trempe<sup>2</sup> de l'alliage. Plus de détails sur les différentes étapes des traitements thermiques seront donnés à la section suivante. Lors d'un vieillissement/revenu (maintien à température élevée du matériau, voir figure 1.8a) l'évolution de la microstructure, illustrée figure 1.6, se fait suivant les étapes ci-dessous :

- Les zones Guiner-Preston (GP) : par diffusion, les atomes de Cu se concentrent localement sur un plan précis de la maille de la matrice. Ces zones GP prennent la forme de fins disques de Cu (une seule couche atomique) parallèles au plan  $\{100\}$  de la phase  $\alpha$ . Cette morphologie et ce plan permettent de minimiser l'énergie de déformation puisque le plan  $\{100\}$  est le plan le plus à même à se déformer pour

1. Chauffage de l'alliage pour dissoudre les éléments d'alliage afin d'homogénéiser la composition chimique.

2. Refroidissement brutal de l'alliage mis en solution afin de figer la structure homogène de l'alliage à température ambiante.

- permettre l'insertion de ces groupements d'atomes.
- Stade intermédiaire 2 ( $\theta''$ ) : les zones GP sont des sites de nucléation privilégiés de phases intermédiaires cohérentes (réseau cristallin continu entre le précipité et la matrice). Autour de ces plans, la maille est distordue. Une déformation de cohérence permet d'accommoder la nouvelle phase. Ces précipités de composition  $\text{Al}_2\text{Cu}$  ont toujours la forme de disques et sont parallèles au plan  $\{100\}$  de la maille de la phase  $\alpha$ . Ils sont composés de deux couches de Cu séparées de trois couches d'Al.
  - Stade intermédiaire 3 ( $\theta'$ ) : les précipités croissent et la déformation de cohérence est en grande partie relâchée par la formation de dislocations. Les précipités deviennent semi-cohérents et prennent la forme de plaquettes dont la cristallographie est tétragonale.
  - Phase d'équilibre ( $\theta$ ) : la phase d'équilibre, dont la structure cristalline est différente de celle de la matrice d'Al, est formée. Cette phase, de stœchiométrie  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , est incohérente. Leurs morphologies et cristallographies sont identiques à celles du stade intermédiaire 3.

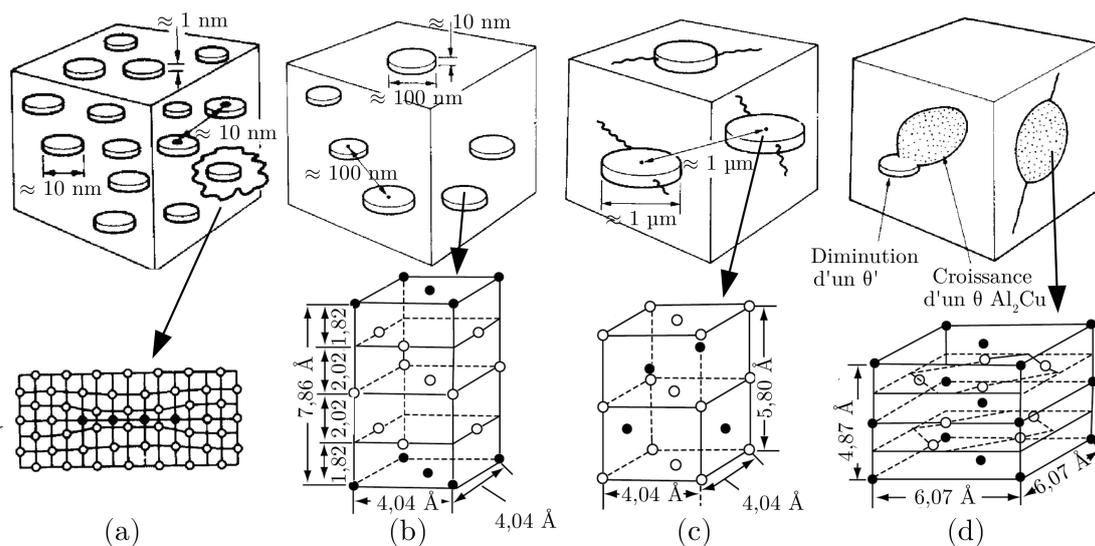


FIGURE 1.6 – Séquence de précipitation d'un alliage d'aluminium Al-Cu d'après [ASH 13, POR 09]. (a) zone GP, (b)  $\theta''$ , (c)  $\theta'$  et (d)  $\theta$   $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

Si l'alliage binaire Al-Cu permet d'expliquer simplement les mécanismes de précipitation, il n'est pas totalement représentatif des séquences de précipitation des alliages utilisés pour une application dans un groupe motopropulseur automobile. Les alliages privilégiés pour leur production contiennent plusieurs éléments d'alliages, tels que les alliages de la série 300 (voir tableau 1.1). Ajouter simultanément différents éléments tels que le silicium, le magnésium et le cuivre conduit à des séquences de précipitation plus complexes. Pour un alliage Al-Mg-Si, il y a ainsi formation de précipités  $\text{Mg}_u\text{Si}_v$  nommés  $\beta''/\beta'/\beta$  et  $\text{Mg}_u\text{Al}_v\text{Si}_w$  nommés U1/U2/B', ainsi que des précipités de Si incohérents. L'ajout de

cuire forme des phases durcissantes Q'/Q composées des 4 principaux éléments d'alliage et des  $\theta''/\theta'/\theta$  [OSM 10].

Les séquences simplifiées de précipitation sont alors les suivantes (la composition chimique de la phase  $\alpha$  évoluant au cours de la séquence de précipitation, un indice est ajouté aux termes  $\alpha$  afin de marquer cette différence) :

-pour un **Al-Mg-Si** :

$$\alpha_0 \Rightarrow \alpha_1 + GP \Rightarrow \alpha_2 + \beta'' \Rightarrow \alpha_3 + \beta' + B'/U1/U2 + (Si) \Rightarrow \alpha_4 + \beta + (Si)$$

-pour un **Al-Si-Mg-Cu** :

$$\alpha_0 \Rightarrow \alpha_1 + GP \Rightarrow \alpha_2 + \beta'' + \theta'' \Rightarrow \alpha_3 + Q' + \beta' + B'/U1/U2 + \theta' + (Si) \Rightarrow \alpha_4 + Q + \beta + (Si)$$

Les propriétés mécaniques de l'alliage vont évoluer lors de ce vieillissement en parallèle de la microstructure (comme indiqué à la figure 1.6). L'exemple de la limite élastique est présenté sur la figure 1.7. Pour un matériau non vieilli, les propriétés sont celles d'une SSSS puis elles augmentent pour atteindre un pic. Une fois ce pic passé, les propriétés chutent pour atteindre une valeur asymptotique correspondant à un état sur-vieilli. L'allure de la courbe en traits pleins de la figure 1.7 est le résultat de l'effet combiné de quatre phénomènes comme indiqué sur la figure 1.7. Il s'agit de :

1. La perte progressive du durcissement par solution solide ; les atomes des éléments d'alliages formant progressivement des précipités.
2. Les déformations du réseau, qui génèrent des contraintes de cohérence, offrent une résistance au mouvement des dislocations.
3. Les précipités deviennent de plus en plus gros et nécessitent un effort plus important pour être cisailés par les dislocations (d'après l'équation :  $\tau = \alpha\gamma I^{3/2}(fr)^{1/2}/\mu b^2$ , où  $r$  est le rayon du précipité).
4. La taille des précipités augmente et ces derniers sont de plus en plus espacés ; il est plus facile pour les dislocations de les contourner ( $\tau_{\text{Rowan}} = \alpha\mu b/\lambda$ , où  $\lambda$  est la distance inter-précipité)[ASH 13, POR 09].

### 1.1.2.2 Les traitements thermiques

Les propriétés mécaniques d'un matériau ne dépendent pas seulement de la composition de l'alliage. Les diagrammes d'équilibre donnent les proportions des phases présentes dans des conditions d'équilibre sans donner d'information sur l'état de la dispersion et de la taille de la seconde phase. L'état d'équilibre n'implique donc pas forcément de bonnes propriétés mécaniques mais permet seulement la connaissance de la composition de l'alliage. Or, lors d'un refroidissement accéléré, la structure ne peut pas atteindre un état d'équilibre par diffusion. Pour obtenir les propriétés recherchées on a généralement recours à des traitements thermiques qui permettent un durcissement (ou adoucissement) structural et donc une amélioration des propriétés mécaniques intrinsèques. Ces chauffages et refroidissements contrôlés permettent d'obtenir, dans la matrice, une répartition et une taille de précipités la plus optimale possible.

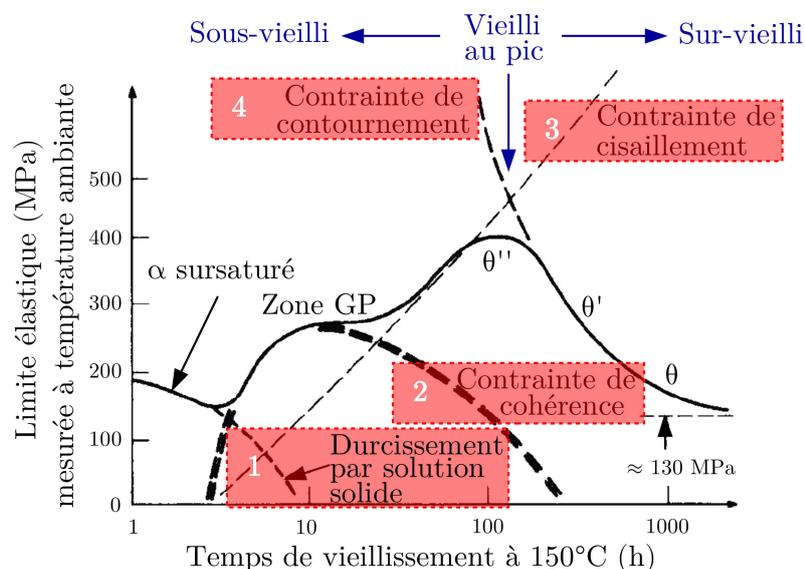


FIGURE 1.7 – Évolution de la limite élastique d'un alliage d'aluminium contenant 4% de cuivre pendant un vieillissement à 150°C [ASH 13].

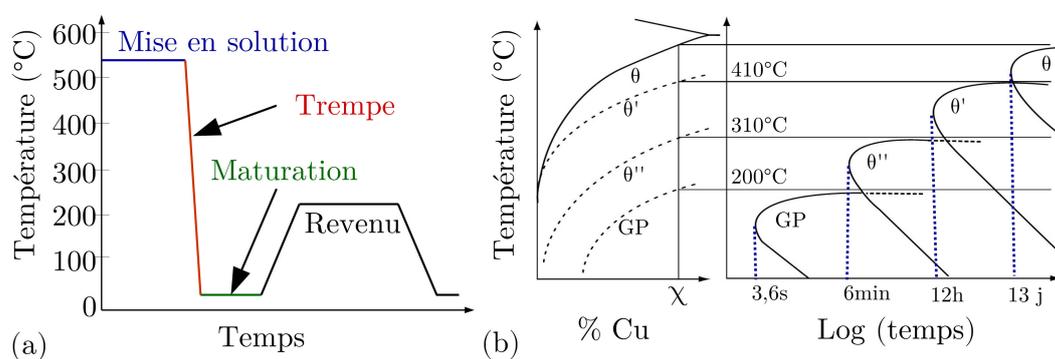


FIGURE 1.8 – (a) Principales étapes d'un traitement thermique pour alliage d'aluminium durcissable par précipitation. (b) Courbes schématiques des lignes de solvus des phases métastables et temps nécessaire pour commencer la précipitation à différentes températures pour un alliage Al-Cu de concentration  $\chi$  % en Cu [POR 09].

Les opérations de traitement thermique ont généralement lieu en quatre étapes. La figure 1.8a représente un enchaînement typique pour les alliages d'aluminium :

- La mise en solution. Il s'agit d'un chauffage de l'alliage à une température comprise entre le solvus et le solidus pour mettre en solution (dissoudre) les éléments d'alliage afin d'obtenir une composition chimique uniforme (homogénéisation). Cette étape, qui peut durer de quelques dizaines de minutes à quelques heures, modifie également la morphologie des particules de Si de l'eutectique : on observe une sphéroïdisation

ainsi qu'un grossissement de celle-ci.

- La trempe structurale. Il s'agit d'un refroidissement brutal (plusieurs secondes) de l'alliage pour obtenir une SSSS. Dans le cas d'une trempe à l'eau, celle-ci est généralement portée à une température comprise entre 25°C et 100°C pour éviter de générer un taux de refroidissement trop important qui peut induire des déformations et des contraintes résiduelles trop importantes dans la pièce.
- La maturation. Lors de cette étape, le matériau est maintenu à température ambiante. La SSSS obtenue à la suite de la trempe commence à se décomposer progressivement et les premiers signes de précipitation apparaissent. Pour un alliage Al-Cu, des précipités  $\theta''$  apparaissent après quelques minutes seulement. Cette étape correspond généralement au temps nécessaire pour transférer les pièces du site de coulée au site où est effectué le traitement thermique, cela incluant parfois un temps de stockage (plusieurs semaines ou plus).
- Le revenu (vieillessement). Le matériau est amené puis maintenu à une température inférieure à celle du solvus. Il y a, par diffusion, un retour partiel vers l'état d'équilibre, ce qui permet d'approcher les propriétés mécaniques souhaitées. Cette étape permet la relaxation des contraintes internes dues à la trempe et la formation de phases durcissantes par décomposition de la SSSS. Le tableau 1.2 répertorie les traitements thermiques les plus usuels. L'évolution des précipités est fonction du temps et de la température. L'état où les propriétés mécaniques sont les meilleures est appelé T6 (Traitement au pic de revenu).

| Nom | Description  |
|-----|--|
| F   | état brut de fonderie                                    |
| T1  | mise en solution, refroidissement contrôlé et maturation |
| T4  | mise en solution, trempe et maturation                   |
| T5  | mise en solution, refroidissement contrôlé               |
| T6  | mise en solution, trempe et vieilli au pic de dureté     |
| T64 | idem T6 mais revenu légèrement avant le pic de dureté    |
| T7  | idem T6 mais revenu légèrement après le pic de dureté    |

Tableau 1.2 – Nomenclature des traitements thermiques les plus utilisés en fonderie [STU 11].

La sélection du meilleur traitement thermique pour un alliage et une application donnée doit prendre en compte la cinétique de précipitation. La séquence complète de précipitation est possible seulement si l'alliage est revenu à une température inférieure au solvus des

zones GP (voir figure 1.8b). Les précipités les plus stables grossissent au détriment des précipités les moins stables. Si on réalise le revenu à une température supérieure à celle du solvus  $\theta'$ , les phases  $\theta$  vont précipiter et croître aux joints de grains (comme pour un refroidissement lent).

On constate donc que l'histoire thermique du matériau et plus généralement de la pièce a une influence cruciale sur ses propriétés microstructurales et donc mécaniques. Bien que les propriétés mécaniques soient les meilleures à l'état traité T6, l'utilisation du matériau à hautes températures va entraîner un vieillissement en service. La température de fonctionnement peut, dans le cas d'une culasse, être proche de celle du revenu. Les propriétés mécaniques vont alors évoluer (généralement à la baisse) pour atteindre un palier. La température et le temps d'utilisation conditionnent alors les propriétés obtenues comme le montre la figure 1.9 pour un alliage AlSi7Mg0.3 traité T6 initialement.

Dans la pratique, le traitement thermique qui est choisi est celui qui propose le meilleur compromis entre le coût de réalisation, les propriétés mécaniques obtenues et l'utilisation en service.

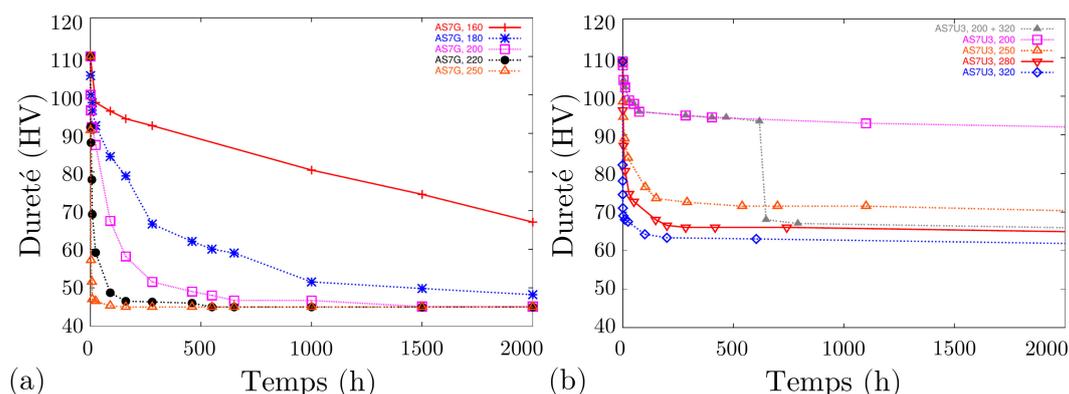


FIGURE 1.9 – Évolution de la dureté (10 kg) d'alliages (a) AlSi7Mg0.3 et (b) AlSi7Cu3 (traités au pic, T6) en fonction du temps pour différentes températures de revenu [BAR 04].

### 1.1.3 La microstructure mésoscopique et propriétés en fatigue

Beaucoup de facteurs peuvent influencer sur la durée de vie en fatigue d'une pièce, ils sont aussi bien intrinsèques au matériau qu'extrinsèques. La composition chimique, le traitement thermique, et le type et niveau de sollicitation mécanique sont des éléments qui influencent fortement le comportement en fatigue : un changement d'un de ces paramètres peut entraîner une variation significative de la hiérarchie de criticité des défauts. Il est donc difficile d'établir avec précision le rôle de chacune des phases sur l'endommagement du matériau. Comme expliqué précédemment, la précipitation fine renseigne sur les propriétés mécaniques du matériau et majoritairement sur son comportement quasi-statique. Lorsqu'une pièce est soumise à un chargement cyclique, il a par contre été observé que ce sont principalement les hétérogénéités de grandes dimensions qui pilotent sa durée de vie

en fatigue. Ces hétérogénéités peuvent aussi bien être des phases intermétalliques que des défauts de fonderie [BAT 13]. Dans les paragraphes qui suivent nous passerons en revue les différents types de défaut "mésoscopiques" (plusieurs dizaines de micromètres) présents dans les pièces moulées en essayant de dégager les grandes tendances de leurs impacts respectifs sur le comportement en fatigue de ces alliages d'aluminium.

Les défauts les plus couramment rencontrés sont les oxydes et les pores (voir figure 1.10). La taille et la quantité de défauts au sein d'un matériau sont connues pour diminuer la durée de vie des pièces lisses, mais d'après Linder la quantité de porosités dans un alliage AlSi10Mg n'a pas d'impact pour les pièces entaillées [LIN 06]. En contrepartie, pour les pièces lisses, Buffière *et al.* [BUF 01] constatent, pour un alliage AlSi7Mg, que les pores représentent au moins 85% des sites d'amorçage et qu'ils sont principalement localisés en surface du matériau ou en peau. Les courbes de la figure 1.11 montrent l'influence de la taille des pores et de la porosité sur les durées de vie à grand nombre de cycles d'alliages d'aluminium AlSiMg. Les matériaux contenant les pores les plus gros sont ceux qui présentent les durées de vie les plus faibles et inversement. L'évolution n'est cependant pas linéaire ; les durées de vie augmentent fortement lorsque la taille des pores est inférieure à quelques dizaines de micromètres. La figure 1.11b montre que, pour des défauts de tailles similaires, leur nombre a aussi une influence sur le comportement en fatigue de l'alliage : une faible porosité aboutit à une plus grande limite d'endurance. L'influence des pores sur la résistance à la fatigue peut clairement être mise en évidence en comparant le comportement d'un matériau contenant des pores et celui du même matériau après une étape de densification (par Compression Isostatique à Chaud (CIC) par exemple). Cette étape supprime les pores par diffusion et le matériau ainsi traité montre une meilleure tenue en fatigue [LEE 03, DEZ 15]. Le terme 'pore' désigne en réalité deux types de défauts : les pores gazeux (emprisonnement de gaz lors du refroidissement) et les cavités de retrait (aussi appelées retassures).

**Les pores gazeux** sont dus à la présence d'hydrogène dissout dans le métal liquide. La solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium augmente avec la température. Lors de la solidification, l'hydrogène forme des pores uniformément répartis et localisés dans les zones inter-dendritiques [LUM 10]. Pour de très fortes vitesses de refroidissement, les pores gazeux sont quasiment sphériques et de petites tailles [MCD 03]. Des pores gazeux peuvent aussi être générés par l'emprisonnement d'autres gaz, comme dans le cas du procédé à modèle perdu de cette étude (voir paragraphe 1.2).

**Les cavités de retrait** apparaissent à l'étape finale de solidification lorsque le métal liquide ne parvient plus à compenser les contractions dues à la solidification [LUM 10]. Elles sont généralement de grande taille comparées aux pores gazeux et présentent une morphologie complexe et fortement tridimensionnelle. Elles sont donc a priori plus critiques vis-à-vis de la résistance mécanique du matériau que les pores gazeux. Localement, leurs courbures peuvent en effet être importantes, ce qui induit naturellement de fortes concentrations de contraintes, néfastes vis-à-vis du comportement en fatigue. Le rayon de courbure minimum, pour les zones les plus "repliées", est ainsi compris entre 30 et 50% du

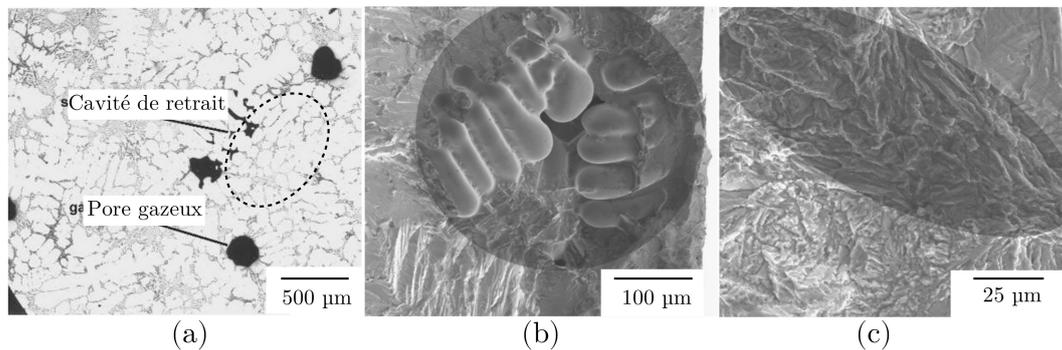


FIGURE 1.10 – Principaux défauts de fonderie : (a) pores gazeux et cavité de retrait dans un alliage A319 produit par un procédé à modèle perdu [WAN 06], (b) faciès de rupture d’une éprouvette de fatigue en A357 élaboré par moulage coquille montant une cavité de retrait et laissant apparaître les bras de dendrites secondaires [BRO 12a], (c) faciès de rupture montrant un film d’oxyde sur le site d’amorçage d’une fissure de fatigue dans un A357 mis en forme par moulage semi-solide [BRO 12a]. Les zones plus foncées sur les images (b) et (c) surlignent la présence des défauts.

SDAS [MCD 03]. Ces défauts sont, comme les pores gazeux, localisés au niveau des zones eutectiques. Leurs tailles sont donc conditionnées par la taille des dendrites et des grains. Par conséquent, les cavités de retrait sont généralement intergranulaires. Diminuer la taille des grains en ajoutant un affineur de grain ou en augmentant le taux de refroidissement permet d’obtenir des retassures de plus petites dimensions [KAU 04].

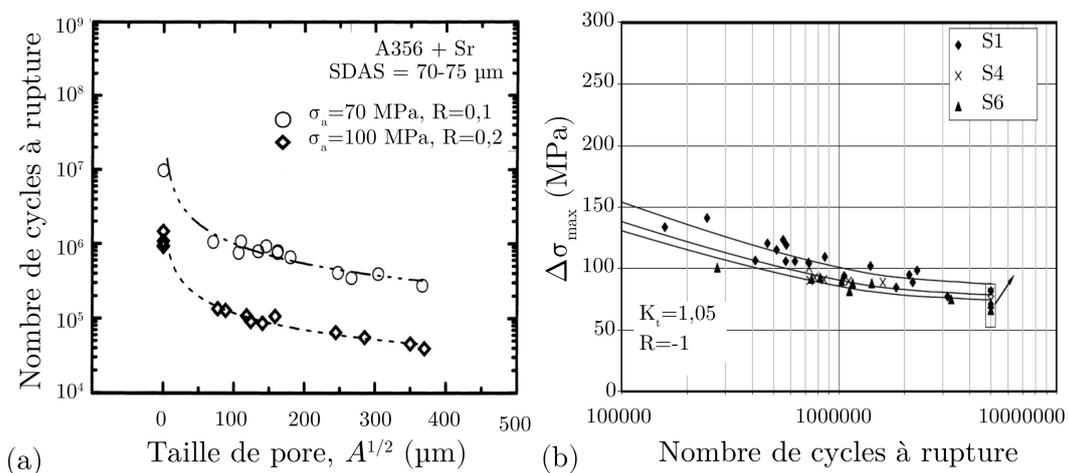


FIGURE 1.11 – (a) Influence de la taille du pore où se sont amorcées les fissures principales sur le nombre de cycles à rupture d’un alliage A356 affiné au strontium pour deux niveaux de chargements [WAN 01a] et (b) courbes de Wöhler pour différentes qualités d’un alliage AlSi10Mg (S1 étant le matériau contenant le moins de pores et S6 celui en contenant le plus)[LIN 06].

**Les oxydes** sont quant à eux classés en deux groupes : les inclusions ("vieux" oxydes, originaires de la surface du liquide contenu dans le creuset du four avant d'effectuer la coulée ou dans les ustensiles de transfert) et les films ("jeunes" oxydes). Lors du remplissage, ces derniers (principalement composés d'alumine) se replient sur eux même et sont repoussés dans les zones inter-dendritiques lors de la solidification. Ils ont alors une taille qui varie entre 1 et 10  $\mu\text{m}$  et constituent des discontinuités du matériau critiques pour l'amorçage de fissures de fatigue à grand nombre de cycles [NAY 01]. Pour des défauts de dimensions équivalentes, les films d'oxydes sont toutefois moins nuisibles que les pores gazeux et les cavités de retraits, pour des procédés de moulage conventionnel [WAN 01a]. La comparaison avec un alliage semi-solide a montré que cela n'est pas forcément toujours le cas : les films d'oxydes y concurrencent les pores en terme de nocivité [BRO 10]. Dans le cadre de ce projet, le matériau étudié est produit par un procédé à modèle perdu spécifique. La criticité des différents types de défauts engendrés par ce procédé sur le comportement en fatigue est assez mal connue à ce jour malgré un certain nombre de travaux de recherche récents [TAB 11, LE 16, LIM 14, WAN 16].

### 1.1.3.1 Les particules secondaires

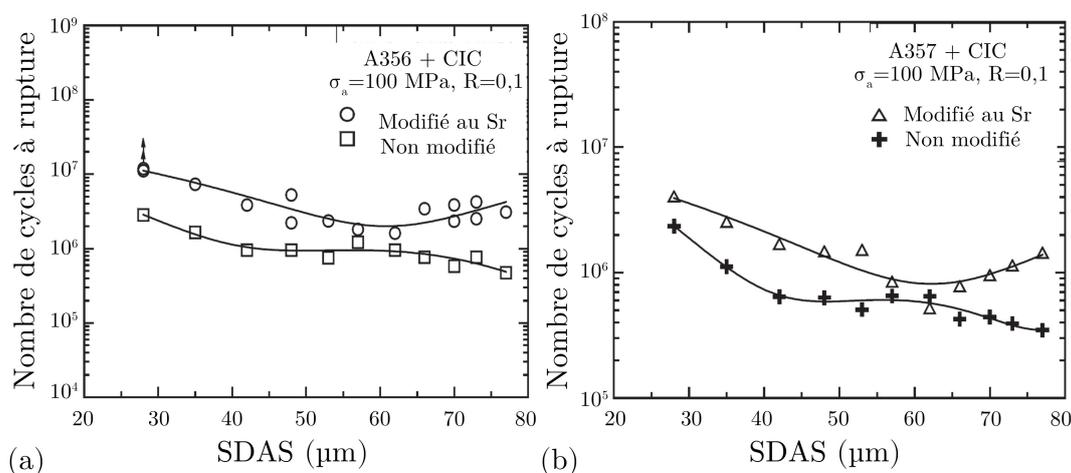


FIGURE 1.12 – Influence du strontium sur deux alliages ne comportant aucun pore pour différentes valeurs de SDAS : (a) A356 + CIC et (b) A357 + CIC [WAN 01b].

La morphologie des particules de silicium influence également la résistance à la fatigue des alliages d'aluminium de fonderie (figure 1.12). Le nombre de cycles à rupture peut être amélioré, soit par traitement thermique, soit par ajout de strontium (ou autre affineur d'eutectique tel que le sodium) ou encore par la combinaison des deux comme illustré sur la figure 1.13. La résistance à la fatigue à grand nombre de cycles sera d'autant plus élevée que les particules de silicium auront des formes plus sphériques, diminuant ainsi les concentrations locales de contraintes. Des alliages A356 ayant trois différentes tailles de particules de silicium ont ainsi été étudiés en fatigue propagation par Lee *et al.*

[LEE 95a, LEE 95b]. Ces auteurs ont constaté que le comportement en fatigue de l'alliage d'aluminium dépend de la taille, de l'orientation, de la distribution locale des particules de silicium, mais aussi de la résistance à la fissuration des particules de silicium, de la décohésion de l'interface particule/matrice de phase alpha et de l'écoulement plastique de la matrice. Pour des particules dont la taille est de l'ordre de 1,5 à 2,5  $\mu\text{m}$  la décohésion particule/matrice est prédominante. Alors que pour des particules de plus grande taille (3-9  $\mu\text{m}$ ), le clivage des particules de Si est prépondérant. Pour les tailles intermédiaires (2,5-5  $\mu\text{m}$ ) et des essais à faible  $\Delta K$ , une combinaison des deux derniers phénomènes est observée [LEE 95a, LEE 95b, LAD 02]. Les décohésions Si/Al sont expliquées par une incompatibilité élastique et plastique entre la ductilité de la matrice en aluminium et la dureté et fragilité des particules de silicium.

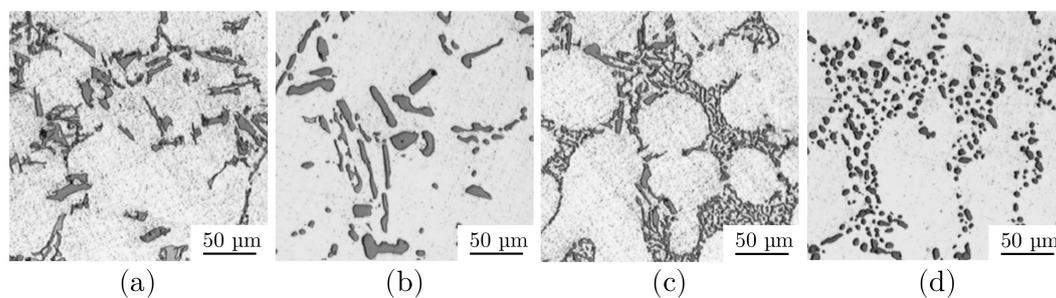


FIGURE 1.13 – Effet des traitements thermique et de l'affinement au Sr sur les particules de silicium d'un alliage Al-Si : (a) non traité thermiquement et non affiné, (b) T6 et non affiné, (c) non traité thermiquement et affiné au strontium et (d) T6 et affiné au strontium [DEZ 13].

Les composés intermétalliques présentés à la section 1.1.1.2 peuvent aussi avoir une influence sur la résistance à la fatigue du matériau. C'est principalement le cas pour les phases riches en fer qui, comme pour le silicium, peuvent être des sites d'amorçage privilégiés du fait de leurs morphologies, leurs tailles et leurs comportements fragiles [TAB 15]. L'augmentation de la teneur en Fe de 0,08% à 0,14% décroît par exemple la durée de vie en fatigue des alliages A357 non modifiés, principalement pour les microstructures grossières [WAN 01b]. Cet auteur n'a toutefois trouvé aucune influence significative pour les microstructures avec des faibles SDAS ( $< 50 \mu\text{m}$ ). Les amorçages sur ces phases intermétalliques ne sont cependant que rarement observés car les porosités sont des défauts plus nocifs et concentrent les amorçages [YI 04, DEZ 15]. Pour des chargements mécaniques élevés, il a été montré que ces intermétalliques perturbent le chemin de fissuration [TAB 10, HUT 15, TIR 16]. Les traitements thermiques sont par ailleurs généralement choisis pour que les intermétalliques les plus dangereux, les  $\beta\text{-AlFeSi}$  (aiguilles en 2D) ainsi que les phases  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  de grande taille de l'eutectique soient dissous pendant la phase de mise en solution [SAM 96].

## 1.2 Procédé à Modèle Perdu (PMP)

Cette section décrit le procédé qui a permis de produire le matériau de cette étude. Comme indiqué précédemment plusieurs procédés sont employés dans l'industrie pour produire des pièces moulées. On peut par exemple recourir au moulage au sable, au moulage coquille, au moulage sous pression et au moulage à modèle perdu. Cette dernière catégorie est composée de deux principaux procédés : le moulage à cire perdue et le "Lost Foam Casting". La principale caractéristique de ces deux procédés est d'utiliser un modèle de la géométrie souhaitée dans un matériau facile à mettre en forme et également facile à détruire avant ou pendant la coulée [DOU 09] : en cire perdue, le modèle en cire est retiré avant le remplissage du moule alors qu'il est détruit (par sublimation) lors de la coulée dans le cas du second procédé.

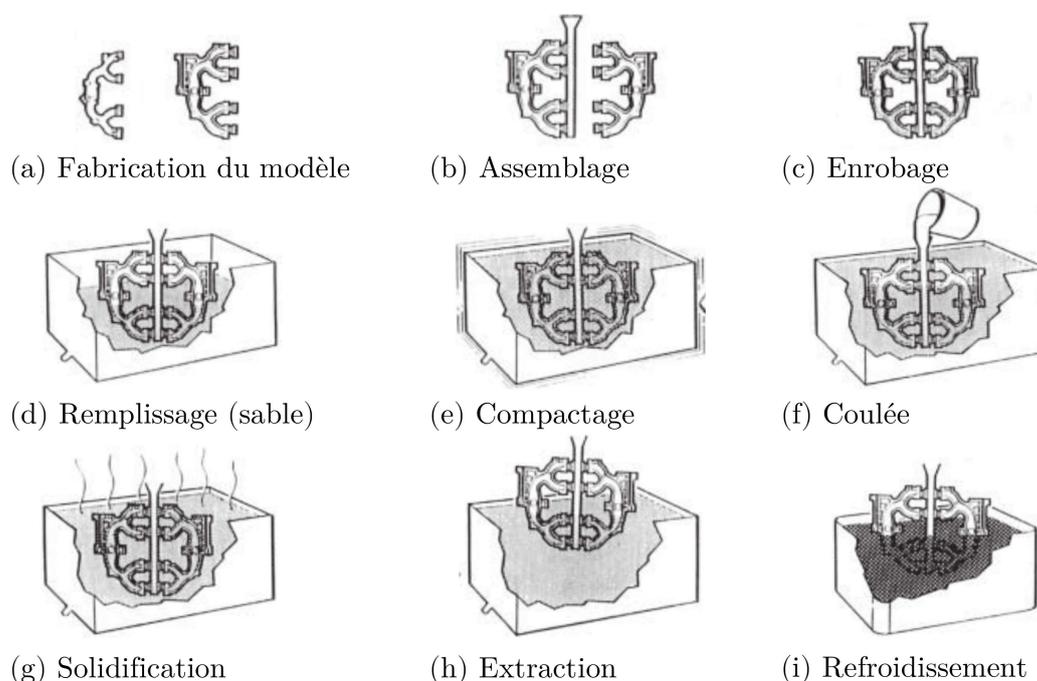


FIGURE 1.14 – Différentes étapes du procédé "Lost Foam Casting" [BRO 00].

Le procédé utilisé lors de cette étude est le "Lost Foam Casting". Par la suite l'acronyme PMP (Procédé à Modèle Perdu) sera utilisé pour nommer ce procédé, puisque cela correspond à son appellation au sein du Groupe PSA. Les différentes étapes qui composent le PMP sont schématisées sur la figure 1.14 et sont détaillées ci-dessous (pour une description approfondie voir par exemple [BRO 00]).

- (a) La fabrication du modèle : les modèles sont moulés lorsque c'est possible en une seule pièce par injection plastique. Les matériaux les plus utilisés pour cette étape sont le polystyrène expansé (EPS) et le polyméthacrylate de méthyle expansé (PMMA). Cependant lorsque les pièces sont trop complexes, comme c'est le cas pour les culasses

de moteurs automobiles, elles sont fabriquées par couches qui sont ensuite collées entre elles à l'aide d'adhésifs thermofusibles pour former le modèle final.

- (b) L'assemblage : les petites pièces sont regroupées en grappes en assemblant, par collage, des modèles autour du canal principal d'alimentation (appelé "carotte"). Des canaux secondaires, qui servent aussi de support, sont également ajoutés. Les pièces volumineuses sont généralement moulées individuellement ; le modèle est directement fixé sous une carotte elle aussi en polymère.
- (c) L'enrobage : avant la coulée, la pièce obtenue à l'issue de l'étape (b) est recouverte de céramique réfractaire par trempage. L'ensemble est ensuite séché à basse température dans un four.
- (d) Le remplissage : l'assemblage enrobé est placé dans une cuve en acier qui est remplie de sable sec. Ce sable est également généralement spécifique et parfois traité pour améliorer le procédé. Le revêtement généré à l'étape (c) permet d'éviter que le sable ne s'effondre lors de la coulée.
- (e) Le compactage : lors du remplissage de la cuve celle-ci est mise en vibration pour compacter le sable afin qu'il épouse parfaitement les surfaces des modèles.
- (f) Le coulage : est l'étape caractéristique du procédé. Le métal en fusion est directement versé sur le modèle. Lors de son avancée, le métal dégrade le polystyrène qui se sublime. Les résidus gazeux sont ensuite transportés à travers l'enrobage vers le sable sous forme de liquide et/ou de gaz tels qu'illustré sur la figure 1.15. Si les résidus liquides ne sont pas absorbés par le revêtement, un fin film carboné peut se former sur le front du métal liquide. De plus, la vitesse d'extraction des résidus gazeux est un des paramètre à maîtriser. S'ils s'échappent trop lentement, cela signifie que le remplissage est lent et qu'il y aura apparition de défauts de remplissage. Au contraire s'ils sont évacués trop rapidement, le métal aura tendance à remplir le moule de manière turbulente, ce qui risque de donner naissance à des films d'oxyde ou à l'extrême de provoquer l'effondrement du moule.
- (g) La solidification : dès que la température passe sous le liquidus le matériau commence sa solidification. Le procédé PMP possède la particularité d'induire de faibles vitesses de refroidissement comparé aux procédés de fonderie classiques : de l'ordre de  $0,3-1,5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  contre environ  $30^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  pour le moulage coquille [VEN 95]. L'effet est immédiat sur la microstructure qui devient plus grossière (SDAS important et particules eutectiques de grandes taille [SPE 63, WAN 01b, TAB 11]).
- (h) L'extraction : à chaud, le moule en sable est cassé et la pièce moulée est retirée du bac.
- (i) Le refroidissement : en pratique, la pièce est souvent refroidie naturellement. Il est cependant possible d'accélérer ce refroidissement afin d'éviter/limiter la formation de gros précipités eutectiques.

Le procédé PMP offre plusieurs avantages. Le premier est d'ordre économique : le capital à investir dans une fonderie de ce type est moitié moindre que pour une fonderie

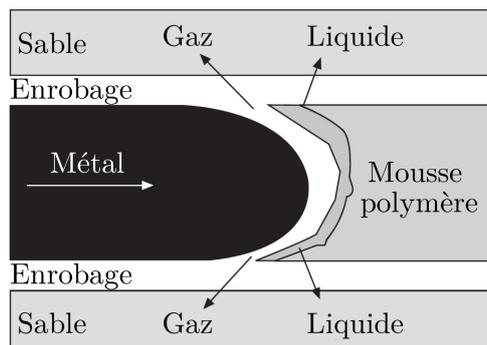


FIGURE 1.15 – Schématisation de l'évacuation des résidus de polymère lors de sa dégradation induite par l'arrivée de métal en fusion [BRO 00].

au sable de même capacité ; le procédé est aussi plus économique énergétiquement (pas de traitements thermiques pour les pièces de série). Bien que les outillages utilisés pour la production des modèles, le collage des strates et l'enrobage soient chers, leurs longues durées de vie permettent d'avoir des coûts de production inférieurs aux moulage coquille et pression pour des grandes séries de pièces. De plus, les opérations de meulage et de finition sont réduites comparées aux autres procédés de fonderie : elles se limitent souvent à la simple suppression des canaux d'alimentation. Le nombre d'opérations d'usinage peut être fortement diminué (voir réduit à zéro dans certains cas) car la géométrie de la pièce (plus complexe) possède déjà la forme voulue.

Le moulage de l'aluminium et de ses alliages est de loin l'application la plus courante du procédé PMP, et ce principalement dans l'industrie automobile. Les autres pièces les plus souvent réalisées par PMP sont les répartiteurs d'admission, culasses et blocs moteurs, mais d'autres composants tels que les pompes à eau, pompes à carburant, échangeurs thermiques et cylindres de freins peuvent aussi être produits en PMP [ASM 08].

### 1.3 L'alliage AlSi7Cu3Mg étudié

Le matériau sur lequel a porté cette étude est un alliage d'aluminium AlSi7Cu3Mg (proche du ASTM A319) produit par le procédé PMP par le groupe PSA dans sa fonderie prototype de Charleville-Mézières et dont la composition est rappelée dans le tableau 1.3. Destiné à une application culasse avec des températures d'usage élevées (jusqu'à 270 °C sur la face flamme), le matériau subit un vieillissement jusqu'à devenir sur-vieilli dans le cas de son utilisation en service. Dans cette étude, il est donc volontairement vieilli 500 h à 250° C dans le but d'obtenir une stabilité microstructurale et mécanique propice à une étude de résistance à la fatigue. La matière a été prélevée aux pontets inter-soupapes de tablatures de culasses vieilles comme indiqué à la figure 1.16. Plus précisément, des masses supplémentaires sont ajoutées aux modèles en polystyrène de série pour permettre le prélèvement d'éprouvettes. Toutefois, du fait que la fabrication soit "prototype", la com-

position chimique peut légèrement varier d'une coulée à l'autre, voir d'une zone d'une pièce à une autre. De plus, cette zone de la culasse est soumise à des conditions de refroidissement particulière (forts gradients thermiques anisotropes) ; la taille et la morphologie des pores peut donc varier localement. La microstructure de référence est celle du matériau en surface de la face flamme de la culasse, zone où les sollicitations sont maximales. Le prélèvement a toutefois dû aussi être réalisé dans la profondeur du pontet-inter-soupapes afin d'obtenir un nombre suffisant d'éprouvette.

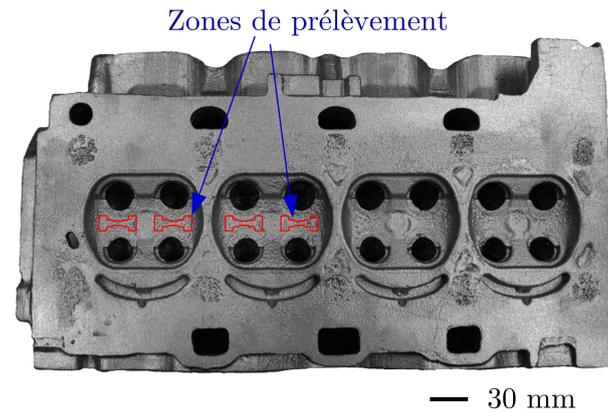


FIGURE 1.16 – Photographie de la face flamme d'une culasse "prototype". Les zones de prélèvement des éprouvettes miniatures pour les essais *in situ* (flèches) correspondent aux pontets inter-soupapes. Les prélèvements ont aussi lieu dans la profondeur (à la verticale de ces zones).

Comme il l'a été expliqué au préalable, le comportement en fatigue d'un matériau est étroitement lié à sa microstructure ; nous nous sommes donc efforcés d'en avoir une caractérisation la plus détaillée possible. Les observations ont été réalisées d'une part sur les surfaces d'éprouvettes de fatigue *in situ* à l'aide d'un microscope optique numérique KEYENCE VHX-700F et d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) ZEISS SUPRA, et d'autre part par tomographie X. Les surfaces destinées aux observations par microscopie ont été polies avec des papiers abrasifs SiC jusqu'à un grade 2400 (grits), puis polies finement en utilisant des solutions diamantées de 6, 3 et 1  $\mu\text{m}$ . Une dernière étape de polissage utilise une solution colloïdale basique pour coupler le polissage mécanique avec un léger polissage chimique.

| Alliage     | Si      | Fe   | Cu      | Mn   | Mg        | Ni    | Zn   | Ti    |
|-------------|---------|------|---------|------|-----------|-------|------|-------|
| AlSi7Cu3Mg  | 5,3-7,5 | <0,8 | 3,0-3,8 | <0,5 | 0,25-0,40 | <0,3  | <0,4 | <0,20 |
| A319 (ASTM) | 5,5-6,5 | <0,8 | 3,0-4,0 | <0,5 | <0,10     | <0,35 | <1,0 | <0,25 |

Tableau 1.3 – Composition chimique des alliages en pourcentages massiques.

### 1.3.1 Caractérisation microstructurale

Les micrographies optiques permettent de facilement distinguer la matrice en aluminium et les particules de silicium. Celles-ci délimitent les contours des bras de dendrites secondaires, nécessaires à la mesure du SDAS (Figure 1.17) dont la moyenne est ici estimée à  $76 \mu\text{m}$  comme indiqué sur la figure 1.18. Les principaux paramètres de la microstructure sont reportés dans le tableau 1.4.

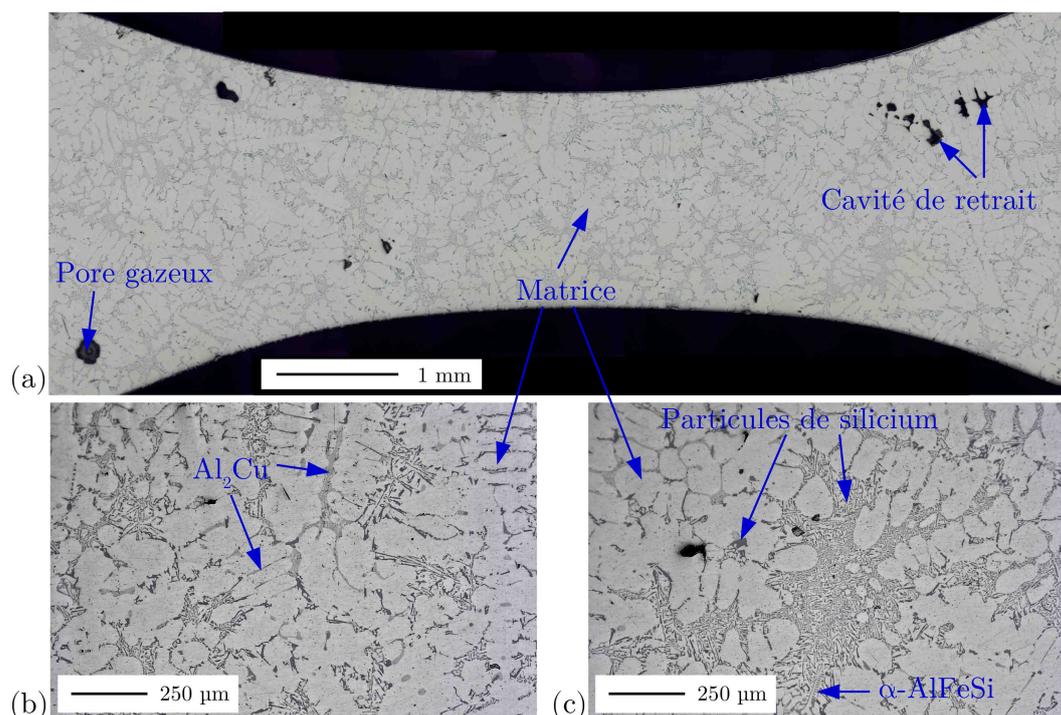


FIGURE 1.17 – Micrographies optiques de la zone utile d'une éprouvette d'essai *in situ* à faible grossissement. Vue d'ensemble qui permet de distinguer les différents constituants de la microstructure. Les plus gros précipités et intermétalliques sont visibles : les particules de silicium en gris foncé, les  $\text{Al}_2\text{Cu}$  en gris et en clair (blanc) la matrice de phase  $\alpha$ .

Les particules de silicium sont localisées dans les zones interdendritiques (figures 1.17 et 1.19) et balayent une large gamme de taille (de quelques micromètres à plus de  $150 \mu\text{m}$  d'après des mesures 2D). 900 particules ont été isolées pour être mesurées sur une surface totale de  $330 \text{ mm}^2$ . La majorité des particules de silicium a un diamètre de Féret inférieur à  $20 \mu\text{m}$ . L'histogramme de la figure 1.18 montre que 30 % des particules sont plus grandes que  $30 \mu\text{m}$  et que seulement 0,05 % dépassent les  $100 \mu\text{m}$ . En outre, on remarque sur les métallographies que ces particules, bien qu'interdendritiques, se répartissent de deux manières : celles séparant les bras de dendrites et celles à l'intérieur des "piscines" d'eutectique (figure 1.19c). En proportion, les premières ont tendance à être plus grandes et grossières que les secondes.

L'histogramme de la figure 1.18c montre la distribution de la taille des pores extraite de

mesures 3D réalisées par tomographie aux rayons X. Un volume de  $120 \text{ mm}^3$  a été analysé ; un total de 4400 pores a été détecté et seulement les 770 plus gros ont été mesurés. Les autres sont trop petits pour être mesurés avec précision compte tenu du bruit et de la résolution des scans. La fraction volumique de pore moyenne est de 0,80 %. Cependant les pores les plus gros mesurés au sein d'un échantillon représentent, en volume, une fraction importante de la population globale. Cela provoque une forte variabilité de la porosité d'un échantillon à l'autre : entre environ 0,5 et 1,5 %. Des valeurs du même ordre ont été reportées dans la littérature pour le même alliage élaboré selon le même procédé : Tabibian a ainsi estimé une porosité de 0,56% à partir d'analyses 2D sur environ  $51 \text{ mm}^2$  [TAB 11] alors que Wang a mesuré des valeurs comprises entre 0,37 % (dans un volume de  $7,2 \text{ mm}^3$ ) et 0,99 % (dans un volume de  $70 \text{ mm}^3$ ) [WAN 15].

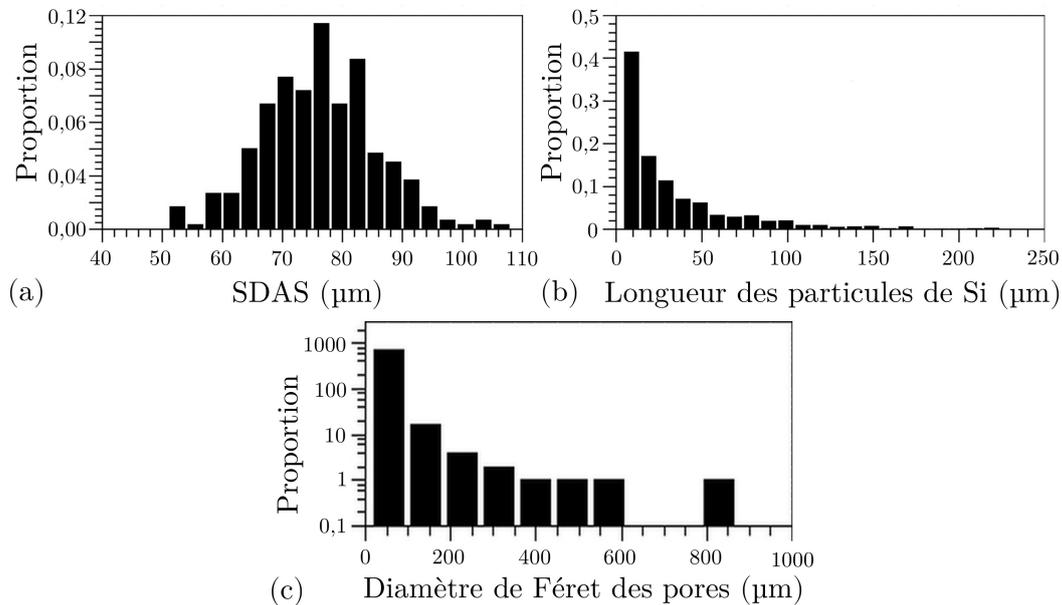


FIGURE 1.18 – Histogrammes du (a) SDAS, (b) diamètre de Féret des particules de silicium et (c) du diamètre de Féret des pores.

|                                 | Moyenne            | Écart type        | Surface/volume d'étude |
|---------------------------------|--------------------|-------------------|------------------------|
| SDAS                            | 76,1 $\mu\text{m}$ | 9,4 $\mu\text{m}$ | 330 $\text{mm}^2$      |
| Fraction $\text{Al}_2\text{Cu}$ | 3,85 %             | 0,6 %             | 330 $\text{mm}^2$      |
| Porosité                        | 0,80 %             | 0,3 %             | 120 $\text{mm}^3$      |

Tableau 1.4 – Principaux paramètres microstructuraux de l'alliage AlSi7Cu3Mg élaboré par le procédé PMP.

Les phases riches en cuivre apparaissent à la fin de la solidification et forment alors de larges précipités  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  dans les zones eutectiques. Ces phases apparaissent en blanc/gris clair sur les clichés MEB (figure 1.19). L'analyse d'une surface de  $330 \text{ mm}^2$  (la même que

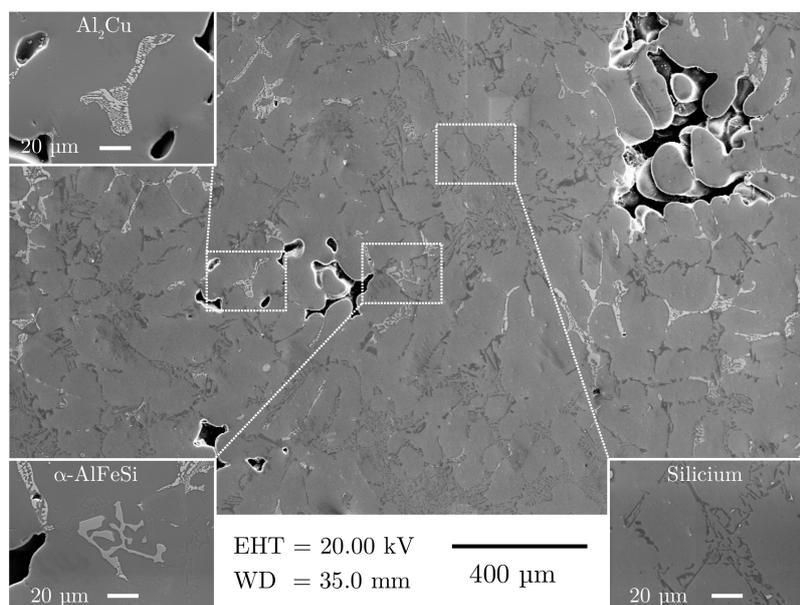


FIGURE 1.19 – Micrographie électronique de l'alliage étudié ; la morphologie des phases secondaires de grandes tailles y apparaît complexe. Le réseau d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  est visible en blanc.

pour les particules de silicium) permet d'estimer une fraction surfacique de  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  de l'ordre de 3,85 %. Ces phases forment en réalité un réseau 3D quasi connecté comme le montre la figure 1.20. La figure 1.21a montre une particule  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  observée à plus fort grossissement. Un grand nombre de petites taches blanches sont observées dans la matrice entourant cette phase eutectique. Un examen de la matrice à un grossissement de 10 000 révèle alors la présence de phases durcissantes  $\theta/\theta'$  (figure 1.21b) et de petites particules de silicium sphériques. La taille importante -plusieurs micromètres- de ces précipités riches en cuivre révèle comme prévu que le vieillissement artificiel des culasses a entraîné la croissance de ces précipités jusqu'à leur état d'équilibre.

Les intermétalliques riches en fer sont des composés durs et fragiles eux aussi localisés dans les zones interdendritiques, au niveau des "piscines" eutectiques. Les  $\alpha\text{-AlFeSi}$  sont clairement visibles et distinguables par leur forme dite en écriture chinoise [VOO 04, KAU 04] à faible grossissement (figures 1.17 et 1.19). Les intermétalliques  $\beta\text{-AlFeSi}$  sont quant à eux localisés dans les zones riches en  $\text{Al}_2\text{Cu}$ . La métallographie électronique de la figure 1.21a et la cartographie EDX présentée à la figure 1.22 montrent que ces précipités, sous forme d'aiguille en 2D, sont entremêlés dans la phase riche en cuivre. En général, les traitements thermiques visent à dissoudre ces précipités car leur morphologie en fait des zones potentielles d'amorçages de fissures. Le matériau étudié n'ayant pas subi de mise en solution, ces précipités restent néanmoins présents ici. D'après nos observations, leur taille dépend du taux de fer : pour les échantillons à haute teneur en fer (environ 0,35 %) leurs tailles peuvent ainsi atteindre des valeurs de quelques centaines de micromètres et jouer un rôle important dans l'endommagement par fatigue.

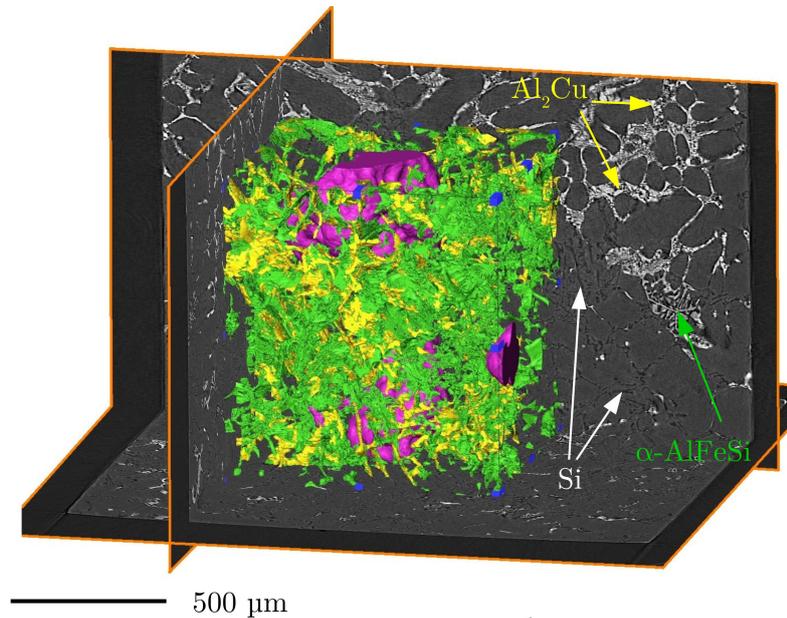


FIGURE 1.20 – Rendu 3D de la microstructure de l'alliage. Autour des pores (en violet), les particules riches en fer (en vert) et en cuivre (en jaune) forment un dense réseau tridimensionnel. Les particules de Si, bien que visibles sur les coupes 2D reconstruites, ont été volontairement omises par souci de clarté.

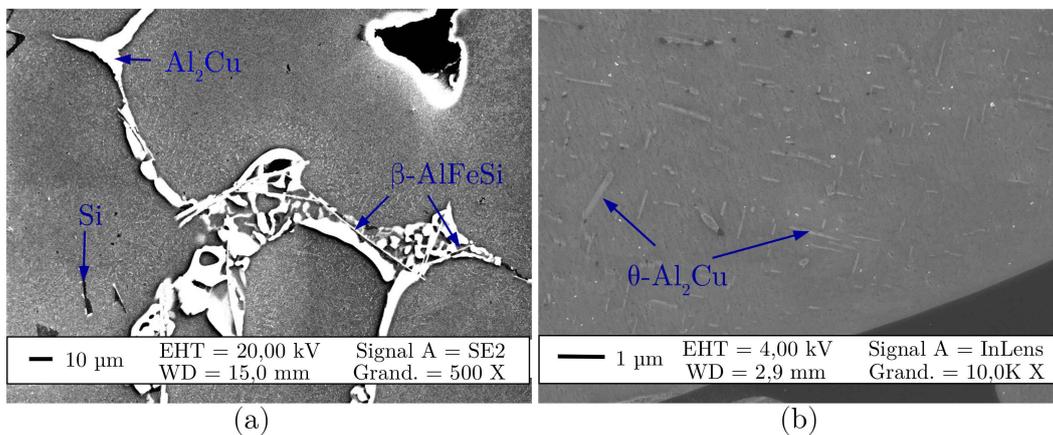


FIGURE 1.21 – (a) Métallographie MEB (électrons secondaires) d'une phase riche en cuivre (blanc) et d'intermétalliques  $\beta$ -AlFeSi (aiguilles). (b) Image à très fort grossissement de précipités  $\theta/\theta'$ -Al<sub>2</sub>Cu à l'intérieur d'une dendrite.

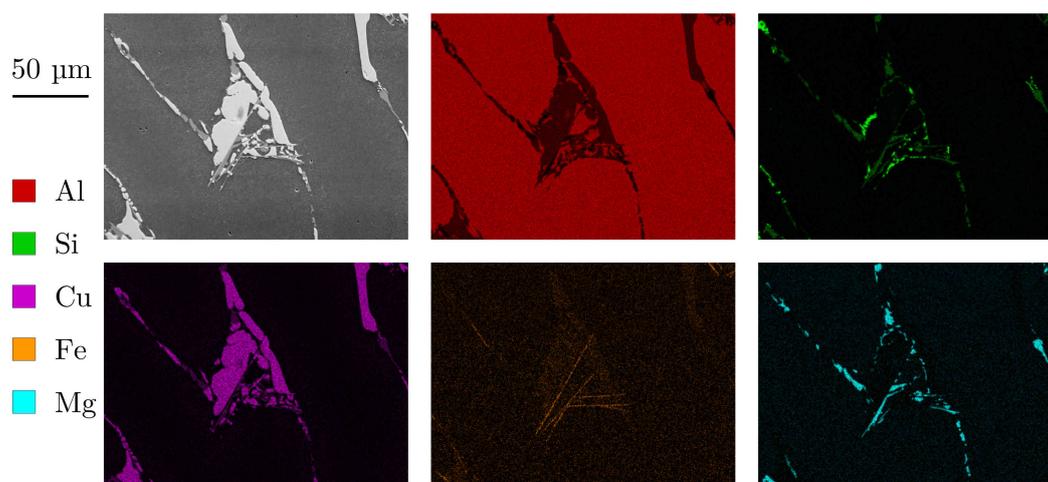


FIGURE 1.22 – Analyse EDX d’une zone eutectique contenant une particule de phase  $\text{Al}_2\text{Cu}$  de taille importante. La concentration de fer au niveau des aiguilles confirme la présence de  $\beta\text{-AlFeSi}$ , de plus certains composés (non identifiés dans cette étude) riches en cuivre, manganèse et silicium sont visibles.

### 1.3.2 Les grains

La taille de grains dépend fortement de la vitesse de solidification, celle-ci étant faible pour le matériau étudié, une taille de grains relativement importante est observée comme le montre la figure 1.23. La taille de grains a été déterminée à l’aide d’analyses EBSD [POU 04]. La diffraction des électrons rétrodiffusés nécessite de réduire au maximum l’écroûissage de surface dû au polissage mécanique. Les échantillons sont alors préparés suivant le même protocole de polissage que celui précédemment utilisé mais une dernière étape de polissage vibratoire de 24 h minimum est ajoutée.

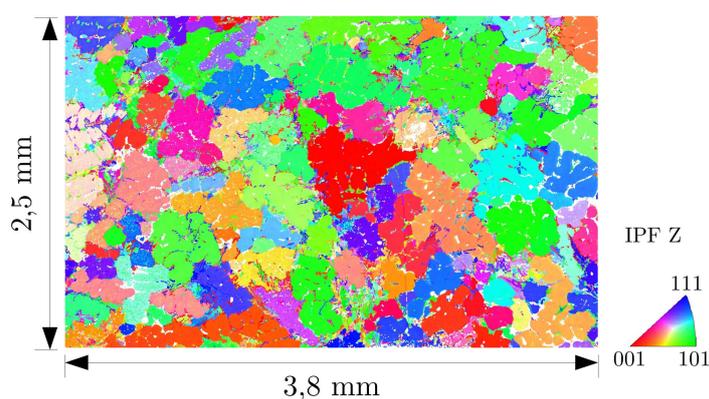


FIGURE 1.23 – Cartographie EBSD (IPF Z) de la zone centrale de la face d’une éprouvette de fatigue *in situ*.

Un pas relativement grossier de  $4 \mu\text{m}$  a été choisi pour le balayage spatial des sur-

faces analysées en prévision de l'observation de grains de grandes tailles. Ce choix permet l'observation d'une large surface dans un laps de temps réduit mais entraîne une perte d'information au niveau des joints de grains dans les phases eutectiques où les grains sont petits. Ces petits grains sont visibles sur la figure 1.24a qui a été réalisée dans un MEB-FIB avec un pas inférieur au micromètre. La zone eutectique étudiée montre de nombreux grains de petite dimensions ( $10 \mu\text{m} < D_{eq} < 40 \mu\text{m}$ ) compris entre les grains de grandes tailles (similaires à ceux de la figure 1.23). Ces petits grains jouent un rôle négligeable sur la résistance mécanique de l'alliage et sont classiquement ignorés pour les alliages d'aluminium de fonderie.

La valeur moyenne du diamètre équivalent des grains, calculée à partir de leur surface (Aire) par la relation  $D_{eq} = \sqrt{\frac{4 \cdot Aire}{\pi}}$ , est ici estimée à environ  $290 \mu\text{m}$  à partir de cartographies EBSD réalisées sur une surface totale d'environ  $20 \text{mm}^2$ . Il n'est pas rare de rencontrer des grains pouvant dépasser le millimètre comme illustré sur la figure 1.24b. On constate donc une forte hétérogénéité de la taille de grains qui peut aussi fortement varier d'une éprouvette à l'autre.

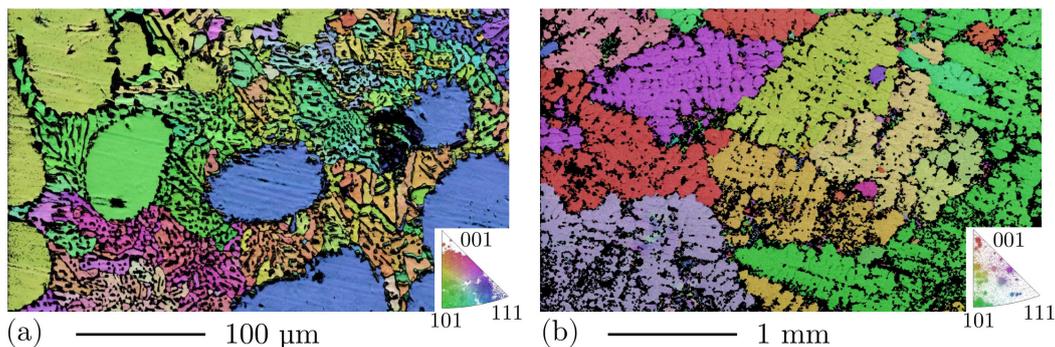


FIGURE 1.24 – Cartographies EBSD (IPF Z) d'une zone eutectique avec des petits grains et des particules de silicium (a) et de grains millimétriques (b).

### 1.3.3 La distribution des pores

La tomographie RX a été utilisée pour caractériser les pores dans la profondeur du pontet inter-soupapes. Les scans ont été réalisés sur un tomographe GE Phoenix V|tome|X avec une résolution de  $20 \mu\text{m}$  et ont été ensuite segmentés pour isoler les pores.

La figure 1.25 montre l'évolution du volume des pores en fonction de leur profondeur vis-à-vis de la face flamme de la culasse sur un échantillon parallélépipédique mesurant  $9 \times 5 \times 27 \text{mm}^3$ . Le volume de chaque pore est assimilé au volume contenu à l'intérieur de sa surface, elle même extraite par la méthode dite du "marching cube" [NEW 06]. La profondeur correspond à la distance entre le haut du volume (face flamme) et le centre de gravité estimé du pore. On constate qu'en moyenne les pores sont plutôt petits et répartis de façon homogène dans la profondeur. Les pores les plus volumineux ( $> 2,0 \cdot 10^7 \mu\text{m}^3$ ) sont localisés au delà de  $15 \text{mm}$  de profondeur. Ces pores représentent  $1,3 \%$  du nombre total

de pores mais leur volume représente 22,9 % de la porosité totale. Les estimations des densités de probabilités d'occurrence des pores selon le volume et la profondeur, obtenues par estimation par noyau (méthode de Parzen-Rozenblatt [PAR 62]) sont illustrées sur les cartographies de la figure 1.26. Ces dernières confirment cette distribution spatiale des pores. La figure 1.26b se concentre sur la population des pores de taille supérieure à  $2.10^7 \mu\text{m}^3$  et souligne clairement leur présence plus probable loin de la surface.

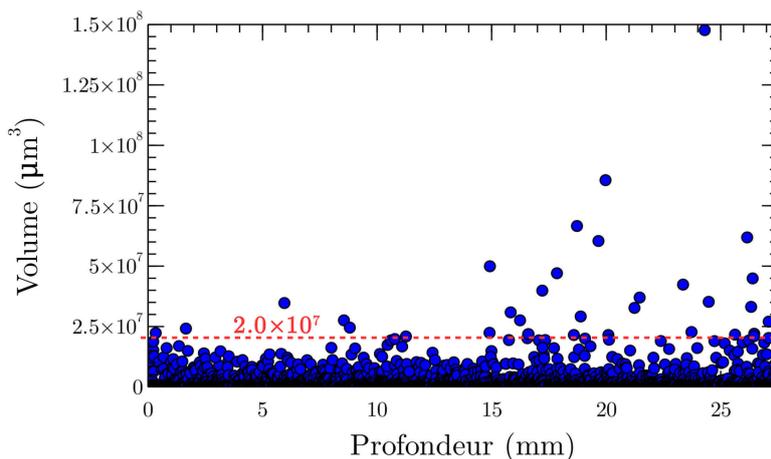


FIGURE 1.25 – Volume des pores dans la profondeur de la culasse.

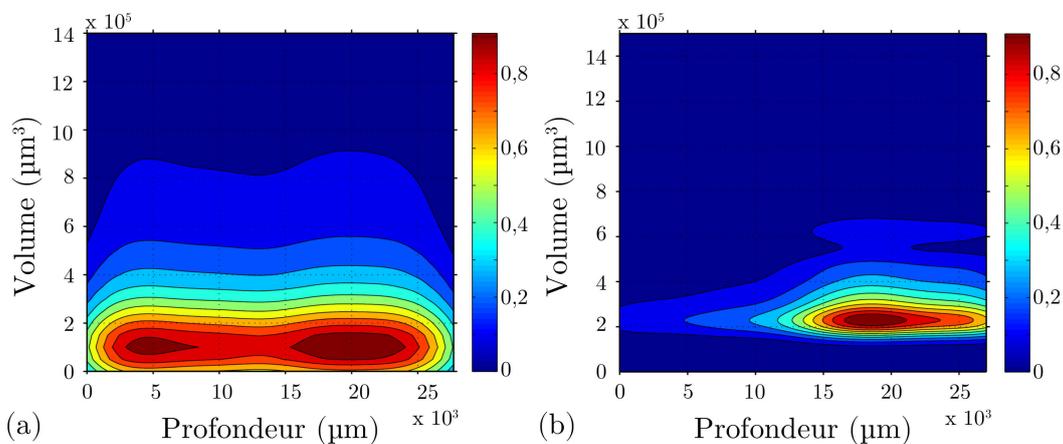


FIGURE 1.26 – Représentation de l'estimation de la densité de probabilité de la profondeur et du volume de (a) tous les pores et (b) seulement les pores dont le volume est supérieur à  $2,0.10^7 \mu\text{m}^3$ .

A partir des images 3D des pores, on peut tenter d'identifier le type de pore observé (gazage ou micro-retassure) en fonction de la zone de prélèvement. Pour cela, on cherche à relier le volume du pore avec sa sphéricité. La sphéricité d'un pore est définie comme le rapport de la surface de la sphère ayant le même volume avec sa surface déterminée à partir de l'image 3D [WAD 32]. Plus la valeur de la sphéricité est grande, plus le pore

se rapproche d'une sphère parfaite (sphéricité=1). On constate sur la figure 1.27 que pour l'ensemble de la population les pores sont globalement sphériques et petits, ce qui tend à indiquer qu'il s'agit de pores de gazage. Par contre, les pores de grandes tailles, principalement localisés à une profondeur supérieure à 15 mm (d'après la figure 1.26b), ont souvent une faible sphéricité, ce qui signifie qu'ils correspondent sûrement à des cavités de retrait.

Il ressort de cette étude que les éprouvettes peuvent contenir des populations de pores différentes suivant la profondeur de prélèvement. Celles prélevées dans la zone la plus proche de la face flamme, sont susceptibles de contenir de nombreux pores (de gazage) de petites tailles ainsi que quelques cavités de retraits plus volumineuses. Le prélèvement des éprouvettes est réalisé jusqu'à une profondeur de 18 mm afin d'extraire un nombre suffisant d'échantillons. Il faudra alors caractériser chacune de ces éprouvettes par tomographie X pour rejeter celles dont la porosité est trop grande ( $> 1,5\%$ ). Plus de détails concernant cette sélection sont donnés au chapitre suivant.

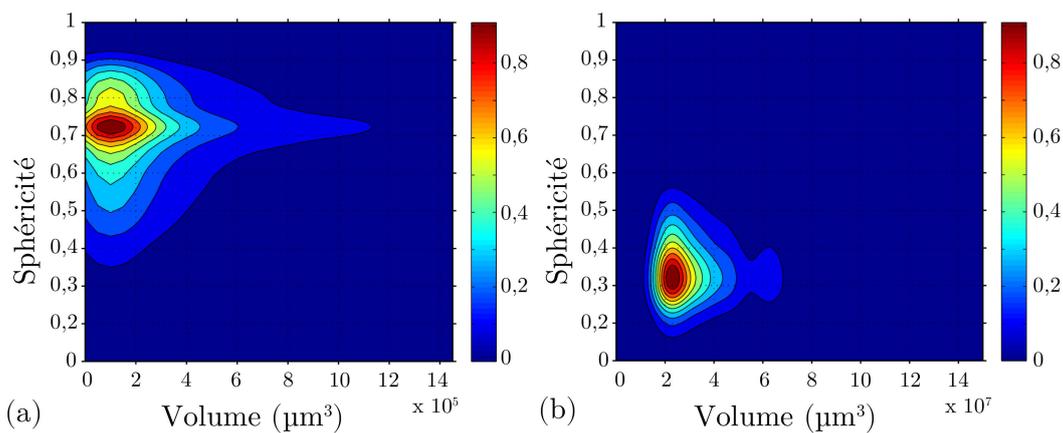


FIGURE 1.27 – Représentation de l'estimation de la densité de probabilité de la sphéricité et du volume de (a) tous les pores et (b) seulement les pores dont le volume est supérieur à  $2,0 \cdot 10^7 \mu m^3$ .

## 1.4 Obtention d'un matériau modèle

Les pores étant néfastes vis-à-vis du comportement en fatigue, il semble opportun de produire un matériau qui n'en contient pas afin de pouvoir établir un matériau de référence et d'identifier son comportement. La solution retenue a été de refermer les pores présents dans le matériau PMP à l'aide d'une compression isostatique à chaud (CIC).

La CIC est un traitement thermomécanique qui consiste à appliquer à l'aide d'un gaz inerte, habituellement de l'argon, une pression sur une pièce placée dans une cuve chauffée. Ceci entraîne des déformations plastiques, du fluage et de la diffusion qui permettent de refermer en partie les micropores et les vides internes [HEL 85]. Pour les alliages d'aluminium

minium la température utilisée est légèrement inférieure à celle du solvus (soit environ 490 °C) et la pression est souvent de l'ordre de 1000 bars. Selon Weihmuller, le CIC n'a pas d'effet significatif sur la limite élastique et la contrainte ultime des alliages A356 et A357. Par contre il permet d'obtenir des matériaux sans porosité, ce qui améliore leurs comportements en fatigue [WEI 05].

Pour produire ce matériau de référence, des éprouvettes ont été prélevées dans la zone représentées par des cadres en pointillés sur la figure 1.28 afin de disposer de plus de matière. La finesse de la microstructure de ces zones est comparable à celle du pontet inter-soupapes, mais le niveau de porosité y est différent. Cela ne pose aucun problème puisque les pores seront éliminés par le biais du traitement de CIC. Plusieurs barreaux parallélépipédiques d'environ 20x20x80 mm<sup>3</sup> ont été découpés et usinés afin d'être soumis à une CIC par l'entreprise Bodycote<sup>®</sup>.

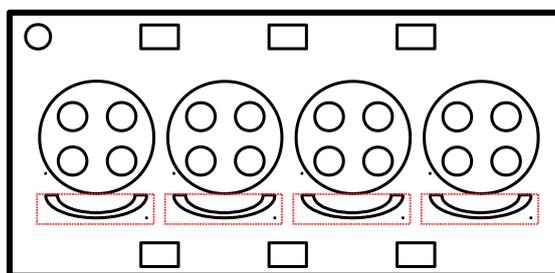


FIGURE 1.28 – Zones de prélèvements de la matière pour CIC.

Le cycle appliqué sur les éprouvettes est le suivant :

- Montée en température : 350°C/h
- Température maximale : 485°C ± 10°C
- Pression maximale : 1000 bars ± 30 bars
- Temps de maintien : 2h00
- Descente en température : Naturelle
- Dépressurisation : Convection naturelle
- Gaz utilisé : Argon

Bien que l'application d'un traitement de CIC semble être bien adapté pour obtenir un matériau sans défauts, son utilisation pose, dans le cas de notre matériau, quelques questions listées ci-après :

1. **Subsiste-t-il encore des pores au cœur du matériau ?**
2. **La morphologie des particules présentes dans l'eutectique est-elle modifiée ?** Ces particules sont connues pour avoir un effet important sur la fissuration de l'alliage [MER 11, TAB 11]. Il est donc important qu'elles aient la même taille et morphologie. Dans le cas où un traitement de CIC est utilisé, le matériau est généralement vieilli au pic lors d'un traitement T6 (après mise en solution)

[LE 16, DEZ 15, CES 08, RAN 06, WAN 01a]. Le matériau de comparaison (avec pores) est lui aussi traité T6 ; la morphologie des particules est donc la même dans les deux matériaux. Cependant, dans notre étude, aucune modification des phases eutectiques (principalement les particules de silicium) par mise en solution solide n'a lieu. Il faut donc s'assurer que l'application du CIC n'affecte pas les particules de seconde phase. Les températures atteintes sont cependant *a priori* trop faibles pour modifier les intermétalliques riches en fer [JAV 14].

### 3. Les propriétés mécaniques ont elles été affectées par le maintien en température ?

Dans les paragraphes qui suivent nous tentons d'apporter des réponses à ces différentes questions.

#### 1.4.1 Caractérisation de la porosité dans le matériau compacté à chaud

L'analyse de la porosité résiduelle a été réalisée par tomographie aux rayons X pour les échantillons ayant subi la CIC. Afin de pouvoir distinguer les pores de petites tailles, il est nécessaire d'avoir une résolution relativement fine : une taille de voxel de  $4,5 \mu\text{m}$  a donc été choisie. Cette résolution nécessite des échantillons de petite section. Un prélèvement de  $5 \times 7 \times 25 \text{ mm}^3$  a été analysé. Le volume reconstruit (voir figure 1.29) ne contient aucun pore détectable à cette résolution alors qu'initialement la porosité du matériau est d'environ 0,8 % à  $20 \mu\text{m}$  de taille de voxel. La CIC permet donc d'obtenir un matériau sans pore (du moins à cette échelle d'analyse).

#### 1.4.2 Caractérisation des particules de silicium

L'analyse de la morphologie des particules de silicium a nécessité de mettre en place une procédure particulière puisqu'il a fallu combiner haute résolution (pour détecter le plus finement possible le contour des particules) et grande surface (pour ne pas ajouter un biais aux mesures par l'observation d'une zone en particulier). L'imagerie a ainsi été réalisée au MEB (Supra ZEISS) à l'aide de *Multiscans* comportant 96 images afin de pouvoir couvrir une surface d'environ  $2,6 \times 1,3 \text{ mm}^2$  tout en ayant la résolution d'un plus fort grossissement (X500). Le MEB permet en outre d'obtenir un fort contraste entre la matrice et les particules de silicium, ce qui est un avantage pour l'analyse d'images. Les images (brutes) sont présentées sur la figure 1.30.

Les images sont ensuite soumises à de nombreuses étapes de filtrage (suppression du bruit, convolution, suppression du fond,...) et de segmentation (seuillage en niveau de gris et en taille) pour enfin être exploitables pour une analyse morphologique poussée.

Les contours des particules sont détectés à l'aide du logiciel libre ImageJ [SCH 12]. Plusieurs valeurs caractéristiques, telles que la circularité, la compacité, les diamètres de Feret, l'allongement et le facteur de forme, sont alors accessibles pour chacune des particules. Un exemple simple est montré sur la figure 1.31 et les paramètres caractéristiques de ces particules sont reportés dans le tableau 1.5.

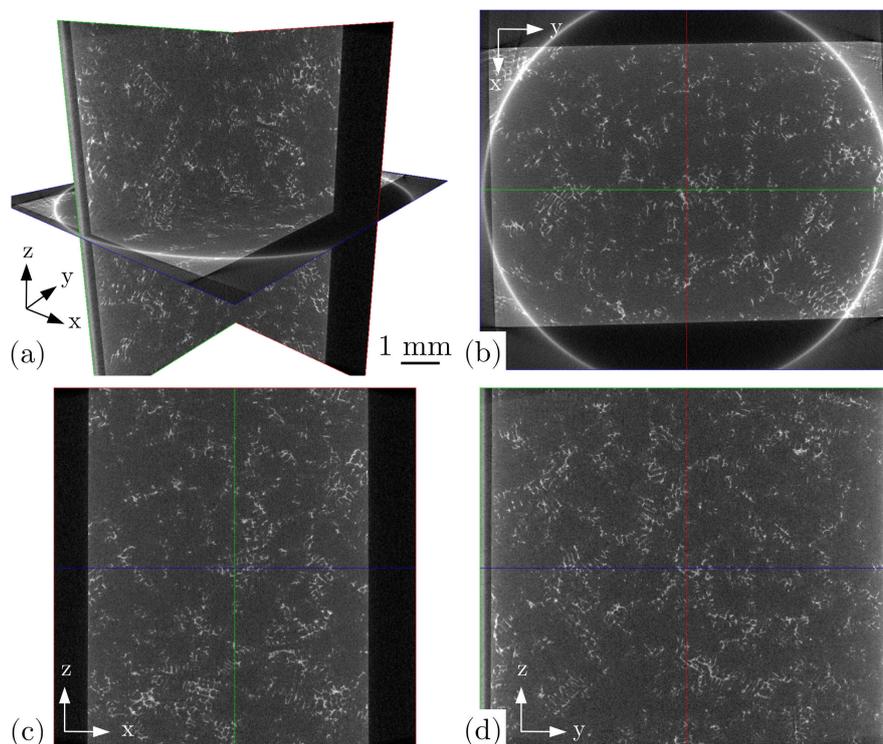


FIGURE 1.29 – Coupes tomographiques orthogonales du matériau après application d'une CIC (a) et suivant trois plans différents en (b), (c) et (d). Aucun pore n'est visible dans le volume analysé.

| Particule | Circularité | Allongement | Facteur de feret | Facteur de forme |
|-----------|-------------|-------------|------------------|------------------|
| 1         | 0.86        | 1.17        | 0.83             | 0.75             |
| 2         | 0.43        | 2.35        | 0.50             | 0.39             |
| 3         | 0.17        | 5.74        | 0.24             | 0.18             |
| 4         | 0.34        | 2.94        | 0.38             | 0.28             |
| 5         | 0.83        | 1.20        | 0.70             | 0.54             |
| 6         | 0.18        | 5.54        | 0.19             | 0.11             |
| 7         | 0.42        | 2.41        | 0.37             | 0.24             |
| 8         | 0.41        | 2.43        | 0.43             | 0.16             |

Tableau 1.5 – Paramètres morphologiques des particules de la figure 1.31 (voir le texte pour une définition des différents paramètres).

Les images reprises sur la figure 1.30 ont permis ainsi de caractériser 10108 particules dans le cas du matériau PMP brut et 14382 particules sur celui ayant subi une CIC. De telles tailles d'échantillonnage garantissent une comparaison statistique fiable.

Les distributions des diamètres de Féret minimal et maximal des particules de Si sont reportées sur la figure 1.32 : les histogrammes obtenus sans et avec CIC sont très proches.

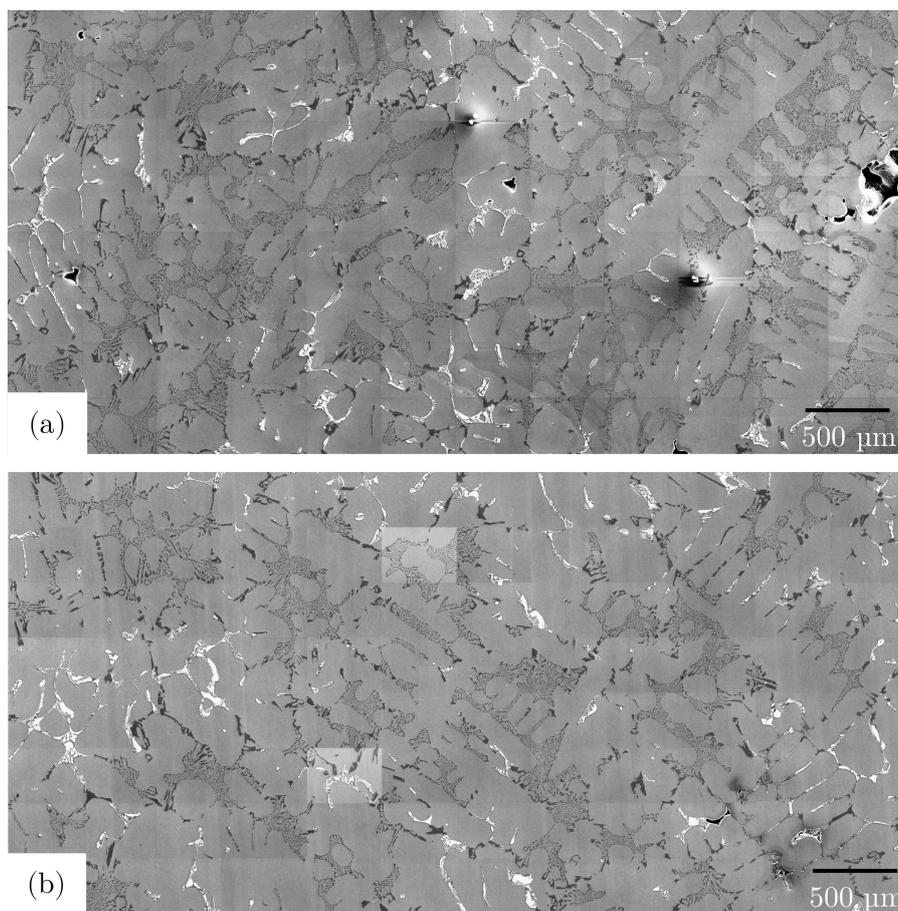


FIGURE 1.30 – Micrographie au MEB résultant de l’assemblage de l’images Multiscans : (a) matériau d’origine et (b) matériau avec CIC.

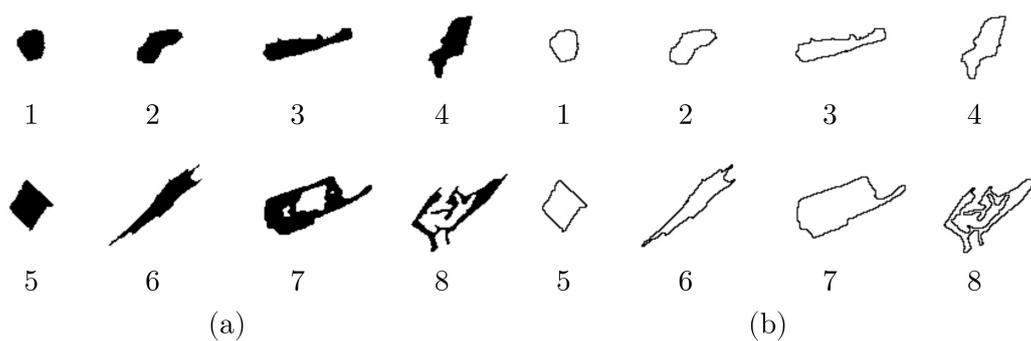


FIGURE 1.31 – Analyse morphologique, (a) exemple de particules de silicium identifiées par seuillage sur les images 2D obtenues au MEB et (b) contours de ces particules par analyse d’image.

En plus de ces deux longueurs caractéristiques, quatre autres facteurs détaillés ci dessous sont mesurés et leur distributions sont montrées sur les figures 1.33 à 1.34 :

$$Circularité = \frac{4 \times Aire}{\pi \times (Grand\ Axe_{max})^2} \quad (1.1)$$

$$Allongement = \frac{Petit\ Axe}{Grand\ Axe} \quad (1.2)$$

$$Facteur\ de\ Féret = \frac{Feret_{min}}{Feret_{max}} \quad (1.3)$$

$$Facteur\ de\ forme = \frac{4 \times Aire}{\pi \times (Feret_{max})^2} \text{ donné par Ravier[RAV 88]} \quad (1.4)$$

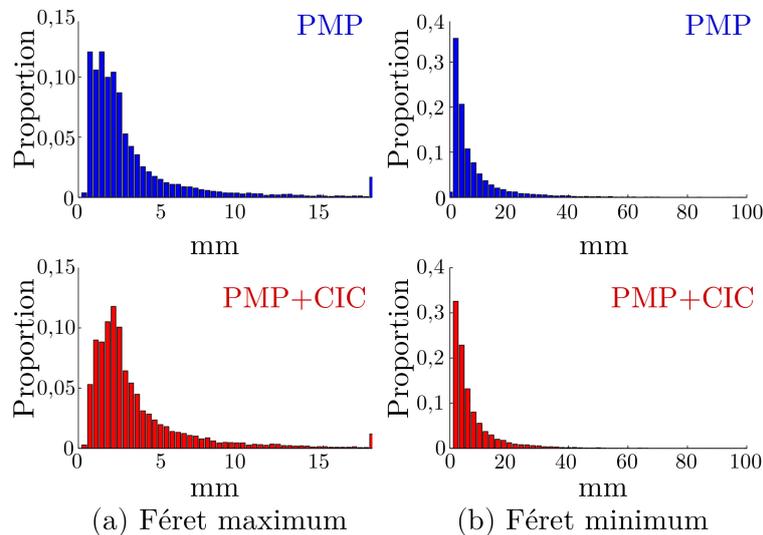


FIGURE 1.32 – Distributions des différents diamètres de Féret de toutes les particules de silicium de la figure 1.30.

L'analyse des figures 1.33 et 1.34 permet d'aboutir à la conclusion que la forme des particules de silicium n'est pas modifiée par la CIC.

### 1.4.3 Propriétés mécaniques de la matrice

Des essais de micro-indentation ont été réalisés au coeur des dendrites et montrent que la dureté de la phase alpha augmente de 45 % après CIC passant de 45 HV à 71 HV (voir le tableau 1.6). Cette différence est vraisemblablement due à une modification de la précipitation du cuivre.

La température utilisée pour la CIC peut atteindre jusqu'à 495°C, ce qui est au dessus de la température de mise en solution solide du cuivre dans l'aluminium pour un alliage en contenant de l'ordre de 3-4 %. Dans notre cas, une analyse par spectroscopie optique

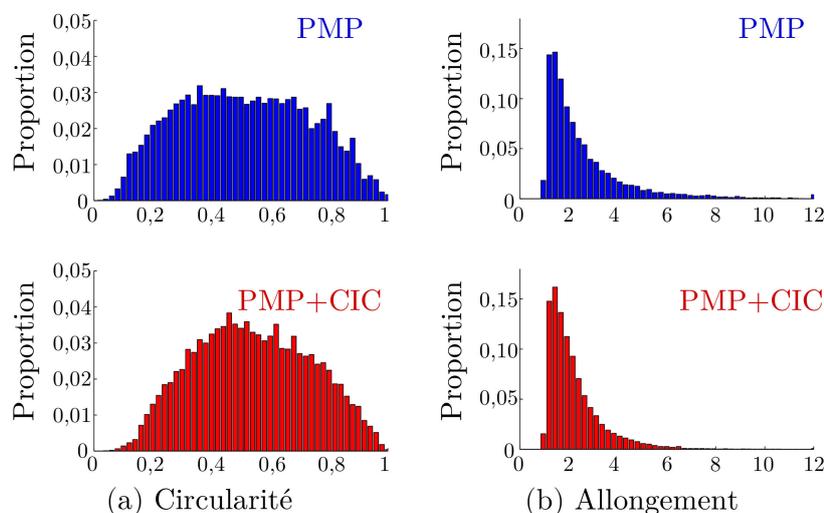


FIGURE 1.33 – Histogrammes de la circularité et de l'allongement des particules de silicium.

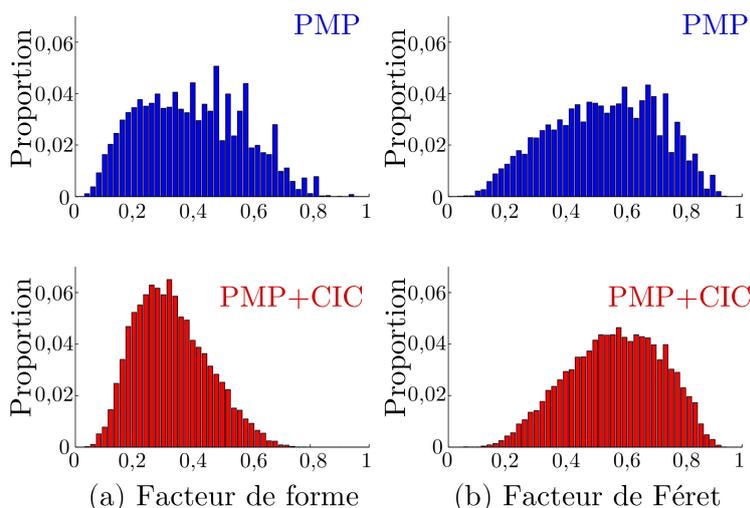


FIGURE 1.34 – Histogramme du facteur de forme et du facteur de Férét.

réalisée au CTIF a révélé une concentration de 3,45 % massique de cuivre. Une simple simulation d'un alliage binaire aluminium-cuivre avec le logiciel Thermo-Calc montre qu'avec cette concentration en cuivre la température à ne pas dépasser pour ne pas remettre les phase  $\theta$  en solution est de 489°C.

La CIC semble donc faire évoluer l'état de précipitation de la matrice pourtant survieilliée (500 h à 250 °C). Afin de retrouver l'état sur-vieilli, deux échantillons du matériau post-CIC ont été placés dans un four à 250°C pendant respectivement 20h et 60h. Après refroidissement (trempe à l'eau), on constate que la dureté de ces échantillons est de 44 HV, retrouvant les valeurs pré-CIC. Ce traitement de vieillissement supplémentaire sera donc

appliqué pour retrouver la structure de précipitation initiale et un matériau sans pores dont la matrice présente des caractéristiques mécaniques (dureté) comparables à celles du matériau avec pores.

|                         | Macro dureté HV (10 kg) |            | Micro dureté HV (50 g) |            |
|-------------------------|-------------------------|------------|------------------------|------------|
|                         | Moyenne                 | Écart type | Moyenne                | Écart type |
| PMP                     | 57                      | 5,1        | 45                     | 1,9        |
| PMP + CIC               | 83                      | 5,4        | 71                     | 4,6        |
| PMP + CIC + 60h à 250°C | 56                      | 2,0        | 44                     | 1,8        |

Tableau 1.6 – Macro et micro duretés du matériau

## 1.5 Modélisation du comportement mécanique

Si la connaissance de la microstructure est fondamentale pour juger des mécanismes d'endommagement par fatigue, il est également important de connaître et de modéliser le comportement mécanique du matériau, notamment en température, afin de pouvoir réaliser des simulations numériques les plus réalistes possibles. **Deux modèles de comportement ont été utilisés dans le cadre de cette étude.** Ce sont des modèles phénoménologiques élasto-viscoplastiques de type Chaboche dont le principe est très brièvement rappelé dans ce qui suit. Pour plus de détails on pourra consulter les références suivantes [LEM 09, CHA 08, SZM 13a]. Dans le cadre utilisé, le tenseur de déformation totale peut être décomposé en la somme de déformations élastique, inélastique (viscoplastique) et thermique.

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_{in} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} \quad (1.5)$$

La déformation thermique est classiquement donnée par la relation suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{th} = \alpha_T (T - T_{ref}) \cdot \underline{\underline{I}} \quad (1.6)$$

où  $\alpha_T$  est le coefficient de dilatation thermique,  $T_{ref}$  la température de référence,  $T$  la température et  $\underline{\underline{I}}$  le tenseur unité du second ordre. Le tenseur de déformation élastique est donné par la loi de Hooke et peut, dans le cas d'un matériau isotrope, s'exprimer selon l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_e = \frac{1 + \nu}{E} \underline{\underline{\sigma}} - \frac{\nu}{E} tr(\underline{\underline{\sigma}}) \cdot \underline{\underline{I}} \quad (1.7)$$

où  $E$  est le module d'Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson du matériau et  $\underline{\underline{\sigma}}$  le tenseur de contrainte.

Pour ce type d'alliages d'aluminium, un écrouissage combiné est généralement utilisé : un terme d'écrouissage isotrope  $R$  est associé à un terme d'écrouissage cinématique  $\underline{\underline{X}}$  [MER 11, BAR 04]. L'évolution du tenseur des déformations inélastiques est alors décrite par la loi d'écoulement suivante :

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_{in} = \frac{2}{3} \dot{\rho} \frac{\underline{\underline{s}} - \underline{\underline{X}}}{J_2(\underline{\underline{s}} - \underline{\underline{X}})} \quad (1.8)$$

où  $\underline{s}$  est la partie déviatorique du tenseur des contraintes,  $J_2(\underline{s} - \underline{X})$  le second invariant du tenseur  $\underline{s} - \underline{X}$  et la notation  $(\dot{\cdot})$  représente la dérivée par rapport au temps. Le multiplicateur inélastique nommé  $\dot{p}$  dans la loi d'écoulement modélise la viscoplasticité. Une formulation de type Norton-Hoff (paramètres matériau  $K$  et  $n$ , dépendant de la température) est retenue :

$$\dot{p} = \frac{2}{3} \left\langle \frac{J_2(\underline{s} - \underline{X}) - R}{K} \right\rangle^n \quad (1.9)$$

La fonction de charge  $f(\underline{s} - \underline{X}, R) = J_2(\underline{s} - \underline{X}) - R$ , qui permet de décrire la frontière du domaine d'élasticité répond, comme souvent, au critère de von Mises.

Les deux modèles utilisés diffèrent principalement dans la description de l'érouissage cinématique. Dans les deux cas l'érouissage isotrope n'évolue pas : le terme  $R$  correspond donc au seuil plastique.

Le premier modèle, utilisé par PSA, a été identifié pour une gamme de température allant de 20°C à 250°C sur le matériau PMP. Il correspond à la "réponse moyenne du matériau" qui inclut les influences des pores, des zones eutectiques et autres éléments de la microstructure. Un unique érouissage cinématique non-linéaire de type Armstrong-Frederick est alors utilisé,

$$\underline{\dot{X}} = \frac{2C}{3} \underline{\dot{\alpha}} \quad \text{avec} \quad \underline{\dot{\alpha}} = \underline{\dot{\varepsilon}}_{vp} - \frac{3\dot{p}D}{2C} \underline{X} \quad (1.10)$$

où  $C$  et  $D$  sont des paramètres dépendant du matériau et de la température. Ce modèle permet toutefois difficilement de rendre compte des évolutions cycliques à chaud du comportement. Il a donc été décidé de l'enrichir.

Le matériau ayant subi une CIC a été utilisé pour réaliser un essai d'érouissage cyclique à 250°C. L'éprouvette ainsi que le principe de l'essai sont schématisés sur la figure 1.35. Cet essai est réalisé sur des éprouvettes de sections rectangulaires de 4x6 mm<sup>2</sup> afin d'obtenir un volume d'étude dont le comportement peut être considéré comme homogène<sup>3</sup>. La surface des éprouvettes est au préalable polie miroir à l'aide d'une pâte diamantée polycristalline de 1 μm afin de supprimer la rugosité de surface. L'essai consiste à appliquer un chargement cyclique piloté en déformation totale via un asservissement extensométrique de manière incrémentale. Pour tous les niveaux de chargement, le cycle de base est répété N fois et le rapport de déformations  $R_\varepsilon$  est toujours de -1. Un cycle est composé d'une montée à la déformation maximale  $+\Delta\varepsilon$  en T/2 secondes, d'un maintien pendant un temps  $t_r$  de 300 secondes à ce niveau de déformation et pour finir d'un retour à  $-\Delta\varepsilon$  (voir figure 1.35b). Dans notre cas la période T est de 10 secondes afin de réaliser des chargements à une fréquence de 0,1 Hz. Dans le but de mettre en évidence la relaxation du matériau, le maintien à  $+\Delta\varepsilon$  dure 300 secondes. Ce cycle est appliqué pour des niveaux de déformations allant de 0,1 à 1% avec un incrément de 0,1% tous les 5 cycles. Pour ce second modèle,

3. Étant donné la variabilité de la taille de grains il peut sembler nécessaire d'utiliser des éprouvettes avec une zone utile plus volumineuse ; mais la quantité limitée de matière disponible dans les zones de prélèvement de la culasse n'a pas permis d'augmenter la taille des éprouvettes.

un terme de restauration statique a été ajouté à l'écroissage cinématique non-linéaire [OSM 10].

$$\underline{\dot{X}} = \frac{2C}{3} \underline{\dot{\alpha}} \quad \text{avec} \quad \underline{\dot{\alpha}} = \underline{\dot{\varepsilon}}_{vp} - \frac{3\dot{p}D}{2C} \underline{X} - \frac{3}{2} \frac{\underline{X}}{J_2(\underline{X})} \left\langle \frac{J_2(\underline{X})}{M} \right\rangle^m \quad (1.11)$$

Les paramètres  $M$  et  $m$  sont eux aussi dépendant du matériau et de la température. Dans les deux cas, les essais étant isothermes, la déformation thermique est nulle et le tenseur de déformation totale est seulement décomposé en une part élastique et une part inélastique.

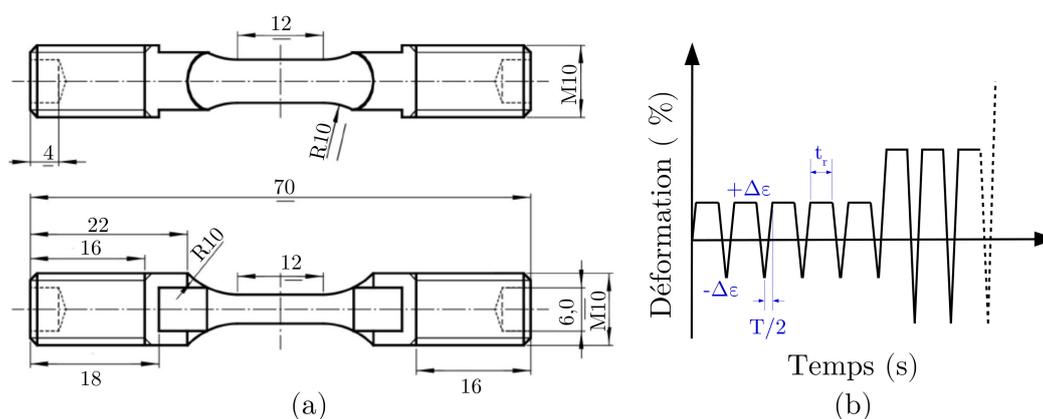


FIGURE 1.35 – (a) Éprouvette et (b) principe de l'essai d'écroissage cyclique.

La figure 1.36 confronte le deuxième modèle aux résultats expérimentaux. La réponse numérique sur Volume Élémentaire Représentatif (VER) montre une bonne corrélation avec l'essai, même si à faibles déformations (jusqu'à 0,2%), le modèle présente un écoulement viscoplastique trop rapide. Bien qu'ayant volontairement utilisé un modèle relativement "simple", on constate également un bon accord pour les courbes de relaxation, aussi bien à faible que fort niveau de déformation et finalement une représentativité suffisante pour analyser quantitativement les calculs.

## 1.6 Synthèse

Ce premier chapitre a permis d'explorer en détail la microstructure de l'alliage étudié, d'expliquer le rôle de chacun des constituants ainsi que l'influence de ces derniers sur son comportement mécanique et son comportement vis-à-vis de la fatigue. Une analyse quantitative de la microstructure a mis en évidence des pores de grandes dimensions et de formes complexes (retassures pouvant dépasser le millimètre) ainsi qu'une valeur relativement élevée pour le SDAS (76  $\mu\text{m}$ ). Les distributions respectives des particules de seconde phase (intermétalliques,  $\text{Al}_2\text{Cu}$  ou particules de silicium) présentent des tailles moyennes élevées ainsi que de très grands écart-types : les particules de silicium peuvent par exemple mesurer de quelques micromètres à environ 150  $\mu\text{m}$ . La phase  $\text{Al}_2\text{Cu}$  forme quant à elle un réseau 3D quasi-continu du fait de l'absence de mise en solution du matériau.

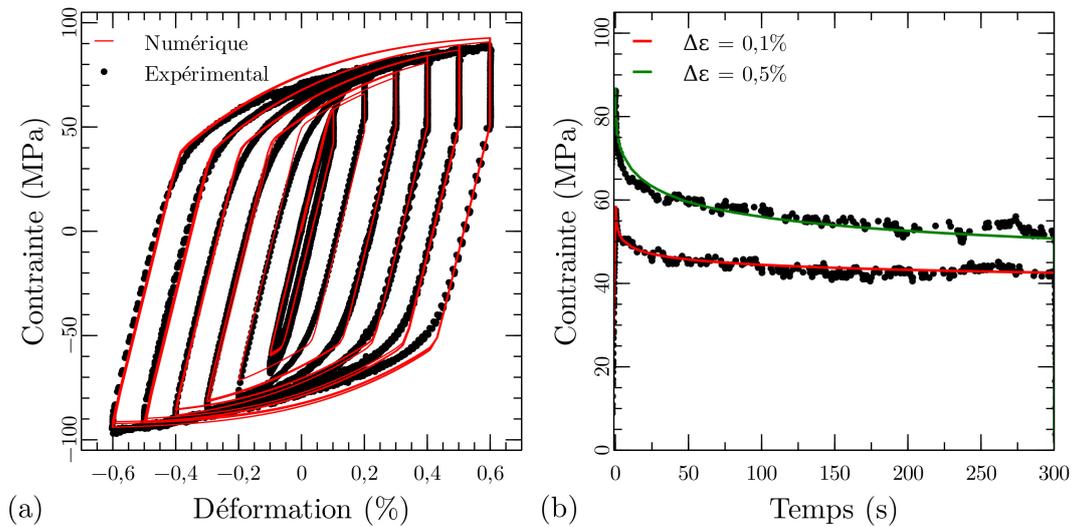


FIGURE 1.36 – Comportement cyclique du matériau sans pore à 250°C : (a) boucles contraintes/déformations pour  $\Delta\varepsilon$  variant entre 0,1% et 0,6% et (b) courbes de relaxation lors du maintien aux déformations maximales pour les boucles à 0,1% et 0,5%.

Comme attendu, le procédé PMP produit donc une microstructure relativement grossière, ce qui est susceptible d'affecter sa réponse à la fatigue. Selon les travaux reportés dans la littérature, les pores jouent un rôle primordial sur les phases d'amorçages et de propagations de fissures. Un matériau ne contenant aucun pore, mais avec les mêmes propriétés mécaniques et la même microstructure, a alors été développé afin de pouvoir décorrélérer l'influence des particules de seconde phase et des pores sur le comportement à la fissuration du matériau.

Ce nouveau matériau a aussi été utilisé pour identifier le comportement mécanique de la matrice d'aluminium à 250 °C à l'aide de modèles de comportement élasto-viscoplastique de type Chaboche. Expérimentalement, le comportement a été identifié par un essai d'érouissage cyclique.



## Chapitre 2

# Méthodes expérimentales - Suivi de fissure *in situ*

Ce chapitre introduit des différentes méthodes expérimentales qui ont permis d'observer et d'analyser l'amorçage et la propagation de fissures à haute température. Une première partie portera sur le suivi tridimensionnel effectué à l'aide de la tomographie aux rayons X. Après explication de ses différentes caractéristiques, le développement d'un montage et d'un essai permettant la réalisation d'essais de fatigue *in situ* en température sera exposé. La dernière partie présentera le matériel et la procédure d'essais de fissuration avec suivi de surface.

### Sommaire

---

|            |   |           |
|------------|---|-----------|
| <b>2.1</b> | <b>La tomographie aux rayons X</b>              | <b>42</b> |
| 2.1.1      | Principe  | 42        |
| 2.1.2      | La tomographie de laboratoire                   | 45        |
| 2.1.3      | La tomographie synchrotron                      | 46        |
| 2.1.4      | Défauts de reconstruction                       | 48        |
| <b>2.2</b> | <b>Suivi tridimensionnel par tomographie RX</b> | <b>49</b> |
| 2.2.1      | Développement d'un dispositif expérimental      | 50        |
| 2.2.2      | Géométries et sélection des éprouvettes         | 54        |
| 2.2.3      | Conditions expérimentales                       | 55        |
| <b>2.3</b> | <b>Suivi de surface : Essai de fissuration</b>  | <b>61</b> |
| 2.3.1      | Éprouvettes de fissuration                      | 61        |
| 2.3.2      | Montage expérimental                            | 61        |
| 2.3.3      | Le suivi des fissures                           | 63        |
| 2.3.4      | Conditions d'essai                              | 64        |
| <b>2.4</b> | <b>Synthèse</b>                                 | <b>66</b> |

---

## 2.1 La tomographie aux rayons X

Le terme tomographie, du grec *tomos* (coupe) et *graphein* (écrire), désigne une technique d'imagerie qui permet de visualiser le volume d'un objet étudié par un assemblage d'images en coupe. Ce volume est virtuellement reconstruit à partir d'une série de mesures non destructives résultantes de diverses interactions onde/matière. Dans le cadre de cette thèse nous avons utilisé à la tomographie aux rayons X, technique de plus en plus utilisée en science des matériaux [MAI 14].

### 2.1.1 Principe

Lorsqu'un faisceau de Rayons X (RX) traverse un échantillon de matière il est atténué : c'est ce phénomène qui est utilisé en radiographie X. Sur une radiographie médicale d'un bras par exemple, les os, plus denses que la matière organique atténuent plus les RX et peuvent donc être imagés sur un détecteur *ad hoc*. De même, il est possible d'identifier la présence d'inclusions ou de pores dans un matériau. L'acquisition d'une image radiographique peut être réalisée via une caméra CCD placée derrière un scintillateur, pièce qui permet de convertir dans le domaine visible le rayonnement X transmis par fluorescence des RX. Dans ce paragraphe, on se limitera au cas d'un faisceau RX parallèle et monochromatique (pour la tomographie en faisceau divergeant - cas des installations de laboratoire - voir par exemple [STO 08]).

Si un faisceau RX incident d'intensité  $I_0$  se propage dans une direction  $x$  et traverse un élément de matière homogène (constitué d'un seul matériau) d'épaisseur  $x$ , alors l'intensité du faisceau transmis  $I_1$  est donnée par la loi d'atténuation de Beer-Lambert suivante :

$$I_1 = I_0 \cdot e^{-\mu \rho x} \quad (2.1)$$

où  $\mu$  est le coefficient d'absorption massique habituellement exprimé en  $\text{cm}^2/\text{g}$  et  $\rho$  la masse volumique du matériau traversé en  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ .

Lorsque la zone traversée est une coupe de faible épaisseur dont le coefficient d'absorption peut varier suivant les directions  $x$  et  $y$  (voir figure 2.1a). L'équation 2.1 peut alors s'écrire :

$$I_1 = I_0 \cdot \exp \left( - \int_{\Gamma} \mu(x, y) \rho(x, y) dx \right) \quad (2.2)$$

avec  $\Gamma$  le trajet parcouru par les RX dans la matière. Le coefficient d'absorption  $\mu(x, y)$  change en fonction du numéro atomique de l'élément traversé et de l'énergie (E) du faisceau de RX comme le montre la figure 2.2 [HUB 95]. En tomographie, les énergies utilisées pour des faisceaux monochromatiques sont généralement comprises entre 10 et 100 KeV. La différence entre les coefficients des éléments traversés permet, comme son nom l'indique, de réaliser de l'imagerie en contraste d'absorption. Dans une configuration similaire à

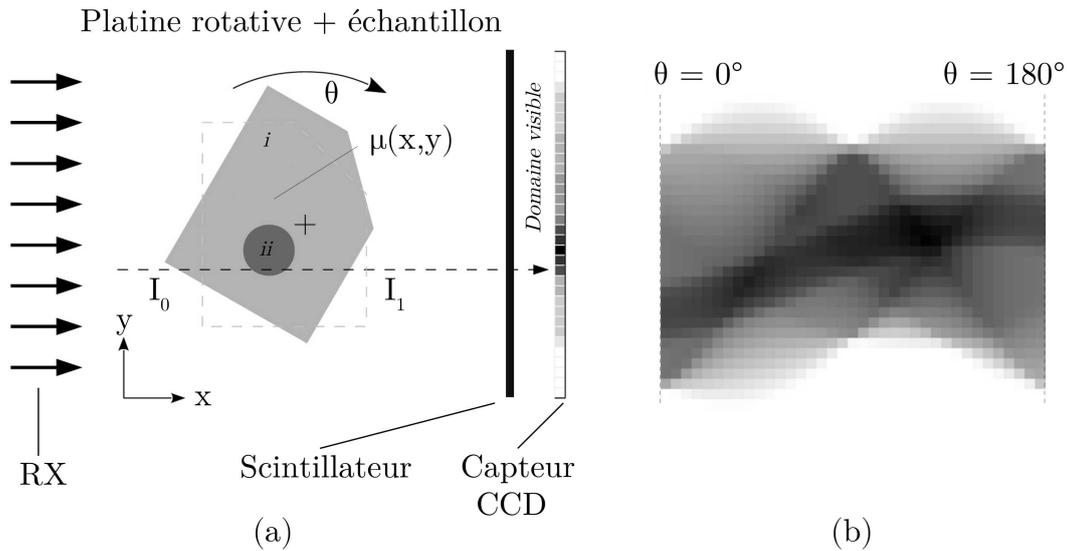


FIGURE 2.1 – Schématisation du principe d’acquisition de la tomographie RX pour une coupe ( $Z$  constant). (a) Une radiographie 1D est enregistrée pour chaque position angulaire  $\theta$  entre 0 et  $180^\circ$ . L’assemblage des différentes radiographies 1D (b) constitue le sinogramme [LAC 14].

celle de la figure 2.1a, il faut donc que la différence entre les coefficients d’absorption des différentes phases soit assez prononcée pour pouvoir visualiser la phase  $ii$  incluse dans la phase  $i$ . Pour une énergie de RX donnée, cela revient à avoir des phases qui présentent, en première approximation, des numéros atomiques suffisamment différents. Dans le cas d’un composite à matrice aluminium par exemple, le contraste d’absorption seul ne permet pas de faire apparaître les carbures de silicium (SiC) [CLO 97]. Ces particules ont une atténuation (i.e. un numéro atomique) très proche de celui de la matrice aluminium. Dans le cas de notre alliage d’aluminium de moulage, le même problème se pose pour les particules de silicium [SER 14]. Il faut alors avoir recours au contraste de phase, dont le principe sera détaillé dans la prochaine section, pour pouvoir faire ressortir les interfaces entre les différentes phases [BUF 14].

Bien que 2D, la radiographie d’une pièce contient d’une certaine manière, sous forme de projection, l’information volumique. L’invention en 1971 du premier scanner médical par Hounsfield (dont il fût récompensé par le prix Nobel de médecine en 1979 conjointement avec Cormack) démontra qu’il était possible de visualiser l’intérieur du corps humain par coupe. Dans les faits la solution mathématique à ce problème avait déjà été donnée en 1917 par le mathématicien autrichien Radon [RAD 86]. La première étape nécessite la prise de radiographies pour différentes positions angulaires allant de  $0^\circ$  à  $180^\circ$  (pour un faisceau parallèle) comme expliqué sur la figure 2.1a. Pour une coupe, l’assemblage des l’ensemble des profils est appelé sinogramme (figure 2.1b). Pour obtenir une image 3D de l’objet traversé, on procède à la reconstruction numérique coupe par coupe ; l’assemblage (empilement) de

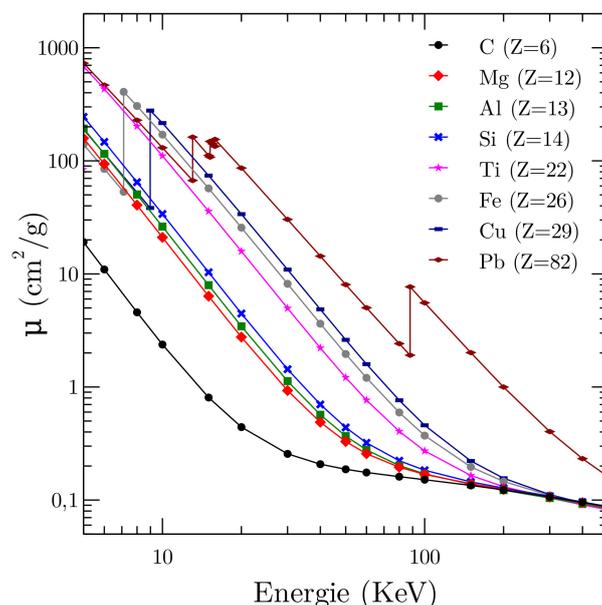


FIGURE 2.2 – Évolution du coefficient d'atténuation massique des RX [HUB 95] de plusieurs éléments en fonction de l'énergie du faisceau incident.

ces dernières constituant le volume. Parmi les techniques de reconstructions existantes, une des plus utilisée est basée sur l'utilisation d'un algorithme de rétroprojection filtrée. Pour plus de détails le lecteur peut se référer à l'ouvrage [KAK 88].

En tomographie, la taille des échantillons est un problème récurrent. En effet, pour pouvoir réaliser une radiographie, il est nécessaire d'avoir une intensité transmise suffisante. En pratique une valeur de 5 à 10 % est généralement considérée comme la transmission minimum pour obtenir un bon rapport signal/bruit lors de la reconstruction. Or l'équation 2.1 montre que l'atténuation augmente de façon exponentielle avec l'épaisseur de matière traversée. Il en résulte que pour une énergie de 40 KeV par exemple, l'épaisseur d'un échantillon en acier doit être au maximum de 1 mm alors que, pour de l'aluminium, une épaisseur de 2 cm est envisageable pour même atténuation.

De plus, la taille de voxel  $L_p$  (équivalent 3D du pixel 2D) au sein du volume reconstruit conditionne aussi la taille de l'échantillon. Si le détecteur est composé de  $N_L$  pixel de largeur, alors la taille maximale de l'objet devra être de  $N_L * L_p$  de manière à ce que la projection de l'objet soit entièrement contenue sur le détecteur. Or à l'heure actuelle, les caméras CCD sont classiquement composées de 2048x2048 pixels ; c'est-à-dire que pour un  $L_p$  de 1  $\mu\text{m}$ , l'objet pourra avoir une épaisseur maximale de 2048  $\mu\text{m}$  soit environ 2 mm. Si la taille de l'échantillon dépasse celle du détecteur, il est quand même possible de reconstruire l'intérieur (visible) de l'échantillon. On parle alors de tomographie locale [BUF 14]. Ce cas n'est pas envisagé dans la suite.

### 2.1.2 La tomographie de laboratoire

Les éléments de base d'un tomographe de laboratoire sont un tube à RX, une platine rotative et un détecteur. Une tension électrique est appliquée au niveau de la source entre une cathode (filament) et une anode (cible), ce qui produit un courant d'électrons allant de la première à la seconde. Deux phénomènes génèrent alors des RX : le freinage des électrons par les atomes de la cible (Bremsstrahlung) et la fluorescence X due à l'excitation des atomes de la cible lors du bombardement d'électrons. Le faisceau généré est alors divergent (conique) et polychromatique.

L'utilisation d'un faisceau conique constitue une caractéristique importante d'un tomographe de laboratoire car il permet de faire varier facilement le grandissement sur les radiographies. Celui-ci est donné par le rapport entre la distance source-détecteur et la distance source-objet. Pour obtenir un fort grossissement (i.e. une faible taille de voxel) le centre de rotation de l'objet doit être très proche de la source ; ceci limite la taille des échantillons encore une fois. De plus, l'ensemble des radiographies enregistrées (scan) doit dans ce cas être composé de radiographies enregistrées lors d'une rotation de  $360^\circ$  (contre  $180^\circ$  lorsque le faisceau est parallèle). En effet, dans cette configuration, les projections pour  $\theta=0^\circ$  et  $\theta=180^\circ$  sont différentes. La rotation complète de l'objet est donc nécessaire pour prendre en compte l'ensemble de l'information volumique. De plus, la reconstruction d'un volume nécessite l'utilisation d'algorithmes plus complexes qui corrigent la distorsion due au faisceau conique [KAK 88].

La source n'étant pas cohérente, la tomographie de laboratoire n'utilise que le contraste d'absorption. En outre, puisque le faisceau est polychromatique, des RX de faibles énergies sont absorbés plus rapidement que les rayons de plus hautes énergies [BUF 14]. Ce phénomène, appelé durcissement de faisceau, peut altérer la qualité de l'image reconstruite comme le montre la figure 2.3.

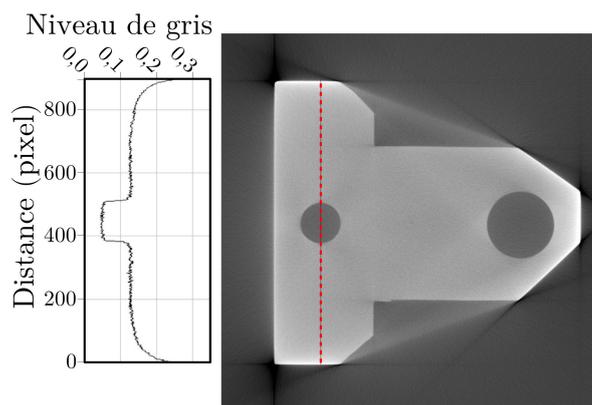


FIGURE 2.3 – Effet du durcissement de faisceau sur une pièce en aluminium. La courbe correspond au profil de niveaux de gris le long de la ligne rouge [BUF 14] : le niveau de gris n'est pas uniforme vers les bords de l'échantillon.

Bien que la tomographie de laboratoire peine à imager les fissures de fatigue et la

microstructure (particules de silicium) des alliages d'aluminium de fonderie, elle se révèle utile pour acquérir des images 3D des éprouvettes à l'état initial. La répartition des pores peut par exemple être obtenue via cette technique d'imagerie.

### 2.1.3 La tomographie synchrotron

Le rayonnement synchrotron est produit par la déviation de particules chargées qui se déplacent à l'intérieur d'un champ magnétique. Le rayonnement électromagnétique résultant dépend de la vitesse de ces particules. Dans le cas de l'accélération d'électrons à grande vitesse, ce sont des rayons X durs qui sont émis ( $\lambda \sim 10^{-1} \text{Å}$ ). Dans la pratique, pour les synchrotrons de troisième génération, les électrons sont produits à l'intérieur d'un accélérateur linéaire et chargés dans un "booster" avant d'être injectés dans un anneau de stockage (qui est en réalité un polyèdre composé d'une succession de sections droites). La génération des RX se produit au niveau des aimants de courbure, pièces qui permettent de donner une trajectoire quasi-circulaire aux électrons à l'intérieur de l'anneau de stockage. D'autres équipements, appelés dispositifs d'insertion, permettent eux aussi de produire des RX dans les sections droites de l'anneau avec une "intensité" bien supérieure à celle obtenue avec un aimant de courbure [WIL 11].

L'intérêt principal du synchrotron pour la tomographie réside dans les caractéristiques des faisceaux RX générés. Ceux-ci sont parallèles, cohérents, monochromatiques (si on le souhaite) et surtout, ils présentent une brillance (intensité) considérablement plus élevée (plusieurs ordres de grandeur) que ceux produits en laboratoire [ALS 11]. L'important flux permet de réduire les durées d'acquisition (temps de pose court) et d'augmenter le rapport signal/bruit tandis que le parallélisme du faisceau rend possible l'enregistrement de radiographies pour seulement une demi-rotation. De plus, contrairement à la tomographie de laboratoire, le grossissement est uniquement réalisé par un système d'optique placé entre le scintillateur et le détecteur. La taille limite de l'échantillon est donc seulement limitée par la taille de voxel utilisée (de plusieurs dizaines de micromètres à 50 nm à l'ESRF selon la ligne de lumière) et aux dimensions du détecteur. Cela offre ainsi la possibilité d'utiliser des accessoires volumineux autour de l'éprouvette (fours, dispositifs d'essais *in situ*, etc) plus facilement que pour les dispositifs de tomographie de laboratoire. Une distance excessive entre l'échantillon et le détecteur produit toutefois un fort contraste de phase sur les radiogrammes (et donc sur les images reconstruites) ce qui peut s'avérer préjudiciable pour le traitement quantitatif des images [BUF 06].

Les faisceaux de RX produits par les synchrotron permettent également d'utiliser le contraste de phase afin d'imager des éléments indécélables par contraste d'absorption [CLO 99b]. Ce contraste repose sur la modification de la phase de l'onde incidente lorsqu'elle traverse un objet. Ce déphasage est le fruit de l'interaction entre les RX et les électrons du matériau étudié. Il peut s'expliquer comme suit : une onde plane se propageant dans une direction  $z$  et de longueur d'onde  $\lambda$  d'équation  $e^{inkz}$  peut décrire la propagation de photons X monochromatiques.  $k$  représente alors le vecteur d'onde et  $n(x, y, z)$  l'indice de réfraction du milieu.

$$n(x, y, z) = 1 - \delta + i\beta \quad (2.3)$$

L'atténuation des photons est donnée par le terme  $\beta$  (proportionnel au coefficient d'atténuation  $\mu$  pour une longueur d'onde fixée) alors que le terme  $\delta$  exprime le déphasage [CLO 99b]. Les travaux de Cloetens montrent que l'intensité vue par le détecteur  $I_1(x, y)$  est fonction de l'intensité incidente  $I_0$  [CLO 97] :

$$\ln \frac{I_0}{I_1(x, y)} = \int \mu(x, y, z) dz + D \left( \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \right) \int n(x, y, z) dz \quad (2.4)$$

où  $D$  est la distance entre l'échantillon et le détecteur. Cela signifie que lorsque le détecteur est placé le plus proche possible de l'objet ( $D \approx 0$ ), alors seul le contraste d'atténuation est utilisé. Cependant pour des valeurs de  $D$  différentes de 0, des franges d'interférence apparaissent au niveau des interfaces entre les hétérogénéités et la matrice au sein de l'objet étudié. En effet les interfaces représentent une singularité de l'indice de réfraction qui apparaît via le Laplacien de  $n$  dans l'équation 2.4. La figure 2.4 schématise ces franges aux bords d'un objet.

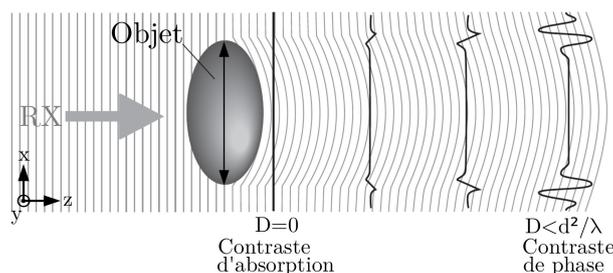


FIGURE 2.4 – Schématisation du contraste observable sur le détecteur en fonction  $D$  (distance objet-détecteur) [MOM 05] : après une certaine distance de propagation des franges d'interférences apparaissent au niveau des interfaces air/objet.

Dans la pratique, l'apparition de ces franges sur les radiographies permet d'imager des hétérogénéités dont l'atténuation est proche de celle de la matrice : cas des carbures de silicium dans une matrice d'aluminium par exemple (voir figure 2.5a-b). De plus, l'ordre de grandeur du coefficient  $\delta$  étant supérieur à  $\beta$ , la taille minimale d'une hétérogénéité détectable est accrue [CLO 97] (environ 50 nm à 25 keV dans le cas d'un alliage d'aluminium présentant des nano-pores). Cela offre la possibilité de détecter des éléments dont la dimension est sub-voxel tels que des fissures courtes (ou pointes de fissures comme illustré figure 2.5c-d) dont l'ouverture est inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Cependant le nombre de franges peut bruyier l'image et la rendre difficilement analysable [BUF 06] ; il faut donc choisir la distance  $D$  avec précaution.

Des méthodes de reconstruction, telle que l'holotomographie [CLO 99a], ont été développées afin de reconstruire en 3D une cartographie de l'indice de réfraction  $\delta$ . Ces méthodes nécessitent l'acquisition de scans pour différentes distances détecteur/échantillon

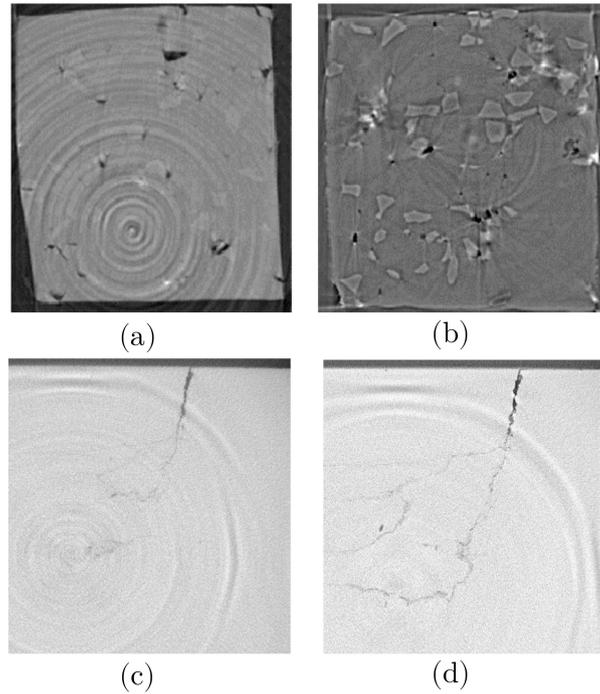


FIGURE 2.5 – Mise en évidence de l'intérêt du contraste de phase sur des reconstruction de coupes tomographiques. (a) Composite d'aluminium renforcé de particules de SiC en contraste d'absorption ( $D=3\text{mm}$ ), et (b) en contraste de phase ( $D=83\text{cm}$ ) [CLO 99b]. (c) Imagerie d'une fissure courte dans de l'acier sans contraste de phase et (d) avec contraste de phase. La taille de voxel est de  $6,7 \mu\text{m}$  (a)-(b) et  $0,7 \mu\text{m}$  (c)-(d).

ce qui les rendent difficilement compatibles avec la réalisation d'essais *in situ*. Cependant il est possible d'extraire la phase *et* l'atténuation à partir d'un *seul* scan à l'aide d'un algorithme initialement développé par D. Paganin pour traiter des radiographies de billes de latex (voir figure 2.6) [PAG 02]. Dans le cas de la tomographie RX, un filtre 2D est appliqué en pré-traitement (avant la reconstruction) sur l'ensemble des radiographies et a été reformulé sous la forme [WEI 11] :

$$\varphi(x, y) = \frac{\delta}{2\beta} \ln \left( \mathcal{F}^{-1} \left\{ \frac{\mathcal{F}[I_1(x, y)/I_0(x, y)]}{1 + [\lambda D \delta / (4\pi\beta)](u^2 + v^2)} \right\} \right) \quad (2.5)$$

$\mathcal{F}$  et  $\mathcal{F}^{-1}$  sont respectivement la transformée et la transformée inverse de Fourier et les termes  $u, v$  sont les coordonnées complexes conjuguées de  $x$  et  $y$ . Une fois les radiographies filtrées, le protocole de reconstruction est le même que celui précédemment exposé.

#### 2.1.4 Défauts de reconstruction

Lors de la reconstruction d'un volume de tomographie des défauts appelés "artefacts" peuvent apparaître. Outre ceux causés par l'interaction RX/matière, ces défauts sont

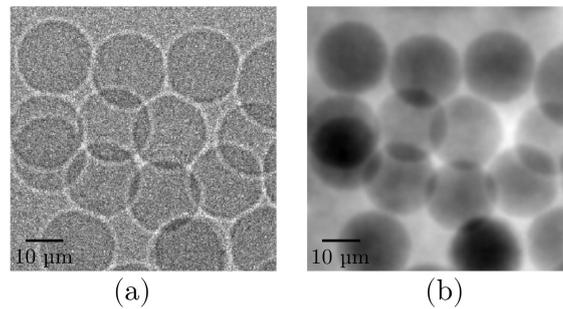


FIGURE 2.6 – (a) Radiographie en contraste de phase de billes en latex de diamètre  $9 \mu\text{m}$  et (b) Image filtrée par l'algorithme de Paganin. L'image de référence a été réalisée en laboratoire à l'aide d'une technique nommée "point-projection X-ray microscopy", plus de détails sont disponibles dans [PAG 02].

principalement introduits par le dispositif expérimental et prennent la forme d'anneaux (ou seulement de portions d'anneaux). Ils sont généralement dus à des défauts sur la chaîne d'acquisition : pixels défectueux du détecteur, défauts sur le scintillateur, etc. Ce type de défaut est visible sur le sinogramme sous la forme de lignes verticales. De même, la reconstruction nécessite la connaissance du centre de rotation de l'objet. Pour un faisceau parallèle, l'utilisation d'un mauvais centre de rotation provoque la déformation d'objets circulaires en tâches en forme de lunes semi-circulaires. Ces artefacts peuvent être corrigés par l'application de filtres sur les sinogrammes. Cependant des défauts qui correspondent au déplacement de l'objet lors du scan sont eux critiques vis-à-vis de la reconstruction puisqu'ils sont difficilement supprimables. Leur origine peut venir d'une mauvaise fixation de l'échantillon ou à un phénomène (solidification, fluage, etc) à l'intérieur de l'objet étudié. Plus de détails sur les artefacts sont donnés dans [HSI 09].

## 2.2 Suivi tridimensionnel par tomographie RX

Les méthodes d'analyses traditionnelles, telles que le suivi de surface ou la microscopie *post mortem*, ne permettent pas de définir clairement le rôle des différents éléments microstructuraux dans le processus d'endommagement de l'alliage d'étude dont la microstructure est fortement tri-dimensionnelle [TAB 11]. Des essais de fatigue *in situ* sous tomographe ont donc été réalisés dans le but d'observer l'amorçage de fissures et leurs propagations en volume. Comme décrit précédemment, la mise en évidence de l'interaction fissures/microstructure n'est possible que via l'utilisation du contraste de phase dans les aluminium de fonderie (visualisation des particules de silicium), il est donc nécessaire d'utiliser le rayonnement X synchrotron.

## 2.2.1 Développement d'un dispositif expérimental

Même si aujourd'hui les essais mécaniques *in situ* suivis par tomographie commencent à se généraliser à température ambiante [BUF 10, WIT 12], aucun essai de fatigue *in situ* à haute température n'avait jamais été réalisé au début de ce travail de thèse [DEZ 16]. Il a donc fallu développer un essai spécifique permettant de coupler fatigue oligocyclique, tomographie et température.

### 2.2.1.1 Contraintes de dimensionnement

Le dispositif développé dépend fortement des conditions expérimentales souhaitées (effort/température), des contraintes spécifiques liées à la ligne de lumière envisagée et du délai imposé par l'étude. Ce dernier point est non négligeable puisque initialement la campagne d'essai synchrotron devait se dérouler 6 mois après le commencement du projet, ce qui a poussé à la ré-utilisation et la modification d'une machine de fatigue "miniature" déjà utilisée au laboratoire MATEIS [SER 14, LAC 14]. Dans le cas du moyen de chauffage, le choix s'est orienté vers la miniaturisation d'un four à lampes similaire à ceux utilisés au Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris pour la réalisation d'essais de caractérisation du comportement et de la durée de vie en fatigue isotherme ou anisotherme [KOS 94].

L'essai que l'on cherche à développer doit répondre à deux principaux critères :

- température constante (essai isotherme) comprise entre 150°C et 300°C
- chargement mécanique cyclique relevant du domaine de la fatigue oligocyclique

### 2.2.1.2 Conception d'un système de chauffage

La stabilité thermique et la facilité d'utilisation nous ont poussé à opter pour un four à lampes composé de quatre lobes elliptiques (voir figure 2.7). Chaque ellipse est positionnée de sorte que l'un des foyers corresponde à l'axe d'une lampe halogène et l'autre foyer à l'éprouvette. Le four est centré sur l'éprouvette [KOS 94]. Ainsi, on obtient une focalisation maximale du rayonnement, direct ou réfléchi sur les parois du four, sur l'axe de l'éprouvette. En théorie, pour une ellipse complète, l'ensemble des rayons émis ponctuellement depuis un de ses foyer est intégralement transmis au second si la réflexion est parfaite. Dans la pratique les ellipses sont incomplètes, le filament des lampes (la source de rayonnement) n'est pas ponctuel et n'est qu'approximativement positionné sur le second foyer. Cela a pour effet de diminuer le rendement du four mais permet, du fait de la défocalisation, de chauffer de manière homogène une zone cylindrique d'environ 20 mm de diamètre centrée sur le centre du four. Les surfaces intérieures du four sont polies miroir afin d'améliorer la réflexion du rayonnement. Le bâti étant en aluminium, un système de refroidissement à eau est inséré dans les parois afin d'évacuer les calories apportées par la partie absorbée du rayonnement. Celui-ci permet de maintenir les surfaces extérieures du four à une température d'environ 25°C quelle que soit la température d'utilisation.

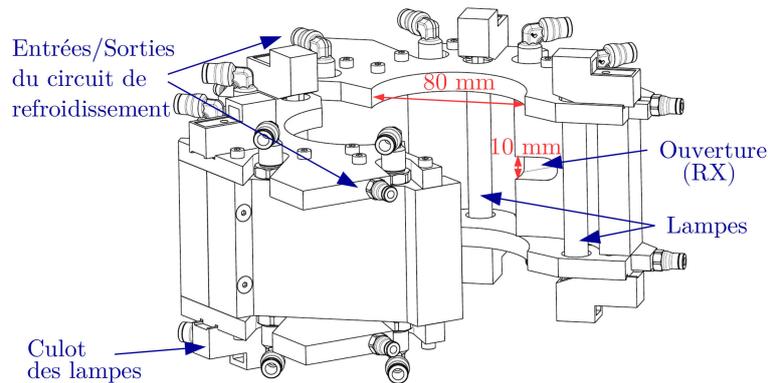


FIGURE 2.7 – Vue 3D de la CAO du four.

La solution la plus simple retenue pour permettre la transmission des rayons X nécessaire à la réalisation de volumes tomographiques a été de pratiquer deux ouvertures diamétralement opposées sur le four (axe z) et de fixer le four à un bâti inamovible comme illustré figure 2.8a. Les RX peuvent ainsi traverser l'échantillon placé au centre du four et ressortir par la deuxième ouverture avant d'être convertis par le scintillateur.

Les surfaces inférieure et supérieure du four possèdent des ouvertures circulaires (figures 2.7 et 2.8) afin de permettre le passage de la machine qui tourne librement sur 180° lors des scans. Ces ouvertures ont un diamètre de 80 mm. Il est possible de placer certaines parties du dispositif de fatigue (électronique, cellule de force, etc) hors de la zone chaude afin de les protéger des hautes températures.

### 2.2.1.3 Adaptation de la machine de fatigue

La machine utilisée a été conçue et utilisée précédemment au laboratoire MATEIS pour la réalisation d'essais de fatigue à grand nombre de cycles en synchrotron. Son fonctionnement est détaillé en annexe de la thèse de J. Lachambre [LAC 14]. La principale caractéristique de cette machine est d'être extrêmement compacte (environ 16x16x20 cm<sup>3</sup>). Ces faibles dimensions sont imposées par les tomographes présents sur les lignes synchrotron. La hauteur (axe y) du faisceau par rapport au sol de la cabine expérimentale est fixe en synchrotron. L'espacement vertical entre la base de la platine de rotation et le centre de l'échantillon est donc limité, ce qui conditionne la compacité du dispositif. Les platines de rotation ne peuvent supporter au maximum qu'une dizaine de kilogrammes.

Le four utilisé présente l'avantage d'être très peu intrusif par rapport à la machine de fatigue existante dans la mesure où il l'englobe. Néanmoins, il est nécessaire d'adapter quelques pièces de la machine de fatigue pour qu'elle puisse fonctionner dans un environnement à haute température. Un travail d'isolation thermique est nécessaire pour protéger la cellule de force placée au dessus de l'éprouvette et pour protéger le joint en polymère qui compose la face supérieure du piston hydraulique permettant le déplacement du mors inférieur. Cette protection thermique est réalisée par l'intégration de joints en isolant ther-

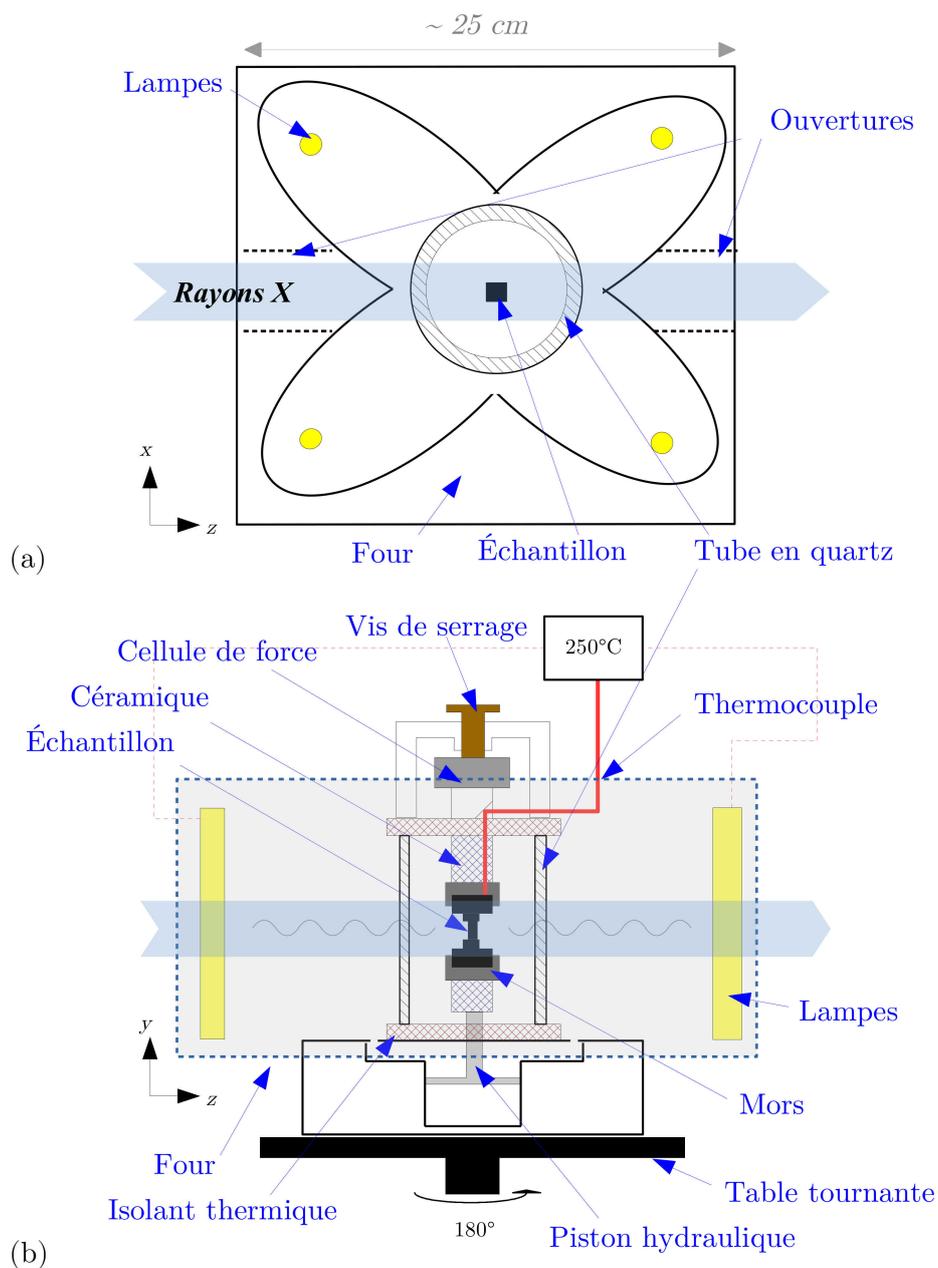


FIGURE 2.8 – Représentation schématique du montage expérimentale : (a) vue de dessus du four et (b) vue de côté de la machine de fatigue utilisée.

mique sur les contacts plans du bâti schématisés figure 2.8b et par la conception de "lignes" (rallonges) en céramique usinable MACOR®. Ces "lignes", qui permettent d'appliquer le chargement à l'éprouvette, sont directement en contact avec le piston et avec la cellule de force. Ces deux organes restent à des températures acceptables ( $< 60^{\circ}\text{C}$ ) grâce à la faible conductivité de la céramique. Leur conception en céramique constitue cependant un point critique du montage puisqu'elles sont sollicitées cycliquement en traction. Afin d'éviter

l'échauffement de la cellule de charge par convection de l'air chaud qui s'échappe du four, de l'air comprimé peut être soufflé sur celle-ci pour permettre son refroidissement.

Les dispositifs d'essais *in situ* sont la plupart du temps constitués d'un bâti qui doit être le plus transparent possible aux RX et qui prend donc souvent la forme d'un tube [BUF 10]. Ces tubes, qui permettent le transfert des efforts, sont en général fabriqués dans un matériau peu atténuant pour les RX tels que le PMMA, le polycarbonate, ou encore l'aluminium. Pour cette étude, un tube en quartz de 2 mm d'épaisseur a été utilisé pour trois raisons :

- Ce matériau possède un coefficient d'atténuation aux RX relativement faible et similaire à celui de l'aluminium :  $\mu_{SiO_2} = 0,623$  et  $\mu_{Al} = 0,782$  cm<sup>2</sup>/g à 35 KeV. De rapides calculs illustrés sur la figure 2.9 donne une indication du rayonnement transmis pour différentes géométries de tubes et éprouvettes.
- Le quartz est transparent et laisse passer le rayonnement issu des lampes nécessaire au chauffage de l'éprouvette. Au moins 90% du signal est transmis à travers la silice amorphe pour des longueurs d'onde comprises entre 280 à 2000 nm [BAN 13].
- Ses propriétés mécaniques restent convenables aux températures visées. Son module d'Young est d'environ 73 GPa à 400°C [BAN 13] et les déplacements induits par un fluage éventuel sont négligeables ( $< 10^{-9}$  mm) d'après les données de [GLE 95]. (tube en quartz de 2 mm d'épaisseur et 80 mm de longueur soumis à une charge de 2 kN pendant 5 jours à 400 °C).

La machine de fatigue utilise des mors "en crochet" afin de faciliter l'installation des éprouvettes. Cela signifie que les essais de fatigue sont forcément réalisés à un rapport de charge positif. En effet, si la charge atteint une valeur nulle, l'éprouvette qui n'est plus maintenue est libre de se décrocher. Cependant la conception même de la machine rend inutile toute modification de ce système d'amarrage puisque le vérin hydraulique est a simple effet ; il est impossible de générer une charge de compression. De plus, la mise en mouvement du vérin est réalisée par la variation du volume de la chambre d'huile via un deuxième vérin dont le mouvement cyclique est imposé à l'aide d'un système excentrique/moteur pas à pas. Ces dernières caractéristiques de la machine peuvent s'avérer problématiques pour la réalisation d'essais LCF puisque pour un essai contrôlé en déformation, des contraintes de compression doivent être générées lors de la décharge ; ce qui provoque nécessairement un passage à contrainte nulle et donc un décrochement de l'éprouvette.

Une deuxième limitation de ce type de machine est qu'il est pratiquement impossible de mesurer une déformation ou un déplacement à l'aide de capteurs standards (jauges, extensomètre,...). En effet, la zone utile ne doit pas être obstruée lors d'un scan, l'utilisation d'une jauge de déformation ou d'un extensomètre est donc impossible sans interaction avec le faisceau de RX. De plus, les capteurs avec contact (LVDT par exemple) sont rarement compatibles avec des températures supérieures à 200°C, et lorsqu'ils le sont, ils sont en général trop volumineux pour être intégrés dans la machine. En ce qui concerne les capteurs de mesures sans contact, le problème de température existe aussi mais c'est

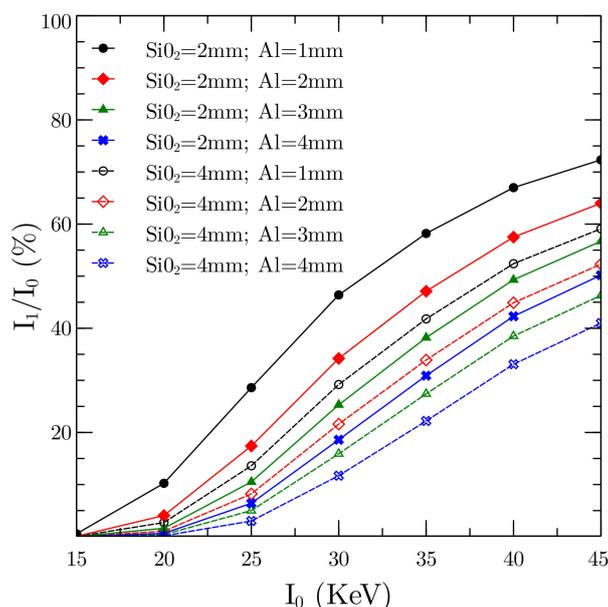


FIGURE 2.9 – Évolution du rapport de transmission  $I_1/I_0$  pour différentes configurations de tubes et d'éprouvettes cylindriques pour des énergies de faisceaux monochromatiques incidentes  $I_0$  allant de 15 à 45 KeV. L'épaisseur de quartz est fixée à 2 mm et 4 mm (épaisseurs de la paroi du tube respectives de 1 et 2 mm) et le diamètre de l'éprouvette en aluminium varie de 1 à 4 mm.

l'environnement lumineux généré par le four qui perturbe les mesures dans le cas des capteurs optiques. La thèse de Hauss donne plus de détails sur ces limitations [HAU 12].

## 2.2.2 Géométries et sélection des éprouvettes

Cette section détaille la méthode de préparation des éprouvettes utilisées pour les essais *in situ*.

Pour rappel, les éprouvettes que l'on utilise en tomographie sont de taille millimétrique et ont généralement une forme d'haltère dont la section de la zone utile est carrée ; les épaisseurs utilisées au sein du laboratoire MATEIS varient généralement entre 1 et 3 mm pour des alliages d'aluminium [FER 05, NIZ 14, SAV 00, SER 14, LIM 14, PRO 05]. La géométrie des éprouvettes utilisées lors de la première campagne d'essais en synchrotron est donnée figure 2.10. Le chargement mécanique est appliqué au niveau des surfaces intérieures des têtes.

Pour le matériau étudié ici (cf chapitre 1), plusieurs pores dont les diamètres équivalents sont supérieurs à 500  $\mu m$  peuvent être présents au niveau de la zone utile dont les dimensions sont approximativement 2,1x2,1 mm<sup>2</sup> après polissage. Cependant ces pores peuvent aussi être localisés dans des zones critiques tels que les congés de raccordement (voir figure 2.11) et provoquer la rupture prématurée des éprouvettes hors du champ de vue. Pour éviter de tels problèmes un protocole de sélection et de préparation spécifique a été mis en

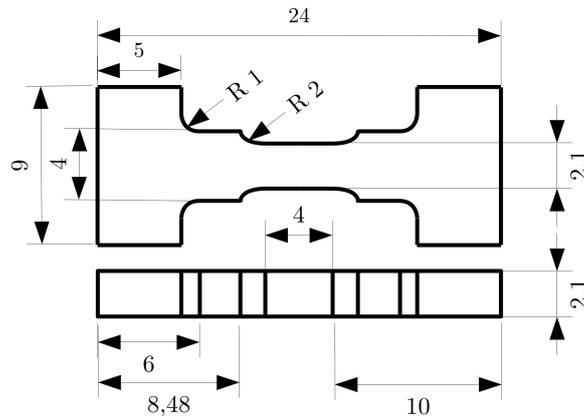


FIGURE 2.10 – Géométrie d'une des éprouvettes utilisées pour des essais à l'ESRF. Les dimensions (en millimètres) sont celles obtenues après polissage.

place tel qu'illustré à la figure 2.12. Cette tâche a été effectuée en très grande partie au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille (autre membre du projet ANR INDIANA) par N.DahDah, avec qui le temps de faisceau à l'ESRF a été partagé. Concernant la première campagne ESRF, 32 éprouvettes ont été usinées pour ensuite être tomographiées au laboratoire MATEIS. Les scans ont été réalisés avec une taille de voxel de  $20 \mu\text{m}$  sur un tomographe GE Phoenix V|tome|X à une tension de 80 kV et une intensité de  $180 \mu\text{A}$ . Cette résolution permet de visualiser l'ensemble de l'éprouvette en un seul volume. Le but de ces scans étant uniquement de contrôler la présence ainsi que la répartition spatiale des pores les plus volumineux, le nombre de positions angulaires, d'images et le temps de pose ont été optimisés pour atteindre une durée d'acquisition minimale ( $\approx 6$  minutes). Un premier tri, uniquement basé sur une appréciation visuelle, permet de ne conserver que les éprouvettes dont les pores critiques sont approximativement localisés au centre de la zone utile. Des maillages "grossiers" 3D de la matrice et des pores sont générés entièrement à l'aide du logiciel commercial Avizo. Ces maillages sont utilisés pour réaliser des simulations EF qui ont permis de sélectionner une dizaine d'éprouvette pour la campagne d'essais *in situ* (les éprouvettes présentant les concentrations de contraintes les plus faibles au niveau des congés de raccordement ont été conservées.).

Pour la seconde campagne d'essais *in situ*, le protocole de préparation a été le même mais différentes géométries ont été utilisées dans le cas du matériau PMP (augmentation de la section utile, zone utile de forme ellipsoïdale, entaille, etc). Lors de cette campagne le matériau PMP+CIC a été étudié à l'aide d'une éprouvette sans défaut ni entaille et d'une éprouvette contenant un défaut artificiel dont la géométrie est contrôlée. Plus de détails concernant la géométrie de ces éprouvettes "miniatures" sont donnés en annexe A.

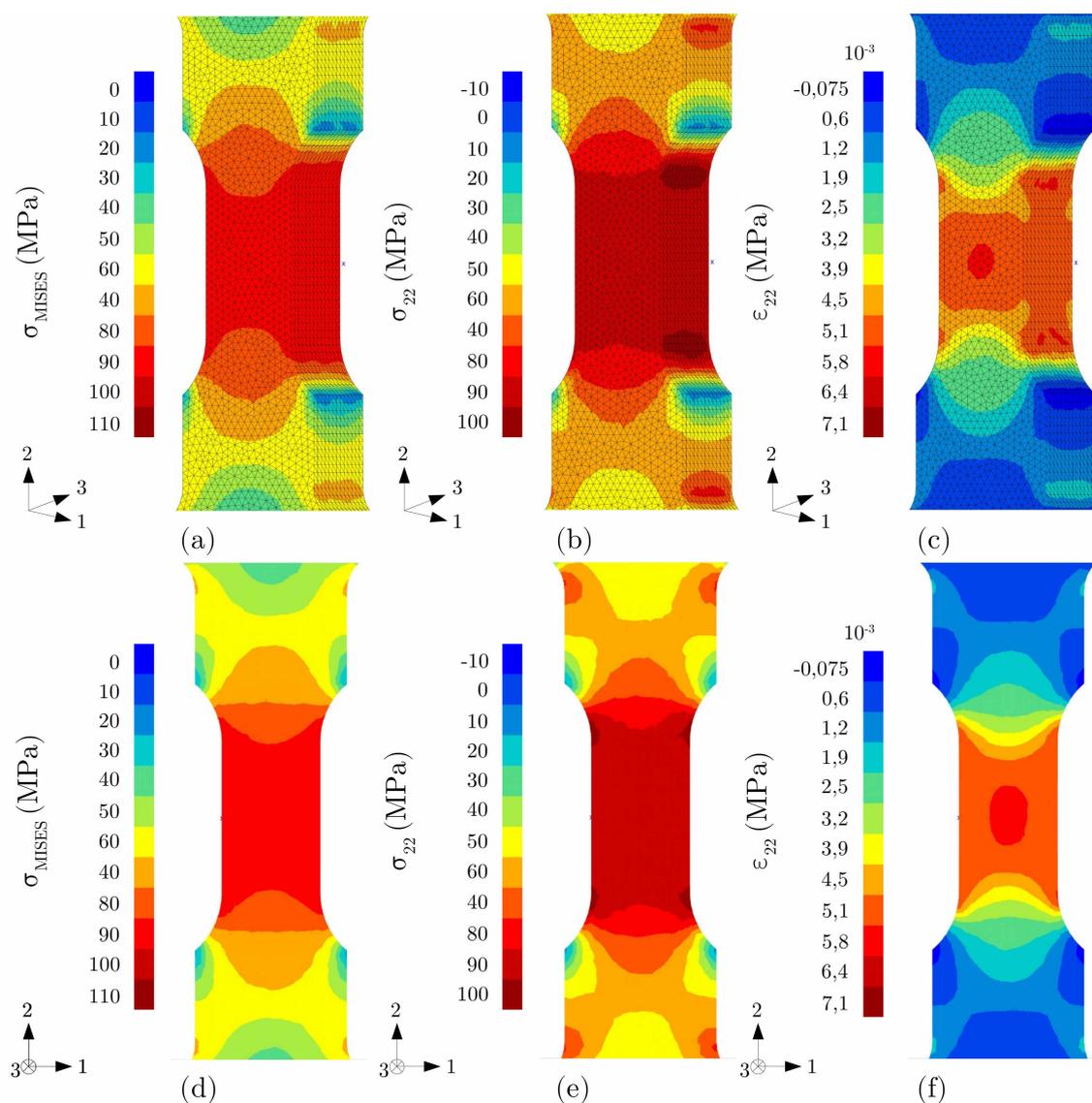


FIGURE 2.11 – Résultats d’une simulation EF d’une mise en traction initiale dont la déformation équivalente globale équivaut à 0,4 % à 250°C. La géométrie de l’éprouvette est celle donnée à la figure 2.10. Les champs sont représentés en perspective sur les surfaces extérieures sur les figures (a),(b),(c) et à cœur, dans le plan médian de l’éprouvette parallèle au plan (1,2) sur les figures (d),(e),(f).

## 2.2.3 Conditions expérimentales

### 2.2.3.1 Imagerie

Les essais de fatigue ont été menés sur la ligne d’imagerie ID19 de l’ESRF (European Synchrotron Radiation Facility). Cette ligne offre la particularité d’avoir une distance entre

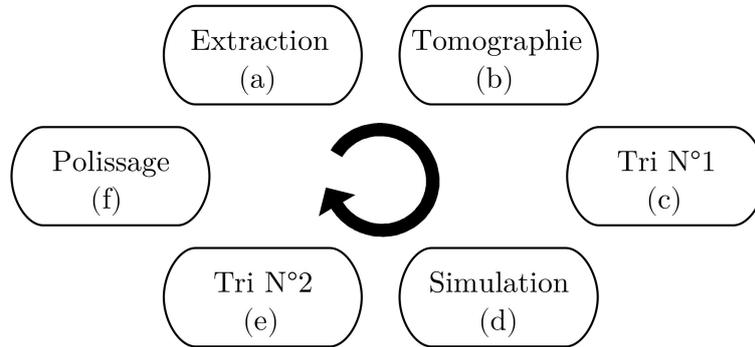


FIGURE 2.12 – Protocole expérimental de préparation des éprouvettes synchrotron. (a) Extraction par électroérosion de plusieurs éprouvettes, (b) Tomographie de laboratoire de chacune des éprouvettes, (c) Première sélection : suppression des éprouvettes contenant des défauts dans les congés de raccordement, (d) Maillage grossier de l'éprouvette et des pores & simulations EF d'une mise en charge, (e) Seconde sélection : suppression des éprouvettes concentrant les contraintes dans les congés, (f) Polissage manuel des éprouvettes restantes.

la source et l'objet supérieure à 145 m, ce qui permet d'avoir un faisceau avec une forte cohérence spatiale et donc d'être sensible au contraste de phase. Le tomographe "MR" (Moyenne Résolution) disponible sur la ligne a été utilisé. Il tire son nom de sa capacité à accueillir des dispositifs (ou échantillons) encombrant nécessitant de larges champs de vue et donc des tailles de voxels allant de 1 à quelques dizaines de micromètres. Les images ont été obtenues en faisceau "rose" à une énergie de 35 KeV avec une distance objet/détecteur de 20 cm. La caméra était une CMOS PCO Dimax composée de 2016 pixels<sup>2</sup>, ce qui a permis (en accord avec les dimensions de nos échantillons) l'obtention d'une taille de voxel de 2,75  $\mu\text{m}$ . Chaque scan a nécessité la prise de 2000 radiographies dans un intervalle de 45 secondes. Toutes les reconstructions ont été effectuées à l'aide du logiciel pyHST2 [MIR 14] (disponible sur la ligne ID19) après l'application d'un filtre de type Paganin.

### 2.2.3.2 Chargement mécanique

Le protocole de chargement développé pour les essais en synchrotron prend en compte les limitations des dispositifs expérimentaux mentionnées précédemment. Les principales étapes de l'installation de l'éprouvette et du demi-premier cycle de chargement sont les suivantes :

- Installation de l'éprouvette et déplacement du mors jusqu'à atteindre un effort de traction d'environ 40 N ( $\approx 10$  MPa pour les éprouvettes de la première campagne d'essais).
- Chauffage de l'éprouvette jusqu'à la température désirée. La dilatation thermique provoque le déchargement mécanique de l'éprouvette.
- Application d'un effort d'environ 40 N sur l'éprouvette portée à 250°C et acquisition

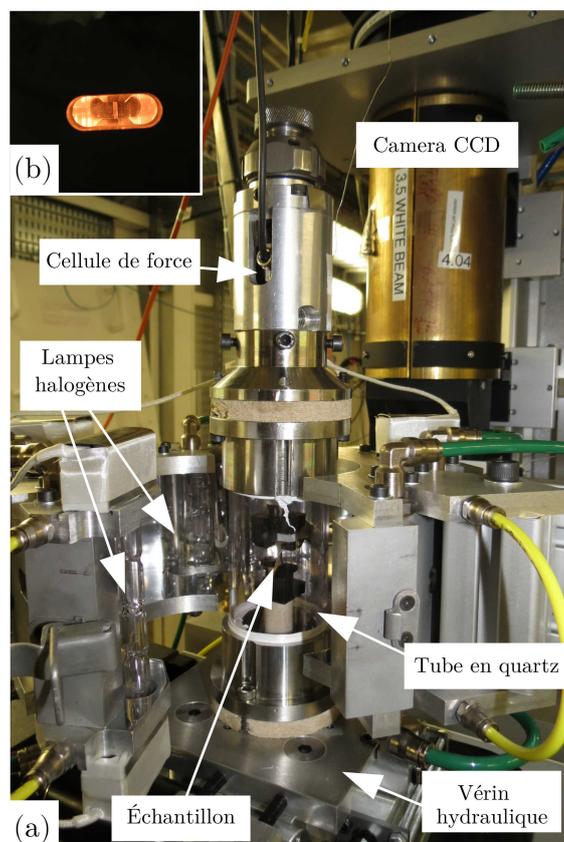


FIGURE 2.13 – (a) Photographie du montage sur la ligne ID19. (b) Vue de l'éprouvette chauffée à 250°C telle qu'elle apparaît à travers l'une des lumières pratiquée dans les parois du four.

du volume initial. Cette pré-charge permet d'éviter tout mouvement parasite de l'éprouvette durant le scan.

- Mise en charge progressive de l'éprouvette comme indiqué sur la figure 2.14a. Cette phase est réalisée en plusieurs étapes puisque la mise en charge s'effectue manuellement par serrage d'une vis (figure 2.8b) placée sur le dessus de la machine de fatigue [LAC 14].
- Lorsque la charge maximale souhaitée est atteinte, le déplacement du mors est bloqué. Une phase de relaxation de la contrainte est alors observée. Le scan à charge maximale est effectué lorsque la force est stabilisée, c'est-à-dire après un temps de maintien de l'ordre de 300 secondes.

Dans la suite de l'essai, le déplacement du mors inférieur est automatisé. Le rapport de charge est fixé à  $R_\sigma = 0,1$  et la fréquence de cyclage est de 0,1 Hz. Les acquisitions sont réalisées à toutes les positions minimales et maximales lors des 5 premiers cycles (figure 2.14b). Cela permet d'acquérir avec certitude l'amorçage des fissures et de suivre le début

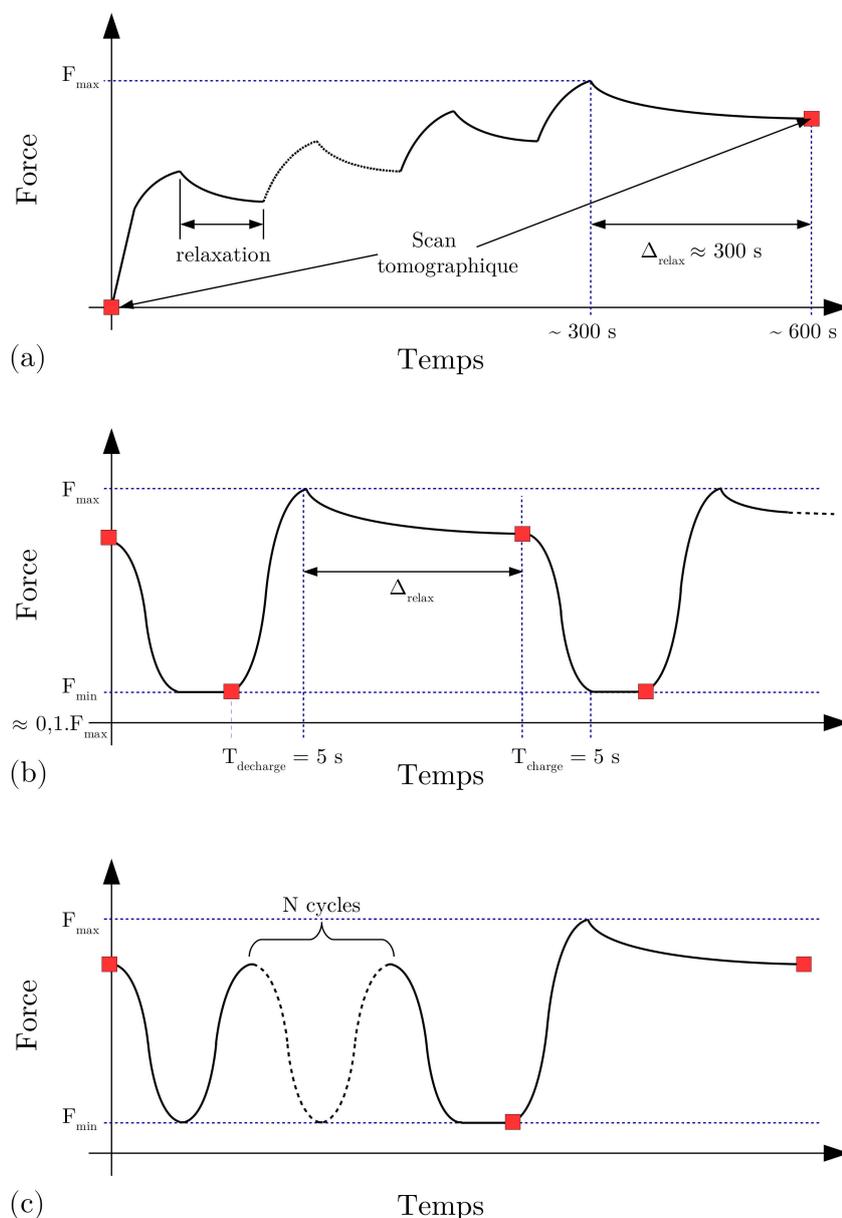


FIGURE 2.14 – Schématisation des 3 phases de chargement expérimentales à l'aide du dispositif de cyclage *in situ* : (a) mise en charge initiale, (b) protocole des 5 premiers cycles et (c) chargement réalisé entre le 5ème et le dernier cycle.

de leur propagation. Lors des cycles suivants, les acquisitions sont réalisées dans ces 2 positions tous les  $N$  cycles tel que schématisé sur la figure 2.14. Le nombre de cycles  $N$  entre deux scans est ajusté en fonction de l'évolution de l'endommagement observée sur les volumes reconstruits en temps réel. Le temps de faisceau étant limité, il est important de n'enregistrer que les volumes où l'endommagement s'est développé (où les fissures se

sont propagées significativement). La force  $F_{max}$  est constamment réajustée entre deux séquences de chargement afin de garantir un rapport de charge constant.

Des simulations EF (modèle élasto-viscoplastiques simple, sans terme de restauration dans l'érouissage cinématique) ont été effectuées sur un maillage généré à partir d'une CAO de l'éprouvette schématisée sur la figure 2.10 afin de modéliser la phase de première mise en charge. Différentes conditions ont été testées : la vitesse de chargement, le nombre de paliers et le temps de maintien générant les phases de relaxation des contraintes. La figure 2.15 montre que la contrainte maximale atteinte lors de la première mise en charge ne dépend pas du nombre de paliers et permet de valider ce protocole. Cependant la vitesse de sollicitation est critique. Elle peut conduire à des surcharges qui peuvent endommager le matériau. Outre le premier chargement, qui du fait du pilotage manuel entraîne un temps de mise en charge relativement long, la vitesse de déplacement du mors est constante et correspond à une fréquence de 0,1 Hz.

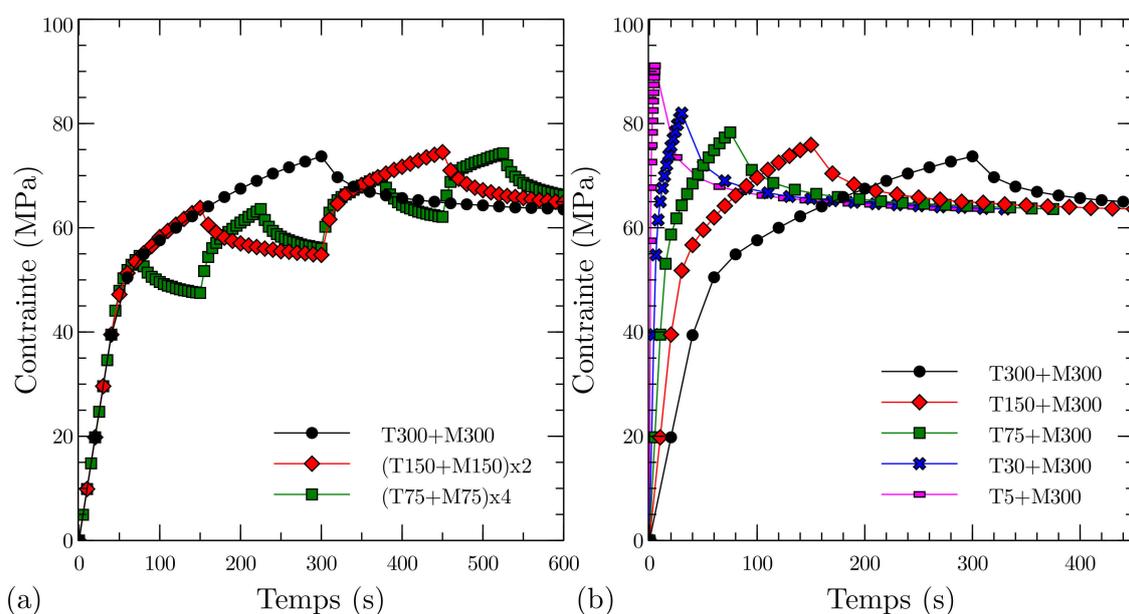


FIGURE 2.15 – Simulations EF EVP de la mise en charge initiale à 250°C : (a) effet du nombre de paliers lors de la mise en charge et (b) effet de la vitesse de mise en charge sur la contrainte maximale. Les valeurs correspondent aux contraintes moyennes dans la zone utile dans la direction de l'application de l'effort. Les légendes ( $T_{xxx}$  et  $M_{yyy}$ ) se lisent de la manière suivante : T pour traction, M pour maintien en position du mors et xxx (ou yyy) la durée (en secondes) de la phase précédente. Le maillage, la loi de comportement et le déplacement total appliqué sont les mêmes pour chaque simulation.

## 2.3 Suivi de surface : Essai de fissuration

Les essais de fatigue sous tomographe permettent d'apporter de précieuses informations sur les mécanismes d'endommagement mais la faible taille des échantillons limite leur représentativité statistique, en particulier du fait des dimensions des défauts et éléments significatifs de la microstructure (pores, SDAS,...) qui conduisent à une amplification des effets de structure. Pour vérifier le comportement du matériau sur des éprouvettes dont le volume est plus important, des essais de fissuration ont été réalisés au Centre des Matériaux. En outre, ces essais offrent la possibilité d'avoir un chargement mécanique mieux contrôlé et proche de celui réellement vu par un pontet intersoupapes : un contrôle en déformation est censé simuler les déformations thermiques.

### 2.3.1 Éprouvettes de fissuration

Les éprouvettes de fissuration utilisées sont des éprouvettes à entaille latérale de type single Edge Notch Tension (SENT). Elles ont été usinées à partir de barreaux cylindriques de diamètre 13 mm préalablement extraits des pontet-intersoupapes de culasses prototypes. La géométrie d'éprouvette utilisée pour ces essais est similaire, mis à part l'épaisseur, à celle utilisée dans la thèse de Merhy [MER 11] (voir figure 2.16). Ces éprouvettes présentent une zone utile de 12 mm de large, 13 mm de longueur et 3 mm d'épaisseur. Il est important de noter que les faibles dimensions d'un pontet-intersoupapes ne permettent pas de prélever de plus grosses éprouvettes.

Afin d'éviter l'amorçage de fissures sur des défauts d'usinage, la zone utile est polie manuellement jusqu'à  $1 \mu\text{m}$  à l'aide de pâtes diamantées et d'un outil électroportatif rotatif équipé d'un porte disque souple. L'intérieur de l'entaille reste cependant tel qu'usiné puisque l'ouverture est trop faible pour y passer un outil de polissage. Celle-ci étant produite par électroérosion, la couche affectée par l'usinage n'y est pas enlevée.

### 2.3.2 Montage expérimental

Les essais ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 8561 équipée d'une cellule de force de  $\pm 10 \text{ kN}$ . La chaleur nécessaire à la réalisation d'essais en température est apportée par un four à lampes. Ce four possède quatre lobes elliptiques qui permettent de focaliser le rayonnement des lampes au centre du four, là où est située l'éprouvette. Chacun des lobe est équipé d'une lampe halogène de 1500 Watts. La régulation thermique est assurée par un Eurotherm nanodac et un thermocouple de type K. Le soudage sur les éprouvettes en aluminium étant impossible dans notre cas, le thermocouple est placé directement dans l'entaille. Du ruban adhésif adapté/résistant aux hautes températures ( $\sim 250^\circ\text{C}$ ) et une gaine en fibre de verre permettent de maintenir le thermocouple en position.

Afin d'éviter les jeux lors de l'application du chargement, les éprouvettes sont montées pré-serrées par déformations plastiques sur la partie haute des têtes. De plus, l'ensemble

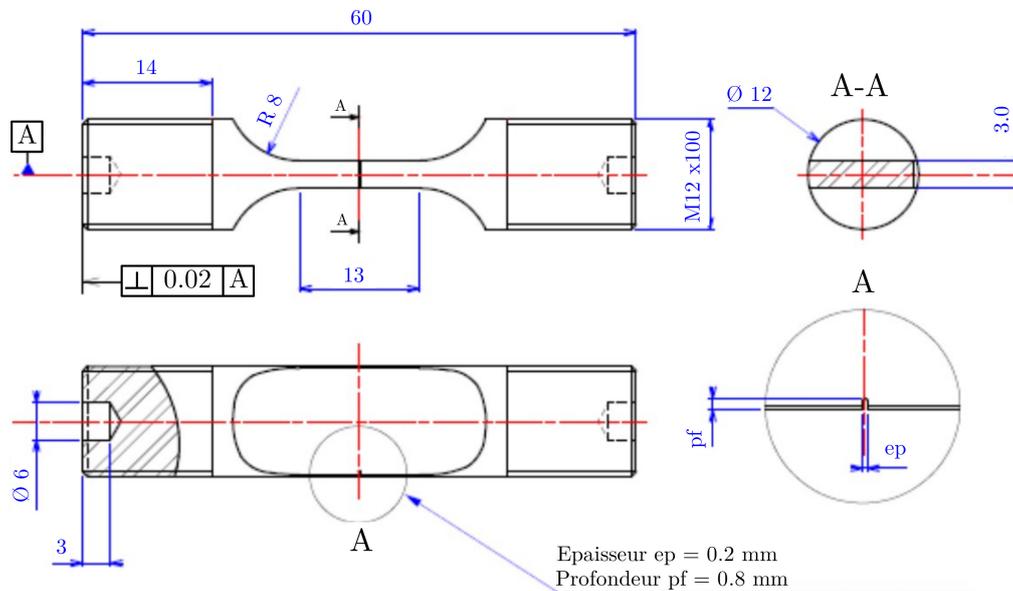


FIGURE 2.16 – Plan des éprouvettes SENT utilisées pour les essais de fissuration (en mm).

du montage est aligné avant chaque essai par l'intermédiaire d'une cellule contenant du métal de Wood (ou un métal équivalent à bas point de fusion) [LIE 82].

La partie électronique de l'extensomètre est située à l'extérieur du four afin de ne pas être affectée par la température. Les deux tiges d'alumine qui composent l'avant de l'extensomètre passent à travers une ouverture prévue à cet effet sur le four (partiellement calfeutrée par de la laine de roche) et viennent en contact de l'éprouvette à l'intérieur du celui-ci. Elles sont placées verticalement l'une en dessus de l'autre sur le coté opposé à l'entaille (Figure 2.17b). Un système de ressorts permet d'appliquer une légère pression sur le bout des tiges afin d'assurer un bon contact et d'éviter le glissement de l'extensomètre pendant l'essai. Les essais sont pilotés en déformation via l'asservissement de l'extensomètre. L'extensomètre mesure une différence de potentiel directement proportionnelle à la distance entre les deux tiges, soit un déplacement. L'asservissement est donc réalisé sur un  $\Delta L$  correspondant au  $\varepsilon_{max}$  voulu que l'on estime dans une hypothèse de petites déformations sous la forme  $\varepsilon_{max} = \Delta L/L_0$ .  $L_0$  correspond à l'écartement initial entre les deux tiges au niveau du contact avec l'éprouvette. Les essais étant réalisés à une température constante supérieure à la température ambiante, il est nécessaire de prendre en compte la dilatation thermique de l'éprouvette. Le  $L_0$  est donc mesuré directement sur une image prise par le microscope numérique à haute température après un délai d'environ 20 minutes. Ce délai permet d'atteindre une stabilisation de la température le long de l'extensomètre et d'obtenir une température homogène dans la zone utile de l'éprouvette.

Si un essai est interrompu, par n'importe quel événement (problème d'acquisition, chauffage,...), la déformation inélastique résiduelle est prise en compte et compensée avant la reprise de l'essai.

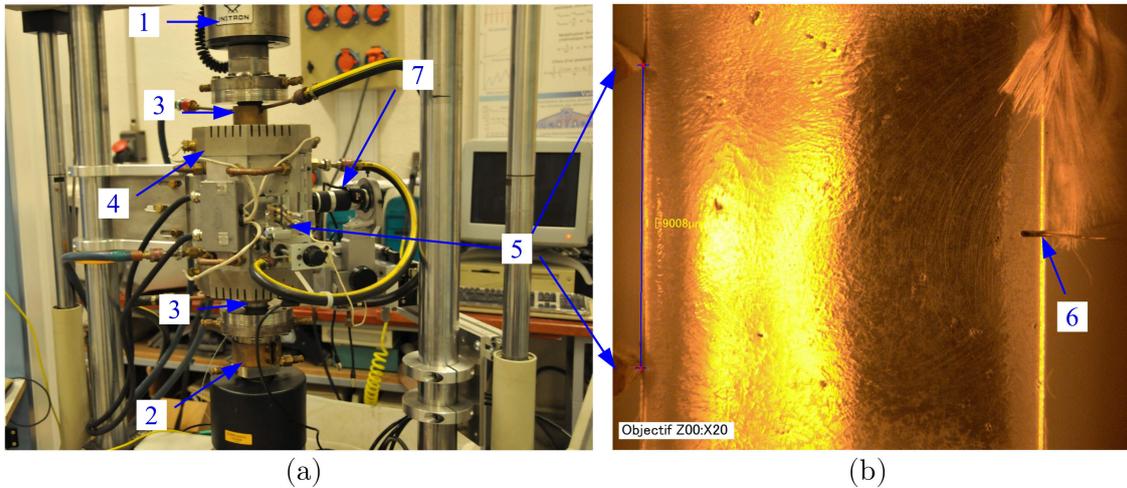


FIGURE 2.17 – Montage expérimentale utilisé pour la réalisation des essais : (a) vue globale et (b) grossissement sur une éprouvette installée à l'intérieur du four.

le logiciel d'acquisition permet d'avoir un suivi quasi-continu (200 points/cycles) de la force appliquée, de la déformation et du déplacement de la traverse. Il est aussi possible d'extraire l'évolution de la température.

Les principaux éléments du montage, numérotés sur la figure 2.17, sont les suivants :

1. Cellule de force
2. Dispositif d'alignement
3. Lignes de refroidissement
4. Four à lampe
5. Extensomètre
6. Thermocouple
7. Microscope numérique

### 2.3.3 Le suivi des fissures

Le suivi de fissure est réalisé par acquisition d'images sur une des faces planes de l'éprouvette. Le four est percé d'une seconde ouverture (bouchée par une plaque de quartz) et permet la prise d'images depuis un microscope numérique Keyence VHX-700F équipé d'une optique Keyence Z00, le microscope étant situé à l'extérieur du four. Les images sont réalisées avec un grossissement de X20 sur une seule face de l'éprouvette. L'appareil étant fixe, les images successives se superposent aisément, ce qui permet de facilement suivre la propagation des fissures (voir Figure 2.19).

Tel qu'illustré sur le schéma de la figure 2.18, en parallèle du chargement, une sortie numérique du contrôleur est asservie pour changer d'état en fonction de l'évolution de la déformation mesurée. Cette sortie est reliée au microscope numérique et déclenche la

prise d'une photographie lors d'un passage d'un niveau bas à un niveau haut de cette sortie. Pour prendre une photo au minimum et au maximum de déformation de chaque cycle, il est nécessaire d'avoir un retour à 0V de la sortie entre les niveaux de déformation minimum et maximum.

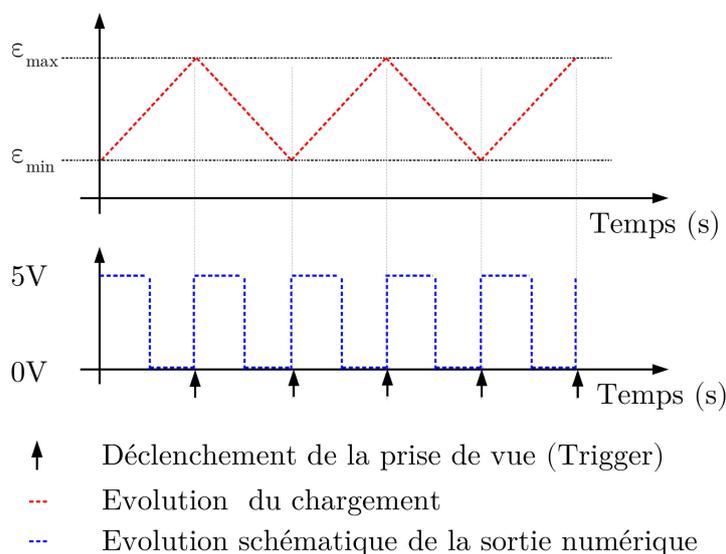


FIGURE 2.18 – Évolution schématique des sorties permettant d'automatiser la prise d'images.

L'avantage d'un tel montage est qu'il ne nécessite aucun arrêt et démontage de l'éprouvette pour réaliser le suivi de fissure. Aucun désalignement du montage ne peut donc intervenir. De plus, aucun éclairage supplémentaire n'est nécessaire, la lumière émise par les lampes du four pour le chauffage est suffisante pour détecter les fissures comme l'illustre la figure 2.19. Cependant la régulation thermique peut entraîner des variations de luminosité qui induisent des variations de contraste entre différentes images, principalement entre min et max.

### 2.3.4 Conditions d'essai

Les éprouvettes SENT ont été utilisées lors d'essais de fissuration isotherme à 250°C en plasticité généralisée. Le chargement appliqué lors des essais est cyclique et imposé en déformation (signal triangulaire de fréquence 0,1 Hz). Les essais sont conduits jusqu'à ce que le rapport  $a/w \approx 0,45$  (longueur de fissure/largeur de l'éprouvette), soit d'environ 5,5 mm avec cette géométrie d'éprouvette afin d'éviter la propagation des fissures dans un régime instable.

Les essais se décomposent en deux campagnes et les éprouvettes en deux lots. Le premier lot (Lot A) est composé d'éprouvettes fabriquées à partir du matériau PMP prototype et le second (Lot B) à partir d'éprouvettes du même matériau mais ayant subies un traitement de compaction isostatique à chaud (CIC) et ne possédant donc aucun pore. Le deuxième

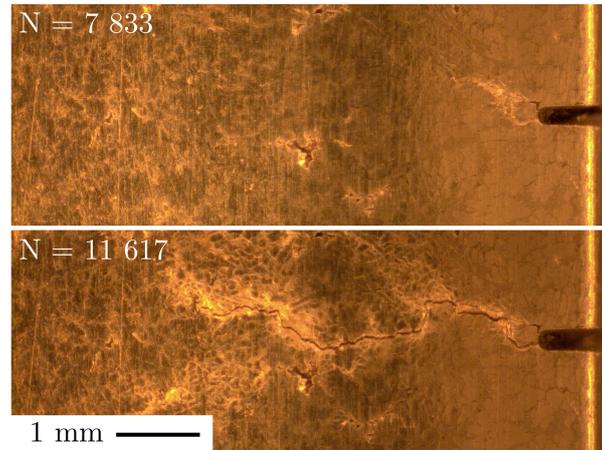


FIGURE 2.19 – Exemple d’observation *in situ* montrant une fissure après 7833 et 11617 cycles lors d’un essai préliminaire à  $R_\varepsilon = -1$  et  $\varepsilon_{max} = 0,1\%$  à  $250^\circ\text{C}$ .

matériau sert de référence afin d’identifier le comportement de la matrice (phase  $\alpha$  + eutectique), et permet de décorrélérer l’influence des particules de celle des pores sur la propagation de fissures. Le tableau 2.1 récapitule l’ensemble des essais qui ont été effectués. Toutes les éprouvettes ont été tomographiées après chaque essai. Seules les éprouvettes de la première campagne ont également été tomographiées avant cyclage. Les observations 3D des zones utiles des éprouvettes permettent de mettre en évidence les pores et les retassures (figure 2.20).

| Éprouvette | Lot/Campagne | $R_\varepsilon$ | $\varepsilon_{max}$ (%) | $\Delta\varepsilon/2$ (%) | $\dot{\varepsilon}$ ( $s^{-1}$ ) |
|------------|--------------|-----------------|-------------------------|---------------------------|----------------------------------|
| A_B2H      | A/1          | 0               | 0.100                   | 0.05                      | $2.0 \times 10^{-4}$             |
| A_B2B      | A/1          | 0               | 0.125                   | 0.0625                    | $2.5 \times 10^{-4}$             |
| A_A1H      | A/1          | -1              | 0.125                   | 0.125                     | $5.0 \times 10^{-4}$             |
| A_B1B      | A/1          | 0               | 0.250                   | 0.125                     | $5.0 \times 10^{-4}$             |
| A_A2B      | A/1          | -1              | 0.250                   | 0.250                     | $1.0 \times 10^{-3}$             |
| A_B1       | A/2          | -1              | 0.250                   | 0.250                     | $1.0 \times 10^{-3}$             |
| A_B2       | A/2          | -1              | 0.125                   | 0.125                     | $5.0 \times 10^{-4}$             |
| B_A1       | B/2          | -1              | 0.250                   | 0.250                     | $1.0 \times 10^{-3}$             |
| B_A2       | B/2          | 0               | 0.250                   | 0.125                     | $5.0 \times 10^{-4}$             |
| B_A4       | B/2          | 0               | 0.350                   | 0.175                     | $7.5 \times 10^{-4}$             |
| B_A5       | B/2          | -1              | 0.125                   | 0.125                     | $5.0 \times 10^{-4}$             |

Tableau 2.1 – Conditions des essais de fissuration des éprouvettes SENT à  $250^\circ\text{C}$

Les quatre principales configurations ( $R_\varepsilon=0$  ou  $-1$  et  $\varepsilon_{max}=0.125$  ou  $0.250\%$ ) ont été

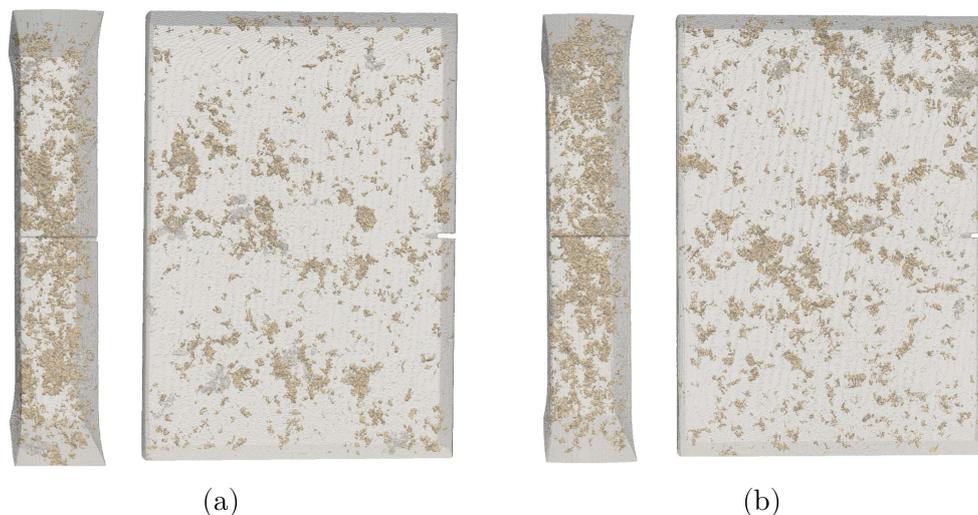


FIGURE 2.20 – Vues de face et coté des éprouvettes (a) A\_A2B et (b) A\_B2B avant essais reconstruites en 3D à partir de volumes de tomographie réalisés en laboratoire. La matrice d'aluminium est rendue transparente afin de laisser apparaître les pores et retassures.

simulées par élément finis au préalable, dans le cas d'un matériau sans pores, afin d'estimer la taille de la zone plastifiée. Les résultats de ces simulations sont présentés en annexe C.

## 2.4 Synthèse

Les principes fondamentaux et les étapes principales de la tomographie RX ont été rappelés au début de ce chapitre. Cela a permis de mettre en évidence les limitations inhérentes aux essais *in situ*. Le montage expérimental développé pour mettre la réalisation d'essais de fatigue à haute température sous rayonnement synchrotron a été décrit. Il est principalement composé d'un four à lampes, ayant une grande stabilité thermique et une zone homogène en température relativement grande, et d'une machine de fatigue spécialement adaptée à ce type d'essai et aux températures élevées. Ce dispositif ne permet pas d'appliquer des charges de compression : les essais sont donc réalisés avec un rapport de charge égal à 0,1. Le protocole pour la réalisation d'essais de fissuration sur des éprouvettes SENT avec un suivi *in situ* optique de surface a également été décrit. Ces essais permettront d'analyser la propagation de fissures de fatigue oligocyclique sur de plus grandes distances. Ces essais étant réalisés en laboratoire, un meilleur contrôle du chargement est donc possible.

## Chapitre 3

# Amorçage et propagation de fissures en fatigue oligocyclique

Ce chapitre décrit les micro-mécanismes d'endommagement qui aboutissent à l'amorçage et la propagation de fissures en régime oligocyclique au sein du matériau étudié. Une première partie exposera l'analyse 3D réalisée à partir des données de tomographie récoltées lors des essais réalisés *in situ* à 250°C alors qu'une seconde fera le lien entre essais *in situ* 3D et essais de fissuration SENT.

### Sommaire

---

|            |  |            |
|------------|--|------------|
| <b>3.1</b> | <b>Micro-mécanismes d'endommagement : matériau PMP</b>       | <b>67</b>  |
| 3.1.1      | Microstructure et tomographie à haute température            | 68         |
| 3.1.2      | Mécanismes d'amorçage  | 71         |
| 3.1.3      | Micro-propagation  | 75         |
| <b>3.2</b> | <b>Rôle des phases eutectiques seules : matériau PMP+CIC</b> | <b>81</b>  |
| <b>3.3</b> | <b>Validation des mécanismes : défaut modèle</b>             | <b>82</b>  |
| 3.3.1      | Vue globale de l'échantillon                                 | 82         |
| 3.3.2      | Suivi de fissure   | 83         |
| <b>3.4</b> | <b>Essais de fissuration</b>                                 | <b>88</b>  |
| 3.4.1      | Propagation de fissure                                       | 89         |
| 3.4.2      | Chemin de fissuration  | 98         |
| <b>3.5</b> | <b>Synthèse</b>  | <b>105</b> |

---

### 3.1 Micro-mécanismes d'endommagement : matériau PMP

L'ensemble des essais *in situ* réalisés en deux sessions sur la ligne ID19 de l'ESRF a permis d'identifier les micro-mécanismes qui mènent à la rupture en fatigue d'éprouvettes prélevées au sein de pièces obtenues par PMP à l'aide d'analyses fines des données expérimentales. Pour l'ensemble des éprouvettes testées dans des conditions de plasticité généralisée à 250°C, les mécanismes d'endommagement observés sont similaires. On choisit

donc, pour gagner en clarté, de ne détailler qu'un seul échantillon dont le comportement est représentatif de l'ensemble des éprouvettes testées (cf. tableau 3.1). La durée de vie de l'éprouvette étudiée dans cette section (éprouvette ESRF1\_A4) est de 50 cycles pour une force maximale  $F_{max}$  appliquée de 350N. Ce chargement induit une déformation totale moyenne de 0,49 % de la zone utile lors de la première mise en charge. Cette déformation (1D) est estimée par corrélation d'images sur les radiographies à l'aide du logiciel YaDics [SEG 14]. L'annexe B présente, de façon résumée, les résultats obtenus à 200°C sur l'éprouvette ESRF1\_C9 pour comparaison.

| Éprouvette | Matériau | Défauts          | Température |
|------------|----------|------------------|-------------|
| ESRF1_B2   | PMP      | Pores            | 150°C       |
| ESRF1_C3   | PMP      | Pores            | 150°C       |
| ESRF1_C9   | PMP      | Pores            | 200°C       |
| ESRF1_C5   | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF1_A5   | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF1_A4   | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF1_A8   | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF2_CIC  | PMP+CIC  | /                | 250°C       |
| ESRF2_T1   | PMP+CIC  | Trou             | 250°C       |
| ESRF2_E5   | PMP      | Pores + Entaille | 250°C       |
| ESRF2_LE7  | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF2_LD2  | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF2_LD3  | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF2_LD6  | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF2_LF3  | PMP      | Pores            | 250°C       |
| ESRF2_LF7  | PMP      | Pores            | 250°C       |

Tableau 3.1 – Liste des éprouvettes testées à *in situ* au synchrotron sur la ligne ID19 de l'ESRF.

### 3.1.1 Microstructure et tomographie à haute température

La figure 3.1 montre, sous forme de coupes, le volume 3D de l'éprouvette ESRF1\_A4 à l'état initial ( $N=0$  cycles,  $F=F_{min}$ ,  $T=250^\circ\text{C}$ ) reconstruit avec un filtrage de type Paganin avec une taille de voxel de  $2,75 \mu\text{m}$ .

Les particules critiques vis-à-vis du comportement en fatigue sont identifiables sur les coupes de tomographie reconstruites. L'examen détaillé d'un sous-volume (figure 3.1b) confirme la complexité de la microstructure de notre matériau et l'aptitude de la tomographie à imager chacun de ses constituants. Les pores (ou l'air) sont visibles en noir, les  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  en blanc, les intermétalliques  $\alpha\text{-AlFeSi}$  en gris clair et les particules de silicium en gris foncé. Le reste, dans un gris moyen, représente la matrice de solution solide Al-Si. Les profils des niveaux de gris de ces quatre types d'éléments microstructuraux indiquées par les marqueurs L1 à L4 de la figure 3.1b apparaissent sur la figure 3.1c (0 représente le noir

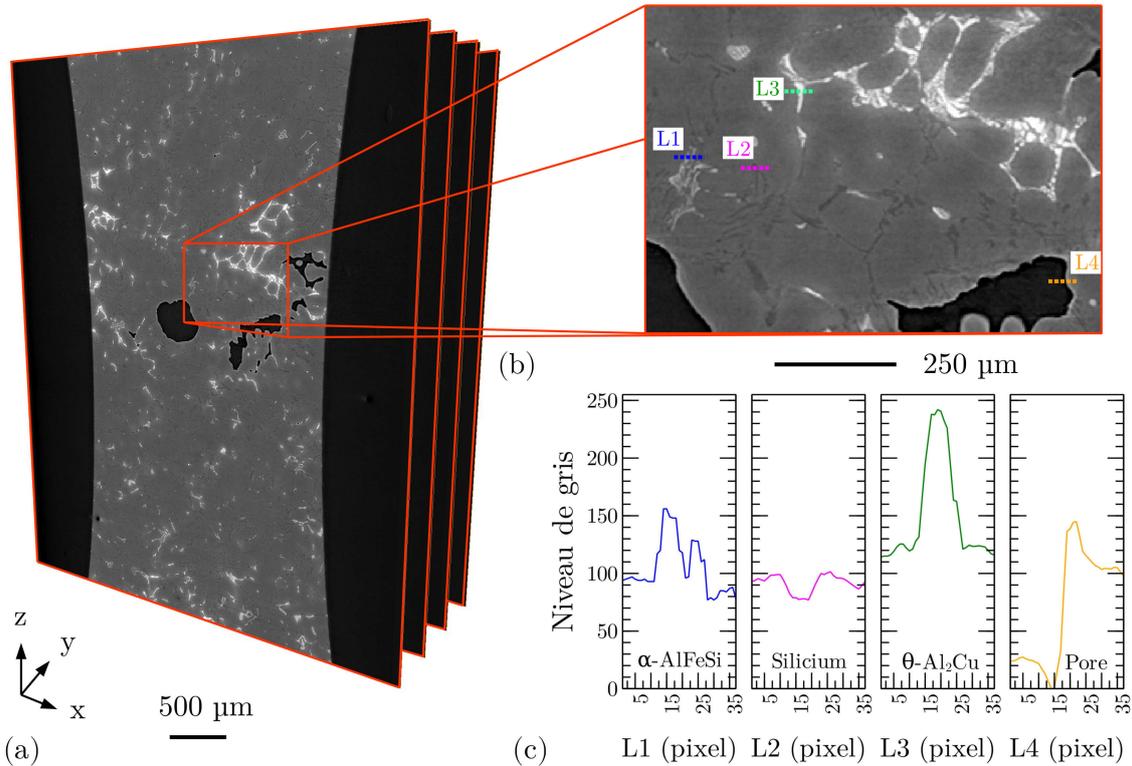


FIGURE 3.1 – (a) Coupe de tomographie de la zone centrale de l'éprouvette ESRF1\_A4, (b) Détail de la zone encadrée laissant apparaître les différents éléments de la microstructure, (c) Profils des niveaux de gris le long des lignes placées sur la sous-figure précédente. Un filtre de type Paganin est appliqué avant reconstruction et la taille de voxel est de  $2,75 \mu\text{m}$ . Le système d'axe reste le même par la suite.

et 255 le blanc pour un codage sur 8 bits). Le profil L4, à travers le pore, illustre clairement le phénomène de contraste de phase au niveau de l'interface pore/matière par l'apparition de deux pics : le pic positif étant à l'origine du liseré blanc autour des pores. Les particules de silicium sont localement visibles d'après le profil L2, mais leurs niveaux de gris sont très proches du niveau de la matrice qui s'étale entre 80 à 120 si on se réfère aux quatre profils. Il est donc extrêmement compliqué de pouvoir extraire de manière automatique les particules de silicium par traitement d'images : l'analyse de leur taille ou de leur morphologie n'a pas été faite sur les images 3D. L'étude des mécanismes d'endommagement en lien avec la microstructure peut se faire facilement sur les coupes 2D reconstruites.

Pour rendre compte du caractère volumique de cet endommagement, il faut néanmoins avoir recours à une visualisation tridimensionnelle à partir de volumes obtenus comme suit :

- L'information que l'on souhaite faire ressortir des empilements de coupes (*stacks*)

est segmentée. Dans le cas de la vue 3D de la figure 3.2 c'est la matrice (aluminium+particules de phases secondaires) qui est extraite. Cela permet d'isoler les surfaces extérieures de l'éprouvette ainsi que les pores internes.

- Un maillage des surface correspondant à ces interfaces est généré à l'aide d'un algorithme de type Marching Cube [NEW 06]. Pour une analyse globale, l'approximation des interfaces est suffisante pour obtenir des surfaces fidèles à celles visibles sur les coupes.

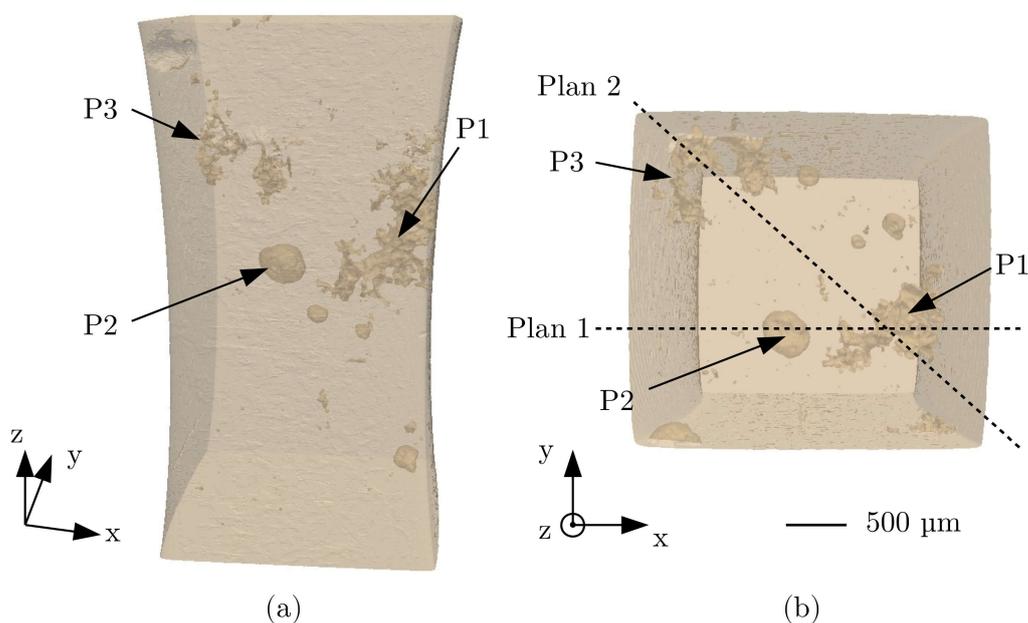


FIGURE 3.2 – Rendus 3D de la zone utile de l'éprouvette ESRF1\_A4. (a) Perspective montrant les surface extérieures et les pores. Les défauts jouant un rôle clé pour l'endommagement sont nommés P1, P2 et P3. (b) Vue de dessus du volume précédent. Les plans 1 et 2 correspondent à ceux où seront extraites les coupes tomographiques dans la suite de cette partie.

Les images 3D de la zone centrale de l'éprouvette ESRF1\_A4 visibles sur la figure 3.2 permettent de mettre en évidence les pores présents au sein de la zone observée. Les trois défauts qui joueront un rôle critique pour l'apparition de l'endommagement sont nommés P1, P2 et P3 sur la figure 3.2a et correspondent respectivement, à une cavité de retrait, un pore sphérique et une cavité de retrait débouchante. Leurs dimensions par rapport à celles de l'éprouvette sont importantes : le diamètres de Féret maximum de P2 vaut approximativement  $400 \mu\text{m}$  alors que ceux de P1 et P3 atteignent respectivement  $1,6 \text{ mm}$  et  $1,0 \text{ mm}$ . La vue de dessus visible sur la figure 3.2b indique la localisation des plans dans lesquels les coupes tomographiques des prochains paragraphes seront extraites. Ces deux coupes (plan 1 et plan 2) sont choisies car les principaux événements ayant menés à la

rupture de l'éprouvette y sont visibles, aussi bien pour l'amorçage que pour la propagation de fissures. Le contraste de ces images est amélioré pour mettre en évidence le réseau de particules de silicium.

### 3.1.2 Mécanismes d'amorçage

#### 3.1.2.1 Rôle de la microstructure locale

Nous n'analyserons dans cette partie que l'amorçage des fissures. Les coupes montrant les mécanismes d'amorçage sont choisies de manière à correspondre aux directions où les vitesses de propagation sont maximales et où les prémisses de l'amorçage sont visibles. La figure 3.3 présente ainsi une coupe du plan 1 où il est possible d'observer l'amorçage de la première fissure détectable. Celle-ci correspond à la rupture d'une phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (désignée par E1a) localisée à proximité de la cavité de retrait P1 lors de la première mise en charge. La rupture du ligament situé entre P1 et E1a ( $\approx 45 \mu\text{m}$ ) conduit à la formation d'une première fissure F1 (figure 3.3). Si on ne prend pas en compte le pore initial, la longueur de F1 est alors de  $\approx 120 \mu\text{m}$ . A cette échelle, nous considérons que la phase d'amorçage correspond à la formation d'une fissure de quelques dizaines de micromètres.

Une analyse similaire, réalisée sur le plan 2 de la figure 3.2b, est illustrée sur la figure 3.4. À proximité du pore P1, la phase riche en cuivre nommée E1b correspond à la particule identifiée sur la figure 3.3, sur une autre coupe, comme E1a. Dans cette nouvelle direction, une deuxième position du front de la fissure F1 est observée : la rupture de la particule E1a/E1b est à l'origine de l'amorçage. D'autres particules rompues sont aussi visibles en pointe de la fissure F1. Celles-ci ce sont rompues après la rupture de la particule d'Al<sub>2</sub>Cu E1a. Les grossissement des images 3.4a et b, encadrés en violet, montrent que cet endommagement *a priori* diffus correspond en fait à la présence de particules de silicium endommagées.

L'amorçage au niveau du pore P3 se produit après 5 cycles (figure 3.4b). Le mécanisme d'amorçage observé dans ce plan est similaire à celui qui a permis la formation de F1. La seconde fissure, nommée F2 (cadre vert de la figure 3.4b), s'est amorcée au niveau de la cavité de retrait P3. Sur l'image de l'état initial, une particule de silicium E1c (figure 3.4a) est déjà rompue. Après 5 cycles, les particules de silicium placées entre P3 et E1c sont endommagées (ruptures ou décohésions) et forment la fissure F2. La phase riche en cuivre (E2c), elle aussi située à proximité de P3, est aussi rompue en plusieurs sites (figure 3.4b).

Les figures 3.3 et 3.4 permettent de mettre en évidence des mécanismes de micro-amorçages similaires : la rupture/décohésion d'une (ou plusieurs) particule (silicium ou Al<sub>2</sub>Cu) a lieu avant la formation d'une fissure. Ces ruptures sont par ailleurs exclusivement localisées au voisinage des pores les plus volumineux P1 et P3. Particules et pores semblent donc être deux ingrédients indissociables à l'amorçage de fissure.

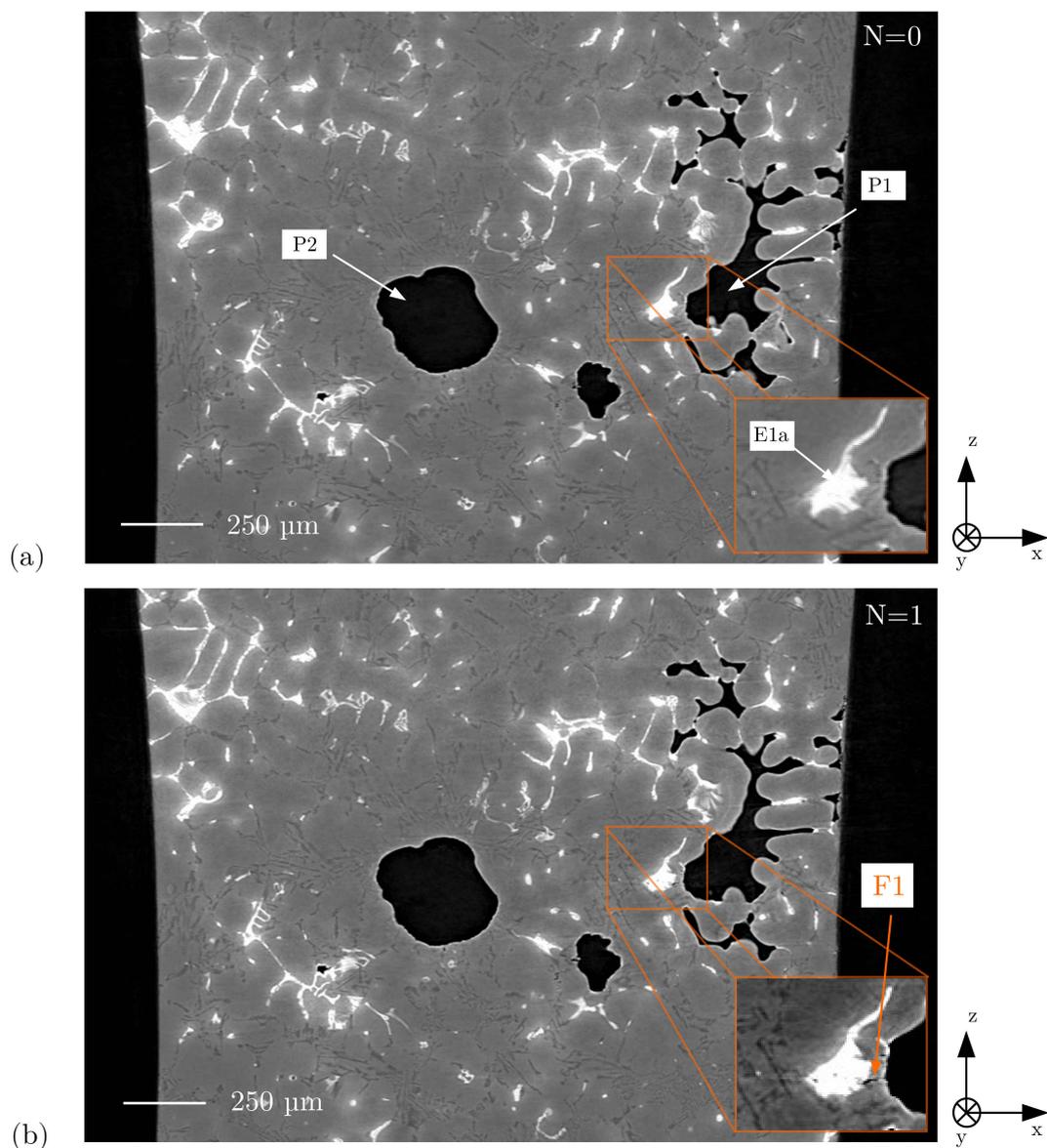


FIGURE 3.3 – Coupes tomographiques dans le Plan 1 de la figure 3.2b à l'état initial (a) et après 1 cycle à charge maximale (b). Le sous-volume est placé sur le site où la première fissure s'est amorcée. Vue agrandie d'un détail de la même image (X2).

### 3.1.2.2 Localisation des sites d'amorçage

Si l'analyse précédente met en évidence le rôle de la microstructure sur l'amorçage de fissure à une échelle relativement fine, elle n'offre toutefois pas une vision globale en trois dimensions des zones critiques. Un rendu 3D des pores et micro-fissures à l'état initial et à N=20 cycles est montré sur la figure 3.5. La zone reconstruite de l'éprouvette est observée en vue de dessus pour permettre une lecture plus claire des images. À l'examen

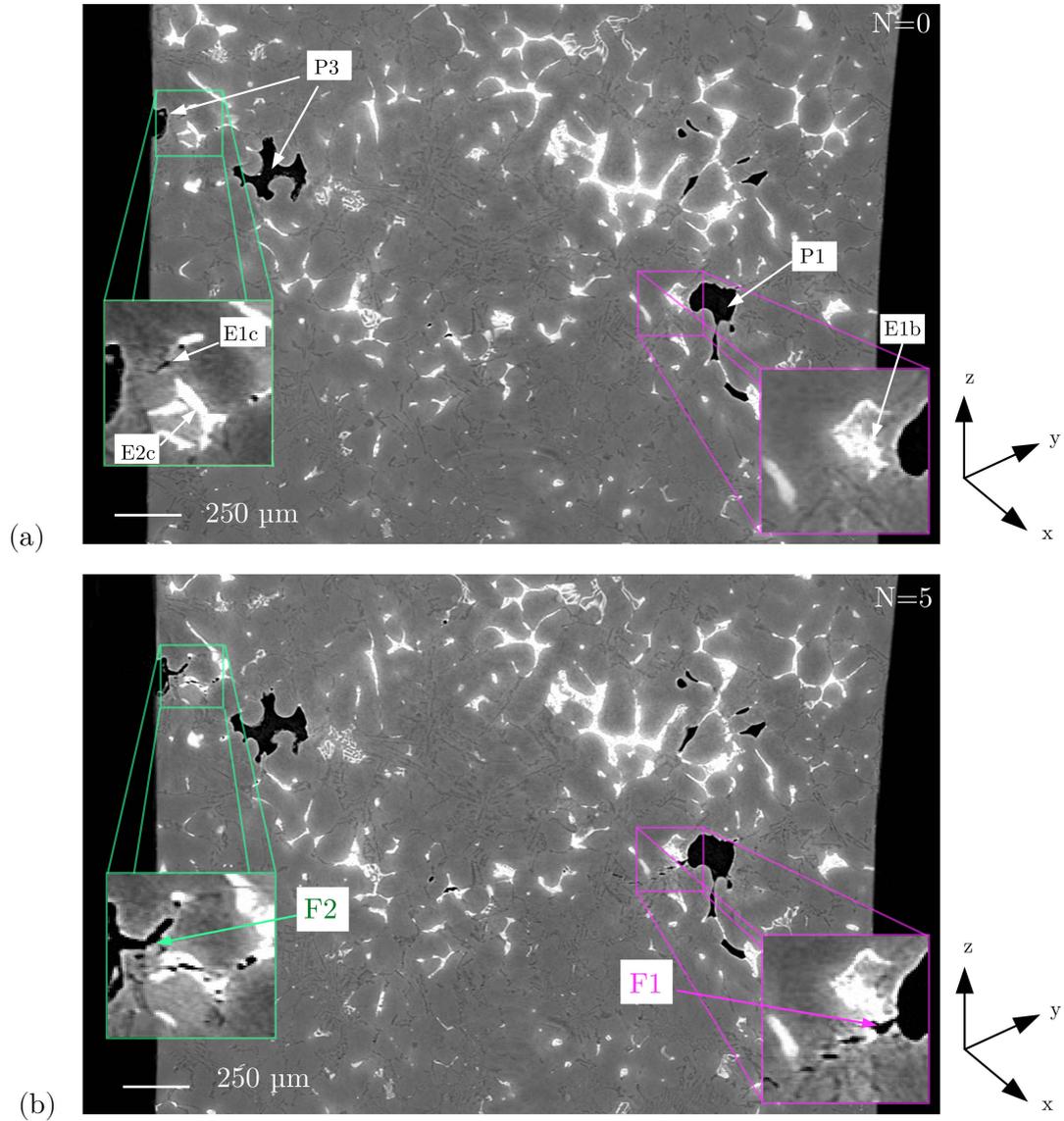


FIGURE 3.4 – Coupes tomographiques dans le Plan 2 de la figure 3.2b à l'état initial (a) et après 5 cycles à charge maximale (b). Les sous-volumes (X2) sont placés au niveau des sites d'amorçage.

de cette figure, il apparaît que, après 20 cycles, plusieurs fissures se sont formées au voisinage des pores P1 et P3 ; un endommagement diffus est aussi observable dans l'ensemble de l'éprouvette. Il correspond principalement à l'endommagement des particules de silicium. Contrairement aux fissures, cet endommagement diffus n'est pas seulement localisé à proximité des pores, mais dans toute la zone utile de l'éprouvette. Ces particules endommagées peuvent devenir un site d'amorçage pour de nouvelles fissures comme indiqué par les flèches rouges placées sur la figure 3.5b.

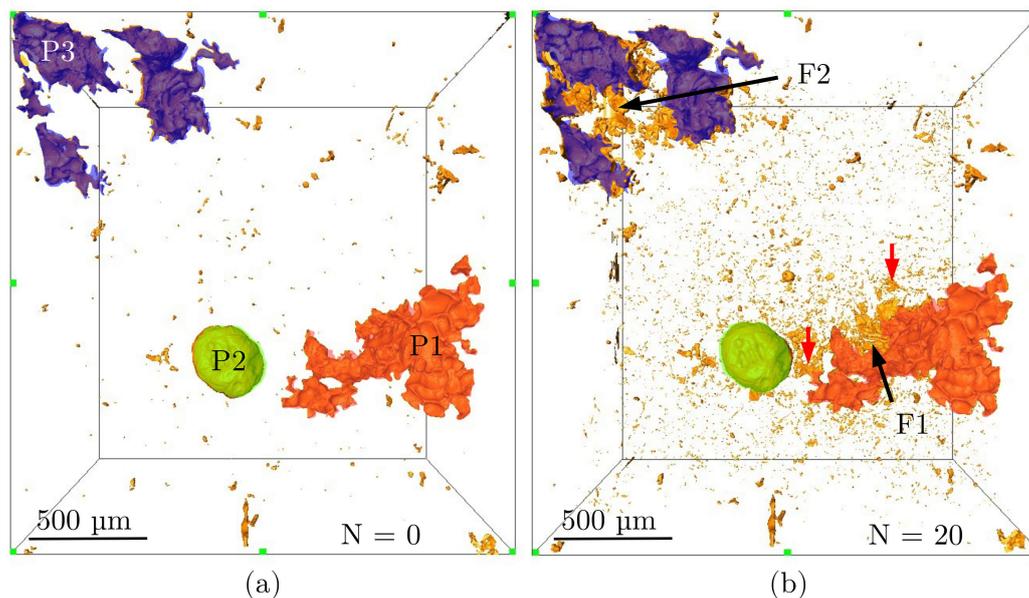


FIGURE 3.5 – Rendus 3D de l'intérieur de l'éprouvette montrant les pores et l'endommagement à l'état initial (a) et après 20 cycles (b).

### 3.1.2.3 Influence de la porosité locale

L'évolution de la fraction volumique locale de pore le long de l'axe longitudinal Z (tel que défini à la figure 3.2) a été estimée. Dans les plans orthogonaux à la direction de sollicitation (Z), les fractions surfaciques de pore sont calculées en faisant le rapport du nombre de pixels représentant les pores et du nombre de pixels contenus dans la coupe de l'éprouvette (matrice et pores inclus) [VAN 11]. Les résultats de cette quantification sont tracés en figure 3.6a. On constate que le long de l'axe Z, plusieurs pics de porosité sont visibles et correspondent aux zones où les plus gros pores sont localisés. En recoupant le graphique de la figure 3.6 et les résultats de la section 3.1.2.2, il apparaît que les sites d'amorçage des fissures F1 et F2 correspondent à la position des deux plus grands pics : la fissure F1 apparaît ainsi dans un plan où la porosité atteint 4 %.

La section de l'éprouvette n'étant pas constante le long de son axe longitudinal, la contrainte nominale évolue donc le long de la section utile comme le montre la courbe rouge de la figure 3.6b. Dans la section la plus petite, la contrainte nominale atteint 84 MPa. La présence des pores provoque des pics de contrainte locaux. Ainsi, le pore P3 induit un  $\Delta(F/S)$  maximal de +1,5 MPa (soit +1,9 %) sur les coupes placées dans l'intervalle  $[-1000 ; -1500] \mu\text{m}$ , alors que l'augmentation de la fraction volumique locale de pore qui apparaît à une profondeur de l'ordre de  $1800 \mu\text{m}$  provoque une variations de contrainte :  $\Delta(F/S)$  de +3,5 MPa (+4,2 %). Ces variations de la contrainte, bien qu'assez faibles, permettent toutefois d'identifier les plans critiques, en gardant présent à l'esprit que la concentration de contrainte au voisinage immédiat des pores (où se produit effectivement

l'amorçage) doit être bien supérieure.

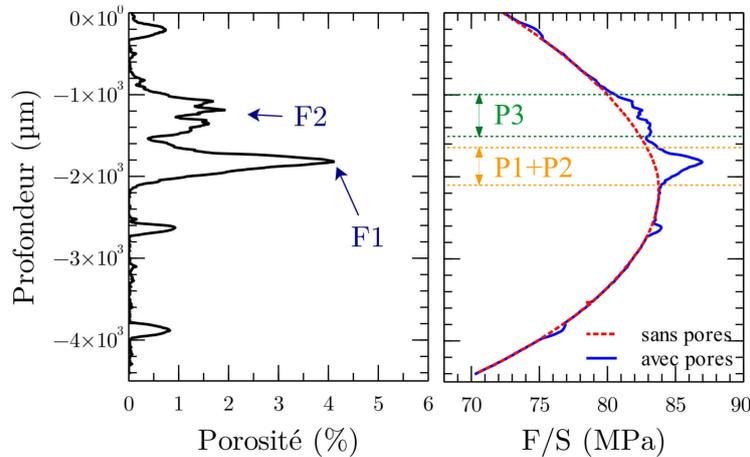


FIGURE 3.6 – Évolution coupe par coupe dans des plans perpendiculaires à l'axe Z de la porosité et de la contrainte nominale (ratio F/S). La profondeur correspond à la distance relative entre la surface haute de la figure 3.2a et la coupe analysée. La charge maximale expérimentalement appliquée est nommée F et la surface de matrice dans chaque coupe horizontale S.

### 3.1.3 Micro-propagation

#### 3.1.3.1 Interaction fissures/particules

L'étude des mécanismes d'amorçage ne suffit pas à avoir une compréhension globale du comportement en fatigue de l'alliage étudié à haute température. Dans l'optique de proposer des critères de propagation, il est nécessaire d'étudier également les mécanismes de propagation des fissures en lien avec la microstructure. Par souci de cohérence, les coupes tomographiques qui sont utilisées dans cette partie correspondent aux mêmes plans que précédemment (Plan 1 et 2 de la figure 3.2b). Les coupes choisies illustrent l'état d'endommagement dans lequel se trouve l'éprouvette pour différents nombres de cycles.

Comme souligné précédemment la fissure F1 s'est amorcée sur une particule  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (E1a) à proximité du pore P1 dès le premier cycle. Cette fissure est clairement plus visible après 5 cycles comme l'illustre la figure 3.7a. Toute la particule E1a est rompue et F1 mesure alors environ 220 μm. L'éprouvette a totalement rompu après 50 cycles, figure 3.7e. La rupture de particules de silicium est aussi visible après 5 cycles. Ces particules sont nommées E3a, E4a et E5a. E3a et E4a sont en contact avec le pore P1'. Ce pore est en réalité le même que le pore P1 (voir figure 3.2b). La micro-fissure qui s'amorce sur la particule de silicium E5a correspond à ce que l'on a précédemment appelé *endommagement diffus* : zone présentant de nombreuses particules rompues (ou décohésions) qui ne sont ni en contact entre elles ni avec les fissures principales. Après amorçage sur E1a, la fissure commence à se propager au travers du réseau de particules de silicium présent dans la

zone proche de la pointe de la fissure (voir figure 3.7b à N=10 cycles). Il est identifié par le marqueur E2a. Plusieurs sites de rupture sont visibles à proximité de la particule E6a, localisée entre P1' et P2. Les autres micro-fissures, amorcées dans la même zone, se sont quant à elles légèrement agrandies (quelques micromètres) entre les cycles 5 et 10. Dans le plan de la figure 3.7c, la fissure F1 ne semble pas beaucoup se propager entre le dixième et trentième cycle. Cependant l'endommagement se localise dans les deux ligaments P1-P1' et P1'-P2. Des particules de silicium apparaissent rompues dans le premier ligament et la coalescence des micro-fissures E4a et E6a a lieu dans le second ligament. Lorsque N=40 cycles, ces deux ligaments sont entièrement rompus (figure 3.7d). L'endommagement diffus apparaît en fin d'essai dans la zone située à gauche du pore P2 : des intermétalliques riches en fer et en cuivre (E7a) présentent de nombreuses ruptures et des particules de silicium sont une nouvelle fois rompues (E8a).

La figure 3.7 permet de comprendre que lors de la fissuration, les fissures passent par les différents pores avec un trajet conditionné par les zones pré-endommagées lors des cycles précédents. Cela est encore plus clair sur la figure 3.8 puisque moins de pores sont visibles sur ces coupes ; le rôle des particules est alors plus facile à analyser dans le plan 2 (figure 3.2b). Une fois les fissures F1 et F2 amorcées, on observe des ruptures de particules dures en pointe des fissures. Ce sont principalement des particules de silicium situées dans de larges zones eutectiques autour de P1 (marqueurs E2b sur la figure 3.8a et E3b sur la figure 3.8b). Au niveau de la fissure F2, ce sont plutôt des intermétalliques  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\alpha$ -AlFeSi (E2c et E4c), même si lors des premiers cycles ce sont les particules de silicium E3c (figure 3.8a) et E1c (figure 3.4b) qui sont endommagées. Les images 3.8a à 3.8c permettent de constater que les fissures se propagent de nouveau à travers le réseau de micro-fissures amorcées sur les particules dures. Ce processus se répète entre les cycles 40 et 50. Les zones où apparaît de l'endommagement diffus, entourées en pointillés sur la figure 3.8c, coïncident toujours avec le chemin final des fissures. Le ligament à droite de P1 montre une fissure uniquement localisée dans une large zone eutectique, figure 3.8c : les particules de silicium semblent y constituer un élément de microstructure critique pour la fatigue. Autour de P3, les particules les plus critiques en terme de rupture semblent être les intermétalliques de grandes dimensions ( $100 \mu\text{m} < d_{Feret} < 300 \mu\text{m}$ ). Leur rupture, plus rarement observée, apparaît favorisée lorsqu'ils sont situés dans des zones moins riches en particules de silicium. La micro-fissure résultante d'une telle rupture est longue de plusieurs centaines de micromètres. Elles peuvent alors devenir critique vis-à-vis du comportement en fatigue. De plus, il est important de noter que la rupture d'une particule (quelle que soit sa nature) est un événement bref qui se déroule généralement sur un seul cycle ; la propagation de la fissure principale peut être fortement modifiée par ces instabilités.

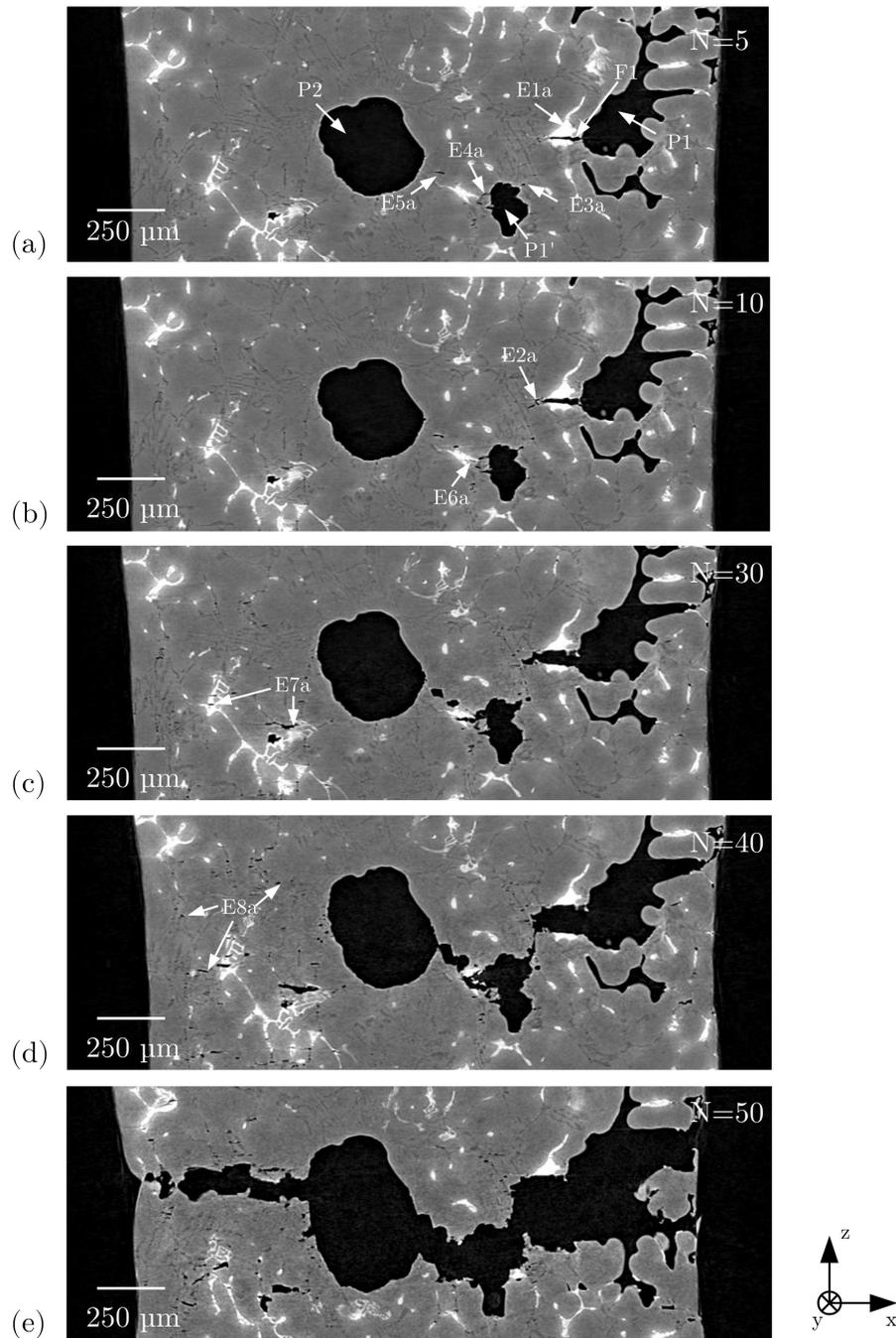


FIGURE 3.7 – Coupes tomographiques montrant l'évolution de l'endommagement à différents nombres de cycles dans le plan 1 (figure 3.2b) : (a) 5 cycles, (b) 10 cycles, (c) 30 cycles, (d) 40 cycles et (e) 50 cycles. La direction de chargement est verticale et les marqueurs sur les sous-figures indiquent les pores et les particules rompues.

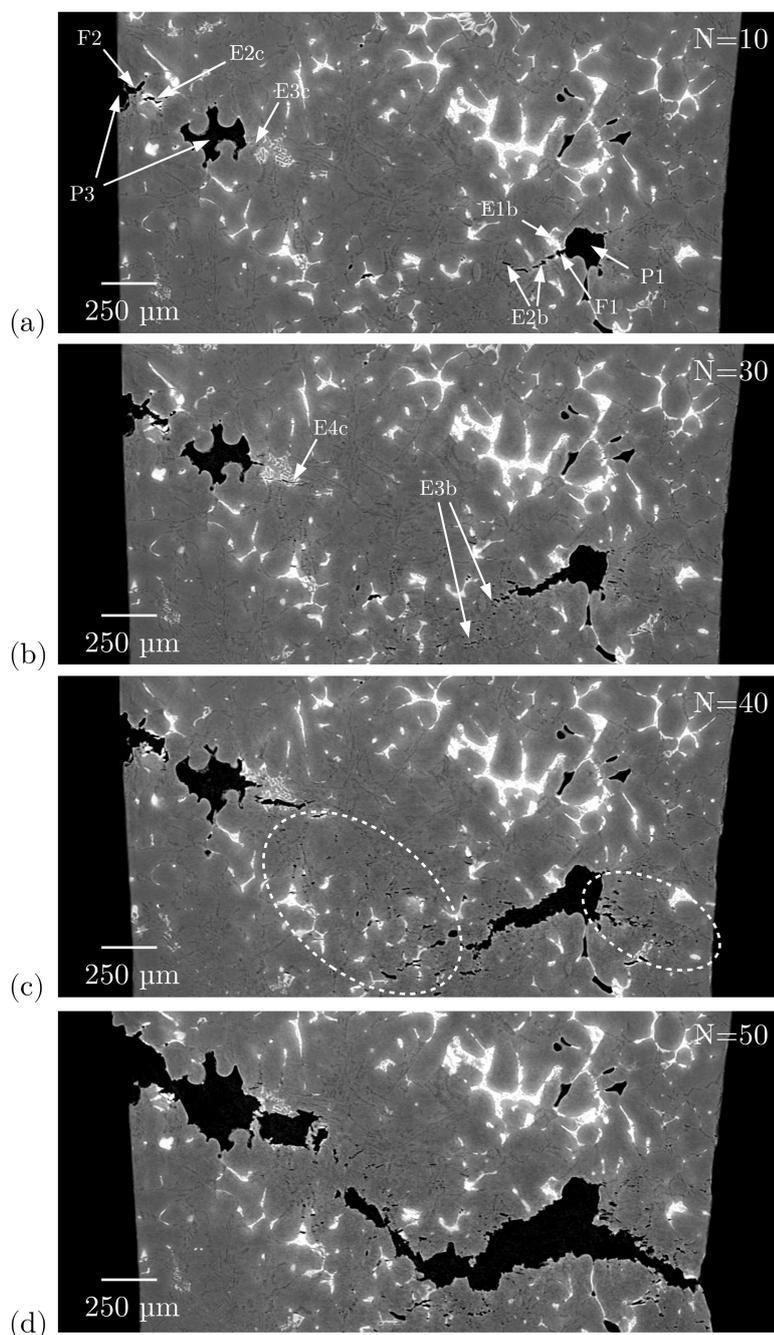


FIGURE 3.8 – Coupes tomographiques montrant l'évolution de l'endommagement à différents nombres de cycles dans le plan 2 (figure 3.2b) : (a) 10 cycles, (b) 30 cycles, (c) 40 cycles et (d) 50 cycles. La direction de chargement est verticale et les marqueurs sur les sous-figures montrent les pores et les particules rompues.

### 3.1.3.2 Suivi global de la fissuration

Dans cette section nous décrivons l'évolution des fissures F1 et F2 à partir de leurs projections dans le plan XY. Celles-ci sont initialement réalisées sur les volumes 3D en ne

prenant en compte que les coupes se trouvant à l'intérieur de la zone contenant les pores P1, P2, P3 ( $\approx 1,5$  mm) délimitée sur la figure 3.9a. Les pores et fissures ont des valeurs de niveau de gris proches de 0 dans les volumes encodés sur 8 bits. La projection consiste alors à projeter suivant l'axe de sollicitation (Z) le niveau de gris minimal des coupes tomographiques. Cette démarche permet d'isoler les pores, les fissures et l'ensemble de l'endommagement diffus. Une dernière étape de labellisation permet d'extraire seulement les fissures F1 et F2. Les sous-figures 3.9b à f montrent leurs évolutions dans l'éprouvette en fonction du nombre de cycles. Pour des raisons de simplicité le pore sphérique P2 n'est mis en évidence que lorsque celui-ci est atteint par la fissure F1.

Une croissance de fissure significative est observée autour du pore P3 après 20 cycles (figure 3.9d). Les premières étapes de propagation se produisent dans le voisinage des pores : ils correspondent à la rupture des nombreux "bras" de la cavité de retrait P3. Cela conduit à la formation de l'unique fissure F2 qui se propage ensuite vers le centre de l'échantillon après 30 cycles. La fissure provenant du pore P1 (F1) a le même comportement. Elle rejoint le pore P2 entre 20 et 30 cycles. La croissance de cette dernière fissure conduit à la rupture de l'éprouvette.

Les figures 3.10a et 3.10b montrent respectivement l'évolution de la surface projetée de chacune des fissures ainsi que les vitesses de fissuration en fonction du nombre de cycles. Les mesures sont réalisées en surfaces projetées. Une rapide analyse de la figure 3.10 révèle qu'une fois amorcées, les fissures ont tendance à croître moins vite que ne le suggèrent les coupes tomographiques précédentes. Cela peut s'expliquer en considérant que les particules rompues (endommagement diffus en pointe de fissure) qui ne sont pas en contact avec les fissures F1 et F2 (typiquement celles situées à plus de  $5 \mu\text{m}$  des fronts de fissures) ne sont pas comptabilisées sur les vues projetées. La figure 3.10a montre que la fissure F1 est plus grande que la fissure F2 durant toute la durée de vie de l'éprouvette (les pores sont inclus dans la mesure). Les courbes de vitesses de propagation présentées sur la figure 3.10b révèlent cependant que durant les 5 premiers cycles, la fissure F2 croît plus vite que la fissure F1. Cela est sûrement dû à la localisation de F2 dans un coin de l'éprouvette ; les ligaments de matière entre les "bras" de la cavité de retrait sont plus facilement endommageables. Entre les cycles 5 et 20, la fissure F2 ralentit alors que la fissure F1 accélère : le ligament entre P1 et P2 est ainsi entièrement rompu. La coalescence de la fissure F1 avec P2 est marquée par une augmentation de la surface projetée (voir figure 3.10a). Après cet événement, la vitesse de propagation de la fissure 1 devient proche de celle de la fissure globale (définie par la somme de F1 et F2). La fissure F1 contrôle donc globalement la fissuration de l'éprouvette.

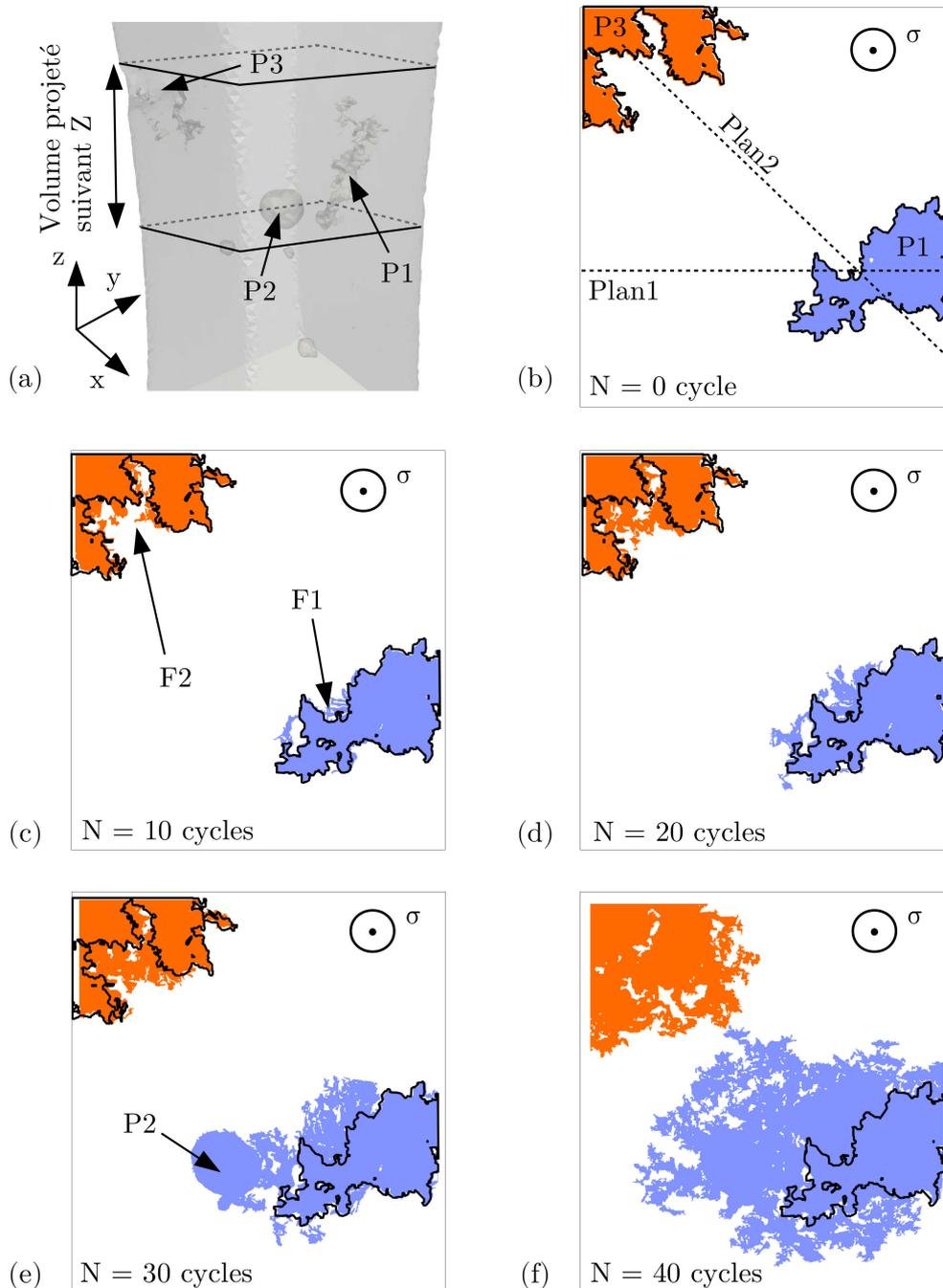


FIGURE 3.9 – Vues projetées de l'évolution des fissures F1 et F2 à l'intérieur de l'échantillon. Les lignes pointillées de la figure b indiquent les positions des plans observés sur les figures 3.3, 3.4, 3.7 et 3.8.

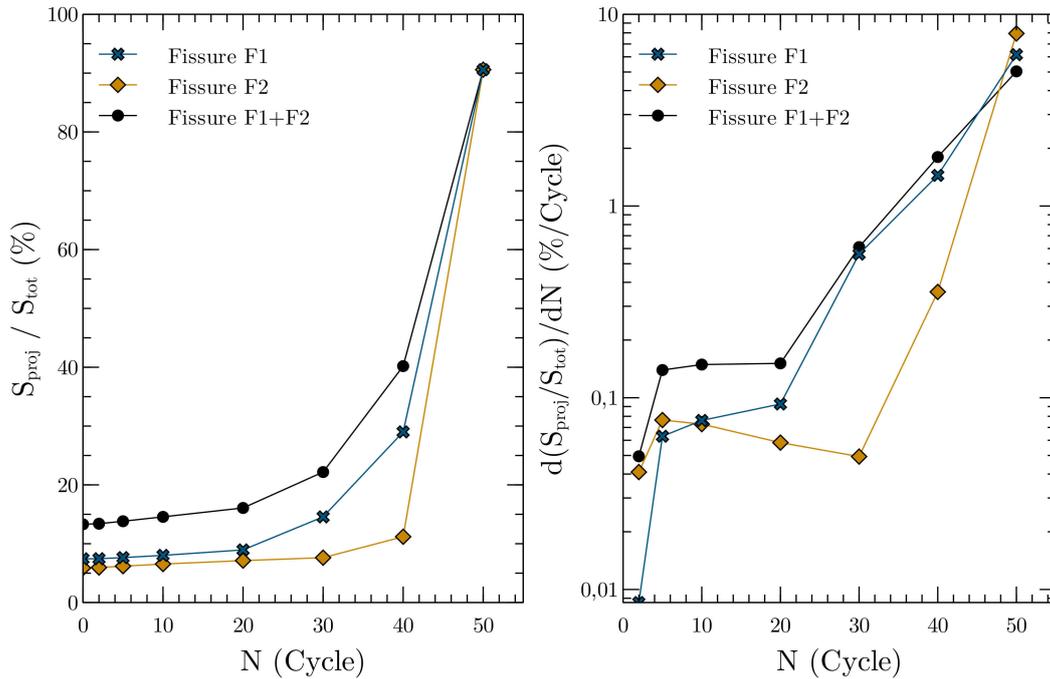


FIGURE 3.10 – Évolution de (a) la surface projetée ( $S_{proj}$ ) des fissures en pourcentage de la surface totale ( $S_{tot}$ ) et (b) vitesses de croissance des fissures.

### 3.2 Rôle des phases eutectiques seules : matériau PMP+CIC

Les essais de fissuration *in situ* sur l'éprouvette ESRF1\_A4 ont apporté des observations intéressantes sur les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures en plasticité généralisée pour le matériau présentant des pores. Les pores et particules eutectiques en sont les deux acteurs majeurs. Une seconde campagne d'essai à l'ESRF a alors eu lieu pour tenter de décorrélérer l'influence des pores de celle des particules dures. Tous les essais sont réalisés à 250°C.

Une éprouvette, nommée ESRF2\_CIC, a été étudiée. Elle a été usinée dans le matériau PMP+CIC et ne contient donc aucun pore. La zone utile de l'éprouvette est droite (similaire à ESRF1\_A4) et de section  $3,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$  avant polissage. Afin d'avoir un chargement identique à celui de l'éprouvette ESRF1\_A4, l'éprouvette a été mise en charge de manière incrémentale. Après chaque séquence, la déformation totale dans la direction de sollicitation est estimée par corrélation d'images sur les radiographies de l'échantillon. Lorsque la déformation générée est égale à celle appliquée à l'éprouvette ESRF1\_A4 lors du premier cycle, la force est relevée et est ensuite utilisée comme consigne pour piloter l'essai. Cependant, en appliquant le protocole décrit au chapitre précédent, aucun endommagement n'est décelé après 100 cycles, soit deux fois la durée de vie de ESRF1\_A4. Il a alors été décidé d'adapter le protocole en augmentant la force appliquée de 60 N tous les 100 cycles. La figure 3.11 présente la microstructure de l'éprouvette après 600 cycles, moment où l'essai est définitivement arrêté. En fin d'essai, une contrainte d'environ 65 MPa est

estimée dans la zone utile. Le chargement dépasse donc la limite d'élasticité du matériau et entraîne une déformation plastique généralisée au sein de l'éprouvette.

L'analyse des coupes tomographiques de la figure 3.11 permet de conclure que malgré un chargement sévère et un nombre de cycles significatif, aucune fissure, particule cassée ou signe d'endommagement n'est détectable en fin d'essai. Le rôle des pores sur l'amorçage des fissures semble donc fondamental tandis que l'influence des particules dures semble plutôt du second ordre.

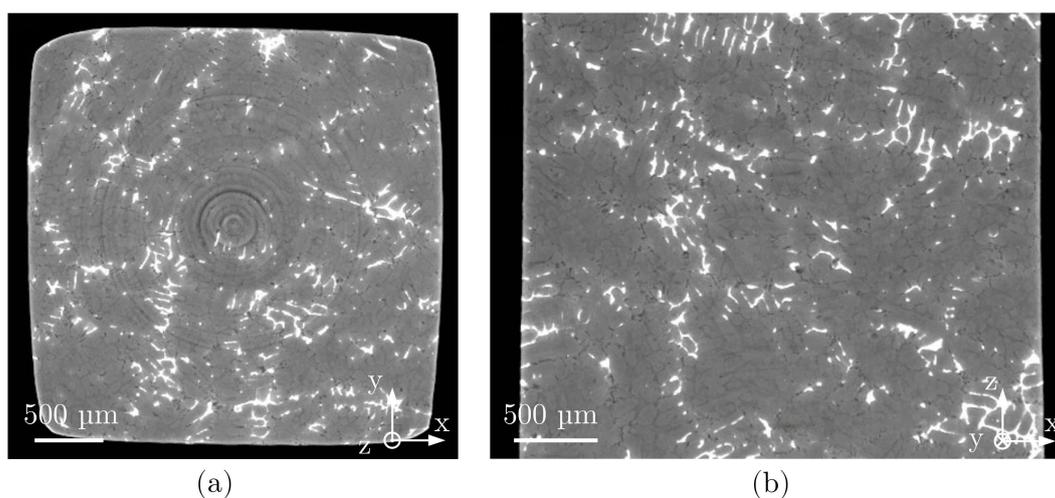


FIGURE 3.11 – Coupe tomographique (a) horizontale et (b) verticale de l'éprouvette ESRF2\_CIC après 600 cycles à 250°C. Aucun endommagement n'est visible.

### 3.3 Validation des mécanismes : défaut modèle

L'essai précédent souligne l'influence majeure qu'ont les pores dans le processus d'endommagement. Lorsque ceux-ci sont présents, la réponse mécanique du matériau est fortement modifiée localement : les concentrations de contraintes à proximité du défaut semblent donc jouer un rôle important sur la phase d'amorçage. Par ailleurs, la morphologie des cavités de retrait rend impossible la prédiction intuitive du champs de contrainte à leur proximité. C'est pourquoi, pour simplifier l'analyse mécanique et mieux comprendre l'interaction pores/particules, nous avons choisi de mettre en œuvre une éprouvette percée mécaniquement. Cette démarche est similaire à l'introduction de défauts modèles pour l'analyse des défauts en fatigue [MUR 80].

#### 3.3.1 Vue globale de l'échantillon

Une éprouvette avec un tel défaut modèle a été usinée dans le matériau exempt de pore. Cette éprouvette, représentée à la figure 3.12 est appelée ESRF2\_T1. Un trou de 0,5 mm de diamètre est percé au milieu de sa zone utile. Celle ci est de forme elliptique et

la section minimale mesure  $3,5 \times 2,6 \text{ mm}^2$ . Le perçage n'est pas parfait : le trou est décalé de  $90 \text{ }\mu\text{m}$  en Z par rapport au centre de l'éprouvette et n'est pas non plus parfaitement perpendiculaire au plan XZ ( $2^\circ$  par rapport à X). Le chargement est ajusté pour que la contrainte nominale appliquée soit la même pendant tout l'essai (66 MPa). Celui-ci est arrêté après 1000 cycles ; l'amorçage et le début de la propagation sont alors étudiés dans la section correspondant au centre de l'échantillon. La description de la propagation sera toutefois moins détaillée que pour l'éprouvette ESRF1\_A4 puisque la microstructure et les principaux mécanismes d'endommagement ont déjà été exposés et sont reproduits ici de manière similaire.

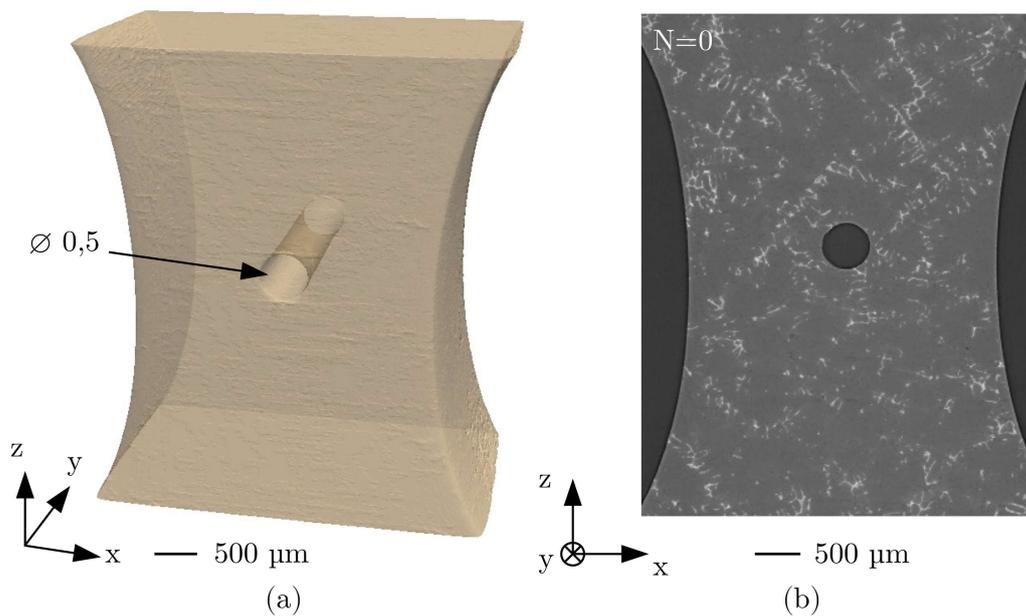


FIGURE 3.12 – Image 3D de la zone utile de l'éprouvette ESRF2\_T1. (a) Rendu 3D montrant les surfaces extérieures ainsi que le perçage traversant. Le diamètre du trou est de 0,5 mm. (b) Coupe tomographique verticale montrant le trou ainsi que la microstructure avoisinante au centre de l'éprouvette.

### 3.3.2 Suivi de fissure

Dans une première partie nous décrivons l'évolution de l'endommagement à partir de projections de la fissure. La figure 3.13a définit les zones (voisine du centre du trou) utilisées pour réaliser les projections des fissures alors que la figure 3.13b montre l'état de la microstructure à l'état initial (en projection sans la prise en compte des intermétalliques et des phases  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ). Choisir des volumes de projection différents permet d'avoir une information sur les événements qui se déroulent hors du plan médian du trou (le plus sollicité). Quelques signes d'endommagement sont tout de même visibles à l'état initial au bord du trou. Ceci est probablement dû à l'usinage. Cette projection (figure 3.13b)

révèle aussi des portions d'anneaux qui correspondent à des artefacts de reconstruction (voir chapitre 2).

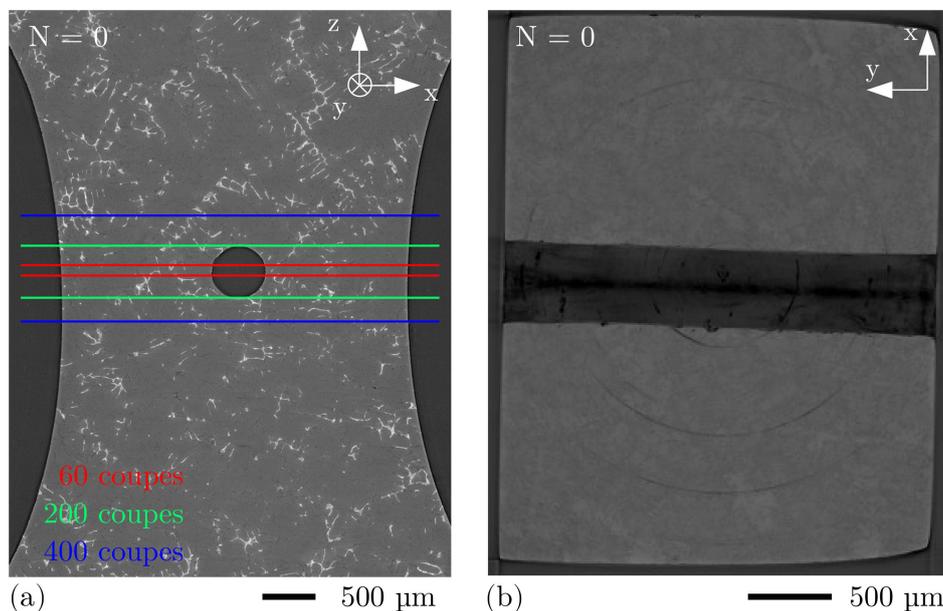


FIGURE 3.13 – (a) Coupe tomographique de l'éprouvette ESRF2\_T1 à l'état initial. Les lignes rouges, vertes et bleues délimitent respectivement des empilements de 60, 200 et 400 coupes tomographiques parallèles au plan XY. (b) Projection des niveaux de gris minimums sur 60 coupes à l'état initial.

La figure 3.14 montre les projections des fissures à différents nombres de cycles à charges maximales. Le volume contenant 60 coupes est centré sur le plan équatorial du trou et celui de 200 coupes regroupe tous les plans où le trou est présent. L'amorçage des fissures est rapide. Dès le cinquième cycle, des zones fissurées sont détectables sur les bords du trou. Leur propagation apparaît relativement lente lors des 500 premiers cycles. A partir de 700 cycles, les micro-fissures commencent à coalescer et l'endommagement est principalement localisé au cœur de l'éprouvette. Le front projeté de la zone fissurée apparaît courbe à  $N=800$  cycles : les bords proches des surfaces planes de l'éprouvette apparaissent exempts d'endommagement, même après 800 cycles.

On remarque que quelle que soit l'épaisseur du volume projeté à  $N=500$ , les figures obtenues sont similaires ; ce qui signifie que les amorçages ont lieu dans le plan situé à "l'équateur" du trou (figure 3.14). Cela reste vrai jusqu'à 700 cycles. Pour  $N \geq 800$ , des événements visibles sur la figure 3.14b n'apparaissent pas sur les projections de la figure 3.14a (idem entre les figures 3.14b et c). Cela signifie que l'endommagement a lieu hors du plan équatorial : probablement des bifurcations de fissures, ou des amorçages de fissures secondaires. A cette étape de l'analyse, on ne sait pas si cet endommagement est continu (fissure unique) ou diffus.

Pour résumer :

- Plusieurs micro-fissures s'amorcent de manière hétérogène le long du trou à son "équateur" ( $\approx 50\%$  de la durée de vie).
- Ces fissures coalescent pour former une fissure principale.
- Cette fissure principale se propage orthogonalement au sens de sollicitation avant de dévier.

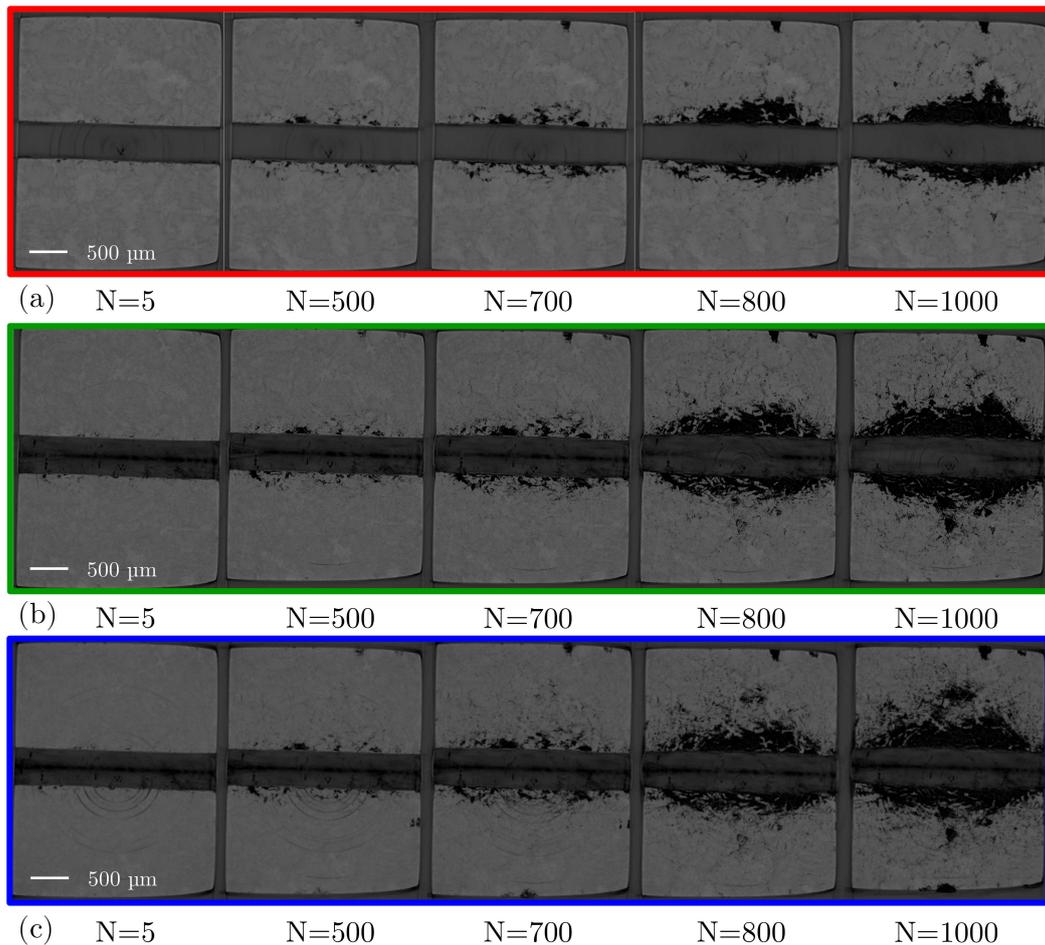


FIGURE 3.14 – Projections dans un plan orthogonal à la direction de sollicitation des fissures à différents nombres de cycles pour différents volumes de projection. Projections sur (a) 60 coupes, (b) 200 coupes et (c) 400 coupes.

La figure 3.15 permet de faire le lien entre les projections des fissures et l'interaction fissures/microstructure. Sur la sous-figure 3.15a, les coupes verticales où sont observées les fissures sont mises en évidence à l'aide de traits de couleur. Ce code couleur est le même sur la sous-figure 3.15b. L'amorçage à "l'équateur" du trou est validé par ces observations ; les fissures s'y amorcent de manière systématique. Une fois encore le rôle primordial des particules dures sur la localisation des sites d'amorçage est mis en évidence. Il en est de même pour la propagation : les images montrent que les fissures sont le résultat d'un

phénomène de coalescence. Les particules fragiles rompent successivement en pointe de fissure avant d'être "englouties" par celle-ci. Ce phénomène se produit dans les zones de la microstructure qui présentent une forte fraction locale de particules de silicium : à gauche du trou sur la coupe du haut et à droite du trou sur la coupe centrale sur la figure 3.15b. Ces images montrent aussi que les fissures ont tendance à bifurquer sous l'effet de la rupture de phases  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (voir l'image encadrée en violet de la figure 3.15b) qui ont rompu en pointe de fissure.

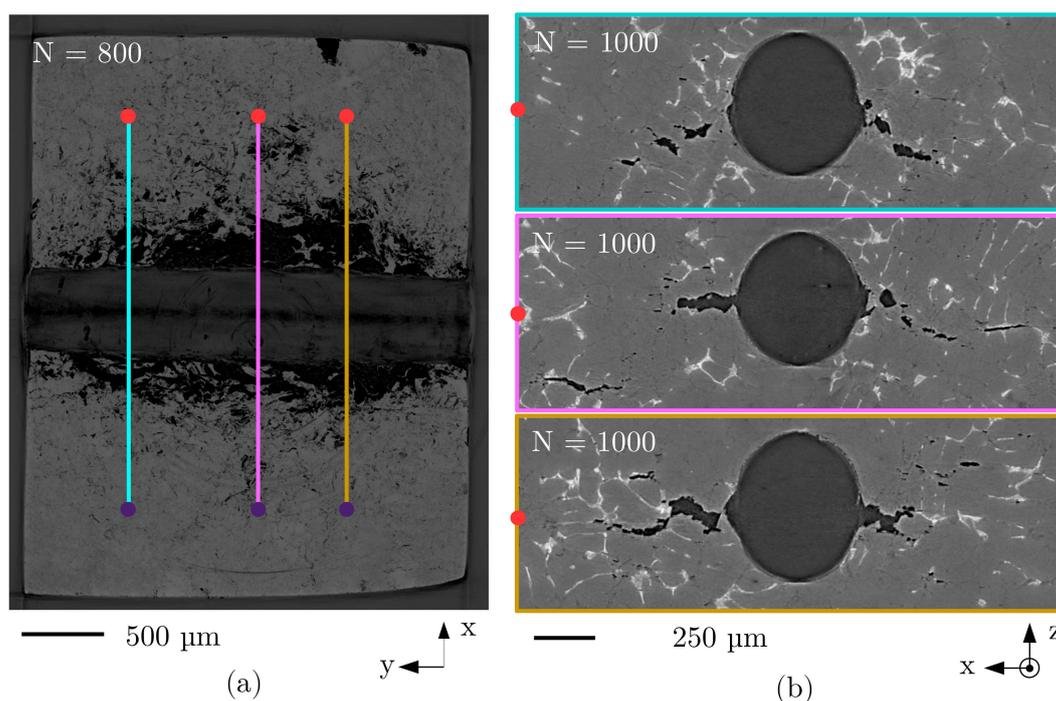


FIGURE 3.15 – (a) Projection de l'endommagement à 800 cycles réalisé sur 400 coupes. (b) Visualisation de la microstructure sur des coupes tomographiques verticales à N=1000 cycles. Ces coupes sont représentées par 3 lignes verticales sur la sous-figure (a). Les marqueurs violet et rouges servent à donner l'orientation des coupes afin de faciliter la lecture.

Ces images complètent et valident les observations faites sur les projections. Sur la figure 3.16, un des plans de coupe vertical de l'éprouvette met en évidence les mécanismes d'endommagement et permet de décrire le comportement des fissures au cours du cyclage. La fissure s'amorce au bord du trou au niveau d'une phase riche en cuivre et se propage perpendiculairement au sens de chargement sur une centaine de micromètres en rompant des particules de silicium présentes en front de fissure. De l'endommagement diffus apparaît simultanément dans une zone eutectique orientée à 45° par rapport à l'axe X. La fissure bifurque alors de 45° et se propage vers le bas en reliant les zones préalablement endommagées.

Ces dernières figures confirment tout d'abord l'importance des défauts sur l'amorçage

de la fissure puisqu'elle s'amorce au bord du trou. De plus, elle met aussi clairement en évidence le rôle des particules dures lors de la phase de propagation : celles-ci sont progressivement endommagées lors des cycles, ce qui permet la croissance de la fissure principale par un phénomène de coalescence.

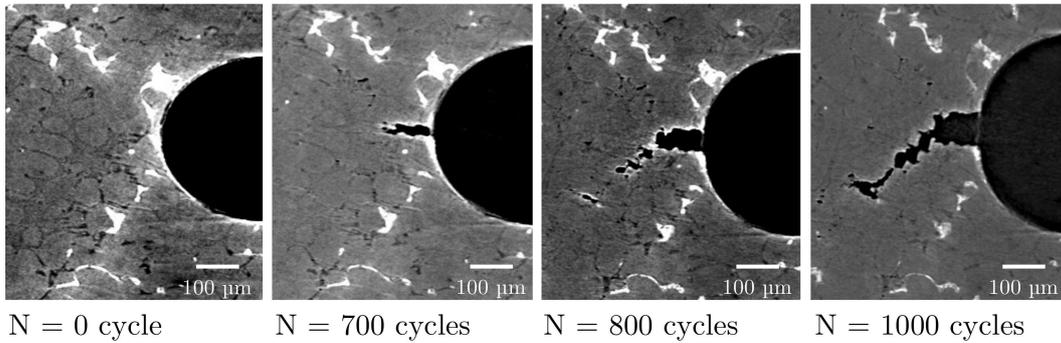


FIGURE 3.16 – Visualisation sur des coupes reconstruites de l'endommagement en fonction du nombre de cycle (à charges maximales).

### 3.4 Essais de fissuration

Les essais *in situ* sous tomographe ont permis d'identifier les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures à 250°C en lien avec la microstructure locale. Cependant malgré une augmentation de la section des éprouvettes entre les deux campagnes expérimentales, la taille des échantillons utilisés est encore insuffisante pour une analyse complète de la phase de propagation dans le matériau PMP. Si on reprend l'exemple de l'éprouvette ESRF1\_A4, il est évident que le comportement d'une fissure sera plus fortement influencé par la morphologie, la taille et la position des pores présents dans sa zone utile que dans un cas de pièce réelle car le volume étudié en tomographie est plus petit que le volume élémentaire représentatif VER. Le volume des différentes éprouvettes utilisées est reporté de manière indicative à la figure 3.17. La taille de ce VER est classiquement choisie comme étant dix fois celle de l'élément caractéristique de la microstructure. Si l'on choisit la taille de grain ou le diamètre équivalent des pores les plus gros comme référence, un VER d'environ 10 x 10 x 10 mm<sup>3</sup> devrait être choisi. Ce volume est du même ordre de grandeur que le pontet inter-soupape. Les longueurs de fissure mesurables sur les essais *in situ* ESRF sont limitées à 1 mm, ce qui est trop faible pour en extraire des vitesses de fissuration. Des essais "macroscopiques" de fissuration sont donc nécessaires pour quantifier une vitesse de propagation de fissure dans ce matériau utilisable par exemple pour un dimensionnement en bureau d'étude.

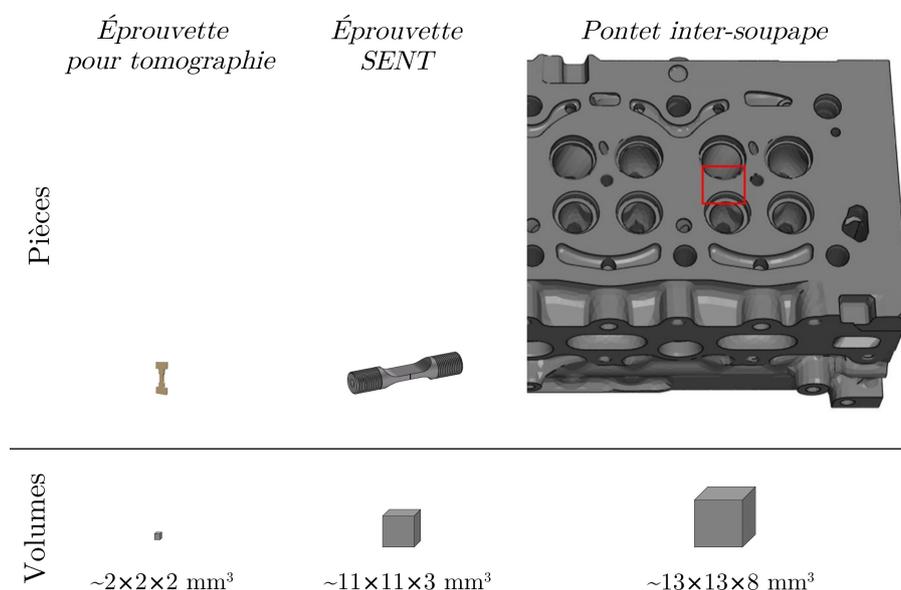


FIGURE 3.17 – Volumes indicatifs des différentes structures étudiées de l'échelle microscopique à celle de la culasse.

### 3.4.1 Propagation de fissure

#### 3.4.1.1 Analyse de surface *in situ*

Les essais de fissuration menés sur éprouvettes SENT permettent de suivre, cycle par cycle, le développement de fissures en surface comme expliqué au chapitre 2. Le microscope ne pouvant être déplacé pendant l'essai, il a été choisi d'avoir un champ de vue relativement large ( $\approx 6$  mm) afin de pouvoir suivre la propagation des fissures sur la zone la plus grande possible. Ce choix a inévitablement des répercussions sur la qualité des images : la taille de pixel est ici de  $5 \mu\text{m}$ . Si l'on considère que la résolution spatiale est de l'ordre de 2,3 pixels (critère échantillonnage de Nyquist) [WEB 95], elle est alors dans notre cas de  $11,5 \mu\text{m}$ . La régulation thermique entraîne des variations de luminosité qui sont visibles sur les images. Ces variations de l'éclairage, couplées à la résolution, font que la localisation de la pointe de fissure est approximative puisque leur ouverture est de l'ordre du micromètre. Ceci constitue une des limitations du montage expérimental utilisé ; la localisation de la pointe de fissure ne pourra être aussi précise que sur les essais réalisés sous rayonnement synchrotron.

La démarche proposée pour exploiter les essais sous tomographe va être reconduite pour ces essais de fissuration. Le comportement des fissures étant le même d'un essai à l'autre, la discussion se concentrera, dans la suite de cette section, sur quelques éprouvettes (PMP et PMP+CIC) représentatives. Les chargements appliqués aux éprouvettes sont détaillés au chapitre 2 dans le tableau 2.1.

La figure 3.18 montre à différents nombres de cycles la fissure observée en surface de l'éprouvette A\_A1H constituée du matériau PMP. Bien que pré-entaillée, il est nécessaire de solliciter l'éprouvette pendant 152 cycles pour détecter un amorçage de fissure en pointe d'entaille (marqueur **a**). Le chemin de fissuration est remarquablement chahuté comme le montre l'image à  $N=546$  cycles. Ce type de trajectoire est caractéristique de l'existence de fortes interactions entre la fissure et la microstructure. La première interaction fissure/microstructure est ainsi visible au niveau des marqueurs **b** et **c**. Une fois la fissure principale amorcée, une micro-fissure (**b**) s'amorce de part et d'autre de la cavité de retrait qui est située à environ 600 micromètres de l'entaille (figure 3.18). La fissure principale coalesce (**c**) avec cette nouvelle fissure (qui s'est elle même propagée) à  $N=300$  cycles. On constate que cette seconde fissure croît rapidement entre  $N=214$  et  $N=300$  cycles. Cette coalescence de fissures a probablement lieu plus tôt à cœur de l'éprouvette mais n'est pas visible en surface. Le marqueur **d** illustre la bifurcation brutale de la fissure. On constate sur l'image prise à  $N=400$  cycles une zone plus brillante en dessous du marqueur **d** due à une désorientation résultant d'une forte déformation locale qui modifie la réflexion de la lumière émise par les lampes du four. La comparaison des états à  $N=400$  et  $N=480$  cycles permet de montrer que la fissure traverse cette zone de surbrillance. Des amorçages secondaires sont aussi observables en amont de la zone étudiée : une dans la matrice (marqueur **e**) et une sur le pore situé en **f**. La fissure finale intercepte ces deux nouvelles micro-fissures.

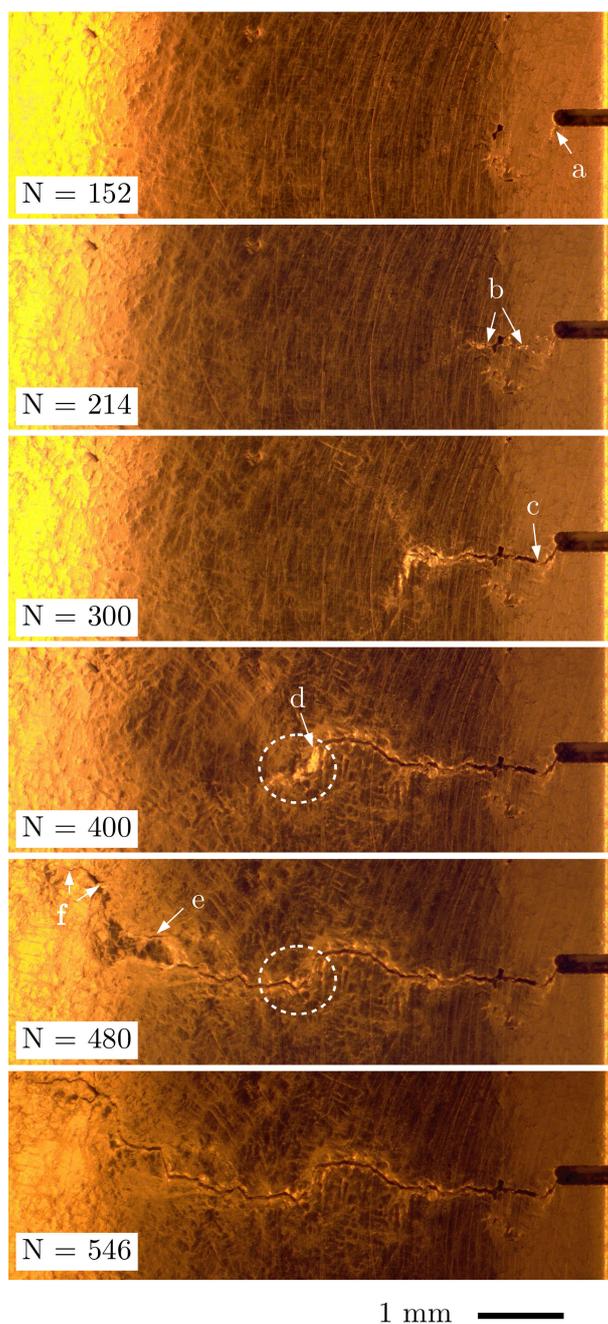


FIGURE 3.18 – Observation au microscope optique de la propagation de la fissure principale à la surface de l'éprouvette A\_A1H (matériau PMP) au cours de l'essai de propagation. Les images sont prises à charge maximale. Les marqueurs allant de *a* à *f* indiquent les sites où les événements principaux ont lieu (voir détails dans le texte).

La figure 3.19 propose une analyse identique à la figure 3.18 mais pour le matériau PMP+CIC qui ne présente aucun pore (éprouvette B\_A2). Comme pour le matériau

PMP, l'amorçage de la fissure principale ne s'observe qu'à partir de plusieurs centaines de cycles (**a'**). Bien qu'il n'y ait pas de pore dans le matériau, plusieurs amorçages secondaires ont pourtant lieu. Les principaux sont marqués par les flèches **b'**, **d'** et **f'**. Les lieux où il y a coalescence entre la fissure principale et les fissures secondaires correspondent aux sites où la trajectoire de la fissure montre des bifurcations locales très élevées pouvant atteindre  $\approx 90^\circ$ , par exemple, au niveau du marqueur **c'** de la figure 3.18.

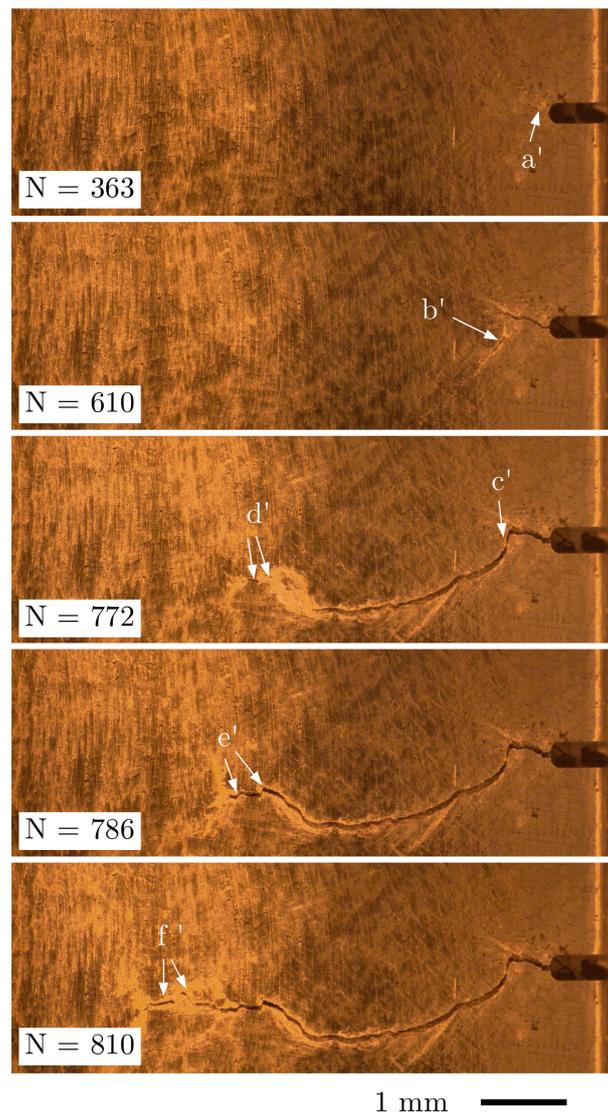


FIGURE 3.19 – Propagation de la fissure principale à la surface de l'éprouvette B\_A2 (matériau PMP+CIC) à charges maximales. Les marqueurs allant de **a'** à **f'** indiquent les sites où les événements principaux ont lieu.

### 3.4.1.2 Protocole de mesure

Compte tenu du caractère discontinu de la propagation des fissures (dû aux événements de coalescence) une méthode de mesure de la longueur de fissure  $a$ , a été mise au point. Bien que la longueur projetée de la fissure soit classiquement utilisée pour mesurer  $a$ , une longueur curviligne a été préférée afin de prendre en compte les fortes déviations de la fissure observées. Ce protocole est détaillé sur la figure 3.20. Au cycle  $i$ , un point  $P_i$  (défini par ses coordonnées  $x_i$  et  $y_i$ ) est placé à l'emplacement de la pointe de fissure (tel que détecté au mieux optiquement via l'ouverture de la fissure). La longueur de la fissure à l'instant  $t$  est définie par la relation :

$$a_t = \sum_{i=1}^t [P_{i-1}P_i] \quad (3.1)$$

où  $[P_{i-1}P_i]$  est la longueur du segment  $P_{i-1}P_i$  calculée par la formule

$$[P_{i-1}P_i] = \sqrt{(x_i - x_{i-1})^2 + (y_i - y_{i-1})^2} \quad (3.2)$$

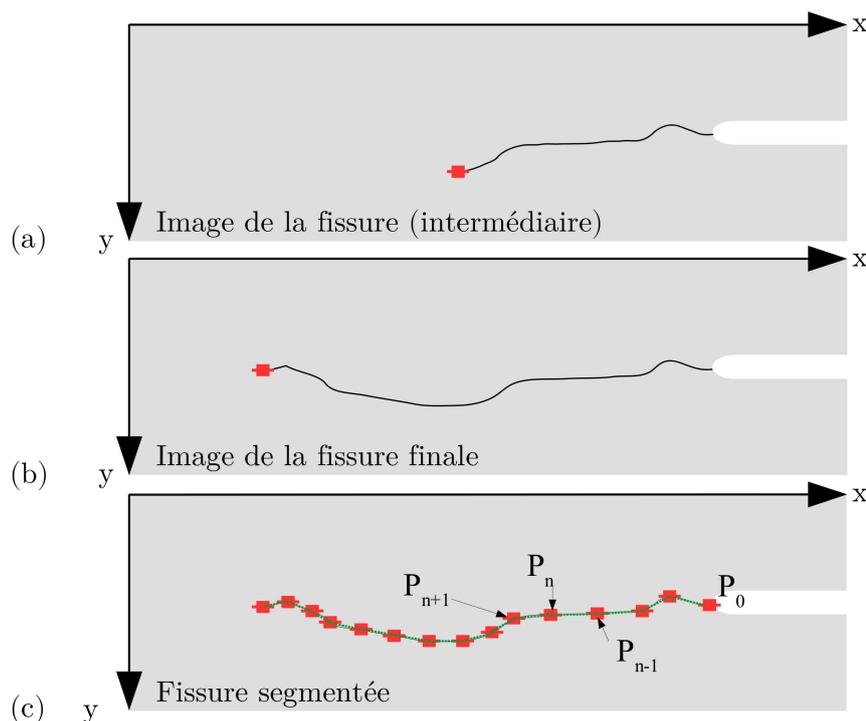


FIGURE 3.20 – Protocole de mesure de la longueur de fissure à partir des images prises en surface.

Une fois la méthode de mesure fixée, il reste à choisir comment le segment  $P_{i-1}P_i$  est défini pour quantifier la vitesse de propagation. La figure 3.21 montre, pour une même éprouvette, les longueurs de fissure et les vitesses de propagation estimées pour 3 différentes définitions de la longueur du segment  $P_{i-1}P_i$ .

1. Une première méthode consiste à choisir des images tous les  $N$  cycles (avec  $N$  constant). La longueur du segment  $\Delta a$  est alors variable.
2. La seconde technique consiste à choisir les images pour avoir un  $\Delta a$  fixé à environ  $100 \mu\text{m}$ . Les coalescences de fissures ne sont pas prises en compte.
3. La dernière méthode est identique à la seconde mais le  $\Delta a$  est fixé à  $200 \mu\text{m}$ .

Dans les trois cas, l'évolution de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles est peu sensible à la méthode de mesure. Cependant, les vitesses de fissuration le sont. La méthode numéro 1 révèle une dispersion s'étalant sur deux décades qui est principalement due aux effets de coalescence de fissure. Les méthodes 2 et 3 semblent plus aptes à donner une vitesse moyenne de propagation. La dispersion sur les vitesses mesurées ( $\approx$  une décade) à l'aide de la deuxième méthode ( $\Delta a = 100 \mu\text{m}$ ) s'explique par un pas certainement trop faible pour parvenir à moyennner les effets dus aux éléments microstructuraux. Cette mesure est en effet très sensible aux ruptures de phases secondaires puisque  $100 \mu\text{m}$  est une taille typique de la largeur des zones eutectiques, des phases  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  et des intermétalliques (même si certains sont encore plus grands). La dernière méthode, quoique moins précise, est préférée pour la suite de l'étude. C'est une échelle supposée raisonnable par rapport au problème de structure. Les vitesses résultantes restent toutefois encore sensibles aux interactions avec la microstructure.

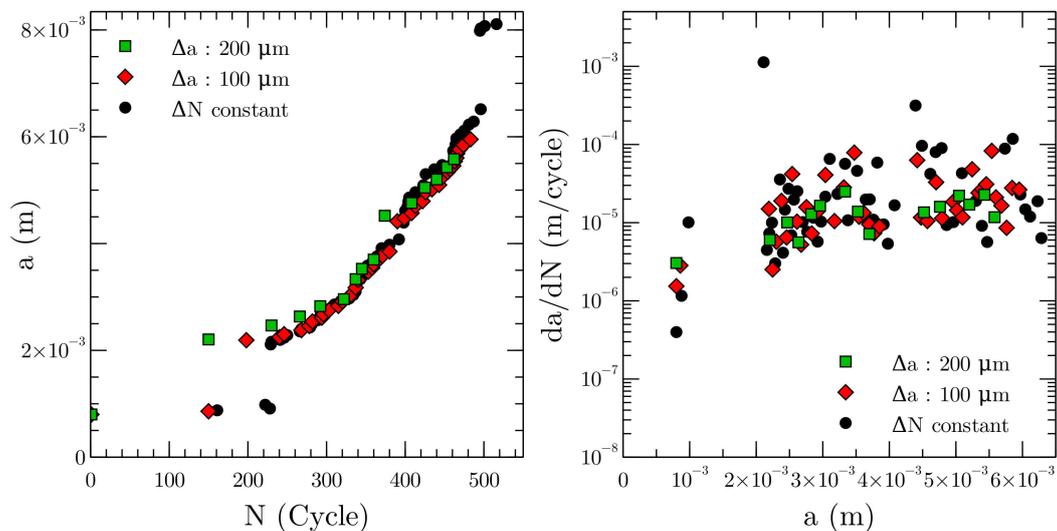


FIGURE 3.21 – Influence de la méthode de mesure sur la longueur de fissure  $a$  et sur la vitesse de propagation de l'éprouvette A\_A1H.

### 3.4.1.3 Résultats de fissuration

Les deux lots d'éprouvettes testées dans ce projet ont été présentés au chapitre 2. Le lot A correspond au matériau PMP alors que le lot B correspond au matériau PMP+CIC. La figure 3.22 montre l'évolution des contraintes nominales en fonction du nombre de

cycles. Globalement celles-ci chutent lorsque la fissure se propage. Les oscillations visibles sur la courbe noire (éprouvette A\_B2B) de la figure 3.22a sont dues aux faibles niveaux de déformations imposés ( $\Delta\varepsilon/2 = 0,0625\%$ ). Cette déformation se situe à la limite de la gamme d'utilisation de l'extensomètre haute température que nous avons utilisé : le bruit de mesure est donc important sur cet essai. Puisque la déformation imposée est "imprécise", la contrainte résultante l'est aussi. L'évolution globale de la contrainte est toutefois logique compte tenu du chargement appliqué à l'éprouvette A\_B2B. La figure 3.22b révèle toutefois une anomalie pour l'éprouvette B\_A1 : l'amplitude de contrainte de la courbe B\_A1 est inférieure à celle des courbes B\_A5 et B\_A2. Un "problème" lors de l'essai est suspecté pour l'échantillon B\_A1<sup>1</sup>.

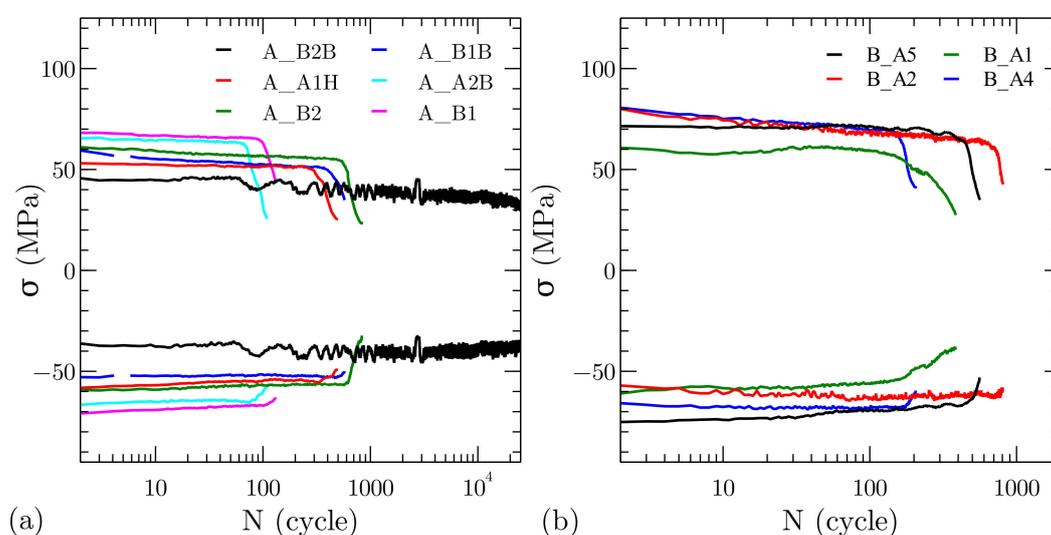


FIGURE 3.22 – Évolution des contraintes maximales et minimales pour les éprouvettes (a) contenant des pores (lot A) et (b) celles sans pores (lot B) en fonction du nombre de cycles.

La figure 3.23 présente les contraintes nominales en fonction des déformations mécaniques en début d'essai (2<sup>ème</sup> ou 3<sup>ème</sup> cycle). Pour le matériau PMP (figure 3.23a), la taille des boucles contraintes/déformations peut être en première approche directement reliée aux durées de vie ; plus celles-ci sont grandes, plus les fissures se propagent rapidement. Les formes des boucles sont similaires pour les essais à  $\Delta\varepsilon/2 = 0,125\%$ . Le même constat est fait pour les éprouvettes du matériau PMP+CIC (voir figure 3.23b). L'erreur soulevée pour l'éprouvette B\_A1 est confirmée sur cette figure.

Les évolutions des longueurs des fissures des éprouvettes SENT des deux lots sont tracées en fonction du nombre de cycles sur les figures 3.24 et 3.25. On constate sans

1. Nous verrons au paragraphe 3.4.2.1 qu'une seconde fissure, détectée *post mortem*, s'est amorcée hors du champ de vue. Nous n'avons cependant aucune indication ni sur le moment où celle-ci est apparue ni sur l'évolution de sa taille lors du cyclage. Si l'amorçage a eu lieu dès la première mise en charge, il semble cohérent que la contrainte nominale soit plus faible que prévu puisque les efforts de réaction sont plus faibles.

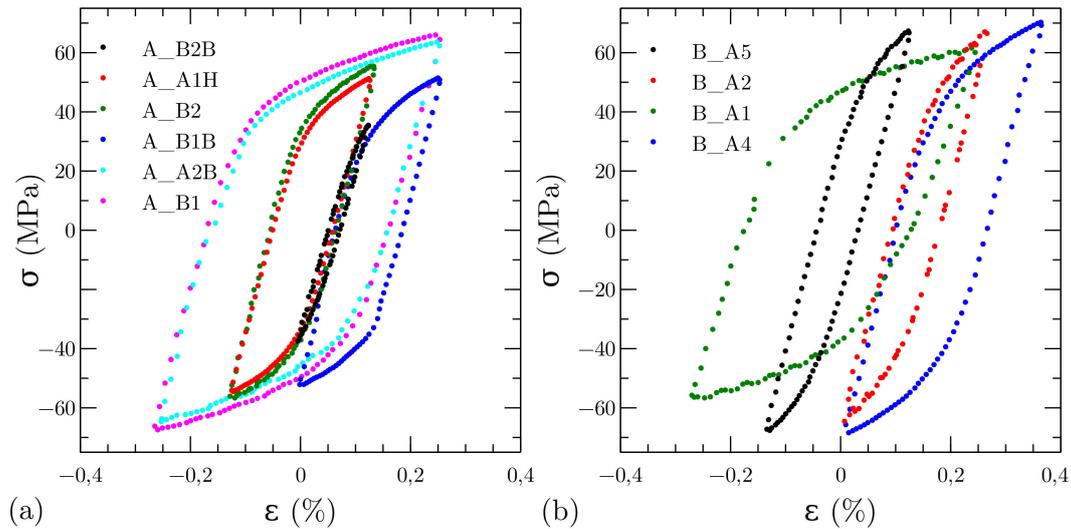


FIGURE 3.23 – Superposition des boucles contraintes/déformations pour les éprouvettes (a) contenant des pores (lot A) et (b) celles sans pores (lot B) lors du 2<sup>ème</sup>/3<sup>ème</sup> cycle.

surprise pour les deux matériaux que les durées de vie les plus longues correspondent aux essais où les amplitudes de déformation sont les plus faibles. Dans le cas du matériau PMP, toutes les durées de vie sont comprises dans l'intervalle de 100 à 800 cycles sauf pour les éprouvettes A\_B2B et A\_A2B. Dans le cas de A\_B2B, le chargement est globalement élastique pendant plus de 15000 cycles avant de rentrer en régime de plasticité généralisée. Dans les autres cas, les durées de vies sont plus courtes car les chargements sont fortement plastiques comme le montre la figure 3.23a. La mesure de la longueur de la fissure de l'éprouvette A\_A2B est limitée à 2 mm de propagation. Par la suite, l'endommagement en pointe de cette fissure est tel que sa longueur évolue bien trop rapidement entre deux cycles pour permettre une mesure fiable. Pour le lot A, on remarque aussi que pour une amplitude de déformation  $\Delta\varepsilon/2 = 0,125\%$  (éprouvettes A\_A1H, A\_B2 et A\_B1B) les durées de vies sont sensiblement les mêmes et cela quel que soit le rapport de déformation  $R_\varepsilon$ .

Le nombre d'éprouvettes SENT usinées dans le matériau PMP+CIC étant limité, les quatre chargements ont été choisis de manière à pouvoir être comparés à ceux du lot A. Le chargement le plus faible (éprouvette A\_B2B) n'a toutefois pas été reconduit puisqu'il a conduit à une faible plasticité macroscopique en présence de pores. Pour une même amplitude de déformation (éprouvettes B\_A5 et B\_A2 par exemple), les pentes (vitesses) sont proches même si les amorçages sont plus précoces à  $R_\varepsilon = -1$ .

Les vitesses de fissuration obtenues à partir des longueurs de fissures pour  $\Delta a = 200 \mu\text{m}$  sont tracées sur la figure 3.26 et 3.27. Dans le cas du matériau PMP les tendances observées sur les courbes  $a(N)$  sont confirmées. Les vitesses les plus importantes correspondent aux essais où les déformations imposées sont les plus importantes. L'essai A\_A2B n'est pas utilisé puisque la mesure de la taille de la fissure n'est possible qu'au début de la fissuration ( $a < 2 \text{ mm}$ ). Dans le cas d'un chargement où la déformation plastique reste faible (voir

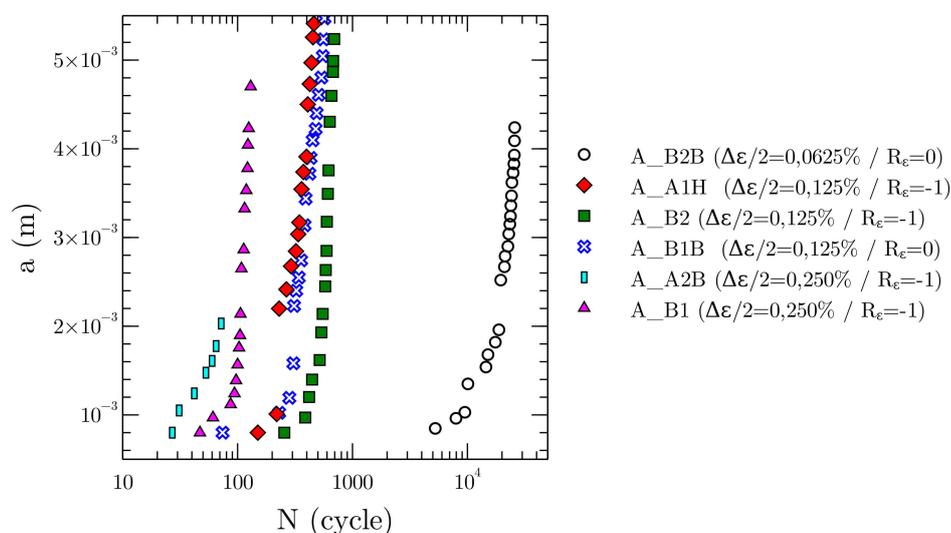


FIGURE 3.24 – Évolution de la longueur des fissures des éprouvettes du lot A (PMP).

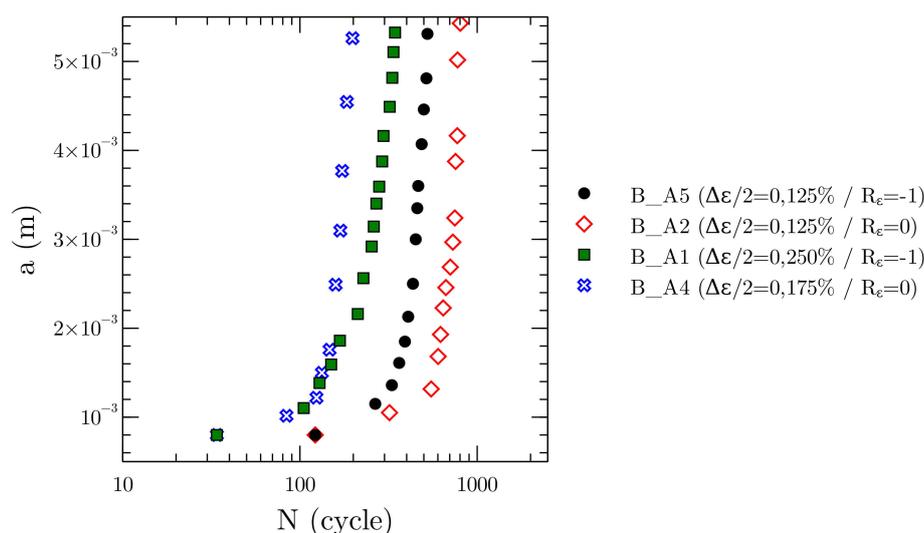


FIGURE 3.25 – Évolution de la longueur des fissures des éprouvettes du lot B (PMP+CIC).

tableau 3.2), la vitesse de propagation est de l'ordre de  $10^{-7}$  m/cycle (éprouvette A\_B2B) alors que pour les autres elles sont supérieures à  $5 \cdot 10^{-5}$  m/cycle (dépassant même les  $10^{-4}$  m/cycle pour l'éprouvette A\_B1). Les vitesses de propagation apparaissent donc sensibles à l'amplitude de déformation, alors que les oscillations de vitesse ne permettent pas de conclure sur l'influence du rapport de déformation. Une accélération des fissures est observable tant que  $a < 2$  mm, ensuite les pentes des courbes sont relativement faibles et une vitesse seuil semble être atteinte. Cependant lorsque le chargement est élastique (A\_B2B) une seconde accélération est notable quand  $a > 3,6$  mm : la chargement devient alors fortement plastique. Dans le tableau 3.2,  $N_f$  est correspond au nombre de cycles

pour atteindre une fissure de longueur  $a = 5,5$  mm.

| Matériau | Éprouvette | $\Delta\varepsilon/2$ | $\varepsilon_{max}$ | $R_\varepsilon$ | $\Delta\varepsilon_p^{max}$ (%) | $\Delta\sigma^{max}/2$ | $N_i/N_f$ |
|----------|------------|-----------------------|---------------------|-----------------|---------------------------------|------------------------|-----------|
| PMP      | A_B2B      | 0,0625 %              | 0,125 %             | 0               | 0,02                            | 38 MPa                 | 5 %       |
|          | A_A1H      | 0,0125 %              | 0,125 %             | -1              | 0,11                            | 55 MPa                 | 31 %      |
|          | A_B2       | 0,125 %               | 0,125 %             | -1              | 0,12                            | 58 MPa                 | 35 %      |
|          | A_B1B      | 0,125 %               | 0,250 %             | 0               | 0,12                            | 54 MPa                 | 13 %      |
|          | A_A2B      | 0,250 %               | 0,250 %             | -1              | 0,33                            | 67 MPa                 | 33 %      |
|          | A_B1       | 0,250 %               | 0,250 %             | -1              | 0,33                            | 70 MPa                 | 36 %      |
| PMP+CIC  | B_A5       | 0,125 %               | 0,125 %             | -1              | 0,08                            | 71 MPa                 | 23 %      |
|          | B_A2       | 0,125 %               | 0,250 %             | 0               | 0,09                            | 68 MPa                 | 15 %      |
|          | B_A1       | 0,250 %               | 0,250 %             | -1              | 0,30                            | 62 MPa                 | 9 %       |
|          | B_A4       | 0,175 %               | 0,350 %             | 0               | 0,17                            | 73 MPa                 | 17 %      |

Tableau 3.2 – Principaux résultats des essais de fissuration SENT.

Les courbes de la figure 3.27 sont semblables à celles de la figure 3.26 bien que les différences de vitesse entre les différents chargements soient moins marquées. Les vitesses de propagation mesurées sur l'éprouvette B\_A1 sont faibles : ce qui corrobore l'anomalie mentionnée précédemment pour cette éprouvette. Cette éprouvette sera malgré tout utilisée pour identifier les mécanismes d'endommagement qui ont mené à la rupture de l'éprouvette.

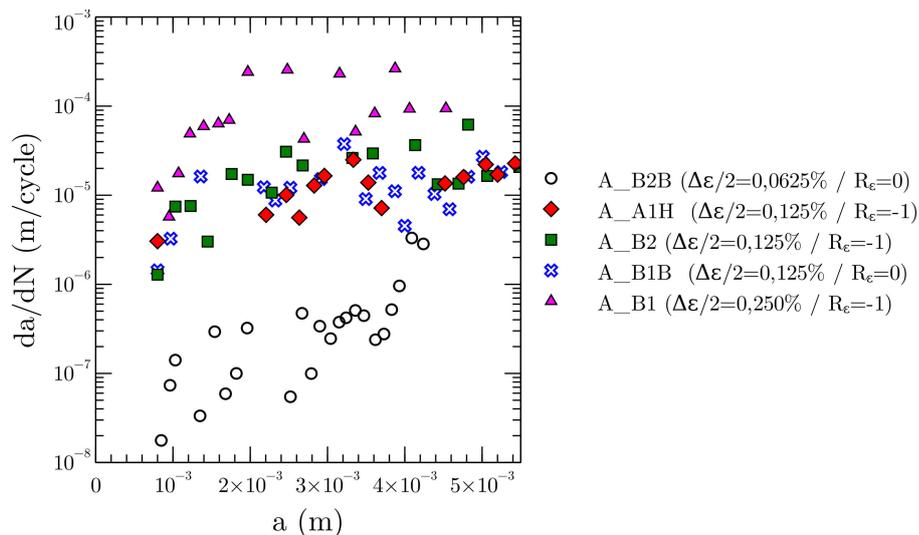


FIGURE 3.26 – Évolution de la vitesse de fissuration des éprouvettes du lot A (PMP).

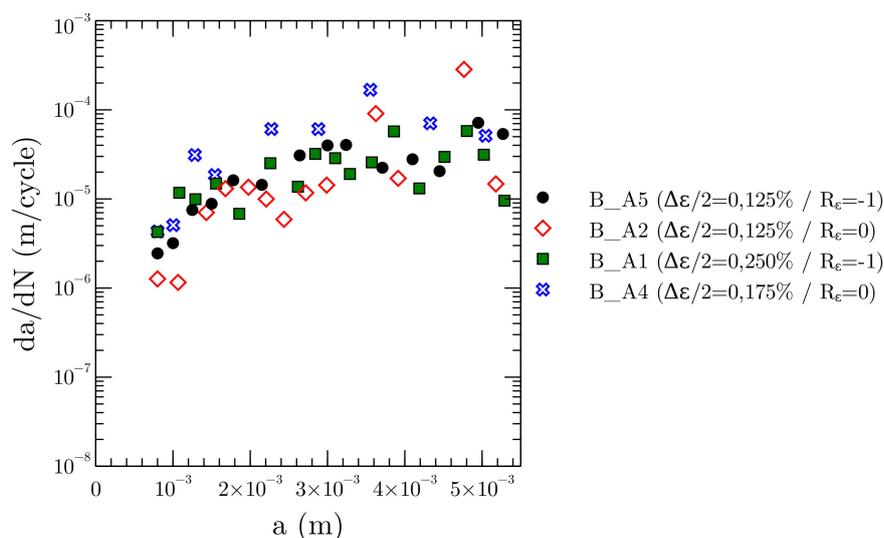


FIGURE 3.27 – Évolution de la vitesse de fissuration des éprouvettes du lot B (PMP+CIC).

### 3.4.2 Chemin de fissuration

#### 3.4.2.1 Analyse de surface

Le figure 3.28 montre la surface d'une éprouvette PMP contenant des pores (éprouvette B\_A1) alors que la figure 3.29 montre la fissure dans un échantillon sans pore PMP+CIC (éprouvette A\_A1H). Dans les deux cas les sous-figures (a) correspondent aux faces filmées lors des essais ayant permis la mesure de longueur de fissure en fonction du nombre de cycles. Les sous-figures (b) montrent les faces opposées. Les autres sous-figures correspondent à l'agrandissement de zones d'intérêt. Ces images sont des assemblages de métallographies optiques réalisées à l'aide d'un microscope numérique KEYENCE VHX-1000 équipé d'un objectif Z100. L'axe vertical de ce microscope est robotisé et permet l'acquisition d'une série d'images pour différentes distances échantillon/objectif. Cela permet de reconstruire, à l'aide d'un module intégré au microscope, des images nettes des zones où le relief est important : zones fortement déformées, bords des fissures et zones riches en phases dures. Ces images permettent d'analyser *post mortem* l'ensemble des faces des éprouvettes SENT afin de pouvoir mieux comprendre le comportement des fissures et tout particulièrement ses interactions avec les éléments de la microstructure.

La propagation de la fissure dans l'éprouvette A\_A1H, présentée à la figure 3.28, a déjà été analysée (pour sa face filmée) précédemment à la figure 3.18 ; les événements se produisant au cours de la propagation, peuvent être repérés sur la figure 3.28. Sur les deux faces la fissure paraît sensible à la présence de pores. La fissure les intercepte, quitte à dévier fortement de sa trajectoire initiale. Il arrive aussi, en présence de cavités de retrait, que la fissure se sépare en deux branches au niveau du défaut avant de reformer une fissure unique une fois cette zone traversée. Cela est mis en évidence sur la face (b) de l'éprouvette à proximité de l'entaille. Les autres déviations sont dues à la microstructure. On constate

que la morphologie de la fissure n'est ainsi pas similaire sur les deux faces. Sur la face opposée, la fissure bifurque moins et est moins longue : 6,8 mm contre 8,6 mm en longueur curviligne. Cette différence de longueur s'explique par la formation d'une fissure secondaire en pointe de la fissure principale sur la face filmée (voir figure 3.18). Les zones encadrées (c à h) montrent que la fissure se propage principalement dans les zones riches en particules dures. Les figures 3.28c et 3.28g montrent alors des segments de fissure rectilignes. Dans le premier cas la fissure s'est propagée le long d'une large phase interdendritique  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, tandis que pour le second cas, c'est dans une zone eutectique principalement constituée de particules de silicium. Les autres grossissements présents sur la figure 3.28 illustrent des zones où la fissure a bifurqué brusquement et où des embranchements se sont formés. La topologie locale de la microstructure eutectique semble expliquer ces changements de direction.

Dans le cas du matériau PMP+CIC la fissure est toujours fortement influencée par la microstructure locale (voir figures 3.29c, 3.29d et 3.29e). Par contre, l'absence de pore la rend globalement moins irrégulière. Dans le cas particulier de l'éprouvette B\_A1, une seconde fissure "principale" s'est amorcée sur le coté opposé à l'entaille (surface polie), figure 3.29a. Son amorçage est le résultat de la rupture d'une phase eutectique de grande taille. Cette fissure se propage globalement horizontalement avant de bifurquer en raison de l'interaction mécanique avec la première fissure. Les fortes déviations "macroscopiques" des fissures semblent être liées à l'apparition de fissures secondaires et donc à une forte modification du champ mécanique en pointe de fissure. Ceci est illustré, en cours d'essai, sur la figure 3.19 au niveau du marqueur b'.

L'ensemble de ces observations permet d'affirmer que globalement, ce sont les pores qui pilotent la propagation de fissure, mais que plus localement le chemin de fissuration est guidé par la rupture des particules dures en pointe de fissure. Les ruptures d'apparences cristallographiques (facettes) sont rares. La cartographie EBSD de la figure 3.30 a été réalisée sur la face non filmée de l'éprouvette A\_A2B. La surface a été préparée par polissage manuel avec une solution diamantée polycristalline et a ensuite subi un polissage vibratoire de 48h dans un mélange d'eau et d'OPS (Struers). On constate que la fissure se propage en traversant les grains ainsi que des zones eutectiques inter-granulaires. Lorsque deux grains orientés différemment sont fortement sollicités, la localisation de la déformation au joint de grains devient importante, ce qui amène à la rupture naturelle des particules de cette zone eutectique. Quand les fissures traversent un grain, cela se produit principalement par propagation le long de particules dures.

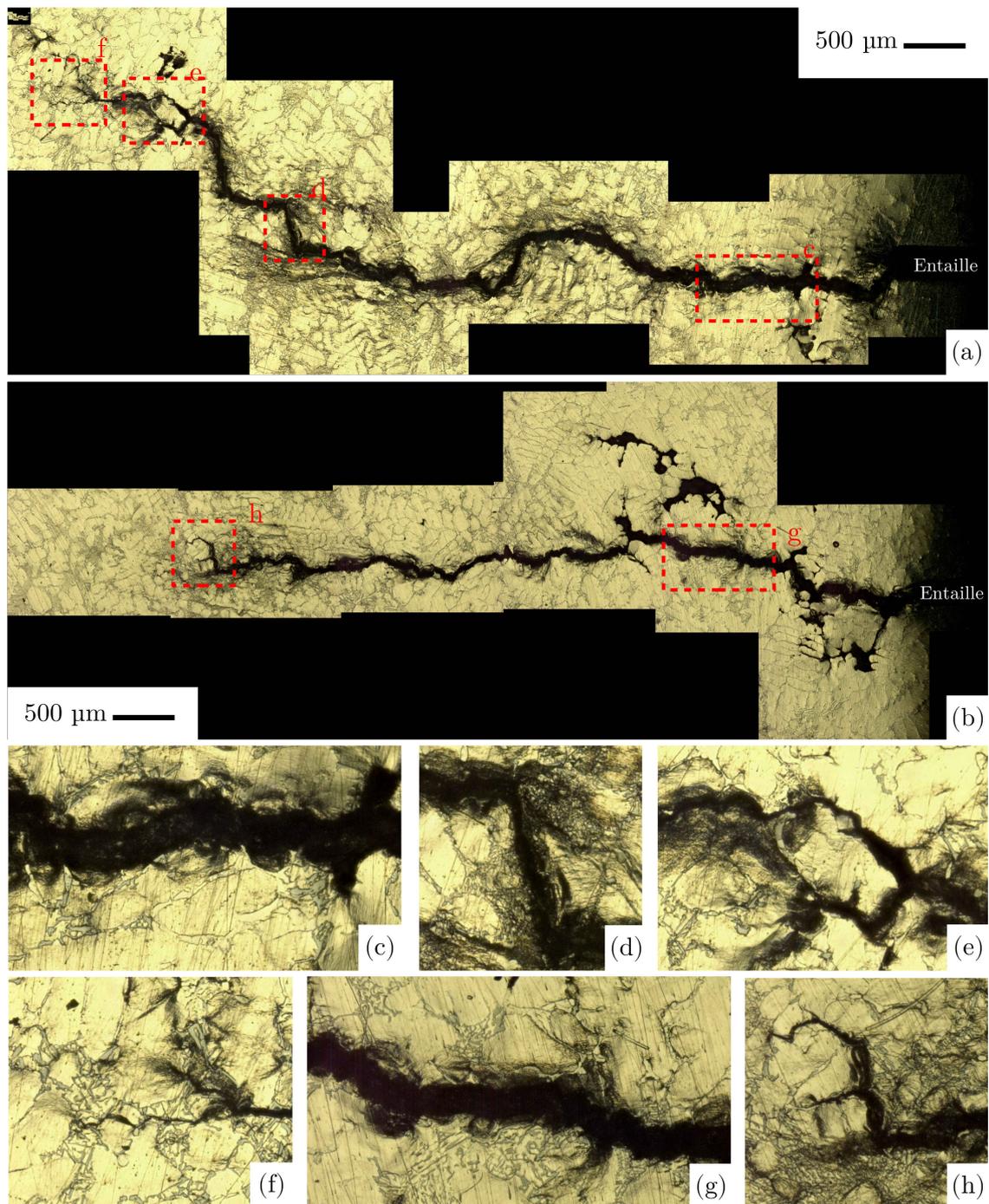


FIGURE 3.28 – Micrographies optique *post mortem* de (a) la face filmée et (b) la face opposée de l'éprouvette A\_A1H (Lot A). Les sous-figures (c), (d), (e), (f), (g) et (h) sont des grossissements des zones repérées par les cadres en pointillé.

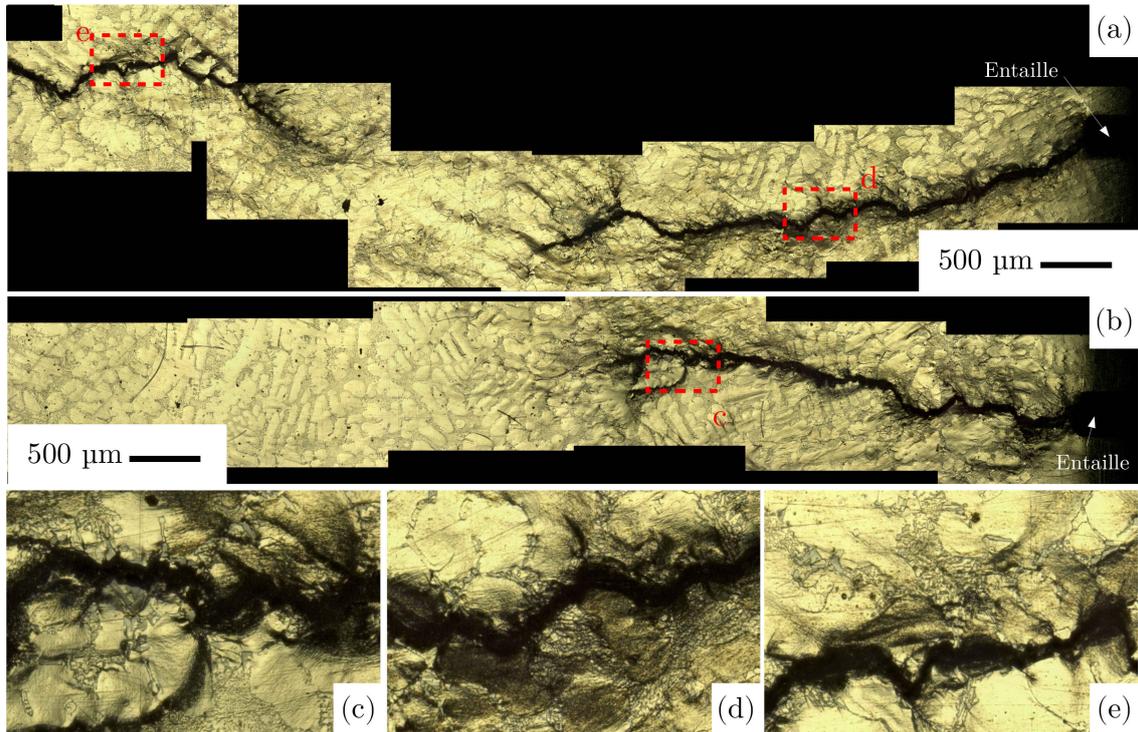


FIGURE 3.29 – Micrographies optique *post mortem* de (a) la face filmée et (b) la face opposée de l'éprouvette B\_A1 (Lot B). Les sous-figures (c), (d), et (e) sont des grossissements des zones ciblées par les cadres en pointillé.

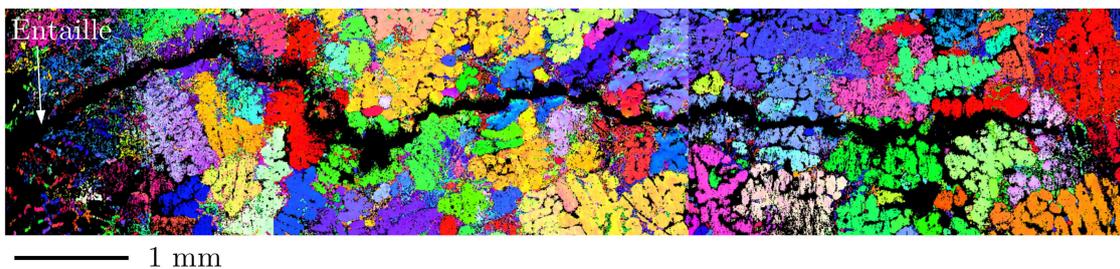


FIGURE 3.30 – Assemblage de cartographies EBSD (IPF Y) *post mortem* de l'éprouvette A\_A2B. La face analysée est la face opposée : l'entaille est située à gauche.

### 3.4.2.2 Aspect des fissures en trois dimensions

Les éprouvettes SENT ont toutes été tomographiées *post mortem*. Ces tomographies ont été effectuées au laboratoire MATEIS sur un tomographe de laboratoire GE Phoenix V|Tome|X équipé d'une source microfoyer. Le diamètre de l'éprouvette (12 mm) limite l'acquisition à des tailles de voxel relativement grandes comparées à ce que l'on souhaite observer (ouverture en pointe de fissure). La taille de voxel a donc été fixée à  $7 \mu\text{m}$  et les

scans ont été réalisés avec une tension d'accélération de 80 kV et un courant de 180  $\mu\text{A}$ . Si la résolution des images ne permet pas de clairement distinguer la pointe de fissure, les pores de grande dimension (figure 3.31) et les phases riches en cuivre ou en fer de grandes tailles peuvent être distinguées (figures 3.32 et 3.33).

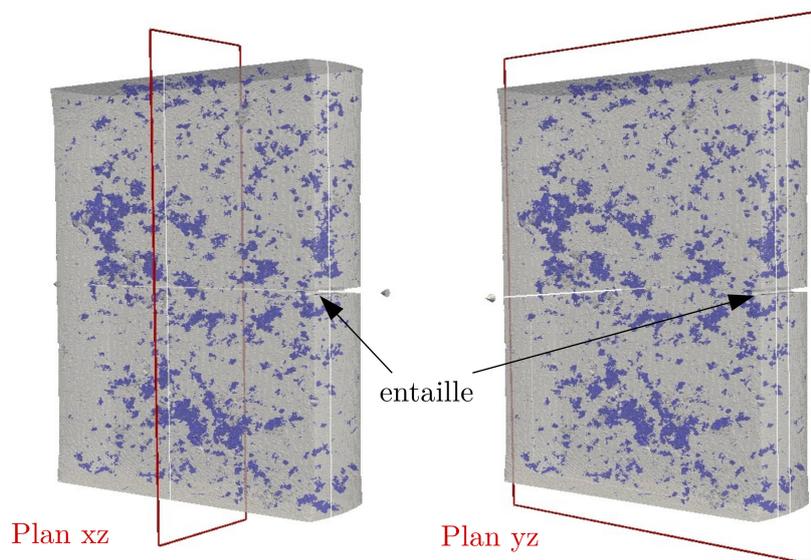


FIGURE 3.31 – Vues 3D d'une éprouvette de fissuration montrant les pores (bleu) ainsi que les plans dans lesquels les coupes de tomographies des figures 3.32 et 3.33 seront extraites. Les volumes correspondent à l'éprouvette A\_A2B : les pores apparaissent en bleu et les surfaces de la zone utile de l'éprouvette en gris.

La figure 3.32 montre des coupes tomographiques extraites dans des plans orthogonaux à la direction de propagation de la fissure (coplanaire au plan XZ de la figure 3.31). La sous-figure (a) est placée au niveau de l'entaille et les autres s'en éloignent progressivement jusqu'à se rapprocher du front de la fissure sur la sous-figure (f). L'ensemble de ces images met clairement en évidence les interactions fissures/pores : la fissure intersecte progressivement la plupart des pores qui se situent non loin de son front. Dans une même coupe, les bifurcations de la fissure conduit à des variations de hauteur supérieures à 1 mm. Localement on constate que la fissure suit certaines des phases  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  (en blanc).

La figure 3.33 représente des coupes dans des plans contenant la direction de propagation de la fissure (coplanaire au plan YZ de la figure 3.31). La sous-figure (a) est localisée proche de la surface filmée, la sous figure (b) est située au cœur de l'éprouvette alors que la sous figure (c) est située sous la surface opposée. Des observations identiques peuvent être réalisées et confirment le rôle des pores dans le chemin global de la fissure.

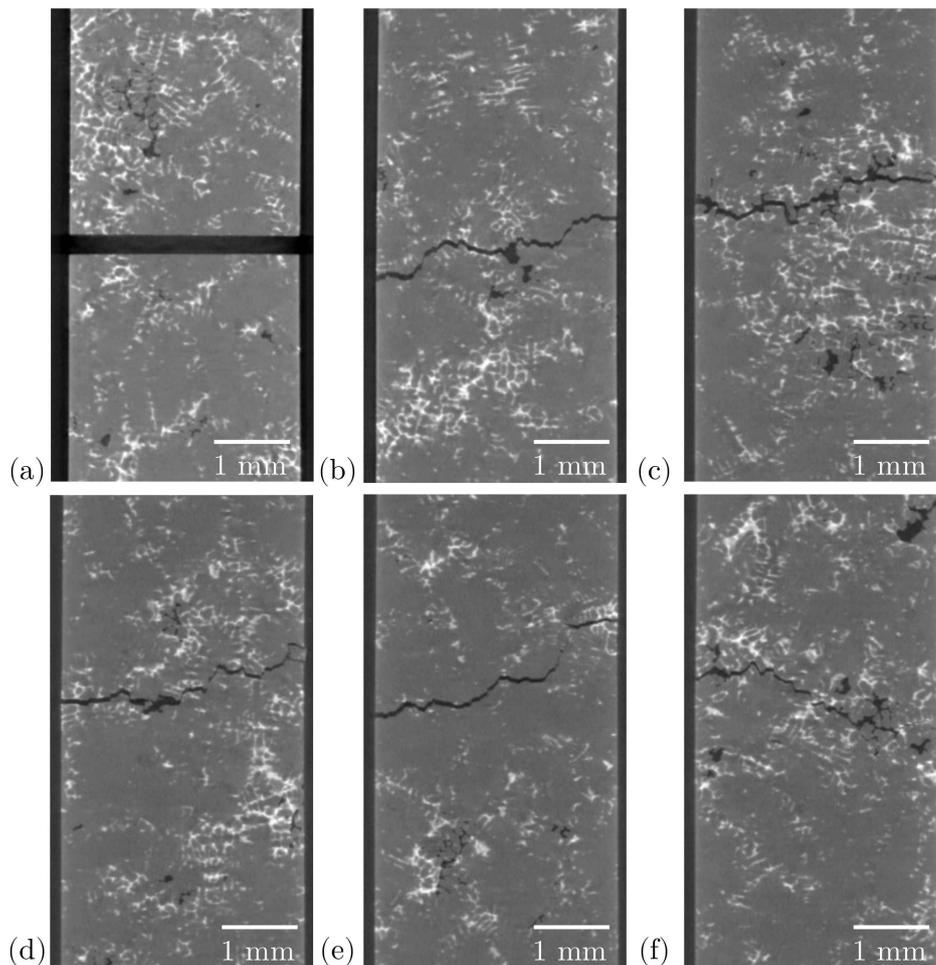


FIGURE 3.32 – Coupes tomographiques parallèles au plan  $xz$  de la figure 3.31 montrant l'interaction de la fissure avec les éléments microstructuraux.

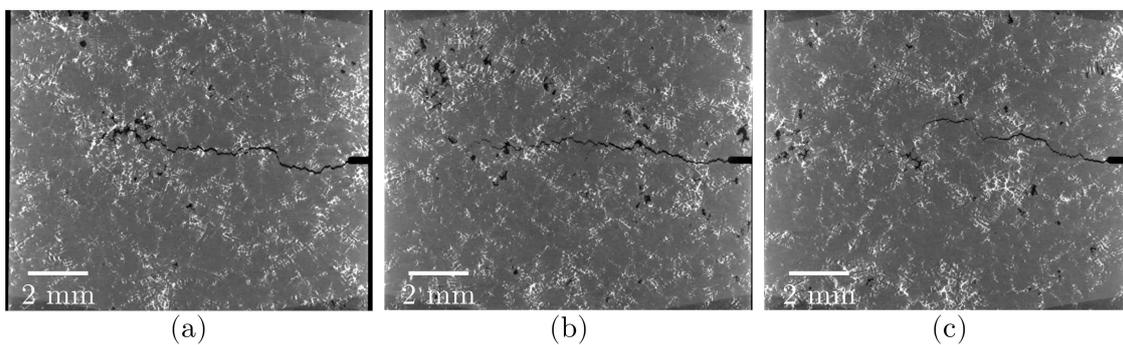


FIGURE 3.33 – Coupes tomographiques parallèles au plan  $yz$  de la figure 3.31 montrant l'interaction de la fissure avec les éléments microstructuraux.

### 3.4.2.3 Champs de déformation en surface

Les images enregistrées lors de la propagation des fissures présentent suffisamment de marqueurs pour permettre de réaliser une mesure de champs de déplacement par corrélation d'images afin d'obtenir les champs de déformations locaux. Toutefois les variations d'éclairage qui ont lieu sur un cycle ou les surbrillances résultantes de la forte déformation plastique de certaines zones rendent difficile ce type de mesures qui n'est pas possible pour tous les essais. On ne décrira ici que le cas particulier de l'éprouvette B\_A4 (PMP+CIC,  $\varepsilon_{max} = 0,350\%$  et  $R=0$ ).

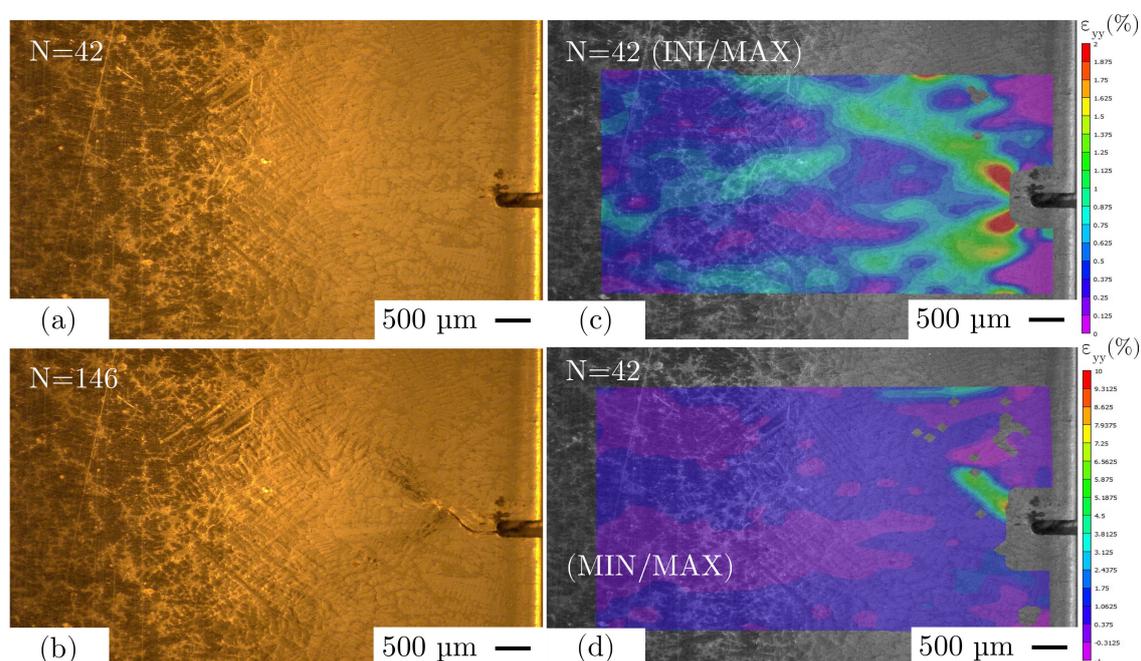


FIGURE 3.34 – Analyse des champs de déformation (en surface) de l'éprouvette B\_A4 après 42 cycles (a) permettant d'identifier la zone fissurée et après 146 cycles (b). La déformation entre l'image de référence ( $N=0$ ) et celle correspondant au maximum de déformation à  $N=42$  est calculée sur l'image (c). La figure (d) correspond à la déformation entre le minimum et le maximum de déformation du cycle 42.

La corrélation est effectuée au cycle numéro 42<sup>2</sup> (figure 3.34a). La figure 3.34b montre la fissure après 146 cycles. La corrélation entre la première mise en charge et l'image de l'éprouvette au 42<sup>ème</sup> cycle (lorsque la déformation globale est maximale) montre qu'en point d'entaille la zone très fortement déformée prend la forme de lobes orientés à environ 60°. La zone plastique où la déformation dans la direction de chargement  $\varepsilon_{yy}$  dépasse 1% s'étend sur quasiment 1 mm. De plus, sur le demi-cycle de charge du cycle 42 (figure 3.34d), de très fortes déformations (supérieures à 4 %) se localisent dans une bande. Cette bande correspond exactement à l'endroit où passe la fissure ultérieurement (voir

2. Aucune fissure n'est présente dans la zone de corrélation à  $N=42$  cycles.

figure 3.34b). Des analyses métallographiques complémentaires montrent que cette zone est une zone eutectique intergranulaire. Les valeurs de la déformation dans le reste de l'éprouvette, sur la figure 3.34d sont cohérentes avec la déformation appliquée et mesurée via l'extensomètre ( $\varepsilon_{max} = 0,35\%$ ). Bien que n'ayant pas la résolution nécessaire pour une quantification des niveaux de déformation nécessaires pour rompre localement le matériau (ou les particules secondaires), ces mesures de champs permettent toutefois de mettre en évidence que la rupture du matériau a lieu localement dès que les déformations atteignent quelques pourcents alors que l'allongement à rupture de ce type de matériau à 250°C dépasse 10 %.

### 3.5 Synthèse

Les analyses tridimensionnelles des essais de fissuration *in situ* du matériau PMP ont permis d'identifier les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures. Celles-ci s'amorcent à proximité des cavités de retrait de grandes dimensions au niveau de particules dures. L'essai *in situ* d'une éprouvette compactée à chaud permet de valider la première observation : le rôle des pores est du premier ordre vis-à-vis de l'amorçage de fissures à ces niveaux de chargement.

L'analyse de la propagation des fissures dans l'éprouvette ESRF1\_A4 met par ailleurs en évidence des interactions fissures/pores. Une fois amorcée, la fissure "intersecte" un pore voisin en se propageant principalement à travers le réseau de particules eutectiques. Les essais sur éprouvettes SENT confirment ces observations. De nombreux pores sont observables tout le long du chemin des fissures. Cela signifie que cette interaction fissure/pore observée sur l'éprouvette ESRF1\_A4 n'est pas seulement due à la taille de l'échantillon (fort effet structure). A l'échelle de la pièce industrielle ces interactions ont aussi lieu. De plus, ces fissures "macroscopiques" sont aussi le résultat de la coalescence de fissures de plus faible taille. Des fissures secondaires s'amorcent aussi sur les pores présents dans les éprouvettes SENT. Ces nouvelles fissures coalescent ensuite avec la fissure principale. La thèse de Tabibian avait permis de relier, pour des essais LCF, la durée de vie à une taille de pore [TAB 11]. Nous constatons ici que l'hypothèse est probablement trop restrictive puisque plusieurs pores (où particules) peuvent simultanément permettre l'amorçage de fissures critiques (voir figures 3.9 et 3.29). La criticité de différents défauts réels sera analysée dans le prochain chapitre à l'aide d'une analyse EF.

Les essais de fissuration sur éprouvettes SENT ont permis, pour différents niveaux de chargements, l'estimation des vitesses de propagation. Celles-ci apparaissent principalement sensibles à l'amplitude de déformation : plus  $\Delta\varepsilon/2$  est grand, plus la vitesse de propagation importante. Le chargement local semble toutefois important du point de vue du chemin de fissuration. Les champs de déformations identifiés par corrélation d'images 2D sur les éprouvettes SENT permettent de corréler la localisation des fissures avec les zones très fortement déformées.



## Chapitre 4

# Modélisation de l’amorçage et de la propagation de fissure de fatigue en plasticité généralisée

Les mécanismes d’endommagement, mis en jeux lors de l’amorçage et des phases de propagation des fissures, ont été identifiés expérimentalement à l’aide d’observations en trois dimensions *in situ* et validés lors d’essais de fissuration sur éprouvettes SENT. La première partie de ce chapitre consistera en une revue de la littérature sur les modèles de durée de vie et de propagation en fatigue oligocyclique. L’objectif est de proposer des outils numériques pour modéliser au plus juste les observations expérimentales. Les méthodes de maillage à partir d’images 3D et l’analyse des calculs EF résultant des observations *in situ* seront ensuite exposées. La modélisation se concentrera toutefois sur l’endommagement à partir d’un défaut sans prendre en compte les interactions entre fissures. La dernière partie consistera en la modélisation de la fissuration aux deux échelles d’étude.

### Sommaire

---

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>4.1</b> | <b>Modèles de durée de vie et de vitesse de propagation en fatigue oligocyclique : revue de littérature . . . . .</b> | <b>108</b> |
| 4.1.1      | Modèles de durée de vie . . . . .   | 108        |
| 4.1.2      | Modèle de vitesse de propagation . . . . .  | 110        |
| <b>4.2</b> | <b>Génération de maillages et modèles . . . . .</b>   | <b>112</b> |
| 4.2.1      | Procédure de maillage . . . . .   | 113        |
| 4.2.2      | Définition de la taille de maille dans les zones d’intérêt . . . . .  | 117        |
| 4.2.3      | Conditions limites et chargements . . . . .   | 119        |
| <b>4.3</b> | <b>Simulations EF sur éprouvettes réalistes . . . . .</b>   | <b>121</b> |
| 4.3.1      | Analyse de l’influence de défauts réels (matériau PMP) . . . . .  | 121        |
| 4.3.2      | Analyse de l’influence d’un défaut modèle (matériau PMP+CIC) . . . . .  | 131        |
| <b>4.4</b> | <b>Propagation de fissures . . . . .</b>  | <b>136</b> |
| <b>4.5</b> | <b>Synthèse . . . . .</b>   | <b>140</b> |

---

## 4.1 Modèles de durée de vie et de vitesse de propagation en fatigue oligocyclique : revue de littérature

### 4.1.1 Modèles de durée de vie

La modélisation de la tenue en fatigue oligocyclique d’un matériau ou d’une structure intéresse fortement les communautés scientifiques et industrielles concernées. Les premiers travaux notables sur le sujet sont ceux de Manson et de Coffin dans les années cinquante. Ils proposent (séparément) d’estimer le nombre de cycles nécessaire à l’amorçage macroscopique d’une fissure à partir de l’amplitude de déformation plastique  $\Delta\varepsilon_p$  [MAN 54, COF 54]. Afin d’estimer la durée de vie  $N_f$  d’une éprouvette sollicitée cycliquement à de forts niveaux de contraintes, la relation qui suit est, dans un premier temps, proposée :

$$\Delta\varepsilon_p = A \cdot N_f^{-\beta} \quad (4.1)$$

où  $A$  et  $\beta$  sont des paramètres matériau, bien que  $A$  soit proche de  $1/2$  d’après les travaux de Coffin (loi de Coffin) [COF 54, BAT 13].

Par extension, la décomposition de l’amplitude de déformation totale  $\Delta\varepsilon_t$  en une partie élastique  $\Delta\varepsilon_e$  et une partie plastique permet d’améliorer le modèle précédent, qui prend donc la forme :

$$\Delta\varepsilon_t = \Delta\varepsilon_e + \Delta\varepsilon_p = A \cdot N_f^{-a} + B \cdot N_f^{-b} \quad (4.2)$$

Ce modèle, schématisé à la figure 4.1, est à l’origine des méthodes de modélisation de la résistance à la fatigue à partir de peu d’essais : loi des pentes universelles et méthode des quatre points de corrélation [MAN 65].

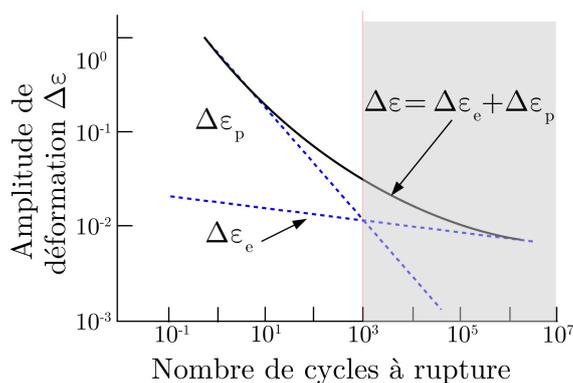


FIGURE 4.1 – Modèle de durée de vie en fatigue incluant l’expression de la déformation totale comme la somme de deux lois puissances [MAN 65].

Lorsque les niveaux de déformation sont importants, le nombre de cycles pour obtenir la rupture est généralement faible : les déformations élastiques peuvent ainsi être négligées quand  $N_f < 10^3$  cycles. Afin de prendre en compte l’effet de contrainte moyenne, plusieurs auteurs ont proposés d’intégrer un terme supplémentaire (souvent relatif à la contrainte)

dans la loi de Manson-Coffin. Smith-Watson-Topper proposent ainsi une modification de l'indicateur d'endommagement  $\phi$  [SMI 70] avec la relation :

$$\phi = \sqrt{\sigma_{max} \cdot \Delta\varepsilon \cdot E} = A \cdot N_f^{-\beta} \quad (4.3)$$

où  $E$  est le module de Young,  $\Delta\varepsilon$  l'amplitude de déformation totale,  $\sigma_{max}$  la contrainte maximale et  $A$  et  $\beta$  deux paramètres matériaux. La contrainte maximale sur un cycle est aussi introduite par Jaske [JAS 76] sous la forme :

$$\phi = \frac{\Delta\varepsilon}{2} \cdot \sigma_{max} \quad (4.4)$$

Dans le cas spécifique des essais de fatigue oligocycliques à haute température, Ostergren [OST 76] propose un modèle prenant en compte les effets de maintien et de fréquence aboutissant à la formulation suivante :

$$\sigma_T \cdot \Delta\varepsilon_p \cdot N_f^\beta \cdot \nu^{\beta(k-1)} = C \quad (4.5)$$

où  $\sigma_T$  est la contrainte de traction,  $\nu$  un paramètre représentatif de la fréquence de l'essai et  $\beta$ ,  $k$  et  $C$  sont des paramètres matériau.

Plus récemment, des approches énergétiques ont également été développées dans le cas de la fatigue oligocyclique. Elles permettent notamment d'intégrer aisément le comportement fortement non-linéaire des matériaux à haute température dans l'estimation de la résistance à la fatigue. Les premiers modèles de ce type sont plutôt simples et utilisent l'énergie mécanique produite lors d'un cycle accommodé  $\Delta W$ . Une relation empirique, sous forme de loi puissance, est proposée en s'inspirant du modèle de Manson-Coffin [BAT 13] :

$$N_f(\Delta W)^\beta = C \quad (4.6)$$

L'utilisation de l'énergie inélastique plutôt que de l'énergie mécanique globale a donné lieu à de nombreuses recherches [SKE 91, ELL 93] et le recours à l'énergie plastique dissipée a aussi été étudié pour les cas où le chargement n'est pas symétrique ; en particulier pour des cas de Fatigue Mécano Thermique (FMT) [CHA 02, KOR 07, FEL 61, MOR 65]. Des variantes prenant en compte la contrainte maximale [KOH 02] ou la pression hydrostatique [AMI 06] existent aussi. Dans le cas général cette énergie plastique dissipée sur un cycle s'écrit sous la forme :

$$\Delta W_p = \int_{cycle} \sigma : \dot{\varepsilon}_p dt \quad (4.7)$$

La simplicité d'utilisation de ce modèle fait qu'il est aujourd'hui particulièrement répandu dans l'industrie pour l'estimation de durées de vie à l'échelle macroscopique. L'extension de ce modèle à des calculs de structure fait de l'énergie plastique dissipée un critère d'amorçage robuste dans la mesure où les zones critiques sont facilement identifiées dans la plupart des cas.

### 4.1.2 Modèle de vitesse de propagation

L’estimation de la durée vie en fatigue sous chargements sévères a fait l’objet de nombreuses études, comme le montre la section précédente. Cependant, peu de modèles ont été développés pour étendre l’analyse aux vitesses de propagation dans les domaines de courtes durées de vie. Les essais de fissuration en plasticité généralisée de Solomon [SOL 72] et de Skelton [SKE 75] ont montré que le chargement mécanique contrôle la vitesse de propagation. Cela a abouti à une formulation générale de la fissuration suivant la forme [BAT 13] :

$$\frac{da}{dN} = A \cdot a \cdot (\Delta\varepsilon_p)^\alpha \quad (4.8)$$

où  $a$  est la longueur de fissure ;  $A$  et  $\alpha$ , des constantes ajustables du modèle.

Le modèle le plus répandu sur la base de ce formalisme est celui de Tomkins, qui s’appuie sur l’extension du modèle proposé par Bilby et al. [BIL 64]. L’auteur propose, pour les matériaux ductiles, de relier l’ouverture en fond de fissure à l’avancée de la fissure pendant un cycle [TOM 68]. L’ouverture de la fissure est corrélée au déplacement des dislocations induit par le cisaillement dans les plans orientés à  $\pm 45^\circ$  en pointe de fissure. Il exprime la vitesse de propagation comme :

$$\frac{da}{dN} = \frac{\pi^2}{32} \frac{\Delta\varepsilon_p \Delta\sigma^2}{(2\bar{S})^2} a \left[ 1 + \frac{\pi^2}{32} \left( \frac{\Delta\sigma}{2\bar{S}} \right)^2 \right] \quad (4.9)$$

où  $\bar{S}$  est un paramètre matériau représentant la valeur moyenne de la distribution de la contrainte de cisaillement plastique le long des bandes de glissement [TOM 68].  $\bar{S}$  est représentatif de la résistance à la traction du matériau déformé cycliquement [BAT 13].

Des modèles à base énergétique ont également été développés. Skelton et al. prédisent ainsi la croissance de fissure en fatigue oligocyclique à partir de la densité d’énergie de déformation en pointe de fissure. Dans le cas où la plasticité est importante, une approche basée sur la mécanique élastique linéaire de la rupture n’est plus possible. Les auteurs proposent alors de recourir à la théorie élasto-plastique de la mécanique de la rupture. Le modèle dit de Skelton s’écrit dans sa forme générale :

$$\frac{da}{dn} = \frac{1}{1 + \beta} \left( \frac{\Delta J}{I_\beta W_c} \right) f(\beta) \quad (4.10)$$

où  $\Delta J^1$  correspond à la variation du taux de restitution de l’énergie de déformation sur un cycle,  $W_c$  est une densité d’énergie cumulée critique et  $I_\beta$  est un paramètre qui dépend de l’exposant du modèle d’écrouissage  $\beta$ . Ce dernier est, dans le cas de l’étude de Skelton, formulé selon le modèle de type Ramberg-Osgood qui représente la non-linéarité

---

1. Si l’on considère un milieu fissuré plan selon un axe  $x_1$  ( $x_2$  orthogonal à  $x_1$ ) où les déplacements de fissure sont  $u_1$  et  $u_2$ , l’intégrale de Rice est définie par la relation  $J = \int_C (W dx_2 - \sigma_{ij} n_j \frac{du_i}{dx_1} ds)$ .  $W$  correspond à la densité d’énergie élastique,  $C$  à un contour ouvert qui entoure la pointe de fissure,  $s$  à l’abscisse curviligne le long du contour  $C$  et  $\vec{n}$  est sa normale extérieure.

du matériau sous la forme :  $\varepsilon_t = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{A}\right)^{1/\beta}$ . Dans le cas d'un chargement élastique ce modèle s'exprime comme

$$\frac{da}{dn} = \frac{\Delta K^2(1-\nu)}{2\pi EW_c} \quad (4.11)$$

où  $\Delta K$  représente l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte,  $E$  le module de Young et  $\nu$  la fréquence de l'essai.

Un parallèle avec le modèle de Paris est classiquement proposé pour donner une approximation de la vitesse de propagation en plasticité généralisée :  $\frac{da}{dN} = C\Delta J^m$ . Shih et Hutchinson ont ainsi proposé une décomposition de l'intégrale de Rice en une composante élastique et une composante plastique [SHI 76] :  $J = J_e + J_p$ . Ces approches ont initialement été utilisées avec une élasticité non-linéaire pour représenter la plasticité, mais également avec une loi de Ramberg-Osgood. Cependant, dans les deux cas, ce type de modèle ne permet pas de prendre en compte des comportements mécaniques plus complexes qui sont connus pour avoir un effet notable sur la fissuration (en particulier l'écroûissage cinématique non linéaire).

Pour contourner ce problème, Maurel et al. ont développé un modèle fondé sur une décomposition de l'énergie en une énergie élastique d'ouverture  $W_e$  et une énergie plastique dissipée  $W_p$  [MAU 09]. Ces énergies sont semblables à celles proposées par Xia et Ellyin [XIA 96, ELL 93] (voir figure 4.2).

$$W_e = \frac{1}{3} \int_{cycle} \langle tr(\underline{\sigma}) \rangle \langle tr(d\underline{\varepsilon}_e) \rangle \quad (4.12)$$

$$W_p = \int_{cycle} \underline{s} : d\underline{\varepsilon}_p \quad (4.13)$$

où  $\underline{s}$  représente la partie déviatorique du tenseur des contraintes et  $\langle \underline{\sigma} \rangle$  la partie positive du tenseur des contraintes. Le modèle de propagation prend ici la forme :

$$\frac{1}{\lambda} \frac{da}{dN} = \left[ \left( \frac{W_e}{\gamma_e} a \right)^{m_e} + \left( \frac{W_p}{\gamma_p} a \right)^{m_p} \right] \quad (4.14)$$

où  $\lambda$  est un paramètre matériau,  $\gamma_e$  et  $\gamma_p$  deux énergies de surface dépendantes du matériau, et  $m_e$  et  $m_p$ , deux exposants pilotant la vitesse de propagation. L'exposant élastique  $m_e$  est *a priori* proche de la moitié de l'exposant de Paris et  $m_p$  est proche de l'unité [MAU 09]. Dans la suite de ce chapitre, ce modèle sera utilisé pour représenter la propagation de fissure.

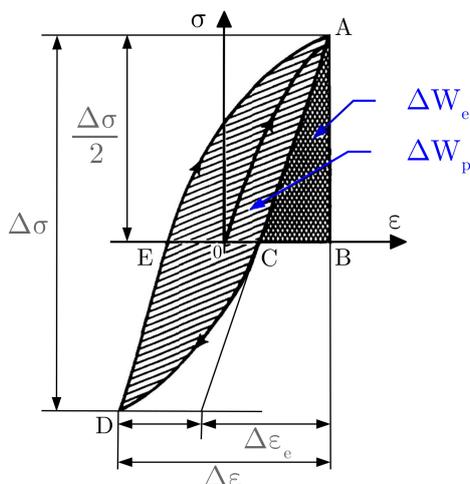


FIGURE 4.2 –  $\Delta W_e$  et  $\Delta W_p$  dans un cas uni-axial [XIA 96, ELL 93].

## 4.2 Génération de maillages et modèles

Obtenir un maillage représentatif de l’objet de l’étude est la première condition nécessaire à l’exécution de calculs Éléments Finis (EF). Dans notre cas, ces maillages seront générés à partir des volumes tomographiques afin de bénéficier de la richesse des données issues des essais *in situ*. Le recours à ce type de maillages EF, dit réalistes, commencent à se démocratiser [MAI 14] : quelques exemples sont donnés figure 4.3. Ils sont par exemple bien adaptés à la modélisation des matériaux présentant des structures complexes [ROC 11], tels les matériaux cellulaires [YOU 05, DIL 05, CAT 08, PET 16]. Cela est aussi le cas pour les matériaux multiphasés [LEE 11, TOZ 12, FUL 09] : composites métalliques [FER 15], fontes, et par extension, aux matériaux contenant des défauts de type pore (le vide étant considéré comme une phase). La modélisation d’alliages de fonderie a déjà fait l’objet de plusieurs études au sein du laboratoire MATEIS [VAN 11, SER 14] mais l’analyse est souvent limitée par le nombre d’éléments nécessaire pour générer des maillages dont les géométries sont fidèles à celles observées (ex : cavité de retrait). Dans la pratique, cela signifie que les maillages ne représentent qu’un sous-volume ou que la morphologie des défauts est fortement simplifiée. Pour contourner ce problème, il est courant de ne mailler que la surface extérieure de l’éprouvette et de n’y insérer que le pore "critique" vis-à-vis du comportement en fatigue [SER 14, LE 16] afin d’étudier les champs mécaniques à proximité du pore. Cependant, cette démarche n’est valable que si on néglige l’interaction entre les défauts, une hypothèse qui reste plausible lors d’essais de fatigue en plasticité confinée.

Dans notre étude, les fortes amplitudes de chargement tout comme la grande dimension des défauts, relativement à la taille de l’éprouvette, implique que l’interaction mécanique entre les pores ne peut pas être négligée. L’ensemble des pores contenus dans la zone observée lors des essais *in situ* doit alors être modélisé (à l’exception des plus petits). Le second objectif que nous nous sommes imposés est de ne pas générer des maillages de pores dont la morphologie soit excessivement dégradée afin que les champs mécaniques

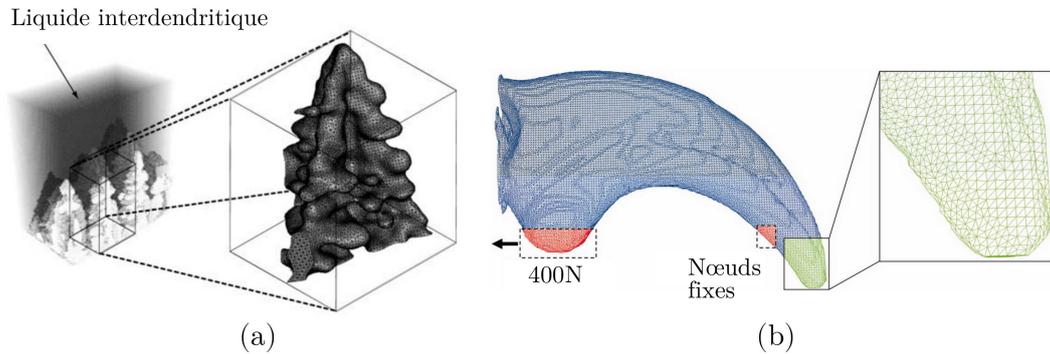


FIGURE 4.3 – Maillages issus de données tomographiques : (a) une dendrite d'un alliage Al-Cu [FUL 09] et (b) une griffe de Velociraptor [MAN 09].

dans leurs voisinages soient les plus réalistes possibles. De plus, comme énoncé au chapitre 1, les simulations seront élasto-viscoplastiques dans le but de représenter au mieux le comportement mécanique du matériau à haute température : les temps de calculs se verront donc fortement allongés.

## 4.2.1 Procédure de maillage

### 4.2.1.1 Traitement d'image

La génération de maillage à partir de volumes 3D est couramment désignée par le terme anglophone "*image based modeling*", puisque ce sont des images en niveaux de gris qui sont utilisées pour générer les maillages. Il est nécessaire de traiter numériquement les images 3D pour en extraire l'information nécessaire au maillage : les phases et les interfaces.

La première étape consiste à diminuer au maximum la taille des volumes en les altérant le moins possible. La taille d'une image 3D est typiquement d'environ 10 Go juste après reconstruction : l'encodage étant généralement fait sur 32 bits. Les principales difficultés lorsque l'on travaille en 3D résident dans la mémoire nécessaire à l'analyse des images et dans le temps que prennent ces analyses. Par exemple, la simple lecture d'un tel volume prend plusieurs minutes (limitation due à la vitesse de lecture de la mémoire des disques durs) et l'application d'un filtre médian peut prendre plusieurs heures. Les volumes sont donc ré-encodés sur 8 bits afin de diviser par quatre leurs tailles.

Comme le montre la figure 3.1, les images tomographiques permettent d'identifier plusieurs phases constitutives du matériau étudié. Le maillage exhaustif de la microstructure (pores+particules de seconde phase) serait toutefois prohibitif en terme de nombre d'éléments. Nous avons par contre montré (chapitre 3) que les pores contrôlaient l'amorçage des fissures. Dans une première approche, nous ne considérerons donc pas les particules dans les modèles EF. Les principales étapes de traitement d'images vont maintenant être expliquées et illustrées à l'aide d'exemples en deux dimensions (figure 4.4) où une seule coupe d'un volume est représentée afin de simplifier la démarche. L'objectif de ce proto-

cole est de générer deux volumes (binaires) contenant seulement les surfaces externes de l’échantillon (pores en surface inclus) pour le premier et les surfaces des pores internes pour le second. Ces deux volumes correspondent aux images 4.4c et d.

- La première étape consiste en une segmentation du volume initial (figure 4.4a) afin d’extraire les zones correspondant à la matrice. Sur l’image initiale, les pores et l’air extérieur sont visibles en gris foncé (faibles niveaux de gris). L’histogramme des niveaux de gris de la figure 4.4a montre deux pics distincts : à gauche l’air (ou le vide) et à droite la matrice d’aluminium. Il suffit donc de conserver seulement les voxels dont le niveau de gris est inclus dans le pic de droite pour isoler la matrice. Une binarisation est ensuite appliquée : les voxels de la matrice prennent tous une valeur de 255 alors que les autres sont mis à 0.
- Le volume précédemment généré est ensuite "nettoyé" afin de retirer les derniers artefacts (sous forme d’anneaux) restants. Ces artefacts ne peuvent pas être supprimés lors de la reconstruction. Il est alors nécessaire de filtrer l’image à l’aide d’un filtre gaussien (suivi d’une nouvelle segmentation) ou de procéder à leurs suppressions manuellement. La figure 4.4b représente le volume à la fin de cette étape.
- L’ensemble des pores internes sont ensuite rebouchés artificiellement à l’aide du plugin "*Fill Hole 3D*" du logiciel ImageJ [OLL 13]. La surface extérieure de l’éprouvette est alors isolée (figure 4.4c).
- Un volume est ensuite calculé à partir de l’opération suivante :  
$$\text{INVERSE}[\text{Fig.4.4b} + \text{INVERSE}(\text{Fig.4.4c})]$$
Ici, la fonction  $\text{INVERSE}(A)$  correspond à l’image dont les niveaux de gris sont les niveaux de gris inversés de l’image  $A$ , soit pour une image encodée sur 8 bits,  $\text{INVERSE}[A(x,y)]=255-A(x,y)$ . Ce volume contient ainsi tous les pores internes. Un filtre "*labeling*" est ensuite appliqué pour isoler un à un les pores. Les plus petits ( $d_{eq} < 15 \mu\text{m}$ ) sont alors supprimés et l’image est binarisée : voir la figure 4.4d.

#### 4.2.1.2 Maillage surfacique

Les volumes précédemment obtenus sont alors utilisés pour générer un maillage de la surface extérieure de l’éprouvette ainsi qu’un maillage surfacique des pores internes restant. Un algorithme de type "*Marching cube*" est d’abord utilisé pour extraire les deux surfaces [NEW 06, LOR 87]. Ces maillages surfaciques composés de triangles, voir figure 4.5, possèdent des tailles de maille de l’ordre de grandeur du voxel ( $2,75 \mu\text{m}$  pour les scans réalisés à l’ESRF). Une étape de remaillage est ensuite réalisée à l’aide du logiciel Avizo, où un algorithme de remaillage inspiré des travaux de Zilske est implémenté [ZIL 07]. Une faible taille d’élément est fixée à la surface des pores internes afin de représenter au mieux leurs morphologies (figure 4.6a). Le même algorithme est utilisé pour le remaillage de la surface extérieure, mais un gradient dans la taille d’élément est spécifié. Il est donc possible de générer des éléments plus petits dans les zones où des aspérités sont présentes : les pores de surface sont ainsi maillés plus finement que les zones planes de la surface extérieure (figure 4.6b).

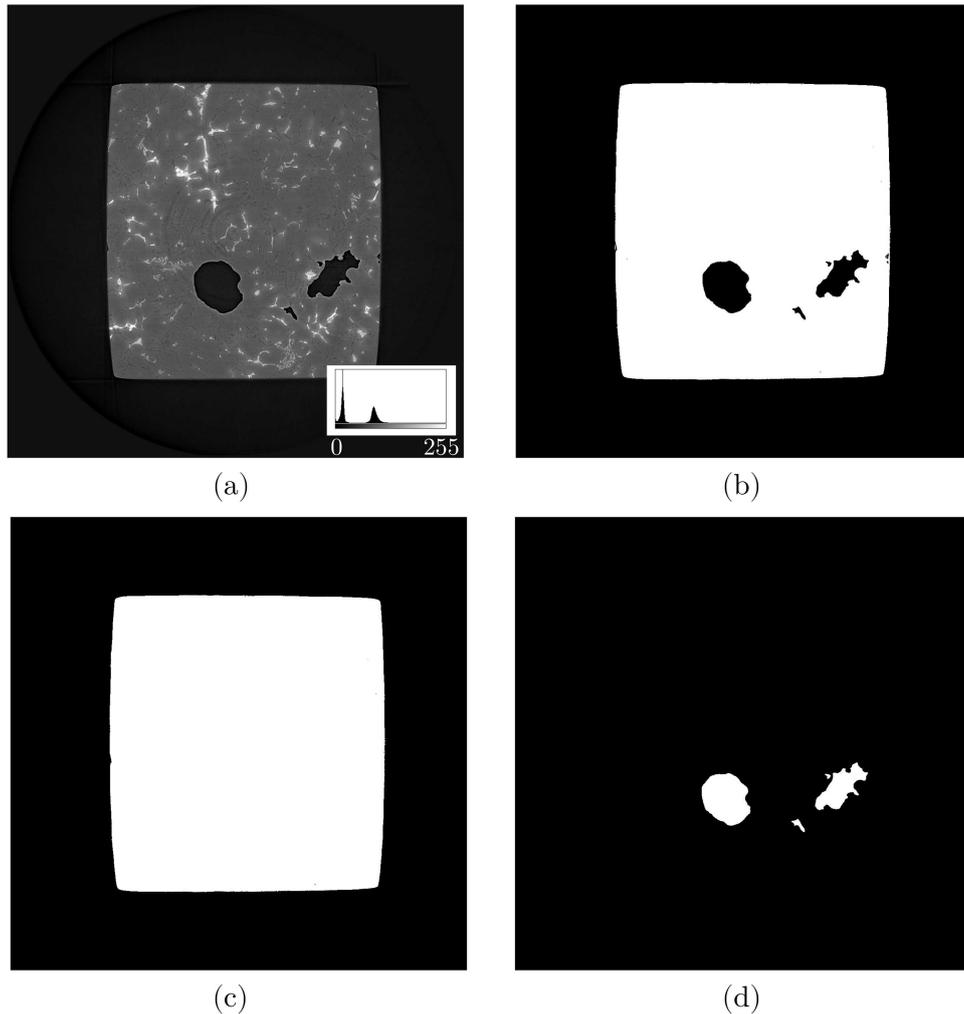


FIGURE 4.4 – Principaux volumes générés lors du processus de traitement d’image : (a) état initial, (b) segmentation de la matrice, (c) génération d’un volume ne contenant que la surface extérieure de l’éprouvette et (d) génération d’un volume ne contenant que les pores internes les plus volumineux.

#### 4.2.1.3 Maillage volumique

Les deux maillages obtenus (pores internes et surface extérieure) sont ensuite assemblés dans le logiciel Gmsh [GEU 09]. Le remplissage volumique par des éléments tétraédriques y est effectué une première fois. Le nombre d’éléments produits par cette reste cependant trop élevé (environ 1 million de degrés de liberté (DDL)) pour réaliser nos simulations élasto-viscoplastiques sur plusieurs cycles. Ceci est dû au fait que lors du remplissage, la taille des éléments<sup>2</sup> est constante dans le volume. Il est donc indispensable de faire varier la taille des éléments tétraédriques si l’on souhaite à la fois conserver un niveau de détail

2. La taille d’un élément représente la longueur maximale que peut avoir une de ses arêtes.

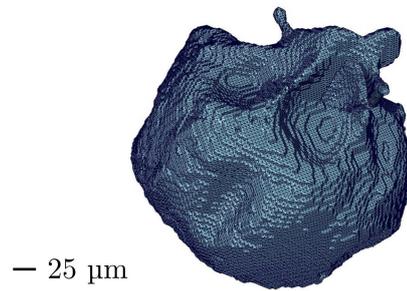


FIGURE 4.5 – Exemple de maillage surfacique d'un pore sphérique généré par la méthode du "Marching Cube".

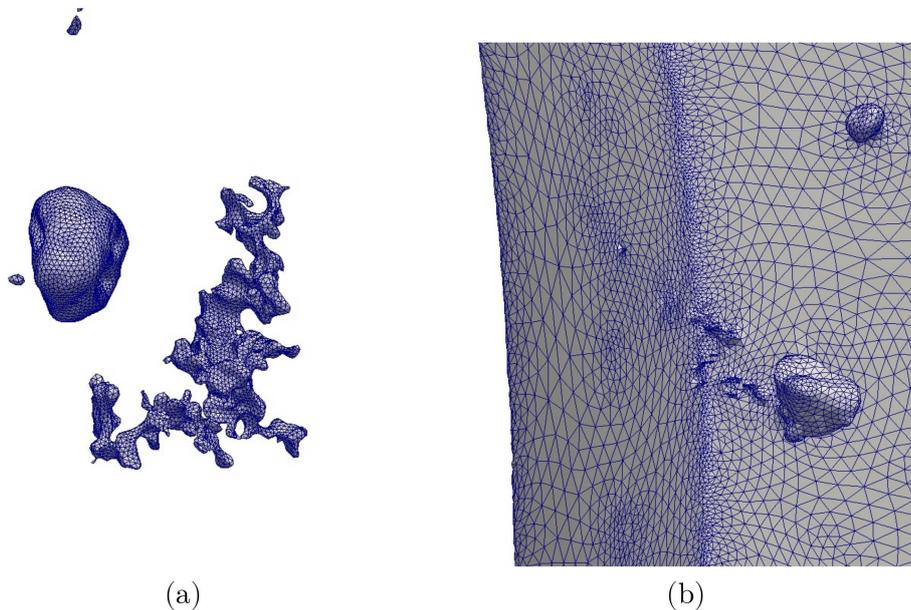


FIGURE 4.6 – Exemples de zones remaillées en surface : (a) pores internes avec une taille de maille constante et (b) surface extérieure présentant des éléments de différentes tailles.

suffisant pour bien décrire la morphologie des pores et aboutir à un nombre "raisonnable" d'éléments. Le maillage est donc optimisé à l'aide du module "distance" de Gmsh, dont les paramètres d'entrée sont une longueur minimale et maximale d'éléments. Ce module calcule une carte 3D des distances aux surfaces déjà maillées (*levelset*) qui est ensuite utilisée pour fixer la taille des tétraèdres lors du remaillage (voir figure 4.7b). Dans notre cas, la taille minimale est affectée à la surface des pores internes (surfaces jaunes sur la figure 4.7a) alors que la taille maximale n'est pas *a priori* attachée à des éléments : elle est attribuée à des éléments en fonction de la carte des distances calculée au préalable. Un gradient dans la taille des tétraèdres est donc généré lors du remplissage et, au final, le nombre de DDL est abaissé à environ 300 000.

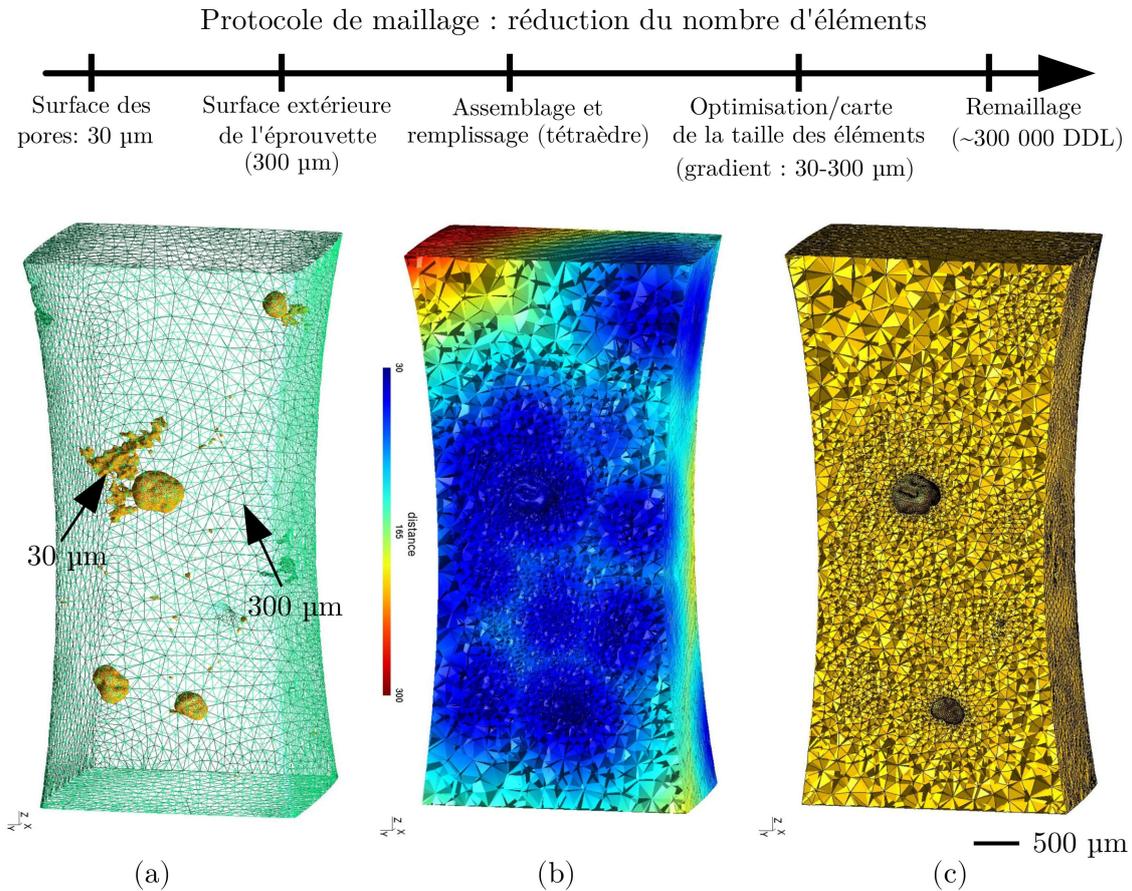


FIGURE 4.7 – Protocole de remaillage sous Gmsh : (a) assemblage des maillages surfaciques, (b) génération d'une cartographie de la taille des éléments intégrant des gradients de tailles et (c) remaillage volumique final suivant une carte de distances calculée à l'étape (b).

#### 4.2.2 Définition de la taille de maille dans les zones d'intérêt

Une taille d'élément minimale est également requise pour décrire correctement l'évolution des contraintes et des déformations au voisinage des pores. Un compromis doit cependant être trouvé entre temps et précision de calcul. Une étude de sensibilité a donc été réalisée afin d'étudier l'influence de la taille des éléments sur la précision des résultats mécaniques. Pour obtenir une analyse pertinente, nous avons utilisé un critère local basé sur le gradient de contrainte à proximité des pores plutôt qu'un critère global basé, par exemple, sur le déplacement maximal. Cette analyse a été effectuée sur un sous volume contenant seulement un pore sphérique réaliste, extrait d'un échantillon observé par tomographie RX comme on peut le voir figure 4.8.

Le sous-volume est sollicité dans des conditions de traction et le comportement mécanique affecté au matériau correspond à la première loi de comportement exposée au

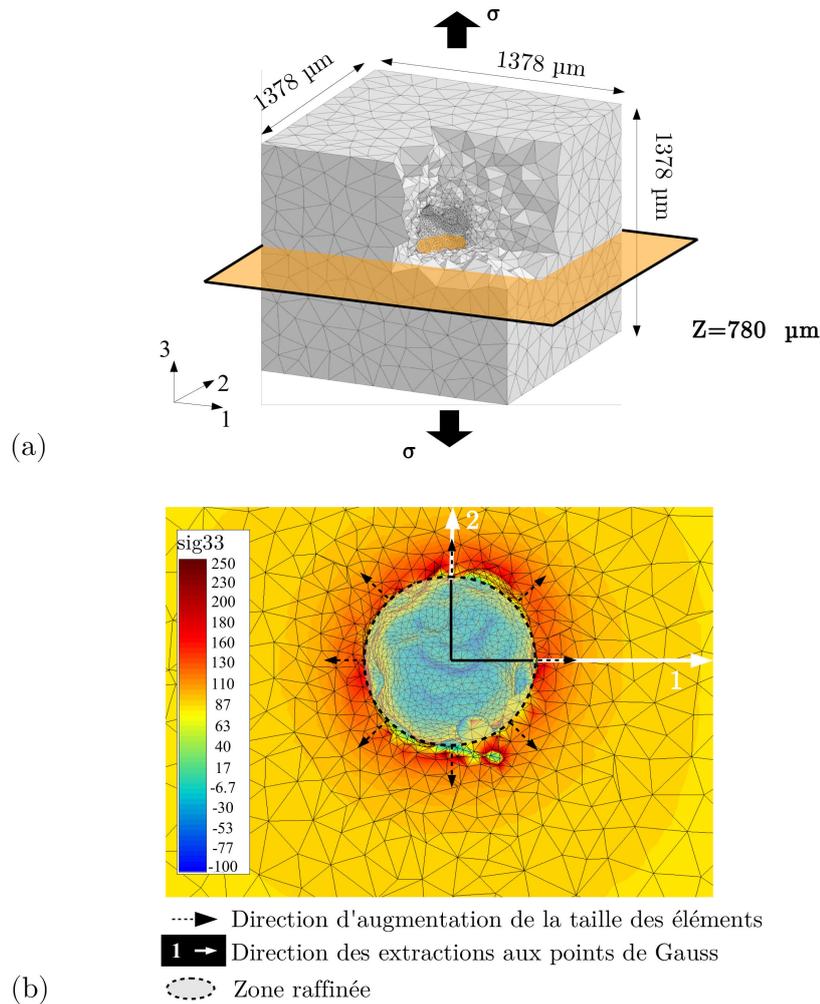


FIGURE 4.8 – (a) Sous-volume utilisé pour l’analyse de sensibilité et (b) composante du tenseur des contraintes  $\sigma_{33}$  estimée dans le plan orthogonal à la direction de chargement placé en  $Z=780 \mu\text{m}$ .

chapitre 1 (loi PSA identifiée sur le matériau PMP). La taille des éléments sur la surface extérieure est fixée à  $200 \mu\text{m}$  alors qu’elle varie de  $15$  à  $45 \mu\text{m}$  à la surface du pore. La figure 4.8b montre le résultat de la simulation dans le plan médian ( $Z=780 \mu\text{m}$ ) pour une taille de maille de  $25 \mu\text{m}$ .

La figure 4.9 présente l’évolution de  $\sigma_{33}$  (pour un effort appliqué dans la direction 3) pour différentes tailles d’éléments testées. La courbe représente les valeurs de  $\sigma_{33}$  extraites aux point de Gauss à partir du bord "droit" du pore ( $X=936 \mu\text{m}$ ) le long de la flèche blanche visible sur la figure 4.8b dans la direction 1. Par souci de visibilité, les valeurs de  $\sigma_{33}$  sont moyennées sur des intervalles de  $2,5 \mu\text{m}$ . Puisque les éléments surfaciques sont librement générés par le logiciel Avizo, un léger décalage des positions des points de Gauss le long de l’axe X est observé entre les différents maillages. Les contraintes  $\sigma_{33}$  sont les

plus grandes (environ 140 MPa) à proximité du défaut, mais non à la surface de celui-ci, et décroissent jusqu'à 80 MPa en s'en éloignant. Les contraintes semblent converger à proximité du pore pour des tétraèdres plus petit que 30  $\mu\text{m}$ ; cette valeur seuil est choisie pour la suite de l'étude.

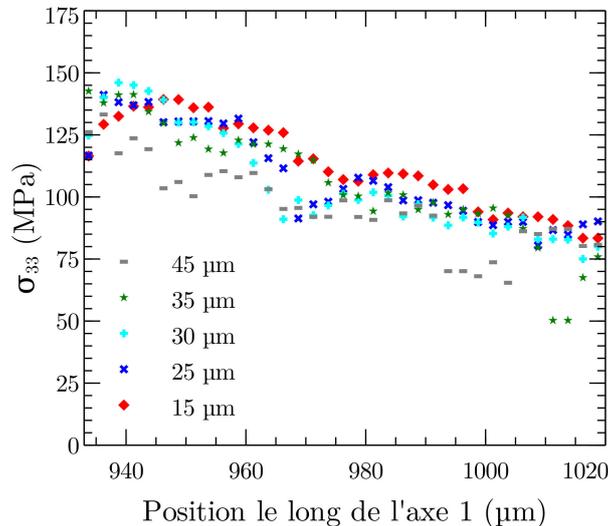


FIGURE 4.9 – Évolution de la contrainte à proximité du pore le long de la direction 1 de la figure 4.8b pour différents maillages.

### 4.2.3 Conditions limites et chargements

Les conditions limites appliquées lors des simulations EF sur les géométries des deux éprouvettes choisies sont exposées aux figures 4.10 et 4.11. Bien que les maillages soient différents les chargements sont appliqués de la même manière dans les deux cas :

- La température des simulations est supposée homogène et imposée à 250°C.
- Le chargement est appliqué sur les surfaces SH via une pression équivalente à la force maximale appliquée à l'éprouvette lors d'un cycle.

Cette pression vaut  $P = F_{max}/S_{SH}$  où  $S_{SH}$  équivaut à la surface de SH (SH1 ou SH2) en  $\text{mm}^2$ . Pour s'assurer que l'effort soit strictement appliqué dans la direction Z, les normales des surfaces SB et SH sont ré-orientées lors du remaillage afin qu'elles soient colinéaires à l'axe Z. Des rampes, dont les temps caractéristiques sont ceux des essais, sont utilisées pour gérer la cinétique du chargement.

- Les conditions limites consistent seulement à bloquer certains déplacements pour des groupes de nœuds. Les grandeurs  $U_{X,Y,Z}$  correspondent aux déplacements nodaux dans les directions X, Y et Z.

Les conditions utilisées pour les simulations sont reportées dans le tableau 4.1.

La figure 4.11a présente le maillage initialement utilisé de l'échantillon possédant le défaut modèle (ESRF2\_T1). Des résultats préliminaires, non exposés dans ce manuscrit,

| Condition                 | Groupe de nœuds |
|---------------------------|-----------------|
| $U_X = 0$                 | L1 et L2        |
| $U_Y = 0$                 | N1 et N2        |
| $U_Z = 0$                 | SB1 et SB2      |
| $F_{max} = 350 \text{ N}$ | SH1             |
| $F_{max} = 600 \text{ N}$ | SH2             |

Tableau 4.1 – Conditions limites et chargements des simulations EF pour les éprouvettes ESRF1\_A4 et ESRF2\_T1.

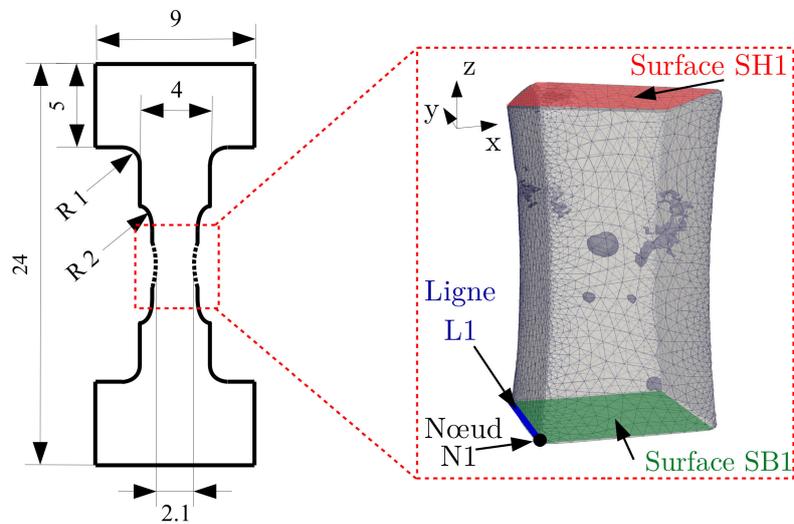


FIGURE 4.10 – (a) Plan de l’éprouvette ESRF1\_A4 et (b) maillage de sa zone utile. Le chargement est appliqué sur la surface SH1 alors que le déplacement des nœuds appartenant à SB1 est bloqué.

ont montré que les valeurs de contrainte à proximité du trou étaient altérées par la trop petite taille (hauteur) de la zone observée par tomographie RX. Le maillage utilisé a dû être artificiellement modifié pour éviter que les conditions limites perturbent les champs mécaniques calculés dans les zones d’intérêts (principe de Saint Venant). Le maillage a donc été allongé (figure 4.11b). Cet allongement est réalisé lors du traitement d’images en dupliquant les coupes tomographiques (dans le plan XY) des extrémités du volume observé suivant l’axe Z. Si ces coupes contiennent des pores, ceux-ci sont supprimés avant qu’elles soient dupliquées.

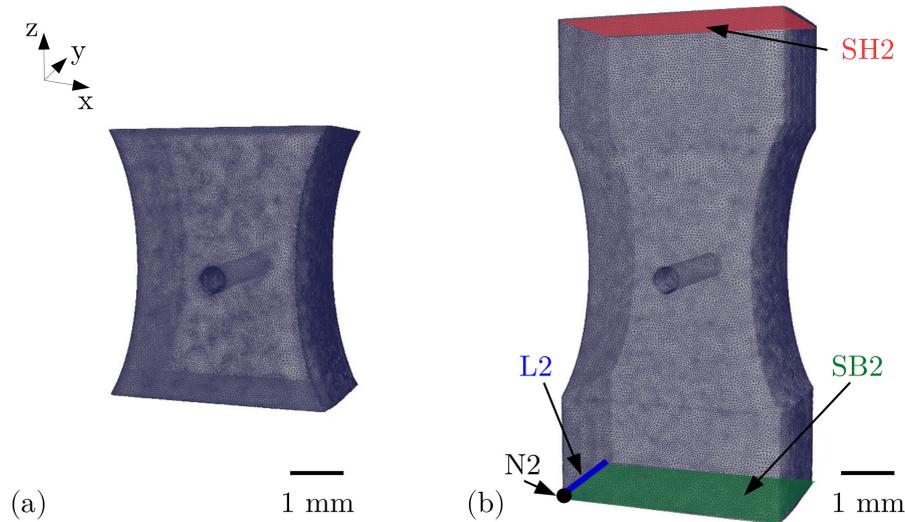


FIGURE 4.11 – Maillages de l'éprouvette ESRF2\_T1 : (a) maillage se limitant au champ de vue et (b) maillage artificiellement agrandi. Le chargement est appliqué sur la surface SH2 alors que les déplacements des nœuds appartenant à SB2 sont bloqués.

### 4.3 Simulations EF sur éprouvettes réalistes

Cette partie décrit les résultats des différentes simulations numériques réalisées sur les éprouvettes ESRF1\_A4 (PMP) et ESRF2\_T1 (PMP+HIP avec un défaut modèle). La comparaison de ces résultats avec les observations expérimentales permettra *in fine* d'affiner notre connaissance des mécanismes d'endommagement.

#### 4.3.1 Analyse de l'influence de défauts réels (matériau PMP)

##### 4.3.1.1 Analyse locale

Les premiers calculs EF réalisés sur des microstructures réalistes ont permis de mettre en évidence les effets de concentration de contrainte et/ou de localisation de la déformation plastique à proximité des défauts. La première loi de comportement EVP (identifiée par PSA sur matériau PMP et sans terme de restauration dans l'écrouissage isotrope) a été utilisée pour simuler 50 cycles (à  $R_\sigma=0,1$ ) sur le maillage non déformé de l'éprouvette ESRF1\_A4 (voir figure 4.10). Aucun modèle d'endommagement n'est intégré au calcul. La figure 4.12 présente le maillage de l'éprouvette vu de dessus et la position de quatre points nommés SV1, SV2, SV3 et SV4. Ces points matérialisent les positions des centres des sphères de rayons variables destinées aux post-traitement des calculs mécaniques. La procédure de maillage choisie conduit nécessairement à des singularités fortes en surface des pores qu'il est difficile de contrôler. C'est pourquoi, au lieu d'être tributaire d'un tel artefact et afin de limiter la dépendance à la taille de maille, on choisit une approche par valeur moyenne qui correspond à une approche non-locale simplifiée. Les grandeurs mécaniques

sont donc analysées en terme de valeurs moyennes calculées sur tous les éléments contenus dans les volumes délimités par ces sphères. Le nom, le rayon et le nombre d’éléments concernés pour chacune des sphères sont donnés dans le tableau 4.2.

Les points SV1, SV2 et SV4 sont placés dans le plan où la fissure F1 s’amorce (fissure qui peut être considérée comme la fissure principale pour cet essai). C’est le plan où la contrainte nominale est maximale d’après la figure 3.6. Le point SV1, en rouge, est localisé au bord du pore P1 au niveau de la particule  $Al_2Cu$  identifiée par le marqueur E1b sur la figure 3.3a, là où la première microfissure apparaît. Le point SV2 est placé sur cette même cavité de retrait mais de l’autre côté du défaut par rapport au point SV1. Le troisième point, SV3, est placé à la surface du pore P3 (voir figure 3.3a) où l’amorçage d’une seconde fissure est aussi observé. SV4, le dernier point, est situé sur le plan médian du pore P2 sur le site le plus proche du pore P1. Les courbes contraintes/déformations calculées en ces sites pour différentes tailles de volume de moyennisation sont tracées sur les figures 4.13 et 4.14. A titre de comparaison, la réponse moyenne de l’ensemble du volume (nommé "global") est représentée sur la figure 4.13a. Dans la suite, on nommera les sous-volumes  $SV_i$  en précisant leur rayon  $R_i$ ; par exemple, SV1-R200 correspond au volume centré en SV1 (figure 4.12) et de rayon 200  $\mu m$ .

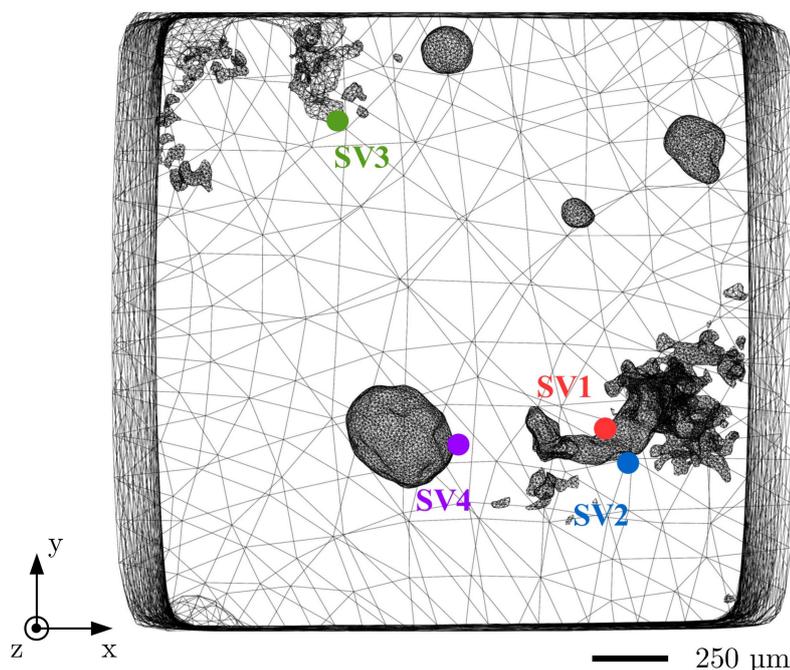


FIGURE 4.12 – Maillage de l’éprouvette ESRF1\_A4 vu de dessus. Les points SV1, SV2, SV3 et SV4 correspondent respectivement aux centres des sous-volumes d’intérêts listés dans le tableau 4.2.

L’analyse montre que pour une force maximum appliquée de 350 N, la contrainte maximale globale dans la zone d’étude atteint 78 MPa et se stabilise avec le temps (figure 4.13a). Une accumulation de la déformation plastique est observée pour chaque cycle. Le phéno-

| Sous-volume | Centre | Rayon             | Nombre d'éléments |
|-------------|--------|-------------------|-------------------|
| SV1-R200    | SV1    | 200 $\mu\text{m}$ | 6854              |
| SV1-R100    | SV1    | 100 $\mu\text{m}$ | 992               |
| SV1-R50     | SV1    | 50 $\mu\text{m}$  | 126               |
| SV2-R50     | SV2    | 50 $\mu\text{m}$  | 219               |
| SV3-R50     | SV3    | 50 $\mu\text{m}$  | 596               |
| SV4-R50     | SV4    | 50 $\mu\text{m}$  | 143               |

Tableau 4.2 – Paramètres des sous-volumes utilisés pour les simulations EF de 50 cycles.

mène de "rochet" résulte de l'application d'un chargement cyclique asservi en contrainte ( $R_\sigma=0,1$ ). Il est nécessaire de prendre ces résultats avec circonspection car le modèle choisi est susceptible de mal estimer le rochet. Toutes les courbes montrent une tendance identique, mais à différents niveaux. Ces derniers dépendent de la localisation du sous-volume considéré mais aussi de sa taille.

La figure 4.13 permet d'identifier l'effet de la taille du volume d'étude sur les niveaux de contrainte et de déformation. Pour le volume SV1-R200, dont le rayon est de 200  $\mu\text{m}$ , la réponse mécanique est proche de celle de l'ensemble de l'échantillon. La déformation cumulée est toutefois légèrement plus grande après 50 cycles. Pour les autres volumes également centrés en SV1 mais de plus faible taille, on constate que l'intensité des contraintes et des déformations augmente lorsque leurs rayons diminuent. Les contraintes et déformations maximales sont respectivement de 88 MPa et 0,59% contre 134 MPa et 1,51% quand le rayon du sous-volume passe de 100 à 50  $\mu\text{m}$ . Le tableau 4.3 montre que bien que la contrainte moyenne soit toujours positive, des contraintes de compression apparaissent localement du fait de la redistribution des contraintes induite par la forte plasticité générée au voisinage des pores. Voir par exemple la figure 4.13d où la contrainte de compression simulée atteint -20 MPa. On choisit dans la suite des volumes de 50  $\mu\text{m}$  qui permettent d'obtenir une bonne sensibilité au choix de la zone d'étude tout en gardant l'intérêt de moyenner les contraintes/déformations sur un nombre suffisant d'éléments pour limiter les artefacts de maillage à la surface des pores.

Tous les sous domaines d'étude sont localisés à proximité d'un pore, la réponse mécanique apparaît cependant comme extrêmement dépendante de la morphologie locale de ces défauts. La figure 4.14 montre ainsi que les intensités des contraintes/déformations à l'intérieur de SV1-R50 sont quasiment doubles de celles observées dans SV2-R50. Il est important de rappeler que des amorçages de fissure (F1 et F2) sont expérimentalement observées au niveau des sous-volumes SV1-R50 et SV3-R50, lieux où les contraintes/déformations sont clairement les plus importantes.

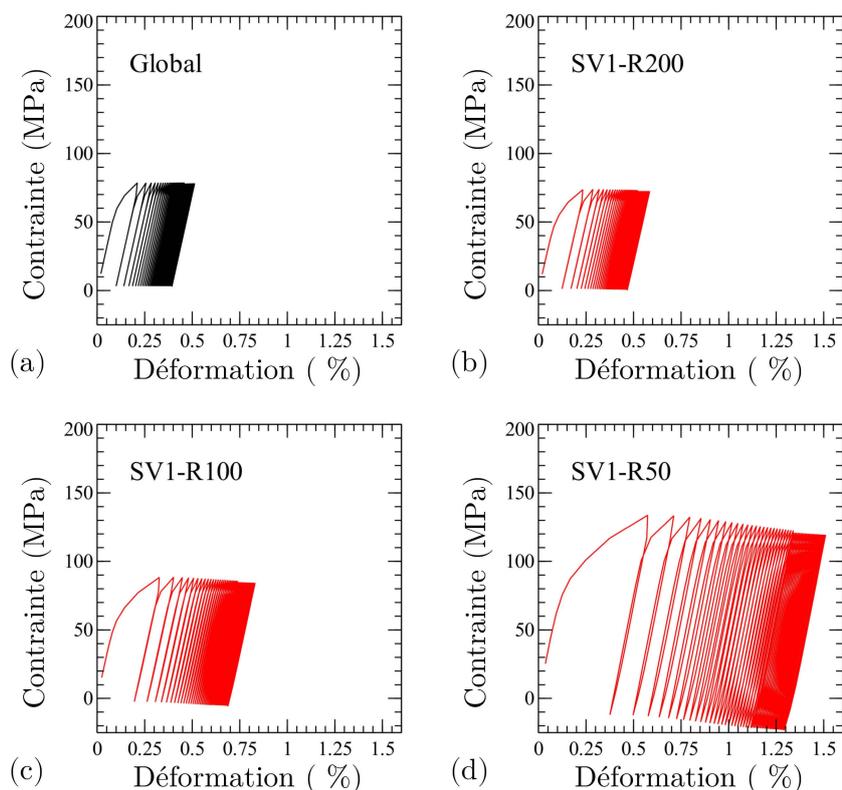


FIGURE 4.13 – (a) Boucle contrainte/déformation moyenne à l’intérieur de l’ensemble de la zone maillée. Les courbes (b),(c) et (d) présentent l’évolution des contraintes et des déformations à l’intérieur de sous-volumes de rayons différents centrés sur le point SV1. Les rayons des sphères sont respectivement de 200, 100 et 50  $\mu\text{m}$ .

| Sous-volume | $\sigma_{33}^{max}$ (MPa) | $\sigma_{33}^{min}$ (MPa) | $\varepsilon_{cum}$ (%) |
|-------------|---------------------------|---------------------------|-------------------------|
| Global      | 78,7                      | 3,2                       | 0,51                    |
| SV1-R200    | 73,8                      | 0,6                       | 0,59                    |
| SV1-R100    | 88,4                      | -5,4                      | 0,83                    |
| SV1-R50     | 133,7                     | -23,0                     | 1,51                    |
| SV2-R50     | 74,1                      | -7,0                      | 0,63                    |
| SV3-R50     | 118,7                     | -9,7                      | 1,35                    |
| SV4-R50     | 98,6                      | 1,61                      | 1,07                    |

Tableau 4.3 – Valeurs calculées de  $\sigma_{33}^{max}$ ,  $\sigma_{33}^{min}$  et de la déformation plastique cumulée (estimée sur tous les cycles)  $\varepsilon_{cum}$  obtenues pour les sous-volumes sphériques listés dans le tableau 4.2 après 50 cycles.

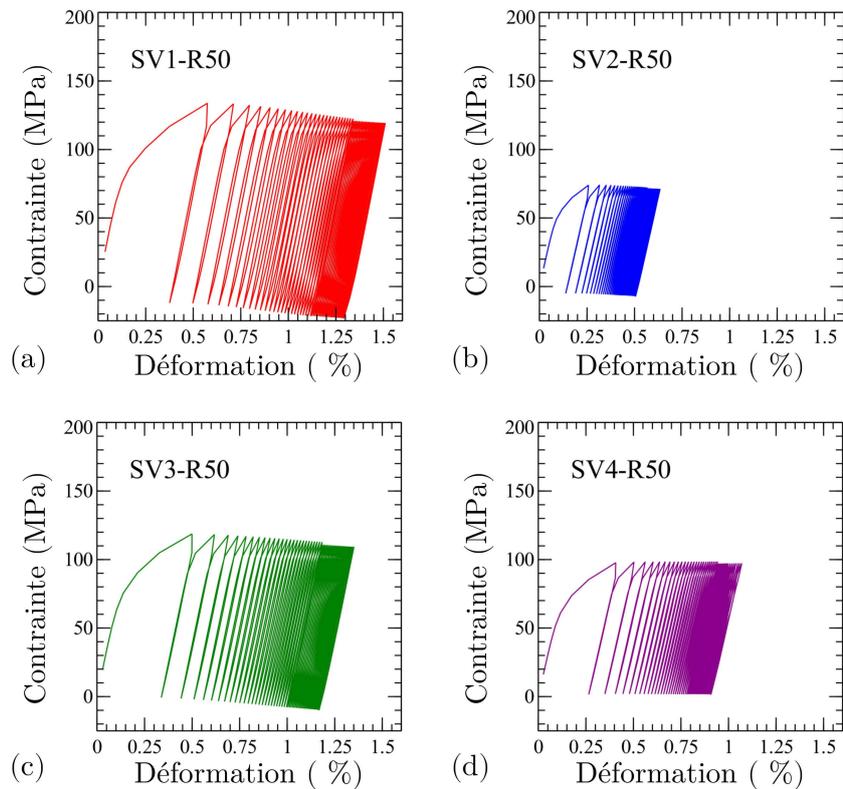


FIGURE 4.14 – Effet de la localisation du sous-volume sur l'évolution des contraintes et déformations à l'intérieur de sphères de 50  $\mu\text{m}$  de rayon. Plus de détails sont donnés dans les tableaux 4.2 et 4.3.

#### 4.3.1.2 Interactions entre défauts

L'analyse précédente a montré que les niveaux de contrainte/déformation sont localement corrélés à la morphologie des pores. Nous proposons ici une analyse plus globale où nous comparons les réponses mécaniques correspondant à un chargement globalement élastique ( $\sigma_{max} \approx 0,3 \cdot \sigma_e$ , avec  $\sigma_e$  la limite élastique) et à un chargement fortement plastique ( $\sigma_{max} \approx 1,45 \cdot \sigma_e \approx$  chargement expérimental). Les figures 4.15 et 4.16 montrent les champs de contrainte et de déformation dans le plan 1 identifié au chapitre 3 (figure 3.2b) à charge maximale.

L'analyse des champs de contrainte de von Mises montre que à faibles charges les singularités sont confinées à proximité des pores (figure 4.15a) alors que pour les forts chargements, une interaction mécanique existe entre les pores (figure 4.15b). Les figures 4.16a et 4.16b permettent d'observer, que pour un chargement représentatif de notre essai, une grande zone plastique (de plusieurs millimètres) intersecte tous les pores à cœur de l'éprouvette, figure 4.16b. Les zones plastiques restent cependant extrêmement confinées lors d'un chargement macroscopiquement élastique, figure 4.16a. Contrairement à ce qui est couramment proposé pour les essais de fatigue à grand nombre de cycles, les pores ne

peuvent pas être modélisés et analysés séparément [SER 14, LE 16] puisque la présence d’un pore peut modifier la réponse mécanique de son voisinage.

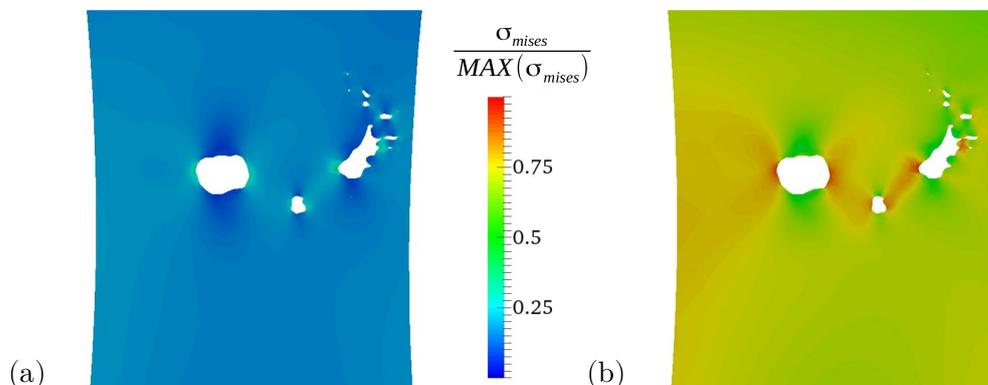


FIGURE 4.15 – Contrainte équivalente de von Mises normée dans le plan 1 (voir chapitre 3) en position haute du premier cycle : (a) dans le cas d’un chargement macroscopique élastique et (b) en plasticité généralisée.

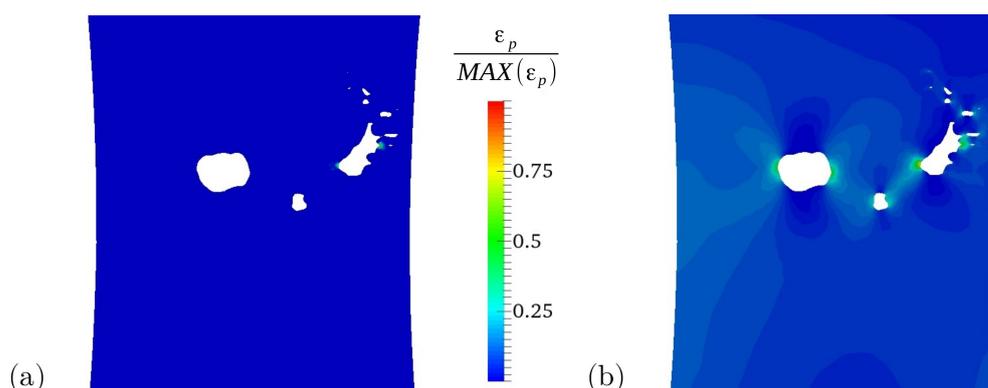


FIGURE 4.16 – Déformation plastique normée dans le plan 1 (voir chapitre 3) en position haute du premier cycle : (a) dans le cas d’un chargement macroscopique élastique et (b) en plasticité généralisée

### 4.3.1.3 Modélisation de l’amorçage

Le matériau PMP ne peut donc clairement pas être analysé comme un matériau homogène à cette échelle. Chaque éprouvette doit alors être considérée comme une structure. Les simulations EF à venir utilisent la loi de comportement identifiée sur la base des essais d’érouissage cyclique, loi qui intègre un terme de restauration dans l’érouissage cinématique. Elles donnent donc une réponse plus réaliste du comportement mécanique du matériau. Seuls les cinq premiers cycles sont modélisés dorénavant dans la mesure où il a été montré, d’une part, que le comportement choisi atteignait rapidement un régime

asymptotique en contrainte et surtout que la vitesse de propagation de fissure expérimentale conduit à des incréments de fissure très rapides ( $\approx 10 \mu\text{m}/\text{cycle}$ ).

Les résultats de la figure 4.17 correspondent aux déformations plastiques cumulées dans le plan 1 (cf. chapitre 3) pour décrire l'amorçage et la propagation de fissure dans l'éprouvette ESRF1\_A4. Cette grandeur offre l'avantage de tenir compte de toutes les composantes du tenseur de déformation inélastique. La cartographie (figure 4.17b) représente les valeurs estimées lorsque le chargement en contrainte est maximum pendant le troisième cycle. Une localisation de la déformation plastique à proximité des pores est alors observable. Le chargement imposé induit globalement une déformation totale d'environ 0,4%. Cependant des déformations plastiques cumulées supérieures à 1 % sont systématiquement observées près des pores. Celles-ci atteignent même environ 3 % au bord du pore P1 après 3 cycles (encadré jaune de la figure 4.17b). La part la plus importante de la déformation plastique est induite lors du premier cycle, figure 4.14.

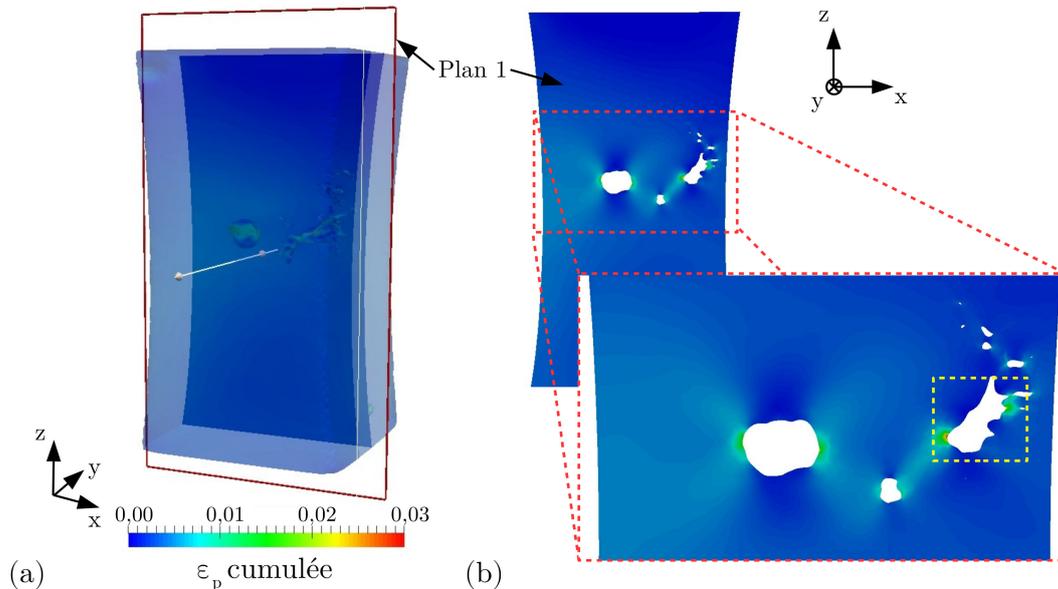


FIGURE 4.17 – (a) Mise en évidence du plan 1 (voir figure 3.2) sur un rendu 3d du maillage utilisé. (b) Champs des déformations plastiques cumulées après 3 cycles (numériques).

La figure 4.18a représente un agrandissement de la zone où la localisation plastique est maximale (encadré jaune de la figure 4.17b). Ce maximum (après trois cycles) correspond exactement à la zone où la rupture d'une particule  $\text{Al}_2\text{Cu}$  a engendré l'amorçage de la fissure F1 (voir la figure 4.18b). Un critère basé sur la déformation plastique apparaît donc comme une solution simple pour prédire l'amorçage des fissures dans notre cas. Cette approche a également l'avantage d'être en adéquation avec les modèles proposés dans la littérature, basés (en partie) sur l'amplitude de déformation, pour estimer la durée de vie de structures en fatigue oligocyclique à haute température [COF 54, SMI 70, MAN 73].

L'écroûissage étant faible (cf. chapitre 1), un pseudo seuil de contrainte ( $\sigma_{mises} \approx$

90 MPa d’après la figure 4.19) est atteint lorsque les valeurs de déformations deviennent importantes. Aucune zone ne semble donc plus critique qu’une autre sur la figure 4.19 compte tenu du niveau de précision choisi pour modéliser la matrice (homogène, sans particule). La cartographie de la contrainte équivalente de von Mises dans le même plan, illustre donc qu’un critère reposant uniquement sur l’amplitude de contrainte a peu de chance de permettre d’identifier les sites d’amorçage de fissure dans notre matériau.

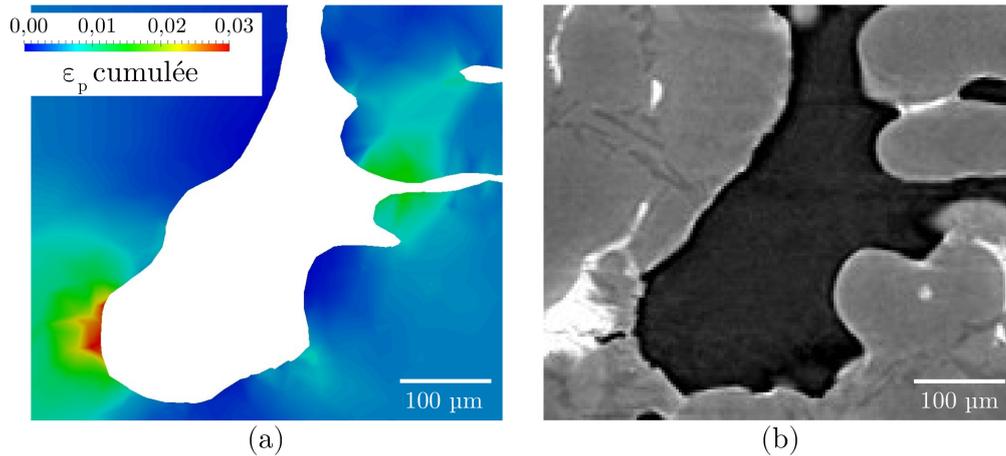


FIGURE 4.18 – (a) Grossissement du champs de déformations plastiques cumulées autour de la cavité de retrait (zone encadrée sur la figure 4.17b) et (b) coupe tomographique extraite dans un plan similaire montrant le site d’amorçage de la première fissure.

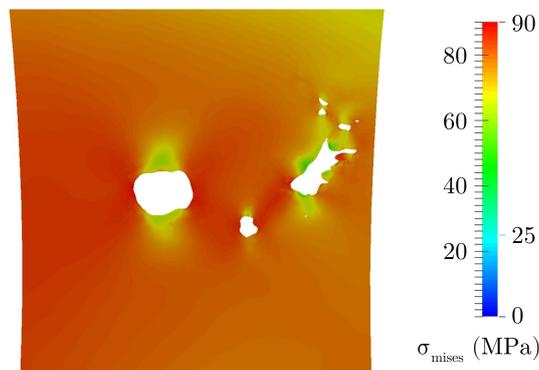


FIGURE 4.19 – Contraintes équivalentes au sens de von Mises dans le plan 1.

Un indicateur basé sur la déformation plastique plutôt que sur les contraintes maximales ou un facteur de concentration de contraintes apparaît adéquat comme critère d’amorçage. Cependant, une erreur dans l’estimation du tenseur de contrainte ou de déformation peut entraîner des prédictions incorrectes des zones critiques. Ces erreurs peuvent aussi être localement induites par une irrégularité dans la qualité du maillage. Une approche énergétique peut permettre de réduire ces erreurs et peut donner plus de robustesse à l’analyse. Une analyse énergétique locale, à l’aide des énergies élastique ( $W_e$ ) et plastique ( $W_p$ ) dé-

finis par Maurel et al. [MAU 09], est alors réalisée. Pour rappel, ces deux énergies sont calculées lors du post-traitement à l'aide des relations :

$$W_e = \frac{1}{3} \int_{cycle} \langle tr(\underline{\sigma}) \rangle \langle tr(d\underline{\varepsilon}_e) \rangle \quad (4.15)$$

$$W_p = \int_{cycle} \underline{s} : d\underline{\varepsilon}_p \quad (4.16)$$

$W_e$  et  $W_p$  sont calculées, dans un premier temps, uniquement dans des sous-volumes centrés sur le point SV1. La figure 4.20a montre l'évolution de ces énergies en fonction des rayons des sous-volumes lorsqu'elles sont intégrées sur les trois premiers cycles. Le nombre de cycles choisi n'a pas d'importance dans ce paragraphe puisque l'objectif est simplement de choisir le rayon de post-traitement optimal à l'estimation de ces deux grandeurs. Une décroissance des énergies est observée quand le rayon de la sphère de post-traitement augmente. Pour des rayons compris entre 25 et 100  $\mu\text{m}$ ,  $W_e$  et  $W_p$  évoluent suivant la même tendance. Une légère différence apparaît pour des rayons plus grands que 100  $\mu\text{m}$  :  $W_p$  semble converger vers  $2,5 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}$ , alors que  $W_e$  continue de décroître. À la lecture de ces résultats, il convient de choisir un volume d'étude suffisamment petit pour que les variations d'énergies plastiques soient significatives : une sphère de 50  $\mu\text{m}$  est donc utilisé par la suite.

Expérimentalement, des microfissures apparaissent lors des premiers cycles : les énergies à  $N=5$  cycles seront donc différentes de celles calculées sur un volume non endommagé. Cependant, puisque nous ne nous intéressons ici qu'à la modélisation de l'amorçage, la simulation de plusieurs cycles semble inutile à première vue. En pratique, il apparaît utile d'en simuler quelques uns afin de prendre en compte la redistribution des contraintes et pour pouvoir obtenir localement des cycles accommodés. Afin de fournir une analyse quantitative il convient alors de choisir, pour l'intégration de  $W_e$  et  $W_p$ , le cycle présentant le meilleur compromis précision (après redistribution des contraintes)/coût (aussi faible que possible). La figure 4.20b montre leurs évolutions dans le volume SV1-R50 pour chacun des cycles simulés. Bien que l'écart entre  $W_e$  et  $W_p$  soit important lors du premier cycle (environ une décade), celui-ci diminue. Ces deux énergies tendent alors respectivement vers  $10^5 \text{ J.m}^{-3}$  et  $1,5 \cdot 10^5 \text{ J.m}^{-3}$ . Puisque l'on observe un début de stabilisation à partir du troisième cycle (figure 4.20b, les valeurs de  $W_e$  et  $W_p$  qui seront utilisées par la suite seront intégrées sur le troisième cycle.

Les énergies calculées dans des volumes de 50 micromètres de rayon placés tout le long de la cavité de retrait P1 dans le plan 1 sont présentées sur la figure 4.21.  $W_e$  et  $W_p$  sont respectivement données sur les figures 4.21a et 4.21b avec les mêmes échelles. Les centres des sous-volumes sont représentés par un points identifiés par leurs coordonnées réelles (X,Y) et la couleur de chaque point correspond au niveau d'énergie correspondant à l'échelle de couleurs. La coupe de tomographie correspondante à la même zone est affichée en arrière plan afin de mettre en évidence localisation de l'endommagement et localisation des grandeurs énergétiques.

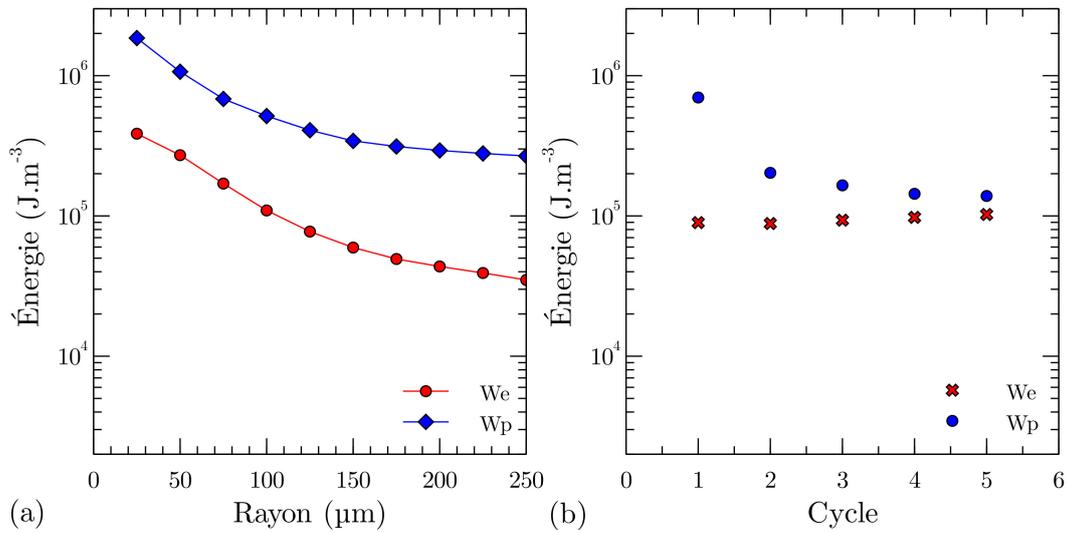


FIGURE 4.20 – Energies élastiques et plastiques estimées en SV1 pour : (a) des volumes de différents rayons sur les trois premiers cycles et (b) pour chaque cycle dans SV1-R50.

Les fissures, expérimentalement apparues après 5 cycles sur les volumes de tomographie se sont amorcées là où l’énergie plastique (et dans une moindre mesure l’énergie élastique) est maximale. Ceci confirme les observations faites sur les calculs préliminaires présentés à la figure 4.14 : l’intensité du chargement est très sensible à la morphologie locale du défaut. Un critère énergétique semble alors tout à fait pertinent pour identifier les sites critiques vis-à-vis de sollicitations cycliques en plasticité généralisée.

#### 4.3.1.4 Chemin de fissuration

Bien que la fissuration ne soit pas modélisée, la figure 4.22 montre que le chemin emprunté par les fissures est globalement localisé dans les zones où la déformation plastique ainsi que la triaxialité des contraintes ( $tr(\underline{\sigma})/\sigma_{mises}$ ) sont élevées. Cela montre que, même si localement les fissures se propagent le long des particules dures, le chemin "macroscopique" de la fissure est guidé par la réponse mécanique de l’éprouvette assimilable ici à une structure. On constate, une fois encore, que l’influence des pores semble dans le cas du matériau PMP est plus forte que celle des particules secondaires.

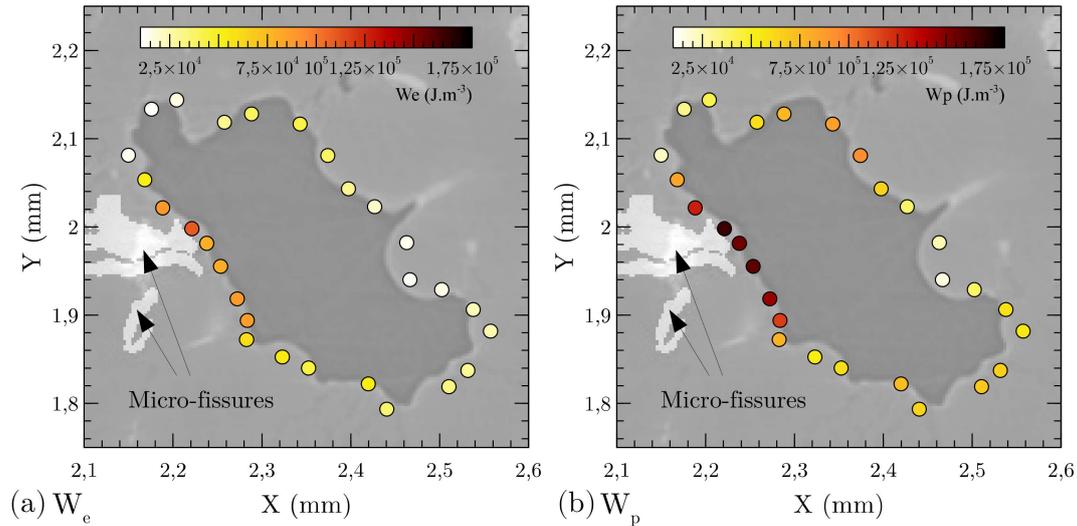


FIGURE 4.21 – Superpositions de la coupe tomographique du plan XY où s’est amorcée la première fissure et des énergies calculées à la surface de la cavité de retrait. L’énergie élastique  $W_e$  est représentée en (a) et l’énergie plastique  $W_p$  en (b). Les microfissures (à  $N=5$  expérimentalement) sont représentées (projections) en blanc sur ce même plan.

### 4.3.2 Analyse de l’influence d’un défaut modèle (matériau PMP+CIC)

#### 4.3.2.1 Modélisation de l’amorçage

Bien que riche, l’analyse de l’éprouvette contenant des défauts réels est délicate du fait de la morphologie complexe des pores. L’étude d’un défaut modèle, à partir de l’éprouvette ESRF2\_T1, devrait permettre de valider les mécanismes et critères proposés puisque la forme des champs mécaniques à proximité d’un trou sont bien connus. Ce calcul EF a été réalisé dans les mêmes conditions que le précédent mais sur seulement 3 cycles (nombre de cycles suffisant pour observer la redistribution des contraintes). Les champs mécaniques sont analysés au maximum de chargement du troisième cycle dans le plan XZ intersectant le milieu du perçage (figure 4.23).

On constate d’après la figure 4.24 que l’amorçage des fissures a lieu dans le plan XY, orthogonal à la direction de sollicitation où les déformations plastiques sont maximales. Tout comme pour le matériau contenant des pores (PMP), l’amorçage semble bien contrôlé par le maximum de déformation plastique. La longueur de la zone fissurée à 700 cycles correspond à une zone où la déformation plastique cumulée dépasse 1% (en rouge sur la figure 4.24b).

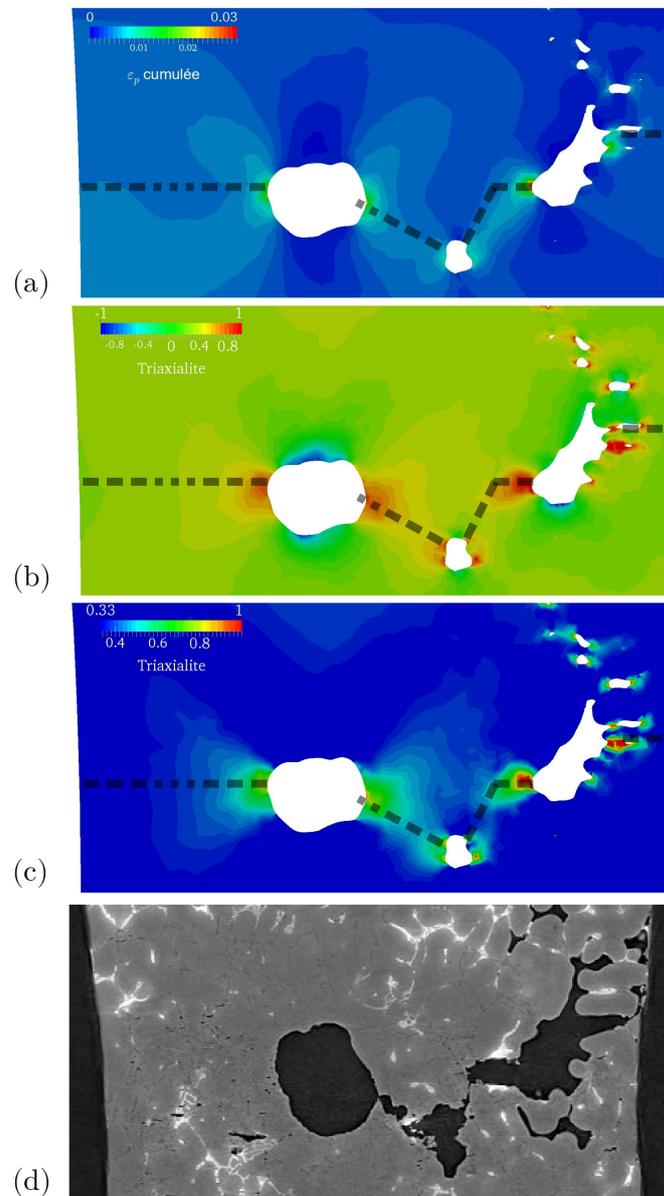


FIGURE 4.22 – (a) Déformation plastique cumulée, (b) Triaxialité des contraintes dans l'intervalle [-1;1] et dans l'intervalle [0,33;1] en (c) après 3 cycles (à charge maximale). (d) Fissure expérimentale après 40 cycles à 250°C. Le trait en pointillés représente schématiquement le chemin de la fissure après 50 cycles.

#### 4.3.2.2 Champs mécaniques

Les fissures s'amorcent dans le plan médian du défaut et s'y propagent sur 100 à 200  $\mu\text{m}$  avant de bifurquer dans des plans orientés à  $\pm 45^\circ$  en pointe de fissure. Ces plans sont ceux où le cisaillement est maximum et sont associés à la forme en "papillon" de la zone plastique autour d'un trou et en pointe de fissure. Dans notre cas cette zone s'étend sur

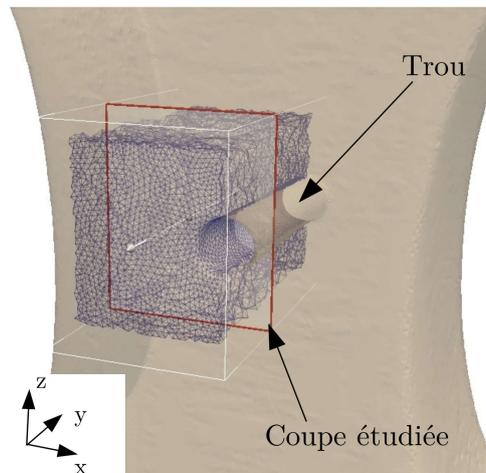


FIGURE 4.23 – Vue 3D de la zone centrale de l'éprouvette ESRF2\_T1. Les résultats des simulations des figures 4.24 et 4.25 sont extraits dans le plan indiqué par une flèche au centre du sous-volume dont le maillage est affiché.

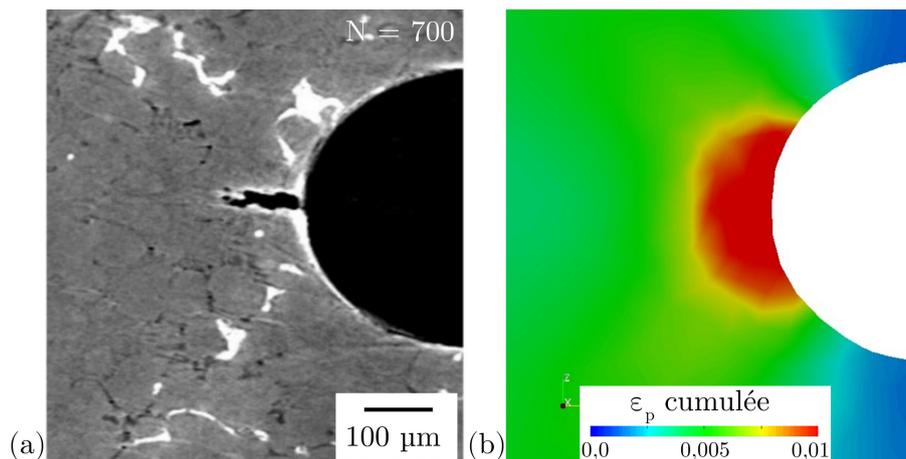


FIGURE 4.24 – Confrontation (a) d'une fissure courte réelle observée le long du trou de l'éprouvette ESRF2\_T1 et (b) de la déformation plastique cumulée au bord du trou. Les valeurs sont seuillées à 1%.

plus d'un millimètre d'après la figure 4.27a. Nous reviendrons plus tard sur les modalités de ce calcul.

Afin de proposer un critère d'endommagement cohérent avec les observations expérimentales, il faut confronter les observations d'endommagement aux différents critères d'amorçage discutés précédemment. De façon analogue à l'analyse proposée pour l'éprouvette ESRF1\_A4, nous allons utiliser à la fois la répartition spatiale tridimensionnelle des zones endommagées (figure 4.26a) et leur projection dans le plan orthogonal à la direction de sollicitation, figure 4.26b. L'observation des zones endommagées, figure 4.26a, est cohérente avec les coupes précédentes, figure 4.25a et 4.26a : le maximum d'endommage-

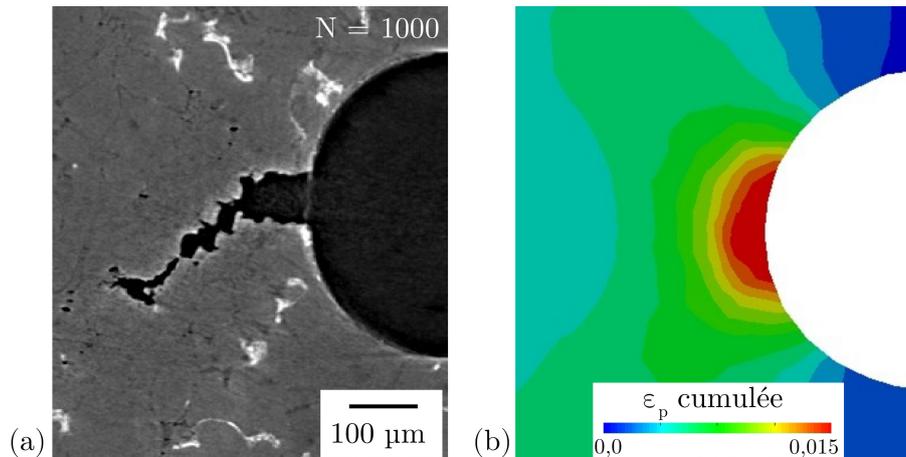


FIGURE 4.25 – (a) Bifurcation de la fissure à 45° dans le plan où (b) la déformation plastique est élevée et localisée dans des plans orientés similairement.

ment est localisé dans le plan médian du perçage puis bifurque suivant la localisation de la déformation à +/- 45° (figure 4.25b). Ainsi, si l’on extrait une coupe à mi-épaisseur de l’éprouvette (figure 4.27a), on retrouve une localisation de la déformation cohérente avec cette observation le long des plans à +/- 45° du plan médian. En revanche, l’observation en projection sur 200 coupes (figure 4.26b) met en évidence une courbure du "front" de la zone endommagée, qui elle est corrélée avec les zones de triaxialité maximales extraites sur un plan à 45° de l’axe de sollicitation, figure 4.27c. En revanche la figure 4.27b montre que, dans ce même plan, la forme du champs de déformation plastique cumulée ne peut pas expliquer la forme du front des fissures.

La fissure se propage, tout comme pour l’éprouvette ESRF1\_A4, dans la zone où la déformation plastique est localisée et prend une forme similaire à celle où la triaxialité des contraintes est importante. Bien que la fissuration ne soit pas simulée, la prise en compte d’un modèle n’intégrant que la déformation plastique n’est donc pas suffisante pour représenter au mieux les fissures dans notre matériau à cette échelle. Il semble nécessaire d’y intégrer les effets de pression hydrostatique. Cette grandeur est en effet connue, dans la littérature, pour favoriser l’endommagement de particules dures dans les matériaux ductiles lorsqu’il sont sollicités à de hauts niveaux de déformation [GOK 98, DIG 02].

On peut raisonnablement supposer, d’après l’équation 4.16, que les zones correspondant à un niveau de déformation plastique maximal doivent aussi être des zones où l’énergie plastique  $W_p$  est maximale. De plus, la définition de l’énergie élastique d’ouverture proposée par Maurel *et al.* doit permettre de prendre en compte la forte triaxialité des contraintes (voir l’équation 4.15).

Un post-traitement en énergie des calculs EF est donc proposé à la figure 4.28. Les énergies élastiques et plastiques sont calculées sur le troisième cycle d’après les équations 4.15 et 4.16. La zone centrale de l’éprouvette est post-traitée sur une hauteur de 5 mm et l’intégration est réalisée en chaque point de Gauss. Pour faciliter leurs représentations,

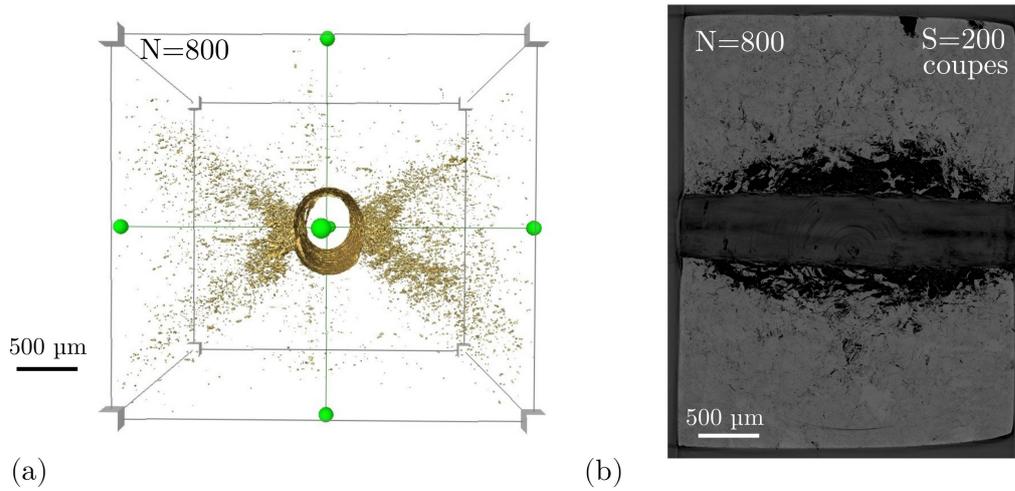


FIGURE 4.26 – Endommagement visible lors du 800<sup>ème</sup> cycle : (a) rendu 3D et (b) projection de l'endommagement dans le plan orthogonal à la direction de sollicitation.

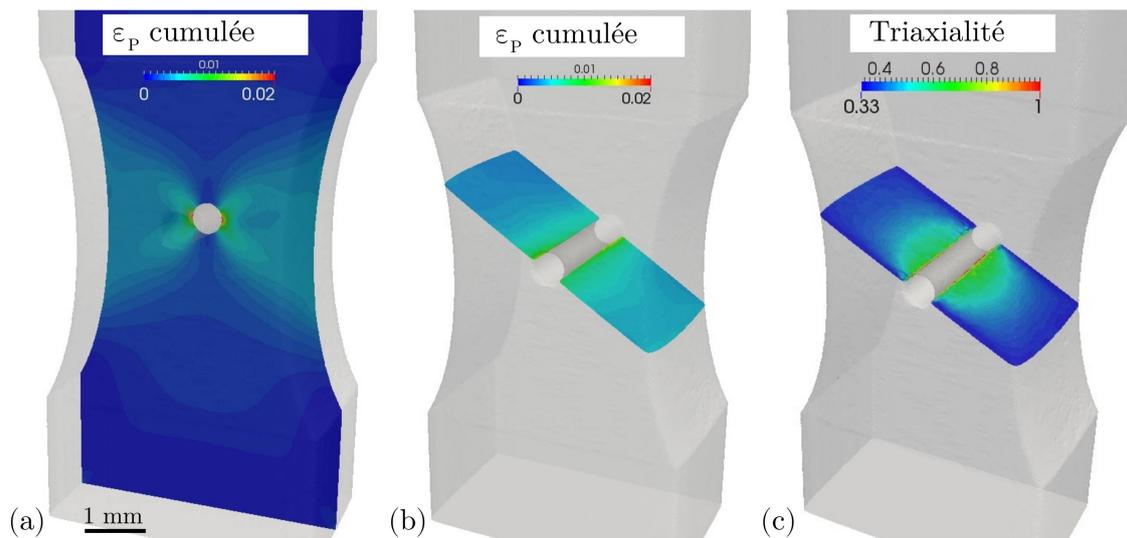


FIGURE 4.27 – (a) Champs de déformation plastique cumulée dans une coupe verticale, (b) dans le plan incliné passant par le centre du trou et intersectant les zones où la déformation plastique cumulée est maximale, et (c) triaxialité des contraintes dans ce même plan.

les résultats sont seuillés afin de n'afficher que les zones où  $W_p$  et  $W_e$  sont maximum (figure 4.28). On constate sur ces figures que les zones où l'énergie plastique est importante correspondent à celles où est observée la bifurcation à 45° des fissures, alors que celles où l'énergie élastique est grande sont cohérentes avec la forme arrondie du front de fissure. Ces résultats permettent de conclure que l'utilisation des grandeurs énergétiques  $W_e$  et  $W_p$  proposées par Maurel *et al.* [MAU 09] semble permettre d'expliquer qualitativement la morphologie des fissures. L'utilisation d'un modèle de fissuration macroscopique, proposé

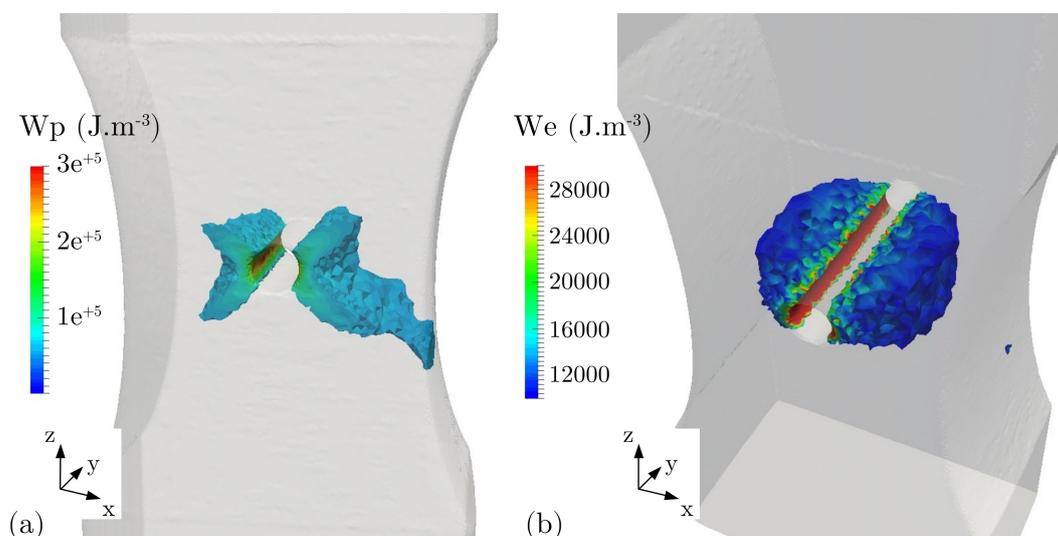


FIGURE 4.28 – Éléments où l’énergie (a) plastique et (b) élastique est maximum dans la zone proche du défaut.

dans le même article, semble alors être une bonne voie pour tenter de modéliser la fissuration du matériau étudié à l’échelle microscopique à partir des données issues des essais réalisés *in situ* sous tomographe.

## 4.4 Propagation de fissures

Il est ici proposé de modéliser la vitesse de propagation à l’aide du modèle de Maurel *et al.* à l’échelle des éprouvettes "macroscopiques" car les éprouvettes *in situ* sont trop petites pour étudier convenablement la propagation de fissures.

Les essais de fissuration SENT ont permis de révéler l’influence des défauts sur les mécanismes d’endommagement et de quantifier les vitesses de fissuration pour des chargements proches de ceux que subit la culasse au niveau des pontets inter-soupapes. Les volumes des échantillons permettent de suivre la fissuration sur plusieurs millimètres, mais seulement en surface des éprouvettes (pas de suivi électrique possible). Les énergies élastiques et plastiques sur un cycle stabilisé ont été mesurées à partir de leurs formulations uni-axiale [MAU 09]. Sur les boucles d’hystérésis contraintes/déformations expérimentales, cela revient à mesurer les aires correspondantes à celles schématisées à la figure 4.2. Puisque la section utile des éprouvettes diminue lorsque les fissures se propagent, les contraintes sont estimées en prenant en compte cette diminution de section au fil des cycles. La nouvelle section est calculée à chaque cycle à partir des mesures de fissures faites en surface et en faisant l’hypothèse d’une propagation rectiligne.

Les figures 4.29 et 4.30 montrent respectivement l’évolution de  $W_e$  et de  $W_p$  pour les éprouvettes extraites dans le matériau industriel (PMP, Lot A) et celles sans pores (PMP+CIC, lot B) en fonction du nombre de cycles. Dans les deux cas, les énergies

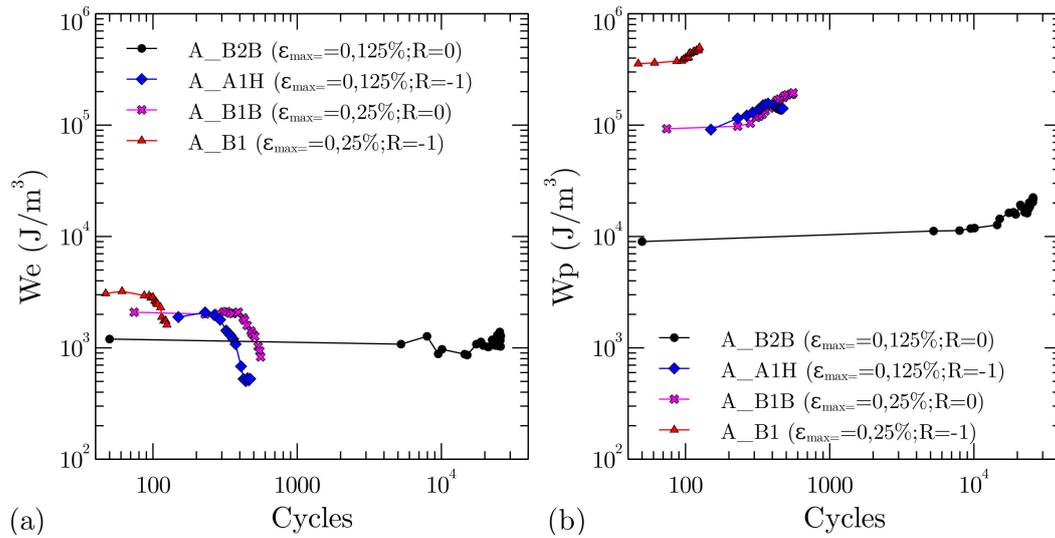


FIGURE 4.29 – Évolution des énergies (a) élastiques  $W_e$  et (b) plastiques  $W_p$  au cours des cycles sur le matériau industriel (PMP).

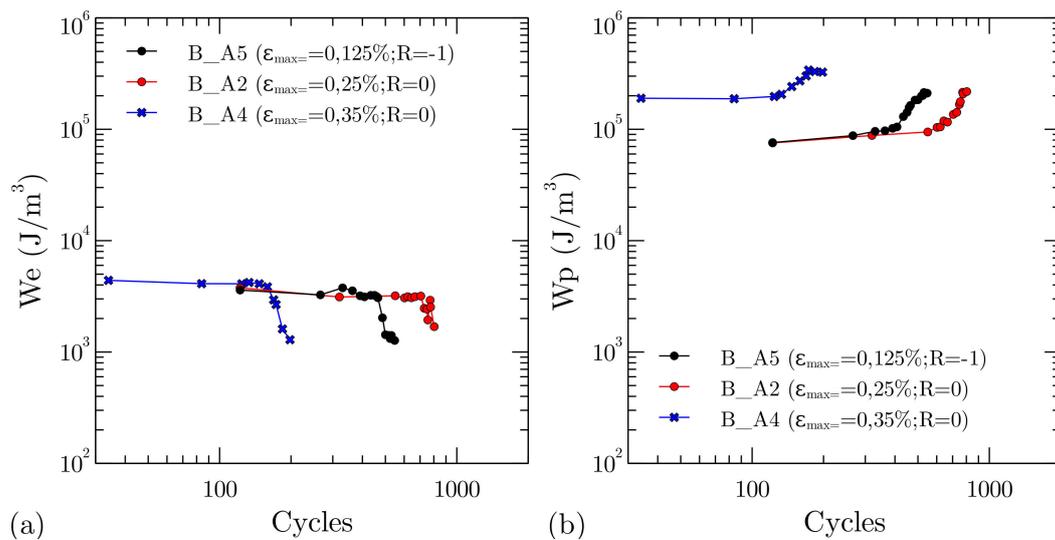


FIGURE 4.30 – Évolution des énergies (a) élastiques  $W_e$  et (b) plastiques  $W_p$  au cours des cycles sur le matériau sans pores (PMP+CIC).

élastiques sont globalement du même ordre de grandeur.  $W_e$  est comprise dans l'intervalle  $1.10^2$  et  $5.10^3$  J.m<sup>-3</sup>. Les énergies plastiques apparaissent très sensibles à l'amplitude de déformation mais peu à la déformation moyenne. Pour un  $\Delta\epsilon$  fixé,  $W_p$  est globalement le même que le rapport de déformation  $R_e$  soit égal à 0 ou à -1 (voir figures 4.29b et 4.30b).

On constate, pour les deux matériaux, que  $W_e$  diminue et qu'au contraire  $W_p$  augmente lorsque la fissure se propage. Ces énergies, mises à jours en fonction de la longueur des fissures, sont utilisées pour modéliser la fissuration des éprouvettes SENT. Dans le cas du

matériau PMP+CIC, on rappelle que l’éprouvette B\_A1 n’est pas utilisée pour l’analyse comme expliqué à la fin du chapitre 3. Les figures 4.31 et 4.32, qui représentent l’évolution des énergies élastiques et plastiques en fonction de la longueur des fissures, montrent que la diminution de  $W_e$  et l’augmentation de  $W_p$  sont globalement linéaires (sur des courbes log-log) pour des longueurs de fissures inférieures à 4 mm.

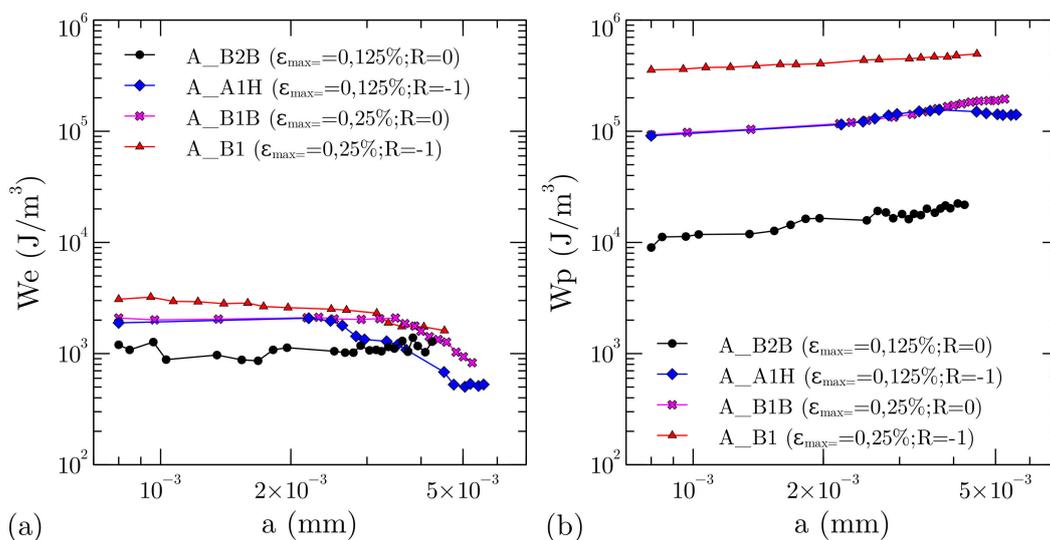


FIGURE 4.31 – Évolution des énergies (a) élastiques  $W_e$  et (b) plastiques  $W_p$  en fonction de la longueur de fissure  $a$  pour le matériau industriel (PMP).

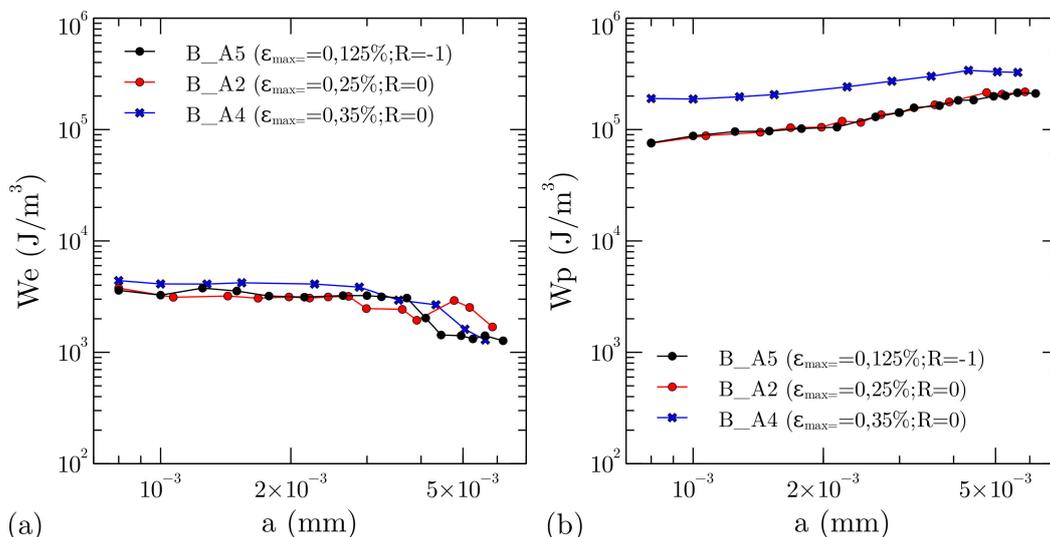


FIGURE 4.32 – Évolution des énergies (a) élastiques  $W_e$  et (b) plastiques  $W_p$  en fonction de la longueur de fissure  $a$  pour le matériau sans pores (PMP+CIC).

L’identification des paramètres du modèle présenté à l’équation 4.14 a alors été réalisé

en optimisant selon la méthode des moindres carrés une fonction coût  $\psi$  définie comme :

$$\psi = \sum_j \left( \sum_j^{N_{exp}(i)} \left[ \frac{\frac{da_{exp}}{dN}(i, j) - \frac{da_{sim}}{dN}(i, j)}{N_{data}(i)max\left(\frac{da_{exp}}{dN}(i, j)\right)} \right]^2 \right) \quad (4.17)$$

Le paramètre  $\lambda$  est fixé à une valeur moyenne de SDAS, soit  $76 \mu\text{m}$ . De plus, l'exposant élastique  $m_e$  est estimé d'après les travaux de Mehry [MER 11, MER 13] où un exposant de Paris de 5,6 est trouvé pour la fissuration d'éprouvettes SENT (similaires à nos éprouvettes) en alliage d'aluminium de fonderie à  $150^\circ\text{C}$ ;  $m_e$  est donc fixé à 2,8 dans notre cas puisqu'il vaut la moitié de l'exposant de Paris [MAU 09]. L'exposant plastique est ensuite identifié afin de représenter au mieux la pente de la courbe  $da/dN = f(a)$  de l'essai présentant le niveau de plasticité le plus élevé. L'ensemble des paramètres du modèle est reporté dans le tableau 4.4 à la ligne PMP.

| Matériau | $m_e$ | $m_p$ | $\gamma_e$ | $\gamma_p$ |
|----------|-------|-------|------------|------------|
| PMP      | 2,8   | 1,6   | 1,00e+2    | 1,14e+3    |
| PMP+CIC  | 2,8   | 1,6   | 1,34e+1    | 1,98e+3    |

Tableau 4.4 – Paramètres du modèle de fissuration identifiés pour chacun des matériaux.

Le modèle identifié pour le matériau PMP est représenté sur la figure 4.33. Les vitesses de propagation moyenne sont en accord avec les résultats expérimentaux. Les grandeurs des paramètres  $\gamma_e$  et  $\gamma_p$  font que les deux énergies ont une contribution significative sur les vitesses de fissurations, c'est-à-dire qu'aucun des deux termes ne peut être négligé.

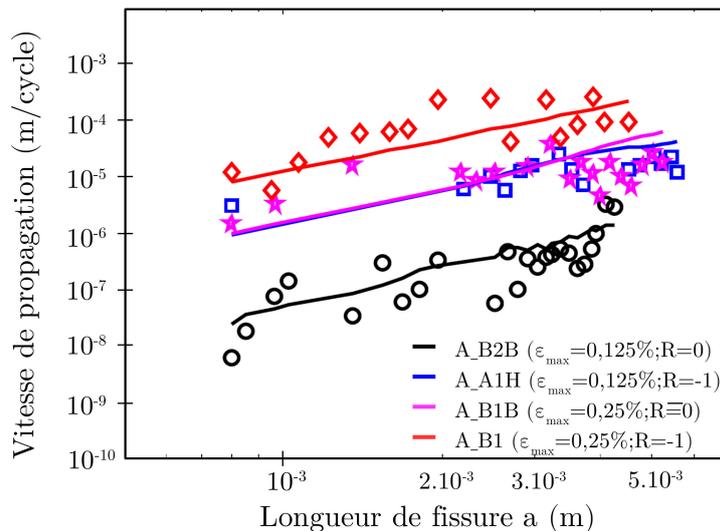


FIGURE 4.33 – Vitesse de fissuration expérimentale en fonction de la longueur de fissure dans le matériau PMP. Les lignes correspondent aux vitesses calculées d'après le modèle de Maurel et al. [MAU 09].

Dans un second temps, les paramètres identifiés sur le matériau PMP ont été appliqués au matériau PMP+CIC. La figure 4.34a montre que les pentes des courbes sont correctes mais pas les vitesses de propagation qui sont globalement sous-estimés. Les deux exposants ont donc été conservés ( $m_e=2,8$  et  $m_p=1,6$ ) et les deux paramètres  $\gamma_e$  et  $\gamma_p$  ont été ré-évalués (voir ligne PMP+CIC du tableau 4.4).  $\gamma_e$  est abaissé alors que  $\gamma_p$  est augmenté pour le second matériau. Cela signifie que pour le matériau ne contenant pas de pore la contribution de l’énergie élastique sur les vitesses de propagation est plus importante. Réciproquement, cela signifie que lorsque le matériau contient des pores,  $W_p$  joue un rôle plus important ; phénomène qui semble logique puisque les pores vont induire de plus grandes déformations inélastiques dans leur voisinage. Les nouvelles vitesses simulées ont été tracées sur la figure 4.34b. Ces énergies de surfaces permettent de convenablement modéliser les vitesses de propagation dans le matériau sans pore. Sur cette dernière figure, et principalement sur la courbe de l’éprouvette B\_A5, on constate aussi que les décélérations et accélérations, observées sur la fin de la fissuration, arrivent à être captées avec ce modèle.

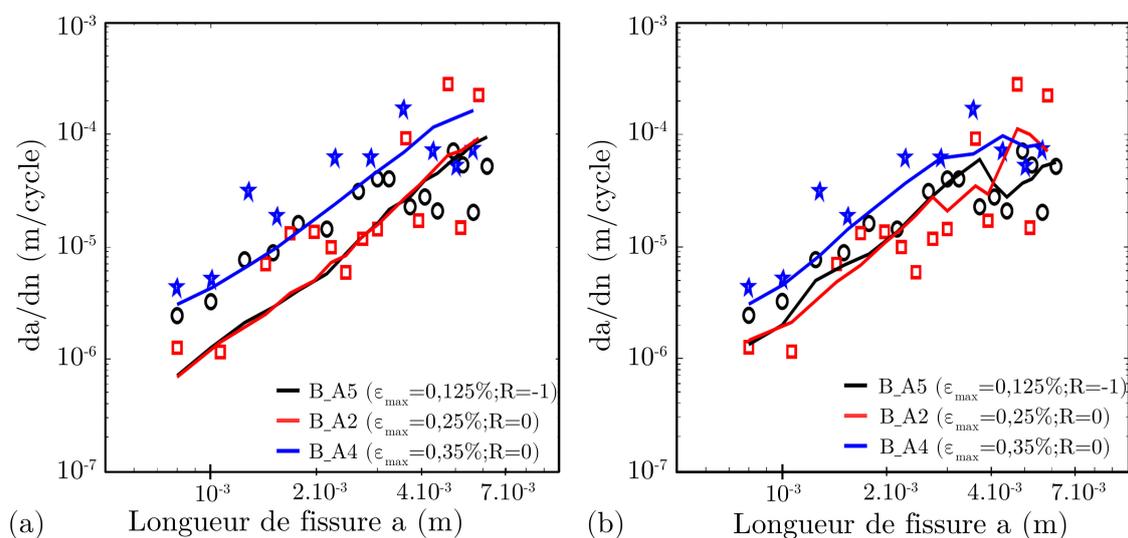


FIGURE 4.34 – Vitesse de propagation expérimentale et numérique des essais SENT sur le matériau sans pores (PMP+HIP). Les paramètres du modèle sont (a) les mêmes que ceux identifiés sur le matériau PMP et (b) ré-optimisés pour ce jeu de données.

## 4.5 Synthèse

Des maillages EF réalistes ont été générés à partir des volumes de tomographie et ont permis de mettre en évidence l’influence de la morphologie des défauts sur la réponse mécanique locale à l’aide de simulations EF EVP. Un critère énergétique a été proposé pour identifier les sites d’amorçage de fissure. Ces calculs EF ont montré une interaction mécanique entre les pores lors d’un chargement en plasticité généralisée. De plus les chemins de fissuration sont corrélés aux zones où la déformation plastique est localisée et où il

existe une forte triaxialité des contraintes. Ces deux grandeurs confortent l'utilisation d'un critère énergétique basé sur l'énergie plastique dissipée et sur la pression hydrostatique. Le modèle de Maurel *et al.* est alors utilisé avec succès pour la modélisation de la vitesse de propagation à l'échelle macroscopique.



## Chapitre 5

# Discussion et perspectives

Dans ce dernier chapitre nous tentons de faire une synthèse de l'ensemble des résultats précédemment exposés. Le début de cette discussion portera sur l'utilisation des essais sur des éprouvettes miniatures et sur les précautions qu'il faut prendre lors de leur analyse. La seconde partie est consacrée aux mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures tandis que la dernière partie sera consacrée à l'apport de ce travail sur la modélisation de la fissuration en plasticité généralisée.

### Sommaire

---

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>5.1</b> | <b>Discussion . . . . .</b>                               | <b>143</b> |
| 5.1.1      | Essais sur éprouvettes miniatures . . . . .               | 143        |
| 5.1.2      | Mécanismes d'endommagement . . . . .                      | 144        |
| 5.1.3      | Modélisation de l'amorçage et de la propagation . . . . . | 148        |
| 5.1.4      | Coalescence de fissures . . . . .                         | 149        |
| <b>5.2</b> | <b>Perspectives . . . . .</b>                             | <b>150</b> |

---

## 5.1 Discussion

### 5.1.1 Essais sur éprouvettes miniatures

Bien que la micro-tomographie RX soit de plus en plus utilisée pour caractériser la microstructure d'un matériau, son utilisation pour le suivi *in situ* de l'endommagement sous sollicitations mécaniques est généralement restreint à des essais de traction monotone et à des essais de fatigue à grand nombre de cycles. Les délais impartis à ce travail n'ont pas permis de développer à la fois un système de chauffage et une machine permettant l'application d'un chargement cyclique de traction/compression à déformation imposée. Les essais réalisés sur éprouvettes "miniatures" sont donc des essais à  $R_\sigma=0,1$  mais sont clairement dans le domaine de la fatigue oligocyclique en terme de nombre de cycles. Bien que ce type de chargement aboutisse à une sollicitation du matériau dans le domaine élastique après quelques cycles, les résultats de la simulation ont montré que des contraintes de

compression (figure 4.14) sont malgré tout générées localement au voisinage des pores dû à leur géométrie complexe. Une localisation marquée des déformations plastiques cumulées ainsi que de la triaxialité des contraintes est observée dans les zones correspondantes à celles où se propagent les fissures (figure 4.22). Une simulation EF similaire, mais pilotée en déplacement plutôt qu'en contrainte montre, sur les figures 5.1a et 5.1b, exactement les mêmes zones de localisations. Ces simulations complémentaires semblent indiquer que le mode de chargement utilisé n'a dans ce cas vraisemblablement qu'une faible influence sur le type et la localisation des mécanismes d'endommagement. De plus, les essais sur éprouvettes macroscopiques, qui eux sont réalisés en déformations imposées, confirment les observations faites sur les éprouvettes "miniatures" : mêmes mécanismes d'amorçages, interactions similaires entre les pores et les fissures. Ces observations donnent de la crédibilité aux essais *in situ*. Il reste à déterminer des critères de propagation efficaces à ces deux échelles d'analyse.

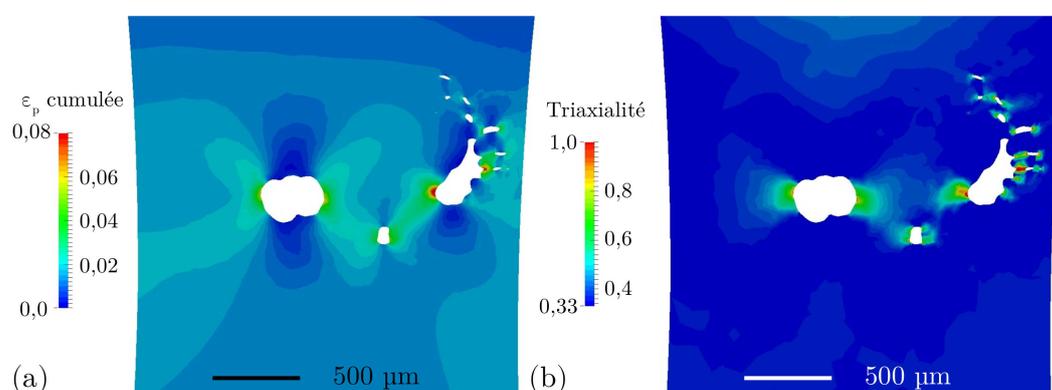


FIGURE 5.1 – Champs de déformations plastique cumulée (a) et de la triaxialité des contraintes (b) après trois cycles (dans le plan 1 défini sur la figure 3.2b) dans le cas d'une simulation réalisée à  $R_\varepsilon=0$  plutôt qu'à  $R_\sigma=0$  (figures 4.22a et 4.22c).

Une des critiques couramment faite sur les essais mécaniques réalisés sur des éprouvettes de petites tailles est la réponse non homogène du comportement du fait du faible volume testé. Les expériences réalisées dans ce travail ne font pas exception car, comme expliqué au paragraphe 3.4, la taille du VER est bien plus grande que celle du volume analysable en tomographie synchrotron, en particulier la section de l'éprouvette est comparable à la taille des pores et des particules de seconde phase. Chaque éprouvette testée consiste donc en une structure spécifique dont la taille relativement faible limite, en outre, la capacité à suivre l'étape de propagation.

## 5.1.2 Mécanismes d'endommagement

### 5.1.2.1 Amorçage de fissures

Ce travail a permis de montrer, pour le matériau PMP, que les amorçages de fissures sont dus aux ruptures de particules localisées à proximité de pores au cœur des éprou-

vettes. La présence de pores semble donc être une condition nécessaire pour l'amorçage de fissure après un faible nombre de cycles. Cela est en accord avec de nombreuses études qui montrent que, comme stipulé dans le premier chapitre, lorsque présents, les pores sont les défauts les plus critiques vis-à-vis du comportement en fatigue des pièces fabriquées en alliage d'aluminium de fonderie. La nature du pore apparaît avoir une influence sur sa criticité d'après les observations et les simulations EF : de plus hauts niveaux de déformations sont atteints autour des cavités de retrait. Les fissures de fatigue tendent à s'amorcer sur les bords des pores ayant les courbures locales les plus importantes [NIC 12, SER 14]. Nous observons cependant que les amorçages ont systématiquement lieu sur les particules, localisées au niveau des zones montrant un maximum de déformation plastique mais qui ne sont pas en contact direct avec les pores. La rupture des particules semble corrélée à l'emplacement du pic de triaxialité des contraintes qui est situé juste en avant du pore [PIN 16, BRO 12b]. Ce phénomène est visible sur la figure 4.9 pour les plus petites tailles de mailles (inférieures à  $35 \mu\text{m}$ ) ; la contrainte normale est maximale à environ  $15 \mu\text{m}$  de la surface du pore modèle. En tout état de cause le couple particule/cavité de retrait est toujours observé pour l'amorçage car ces deux défauts sont indissociables : les cavités de retrait sont toujours localisées dans des zones riches en particules dures puisqu'elles se forment à la fin de la solidification, dans les zones eutectiques.

Nos essais montrent que l'amorçage des fissures a principalement lieu au cœur des éprouvettes. Les amorçages en interne sont plutôt observés dans le domaine de la fatigue à très grand nombre de cycles [BAT 15] (essentiellement pour les métaux ferreux, les données sur les alliages d'aluminium étant rares, en particulier pour les alliages de fonderie). Pour les matériaux contenant des défauts de fonderie, les amorçages en surface dominent pour des durées de vie comprises entre  $10^5$  et  $10^7$  cycles [SER 14]. Cette différence de mécanisme est classiquement expliquée par les différences de niveaux de déformation plastique (condition *a priori* requise pour l'amorçage des fissures), entre les deux types d'essais. Les conditions expérimentales étudiées ici conduisent à une situation tout à fait différente ; de forts niveaux de plasticité sont atteints dans *toute* l'éprouvette. Un calcul EF d'une traction ( $\varepsilon_{max}=0,4\%$ ) sur une éprouvette "miniature" sans défaut (figure 5.2a) montre (figure 5.2b) que les déformations plastiques cumulées sont maximales au centre des éprouvettes, tout comme la triaxialité des contraintes (figure 5.2c). Comme expliqué précédemment, ces deux grandeurs favorisent la rupture de particules dures ; il semble donc logique d'observer des amorçages en interne. De plus, d'un point de vue purement topologique, la probabilité de trouver une particule fragile proche d'un pore est plus grande au cœur des éprouvettes.

### 5.1.2.2 Mécanismes de propagation

Le suivi *in situ* de la propagation des fissures a montré que les fissures se propageaient au cœur des zones contenant des particules fortement endommagées et qu'il y avait en outre une interaction entre les pores et les fissures (phénomène validé sur les éprouvettes SENT). Ce chemin de fissuration, composé de particules rompues, correspond aux zones de localisation de la déformation plastique induite par l'effet de structure dû aux pores

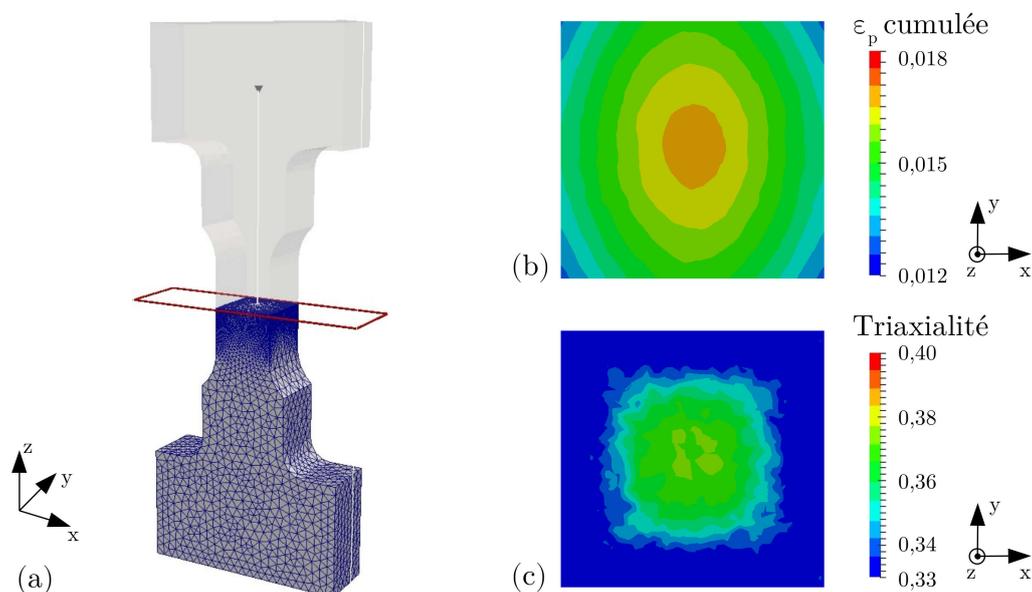


FIGURE 5.2 – Résultats de la simulation d'un essai de traction ( $\epsilon_{max} = 0,4\%$ ) d'une éprouvette "miniature" générée à partir d'une CAO : (a) maillage et plan de coupe, (b) déformations plastiques cumulées dans le plan illustré sur la sous-figure (a) et (c) triaxialité des contraintes dans cette même coupe.

les plus volumineux (figure 4.22a). Il est classiquement admis que les incompatibilités de déformations entre la matrice en aluminium et les particules dures (particulièrement les particules de silicium [MUE 16]) induisent le clivage ou la décohésion de ces dernières [GAL 99, BUF 01]. À haute température, les propriétés mécaniques de la matrice diminuent (baisse du module d'Young et de la dureté) de façon plus marquée que pour les autres composants (Si et  $Al_2Cu$ ) [CHE 10]. Ces incompatibilités sont donc plus fortes à haute température et augmentent le risque d'endommagement des particules. Les zones où sont prédites de fortes déformations plastiques sont aussi soumises à de forts niveaux de triaxialité des contraintes, figure 4.22b. Les mécanismes d'endommagement décrits au chapitre 3 sont similaires à ceux observés lors d'essais monotones sur des matériaux ductiles pour lesquels la triaxialité des contraintes joue un rôle crucial. Goghale *et al.* ont ainsi montré que les forts niveaux de triaxialité mènent à une augmentation du taux d'endommagement des particules de silicium lors d'essais de traction pour des températures allant de  $-50^\circ C$  et  $125^\circ C$  [GOK 98]. De plus, Dighe *et al.* expliquent que l'endommagement des particules de silicium semble être couplé avec les prémices de la striction lors d'un essai de traction [DIG 02]. Dans notre étude, le phénomène de striction est observable (figure 3.7) et peut donc expliquer pourquoi plusieurs particules rompues sont visibles sur les coupes tomographiques. En accord avec Dighe *et al.*, une quantité critique de contrainte hydrostatique (cohérente avec les lieux présentant des hauts niveaux de triaxialité des contraintes) est requise pour amorcer la décohésion des particules de silicium. Bien que

celles-ci ne soient pas intégrées dans nos simulations, les zones "réelles" de localisation des déformations plastiques et des fortes triaxialités dans le matériau devraient être globalement similaires puisque ces deux quantités sont connues pour être localement plus grandes autour des particules dures. Des simulations EF sur des cellules simplifiées ont en effet montré, par exemple, que les particules de silicium conduisent au cumul de la déformation plastique dans leur sillage [FAN 03, GAO 04], particulièrement quand la particule est localisée à proximité d'un pore [GAO 04]. D'autre part, des études sur des matériaux composites à matrice métallique renforcés de particules ont montré de plus forts niveaux de triaxialité autour de particules dont la taille est proche de celle de nos particules de silicium [WAN 93, MEI 00].

Lors de la propagation des fissures, on constate que les particules s'endommagent progressivement durant les cycles et que cette propagation résulte de la coalescence de la fissure principale avec ces zones pré-endommagées présentes en pointe de fissure. De manière similaire à la phase d'amorçage, cet endommagement en pointe de fissure laisse penser que cette rupture est liée aux forts niveaux de triaxialité des contraintes qui sont maximums en avant du front de fissure [PIN 16]. La rupture des particules est alors favorisée. Des phénomènes similaires ont été constatés par Maurel *et al.* sur des matériaux présentant des microstructures plus homogènes lors d'essais de fatigue oligocyclique à hautes températures [MAU 16]. Zhao *et al.* ont aussi constaté ce phénomène sur des aciers inoxydables et ont proposé un modèle de propagation basé sur la densité de micro-fissures présente en pointe de fissure [ZHA 99].

### 5.1.2.3 Hiérarchisation de la criticité des défauts

Les pores et les particules ont été identifiés comme critiques vis-à-vis de l'amorçage et la propagation de fissures. Les simulations et l'analyse du matériau PMP+CIC ont permis de comprendre que les pores sont l'élément microstructural le plus critique ( $N_f^{PMP+CIC} < N_f^{PMP}$ ). Leur prise en compte suffit à identifier les sites d'amorçage et les contours du chemin de fissuration. Les pores "sphériques", dû à la sublimation du polymère, semblent toutefois assez inoffensifs. Les particules dures sont alors le deuxième élément critique. Aucune hiérarchisation de leurs criticités respectives n'a pu être proposée dans cette étude. La nature des trois principaux types de défauts (Si, Al<sub>2</sub>Cu et  $\alpha$ -AlFeSi) font qu'ils ont des propriétés mécaniques différentes. De plus, leurs tailles sont très hétérogènes et leurs morphologies complexes. Dire quel type de particule est plus critique qu'un autre apparaît impossible à la vue de nos données puisqu'elles sont toutes présentes sur les chemins de fissuration : certaines fissures peuvent croître de plusieurs centaines de micromètres en seulement quelques cycles lorsque une phase Al<sub>2</sub>Cu ou un intermétallique riche en fer rompt (figure 3.15b). Il en est de même pour les particules de silicium. Bien que plus petites, celles-ci se concentrent dans des zones qui se fissurent rapidement (figure 3.16).

Il est toutefois possible, à l'aide de mesures de champs tridimensionnelles par corrélation d'images, de comparer qualitativement les niveaux de déformations locaux qui mènent à la rupture de ces différentes particules de phases secondaires. Cette tâche est effectuée par

d'autres membres du projet INDIANA au Laboratoire de Mécanique de Lille et pourrait permettre de proposer une hiérarchie de criticité.

### 5.1.3 Modélisation de l'amorçage et de la propagation

#### 5.1.3.1 Critère d'amorçage

L'association des observations expérimentales notamment *in situ* et des analyses numériques incluant les pores permet d'identifier et d'expliquer l'origine des mécanismes d'endommagement responsables de l'amorçage et de la propagation des fissures dans le matériau PMP. Le chapitre 4 montre clairement que les sites d'amorçages correspondent aux zones qui localisent les maxima de déformation plastique dans le cas de chargements très sévères. L'utilisation d'un indicateur basé sur les déformations inélastiques plutôt qu'une contrainte maximale ou un facteur de concentration de contrainte a été suggérée par plusieurs auteurs pour identifier les zones critiques pour la fatigue des alliages d'aluminium de fonderie [GAO 04, GAL 99]. Une erreur d'estimation de la contrainte ou de la déformation peut cependant conduire à la prédiction de zones critiques incorrectes. Ces erreurs d'estimation peuvent simplement être dues à des singularités de maillage au niveau des pores. Bien que les morphologies des pores maillés soient proches de celles observées sur les volumes tomographiques, la position/taille de certains éléments (principalement sur les surfaces extérieures des éprouvettes) peut localement perturber l'estimation des grandeurs mécaniques. Une approche énergétique permet de réduire ces erreurs et donne plus de robustesse à notre analyse. L'énergie de déformation inélastique dissipée ( $W_p$ ) proposée par Maurel *et al.* semble permettre d'identifier correctement ces sites dans le cas de notre étude : les sites d'amorçages sont ceux qui dissipent le plus d'énergie. Afin d'être moins sensible aux artefacts résultants du maillage, il est utile de mettre à profit une approche non locale réalisée par une simple moyennisation de l'énergie calculée dans des sous-volumes. Des sphères de 50  $\mu\text{m}$  ont donc ici été utilisées pour l'analyse énergétique. Les résultats sont prometteurs et permettent d'utiliser  $W_p$  comme critère d'amorçage. Les valeurs de  $W_p$  sont toutefois sensibles à la taille du volume d'intégration. Il convient donc de déterminer et fixer la taille de ce volume d'intégration. Dans notre cas, puisque les zones critiques étaient connues, la zone de post-traitement des résultats a pu être identifiée au préalable. Dans le cas d'une structure complète (pores inclus), il conviendrait d'affecter à chaque point de Gauss la valeur de  $W_p$  calculée dans un volume l'entourant (similaire à une moyenne glissante), pour identifier de façon exhaustive les zones critiques. Ce type de calcul est cependant très lourd et long (plusieurs jours de calcul pour le cas de l'éprouvette ESRF2\_T1).

#### 5.1.3.2 Modèle de propagation

Les essais de propagation de fissure sur éprouvettes SENT ont permis d'identifier un modèle de vitesse de propagation de fissures à l'échelle de la structure utilisable en bureau d'étude. Le modèle proposé par Maurel *et al.* [MAU 09] permet de quantifier ces vitesses

dans le matériau contenant des pores et dans celui qui en est exempt. Les amplitudes des chargements et les rapports de déformations sont globalement bien pris en compte numériquement à l'aide de la formulation uni-axiale de ce modèle. Par contre, à la différence de ce qui est proposé par Maurel *et al.* dans [MAU 09], les énergies  $W_e$  et  $W_p$  sont estimées en prenant en compte la diminution de la section de l'éprouvette lors de la propagation de la fissure. La prise en compte de l'évolution de  $W_e$  et  $W_p$  en fonction de la longueur de fissure  $a$ , permet de capter les oscillations de vitesses visibles pour le matériau PMP+CIC sur la figure 4.34b. Cela montre que l'utilisation de ces deux grandeurs énergétiques est cohérente pour modéliser la propagation de fissures.

Bien que la modélisation des vitesses de propagation observées soit efficace, le couplage entre les exposants et les énergies de surfaces  $\gamma$  rend l'identification complexe. L'effet de ce couplage se fait particulièrement ressentir pour la partie élastique du modèle ; l'exposant  $m_e$  contribue à représenter la pente des courbes mais conditionne aussi l'écart entre les courbes puisque le paramètre  $\gamma_e$  est lié à  $m_e$  (voir l'équation 4.14). C'est ce qui explique que, sur la figure 4.33, les vitesses de l'éprouvette A\_B2B sont globalement sur-estimées alors que celles de l'éprouvette A\_B1 sont légèrement sous-estimées. On atteint ici une limite du modèle : les prédictions des vitesses pourraient être améliorées par une modification de celui-ci à condition de disposer d'une base d'essais plus riche en conditions.

Si on réalise une analyse fine des vitesses de propagation des fissures, on constate de fortes accélérations "locales" dues aux interactions défauts/fissures et aux coalescences de fissures. C'est pourquoi, dans le cadre de cette étude, nous nous sommes concentré sur l'analyse des vitesses "asymptotiques" des fissures, dont les mesures ont été réalisées sur des intervalles de 200  $\mu\text{m}$ . Cette longueur caractéristique peut être considérée comme raisonnable compte tenu de la taille des éléments de la microstructure (cf. chapitre 1). Une meilleure identification du modèle aurait tout de même pu être réalisée en augmentant le nombre de chargements différents et en multipliant les essais pour chaque chargement. Ce qui n'a pu être fait faute de matière disponible (extraction à partir des culasses) mais surtout de temps.

#### 5.1.4 Coalescence de fissures

Bien qu'observée expérimentalement aux deux échelles et sur les deux matériaux, les phénomènes de multi-amorçage et de coalescence de fissures n'ont pu être que partiellement analysés dans ce travail de thèse. Ces amorçages de fissures secondaires ont majoritairement lieu au niveau de cavités de retraits situées dans le voisinage de la fissure principale. Tout comme l'amorçage des fissures principales, les ruptures de particules situées à leurs proximités sont à l'origine de leurs amorçages. La présence de pore n'est cependant pas nécessaire, les ruptures de particules de phases secondaires de grandes tailles ont aussi donné naissance à des fissures dans le matériau PMP+CIC sur éprouvettes SENT.

Il semblerait intéressant d'estimer l'influence d'une coalescence sur la vitesse de propagation. Quelques questions peuvent être soulevées :

- Quelle est la distance critique entre deux fissures qui permet d’observer une accélération de la fissure principale ?
- Une fois que la coalescence a eu lieu, y a-t-il une accélération ou un ralentissement de la fissure principale ?

Nos essais ne permettent cependant pas de répondre à ces questions car l’échantillonnage temporel des essais réalisés sous tomographe est trop faible et la résolution spatiale du suivi de surface réalisé sur les éprouvettes SENT n’est pas assez grande pour permettre une description fine de la propagation. Dans le cas des essais SENT, en plus de l’imprécision de la localisation du front de fissure, la rupture de particules en pointe de fissure (mécanisme de propagation principal) bruite la mesure de vitesse. A nouveau, pour les essais SENT, la mesure de vitesse moyenne tend à montrer que les accélérations locales sont peu perceptibles au delà d’une longueur caractéristique proche de la taille moyenne des pores les plus gros. C’est bien la définition de plusieurs longueurs caractéristiques qui apparaît comme cruciale ici : la longueur caractéristique pour le calcul des énergies et une longueur caractéristique d’interaction entre microfissures.

Cette fissuration multiple pose question concernant la légitimité à utiliser le modèle de Maurel *et al.* pour rendre compte de la fissuration des éprouvettes SENT. Dans ce type de modèle il est fait l’hypothèse que l’évolution de l’endommagement est égal à la propagation d’une seule fissure :  $\frac{dD}{dN} = \frac{dS}{dN}$  avec  $D$  l’endommagement et  $S$  la surface de la fissure principale. Cette égalité n’est cependant pas vérifiée dans le cas d’une multifissuration. Le constat qui peut toutefois être fait à partir de la figure 3.10b est que, malgré la fissuration sur plusieurs sites de l’échantillon ESRF1\_A4, une fois que la fissure principale a atteint une certaine taille, sa vitesse est globalement celle vue par l’ensemble de l’éprouvette. La vitesse "macroscopique" de propagation de la fissure principale pilotet-elle celle de l’éprouvette ?

## 5.2 Perspectives

Afin de poursuivre cette étude plusieurs voies d’explorations sont envisageables pour mieux comprendre le comportement de ce matériau, mais aussi d’un point de vue académique pour fournir des informations sur le comportement de fissures en plasticité généralisée. Quelques idées sont ici énumérées :

1. **Modifier le modèle probabiliste proposé par Charkaluk *et al.* [CHA 14].**

À la suite de la thèse de S. Tabibian, un modèle probabiliste de la durée de vie en fatigue a été proposé à partir d’une population de défauts caractérisés en surface et d’essais LCF. Les éprouvettes testées à l’époque ont depuis été caractérisées par tomographie RX. Une meilleure description de la population de défaut doit permettre d’améliorer ce précédent modèle (Szymtka, Journée Printemps SF2M 2014). De plus, l’hypothèse qui avait été faite était de lier la durée de vie à la taille du pore le plus gros. Nous savons maintenant que cela n’est en réalité pas le cas, plusieurs défauts contribuent à l’endommagement d’une éprouvette.

2. **Prendre en compte le réseau de particules dans les simulations numériques.** Le maillage explicite des particules n'est pas nécessaire pour estimer leur influence sur les champs moyens de contrainte et de déformation. Un modèle de matériau composite basé sur une méthode d'homogénéisation suffirait pour rendre compte de l'effet de particules dans la matrice. En particulier, l'hétérogénéité entre zones dendritiques et inter-dendritiques pourrait être prise en compte. A partir des maillages contenant des pores, il est possible d'effectuer des simulation où une fraction volumique de particule différente est affectée à chaque point de Gauss. Ces fractions volumiques peuvent être déterminée à partir des mêmes volumes tomographiques qui ont permis de générer les maillages réalistes. À l'heure actuelle, un modèle préalablement développé par K. Danas également partenaire du projet ANR [PAP 16], a été adapté pour y intégrer un écrouissage cinématique linéaire. Ces résultats pourraient, dans un premier temps, être confrontés aux mesures de champs réalisées par DVC. Dans un deuxième temps, il serait possible d'estimer les contraintes critiques à rupture des particules.
3. **Modéliser explicitement les fissures.** Les données issues de la tomographie offrent une vision tridimensionnelle de la fissuration. Il est possible d'extraire les chemins de fissures à différents nombres de cycles. L'intégration de ces fissures réalistes dans des modèles EF permettrait d'analyser les grandeurs mécaniques en pointe de fissure et donc de pouvoir aider à l'identification d'un modèle de vitesse de propagation ou d'un critère de bifurcation de fissure établis à l'échelle locale ( $\equiv 10 \mu\text{m}$ ) en plasticité généralisée. Il est aussi envisageable de tester ces modèles en modélisant explicitement la propagation de ces fissures réalistes à l'aide du code Z-cracks.
4. **Améliorer le dispositif expérimental.** Cette thèse a montré qu'il était possible de réaliser des essais de fatigue oligocyclique en température suivis en 3D. La possibilité d'appliquer un chargement cyclique avec des efforts de compression permettrait de fournir des données plus facilement comparables avec les données d'essais LCF macroscopiques. Les essais LCF étant réalisés à des fréquences relativement faibles, l'utilisation d'un moteur pas à pas pour le pilotage en déplacement semble être la solution la plus simple et robuste. Des essais de fatigue mécano-thermique (i.e. en condition de fatigue anisotherme) pourraient potentiellement être réalisés avec ce montage.



# Conclusion

Ces travaux de thèses ont permis de caractériser le comportement en fatigue oligocyclique d'un alliage d'aluminium de fonderie Al-Si-Cu-Mg produit par un Procédé à Modèle Perdu (PMP) à 250°C. Un dispositif expérimental a spécifiquement été développé et utilisé avec succès pour suivre *in situ* l'évolution de l'endommagement en fatigue oligocyclique par tomographie aux rayons X synchrotron. Les volumes tomographiques ont permis de mettre en évidence la complexité de la microstructure du matériau : réseau interconnecté tridimensionnel de particules eutectiques et grandes cavités de retrait ayant des morphologies complexes. Ils ont aussi permis d'analyser l'amorçage et la croissance de fissures à l'intérieur des échantillons. En utilisant la compression isostatique à chaud, nous avons pu obtenir un matériau dépourvu de pore ayant une microstructure et un comportement mécanique similaires à ceux du matériau PMP. Les essais réalisés sur ce matériau PMP+CIC ont permis de clarifier le rôle clé des pores sur l'amorçage et la propagation de fissures.

Des maillages Éléments Finis réalistes de microstructures poreuses 3D ont été générés à partir des volumes tomographiques dans le but de réaliser des simulations EF élasto-viscoplastiques. Le comportement mécanique de la matrice a été identifié (modèle de type Chaboche à écrouissage cinématique non-linéaire) sur le matériau exempt de pore et utilisé pour ces simulations EF. Celles-ci ont montré une influence de la morphologie des pores sur les champs mécaniques moyens et locaux. Les sites d'amorçage de fissures sont localisés à proximité des cavités de retrait où l'énergie de déformation inélastique est la plus importante. Pour des tailles équivalentes, les pores de dégazage, plus sphériques, sont moins critiques.

Le chemin de fissuration est lié à la localisation des déformations du fait de l'interaction à longue distance entre les pores. Les particules dures (intermétalliques et/ou particules de silicium) sont intensivement endommagées en pointe de fissure, ce qui permet la propagation de la fissure principale le long de ces zones (préalablement endommagées).

Combiner les observations expérimentales et les simulations numériques a été essentiel pour comprendre les mécanismes d'endommagement qui opèrent dans cette microstructure complexe. Cette approche apporte des informations inaccessibles autrement et nécessaires pour proposer un critère d'endommagement. En effet, alors qu'elles apparaissent comme essentielles dans le processus d'endommagement mise en évidence dans cette étude, les grandeurs telles que la triaxialité des contraintes et l'énergie de déformation inélastique ne sont pas mesurables expérimentalement ou en tous cas pas avec la précision requise en

termes de localisation.

Un scénario d'endommagement peut finalement être proposé (figure 5.3) :

- De forts niveaux de déformations plastiques sont générés à proximité des pores de formes complexes.
- Les particules dures localisées dans ces zones sont endommagées lors des premiers cycles (étape I sur la figure 5.3a).
- L'amorçage (étape II) a lieu quand le ligament entre le pore et la zone endommagée est rompu (figure 5.3b).
- Lors des cycles suivants, les particules situées dans la zone de localisation de la déformation induite par la pointe de fissure sont progressivement endommagées du fait des déformations plastiques et de la forte triaxialité des contraintes (étape III sur la figure 5.3c).
- La propagation consiste en une répétition des étapes I et II. La fissure reste confinée dans les zones eutectiques qui sont localisées à l'intérieur de la zone la plus sollicitée à la pointe de fissure.

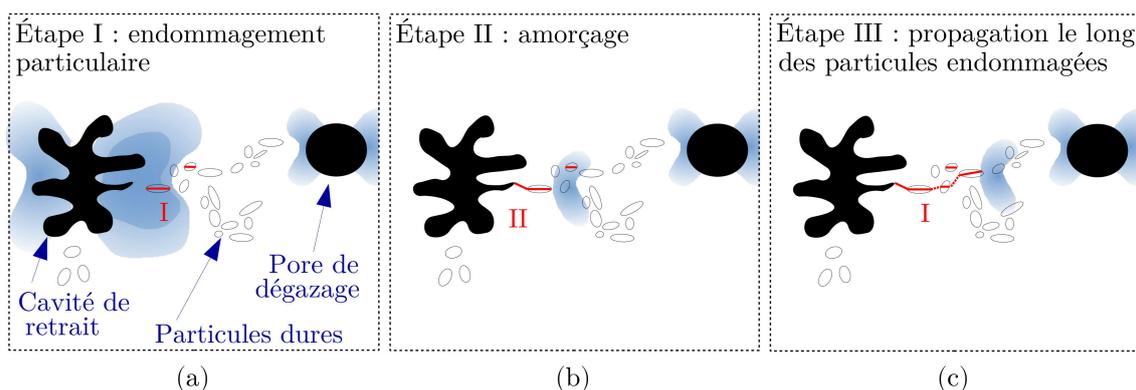


FIGURE 5.3 – Représentation schématique des mécanismes d'amorçage et de la propagation. (a) étape I : endommagement des particules dures lors des premiers cycles, (b) étape II : amorçage d'une fissure lorsque le ligament entre le pore et la zone endommagée est rompu et (c) étape III : propagation de la fissure par une répétition des étapes I et II en pointe de la fissure.

Ce scénario a été confirmé sur des éprouvettes de plus grandes dimensions (SENT) lors d'essais de propagation de fissure en plasticité généralisée. Un modèle de vitesse de propagation de fissure, utilisable en bureau d'étude, a été identifié et permet de convenablement représenter les vitesses moyennes de fissuration dans le matériau PMP et dans le matériau sans pores (PMP+CIC).

# Éprouvettes synchrotron

Les essais *in situ* se sont déroulés en deux phases :

- ESRF1 : une première où le dispositif expérimental et le protocole ont été testés. Plus de détails sont donnés au chapitre 2.
- ESRF2 : une seconde où le matériau HIP+CIC a été introduit et où la taille des éprouvettes a été augmentée (3,5 mm contre 2,1 mm) dans le but de pouvoir observer plus longtemps la propagation des fissures. En plus de ces nouvelles éprouvettes, les éprouvettes ESRF2\_T1 et ESRF2\_H1 ont aussi été testées lors de cette session (détails au chapitre 3).

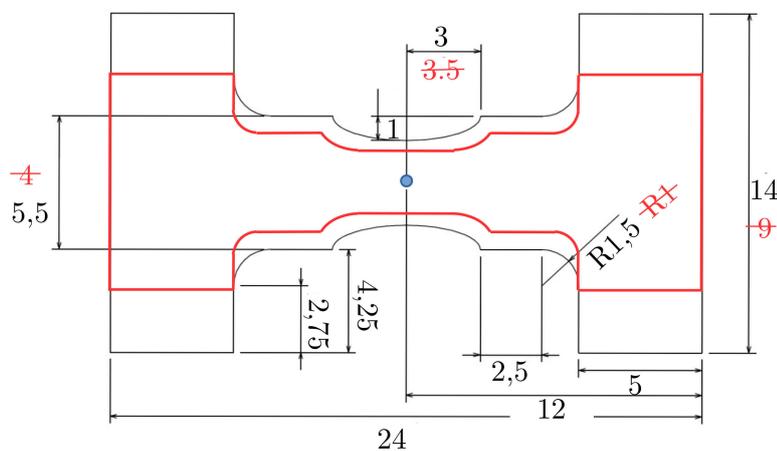


FIGURE A.1 – Dimensions des éprouvettes de la campagne d'essai ESRF2 : en noir les nouvelles cotes et en rouge celles de l'ancienne géométrie. L'épaisseur est fixée à 3,5 mm.

Les géométries des éprouvettes ESRF2 ont été modifiées dans l'optique de pouvoir étudier la propagation de fissures sur de plus grandes distances *in situ* : la largeur des éprouvette a donc été augmentée. Cependant la re-définition de la géométrie des éprouvettes a été faite en tentant de :

- concentrer les contraintes dans la zone utile

- diminuer la longueur de la zone utile pour pouvoir l’observer entièrement lors de l’acquisition
- faire varier rapidement la section pour diminuer l’influence des pores les plus éloignés du centre de l’éprouvette afin d’optimiser le processus de tri.
- garder une épaisseur constante
- limiter les modifications de la géométrie mors

La nouvelle forme de la zone réduite est donc choisie elliptique. Ces dimensions sont données sur la figure A.1 et les résultats d’une simulation EF (mise en charge à 250°C jusqu’à une déformation totale de 0,4 %) sont donnés à la figure A.2. Les résultats d’une même simulation sur la géométrie de l’éprouvette ESRF1 est disponible à la figure 2.11 pour comparaison.

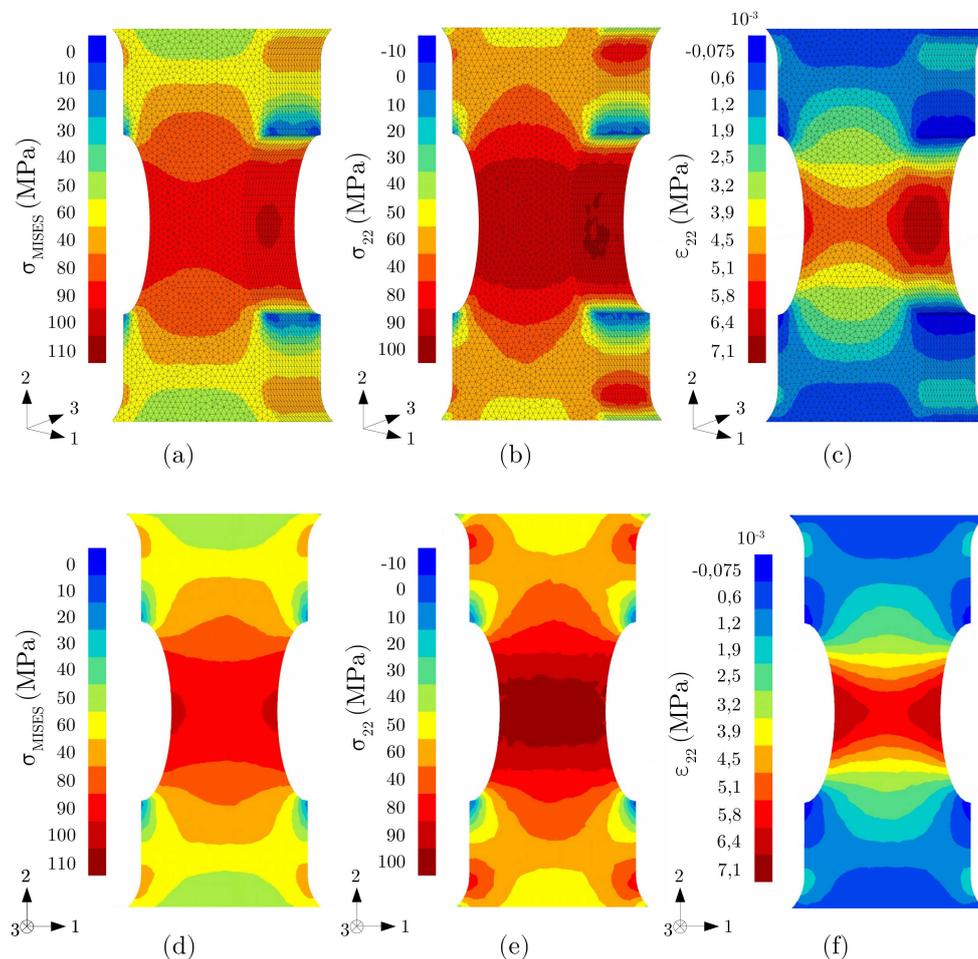


FIGURE A.2 – Résultats d’une simulation EF d’une mise en traction dont la déformation totale équivaut à 0,4 % à 250°C de la nouvelle éprouvette. Les champs sont représentés en perspective sur les surfaces extérieures sur les figures (a),(b),(c) et à cœur, dans le plan médian de l’éprouvette parallèle au plan (1,2) sur les figures (d),(e),(f).

## Annexe B

### Essais à 200°C

Des essais *in situ* à 200°C ont aussi été réalisés à l'ESRF. Nous présenterons donc ici succinctement les observations et simulations réalisées sur une éprouvette prélevée du même pontet inter-soupapes que l'éprouvette ESRF1\_A4. Le même scénario d'endommagement a lieu à cette température, à la différence que l'amorçage se déroule plus tardivement, après 5000 cycles. La microstructure est donc fidèle à celle décrite au chapitre 1 et le protocole expérimental est celui du chapitre 2. Ces résultats ont été présentés lors des journées printemps de la SF2M 2015 lors d'une présentation intitulée "Caractérisation de l'endommagement en fatigue thermomécanique d'un alliage d'aluminium de fonderie par tomographie aux rayons X".

La figure B.1 montre l'amorçage de deux fissures à la surface d'une cavité de retrait : aussi bien celle de gauche que celle droite se sont amorcées sur des particules de silicium. A 22000 cycles les deux fissures se sont propagées d'environ 75  $\mu\text{m}$  le long de particules de silicium. Lors des 800 cycles suivants, la rupture de particules de silicium est toujours la cause de la propagation de ces deux fissures. Cependant celle de gauche s'est propagée d'environ le double de celle de droite : environ 150  $\mu\text{m}$  contre 70  $\mu\text{m}$ .

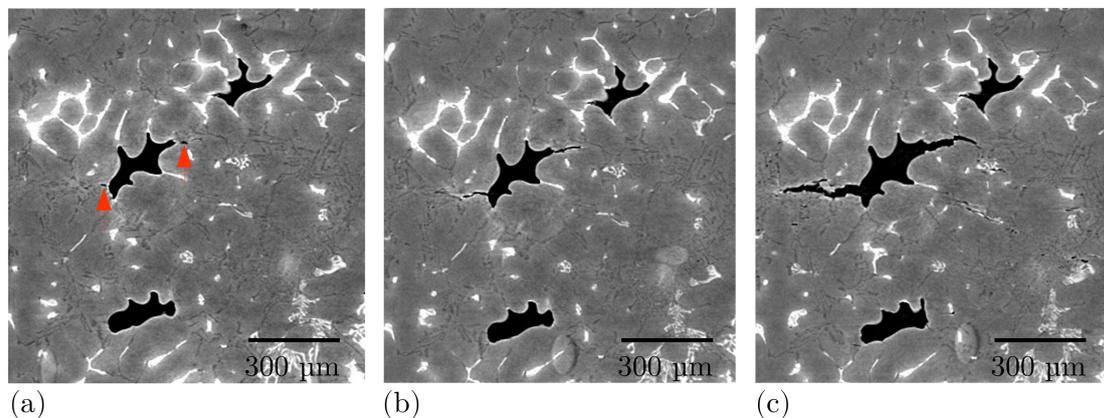


FIGURE B.1 – Coupe tomographique d'une éprouvette testée à 5000 cycles, 22000 cycles et 22800 cycles.

Des simulations EF, visibles sur la figure B.2, ont aussi montré que les sites d'amorçages des fissures sont localisés dans les zones montrant les plus importantes déformations inélastiques. La zone apparaissant en vert au centre de l'image correspond à la déformation plastique induite par un pore sphérique se situant dans un plan non intersecté par la coupe de la figure B.2.

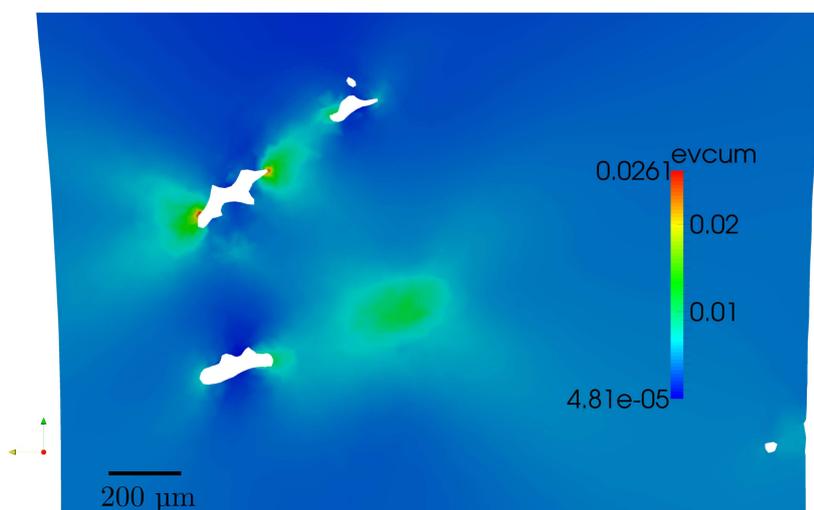


FIGURE B.2 – Coupe issue d'un calcul éléments finis montrant la déformation plastique cumulée après le premier cycle.

# Estimation par modélisation EF de la déformation plastique lors des essais de fissuration

Les quatre principales configurations ( $R_\varepsilon = 0/-1$  et  $\varepsilon_{max} = 0,125/0,250\%$ ) ont été simulées par élément finis au préalable, dans le cas d'un matériau sans pores, afin d'approximer la taille de la zone plastique. Les simulations ont été réalisées sur un maillage 3D représentant uniquement une demi épaisseur de la zone utile de l'éprouvette (Figure C.2). Cette zone utile est artificiellement allongée (44 mm au total) pour que les champs mécaniques ne soient pas altérés par les conditions limites. L'objectif est également de modéliser une rigidité similaire à la rigidité de l'éprouvette et de la machine sans avoir à mailler explicitement la géométrie des congés de raccordement de l'éprouvette. Il est composé de 7404 éléments linéaires C3D6 dont la taille varie de  $125 \mu m$  à  $1,5 mm$  à proximité de l'entaille. Une loi de comportement élasto-viscoplastique de type Chaboche identifiée sur des essais d'érouissage cyclique à  $250^\circ C$  a été utilisée. Cette loi est constituée d'un érouissage cinématique non-linéaire incluant un terme de restauration et d'une viscosité non-linéaire de type Norton-Hoff.

Le chargement imposé est représenté schématiquement sur la Figure C.1. Il est provoqué par le déplacement des nœuds des surfaces hautes et basses du maillage suivant l'axe vertical  $y$  (en rouge). Les nœuds du plan de symétrie  $Z=0$  (en noir) sont bloqués en déplacement suivant l'axe  $z$  et les deux nœuds illustrés par des points vert sont bloqués suivant l'axe  $x$ . Une première rampe permet d'atteindre la déformation maximale en 2.5 s ; deux cycles "triangle" de période  $T=10$  s sont ensuite simulés.

Les résultats sont extraits à chaque maximum et minimum, soit à  $t=2,5$  s,  $t=7,5$  s,  $t=12,5$  s,  $t=17,5$  s et  $t=22,5$  s. Les figures C.3 à C.6 montrent l'évolution de la plasticité cumulée au fil du temps. Les échelles sont les mêmes sur ces quatre figures afin de faciliter les comparaisons et un seuil à 1% de déformation plastique cumulée est appliqué afin d'être moins sensible aux concentrations de déformation présentes en pointe d'entaille.

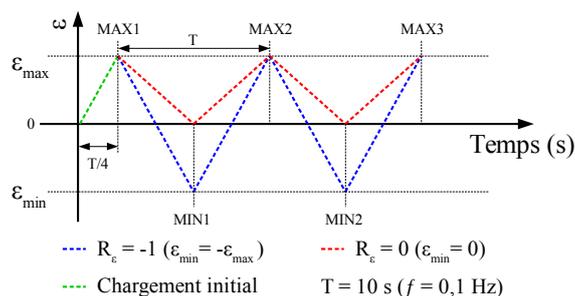


FIGURE C.1 – Conditions de chargement de la simulation EF.

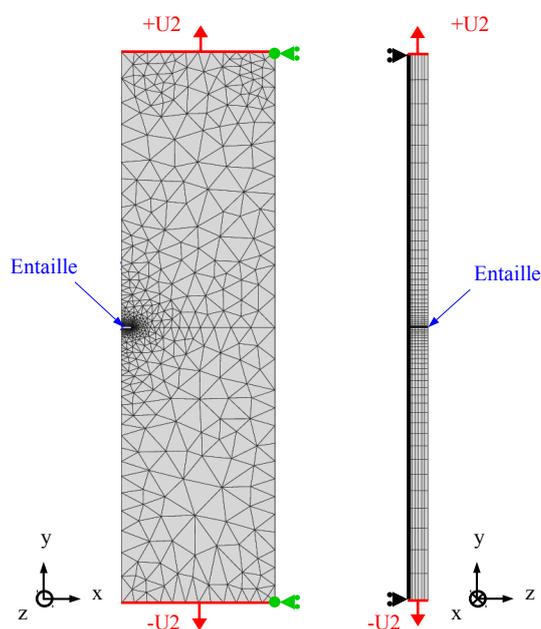


FIGURE C.2 – Maillage 3D de l'éprouvette SENT.

Une rapide comparaison entre les deux chargements extrêmes montre qu'en fonction du chargement, la plasticité peut être quasi-confinée en pointe d'entaille ou totalement généralisée dès les premiers cycles. L'expression quasi-confiné fait référence à la configuration  $R_\varepsilon = 0/\varepsilon_{max} = 0,125\%$  où les fortes déformations sont localisées en pointe d'entaille et où une légère déformation plastique comprise entre 0,05 % et 0,1 % constitue les "deux ailes du papillon plastique" sur plusieurs millimètres. Cependant en réalité, dès que la fissure commencera à se propager, l'éprouvette rentrera dans un régime de plasticité généralisée elle aussi. Bien que les niveaux de déformations imposés soient relativement faibles, à  $R_\varepsilon$  équivalents, plus l'intensité du chargement est élevée plus la zone plastique est grande. Outre l'effet de taille de zone plastique, la différence d'intensité de la déformation plastique est très marquée.

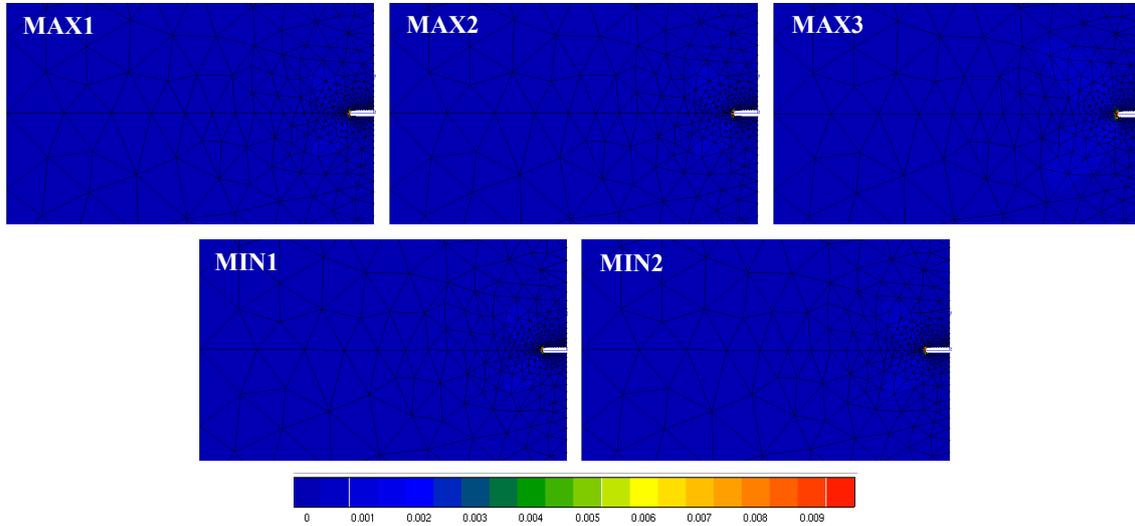


FIGURE C.3 – Évolution de la plasticité cumulée :  $\varepsilon_{max} = 0,125\%/R_\varepsilon = 0$

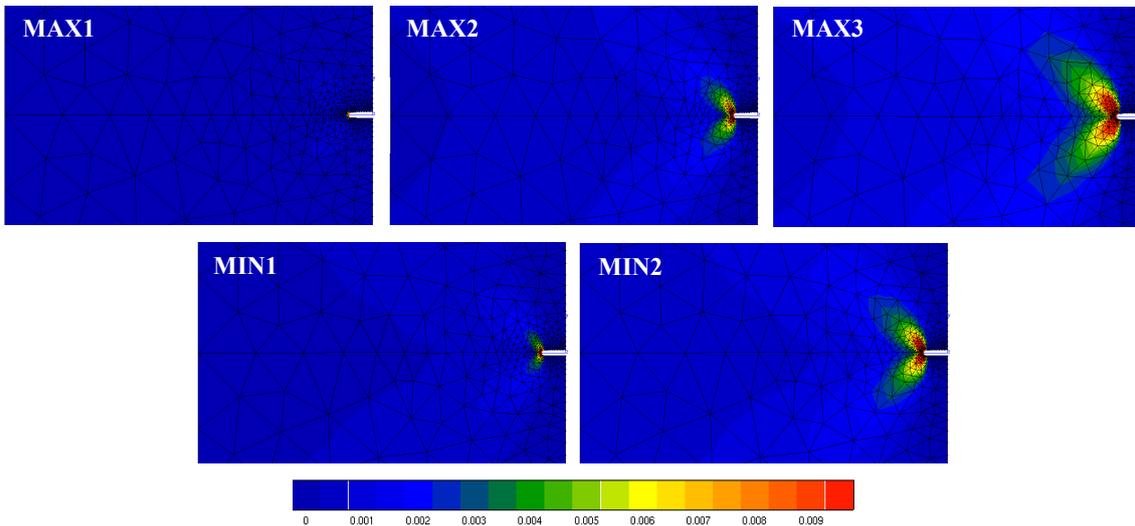


FIGURE C.4 – Évolution de la plasticité cumulée :  $\varepsilon_{max} = 0,125\%/R_\varepsilon = -1$

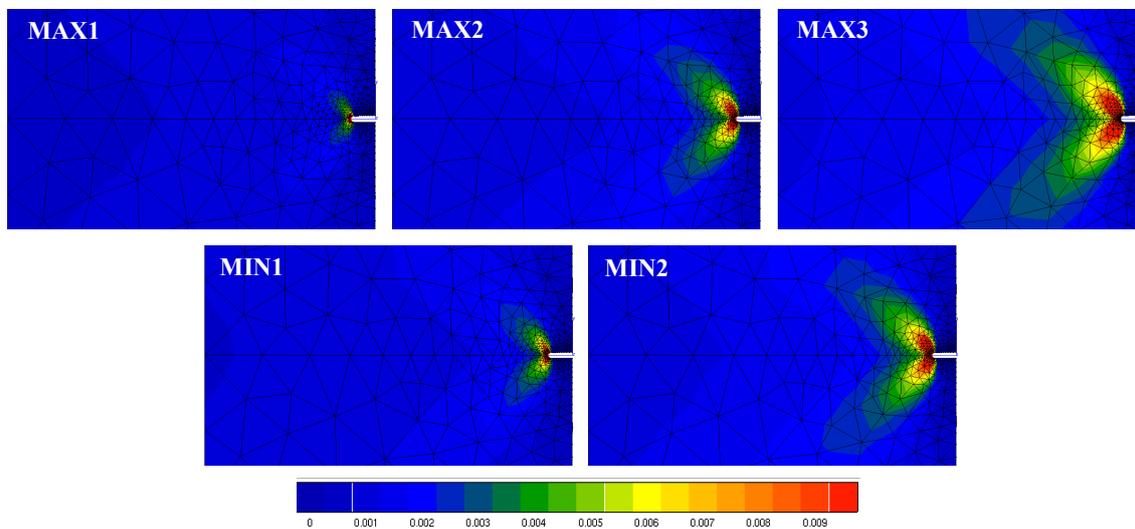


FIGURE C.5 – Évolution de la plasticité cumulée :  $\varepsilon_{max} = 0,250\%/R_\varepsilon = 0$

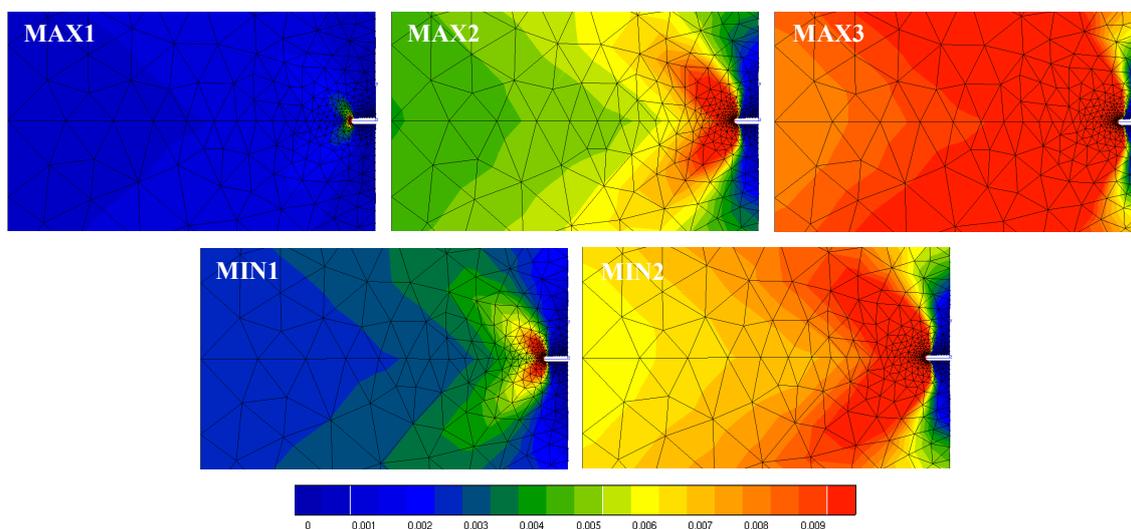


FIGURE C.6 – Évolution de la plasticité cumulée :  $\varepsilon_{max} = 0,250\%/R_\varepsilon = -1$

## Annexe D

# Articles dans des revues à comité de relecture

Deux articles ont actuellement été publiés sur cette étude. Le premier décrit le fonctionnement du dispositif qui permet de réaliser des essais suivi in situ par tomographie RX synchrotron à hautes températures et montre les premiers résultats. Le second article décrit précisément les mécanismes d'endommagement en couplant les observations expérimentales avec des simulations EF dans le but de proposer un scénario d'endommagement.

Scripta Materialia 113 (2016) 254–258



Regular Article

### *In situ* 3D characterization of high temperature fatigue damage mechanisms in a cast aluminum alloy using synchrotron X-ray tomography



Sebastien Dezecot<sup>a,b,c,\*</sup>, Jean-Yves Buffiere<sup>a</sup>, Alain Koster<sup>b</sup>, Vincent Maurel<sup>b</sup>, Fabien Szymyka<sup>c</sup>, Eric Charkaluk<sup>d</sup>, Nora Dahdah<sup>d,e</sup>, Ahmed El Bartali<sup>d,e</sup>, Nathalie Limodin<sup>d</sup>, Jean-Francois Witz<sup>d</sup>

<sup>a</sup> INSA-Lyon, MATEIS, CNRS UMR 5510, 69621 Villeurbanne, France

<sup>b</sup> MINES ParisTech, PSL Research University, MAT - Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, BP87 91003 Evry, France

<sup>c</sup> PSA Peugeot Citroën, Direction de la Recherche et de l'Innovation Automobile, Route de Gisy-78943, Vélizy-Villacoublay Cedex, France

<sup>d</sup> Laboratoire de Mécanique de Lille (LML), CNRS UMR 8107, Cité Scientifique, 59650 Villeneuve d'Ascq, France

<sup>e</sup> Ecole Centrale de Lille, 59650 Villeneuve d'Ascq, France

#### ARTICLE INFO

##### Article history:

Received 2 November 2015

Received in revised form 12 November 2015

Accepted 13 November 2015

Available online xxx

##### Keywords:

Tomography

Fatigue

High-temperature

Aluminum alloy

Cracks

#### ABSTRACT

Fatigue tests were performed at 250 °C on a cast AlSi7Cu3Mg aluminum alloy and monitored with Synchrotron *in situ* X-ray tomography in order to understand the micro-mechanisms of crack initiation and propagation. The analysis of the 3D images reveals that internal shrinkage pores are responsible for the main crack initiation. Crack propagation is mainly due to the complex and highly interconnected network of hard particles of the eutectic regions.

© 2015 Elsevier Ltd. All rights reserved.

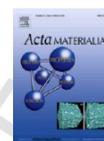
Acta Materialia xxx (2016) xxx-xxx



Contents lists available at ScienceDirect

Acta Materialia

journal homepage: www.elsevier.com



Full length article

### 3D characterization and modeling of low cycle fatigue damage mechanisms at high temperature in a cast aluminum alloy

Sebastien Dezecot<sup>a, b, c, \*</sup>, Vincent Maurel<sup>b</sup>, Jean-Yves Buffiere<sup>a</sup>, Fabien Szymtka<sup>c, d</sup>, Alain Koster<sup>b</sup>

<sup>a</sup> INSA-Lyon, MATEIS, UMR CNRS 5510, 69621, Villeurbanne, France

<sup>b</sup> MINES ParisTech, Centre des matériaux, UMR CNRS 7633, BP87, 91003, Evry, France

<sup>c</sup> Groupe PSA, Direction de la Recherche et de l'Innovation Automobile, Route de Gisy, 78943, Vélizy-Villacoublay, France

<sup>d</sup> ENSTA ParisTech, Unité de Mécanique, Chemin de la Hunire, 91761, Palaiseau Cedex, France

#### ARTICLE INFO

##### Article history:

Received 8 September 2016

Received in revised form 10 October 2016

2016

Accepted 10 October 2016

Available online xxx

##### Keywords:

X-ray tomography

Low cycle fatigue

A319 cast aluminum alloy

Finite element

Temperature

#### ABSTRACT

Synchrotron X-ray tomography was used to monitor damage evolution in three dimensions during *in situ* Low Cycle Fatigue (LCF) tests at high temperature (250 °C) for an industrial material. The studied material is an AlSi7Cu3Mg aluminum alloy (close to ASTM A319) produced by Lost Foam Casting (LFC), a process which generates coarse microstructures but is nevertheless used for engine parts by the automotive industry. The volume analysis (3D images) has shown that cracks are extremely sensitive to microstructural features: coarse pores and hard particles of the eutectic regions are critical regarding respectively the main crack initiation and the crack growth. Finite Elements (FE) simulations, performed on meshes directly generated from 3D volumes and containing only pores, have revealed that mechanical fields also play a major role on the crack behavior. Initiation sites corresponded to areas of maximum inelastic strain while the crack path was globally correlated to high stress triaxiality and inelastic strain fields.

© 2016 Published by Elsevier Ltd.

# Références bibliographiques

- [ALS 11] ALS-NIELSEN J., MCMORROW D.  
*Elements of modern X-ray physics*. John Wiley & Sons, 2011.
- [AMI 06] AMIABLE S., CHAPULIOT S., CONSTANTINESCU A., FISSOLO A.  
A comparison of lifetime prediction methods for a thermal fatigue experiment. *International Journal of Fatigue*, vol. 28, n° 7, 2006, p. 692–706.
- [ASH 13] ASHBY M. F., JONES D. R. H.  
*Engineering materials 2 : an introduction to microstructures, processing and design*. Butterworth-Heinemann, fourth édition, 2013.
- [ASM 08] ASM  
*ASM Handbook Volume 15 : Casting*. ASM International, 2008.
- [BAI 02] BAILON J.-P., DORLOT J.-M.  
*Des matériaux*. Presses internationales Polytechnique, 2002.
- [BAN 13] BANSAL N. P., DOREMUS R. H.  
*Handbook of glass properties*. Elsevier, 2013.
- [BAR 04] BARLAS B.  
Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.
- [BAT 13] BATHIAS C., PINEAU A.  
*Fatigue of materials and structures*. John Wiley & Sons, 2013.
- [BAT 15] BATHIAS C., MORA R. P.  
*Limite de fatigue des métaux*. ISTE, collection science des matériaux édition, 2015.
- [BIL 64] BILBY B. A., COTTRELL A. H., SMITH E., SWINDEN K. H.  
Plastic yielding from sharp notches. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 279 The Royal Society, 1964, p. 1–9.
- [BRO 00] BROWN J. R.  
*Foseco ferrous Foundryman's handbook*. Butterworth-Heinemann, 2000.
- [BRO 10] BROCHU M., VERREMAN Y., AJERSCH F., BOUCHARD D.  
High cycle fatigue strength of permanent mold and rheocast aluminum 357 alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 32, n° 8, 2010, p. 1233–1242.

- [BRO 12a] BROCHU M., VERREMAN Y., AJERSCH F., BOUCHARD D.  
 Propagation of short fatigue cracks in permanent and semi-solid mold 357 aluminum alloy. *International journal of fatigue*, vol. 36, n° 1, 2012, p. 120–129.
- [BRO 12b] BROEK D.  
*Elementary engineering fracture mechanics*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [BUF 01] BUFFIÈRE J.-Y., SAVELLI S., JOUINEAU P.-H., MAIRE E., FOUGERES R.  
 Experimental study of porosity and its relation to fatigue mechanisms of model Al–Si7–Mg0.3 cast Al alloys. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 316, n° 1, 2001, p. 115–126.
- [BUF 06] BUFFIERE J.-Y., FERRIE E., PROUDHON H., LUDWIG W.  
 Three-dimensional visualisation of fatigue cracks in metals using high resolution synchrotron X-ray micro-tomography. *Materials science and technology*, vol. 22, n° 9, 2006, p. 1019–1024.
- [BUF 10] BUFFIERE J.-Y., MAIRE E., ADRIEN J., MASSE J.-P., BOLLER E.  
 In situ experiments with X ray tomography : an attractive tool for experimental mechanics. *Experimental mechanics*, vol. 50, n° 3, 2010, p. 289–305.
- [BUF 14] BUFFIERE J.-Y., MAIRE E.  
*Imagerie 3D en mécanique des matériaux*. Traité MIM, série Matériaux Lavoisier, 2014.
- [CAC 02] CACERES C. H., SVENSSON I. L., TAYLOR J. A.  
 Microstructural factors and the mechanical performance of Al-Si-Mg and Al-Si-Cu-Mg casting alloys. *Materials Solutions 2002-2nd International Aluminium Casting Technology Symposium*, vol. 1 ASM-International, 2002, p. 1–10.
- [CAI 16] CAI B., WANG J., KAO A., PERICLEOUS K., PHILLION A. B., ATWOOD R. C., LEE P. D.  
 4D synchrotron X-ray tomographic quantification of the transition from cellular to dendrite growth during directional solidification. *Acta Materialia*, vol. 117, 2016, p. 160–169.
- [CAT 08] CATY O., MAIRE E., YOUSSEF S., BOUCHET R.  
 Modeling the properties of closed-cell cellular materials from tomography images using finite shell elements. *Acta Materialia*, vol. 56, n° 19, 2008, p. 5524–5534.
- [CES 08] CESCHINI L., MORRI A., SAMBOGNA G.  
 The effect of hot isostatic pressing on the fatigue behaviour of sand-cast A356-T6 and A204-T6 aluminum alloys. *Journal of materials processing technology*, vol. 204, n° 1, 2008, p. 231–238.
- [CES 09] CESCHINI L., MORRI A., MORRI A., GAMBERINI A., MESSIERI S.  
 Correlation between ultimate tensile strength and solidification microstructure for the sand cast A357 aluminium alloy. *Materials & Design*, vol. 30, n° 10, 2009, p. 4525–4531.

- [CHA 02] CHARKALUK E., BIGNONNET A., CONSTANTINESCU A., DANG VAN K.  
Fatigue design of structures under thermomechanical loadings. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 25, n° 12, 2002, p. 1199–1206.
- [CHA 08] CHABOCHE J. L.  
A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *International Journal of Plasticity*, vol. 24, n° 10, 2008, p. 1642–1693.
- [CHA 14] CHARKALUK E., CONSTANTINESCU A., SZMYTKA F., TABIBIAN S.  
Probability density functions : From porosities to fatigue lifetime. *International Journal of Fatigue*, vol. 63, n° 0, 2014, p. 127–136.
- [CHE 10] CHEN C.-L., RICHTER A., THOMSON R. C.  
Investigation of mechanical properties of intermetallic phases in multi-component Al–Si alloys using hot-stage nanoindentation. *Intermetallics*, vol. 18, n° 4, 2010, p. 499–508.
- [CLO 90] CLOSSET B., FAY D.  
Strontium modification of aluminum investment casting alloys. *AFS Transactions*, vol. 90, 1990, p. 505–509.
- [CLO 97] CLOETENS P., PATEYRON-SALOMÉ M., BUFFIERE J. Y., PEIX G., BARUCHEL J., PEYRIN F., SCHLENKER M.  
Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, vol. 81, n° 9, 1997, p. 5878–5886.
- [CLO 99a] CLOETENS P., LUDWIG W., BARUCHEL J., VAN DYCK D., VAN LANDUYT J., GUIGAY J. P., SCHLENKER M.  
Holotomography : Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x rays. *Applied Physics Letters*, vol. 75, n° 19, 1999, p. 2912–2914.
- [CLO 99b] CLOETENS P.  
Contribution to phase contrast imaging, reconstruction and tomography with hard synchrotron radiation : principles, implementation and applications. Thèse de doctorat, PhD thesis, VUB (Faculteit Toegepaste Wetenschappen, Vakgroep Natuurkunde en Fotonica), 1999.
- [COF 54] COFFIN JR L. F.  
A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. , 1954.
- [DEZ 13] DEZECOT S.  
Etude du comportement en fatigue d’alliages d’aluminium de fonderie. Mémoire de master 2, 2013.
- [DEZ 15] DEZECOT S., BROCHU M.  
Microstructural characterization and high cycle fatigue behavior of investment cast A357 aluminum alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 77, 2015, p. 154–159.
- [DEZ 16] DEZECOT S., BUFFIERE J.-Y., KOSTER A., MAUREL V., SZMYTKA F., CHARKALUK E., DAHDAH N., EL BARTALI A., LIMODIN N., WITZ J.-F.  
In situ 3D characterization of high temperature fatigue damage mechanisms in a cast

- aluminum alloy using synchrotron X-ray tomography. *Scripta Materialia*, vol. 113, 2016, p. 254–258.
- [DIG 02] DIGHE M. D., GOKHALE A. M., HORSTEMEYER M. F.  
Effect of loading condition and stress state on damage evolution of silicon particles in an Al-Si-Mg-base cast alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, n° 3, 2002, p. 555–565.
- [DIL 05] DILLARD T., N’GUYEN F., MAIRE E., SALVO L., FOREST\* S., BIENVENU Y., BARTOUT J.-D., CROSET M., DENDIEVEL R., CLOETENS P.  
3D quantitative image analysis of open-cell nickel foams under tension and compression loading using X-ray microtomography. *Philosophical Magazine*, vol. 85, n° 19, 2005, p. 2147–2175.
- [DOU 09] DOUR G.  
*Fonderie : alliages, procédés, propriétés d’usage, défauts*. Dunod, 2009.
- [ELL 93] ELLYIN F., XIA Z.  
A general fatigue theory and its application to out-of-phase cyclic loading. *Journal of engineering materials and technology*, vol. 115, n° 4, 1993, p. 411–416.
- [Eur 14] EUROPEAN PARLIAMENT OF THE COUNCIL  
Regulation (EU) No 333/2014 of the European Parliament and of the Council of 11 March 2014 amending Regulation (EC) No 443/2009 to define the modalities for reaching the 2020 target to reduce CO2 emissions from new passenger cars. , 2014, p. L103/15–L103/21.
- [FAN 03] FAN J., MCDOWELL D. L., HORSTEMEYER M. F., GALL K.  
Cyclic plasticity at pores and inclusions in cast Al–Si alloys. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 70, n° 10, 2003, p. 1281–1302.
- [FEL 61] FELTNER C. E., MORROW J. D.  
Microplastic strain hysteresis energy as a criterion for fatigue fracture. *Journal of Basic Engineering*, vol. 83, n° 1, 1961, p. 15–22.
- [FER 05] FERRIE E., BUFFIERE J.-Y., LUDWIG W.  
3D characterisation of the nucleation of a short fatigue crack at a pore in a cast Al alloy using high resolution synchrotron microtomography. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 10, 2005, p. 1215–1220.
- [FER 15] FERRÉ A.  
Élaboration et caractérisation 3D de l’endommagement dans les composites amorphe-cristallins métalliques. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2015.
- [FON 89] DES INDUSTRIES DE LA FONDERIE C. T.  
*Atlas métallographique des alliages d’aluminium moulés*. Sèvre, éditions techniques des industries de la fonderie édition, 1989.
- [FUL 09] FULORIA D., LEE P. D.  
An X-ray microtomographic and finite element modeling approach for the prediction

- of semi-solid deformation behaviour in Al–Cu alloys. *Acta Materialia*, vol. 57, n° 18, 2009, p. 5554–5562.
- [GAL 99] GALL K., YANG N., HORSTEMEYER M., MCDOWELL D. L., FAN J.  
The debonding and fracture of Si particles during the fatigue of a cast Al-Si alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, n° 12, 1999, p. 3079–3088.
- [GAO 04] GAO Y., YI J., LEE P., LINDLEY T.  
A micro-cell model of the effect of microstructure and defects on fatigue resistance in cast aluminum alloys. *Acta Materialia*, vol. 52, n° 19, 2004, p. 5435–5449.
- [GEU 09] GEUZAINÉ C., REMACLE J.-F.  
Gmsh : A 3D finite element mesh generator with built in pre and post processing facilities. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol. 79, n° 11, 2009, p. 1309–1331.
- [GLE 95] GLEASON G. C., TULLIS J.  
A flow law for dislocation creep of quartz aggregates determined with the molten salt cell. *Tectonophysics*, vol. 247, n° 1, 1995, p. 1–23.
- [GOK 98] GOKHALE A. M., DIGHE M. D., HORSTEMEYER M.  
Effect of temperature on silicon particle damage in A356 alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29, n° 3, 1998, p. 905–907.
- [HAU 12] HAUSS G.  
Microtomographie X de matériaux à comportement pseudo-fragile : Identification du réseau de fissures. Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I, 2012.
- [HEL 85] HELLE A. S., EASTERLING K. E., ASHBY M. F.  
Hot-isostatic pressing diagrams : new developments. *Acta Metallurgica*, vol. 33, n° 12, 1985, p. 2163–2174.
- [HSI 09] HSIEH J.  
*Computed tomography : principles, design, artifacts, and recent advances*. SPIE Bellingham, WA, 2009.
- [HUB 95] HUBBELL J. H., SELTZER S. M.  
Tables of X-ray mass attenuation coefficients and mass energy-absorption coefficients 1 keV to 20 MeV for elements Z= 1 to 92 and 48 additional substances of dosimetric interest. rapport, 1995, National Inst. of Standards and Technology-PL, Gaithersburg, MD (United States). Ionizing Radiation Div.
- [HUT 15] HUTER P., RENHART P., OBERFRANK S., SCHWAB M., GRÜN F., STAUDER B.  
High-and low-cycle fatigue influence of silicon, copper, strontium and iron on hypoeutectic Al–Si–Cu and Al–Si–Mg cast alloys used in cylinder heads. *International Journal of Fatigue*, , 2015.

- [JAS 76] JASKE C. E.  
 Thermal-mechanical, low-cycle fatigue of AISI 1010 steel. *Thermal fatigue of materials and components* ASTM International, 1976.
- [JAV 14] JAVIDANI M., LAROUCHE D.  
 Application of cast Al-Si alloys in internal combustion engine components. *International Materials Reviews*, vol. 59, n° 3, 2014, p. 132–158. WOS :000335489900002.
- [KAK 88] KAK A. C., SLANEY M.  
*Principles of computerized tomographic imaging*. IEEE press, 1988.
- [KAU 04] KAUFMAN J. G., ROOY E. L.  
*Aluminum alloy castings : properties, processes, and applications*. Asm International, 2004.
- [KOH 02] KOH S. K.  
 Fatigue damage evaluation of a high pressure tube steel using cyclic strain energy density. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 79, n° 12, 2002, p. 791–798.
- [KOR 07] KORSUNSKY A. M., DINI D., DUNNE F. P., WALSH M. J.  
 Comparative assessment of dissipated energy and other fatigue criteria. *International Journal of Fatigue*, vol. 29, n° 9, 2007, p. 1990–1995.
- [KOS 94] KOSTER A., FLEURY E., VASSEUR E., RÉMY L.  
 Thermal-mechanical fatigue testing. *ASTM special technical publication*, , n° 1231, 1994, p. 563–580.
- [KUR 89] KURZ W., FISHER K.  
*Fundamentals of solidification*. Trans Tech Publications, 1989.
- [LAC 14] LACHAMBRE J.  
 Développement d’une méthode de caractérisation 3D des fissures de fatigue à l’aide de la corrélation d’images numériques obtenues par tomographie X. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2014.
- [LAD 02] LADOS D. A., APELIAN D., DE FIGUEREDO A. M.  
 Fatigue performance of high integrity cast aluminum components. *Proceedings from the 2nd international aluminum casting technology symposium*, 2002, p. 185–96.
- [LE 16] LE V. D.  
 Etude de l’influence des hétérogénéités microstructurales sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles des alliages d’aluminium de fonderie. Thèse de doctorat, Paris, ENSAM, 2016.
- [LEE 95a] LEE F. T., MAJOR J. F., SAMUEL F. H.  
 Effect of silicon particles on the fatigue crack growth characteristics of Al-12 Wt Pct Si-0.35 Wt Pct Mg-(0 to 0.02) Wt Pct Sr casting alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 26, n° 6, 1995, p. 1553–1570.
- [LEE 95b] LEE F. T., MAJOR J. F., SAMUEL F. H.  
 Fracture Behaviour of Al12wt.% Si0.35wt.% Mg (0–0.02) wt.% Sr Casting Alloys Under

- Fatigue Testing. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 18, n° 3, 1995, p. 385–396.
- [LEE 03] LEE M. H., KIM J. J., KIM K. H., KIM N. J., LEE S., LEE E. W.  
Effects of HIPping on high-cycle fatigue properties of investment cast A356 aluminum alloys. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 340, n° 1, 2003, p. 123–129.
- [LEE 11] LEE S.-B., LEBENSOHN R. A., ROLLETT A. D.  
Modeling the viscoplastic micromechanical response of two-phase materials using Fast Fourier Transforms. *International Journal of Plasticity*, vol. 27, n° 5, 2011, p. 707–727.
- [LEM 09] LEMAITRE J., CHABOCHE J.-L., BENALLAL A., DESMORAT R.  
*Mécanique des matériaux solides-3eme édition*. Dunod, 2009.
- [LI 12] LI Y., XU Z. B., ZENG J. M.  
Effect of Hydrogen Content on Impact Property of A357 Alloy. *Materials Science Forum*, vol. 704 Trans Tech Publ, 2012, p. 1201–1204.
- [LIE 82] LIEURADE H.-P.  
*La pratique des essais de fatigue : méthodes expérimentales et analyse des résultats*. Pyc édition, 1982.
- [LIM 14] LIMODIN N., EL BARTALI A., WANG L., LACHAMBRE J., BUFFIERE J.-Y., CHARKALUK E.  
Application of X-ray microtomography to study the influence of the casting microstructure upon the tensile behaviour of an Al-Si alloy. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section B-Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 324, 2014, p. 57–62. WOS :000333791600010.
- [LIN 06] LINDER J., AXELSSON M., NILSSON H.  
The influence of porosity on the fatigue life for sand and permanent mould cast aluminium. *International Journal of Fatigue*, vol. 28, n° 12, 2006, p. 1752–1758.
- [LOR 87] LORENSEN W. E., CLINE H. E.  
Marching cubes : A high resolution 3D surface construction algorithm. *SIGGRAPH Comput. Graph.*, vol. 21, n° 4, 1987, p. 163–169.
- [LUM 10] LUMLEY R.  
*Fundamentals of aluminium metallurgy : Production, processing and applications*. Elsevier, 2010.
- [MAI 14] MAIRE E., WITHERS P. J.  
Quantitative X-ray tomography. *International materials reviews*, vol. 59, n° 1, 2014, p. 1–43.
- [MAN 54] MANSON S. S.  
Behavior of Materials Under Conditions of Thermal Stress. rapport n° NACA-TR-1170, 1954, National Advisory Committee for Aeronautics.
- [MAN 65] MANSON S. S.  
Fatigue : a complex subject—some simple approximations. *Experimental mechanics*, vol. 5, n° 7, 1965, p. 193–226.

- [MAN 73] MANSON S. S.  
The challenge to unify treatment of high temperature fatigue—A partisan proposal based on strainrange partitioning. , 1973, ASTM International.
- [MAN 09] MANNING P. L., MARGETTS L., JOHNSON M. R., WITHERS P. J., SELLERS W. I., FALKINGHAM P. L., MUMMERY P. M., BARRETT P. M., RAYMONT D. R.  
Biomechanics of Dromaeosaurid Dinosaur Claws : Application of X Ray Microtomography, Nanoindentation, and Finite Element Analysis. *The Anatomical Record*, vol. 292, n° 9, 2009, p. 1397–1405.
- [MAU 09] MAUREL V., RÉMY L., DAHMEN F., HADDAR N.  
An engineering model for low cycle fatigue life based on a partition of energy and micro-crack growth. *International Journal of Fatigue*, vol. 31, n° 5, 2009, p. 952–961.
- [MAU 16] MAUREL V.  
Rapport interne - Centre des Matériaux. , 2016.
- [MCD 03] MCDOWELL D., GALL K., HORSTEMEYER M., FAN J.  
Microstructure-based fatigue modeling of cast A356-T6 alloy. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 70, n° 1, 2003, p. 49–80.
- [MEI 00] MEIJER G., ELLYIN F., XIA Z.  
Aspects of residual thermal stress/strain in particle reinforced metal matrix composites. *Composites Part B : Engineering*, vol. 31, n° 1, 2000, p. 29–37.
- [MER 11] MERHY E.  
Propagation de fissure sous chargement thermomécanique cyclique anisotherme. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique X, 2011.
- [MER 13] MERHY E., RÉMY L., MAITOURNAM H., AUGUSTINS L.  
Crack growth characterisation of A356-T7 aluminum alloy under thermo-mechanical fatigue loading. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 110, 2013, p. 99–112.
- [MIR 14] MIRONE A., BRUN E., GOUILLART E., TAFFOREAU P., KIEFFER J.  
The PyHST2 hybrid distributed code for high speed tomographic reconstruction with iterative reconstruction and a priori knowledge capabilities. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 324, 2014, p. 41–48.
- [MOM 05] MOMOSE A.  
Recent advances in X-ray phase imaging. *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 44, n° 9R, 2005, page 6355.
- [MOR 65] MORROW J.  
Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. *Internal friction, damping, and cyclic plasticity* ASTM International, 1965.
- [MOU 03] MOUSTAFA M. A., SAMUEL F. H., DOTY H. W.  
Effect of solution heat treatment and additives on the microstructure of Al-Si (A413. 1) automotive alloys. *Journal of materials science*, vol. 38, n° 22, 2003, p. 4507–4522.

- [MUE 16] MUELLER M., FORNABAIO M., ŽAGAR G., MORTENSEN A.  
Microscopic strength of silicon particles in an aluminium–silicon alloy. *Acta Materialia*, vol. 105, 2016, p. 165–175.
- [MUR 80] MURAKAMI Y., ENDO T.  
Effects of small defects on fatigue strength of metals. *International Journal of Fatigue*, vol. 2, n° 1, 1980, p. 23–30.
- [MUR 84] MURRAY J. L., MCALISTER A. J.  
The Al-Si (aluminum-silicon) system. *Bulletin of alloy phase diagrams*, vol. 5, n° 1, 1984, p. 74–84.
- [NAY 01] NAYHUMWA C., GREEN N. R., CAMPBELL J.  
Influence of casting technique and hot isostatic pressing on the fatigue of an Al-7Si-Mg alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, n° 2, 2001, p. 349–358.
- [NEW 06] NEWMAN T. S., YI H.  
A survey of the marching cubes algorithm. *Computers & Graphics*, vol. 30, n° 5, 2006, p. 854–879.
- [NIC 12] NICOLETTO G., KONEČNÁ R., FINTOVA S.  
Characterization of microshrinkage casting defects of Al–Si alloys by X-ray computed tomography and metallography. *International Journal of Fatigue*, vol. 41, 2012, p. 39–46.
- [NIZ 14] NIZERY E., BUFFIÈRE J. Y., PROUDHON H., DANIELÉLOU A., FOREST S.  
Influence of particles on short fatigue crack initiation in 2050-T8 and 7050-T74. *Materials Science Forum*, vol. 794 Trans Tech Publ, 2014, p. 296–301.
- [OLL 13] OLLION J., COCHENNEC J., LOLL F., ESCUDÉ C., BOUDIER T.  
TANGO : A generic tool for high-throughput 3D image analysis for studying nuclear organization. *Bioinformatics*, , 2013, page btt256.
- [OSM 10] OSMOND P.  
Étude du vieillissement des alliages d’aluminium pour culasses diesel et prise en compte dans le dimensionnement. Thèse de doctorat, Paris, ENMP, 2010.
- [OST 76] OSTERGREN W. J.  
A damage function and associated failure equations for predicting hold time and frequency effects in elevated temperature, low cycle fatigue. *Journal of Testing and Evaluation*, vol. 4, n° 5, 1976, p. 327–339.
- [PAG 02] PAGANIN D., MAYO S. C., GUREYEV T. E., MILLER P. R., WILKINS S. W.  
Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object. *Journal of microscopy*, vol. 206, n° 1, 2002, p. 33–40.
- [PAP 16] PAPADIOTI I., DANAS K., ARAVAS N.  
A methodology for the estimation of the effective yield function of isotropic composites. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 87, 2016, p. 120–138.

- [PAR 62] PARZEN E.  
On estimation of a probability density function and mode. *The annals of mathematical statistics*, vol. 33, n° 3, 1962, p. 1065–1076.
- [PAT 12] PATNAIK S., KARUNAKAR D. B., JHA P. K.  
Developments in investment casting process—a review. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 212, n° 11, 2012, p. 2332–2348.
- [PET 16] PETIT C., MAIRE E., MEILLE S., ADRIEN J., KUROSU S., CHIBA A.  
CoCrMo cellular structures made by Electron Beam Melting studied by local tomography and finite element modelling. *Materials Characterization*, vol. 116, 2016, p. 48–54.
- [PIN 16] PINEAU A., BENZERGA A. A., PARDOEN T.  
Failure of metals I : Brittle and ductile fracture. *Acta Materialia.*, vol. 107, 2016, p. 424–483.
- [POR 09] PORTER D. A., EASTERLING K. E., SHERIF M.  
*Phase Transformations in Metals and Alloys, (Revised Reprint)*. CRC press, 2009.
- [POU 04] POUCHOU J.-L.  
*L'analyse EBSD : principes et applications*. EDP sciences, 2004.
- [PRO 05] PROUDHON H.  
Identification des mecanismes de fissuration dans un alliage d'aluminium sollicité en fretting et en fatigue. Thèse de doctorat, Villeurbanne, INSA, 2005.
- [RAD 86] RADON J.  
On the determination of functions from their integral values along certain manifolds. *Medical Imaging, IEEE Transactions on*, vol. 5, n° 4, 1986, p. 170–176.
- [RAN 06] RAN G., ZHOU J., WANG Q. G.  
The effect of hot isostatic pressing on the microstructure and tensile properties of an unmodified A356-T6 cast aluminum alloy. *Journal of alloys and compounds*, vol. 421, n° 1, 2006, p. 80–86.
- [RAV 88] RAVIER J.  
Tentative de quantification de la forme des particules. *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, vol. 157, 1988, p. 39–46.
- [ROC 11] ROCHA E. P., ANCHIETA R. B., FREITAS-JUNIOR A. C., DE ALMEIDA E. O., CATTANEO P. M., KO C. C.  
Mechanical behavior of ceramic veneer in zirconia-based restorations : a 3-dimensional finite element analysis using microcomputed tomography data. *The Journal of prosthetic dentistry*, vol. 105, n° 1, 2011, p. 14–20.
- [SAM 96] SAMUEL A. M., GAUTHIER J., SAMUEL F. H.  
Microstructural aspects of the dissolution and melting of Al<sub>2</sub>Cu phase in Al-Si alloys during solution heat treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, n° 7, 1996, p. 1785–1798.

- [SAV 00] SAVELLI S.  
Identification des mécanismes et approche quantitative de la fatigue d'alliages modèles d'aluminium de moulage. Thèse de doctorat, 2000.
- [SCH 12] SCHNEIDER C. A., RASBAND W. S., ELICEIRI K. W.  
NIH Image to ImageJ : 25 years of image analysis. *Nat methods*, vol. 9, n° 7, 2012, p. 671–675.
- [SEG 14] SEGHIR R., WITZ J.-F., COUDERT S.  
Digital Image Correlation 2/3D software. , 2014.
- [SER 14] SERRANO MUNOZ I.  
Influence of casting defects on the fatigue behaviour of an A357-T6 aerospace alloy. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2014.
- [SHI 76] SHIH C. F., HUTCHINSON J. W.  
Fully plastic solutions and large scale yielding estimates for plane stress crack problems. *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 98, n° 4, 1976, p. 289–295.
- [SKE 75] SKELTON R. P.  
High strain fatigue of 20Cr/25Ni/Nb steel at 1025 K part III : Crack propagation. *Materials Science and Engineering*, vol. 19, n° 2, 1975, p. 193–200.
- [SKE 91] SKELTON R. P.  
Energy criterion for high temperature low cycle fatigue failure. *Materials science and technology*, vol. 7, n° 5, 1991, p. 427–440.
- [SMI 70] SMITH K., TOPPER T. H., WATSON P.  
A stress-strain function for the fatigue of metals. *Journal of materials*, vol. 5, 1970, p. 767–778.
- [SOL 72] SOLOMON H. D.  
LOW-CYCLE FATIGUE CRACK-PROPAGATION IN 1018 STEEL. *Journal of materials*, vol. 7, n° 3, 1972, p. 299–306.
- [SPE 63] SPEAR R. E., GARDNER G. R.  
Dendrite cell size. *AFS Transactions*, vol. 71, 1963, p. 209–215.
- [STO 08] STOCK S. R.  
*Microcomputed tomography : methodology and applications*. Crc Press, 2008.
- [STU 11] STUCKY M.  
Traitements thermiques des alliages d'aluminium Matériels et recommandations. *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des aciers, des alliages et des fontes*, vol. base documentaire : TIB364DUO., n° ref. article : m1290, 2011, Editions T.I.
- [SZM 13a] SZMYTKA F., MAITOURNAM M. H., RÉMY L.  
An implicit integration procedure for an elasto-viscoplastic model and its application to thermomechanical fatigue design of automotive parts. *Computers & Structures*, vol. 119, 2013, p. 155–165.

- [SZM 13b] SZMYTKA F., OUDIN A.  
 A reliability analysis method in thermomechanical fatigue design. *International Journal of Fatigue*, vol. 53, 2013, p. 82–91.
- [TAB 10] TABIBIAN S., CHARKALUK E., CONSTANTINESCU A., OUDIN A., SZMYTKA F.  
 Behavior, damage and fatigue life assessment of lost foam casting aluminum alloys under thermo-mechanical fatigue conditions. *Procedia Engineering*, vol. 2, n° 1, 2010, p. 1145–1154.
- [TAB 11] TABIBIAN S.  
 Contributions to Thermomechanical Fatigue Criteria for Lost Foam Casting Aluminum Alloys : Thèse de Doctorat. Thèse de doctorat, S. Tabibian, 2011.
- [TAB 15] TABIBIAN S., CHARKALUK E., CONSTANTINESCU A., GUILLEMOT G., SZMYTKA F.  
 Influence of process-induced microstructure on hardness of two Al–Si alloys. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 646, 2015, p. 190–200.
- [TAS 07] TASH M., SAMUEL F. H., MUCCIARDI F., DOTY H. W.  
 Effect of metallurgical parameters on the hardness and microstructural characterization of as-cast and heat-treated 356 and 319 aluminum alloys. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 443, n° 1, 2007, p. 185–201.
- [TER 10] TERZI S., TAYLOR J. A., CHO Y. H., SALVO L., SUÉRY M., BOLLER E., DAHLE A. K.  
 In situ study of nucleation and growth of the irregular  $\alpha$ -Al $\beta$ -Al 5 FeSi eutectic by 3D synchrotron X-ray microtomography. *Acta Materialia*, vol. 58, n° 16, 2010, p. 5370–5380.
- [THO 04] THOMAS J.-J., VERGER L., BIGNONNET A., CHARKALUK E.  
 Thermomechanical design in the automotive industry. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 27, n° 10, 2004, p. 887–895.
- [TIR 16] TIREIRA A., REQUENA G., SAO JAO S., BORBELY A., KLOCKER H.  
 Rupture of intermetallic networks and strain localization in cast AlSi12Ni alloy : 2D and 3D characterization. *Acta Materialia*, vol. 112, 2016, p. 162–170.
- [TOM 68] TOMKINS B.  
 Fatigue crack propagation—an analysis. *Philosophical Magazine*, vol. 18, n° 155, 1968, p. 1041–1066.
- [TOZ 12] TOZZI G., ZHANG Q.-H., TONG J.  
 3D real-time micromechanical compressive behaviour of bone–cement interface : experimental and finite element studies. *Journal of biomechanics*, vol. 45, n° 2, 2012, p. 356–363.
- [VAN 11] VANDERESSE N., MAIRE E., CHABOD A., BUFFIERE J.-Y.  
 Microtomographic study and finite element analysis of the porosity harmfulness in a cast aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 33, n° 12, 2011, p. 1514–1525.

- [VEN 95] VENKATARAMANI R., SIMPSON R., RAVINDRAN C.  
Effect of melt superheat on maximum nuclei density in A356 alloy. *Materials characterization*, vol. 35, n° 1, 1995, p. 81–92.
- [VOO 04] VOORT G. F., JAMES H., MILLS M., DAVIS J., DESTEFANI J., DIETERICH D., CRANKOVIC G., FRISSELL M.  
ASM Handbook : Metallography and Microstructures. *ASM International, Materials Park, OH*, 2004.
- [WAD 32] WADELL H.  
Volume, shape, and roundness of rock particles. *The Journal of Geology*, 1932, p. 443–451.
- [WAN 93] WANG Z., CHEN T.-K., LLOYD D. J.  
Stress distribution in particulate-reinforced metal-matrix composites subjected to external load. *Metallurgical Transactions A*, vol. 24, n° 1, 1993, p. 197–207.
- [WAN 01a] WANG Q. G., APELIAN D., LADOS D. A.  
Fatigue behavior of A356-T6 aluminum cast alloys. Part I. Effect of casting defects. *Journal of Light Metals*, vol. 1, n° 1, 2001, p. 73–84.
- [WAN 01b] WANG Q. G., APELIAN D., LADOS D. A.  
Fatigue behavior of A356/357 aluminum cast alloys. Part II—Effect of microstructural constituents. *Journal of Light Metals*, vol. 1, n° 1, 2001, p. 85–97.
- [WAN 06] WANG Q. G., CREPEAU P. N., DAVIDSON C. J., GRIFFITHS J. R.  
Oxide films, pores and the fatigue lives of cast aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 37, n° 6, 2006, p. 887–895.
- [WAN 15] WANG L.  
Etude de l'influence de la microstructure sur les mécanismes d'endommagement dans des alliages Al-Si de fonderie par des analyses in-situ 2D et 3D. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2015.
- [WAN 16] WANG L., LIMODIN N., EL BARTALI A., WITZ J.-F., SEGHIR R., BUFFIERE J.-Y., CHARKALUK E.  
Influence of pores on crack initiation in monotonic tensile and cyclic loadings in lost foam casting A319 alloy by using 3D in-situ analysis. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 673, 2016, p. 362–372.
- [WEB 95] WEBB R. H., DOREY C. K.  
The Pixilated Image. PAWLEY J. B., Ed., *Handbook of Biological Confocal Microscopy*, p. 55–67 Springer US, Boston, MA, 1995.
- [WEI 05] WEIHMULLER L. W., MASHL J.  
The Effect of Hot Isostatic Pressing on the Mechanical Properties of Aerospace Aluminum Castings. *ANNUAL FORUM PROCEEDINGS-AMERICAN HELICOPTER SOCIETY*, vol. 61 AMERICAN HELICOPTER SOCIETY, INC, 2005, page 2120.

- [WEI 11] WEITKAMP T., HAAS D., WEGRZYNEK D., RACK A.  
ANKAphase : software for single-distance phase retrieval from inline X-ray phase-contrast radiographs. *Journal of synchrotron radiation*, vol. 18, n° 4, 2011, p. 617–629.
- [WIL 11] WILLMOTT P.  
*An introduction to synchrotron radiation : Techniques and applications*. John Wiley & Sons, 2011.
- [WIT 12] WITHERS P. J., PREUSS M.  
Fatigue and damage in structural materials studied by X-ray tomography. *Annual Review of Materials Research*, vol. 42, 2012, p. 81–103.
- [XIA 96] XIA Z., KUJAWSKI D., ELLYN F.  
Effect of mean stress and ratcheting strain on fatigue life of steel. *International Journal of Fatigue*, vol. 18, n° 5, 1996, p. 335–341.
- [YI 04] YI J. Z., GAO Y. X., LEE P. D., LINDLEY T. C.  
Effect of Fe-content on fatigue crack initiation and propagation in a cast aluminum–silicon alloy (A356–T6). *Materials Science and Engineering : A*, vol. 386, n° 1, 2004, p. 396–407.
- [YOU 05] YOUSSEF S., MAIRE E., GAERTNER R.  
Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X-ray tomography. *Acta Materialia*, vol. 53, n° 3, 2005, p. 719–730.
- [ZHA 99] ZHAO Y. X., GAO Q., WANG J. N.  
Interaction and evolution of short fatigue cracks. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures(UK)*, vol. 22, n° 6, 1999, p. 459–467.
- [ZHO 10] ZHONGWEI C., RUIJIE Z.  
Effect of strontium on primary dendrite and eutectic temperature of A357 aluminum alloy. *Research & Development*, , 2010.
- [ZIL 07] ZILSKE M., LAMECKER H., ZACHOW S.  
*Adaptive remeshing of non-manifold surfaces*. Konrad-Zuse-Zentrum für Informations-technik, 2007.





## FOLIO ADMINISTRATIF

### THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : DÉZÉCOT

DATE de SOUTENANCE : le 15 décembre 2016

Prénoms : Sébastien

TITRE : Caractérisation et modélisation du rôle des défauts microstructuraux dans la fatigue oligocyclique des alliages d'aluminium de fonderie: application au procédé à modèle perdu

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2016LYSEI148

Ecole doctorale : ED 34 Matériaux de Lyon

Spécialité : Matériaux

#### RESUME :

Cette étude s'attache à caractériser les mécanismes d'endommagement qui mènent à la rupture d'un alliage AISi7Cu3Mg élaboré par un procédé à modèle perdu sous sollicitations cycliques isothermes à 250°C en condition de plasticité généralisée. Sa caractérisation par micro-tomographie aux rayons X ( $\mu$ CT) a montré la complexité et l'aspect 3D marqué de la microstructure: présence de pores de morphologies complexes de grandes tailles (>1mm) et d'un réseau inter-connecté de particules.

Un montage expérimental a été développé pour réaliser des essais de fatigue à haute température suivis *in situ* par  $\mu$ CT synchrotron. Ces essais ont mis en évidence les interactions entre les fissures et les éléments microstructuraux. Les fissures s'amorcent au cœur des éprouvettes à proximité des cavités de retrait au niveau de particules dures. La propagation des fissures apparaît corrélée à la rupture progressive des particules présentes en pointe de fissure. Ces observations ont été complétées par des essais de fissuration réalisés sur des éprouvettes macroscopiques. Un matériau sans pore (similaire au premier) a été produit pour dissocier le rôle des pores et celui des particules dans la fissuration du matériau. L'influence des pores se révèle du premier ordre pour l'amorçage.

Des maillages éléments finis réalistes ont été générés pour réaliser des simulations élasto-viscoplastiques qui ont permis de proposer un critère d'amorçage. Les zones critiques vis-à-vis de l'amorçage de fissures sont celles où l'énergie de déformation inélastique est maximale. Les chemins de fissuration correspondent aux zones localisant les déformations inélastiques et présentant de fortes triaxialités des contraintes. L'ensemble de ces analyses a donc permis de proposer un scénario complet d'endommagement.

Enfin, les essais sur éprouvettes macroscopiques ont permis de proposer un modèle pour décrire la vitesse de propagation des fissures et ceci pour les deux matériaux. Ce modèle, facilement utilisable en bureau d'étude, a été validé pour différents niveaux de chargements.

MOTS-CLÉS : Fatigue, Tomographie aux rayons X, Alliages d'aluminium de fonderie, Éléments finis

Laboratoire (s) de recherche : MATEIS - UMR CNRS 5510  
INSA de Lyon  
25 avenue Jean Capelle  
69621 VILLEURBANNE Cedex

Centre des Matériaux - UMR CNRS 7633  
Mines ParisTech  
63 - 65 rue Henri Auguste Desbrières  
91100 CORBEIL-ESSONNES

Directeur de thèse: Jean-Yves BUFFIÈRE (MATEIS) et Vincent MAUREL (Centre des Matériaux)

Président de jury : Sylvie POMMIER (Professeur)

Composition du jury : Franck MOREL (Professeur)  
Catherine MABRU (Professeur)  
Guillermo REQUENA (Professeur)  
Fabien SZMYTKA (Enseignant chercheur)  
Alain KÖSTER (Ingénieur de recherche)  
Pierre Osmond (Ingénieur-Docteur)