



HAL
open science

Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : approche micromécanique

Yang Shen

► **To cite this version:**

Yang Shen. Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : approche micromécanique. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0089 . pastel-00820764

HAL Id: pastel-00820764

<https://pastel.hal.science/pastel-00820764v1>

Submitted on 6 May 2013

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.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité " Sciences et génie des matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Yang SHEN

le 18 décembre 2012

Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : Approche micromécanique

Directeur de thèse : **Jérôme CREPIN**

Co-encadrement de la thèse : **Jérôme GARNIER, Thilo F. MORGENEYER, Lucien ALLAIS**

Jury

M. Thomas PARDOEN , Professeur, Université Catholique de Louvain, Belgique	Président
M. Eric MAIRE , Directeur de Recherche CNRS, MATEIS, INSA-Lyon	Rapporteur
M. Alexis DESCHAMPS , Professeur, SIMAP, INP Grenoble	Rapporteur
M. Jacques BESSON , Directeur de Recherche CNRS, Centre des matériaux, Mines ParisTech	Examineur
M. Patrick LEMOINE , Ingénieur de Recherche, CEA, DEN, EC, DISN	Examineur
M. Jérôme GARNIER , Ingénieur de Recherche, CEA, DEN, DMN, SRMA	Maitre de thèse
M. Thilo F. MORGENEYER , Chargé de Recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech	Maitre de thèse
M. Jérôme CREPIN , Maitre de Recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech	Directeur de thèse
M. Florent BOURLIER , Ingénieur, Areva NP, Lyon	Invité

MINES ParisTech

Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt

BP 87, 91300 Evry cedex, France

*Celui qui a déplacé la montagne, c'est celui qui a
commencé par enlever les petites pierres.*

-- Confucius, 551-479 av. J.-C.

Remerciements

Tout au long de ce travail, j'ai pu bénéficier de nombreuses aides. Je tiens, tout d'abord, à exprimer mes remerciements à mon directeur de thèse au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, Mines ParisTech, Jérôme Crépin, qui m'a permis d'effectuer cette thèse dans les meilleures conditions possibles. J'ai pu bénéficier de ses connaissances et de son expérience en mécanique des matériaux ainsi que de son réseau scientifique indispensable pour la réussite de cette thèse.

Je voudrais remercier particulièrement mon tuteur de thèse au CEA de Saclay, Jérôme Garnier, qui m'a encadré durant ces années. Qui a toujours été à mes côtés non seulement dans l'organisation et l'encadrement de mon travail et qui a également fait preuve d'encouragement et de disponibilité pour les questions relatives à ma vie personnelle. Encore et toujours, mon tuteur, il restera un très bon ami tout au long de ma vie.

Je remercie Thilo Morgeneyer du Centre des Matériaux et Lucien Allais du CEA mes deux autres encadrants de thèse. Je vous remercie pour votre disponibilité, vos explications et surtout votre gentillesse et bonne humeur.

Mes remerciements vont aussi aux membres du jury qui ont examiné ce travail en détail. Un grand merci à mes rapporteurs, les Professeurs Eric Maire et Alexis Deschamps pour m'avoir fait l'honneur de corriger ce travail. Au Professeur Thomas Pardoën, A Messieurs Jacques Besson, Patrick Lemoine et Florent Bourlier qui ont accepté d'examiner mon travail de thèse en détail. Je vous remercie pour vos commentaires très pertinents.

Cette thèse n'aurait pas vu le jour sans les nombreuses contributions de mes collègues du CEA et du Centre des Matériaux.

Je remercie mes collègues et surtout mes amis du LC2M du CEA qui m'ont aidé à effectuer les essais mécaniques : Pierre Wident, Khadija Jaakou et Louis Ziolk. Je tiens à remercier également Nathalie Palayan pour les démarches administratives difficilement réalisables. Je vous remercie pour votre bonne humeur et votre gentillesse qui ont été pour moi le grand plaisir que j'ai eu à effectuer cette thèse. Grâce à vous, j'ai pu apprendre le français et surtout la façon de vivre à la française.

Je voudrais remercier chaleureusement mes collègues du SRMA du CEA pour leurs participations à ce travail : Tien pour la réalisation des plans de prélèvement et Jean-Luc, Thomas, Stéphane, Denis, Didier, Annick, Véronique, Benoit, Françoise, Sophie, qui m'ont suivi tout au long de ces trois années et m'ont permis de réaliser les caractérisations microstructurales. La caractérisation tridimensionnelle de la microstructure est réalisée avec l'aide de Franck Nguyen et d'Henry Proudhon du Centre des Matériaux. Je vous remercie pour vos contributions.

Les simulations par éléments finis sont une autre partie importante de mon travail. Cette partie n'aurait pas pu aboutir sans l'aide de mes collègues du CEA : David Leboulch du SEMI pour le modèle d'endommagement GTN et Pierre Forget du LC2M/SRMA pour les simulations sur éprouvettes CT et Olivier Ancelet du SEMT pour les simulations sur les éprouvettes axisymétriques entaillées.

L'étude n'aurait pas pu se réaliser sans la bénéfique collaboration de Daniel Caldemaison, Eva Héripé, Alexandre Tanguy du LMS de l'école Polytechnique, Jean-Marie Hiver à l'institut Jean Lamour de l'école des Mines de Nancy et Lukas Helfen à l'ESRF. Je vous remercie tous infiniment.

Je remercie Bernard Marini, Benoit Tanguy, Maxime Sauzay, Jacques Besson, Ludovic Vincent, Lionel Gélébart pour les discussions riches et passionnantes dans le domaine de la mécanique des matériaux. Je pense également à Bruno Maugard, Bénédicte Kapusta, Cédric Gasquère dans le projet RJH pour vos contributions dans l'aboutissement de ce travail.

Plus généralement, je remercie tous ceux du SRMA au CEA et du Centre des Matériaux aux Mines de Paris qui ont rendu mon travail agréable : Fatima, Jean-Luc, Sébastien, Quentin, Fabien, Joel, Caroline, Antonin, Charlotte, Marie-Laure, Mathilde, Léa, Louise, Raphael, Xiangjun, Yiting, Jia, Xu...

Enfin, je voudrais remercier ma famille et mes amis pour leur soutien permanent pendant mes études et leurs encouragements : Kang, Yijun, Sophie, Yeqin, Xi...

Table des matières

CHAPITRE I INTRODUCTION	1
I.1 CONTEXTE INDUSTRIEL	1
I.2 PROBLÉMATIQUE SCIENTIFIQUE	2
I.3 PLAN DU MANUSCRIT ET MÉTHODES UTILISÉES	3
CHAPITRE II CARACTÉRISATIONS MICROSTRUCTURALES ET MÉCANIQUES DES MATÉRIAUX	6
II.1 PHASES CRISTALLOGRAPHIQUES	6
II.1.1 Les précipités nanométriques Mg_xSi_y	7
II.1.2 Les précipités Mg_2Si grossiers	8
II.1.3 Les intermétalliques au fer (IMF)	9
II.1.4 Les dispersoïdes au chrome et au manganèse	10
II.2 MATÉRIAUX ET TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES	11
II.2.1 Matériaux de l'étude	11
II.2.2 Traitements thermomécaniques	12
II.2.3 INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA TÉNACITÉ DE L'AA6061	18
II.2.3.1 Ténacité K_{1C} et J_{1C}	18
II.2.3.2 Influence de la microstructure sur la ténacité	19
II.3 CARACTÉRISATIONS MICROSTRUCTURALES ET MORPHOLOGIQUES APRÈS FABRICATION	26
II.3.1 Observations qualitatives en surface	26
II.3.2 Observations qualitatives par tomographie X	30
II.3.3 Analyses quantitatives	33
II.3.4 Conclusions sur la caractérisation microstructurale	52
II.4 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES	53
II.4.1 Étude du comportement mécanique des phases : micro-indentation	54
II.4.2 Propriétés mécaniques en traction	55
II.4.3 Caractérisation de la résistance à l'entaille	62
II.5 BILAN	71
CHAPITRE III IDENTIFICATION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT ET CONSÉQUENCE POUR L'ANISOTROPIE	73
III.1 ÉVOLUTION DE L'ENDOMMAGEMENT DE SURFACE (APPORTS DES OBSERVATIONS SOUS MEB IN-SITU EN TRACTION)	74
III.1.1 Procédures expérimentales	74
III.1.2 Résultats qualitatifs de l'évolution de l'endommagement de surface	78
III.1.3 Résultats quantitatifs de l'évolution de l'endommagement en surface	85

III.2	ÉVOLUTION DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LE VOLUME (APPORT DES OBSERVATIONS DES ESSAIS DE TRACTION AE RÉALISÉES SOUS TOMOGRAPHIE X EX-SITU)	89
III.2.1	<i>Procédure expérimentale</i>	89
III.2.2	<i>Résultats</i>	91
III.3	MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DURANT LA PROPAGATION DE FISSURE (APPORT DE LAMINOGRAPHIE X IN-SITU)	96
III.3.1	<i>Procédure expérimentale</i>	99
III.3.2	<i>Résultats expérimentaux</i>	103
III.4	ANISOTROPIE D'ENDOMMAGEMENT (APPORT DES OBSERVATIONS DES ÉPROUVETTES DE TÉNACITÉ).....	112
III.4.1	<i>Procédure expérimentale</i>	115
III.4.2	<i>Résultats expérimentaux</i>	116
III.5	BILAN.....	131
CHAPITRE IV	VALIDATION DES MICROMÉCANISMES ET SIMULATIONS D'ENDOMMAGEMENT	133
IV.1	INTRODUCTION DE LA DEMARCHE METALLURGIQUE DE VALIDATION	134
IV.1.1	<i>Caractérisation microstructurale des matériaux modèles</i>	135
IV.1.2	<i>Propriétés mécaniques des matériaux modèles</i>	138
IV.1.3	<i>Compréhension du mécanisme d'endommagement du matériau FLM6</i>	142
IV.2	MODÉLISATION DE LA TÉNACITÉ	147
IV.2.1	<i>Modèles analytiques simples à base physique</i>	147
IV.2.2	<i>Modèle non-couplé de Rice-Tracey</i>	153
IV.2.3	<i>Modèle couplé de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)</i>	156
IV.3	BILAN.....	176
CHAPITRE V	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	180
V.1	CONCLUSIONS.....	180
V.2	PERSPECTIVES	183
V.2.1	<i>Identification des paramètres du modèle GTN</i>	184
V.2.2	<i>Effet d'irradiation</i>	186
BIBLIOGRAPHIE	188	
ANNEXE A.	INFLUENCE DE LA TAILLE D'ÉPROUVETTES.....	197
ANNEXE B.	EFFET DE REVENU SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN TRACTION	200
ANNEXE C.	MÉTHODES DES CALCULS PAR ELEMENTS FINIS (EF).....	203
C.1	EPROUVETTES AE.....	203
C.2	EPROUVETTES DE LAMINOGRAPHIE X.....	204
C.3	EPROUVETTES CT.....	205

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique des matériaux d'études et spécification de l'AA6061.

Tableau 2 : Compositions et propriétés mécaniques des alliages testés par Haval [29], état T6 directions L et L-T.

Tableau 3 : Fractions surfaciques, densités et tailles moyennes des précipités Mg_2Si grossiers et IMF obtenues par analyse au MEB pour le matériau FL.

Tableau 4 : Valeurs moyennes des objets obtenus par tomographie X (les petits précipités de taille inférieure à $9,6\mu m^3$ ne sont pas pris en compte dans la mesure).

Tableau 5 : Paramètres morphologiques des particules obtenues en tomographie X exprimés en longueurs moyennes de l'ellipsoïde (grand axe c, petit axe a et axe perpendiculaire aux deux précédents b).

Tableau 6 : Valeurs moyennes de dureté et de module de Young obtenues par micro-indentation.

Tableau 7 : Tableau récapitulatif des résultats des essais de ténacité.

Tableau 8 : Formes des particules obtenues en tomographie X exprimées en longueur moyenne de l'ellipsoïde (grand axe c, petit axe a et axes parallèles aux deux précédents b).

Tableau 9 : Longueurs caractéristiques moyennes des cavités et des distances inter-cavités comparées avec des distances inter-précipitées IMF mesurée dans le paragraphe II.3.3.2.e suivant trois directions principales.

Tableau 10 : Statistiques concernant la fraction volumique $f\%$, la densité D_{ini} et le volume moyen V_0 des précipités et porosités préexistantes dans les matériaux modèles FLM3 et FLM6.

Tableau 11 : Paramètres de loi de comportement pour matériaux FLM3 et FLM6.

Tableau 12 : Récapitulatif des valeurs de ténacité et des fractions volumiques de précipités Mg_2Si des alliages d'aluminium 6061-T6 testés.

Tableau 13 : Paramètres utilisés dans le modèle de Hahn et Rosenfield [30].

Tableau 14 : Paramètres de la loi de comportement et des modèles d'endommagement utilisés.

Tableau 15 : Paramètres identifiés du modèle GTN pour les matériaux FL, FLM3 et FLM6.

Liste des figures

- Figure 1 : Virole centrale du caisson-cœur du Réacteur expérimental Jules Horowitz avant soudage et usinage.
- Figure 2 : Diagramme de phase pseudo-binaire Al-Mg₂Si [10].
- Figure 3 : Directions principales et repérage des éprouvettes de ténacité.
- Figure 4 : Différentes étapes de la fabrication pour l'AA6061.
- Figure 5 : Schéma des étapes de forgeage libre suivies par la mise au rond.
- Figure 6 : Courbes de revenu du 6061 pour R_m et R_{p0,2} et allongement après rupture issues de [24].
- Figure 7 : Pic de revenu (175°C) par comparaison entre A%, R_{p0,2} et R_m [25].
- Figure 8 : Influence de la teneur en fer sur le niveau de ténacité de l'alliage Al_{0,6}Mg₁Si [28].
- Figure 9 : Influence de la fraction volumique des particules grossières d'intermétalliques (taille > 1µm), sur la ténacité de différents matériaux. D'après Hahn et Rosenfield, 1975 [30].
- Figure 10 : Évolution de J_{1C} en fonction de la fraction volumique de dispersoïdes au Mn dans un alliage 0,6%Mg-1%Si et %Mn variable, %Fe=0,3% dans MC et 0% dans le reste des matériaux [28].
- Figure 11 : Énergie de propagation de fissure en fonction de la limite d'élasticité pour différentes températures et temps de revenu [40].
- Figure 12 : Évolution de la ténacité K_{1C}, de la limite d'élasticité R_{p0,2} et de la résistance mécanique R_m en fonction du temps de revenu à 175°C pour AA6061 (MeS560°C) [25].
- Figure 13 : Observation de la structure granulaire en microscopie optique en lumière polarisée. Microstructure révélée par oxydation anodique.
- Figure 14 : Observation de la microstructure à différentes échelles. a) précipités Mg₂Si grossiers et intermétalliques au fer (IMF) ; b) dispersoïdes au chrome et au manganèse et précipités nanométriques de type Mg_xSi_y; c) précipités nanométriques de type Mg_xSi_y.
- Figure 15 : Représentation tridimensionnelle des précipités grossiers observés au MEB.
- Figure 16 : Microstructure attaquée : (a) électrolytique, (b) Keller (HCL : 1,5cm³, HNO₃ : 2,5cm³, HF : 0,5cm³, eau : 9,5cm³).
- Figure 17 : Coupe reconstruite par tomographie X après attaque au gallium : (a) coupe perpendiculaire à la direction L, (b) coupe perpendiculaire à la direction S, (c) coupe perpendiculaire à la direction T, (d) rendu 3D de quelques grains isolés.
- Figure 18 : Coupes bidimensionnelles obtenues par tomographie X.
- Figure 19 : Histogramme de niveaux de gris du volume obtenu par tomographie X.
- Figure 20 : Profil en niveau de gris : (a) image de tomographie X, (b) profil de niveau de gris suivant la ligne rouge tracée dans l'image (a).
- Figure 21 : un exemple de l'artefact "rings".
- Figure 22 : Principe de la méthode de Ligne de Partage des Eaux (LPE).
- Figure 23 : Fraction volumique des précipités Mg₂Si grossiers en fonction des seuils de binarisation choisis.

Figure 24 : Rendu volumique des précipités Mg_2Si grossiers seuillés.

Figure 25 : Variation des fractions volumiques des particules en fonction de la taille du côté du domaine cubique étudié.

Figure 26 : Schéma des précipités grossiers aux joints de grains.

Figure 27 : Histogramme de la distribution du volume des objets en : (a) densité et (b) fraction volumique cumulée. Dans la figure (b), les objets sont classés par leur taille et cumulés ensuite afin de connaître leur contribution à la fraction volumique totale.

Figure 28 : Définition des longueurs caractéristiques des objets

Figure 29 : Histogramme de la distribution des dimensions caractéristiques des objets en : (a) densité et (b) fraction volumique cumulée pour les intermétalliques au fer.

Figure 30 : Histogramme de la distribution des dimensions caractéristiques des objets en : (a) densité et (b) fraction volumique cumulée pour précipités grossiers de Mg_2Si .

Figure 31 : Histogramme de la distribution de l'orientation angulaire des objets.

Figure 32 : Coupes bidimensionnelles des cellules de la LPE superposées aux objets binarisés associés aux précipités Mg_2Si grossiers suivant les trois directions principales.

Figure 33 : Coupes bidimensionnelles des cellules de la LPE superposées aux objets binarisés associés aux intermétalliques au fer (IMF) suivant les trois directions principales.

Figure 34 : Histogramme de la distribution des diamètres de Féret des cellules de la LPE pour les précipités : (a) Mg_2Si grossiers et (b) IMF.

Figure 35 : Opération de fermeture linéaire sur les précipités Mg_2Si grossiers.

Figure 36 : Résultats de la fermeture linéaire des précipités Mg_2Si grossiers et des IMF.

Figure 37: Description de la machine de traction avec le système de mesure par nappe laser: (a) machine de traction; (b) système de mesure par nappe laser vu du dessous [56].

Figure 38: Principe de calcul du rayon de courbure dans la zone de striction [56].

Figure 39 : Courbes contrainte-déformation conventionnelles et rationnelles avec correction Bridgman. La loi de comportement Voce est également présentée.

Figure 40 : Évolutions de (a) la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et (b) l'allongement total (A_t) en fonction du sens de sollicitation.

Figure 41 : Évolution de l'allongement total ($A_t\%$) en fonction du coefficient de striction ($Z\%$).

Figure 42: Géométrie des éprouvettes lisses et AE

Figure 43 : Courbes contrainte-déformation conventionnelles des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées.

Figure 44 : Mesure du profil de l'éprouvette lisse durant l'essai de traction suivant le sens L par le système de nappe laser pour des contractions diamétrales à 0.4%, 8%, 10%, 12%, 13.73%.

Figure 45 : Évolutions des Rayons de courbure en fonction de la contraction diamétrale des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées.

- Figure 46 : Géométrie de l'éprouvette de ténacité CT et de l'échantillon destiné à l'analyse SRCT (parallélépipède rouge).
- Figure 47 : Courbe force-ouverture des essais de ténacité pour les configurations TS et LS (les nombres devant les configurations représentent les numéros d'éprouvettes).
- Figure 48 : Courbe de ténacité J en fonction de l'avancée de fissure Δa pour les configurations LS et TS.
- Figure 49 : Courbe force-ouverture des essais de ténacité pour les configurations ST, SL et TL.
- Figure 50 : Courbe intégrale de contour J en fonction de l'avancée de fissure Δa pour les configurations ST, SL et TL.
- Figure 51 : (a) Machine de traction in-situ dans le MEB-FEG, (b) plan d'éprouvette.
- Figure 52 : Image MEB (a) à fort grandissement mettant en évidence la rupture des précipités grossiers, (b) à faible grandissement destinée au traitement d'images.
- Figure 53 : (a) Micro-grille d'or déposée sur l'éprouvette; (b) champ de déformation locale suivant l'axe de sollicitation obtenue par corrélation d'images.
- Figure 54 : Définition des zones d'analyses d'images par rapport à la géométrie de l'éprouvette.
- Figure 55 : Évolution de la microstructure pendant l'essai de traction sous MEB in-situ sur deux zones d'observations.
- Figure 56 : Micrographies MEB obtenues pendant l'essai de traction in-situ. Deux mécanismes de nucléation sont observés : décohésion de l'interface précipité/matrice et rupture de précipité par clivage.
- Figure 57 : Micrographies MEB obtenues pendant l'essai de traction in-situ lors de la phase de croissance de cavités.
- Figure 58 : Micrographies MEB obtenues pendant l'essai de traction in-situ. Deux mécanismes de coalescence des cavités sont mis en évidence : (a) coalescence par cisaillement dans les ligaments, (b) coalescence par striction interne.
- Figure 59 : Déformation équivalente locale obtenue par corrélation d'images superposée à la microstructure dans une zone proche de l'entaille de l'éprouvette.
- Figure 60 : Déformation équivalente locale obtenue par corrélation d'images superposée à la microstructure dans une zone au centre d'éprouvette.
- Figure 61 : Évolution de l'endommagement pour une éprouvette en configuration LS pour différents niveaux de déformation équivalente locale : (a) 0%, (b) 7%, (c) 13% et (d) 23%.
- Figure 62 : Évolution de l'endommagement respectivement initié sur IMF pour une éprouvette de configuration LS en termes de : (a) fraction en nombre de précipités endommagés et (b) fraction surfacique normalisée de précipités endommagés. Le taux de triaxialité des contraintes est estimé à $\sim 0,5$.
- Figure 63 : Comparaison (en termes de densité de cavités) de l'évolution de l'endommagement initié sur IMF entre la loi de nucléation (courbe noire) et l'observation au MEB in-situ (symboles rouges) pour une éprouvette en configuration LS. Le taux de triaxialité de contraintes T est estimé à environ 0,5.

- Figure 64 : Exemple de prélèvement de l'échantillon et zones d'observation tomographiques pour FLM3-AE2: (a) prélèvement d'échantillon dans l'éprouvette, (b) rendu volumique obtenu en tomographie X et zones d'analyses, (c) cartographie de la déformation équivalente obtenue par calculs EF et des zones associées à l'observation tomographique.
- Figure 65 : Coupes 2D des éprouvettes AE interrompues: (a) AE2 à 2,2%, (b) AE2 à 2,8%, (c) AE2 à 3,3%, (d) AE10 à 12%.
- Figure 66 : Évolution de l'endommagement avec la déformation équivalente : (a) densité de cavités, (b) fraction volumique de cavités. Matériau FLM3, éprouvette AE10 ($T \sim 0,8$) et AE2 ($T \sim 1,5$), sens de sollicitation L ou S. RT représente les résultats de la simulation par éléments finis avec le modèle de Rice-Tracey.
- Figure 67 : Coupe transversale sur l'éprouvette de l'essai de ténacité interrompu au-delà de l'effort maximal : (a) endommagement marqué au devant de la fissure; (b) zoom de la zone endommagée au devant de la préfissure (zone encadrée en rouge de la Figure 67a).
- Figure 68 : Faciès de rupture après oxydation servant à déterminer l'avancée de fissure par la méthode des 9 points : en noir les zones oxydées.
- Figure 69 : (a) Configuration de chargement (le dispositif anti-flambement n'est pas montré); (b) position des marqueurs par rapport à la pointe de préfissure pour la mesure de l'ouverture δ_5 .
- Figure 70 : Principe de la technique de laminographie : a) schéma du dispositif disponible sur la ligne ID19 de l'ESRF [114], b) dispositif de chargement et éprouvette préfissurée (épaisseur 1 mm) avec marqueurs δ_5 et la région d'intérêt (ROI) acquise.
- Figure 71 : Courbe F- δ_5 obtenue par essai de déchirement sur une machine servo-hydraulique, chaque croix correspond à une acquisition de laminographie X.
- Figure 72 : Sections 2D obtenues par laminographie à mi-épaisseur pour l'ouverture δ_5 : (a) initiale ($=0\mu\text{m}$), (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=50\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=62\mu\text{m}$, (e) $\delta_5=83\mu\text{m}$, (f) $\delta_5=153\mu\text{m}$.
- Figure 73 : Zoom sur la partie encadrée en rouge de la Figure 72a pour une ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=83\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=153\mu\text{m}$.
- Figure 74 : Sections 2D travers-épaisseur (ligne bleue dans la Figure 72a) à $290\mu\text{m}$ au devant de la préfissure à l'ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=62\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=83\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=153\mu\text{m}$.
- Figure 75 : Représentation des données de laminographie in-situ : fissure et endommagements en 3D dans une zone $T \times L \times S = (490 \times 840 \times 1400) \mu\text{m}^3$ pour l'ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=50\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=62\mu\text{m}$.
- Figure 76 : Représentation des données de laminographie in-situ : fissure et endommagements en 3D vue au dessus dans une zone $T \times L \times S = (490 \times 840 \times 1400) \mu\text{m}^3$ pour l'ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=50\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=62\mu\text{m}$.

- Figure 77 : Évolution de la fraction volumique de cavités au devant de la fissure en fonction de la position du point matériel suivant la direction de la propagation pour différent δ_5 mesuré dans la phase de : (a) émoussement de la préfissure et (b) propagation de la fissure.
- Figure 78 : (a) Géométrie initiale de la préfissure avec porosités régulièrement réparties devant la préfissure, (b) Influence de la forme de cavités sur la ténacité pour différente porosité initiale [135].
- Figure 79 : (a) Deux orientations perpendiculaires de propagation de fissure par rapport à la distribution des cavités devant la préfissure, (b) Influence de la distance inter-cavités sur le rapport de la ténacité suivant la direction de la propagation de fissure [135].
- Figure 80 : Géométrie de l'éprouvette de ténacité CT et de l'échantillon analysé par SRCT (parallélépipède rouge).
- Figure 81 : Microstructure obtenue par SRCT: (a) précipités Mg_2Si grossiers et intermétalliques au fer (IMF), (b) précipités Mg_2Si seuillés par la méthode des minimas locaux.
- Figure 82 : Résultats de ténacité pour les configurations LS et TL: (a) courbe force en fonction de l'ouverture CMOD; (b) courbe intégrale de contour J en fonction de l'avancée de fissure Δa .
- Figure 83 : Faciès de rupture de l'éprouvette de ténacité dans la zone de propagation pour essai: (a) TL, (b) LS.
- Figure 84 : Faciès de rupture de l'éprouvette de traction au centre d'éprouvette pour essai sollicité suivant: (a) T et (b) L.
- Figure 85 : Représentation de l'ouverture de la fissure via "sum along ray method" pour: (a) configuration TL et (b) configuration LS (avec ligne blanche en pointillée la position des sections 2D).
- Figure 86 : Sections 2D des données SRCT représentant la fissure et les joints de grains selon la ligne blanche en pointillée dans la Figure 85 pour (a) essai TL et (b) essai LS.
- Figure 87 : Sections 2D des données SRCT représentant la fissure et les joints de grains selon la ligne verte en pointillée dans la Figure 85 pour (a) essai TL et (b) essai LS. Quelques exemples de mesures de distance inter-cavité sont présentés pour l'essai LS.
- Figure 88 : Mesure de la distance inter-cavité et de la dimension des cavités suivant les directions principales à partir des COD map. Chaque point de mesure correspond à une moyenne des valeurs suivant une ligne.
- Figure 89 : Cartographie de la fraction volumique de cavités moyenne dans ROI ($140 \times 140 \times 70 \mu m^3$) pour les configurations d'essais : (a) TL et (b) LS.
- Figure 90 : Évolution de la fraction volumique d'endommagement moyenne, moyennée sur la largeur d'éprouvette, suivant la direction de la propagation de fissure. Les deux valeurs repérées par les flèches représentent la fraction moyenne mesurée au niveau du front de fissure (lignes pointillées représentées sur la Figure 89).
- Figure 91 : Endommagement tridimensionnel dans les volumes de $350 \mu m^3$ devant la fissure (encadré en bleu dans Figure 85) projeté suivant le plan (a) TL, (b) LS pour l'essai TL et plan (c) LS, (d) ST pour l'essai LS.
- Figure 92 : Coupes isothermes à 530°C et 560°C du diagramme Mg-Si lors de la mise en solution (MeS).
- Figure 93 : Comparaison de la microstructure observée en laminographie X entre (a) FLM3 et (b) FLM6.

Figure 94 : Fraction volumique des précipités grossiers et des porosités initiales des matériaux. Les objets sont classés par taille puis cumulés afin de déterminer leur contribution à la fraction volumique totale.

Figure 95 : Structure granulaire des matériaux mis en forme par forgeage libre FL: (a) FLM3 et (b) FLM6.

Figure 96 : Courbes contrainte-déformation rationnelle à partir des corrections Bridgman et conventionnelles pour les matériaux FLM3 et FLM6 : expérience en symbole et simulation en ligne

Figure 97 : Valeur de ténacité en fonction du temps de revenu pour différentes températures de mise en solution.

Figure 98 : Endommagement entre entaille d'éprouvette MEB in-situ FLM6-LS interrompue à $F=553N$ et $D=0.611mm$.

Figure 99 : Comparaison de l'évolution de l'endommagement initié sur IMF entre FLM3 et FLM6 pour une éprouvette en configuration LS en termes de : (a) fraction en nombre de précipités endommagés, (b) fraction surfacique normalisée de précipités endommagés et (c) densité de cavité. Le taux de triaxialité des contraintes T est estimé à $\sim 0,5$.

Figure 100 : Comparaison de l'évolution de l'endommagement entre le matériau FLM3 et le matériau FLM6 en termes de : (a) densité de cavité, (b) fraction volumique de cavités. Éprouvettes AE10 (triaxialité $T \sim 0,8$ au centre d'éprouvette) et AE2 (triaxialité $T \sim 1,5$ au centre d'éprouvette). Les précipités Mg_2Si grossiers sont considérés comme des cavités initiales.

Figure 101 : Influence de la fraction volumique des particules grossières d'intermétalliques (taille $> 1\mu m$), sur la ténacité de différents matériaux. D'après Hahn et Rosenfield, 1975 [30].

Figure 102 : Évolution de la ténacité en fonction de la fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers, comparaison entre le modèle d'Hahn et Rossenfield [30] et les matériaux d'études.

Figure 103 : Comparaison des courbes σ - ϵ simulées et expérimentales ainsi que l'évolution du taux de croissance de cavités τ prédit par le modèle de Rice-Tracey [67, 150].

Figure 104: Taux de croissance de cavités estimés à la rupture et au centre de l'éprouvette calculés par le modèle Rice-Tracey en fonction du taux de la triaxialité à la rupture pour matériau FLM3 sollicités suivant les directions principales L et T. La déformation à rupture est déterminée expérimentalement.

Figure 105 : Modèle de loi de germination statistique [94].

Figure 106 : Fonction représentant la coalescence de cavités. Figure issue de la thèse de Benoit Tanguy [160].

Figure 107 : Procédure d'identification des paramètres du modèle GTN. Colonne de gauche : phénomènes simulés; colonne de droite : moyens expérimentaux utilisés pour fournir les données nécessaires à l'identification.

Figure 108 : Déformations à la rupture ϵ_f en fonction de la triaxialité à la rupture d'éprouvettes. Comparaison entre résultats expérimentaux (EXP en continu) et prédictions des simulations avec modèle GTN (GTN en pointillé). L'inversion de déformation à la rupture entre AE4 et AE2 sont entourée en rouge.

Figure 109 : Fraction volumique de cavités simulée sur le ligament entre le centre et l'entaille d'éprouvettes sollicitées suivant le sens T : (a) au moment de la rupture mesurée expérimentalement pour toutes les géométries d'éprouvettes, (b) aux différents taux de déformation pour AE2 (rouge) et AE4 (noir).

Figure 110 : Répartition de (a) Taux de triaxialité et (b) déformation équivalente sur le ligament entre le centre et l'entaille d'éprouvettes au moment de la rupture mesurée expérimentalement.

Figure 111 : Courbes $F-\delta_5$ expérimentale et simulée correspondant aux essais de laminographie X.

Figure 112: Comparaison au centre de l'éprouvette de l'évolution de la fraction volumique de cavités en pointe de fissure entre résultats expérimentaux et simulations numériques en fonction du positionnement suivant la direction de la propagation de fissure pour différente δ_5 .

Figure 113 : Taux de triaxialité de contraintes calculés au cœur de l'éprouvette en pointe de fissure en fonction du positionnement suivant la direction de la propagation de fissure pour différente δ_5 .

Figure 114 : Isovaleurs de la déformation équivalente ϵ_{eq} à mi-épaisseur de l'éprouvette à $\delta_5=62\mu\text{m}$.

Figure 115: Fraction volumique de cavités $f\%$ dans l'épaisseur de la demie-éprouvette pour δ_5 à (a) $23\mu\text{m}$, (b) $50\mu\text{m}$ and (c) $62\mu\text{m}$.

Figure 116 : Courbes force-CMOD expérimentales (exp.) et simulées (FEM) du matériau FL sollicité suivant TS et LS. Effet de la sollicitation sur la ténacité.

Figure 117 : Courbes force-CMOD expérimentales (exp.) et simulées (FEM) du matériau FL et matériau FLM6. Effet du teneur des précipités Mg_2Si grossiers sur la ténacité.

Figure 118 : (a) Principe de la simulation cellulaire basée sur une géométrie cylindrique axisymétrique comprenant des cavités et des particules; (b) le maillage d'éléments finis associé

Figure 119 : Évolution de (a) la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) et (b) la résistance mécanique (R_m) en fonction du diamètre de l'éprouvette.

Figure 120 Évolution de (a) l'allongement total (A_t) et (b) le coefficient de striction (Z) en fonction du diamètre de l'éprouvette.

Figure 121 : Effet de la température de mise en solution et du temps de revenu sur les caractéristiques mécaniques : (a) exemples des courbes de traction conventionnelle, (b) allongement total, (c) limite d'élasticité, (d) résistance mécanique pour Mise en solution (MeS) entre 530°C et 560°C et revenu à 175°C entre 4h et 100h.

Figure 122 : L'effet de la température de mise en solution (MeS) et du temps de revenu sur les caractéristiques mécaniques en traction.

Figure 123 : Maillages des éprouvettes de traction (a) lisse, (b) AE2, (c) AE4 et (d) AE10.

Figure 124 : Maillage 3D de la $\frac{1}{4}$ section d'une éprouvette de laminographie X.

Figure 125 : Maillage 3D du $\frac{1}{4}$ section d'une éprouvette CT.

Chapitre I Introduction

I.1 Contexte industriel

Nous nous sommes intéressés dans cette thèse à l'étude de matériaux utilisés dans l'industrie nucléaire, plus spécifiquement au matériau de structure qui constituera le caisson-cœur du réacteur expérimental Jules-Horowitz (RJH). Ce réacteur construit sur le site du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) de Cadarache prendra la suite du réacteur OSIRIS (CEA Saclay) à l'horizon 2017.

Le caissons-cœur est constitué de différentes pièces forgées (bride inférieure, viole, Té et bride supérieure). Dans ce travail de thèse, on étudie la virole centrale qui est un cylindre de diamètre 700 mm, d'épaisseur 20 mm et faisant 1400 mm de hauteur soudé à chacune de ses extrémités (Figure 1). L'alliage d'aluminium 6061-T6 a été retenu pour la fabrication du caisson-cœur du RJH pour sa bonne résistance à la corrosion, ses bonnes propriétés mécaniques ainsi que sa forte transparence neutronique. Composant central du réacteur, c'est à l'intérieur du caisson-cœur que se déroule la réaction nucléaire. En fonctionnement, il est soumis à une pression en eau de l'ordre de 15 bars (soit une contrainte circonférentielle induite par la pression de 28 MPa). Ce composant critique est donc soumis à l'arrêté spécifique aux Équipements Sous Pression Nucléaires (ESPN) qui spécifie que le matériau soit ductile et la tenace.



Figure 1 : Virole centrale du caisson-cœur du Réacteur expérimental Jules Horowitz avant soudage et usinage.

L'objectif de cette thèse est de comprendre et modéliser cette problématique industrielle sur le matériau non irradié afin de garantir que le matériau soit ductile et tenace. Cette thèse servira de référence pour des travaux futurs qui seront réalisés sur le matériau irradié. Le but de ce travail de thèse est de faire le lien entre procédés de fabrication, microstructure, comportement et endommagement du matériau à l'aide d'une approche micromécanique.

I.2 Problématique scientifique

La nuance 6061, retenue pour la fabrication du caisson-cœur du RJH, est un alliage d'aluminium dont les éléments d'addition sont le magnésium et le silicium (série 6xxx). Ce composant subit de nombreux traitements thermomécaniques (traitement d'homogénéisation, mise en forme à chaud, mise en solution, trempe, détensionnement, revenu) qui développent une microstructure à différentes échelles dépendante des paramètres du procédé de fabrication.

Les précipités nanométriques déterminent le comportement plastique, en termes de limite d'élasticité et de taux d'érouissage. Les précipités grossiers de l'ordre du micromètre constituent des sites privilégiés d'endommagement, ces précipités modifient donc la séquence d'endommagement et impacte la ténacité. La microstructure comporte également des dispersoïdes de taille intermédiaire (quelques centaines de nanomètres) qui permettent de stabiliser les joints de grains (ils limitent la recristallisation et la croissance des grains), les dispersoïdes jouent également un rôle vis-à-vis de l'endommagement.

L'état de contraintes, notamment le taux de triaxialité de contraintes, influence de façon déterminante la rupture ductile de l'alliage. La résistance à l'endommagement est évaluée à différents taux de triaxialité et suivant différents sens de sollicitation par des essais de traction et de ténacité.

Certains matériaux étudiés dans cette thèse présentent une anisotropie d'endommagement liée à l'anisotropie microstructurale induite par l'étape de mise en forme. On s'intéresse donc à la caractérisation, la compréhension et la modélisation de l'anisotropie d'endommagement en traction et en ténacité.

L'évolution de l'endommagement est investiguée via des observations microstructurales effectuées lors d'essais de déformation in-situ en surface ou en volume.

L'identification des mécanismes physiques d'endommagement, notamment le rôle des précipités grossiers, a permis de développer des modèles d'endommagement, dit d'approche locale, intégrant les paramètres microstructuraux pertinents identifiés par les observations microstructurales et les essais de déformation in-situ. Les résultats obtenus pourront servir aux futures études portant sur le comportement des structures réelles et sur des matériaux à l'état irradié.

I.3 Plan du manuscrit et méthodes utilisées

Afin de traiter ces problèmes industriels et scientifiques, nous avons utilisé une approche micromécanique vis-à-vis de la caractérisation, la compréhension et la modélisation du matériau.

Le Chapitre II décrit les différentes étapes du procédé thermomécanique de mise en forme du composant industriel et des matériaux modèles de l'étude, ainsi que les microstructures finales obtenues. L'étude bibliographique dans ce chapitre nous permet de dresser un état des lieux des précipités ayant une influence sur les propriétés mécaniques, plus particulièrement sur la ténacité. La caractérisation de la microstructure et des propriétés mécaniques est ensuite présentée dans ce chapitre. Une attention particulière est portée sur l'anisotropie de la microstructure et l'anisotropie des propriétés mécaniques.

Nous avons utilisé une large gamme de techniques expérimentales afin de caractériser la microstructure à différentes échelles, et ce de façon quantitative :

- Microscopie optique,
- Microscopie Électronique à Balayage (MEB),
- Microscopie Électronique en Transmission (MET),
- Tomographie X à l'institut Jean Lamour à Nancy et au synchrotron (ESRF) de Grenoble.

Les propriétés mécaniques sont caractérisées dans ce chapitre pour différents taux de triaxialité :

- Essais de micro-indentation, afin de caractériser les propriétés mécaniques de la matrice et des précipités grossiers,
- Essais de traction monotone sur éprouvettes lisses,
- Essais de traction monotone sur éprouvettes entaillées à différentes sévérités d'entaille,
- Essais de ténacité.

Le Chapitre III nous permettra de comprendre le mécanisme d'endommagement de l'alliage. L'objectif est de faire le lien entre la microstructure, notamment les précipités grossiers, et l'endommagement. Ces analyses à la fois qualitatives et quantitatives sont effectuées pour différents états de contraintes et de taux de triaxialité :

- Essais de traction sous MEB in-situ, afin de caractériser la séquence d'endommagement en surface d'éprouvettes,
- Essais de traction interrompus sur éprouvettes axisymétriques entaillées et observées en tomographie X, afin de caractériser le mécanisme d'endommagement tridimensionnel pour différents taux de déformation et de triaxialité,
- Essais de laminographie X in-situ, afin d'investiguer la cinétique d'endommagement tridimensionnelle avec un taux de triaxialité encore plus élevé en présence d'une fissure.

La compréhension de l'anisotropie d'endommagement est ensuite abordée en réalisant des analyses fractographiques et des observations tridimensionnelles après essais interrompus sur des éprouvettes de ténacité sollicitées suivant différentes directions. Les modes de rupture intergranulaire et intragranulaire apparaîtront dans cette analyse.

Le Chapitre IV décrira la modélisation et la simulation des propriétés mécaniques des alliages. Un matériau modèle ayant des paramètres des traitements thermomécaniques différents sera introduit pour valider le mécanisme d'endommagement et conforter la modélisation proposée. Trois modèles seront

présentés, identifiés et utilisés dans la simulation des propriétés mécaniques des matériaux industriels et des matériaux modèles :

- Un modèle simple analytique liant les précipités grossiers et la ténacité,
- Un modèle micromécanique non-couplé de type Rice-Tracey (RT),
- Un modèle micromécanique couplé de type Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN).

Les simulations et les données expérimentales, provenant des chapitres précédents, sont comparées afin de conclure sur la pertinence comme sur les limitations des modèles utilisés.

Chapitre II Caractérisations microstructurales et mécaniques des matériaux

Comme nous l'avons énoncé dans l'introduction, l'objectif de cette thèse est de comprendre et de modéliser le mécanisme d'endommagement de l'alliage d'aluminium 6061 destiné à la fabrication du caisson-cœur du Réacteur expérimental Jules Horowitz (RJH). Nous commençons ce chapitre par une synthèse bibliographique décrivant les phases cristallographiques, les traitements thermomécaniques qui génèrent ces phases et leurs influences sur l'endommagement de cet alliage.

La deuxième partie présente la caractérisation de la microstructure des matériaux d'études. Une attention particulière est portée sur les précipités grossiers qui sont à l'origine de l'endommagement. Cette caractérisation qualitative et quantitative est principalement réalisée grâce à une étude bidimensionnelle par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et une étude tridimensionnelle par tomographie X.

La troisième partie est consacrée à la caractérisation mécanique des matériaux d'études. Des essais de micro-indentation sont réalisés afin d'obtenir indépendamment les propriétés mécaniques de chacune des phases. Des essais de traction sur éprouvettes lisses permettent d'obtenir des propriétés mécaniques macroscopiques telles que la limite d'élasticité, la résistance mécanique et la ductilité, mais aussi de déterminer les paramètres de la loi de comportement retenue pour l'étape de modélisation. La résistance à l'entaille est ensuite étudiée grâce aux essais de traction sur éprouvettes entaillées et aux essais de ténacité. Une attention particulière est portée dans cette partie sur l'effet du sens de sollicitation, autrement dit, l'anisotropie.

II.1 Phases cristallographiques

L'alliage d'aluminium 6061 est un alliage d'aluminium à durcissement structural. Les alliages de la série 6xxx sont enrichis en Mg et Si. Ces éléments forment des précipités nanométriques de type « Mg_xSi_y » et constituent la phase majoritaire assurant le durcissement structural. En plus de ces phases nanométriques, des précipités plus

grossiers sont également présents dans cet alliage. Nous commençons par une présentation rapide de chacune des phases cristallographiques présentes dans cet alliage.

II.1.1 Les précipités nanométriques Mg_xSi_y

La formations des précipités de type Mg_xSi_y nanométriques suit la séquence suivante [1-5]:

- amas de solutés et/ou zones de Guinier-Preston, cohérents avec la matrice;
- précipités métastables β'' , en forme d'aiguille, cohérents avec la matrice;
- précipités métastables β' en forme de bâtonnets, semi-cohérents avec la matrice;
- précipités stables β - Mg_2Si , sous forme de plaquettes, incohérentes avec la matrice.

Le magnésium et le silicium sont présents au sein de la solution solide sursaturée. Ils se combinent en **amas de solutés riches en Mg et Si**. Ces fluctuations de composition, sans interface définie, auraient un diamètre compris entre 1 et 5nm. Leur étude est délicate du fait de leur petite taille. Une question reste à soulever quant à leur dénomination en zones de **Guinier-Preston**. Ces dernières, visibles dans plusieurs alliages d'aluminium, présentent une structure interne propre, une composition et des interfaces bien définies. Plusieurs auteurs [6, 7] affirment, dans leurs récents travaux, avoir détecté des amas de Mg ou de Si (homo-amas) ou de $MgSi$ (hétéro-amas). Ces amas formeraient, très probablement, des sites de nucléation des phases β'' [8].

La poursuite du réarrangement des solutés lors d'un vieillissement thermique transforment les zones GP en **précipités β''** , sous forme d'aiguilles, mesurant entre 1 à 5 nm de diamètre et entre 10 à 50 nm de longueur. Du point de vue cristallographique, certains auteurs proposent une structure $C2/m$ (monoclinique), avec un motif Mg_5Si_6 . Les paramètres de maille seraient $a = 1,516$ nm ; $b = 0,405$ nm ; $c = 0,674$ nm et $\beta = 105,3^\circ$. Du fait de leur forte densité et de leur cohérence avec la matrice (champ de contrainte induit par la différence de paramètre de maille précipité / matrice), ces précipités rendent difficile le mouvement des dislocations.

Lors de la poursuite du vieillissement thermique, les précipités β'' se transforment en **précipités β'** sous forme de bâtonnets de taille comprise entre 5 à

15 nm de diamètre. Du fait de leur plus grosse taille, la structure cristallographique de la phase β' est mieux connue : réseau hexagonal de type $P6_3/m$ de paramètres $a = 0,705$ nm et $c = 0,405$ nm. Cette dernière valeur, très proche également du paramètre du réseau α -Al garantit la semi-cohérence des précipités β' avec la matrice. Les précipités β' participent également au durcissement structural de l'alliage mais dans une moindre mesure. Les résultats des études les plus récentes montrent qu'en fonction de la composition chimique de l'alliage et des traitements thermiques d'autres types de précipités de type B' , $U1$, $U2$ peuvent coexister avec les précipités β' [1, 4, 9].

Thermodynamiquement, les phases β'' et β' sont métastables. Si le vieillissement thermique se prolonge suffisamment longtemps, les solutés Mg et Si se retrouvent *in fine* dans des **précipités β - Mg_2Si** . Cette phase a une structure cristallographique cubique à faces centrées de paramètre de maille $a = 0,639$ nm. Cette phase n'est donc pas cohérente avec la matrice. Les précipités β se trouvent dans l'alliage sous forme de plaquettes carrées de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur et de quelques centaines de nanomètres de longueur de côté. Leur participation au durcissement structural est beaucoup plus faible que celle des précipités β'' et β' .

II.1.2 Les précipités Mg_2Si grossiers

Des phases stables Mg_2Si , dites « grossières » de taille micrométrique se forment lors de la solidification et du refroidissement de l'alliage après coulée. Ces phases n'ont aucun apport en termes de durcissement structural et sont pénalisantes en termes de ténacité. Les traitements à haute température d'homogénéisation et de mise en solution permettent de dissoudre une partie de ces précipités et remettent donc le silicium et le magnésium en solution solide. Les solubilités du Mg et du Si augmentent avec la température, la fraction de Mg_2Si grossiers diminue donc jusqu'à une dissolution totale pour des températures généralement comprises entre 550 et 600°C comme représenté sur le diagramme pseudo-binaire Al- Mg_2Si (Figure 2).

Plus les teneurs en Mg et Si sont élevées, plus la température nécessaire pour la dissolution de tous les précipités est élevée. Cette température ne doit pas dépasser le

solidus de l'alliage, pour éviter la fusion des phases ayant les plus bas points de fusion (brûlures).

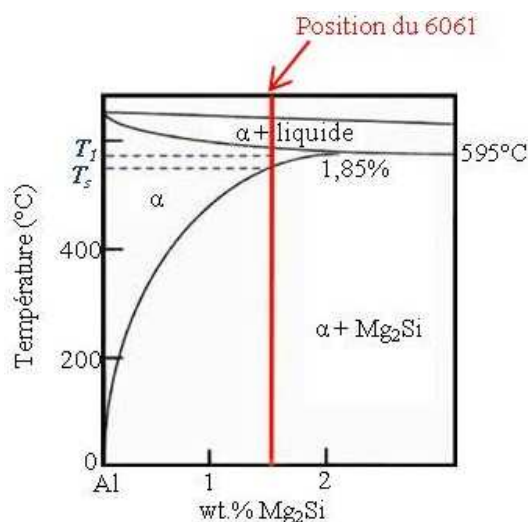


Figure 2 : Diagramme de phase pseudo-binaire Al-Mg₂Si [10].

La présence de ces précipités grossiers Mg₂Si diminue la quantité de Mg et de Si disponible pour la précipitation des phases β'' et β' qui participent au renfort de la matrice, et provoque également une diminution de la ténacité car ils agissent comme des zones de concentration de contraintes. Cette influence sur la ténacité sera décrite dans le paragraphe II.2.3.2.a.

Lorsque la trempe n'est pas suffisamment rapide, des précipités Mg₂Si de taille d'environ 1 μm se forment sur les joints de grains. Ces précipités Mg₂Si sont dit « hétérogènes de trempe ».

II.1.3 Les intermétalliques au fer (IMF)

Le fer est présent dans les alliages d'aluminium 6xxx en tant qu'impureté. Sa limite de solubilité dans une matrice d'aluminium est très faible (0,002 % à 20°C). La quasi-totalité du fer présent lors de l'élaboration du métal liquide se retrouve après solidification sous forme de précipités grossiers, appelés **intermétalliques au fer** : AlFe, AlFeSi et Al(Mn,Cr,Fe)Si principalement. Lassance et Kuijpers [11-13] ont indiqué la présence de deux types d'intermétalliques au fer, de forme et de composition différentes :

- Phases β , monoclinique, qui sont en forme de plaquette avec une longueur de 20 μm et une épaisseur de 0,1-2 μm . La stœchiométrie de cette phase est Al_3FeSi . Cette phase apparaît lors de la coulée.
- Phases α cubiques qui ont une stœchiométrie $\text{Al}_{12}(\text{Fe}_x\text{Mn}_{1-x})_3\text{Si}$. Trois types de phases α sont identifiés dans cet alliage : (1) Les phases α formées après la transformation β - α ont une taille d'environ 1 μm et se présentent comme une chaîne de particules rondes situées à l'ancien emplacement des phases β ; (2) les phases α formées pendant la coulée ont une forme ellipsoïdale avec une large variation de longueur et une épaisseur de l'ordre de 5 μm . Ces phases ont un rapport Fe/Mn élevé; (3) Les phases α formées dans la matrice d'aluminium durant l'homogénéisation sont uniformément réparties avec une taille moyenne d'environ 50-200 nm. La stœchiométrie pourrait être $\text{Al}_{12}\text{Mn}_3\text{Si}$. Ces phases présentent un rapport Fe/Mn faible. Du fait de leur faible teneur en fer, ces phases sont parfois classées dans la catégorie des dispersoïdes au Mn.

Tout comme les précipités Mg_2Si grossiers de coulée, les précipités grossiers d'intermétalliques au fer peuvent avoir un impact néfaste sur la ductilité et la ténacité de l'alliage.

II.1.4 Les dispersoïdes au chrome et au manganèse

Les dispersoïdes au chrome et au manganèse constituent la quatrième classe de précipités. Ces derniers se forment lors de l'étape d'homogénéisation. Ils sont incohérents et répartis de façon homogène. Leur diamètre varie entre 50 et 500nm. Ces derniers existent sous deux formes :

- α - $\text{Al}(\text{Cr-Mn,Fe})\text{Si}$ de structure cubique simple ou cubique centrée. La littérature [14, 15] tend à montrer que lorsque la valeur du rapport des teneurs Fe/Mn ou Fe/Cr est faible la structure cubique simple est privilégiée et inversement pour la structure cubique centrée. La valeur du paramètre de maille vaut entre 12,5 et 12,7Å
- α' - AlCrSi de structure cubique faces centrées dont le paramètre de maille vaut 10,9Å [14].

Les dispersoïdes présentent une bonne stabilité thermique. Ils jouent un rôle d’ancrage des joints de grain ce qui permet d’améliorer la résistance à la recristallisation et à la croissance de grains [16-18].

II.2 Matériaux et traitements thermomécaniques

Dans ce paragraphe, nous décrivons les matériaux d’études ainsi que le lien entre les traitements thermomécaniques et la microstructure.

II.2.1 Matériaux de l’étude

Dans le cadre du programme de qualification établi, différents matériaux ont été fabriqués et étudiés pendant cette thèse. Dans un souci de simplification, seuls des matériaux mis en forme par forgeage libre (voir paragraphe II.2.2.2) sont présentés dans ce manuscrit de thèse.

Les deux matériaux forgés présentés dans ce manuscrit sont mis en forme par la société *Aubert & Duval*. Le premier matériau d’étude est un **matériau industriel** livré à l’état revenu (Figure 4). Le traitement thermique est effectué par la société *Constellium*. Ce matériau est nommé **FL**. Le deuxième matériau d’étude est un **matériau modèle** livré à l’état brut de forge. Nous avons effectué les traitements de mise solution, trempe et revenu au laboratoire LC2M du CEA. Ce matériau est nommé **FLM**.

Le Tableau 1 résume la composition chimique de nos matériaux d’études forgés ainsi que les spécifications relatives à l’AA6061.

<i>AA6061 (wt. %)</i>	<u><i>Si (%)</i></u>	<u><i>Mg (%)</i></u>	<u><i>Fe (%)</i></u>	<u><i>Cr (%)</i></u>	<i>Cu (%)</i>	<i>Mn (%)</i>	<i>Zn (%)</i>	<i>Ti (%)</i>
Min (spécification 6061)	0,4	0,8		0,04	0,15			
Max (spécification 6061)	0,8	1,2	0,7	0,35	0,4	0,15	0,25	0,15
Mat. forgés (FL et FLM)	0,65	1,01	0,24	0,18	0,30	0,09	0,20	0,02

Tableau 1 : Composition chimique des matériaux d’études et spécification de l’AA6061.

Les dénominations utilisées pour repérer les directions principales du composant caisson-cœur sont rassemblées dans la Figure 3. La lettre « L » représente le sens axial

du caisson, la lettre « T » le sens circonférentiel et la lettre « S » le sens radial. Deux configurations des éprouvettes de ténacité (LS et TS) sont également illustrées sur la figure. Deux lettres sont nécessaires pour repérer une éprouvette de ténacité, la première lettre représente la direction de sollicitation et la seconde lettre représente la direction de propagation de la fissure.

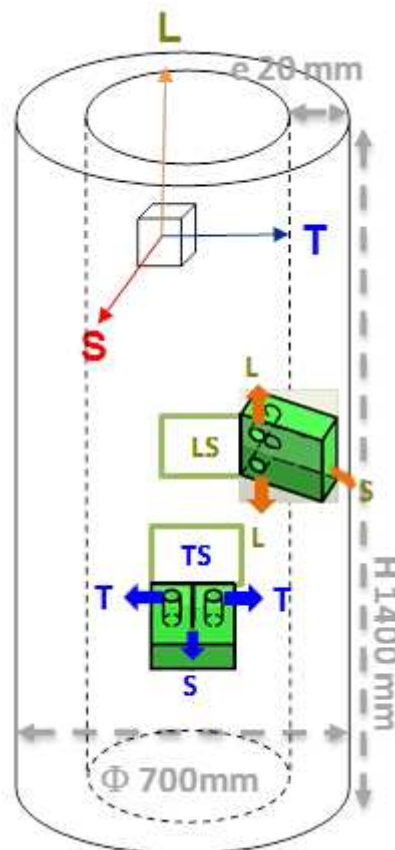


Figure 3 : Directions principales et repérage des éprouvettes de ténacité.

II.2.2 Traitements thermomécaniques

Nous décrivons dans les paragraphes suivants les différentes étapes de la gamme de fabrication. Nous faisons le lien entre les paramètres thermomécaniques, la microstructure et les propriétés mécaniques en traction.

La Figure 4 représente les étapes d'élaboration et de fabrication du caisson-cœur. La matière est livrée par les élaborateurs sous forme de plateau ou billette. Puis elle subit un traitement thermique d'homogénéisation, suivi d'une étape de mise en forme à

chaud et enfin d'une série de traitements thermiques (mise en solution, trempe et revenu).

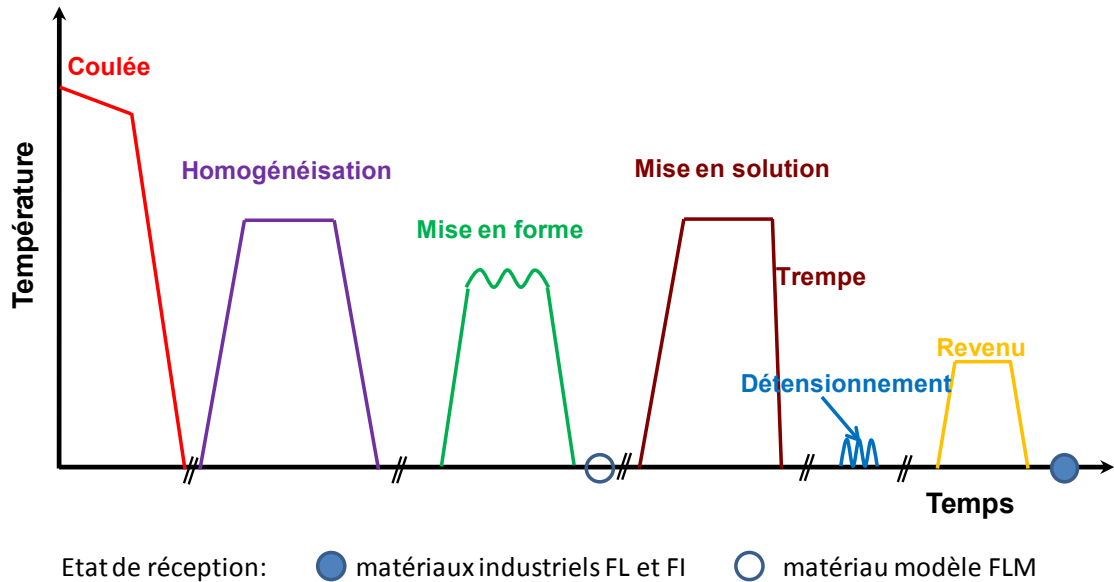


Figure 4 : Différentes étapes de la fabrication pour l'AA6061.

II.2.2.1 L'homogénéisation

Le front de solidification de type dendritique à l'intérieur des billettes ou des plateaux résultant de la coulée établit une hétérogénéité dans la répartition des éléments d'addition. De plus, après solidification, les billettes ou plateaux issus de coulée subissent un refroidissement relativement lent qui permet la formation de précipités Mg_2Si grossiers et d'intermétalliques au fer.

Le traitement thermique d'homogénéisation consiste à maintenir, nos matériaux d'études, à une température assez élevée ($\sim 530^\circ C$) et pendant des temps prolongés ($\sim 9h$). Il a pour but premier de réduire les gradients de concentration en solutés inhérents à la coulée. L'objectif secondaire concerne la dissolution en partie des précipités Mg_2Si grossiers et la transformation/globularisation des phases insolubles (intermétalliques au fer) au cours de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ [13]. Lors de la phase d'homogénéisation, la formation des dispersoïdes intervient.

L'étape d'homogénéisation permet aussi de restaurer les contraintes internes liées au refroidissement différentiel après coulée entre la zone périphérique et le cœur de la billette.

II.2.2.2 La mise en forme

La mise en forme est réalisée par **forgeage libre** à haute température (entre 480 et 420°C dans notre cas) avec un fort taux de corroyage (Figure 5). Cette étape permet la refermeture des porosités provenant de la coulée ainsi que le morcèlement des intermétalliques au fer. Maire et Grenier [19] ont montré que le forgeage à chaud conditionne en partie la distribution spatiale et la taille des précipités. Les produits forgés ont également en général une résistance supérieure à celle du produit initial grâce au durcissement par écrouissage.

Cette gamme consiste à appliquer sur une ébauche, une série de passes de forgeage (refoulage, étirage, mise au rond...) afin d'obtenir un coefficient de corroyage suffisant et la forme désirée. Le bloc ainsi forgé est ensuite usiné pour en extraire une virole qui subira ensuite les traitements thermiques désirés.

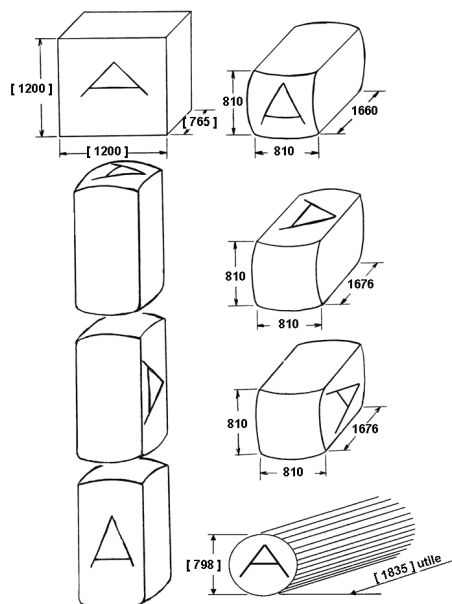


Figure 5 : Schéma des étapes de forgeage libre suivies par la mise au rond.

II.2.2.3 La mise en solution (MeS)

L'étape de mise en solution vise principalement à dissoudre les phases grossières Mg_2Si formées lors des précédentes étapes. Cette étape permet de mettre en solution le magnésium et le silicium qui seront ensuite retenus dans un état sursaturé métastable à la température ambiante lors de la trempe.

Si la température de mise en solution est inférieure au *solvus* ($\sim 584^\circ C$ pour nos matériaux), une partie des précipités grossiers de type Mg_2Si ne seront pas remis en solution. Afin de ne pas provoquer la brûlure de l'alliage (fusion localisée), il faut veiller à ne pas dépasser le *solidus* ($\sim 593^\circ C$) lors des traitements thermiques. Le matériau industriel FL et un matériau modèle FLM ont été mis en solution à $530^\circ C$ (noté **FLM3**). L'augmentation de cette température permettrait de diminuer la fraction de Mg_2Si hors solution et d'optimiser ainsi à la fois la limite d'élasticité (plus grande quantité de solutés disponible pour le durcissement au revenu) et la ductilité (diminution du nombre de sites d'endommagement). Ceci est bien confirmé par la littérature, même si le nombre d'études publiées visant à optimiser les températures de traitement thermique du 6061 est relativement faible. Ainsi, Dorward et Bouvier [20] mettent en évidence un gain en propriétés mécaniques et ténacité avec une augmentation de la température de mise en solution : de $527^\circ C$ à $540^\circ C$ ou $557^\circ C$ selon les teneurs en Mg et Si des AA6061 testés. De même, Nock [21] souligne l'augmentation des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la température de mise en solution de $521^\circ C$ à $552^\circ C$ pour un alliage 6061 contenant 0,53% de Si et 0,94% de Mg. Lkei et al. [22] ont montré qu'une augmentation de la température et de la durée de mise en solution entraîne des augmentations de $R_{p0,2}$, R_m et A% (entre $530^\circ C$ et $560^\circ C$ pour des temps compris entre 30 min et 2h).

La cinétique de mise en solution des précipités Mg_2Si grossiers est relativement rapide. Les essais réalisés chez *Constellium* ont montré que l'équilibre thermodynamique était atteint après deux heures au palier de température. Une prolongation excessive peut avoir par contre des conséquences négatives sur la taille de grains (recristallisation, croissance de grains).

II.2.2.4 La trempe

A la fin de la mise en solution, si l'alliage est refroidi lentement, les équilibres thermodynamiques auront le temps de se mettre en place pour provoquer la précipitation de la phase Mg_2Si , stable à température ambiante. De ce fait, la trempe consiste à refroidir le matériau suffisamment rapidement afin de maintenir à basse température, la solution solide obtenue à la température de mise en solution en état de sursaturation.

La vitesse de trempe est un paramètre difficilement optimisable, car elle est fixée par l'épaisseur de la pièce. De plus, les vitesses de trempe ne sont pas uniformes : elles sont plus faibles à cœur qu'en peau. En conséquence, le gradient thermique conduit à la formation de fortes contraintes internes résiduelles. La vitesse critique de trempe est définie comme la valeur en-dessous de laquelle il existe une forte variation de cette caractéristique et au-dessus de laquelle cette même caractéristique évolue peu. Cette valeur peut être vue comme la vitesse de trempe minimale à appliquer afin de ne pas dégrader la caractéristique en question. Dans nos matériaux d'étude, cette vitesse critique de trempe, évaluée aux alentours de $10^\circ C/s$, est respectée. Cette vitesse critique a été déterminée en traction : au delà de $10^\circ C/s$ le durcissement maximal (évalué par la limite d'élasticité) est atteint.

II.2.2.5 Le détensionnement

La trempe peut être suivie d'un traitement de détensionnement de traction ou de compression. Il est réalisé avant le revenu et a pour but de libérer par déformation plastique les contraintes résiduelles engendrées par la trempe [23]. Dans notre cas, cette opération est effectuée par compression de 2~3% pour le matériau FL. Par contre, elle n'est pas appliquée sur les matériaux FLM.

II.2.2.6 Le revenu

On appelle revenu le traitement thermique de fin de gamme qui a pour but de durcir le matériau via la séquence de précipitation des phases nanométriques. Ce traitement est réalisé à une température supérieure à la température ambiante.

La séquence de précipitation $GP \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta-Mg_2Si$ ne doit pas être totale pour que l'alliage conserve les propriétés mécaniques de résistance en traction

maximales. Cet optimum, piloté par les conditions de réalisation du revenu, est appelé **pic de revenu**. Les diagrammes de la Figure 6 illustrent une partie des données bibliographiques disponibles sur le 6061 concernant le pic de revenu [24]. Pour une température donnée, le durcissement passe par un maximum. L'état correspondant à ce maximum est nommé « état T6 ». Cet état est induit par la formation d'une fine et dense précipitation de précipités β'' . Plus la température de revenu est élevée et plus le temps pour atteindre l'état T6 est faible. Plus la température de revenu est faible et plus le durcissement obtenu à l'état T6 est important. Il est à noter également que l'allongement à rupture diminue continûment avec le temps de revenu à une température donnée.

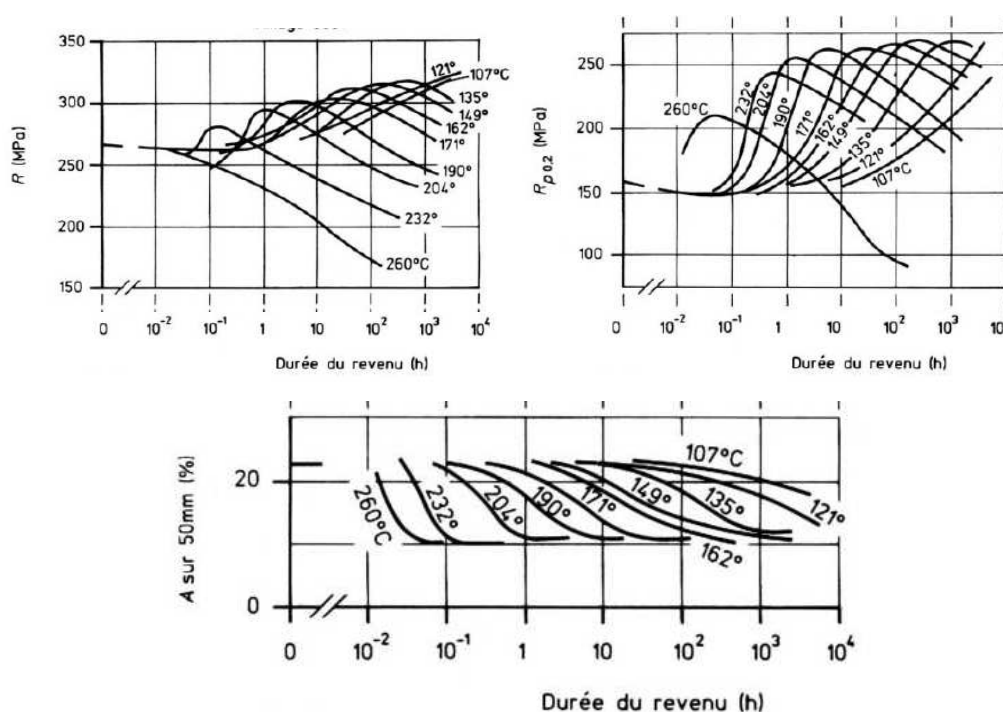


Figure 6 : Courbes de revenu du 6061 pour R_m et $R_{p0,2}$ et allongement après rupture issues de [24].

En fonction de l'application visée, le temps et la température de revenu doivent être adaptés afin d'obtenir un compromis entre la résistance et la ductilité. Des études ont été effectuées par la société *Constellium* sur les matériaux industriels afin d'optimiser des paramètres du revenu vis-à-vis des caractéristiques mécaniques de traction, à température ambiante. La durée optimale de revenu a été étudiée avec une température de traitement de 175°C. L'analyse des données synthétisées sur la Figure 7

permet de définir le pic de revenu entre 8 et 12 heures pour 175°C pour l'ensemble des propriétés mécaniques suivantes : R_m , $R_{p0,2}$ et $A\%$.

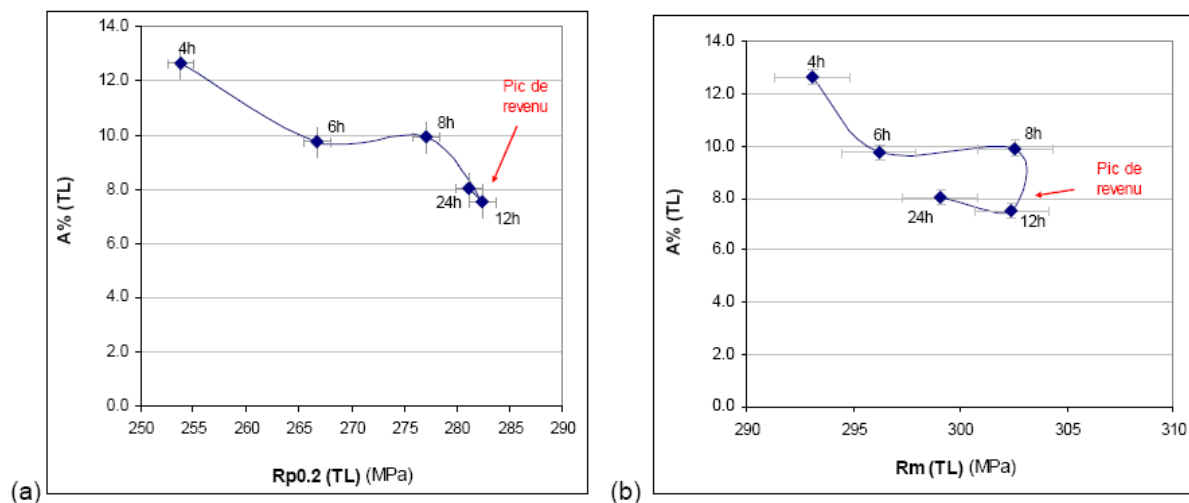


Figure 7 : Pic de revenu (175°C) par comparaison entre $A\%$, $R_{p0,2}$ et R_m [25].

II.2.3 Influence de la microstructure sur la ténacité de l'AA6061

Après avoir décrit les phases cristallographiques, la gamme de fabrication, ainsi que l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques en traction, nous cherchons à illustrer dans les paragraphes suivants l'influence de la microstructure sur la ténacité. Dans un premier temps, nous rappellerons brièvement les définitions de la ténacité. Nous aborderons ensuite plus précisément l'influence des éléments métallurgiques sur la ténacité.

II.2.3.1 Ténacité K_{1C} et J_{1C}

La ténacité K_{1C} définit en élasticité linéaire le facteur d'intensité de contrainte critique en mode I qui permet la propagation de fissure. L'hypothèse d'élasticité linéaire est adaptée à la rupture fragile (rupture brutale), dans le cas de la rupture ductile la valeur de K_{1C} reste valide si la plasticité reste confinée (zone plastique en pointe de fissure de taille réduite).

La mesure de ténacité est faite sur des éprouvettes préfissurées, l'hypothèse de confinement de plasticité est vérifiée si [26]:

- l'épaisseur de l'éprouvette est suffisante pour avoir un état de déformation plane;
- le ligament de l'éprouvette est suffisamment grand par rapport à la taille de la zone plastique.

Les matériaux ductiles présentent une zone plastique étendue qui s'accompagne généralement d'une propagation de fissure stable. Dans ce cas, les hypothèses de la ténacité K ne sont pas vérifiées. L'une des méthodes existantes consiste à utiliser l'intégrale de contour J proposée par Rice [26]. La valeur de J permet de définir l'état de contrainte-déformation régnant en pointe de fissure. Begley [27] a montré que l'on pouvait l'appliquer comme critère de propagation de fissure. Cette définition généralise le calcul de K en prenant en compte la propagation de fissure. J caractérise donc l'énergie nécessaire pour propager un défaut et s'exprime en kJ.m^{-2} . Lors des essais sur éprouvettes préfissurées, il est alors possible de mesurer l'évolution de l'énergie J en fonction de l'avancée de fissure Δa . Conventionnellement, on définit l'énergie à l'amorçage correspondant à une propagation stable de 0.2mm, on note J_{02} cette valeur. La résistance à la propagation est caractérisée par la pente de la courbe $J - \Delta a$, on note dJ/da cette valeur. On appelle pop-in (à coup en français), une avancée brutale de fissure mais limitée s'accompagnant d'une chute de force supérieure à 5%.

II.2.3.2 Influence de la microstructure sur la ténacité

Les éléments métallurgiques reportés comme influençant la ténacité de l'AA6061 sont principalement :

- les précipités grossiers issus de la coulée : précipités Mg_2Si grossiers et intermétalliques au fer;
- les dispersoïdes au chrome et au manganèse;
- les précipités nanométriques;

II.2.3.2.a Les précipités grossiers

Blind et Martin [28] ont montré, pour les alliages d'aluminium 6xxx, qu'une augmentation de la teneur en fer, donc de la fraction volumique d'intermétalliques au fer, entraînait une réduction de la ténacité. Comme illustré sur la Figure 8, l'alliage MC plus fortement chargé en Fe (0,3% de Fe) est caractérisé par une courbe J_R nettement plus basse que celle de l'alliage MH (0,01% de Fe).

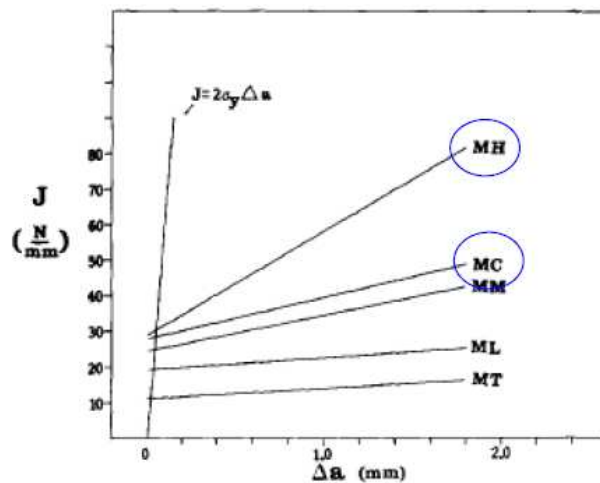


Figure 8 : Influence de la teneur en fer sur le niveau de ténacité de l'alliage $Al_{0,6}Mg_1Si$ [28].

Hval [29] a par ailleurs étudié le comportement en ténacité de deux alliages 6082 extrudés, référencés A et B, et notamment l'influence de la teneur en Fe. Les compositions chimiques ainsi que les valeurs des propriétés mécaniques, dont la ténacité J_{IC} , sont données dans le Tableau 2. L'alliage A possède des teneurs plus élevées en Mg, Si et Fe notamment et présente une valeur de ténacité nettement inférieure à celle de l'alliage B. Cette différence de valeur de ténacité est expliquée par la différence en termes de fraction de phases grossières et celle du mode de rupture : l'alliage A est caractérisé par un mode de rupture intra/intergranulaire avec très forte présence de particules $AlFeSi$ et l'alliage B par une rupture principalement intragranulaire avec cupules de tailles variables, contenant parfois des particules $AlFeSi$ de petite taille.

Alloy	Mg	Si	Mn	Fe	Cu	Zn	Cr	Zr	Ti
A	0.79	1.11	0.69	0.43	0.068	0.1	0.014	0.002	0.022
B	0.68	0.98	0.52	0.20	0.0037	0.0039	0.0017	0.003	0.01

Alloy	σ_y [MPa]	σ_u [MPa]	A_5 [%]	δ_m [mm]	J_{Ic} [kJ/m]	K_{JIC} [MPa \sqrt{m}]
A	281	328	10	0.045	12.8	31.6
B	319	340	16	0.17	42.1	57.4

Tableau 2 : Compositions et propriétés mécaniques des alliages testés par Haval [29], état T6 directions L et L-T.

Ayant constaté que de faibles niveaux de déformation peuvent provoquer la formation de cavités sur les précipités grossiers, Hahn et Rosenfield [30] ont étudié les alliages d'aluminium 2xxx et 7xxx et ont pris l'hypothèse que l'étape limitante de la rupture concerne soit la propagation de la fissure d'un précipité fissuré à un autre, soit la croissance des cavités. La ténacité exprimée en K est inversement proportionnelle à la fraction volumique puissance 1/6 (Figure 9), soit puissance 1/3 en J :

$$K_{IC} = \sqrt{\left(2\sigma_Y E \left(\frac{\pi}{6}\right)^{1/3} D\right) f_v^{-1/6}} \quad \text{Eq. 1}$$

Cette relation décrit l'effet de la fraction volumique des phases grossières sur la ténacité. En revanche, Van Stone et Psioda [31] ont remarqué expérimentalement que la ténacité décroît lorsque la taille des précipités augmente, contrairement à ce que prédit le modèle.

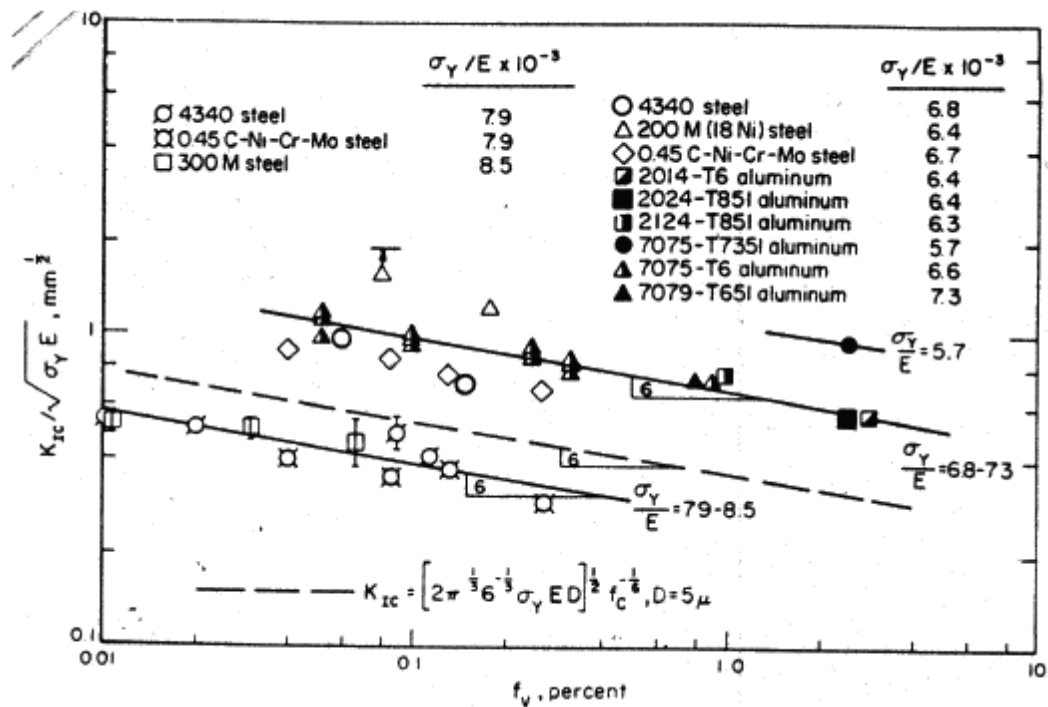


Figure 9 : Influence de la fraction volumique des particules grossières d'intermétalliques (taille $> 1 \mu\text{m}$), sur la ténacité de différents matériaux. D'après Hahn et Rosenfield, 1975 [30].

Peu d'auteurs ont différencié le rôle joué par les deux types de phases grossières dans le mécanisme d'endommagement. Argwal [32] a mentionné qualitativement dans l'AA6061 que l'endommagement issu des précipités Mg_2Si grossiers est négligeable par rapport à celui dû aux intermétalliques au fer. L'endommagement dans ces précipités Mg_2Si grossiers est souvent négligé dans la littérature pour deux raisons [33-35]. Tout d'abord, la densité de précipités Mg_2Si grossiers est faible par rapport à celle des intermétalliques au fer dans leurs alliages. Deuxièmement, la distinction entre ces phases et les cavités est difficile du fait de leur faible contraste d'observation (gris foncé pour les Mg_2Si et noir pour les cavités sur les images obtenues en Microscopie Électronique à Balayage).

II.2.3.2.b Les dispersoïdes au chrome et au manganèse

Du fait que les précipités β'' soient cisillables, la déformation a tendance à se localiser dans certains plans de glissement. Les dispersoïdes permettent dans les alliages

6xxx de rendre la déformation plus homogène dans le grain en limitant la localisation de la déformation dans des bandes et une contrainte localisée trop forte sur les joints de grains conduisant à une rupture intergranulaire néfaste pour la ténacité [36-38]. Ils permettent également de contrôler la taille de grains, ce qui influe directement sur la compétition des modes de rupture intergranulaire / intragranulaire.

L'effet des dispersoïdes est également montré par Blind [28] dans un alliage 6xxx à 0,6%Mg-1%Si et %Mn variable. L'augmentation de la fraction volumique de dispersoïdes au Mn conduit à une augmentation du niveau de ténacité associée au passage d'un mode de rupture intergranulaire à un mode de rupture intragranulaire.

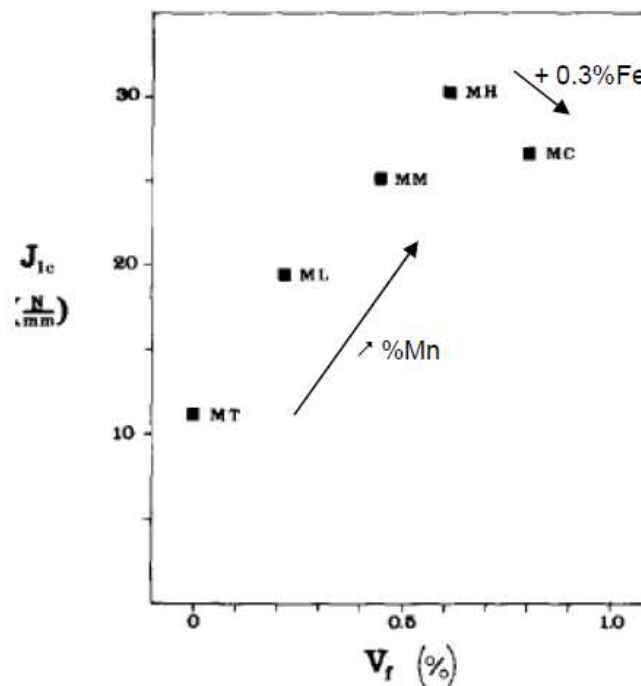


Figure 10 : Évolution de J_{1C} en fonction de la fraction volumique de dispersoïdes au Mn dans un alliage 0,6%Mg-1%Si et %Mn variable, %Fe=0,3% dans MC et 0% dans le reste des matériaux [28].

Dans certains cas, les dispersoïdes peuvent être défavorables à la résistance à l'endommagement. Les dispersoïdes trop gros peuvent agir de la même manière que les précipités grossiers et représentent des sources d'endommagement par formation de cavités à l'interface avec la matrice [16, 31, 36, 39].

II.2.3.2.c Les précipités nanométriques

L'AA6061 est un alliage à durcissement structural. Le durcissement structural est assuré par la présence des précipités nanométriques durcissants β'' , β' , β qui se forment lors du revenu. L'influence de ces précipités nanométriques sur le comportement mécanique se traduit par une modification de la limite d'élasticité et du coefficient d'érouissage. En effet, lors du revenu on note une forte augmentation de la limite d'élasticité qui atteint son maximum pour l'état T6, puis elle diminue pour les états sur-revenu (Figure 7). La résistance mécanique passe également par un maximum à l'état T6 mais son évolution est moins marquée. De ce fait, l'érouissage passe par un minimum à l'état T6. Ce minimum d'érouissage et de résistance au dommage est à l'origine de l'évolution de l'énergie de rupture, comme l'illustre la Figure 11 obtenue par Kirman [40] sur un alliage de la série 7xxx. En partant d'un état sous-revenu, la ténacité diminue jusqu'à atteindre un niveau minimum pour un état de revenu T6, puis remonte pour un état sur-revenu. On remarquera que pour une limite d'élasticité donnée, un état sous-revenu présente une énergie de rupture plus élevée qu'un état sur-revenu.

Au cours du revenu, entre un état sous-revenu et un état revenu au pic, les précipités sont de plus en plus nombreux, et cisillables, la déformation se localise en bande. La majorité des études montrent que la localisation de déformation induit une concentration de contraintes sur les joints de grains qui favorise l'endommagement intergranulaire, par conséquent l'énergie de rupture diminue [41, 42]. Inversement, Hahn et Rosenfield [30] contredisent les études précédentes qui constatent que la localisation va favoriser le mode d'endommagement intragranulaire ductile sur les dispersoïdes. Le rôle des zones dénudées en précipités aux joints de grains est également souvent avancé pour expliquer le minimum d'énergie de rupture à l'état T6 [43]. Le point essentiel, selon eux est la concentration de déformation dans les zones sans précipités (PFZ, Precipitates Free Zone) autour des joints de grains. En l'absence de précipités durcissants, ces zones représentent des zones molles où les dislocations peuvent s'accumuler. Un traitement de revenu au pic conduit à un écart ($\sigma_{\text{matrice}} - \sigma_{\text{PFZ}}$) maximum et fournit ainsi les conditions optimales pour que la déformation se concentre dans la PFZ et par suite que l'endommagement y soit le plus important.

Pour les mêmes raisons, la ténacité augmente pour les états sur-revenus, du fait de la ré-augmentation du coefficient d'érouissage, de la diminution de la localisation de la déformation (les précipités deviennent non cisailables) et la diminution de l'écart ($\sigma_{\text{matrice}} - \sigma_{\text{PFZ}}$) entre la matrice et la PFZ.

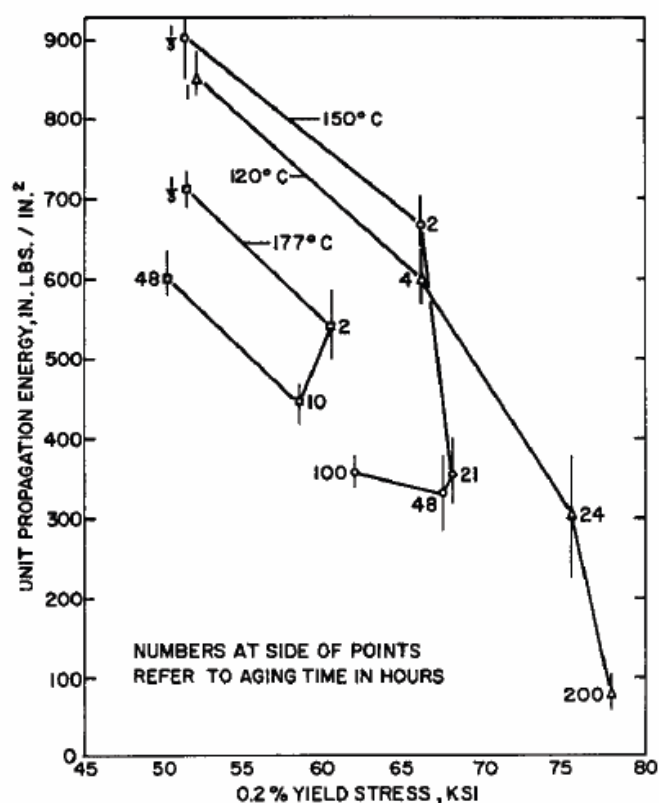


Figure 11 : Énergie de propagation de fissure en fonction de la limite d'élasticité pour différentes températures et temps de revenu [40].

Ces résultats sont confirmés pour notre matériau avec une cinétique de revenu à 175°C comprise entre 4 et 24h (Figure 12). Il apparaît principalement que la ténacité évolue peu avec le revenu, entre 33 et 35 MPa.m^{1/2} sur la plage de revenu testée. Cette faible amplitude de variation de la ténacité avec le revenu peut s'expliquer par le fait que la ténacité est pilotée au premier ordre par la précipitation grossière de coulée (Mg₂Si grossiers et IMF), qui dépend surtout de la mise en solution.

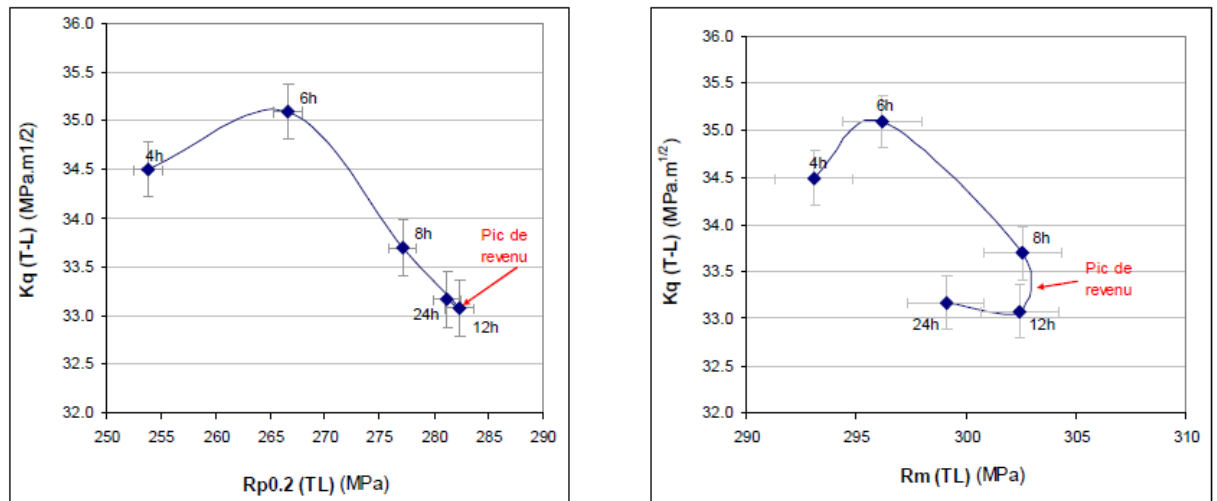


Figure 12 : Évolution de la ténacité K_{IC} , de la limite d'élasticité $R_{p0.2}$ et de la résistance mécanique R_m en fonction du temps de revenu à 175°C pour AA6061 (MeS560°C) [25].

II.3 Caractérisations microstructurales et morphologiques après fabrication

L'objectif de cette partie du travail consiste à caractériser les matériaux forgés destinés à la fabrication du caisson-cœur. La caractérisation nous servira également à construire une base de données expérimentales permettant d'identifier les paramètres de la loi de comportement ainsi que ceux des modèles d'endommagement.

La structure granulaire et la morphologie des précipités grossiers sont étudiées et présentées dans le paragraphe suivant. Ces microstructures sont observées et analysées en 2D en Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et en 3D en tomographie X. Le traitement d'images réalisé sur ces données nous permet d'obtenir des paramètres morphologiques pour la formulation des modèles des matériaux.

II.3.1 Observations qualitatives en surface

L'objectif de ces observations qualitatives est de caractériser la structure granulaire, la répartition des précipités grossiers et l'éventuelle présence de porosités initiales en surface de l'échantillon préalablement poli.

II.3.1.1 Structure granulaire

La Figure 13 présente la structure granulaire typique des matériaux forgés. Les grains ont été révélés par observation en microscopie optique en lumière polarisée sur des matériaux ayant subi une oxydation anodique. La structure des grains est relativement fine et homogène sur tous les échantillons. Aucune recristallisation n'a été constatée sur ces observations. Les grains sont fibrés suivant la direction L avec un facteur d'allongement plus important dans le plan LT. On définit le facteur d'allongement par le rapport entre la longueur et la largeur du grain. Sur ce matériau forgé, les grains sont allongés avec un facteur 5 pour le ratio entre la longueur ($\sim 1\text{mm}$) et la largeur ($\sim 200\mu\text{m}$).

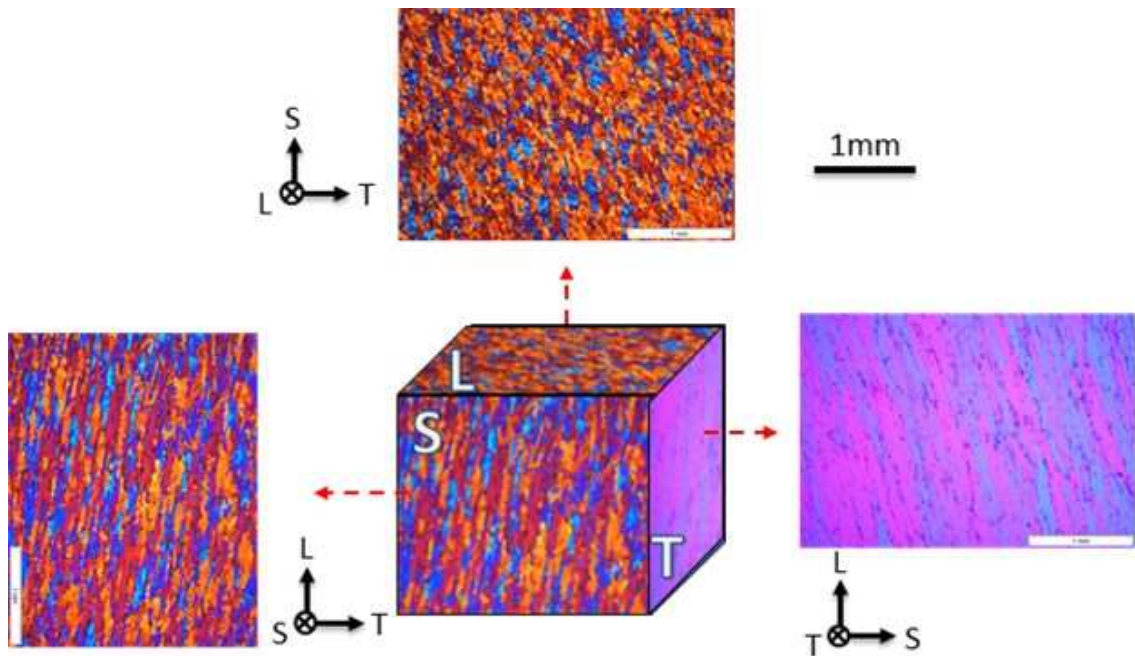


Figure 13 : Observation de la structure granulaire en microscopie optique en lumière polarisée. Microstructure révélée par oxydation anodique.

Nous nous intéressons dans la partie suivante aux précipités grossiers de type Mg_2Si et intermétalliques au fer.

II.3.1.2 Précipités

Les observations métallographiques réalisées en microscopie optique (MO) montrent la présence de deux types de précipités grossiers (Figure 14a).

- Les phases noires : les analyses en microsonde montrent que les phases noires (sur la Figure 14a) sont riches en magnésium et silicium et présentent un ratio de composition correspondant à la formulation **Mg₂Si**.
- Les phases grises: les autres composés de couleur grise (sur la Figure 14a) sont des précipités **intermétalliques au fer (IMF)**.

Les observations en Microscopie Électronique en Transmission (MET) mettent en évidence deux autres types de précipités :

- Les dispersoïdes au chrome et au manganèse dont la taille varie entre 50nm et 500nm (Figure 14b).
- Les précipités nanométriques de type Mg_xSi_y (1 – 50nm) assurant le durcissement structural de l'alliage (Figure 14c).

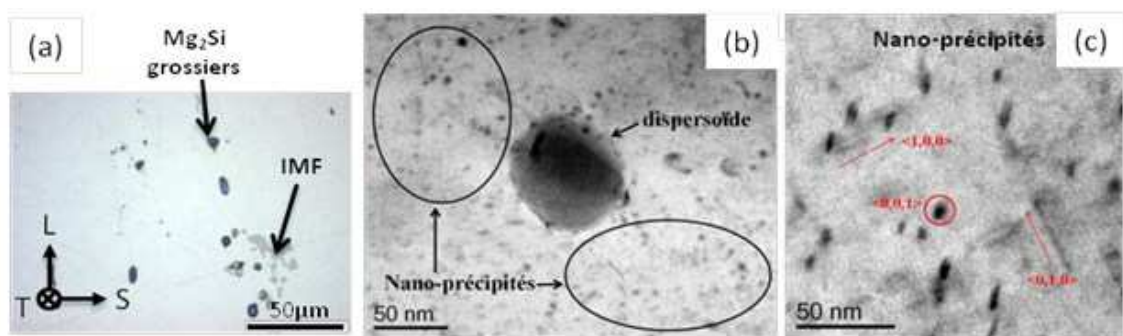


Figure 14 : Observation de la microstructure à différentes échelles. a) précipités Mg₂Si grossiers et intermétalliques au fer (IMF) ; b) dispersoïdes au chrome et au manganèse et précipités nanométriques de type Mg_xSi_y; c) précipités nanométriques de type Mg_xSi_y.

La Figure 15 est un montage tridimensionnel de trois images prises au MEB en mode « électrons rétrodiffusés » suivant les trois plans principaux. Elles confirment la présence de deux types de précipités grossiers : des précipités Mg₂Si et des intermétalliques au fer (IMF). Nous constatons, comme pour la structure granulaire, que les précipités sont alignés suivant la direction L. La faible différence de contraste entre les Mg₂Si et les porosités ne nous permet pas de les distinguer avec certitude. Nous analyserons ces porosités par d'autres moyens expérimentaux.

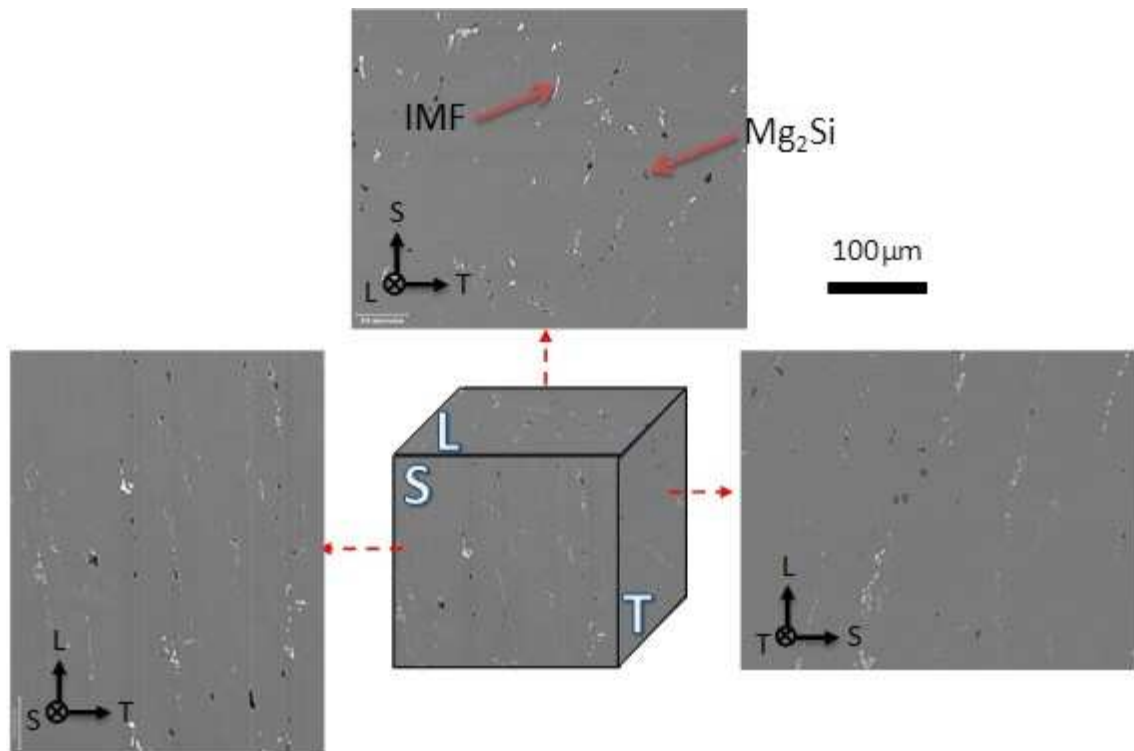


Figure 15 : Représentation tridimensionnelle des précipités grossiers observés au MEB.

Les précipités grossiers sont majoritairement intergranulaires (Figure 16a). L'étape de forgeage modifiant la forme des grains, cela entraîne un changement de distance entre les premiers voisins des précipités grossiers. La répartition de ces précipités suit la morphologie des grains et donc s'aligne suivant la direction L. L'attaque Keller met en évidence la présence de zones blanches sur les joints de grains (Figure 16b). Ces zones correspondent à des zones intergranulaires dénuées de dispersoïdes au chrome et au manganèse (noté DFZ, Dispersoïdes Free Zone).

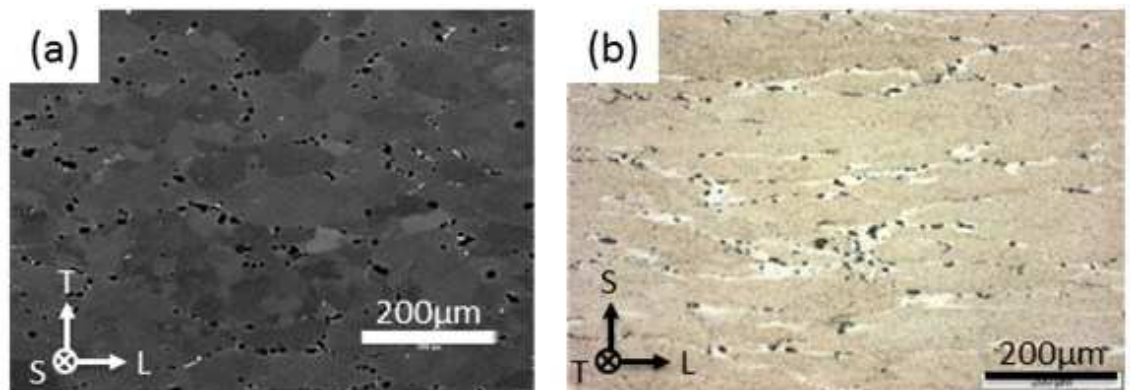


Figure 16 : Microstructure attaquée : (a) électrolytique, (b) Keller (HCL : $1,5\text{cm}^3$, HNO_3 : $2,5\text{cm}^3$, HF : $0,5\text{cm}^3$, eau : $9,5\text{cm}^3$).

Les observations classiques, faites en surface, ne permettent pas totalement de reconstituer la morphologie et la répartition des grains et des précipités dans le volume. L'étape suivante a donc pour but de compléter ces analyses par l'observation tridimensionnelle grâce à la technique de tomographie X.

II.3.2 Observations qualitatives par tomographie X

II.3.2.1 Structure granulaire

Pour confirmer les conclusions tirées des observations 2D, les matériaux ont été immergés dans du gallium liquide et observés en tomographie X. La diffusion préférentielle du gallium aux joints de grains permet de visualiser ces derniers [44]. La méthode est destructive et est identique à celle utilisée dans les références [45-47] avec une taille de pixel à $1,5\ \mu\text{m}$. Les Figure 17 a, b, c présentent des coupes suivant trois directions principales. La Figure 17 d présente une reconstruction 3D. Afin de faciliter la visualisation, quelques grains ont été isolés et imagés en jaune. Ces observations confirment la morphologie anisotrope des grains constituant le matériau forgé. Ils sont allongés suivant la direction L avec un facteur d'allongement d'environ 5. La longueur et la largeur de grains sont estimées respectivement à environ 1mm et $200\ \mu\text{m}$.

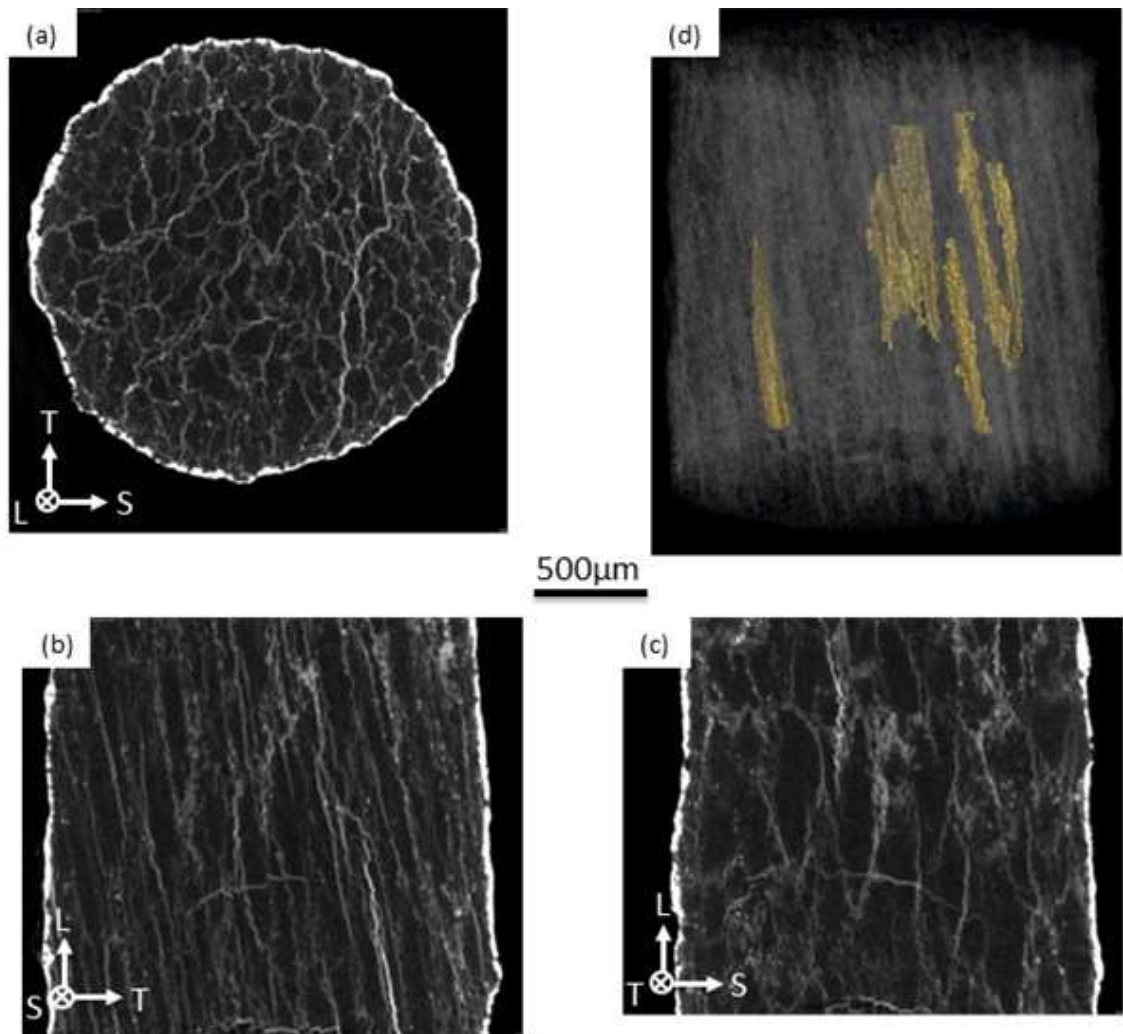


Figure 17 : Coupe reconstruite par tomographie X après attaque au gallium : (a) coupe perpendiculaire à la direction L, (b) coupe perpendiculaire à la direction S, (c) coupe perpendiculaire à la direction T, (d) rendu 3D de quelques grains isolés.

II.3.2.2 Précipités grossiers

Dans cette partie, nous comparons une coupe bidimensionnelle reconstruite par tomographie X avec celles obtenues au MEB pour le même matériau. Comme précédemment, nous constatons sur la microstructure observée par la tomographie X que :

- Deux types de précipités sont présents dans le matériau : Mg_2Si et intermétalliques au fer. La couleur des intermétalliques au fer est blanche. Ceci facilitera le traitement ultérieur de ces précipités. En revanche, le niveau de gris

des précipités Mg_2Si est proche de celui de la matrice du fait de la faible différence entre les coefficients d'absorption de l'aluminium, du magnésium et du silicium. Le traitement ultérieur de ces précipités Mg_2Si est donc plus délicat et nécessite des techniques de seuillage plus sophistiquées (voir paragraphe II.3.3.1.a).

- Contrairement aux images prises au MEB, les observations tomographiques mettent clairement en évidence la présence de porosités. Ces porosités apparaissent en noir et sont entourées d'un anneau blanc. Cet artefact de « contraste de phase » est lié à des interférences entre les rayonnements diffractés par l'échantillon après propagation, lorsque l'échantillon est placé à une distance non nulle du détecteur [48]. Lors du seuillage une opération de soustraction après une opération de dilatation aidera à éliminer cet artefact (voir paragraphe II.3.3.1.a).
- Les observations tomographiques confirment l'anisotropie de répartition des précipités grossiers suivant la direction L.

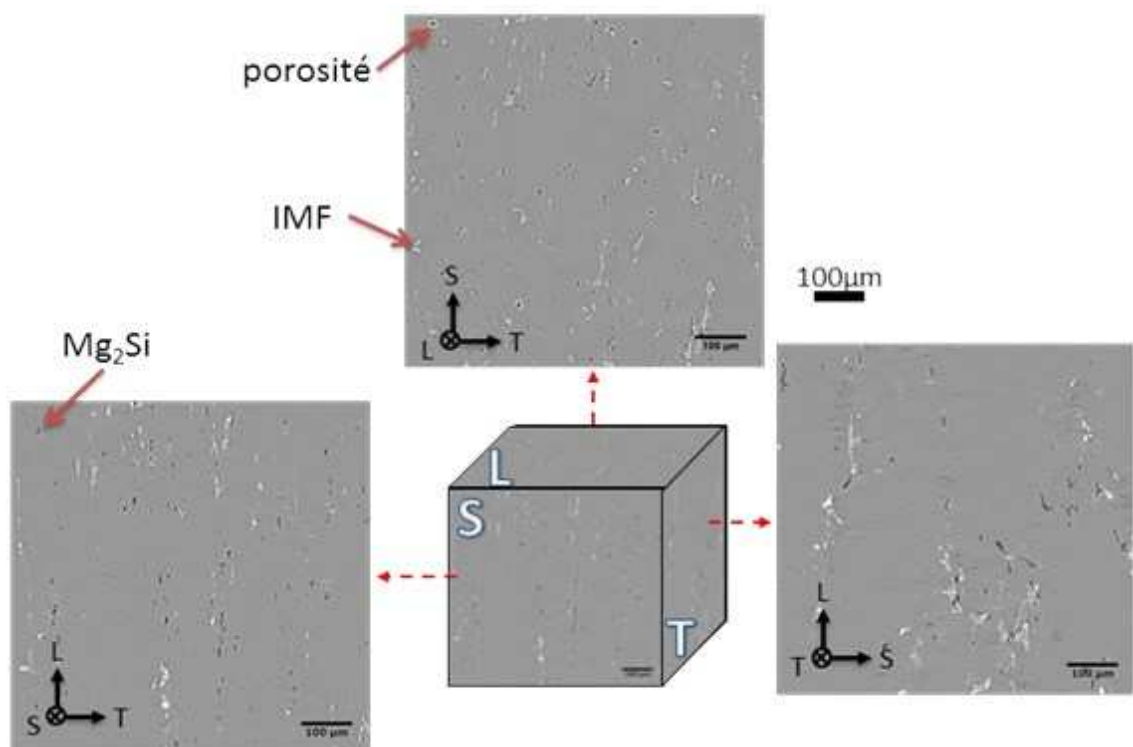


Figure 18 : Coupes bidimensionnelles obtenues par tomographie X.

Par rapport aux observations MEB, la tomographie permet de visualiser la microstructure en trois dimensions. D'autre part, la tomographie X est une méthode non destructive qui permet de s'affranchir des artefacts de préparation (endommagement et déchaussement des précipités lors du polissage, beurrage de la surface).

II.3.3 Analyses quantitatives

Nous nous intéressons dans ce paragraphe à la caractérisation quantitative des précipités Mg_2Si grossiers, des intermétalliques au fer (IMF) et des porosités préexistantes. Les analyses des valeurs moyennes (fraction volumique, densité et taille moyennes) sont faites au MEB en surface et par tomographie X en volume. L'analyse de la répartition spatiale des objets via une analyse bidimensionnelle n'est pas suffisante car le choix de la position et de l'angle des coupes influence le résultat. Les analyses de répartition ne sont réalisées que par tomographie X.

II.3.3.1 Procédure expérimentale

La microstructure du matériau a été caractérisée par MEB et Tomographie X. La condition d'observation par tomographie X est proche de celle décrite dans la référence [49]. Après reconstitution des coupes transverses, un volume tridimensionnel est reconstruit par empilement des couches. La résolution des images est de $0,7 \mu m$ par pixel. L'énergie du faisceau utilisée est de $17,7 \text{ KeV}$ pour permettre un bon compromis entre pénétration et ratio signal sur bruit et ainsi obtenir un meilleur contraste en niveaux de gris. 1800 projections sont acquises pour chaque acquisition.

II.3.3.1.a Méthode de seuillage des images

Le seuillage des images basé sur le niveau de gris consiste à tester pour chaque voxel de l'image, si sa valeur est supérieure ou inférieure à un certain seuil, ce qui conduit à l'obtention d'une image binaire regroupant les objets définissant la même phase. La Figure 19 présente la distribution des niveaux de gris en échelle logarithmique des voxels constituant le volume obtenu par la tomographie X. Trois pics sont identifiés dans l'histogramme : les porosités (en noirs) correspondant à des niveaux de gris compris entre 0 et 35, la matrice (en gris) pour des niveaux de gris intermédiaires et enfin les intermétalliques au fer (IMF) (en blanc) correspondant à des

niveaux de gris élevés. Le seuillage des porosités et des IMF est relativement simple car le contraste entre la matrice et ces deux phases est important. Ces phases sont donc seuillées à la base du niveau de gris global avec des seuils respectivement fixés à 35 et 175.

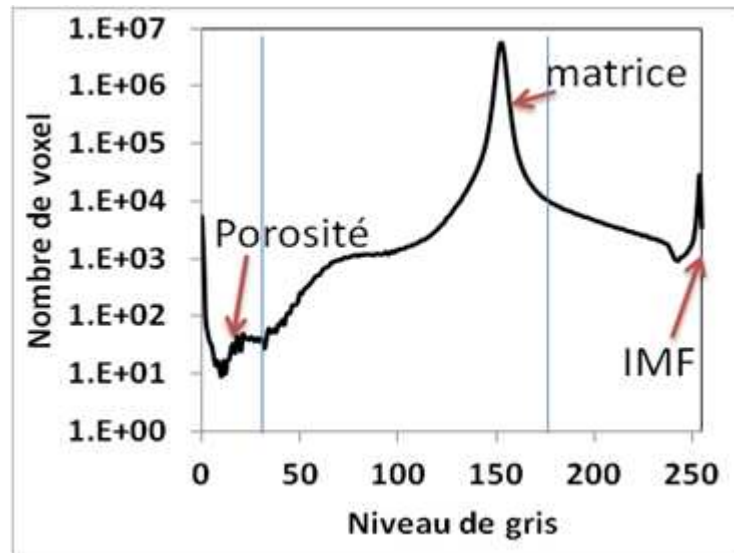


Figure 19 : Histogramme de niveaux de gris du volume obtenu par tomographie X.

La Figure 20 présente un profil du niveau de gris suivant la ligne rouge traversant une cavité, un précipité Mg_2Si grossier et un IMF. Des franges blanches de contraste de phases sont présentes autour des cavités. Après le seuillage, une opération de soustraction est faite sur tous les voxels blancs superposés avec des particules noires dilatées. Cette opération assure l'élimination de ces artefacts. Sur certaines observations, l'artefact « rings » ou « anneaux » est présent dû aux défauts du détecteur (Figure 21). Le niveau de gris des « rings » est proche des objets qui nous intéressent, ainsi l'élimination de ces artefacts est difficile. Pour ces images, nous analysons un volume plus petit afin d'éviter de prendre en compte les zones d'artefacts.

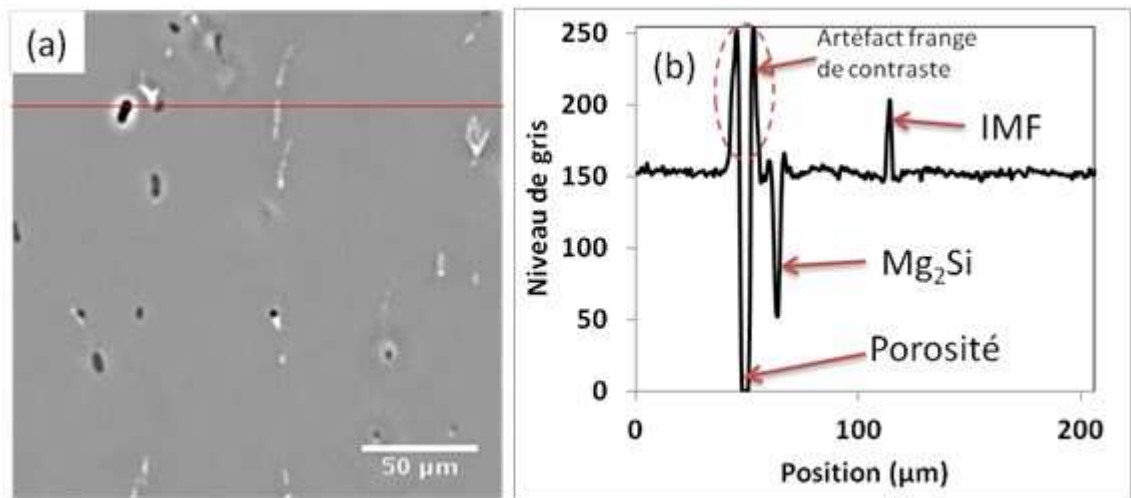


Figure 20 : Profil en niveau de gris : (a) image de tomographie X, (b) profil de niveau de gris suivant la ligne rouge tracée dans l'image (a).

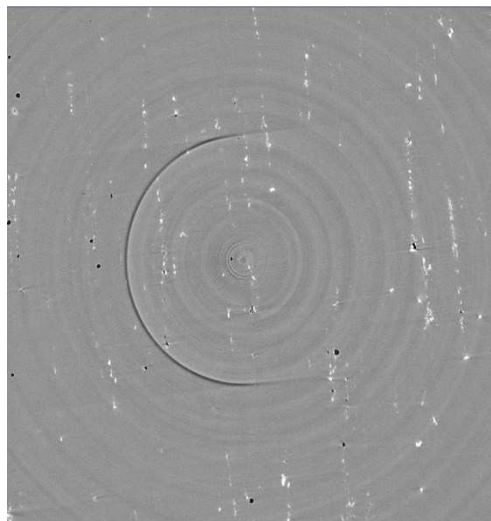


Figure 21 : un exemple de l'artefact "rings".

Le niveau de gris associé aux précipités Mg_2Si grossiers est proche de ceux caractérisant la matrice et les porosités. Le seuillage de ces précipités gris foncé est une tâche délicate. Un seuillage plus perfectionné a donc été utilisé, celui-ci permet d'améliorer la détection des contours des zones contrastées, tout en évitant de détecter des zones du fond. L'algorithme de la **Ligne de Partage des Eaux (LPE)** est utilisé pour atteindre cet objectif [50, 51]. Cet algorithme est un outil de segmentation issu de la morphologie mathématique, qui permet de partitionner une image en plusieurs régions selon une approche topographique : on recherche les régions séparées par les

lignes de crêtes de l'image (Figure 22). L'image est ainsi assimilée à un paysage dont l'altitude de chaque point est donnée par l'intensité du pixel (niveau de gris) correspondant. Les pixels de forte intensité (blanc) correspondent à des sommets, tandis que les pixels de faible intensité (noir) correspondent à des fonds de vallées. L'idée est donc de rechercher, pour chaque vallée (associée à un minimum local de l'image) quel est le bassin versant correspondant, ou, de manière complémentaire, quel est l'ensemble des lignes de crêtes qui séparent les différents bassins versants.

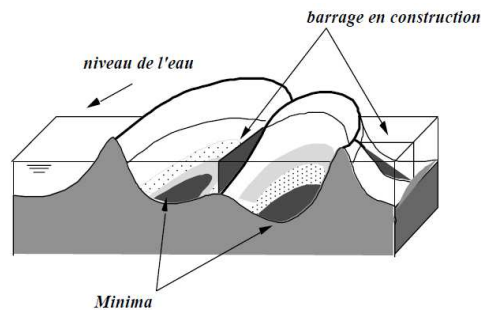


Figure 22 : Principe de la méthode de Ligne de Partage des Eaux (LPE).

Les précipités Mg_2Si grossiers sont donc seuillés avec cette méthode en appliquant une gamme de seuils (seuil A et seuil B) dans les minima locaux.

$$Seuil A < Mg_2Si < Seuil B$$

Afin de choisir la gamme de seuillage, une étude de la sensibilité des paramètres a été réalisée. La Figure 23 représente l'analyse de la fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers en fonction du choix des paramètres de seuillage. Nous remarquons que la fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers n'est pas sensible au seuil B tandis que 30% de différence est constatée avec un seuil A qui varie entre 35 et 45. Admettons une erreur de 15%, nous fixons donc le seuil A à 40 et le seuil B à 130 pour la suite des analyses. La Figure 24 montre le rendu volumique des précipités Mg_2Si grossiers seuillés par l'algorithme de la ligne de partage des eaux avec les paramètres définis ci-dessus.

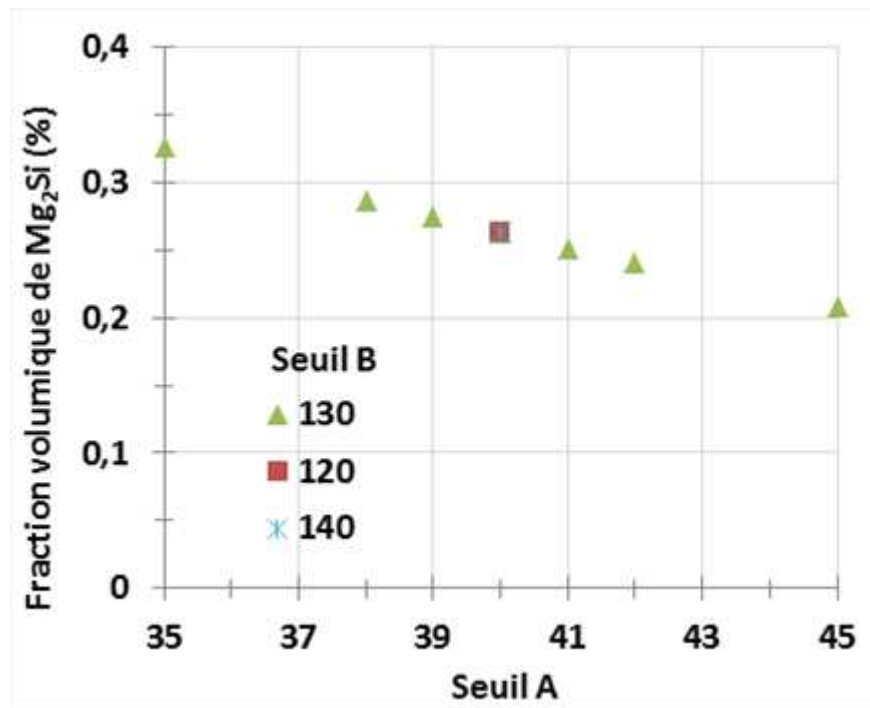


Figure 23 : Fraction volumique des précipités Mg₂Si grossiers en fonction des seuils de binarisation choisis.

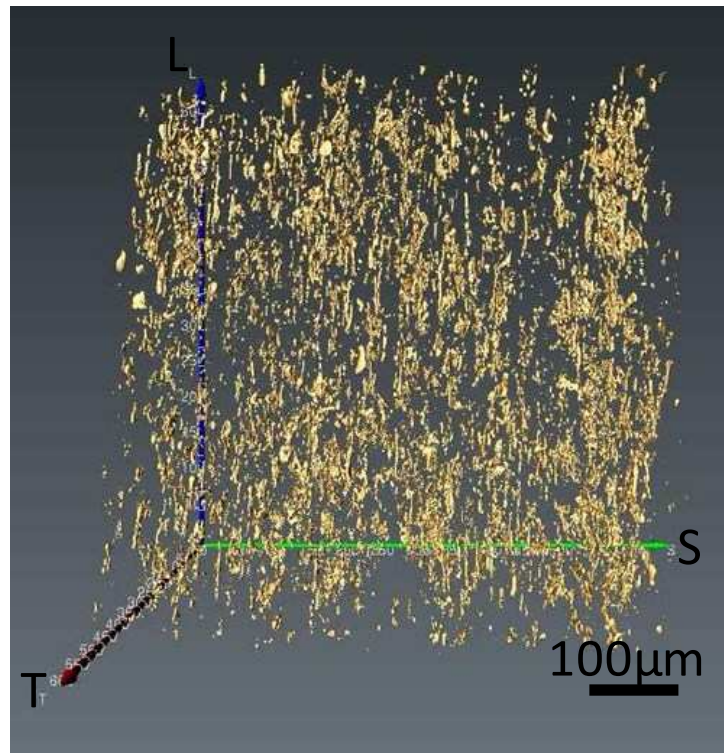


Figure 24 : Rendu volumique des précipités Mg₂Si grossiers seuillés.

II.3.3.1.b Détermination du Volume Élémentaire Représentatif (VER)

Afin d'étudier la microstructure du matériau en trois dimensions, un Volume Élémentaire Représentatif (VER) doit être défini. Ce volume est défini comme le plus petit volume pour lequel la propriété considérée atteint une valeur stationnaire (la valeur moyenne) représentative de la microstructure globale [52]. Compte tenu de la capacité informatique des serveurs actuels destinés au traitement d'images, la taille des volumes est limitée à $700 \times 700 \times 700 \mu\text{m}^3$.

Pour mesurer le VER des particules, nous avons adopté une approche statistique. Nous analysons sur une même zone les fractions volumiques des précipités Mg_2Si grossiers, des IMF et des cavités dans des boîtes définissant des volumes compris entre $210 \times 210 \times 210 \mu\text{m}^3$ et $700 \times 700 \times 700 \mu\text{m}^3$. La Figure 25 montre l'évolution des fractions volumiques des particules en fonction de la taille de la boîte (côté de la boîte). L'évolution de la fraction volumique des trois objets considérés se stabilise pour une taille de boîte supérieure à $560 \mu\text{m}$. Le VER est donc de $560 \times 560 \times 560 \mu\text{m}^3$. Dans la suite de l'étude, les analyses microstructurales pour les matériaux non déformés ont donc été réalisées sur ce volume. Plusieurs boîtes ont été découpées aléatoirement avec une taille de $210 \mu\text{m}$ et de $350 \mu\text{m}$. On note que plus la taille de la boîte augmente plus la dispersion entre boîte est faible.

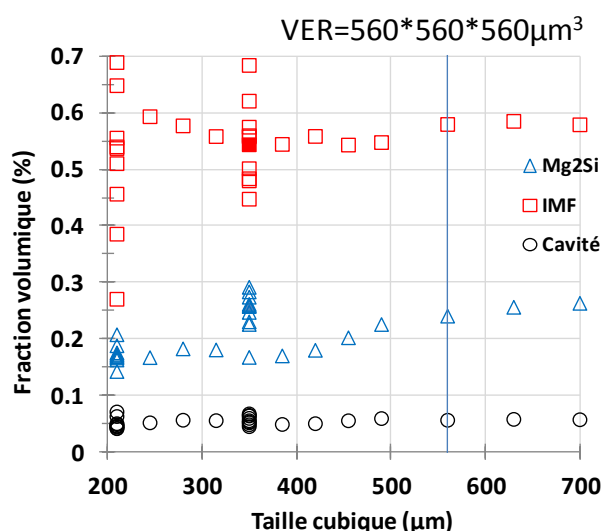


Figure 25 : Variation des fractions volumiques des particules en fonction de la taille du côté du domaine cubique étudié.

II.3.3.2 Résultats des analyses quantitatives

II.3.3.2.a Valeurs moyennes

Les valeurs moyennes des fractions surfaciques du matériau FL ont été déterminées sur chaque plan d'observation par analyse des images prises au MEB et sont reportées dans le Tableau 3. Nous ne distinguons pas les Mg_2Si et les porosités préexistantes pour ces observations au MEB. La surface d'analyse correspond à une surface de $1 \times 1 \text{ mm}^2$. Les précipités de taille inférieure à $2 \mu\text{m}^2$ ne sont pas pris en compte dans la mesure.

Mat.	Plan d'observation	<i>Mg₂Si et porosités</i>			<i>IMF</i>		
		f%	Densité ($10^{-4}/\mu\text{m}^2$)	Taille (μm^2)	f%	Densité ($10^{-4}/\mu\text{m}^2$)	Taille (μm^2)
FL	TS	0,3±0,04	3,8±0,5	7,1±0,9	0,7±0,09	23,6±3,1	2,8±0,4
	LT	0,5±0,06	6,1±0,8	8,5±1,1	0,8±0,1	27,2±3,5	3,0±0,4
	LS	0,3±0,04	2,6±0,3	12,6±1,6	0,5±0,06	10,1±1,3	4,6±0,6
	Moyenne	0,4±0,05	4,2±0,5	9,4±1,2	0,7±0,09	20,3±2,6	3,5±0,5

Tableau 3 : Fractions surfaciques, densités et tailles moyennes des précipités Mg_2Si grossiers et IMF obtenues par analyse au MEB pour le matériau FL.

Les quantifications des précipités n'ont pas montré d'anisotropie marquée portant sur les valeurs moyennes de la fraction surfacique, de la densité ou de la taille des précipités vis-à-vis des différents plans d'observation.

La Figure 26 schématise les précipités grossiers aux joints de grains avant et après l'étape de forgeage (le forgeage modifie la forme des grains ce qui entraîne un changement de répartition des précipités grossiers). La densité de précipités dans le plan qui contient les joints de grains s'écrit :

$$d_{\text{avant}} = N/l^2 \text{ et } d_{\text{après}} = N/(a*b),$$

où N, l, a et b désignent respectivement le nombre de précipités dans ce plan, la longueur du côté du cube de grains avant le forgeage et les deux côtés de la surface du parallélépipède de grains après le forgeage.

La probabilité que le plan du joint de grains appartienne au plan d'observation est inversement proportionnelle à la hauteur du grain, avant forgeage et après forgeage respectivement,

$$P_{avant} = 1/l \text{ et } P_{après} = 1/c,$$

où c représente le troisième coté du parallélépipède de grains après le forgeage.

La densité des précipités mesurée dans le plan d'observation est calculée, avant et après le forgeage,

$$D_{avant} = d_{avant} * P_{avant} = (N/l^2) * (1/l) = N/l^3,$$

$$D_{après} = d_{après} * P_{après} = N/(a*b) * (1/c) = N/(a*b*c),$$

Finalement en posant la conservation du volume : $l^3 = a*b*c$, nous avons $D_{avant} = D_{après}$. Par conséquent, les valeurs moyennes sont identiques pour les trois plans d'observation, même si la microstructure est anisotrope. On montre ainsi qu'une anisotropie de répartition des précipités ne conduit pas à une anisotropie des grandeurs moyennes par plan d'observation.

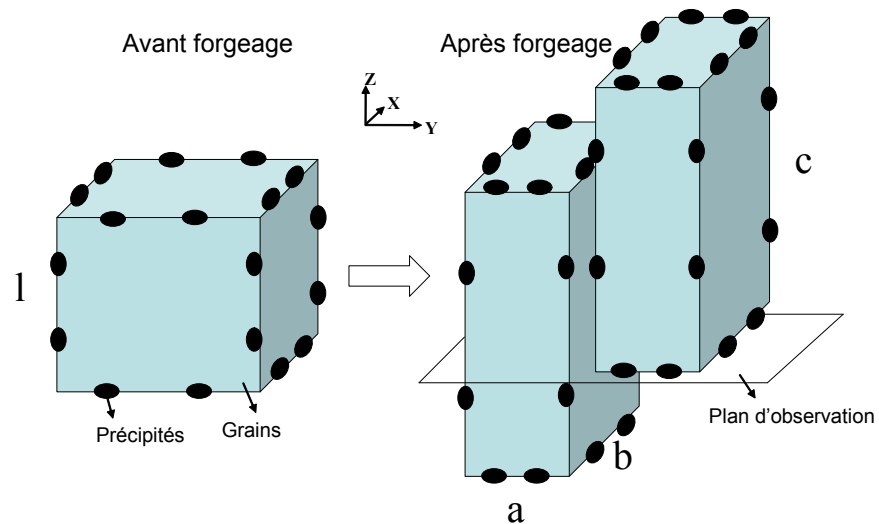


Figure 26 : Schéma des précipités grossiers aux joints de grains.

L'anisotropie ne porte donc pas sur les valeurs moyennes mais sur la répartition : l'écrasement des grains change la distance entre les précipités et la répartition des précipités de manière à ce que les précipités soient alignés.

Ces analyses des valeurs moyennes sont également effectuées par tomographie X (Tableau 4) sur le matériau FL et le matériau FLM3. L'analyse sur matériau FLM3 a été réalisée sur un volume plus grand que le volume élémentaire représentatif (VER) préalablement défini ($700 \times 700 \times 700 \mu\text{m}^3$). Par contre, celle réalisée sur le matériau FL a été effectuée sur un volume plus petit ($350 \times 350 \times 350 \mu\text{m}^3$) du fait de la présence d'artefacts de mesure marqués (« rings »). Du coup, nous sélectionnons une zone relativement petite afin d'éviter ces artefacts.

En comparant les analyses en surface faites au MEB et les analyses en volume obtenues par tomographie X (valeurs en rouge dans le Tableau 3 et le Tableau 4), on constate que les valeurs de fraction volumique des objets sont très proches entre ces deux techniques.

La teneur en porosités préexistantes est très faible ($<0,05\%$.) comparée aux fractions mesurées de précipités grossiers. La taille de ces porosités est comparable avec celle des précipités grossiers mais leur densité est nettement plus faible.

Le matériau FLM3 présente la même teneur d'intermétalliques au fer et de porosités préexistantes que le matériau FL. Mais la teneur en précipités Mg_2Si grossiers est plus faible (0,25% contre 0,43%).

Mat.	Mg_2Si			IMF			Porosités		
	f%	Densité ($10^{-6}/\mu\text{m}^3$)	Taille (μm^3)	f%	Densité ($10^{-6}/\mu\text{m}^3$)	Taille (μm^3)	f%	Densité ($10^{-6}/\mu\text{m}^3$)	Taille (μm^3)
FLM3	0,25	25	103	0,57	29	198	0,05	10	52
	$\pm 0,06$	± 6	± 26	$\pm 0,14$	± 7	± 50	$\pm 0,01$	$\pm 2,5$	± 13
FL	0,43	37	115	0,59	30	198	0,03	3	90
	$\pm 0,11$	± 9	± 29	$\pm 0,15$	± 7	± 50	$\pm 0,01$	$\pm 0,75$	± 23

Tableau 4 : Valeurs moyennes des objets obtenus par tomographie X (les petits précipités de taille inférieure à $9,6 \mu\text{m}^3$ ne sont pas pris en compte dans la mesure).

Dans les paragraphes suivants sont exposées les distributions des paramètres morphologiques des particules mesurées par tomographie X. Le matériau FLM3 a été utilisé dans cette analyse. Trois distributions sont obtenues par traitement d'images des

données de tomographie X : le volume, la dimension en longueur et l'orientation des particules. Ces résultats sont présentés en densité et en fraction volumique cumulée. L'analyse d'images est effectuée sous *Matlab*.

La densité correspond au nombre d'objets présents dans chaque classe, divisé par le volume analysé. Les largeurs de chacune des classes de volume, de la dimension en longueur et de l'orientation des particules, ont été fixées respectivement à $17,15\mu\text{m}^3$, $1,4\mu\text{m}$ et 10° . Notons, que les histogrammes présentés en densité dépendent de l'intervalle choisi. Plus l'intervalle est grand, plus le nombre de particules présents dans cet intervalle est important.

La fraction volumique cumulée a été calculée à partir de la distribution de la fraction volumique des objets en cumulant progressivement chacun des objets classés en volume ou en longueur croissant. La dernière valeur correspond à la fraction volumique globale du matériau. Ce paramètre caractéristique ne dépend pas de l'intervalle choisi car tous les objets sont comptés un par un dans la valeur cumulée.

II.3.3.2.b Volume des particules

La Figure 27a représente, pour le matériau modèle (FLM3), l'histogramme décrivant la densité en fonction du volume des particules. La densité est calculée par le nombre d'objets divisé par le volume total. Aucune différence n'a été observée entre les précipités Mg_2Si et les intermétalliques au fer pour ceux qui ont une taille inférieure à $500\mu\text{m}^3$. La présence de porosité initiale est nettement plus faible que les précipités grossiers. La taille maximale de cavités initiales ne dépasse pas $300\mu\text{m}^3$. La représentation en distribution ne permet pas de mettre clairement en évidence la différence entre les 2 types de précipités grossiers, en effet la différence est surtout induite par les précipités les plus gros ($>500\mu\text{m}^3$) qui sont peu nombreux. La Figure 27b représente la fraction volumique cumulée en fonction de la taille des particules et permet de mieux visualiser les différences induites par la queue de la distribution. La taille maximale des intermétalliques au fer ($\sim 10000\mu\text{m}^3$) est plus grande que pour les précipités Mg_2Si ($\sim 1800\mu\text{m}^3$). Comme discuté dans le paragraphe II.3.3.2.a, la fraction volumique des intermétalliques au fer dans le volume analysé (0,57%) est deux fois plus importante que pour les précipités Mg_2Si (0,25%).

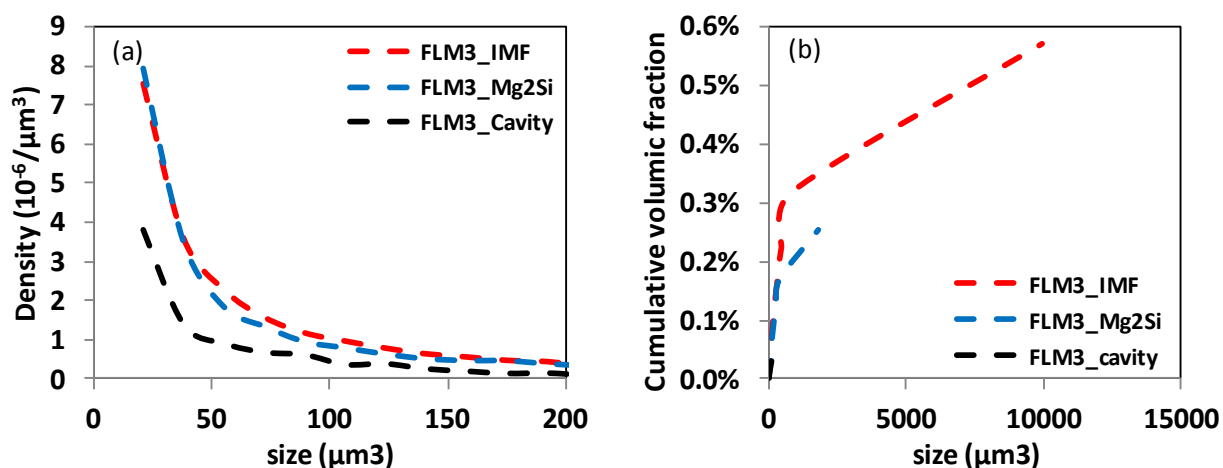


Figure 27 : Histogramme de la distribution du volume des objets en : (a) densité et (b) fraction volumique cumulée. Dans la figure (b), les objets sont classés par leur taille et cumulés ensuite afin de connaître leur contribution à la fraction volumique totale.

II.3.3.2.c Forme des particules

Dans ce paragraphe nous décrivons l'anisotropie morphologique des objets. Chaque objet est assimilé à un ellipsoïde. Les demies-longueurs suivant le grand axe, le petit axe et l'axe perpendiculaire aux deux précédents sont désignés respectivement par c , a et b (voir Figure 28).

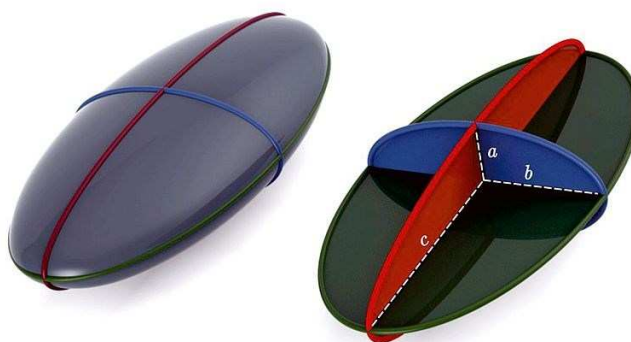


Figure 28 : Définition des longueurs caractéristiques des objets

La différence entre a , b et c est d'autant plus grande que l'objet est allongé suivant la direction parallèle à l'axe c . Les valeurs moyennes sont décrites dans le Tableau 5. Les longueurs moyennes des précipités Mg_2Si grossiers et des

intermétalliques au fer sont proches. Ces particules présentent un facteur d'allongement plus faible pour le matériau FL vis-à-vis du matériau FLM3.

<i>Mat.</i>	<i>Mg₂Si</i>			<i>IMF</i>			<i>Porosités</i>		
	<i>a (μm)</i>	<i>b (μm)</i>	<i>c (μm)</i>	<i>a (μm)</i>	<i>b (μm)</i>	<i>c (μm)</i>	<i>a (μm)</i>	<i>b (μm)</i>	<i>c (μm)</i>
FLM3	3,2	6,1	13,3	3,5	7,1	13,3	2,9	3,9	8,3
	±0,8	±1,5	±3,3	±0,9	±1,8	±3,3	±0,7	±1	±2,1
FL	3,9	5,5	10,4	3,8	6,6	11,4	3,9	5,5	9,5
	±1	±1,4	±2,6	±1	±1,7	±2,9	±1	±1,4	±2,4

Tableau 5 : Paramètres morphologiques des particules obtenues en tomographie X exprimés en longueurs moyennes de l'ellipsoïde (grand axe c, petit axe a et axe perpendiculaire aux deux précédents b).

La Figure 29a représente la distribution de la densité d'objets en fonction des trois longueurs caractéristiques de la morphologie des ellipsoïdes pour les intermétalliques au fer pour les précipités de longueur inférieure à 20μm. Les intermétalliques au fer ont un rapport de forme (c/a) égal à 2. La Figure 29b représente la fraction volumique cumulée en fonction des longueurs suivant les trois axes. Les symboles sont d'autant plus denses que le nombre d'objets dans cet intervalle est important. Nous constatons également un facteur 2 entre le grand axe et le petit axe au niveau du maximum des distributions de taille. La plupart des intermétalliques au fer ne dépasse pas 20μm de longueur. L'intermétallique le plus grand a des dimensions suivant les trois axes de 50±12 μm, 70±17 μm et 170±42 μm respectivement.

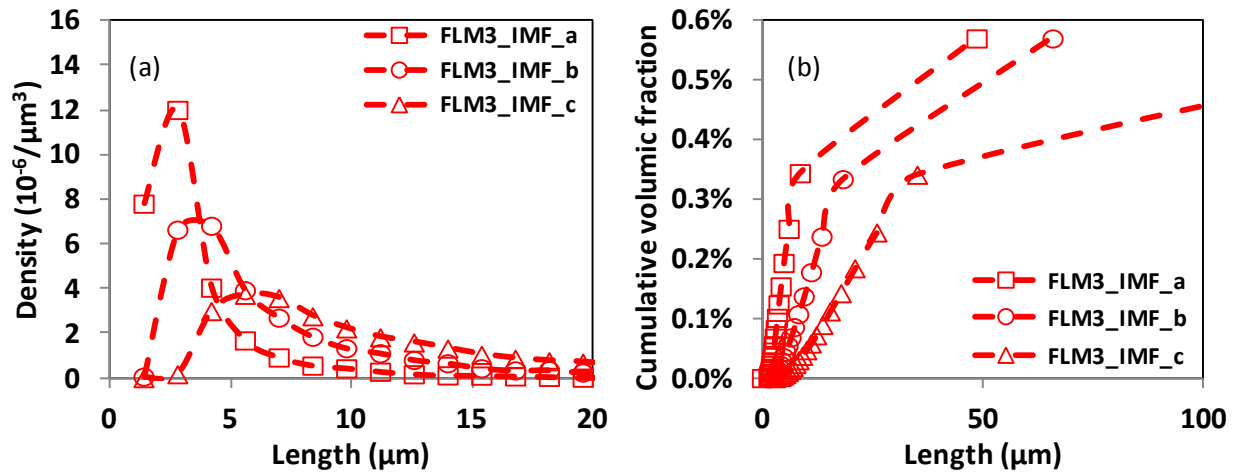


Figure 29 : Histogramme de la distribution des dimensions caractéristiques des objets en : (a) densité et (b) fraction volumique cumulée pour les intermétalliques au fer.

La Figure 30 indique la distribution des longueurs d'ellipsoïdes des précipités Mg_2Si grossiers en densité et en fraction volumique cumulée. Un facteur 2 est également constaté entre le grand axe et le petit axe pour la plupart des précipités. La majorité des Mg_2Si ne dépasse pas 30 μm de longueur. Le précipité Mg_2Si le plus grand présente des longueurs caractéristiques de $20 \pm 5 \mu\text{m}$, $50 \pm 12 \mu\text{m}$ et $80 \pm 20 \mu\text{m}$ respectivement.

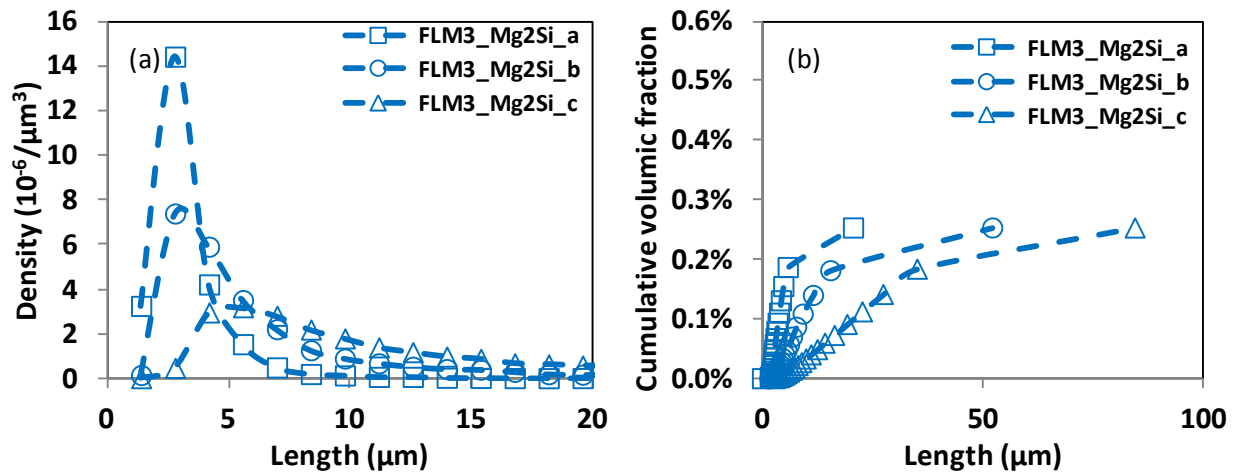


Figure 30 : Histogramme de la distribution des dimensions caractéristiques des objets en : (a) densité et (b) fraction volumique cumulée pour précipités grossiers de Mg_2Si .

II.3.3.2.d Orientation des particules

Les précipités Mg_2Si et les intermétalliques au fer sont allongés avec un facteur de forme de l'ordre de 2. L'orientation de leur axe d'allongement principal par rapport à la direction de forgeage L est présentée sur la Figure 31. Nous observons une direction privilégiée de l'allongement des particules. Le maximum de la distribution angulaire se trouve compris entre 0° et 30° par rapport à la direction L pour les Mg_2Si et les cavités initiales. Ce qui signifie que ces particules sont plus ou moins parallèles à la direction de forgeage L. Le maximum de la répartition angulaire pour les intermétalliques au fer est compris entre 0° et 45° .

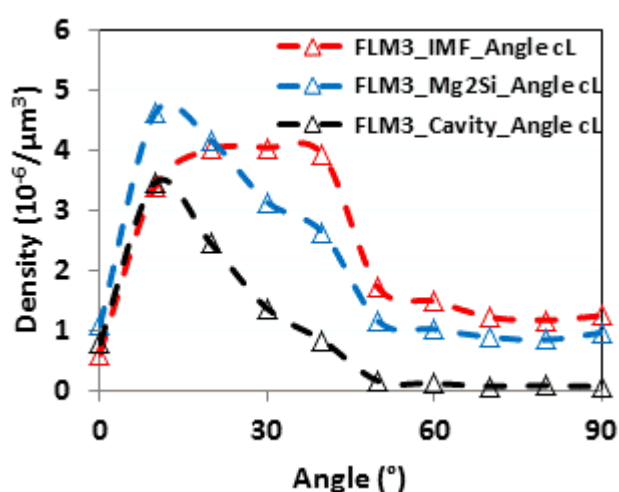


Figure 31 : Histogramme de la distribution de l'orientation angulaire des objets.

Ces résultats montrent une anisotropie morphologique des précipités. Les précipités grossiers sont allongés avec un facteur de forme d'environ 2 suivant la direction de forgeage L. Dans le paragraphe suivant, on s'intéressera à la caractérisation quantitative de la répartition spatiale des précipités.

II.3.3.2.e Répartition spatiale des particules

Afin d'analyser la répartition spatiale des particules, les diagrammes de Voronoï [53] sont souvent utilisés et consistent à décomposer l'image binarisée en cellules dans chacune desquelles se trouve une particule. Les particules sont assimilées à un point dans cette méthode ainsi la forme allongée des particules n'est pas prise en compte. Pour tenir compte également de la forme du précipité, deux méthodes alternatives sont

utilisées dans ce travail: la méthode de la Ligne de Partage des Eaux (LPE) et la méthode de fermeture linéaire.

- Méthode Ligne de Partage des Eaux (LPE)

Elle est proche de la méthode de seuillage. Nous déterminons la frontière des zones d'influence des objets binarisés qui consiste à trouver des barrages de la ligne de partage des eaux (Figure 22). L'algorithme pour ces analyses est développé par Beucher et Lantuejoul [51] et est implanté sous *Matlab*.

La Figure 32 et la Figure 33 présentent respectivement les coupes bidimensionnelles des cellules identifiées avec la méthode de la LPE superposées aux particules binarisées associées soit aux précipités Mg_2Si grossiers soit aux intermétalliques au fer (IMF). Dans les paragraphes II.3.1 et II.3.2, un alignement des précipités a été observé au MEB et par tomographie X suivant la direction de forgeage L. On s'attend à ce que les cellules obtenues par la méthode de LPE soient « compressées » suivant la direction L car la distance inter-précipité est plus petite dans cette direction. Cette conclusion ne peut pas être tirée pour les précipités Mg_2Si grossiers. Cette incertitude est probablement liée à la présence de bruit de seuillage des Mg_2Si . En revanche, cette conclusion est observée pour les intermétalliques au fer. Les cellules sont plus ou moins plates ce qui signifie un alignement des intermétalliques au fer suivant la direction de forgeage L.

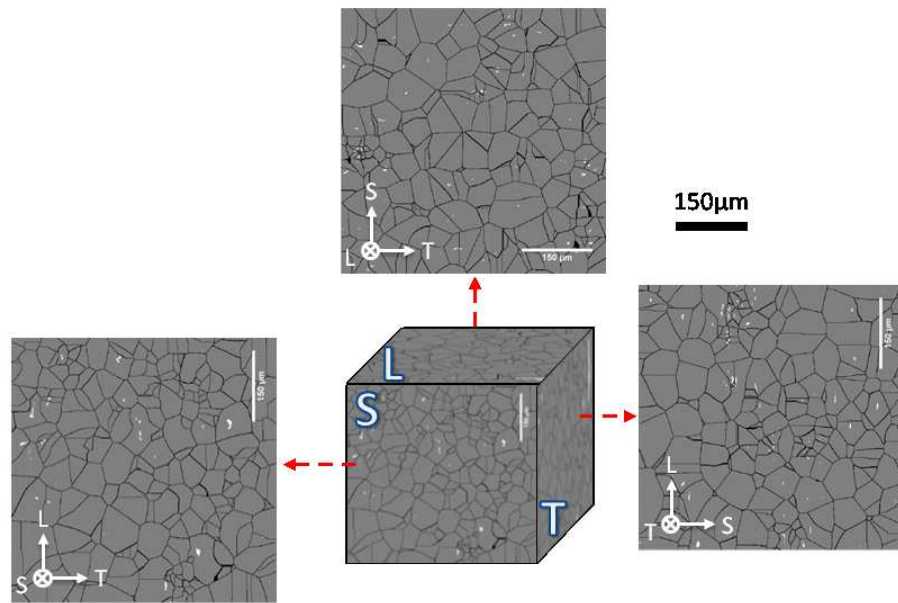


Figure 32 : Coupes bidimensionnelles des cellules de la LPE superposées aux objets binarisés associés aux précipités Mg_2Si grossiers suivant les trois directions principales.

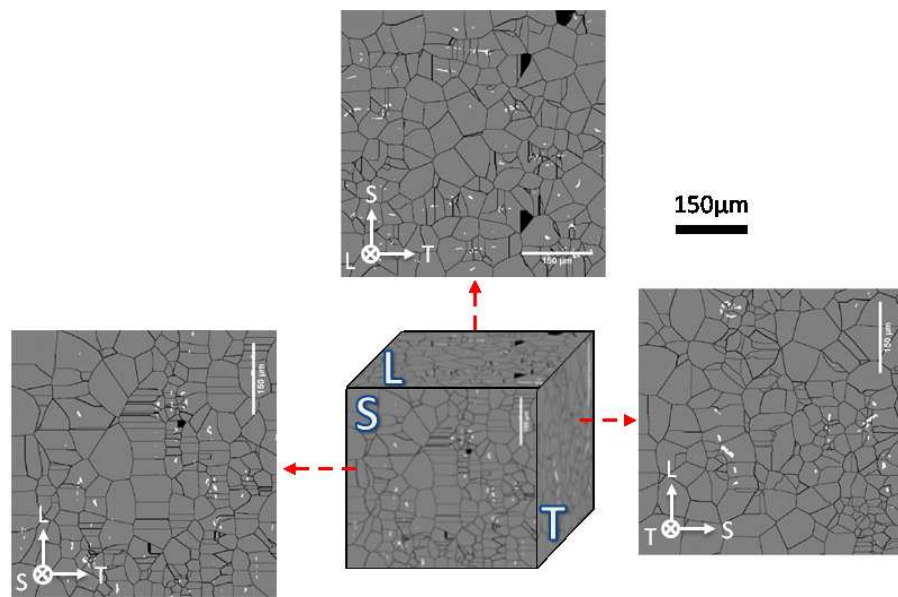


Figure 33 : Coupes bidimensionnelles des cellules de la LPE superposées aux objets binarisés associés aux intermétalliques au fer (IMF) suivant les trois directions principales.

Les diamètres de Férét des cellules sont quantifiés pour les deux phases grossières. Ces diamètres sont définis comme la distance comprise entre un plan et un

48

autre parallèle à une direction principale (L, T ou S) de telle sorte que l'ensemble de la cellule soit comprise entre ces deux parallèles. La Figure 34 présente l'histogramme de la distribution des diamètres de Féret des cellules de la LPE pour les précipités Mg_2Si grossiers et les intermétalliques au fer. Comme qualitativement discuté, les cellules sont équiaxes pour les précipités Mg_2Si mais « écrasées » pour les IMF. La plupart des cellules de précipités Mg_2Si grossiers ont un diamètre de Féret de $100 \pm 25 \mu m$ ce qui représente une distance inter- Mg_2Si moyenne d'environ $100 \pm 25 \mu m$. Les intermétalliques au fer sont répartis de façon plus hétérogène que les Mg_2Si grossiers. Les dimensions de Féret moyennes des cellules des IMF (qui sont les représentations des distances inter-IMF) suivant L, S et T sont respectivement d'environ $40 \pm 10 \mu m$, $80 \pm 20 \mu m$ et $100 \pm 25 \mu m$.

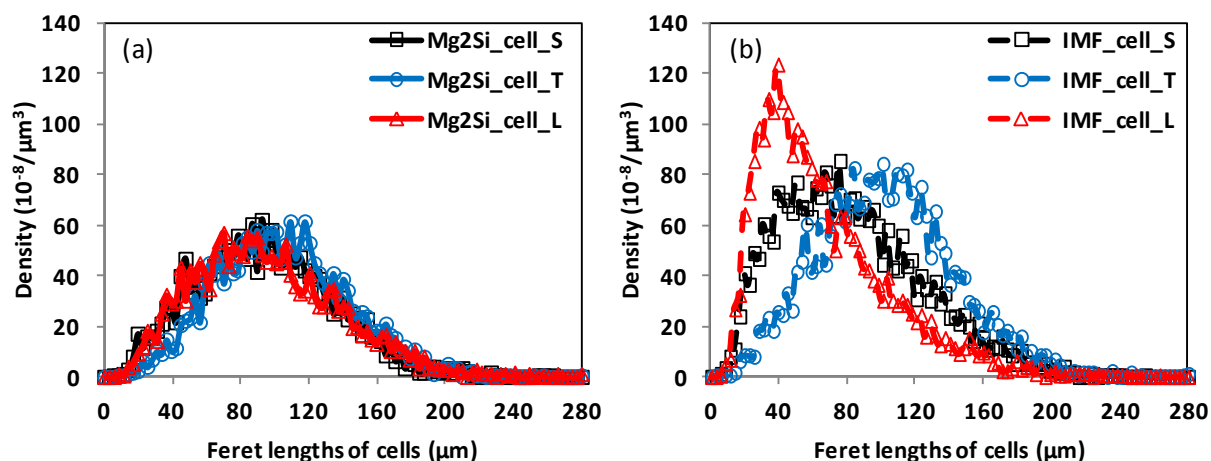


Figure 34 : Histogramme de la distribution des diamètres de Féret des cellules de la LPE pour les précipités : (a) Mg_2Si grossiers et (b) IMF.

En raison de l'incertitude de mesure par la méthode de la LPE sur les Mg_2Si grossiers, des analyses complémentaires ont été effectuées. Il s'agit de la méthode de « fermeture linéaire ».

- Méthode de « fermeture linéaire »

Après seuillage des précipités, l'opération de fermeture morphologique consiste à dilater les précipités un nombre de fois croissante puis éroder du même nombre de fois (ce nombre est noté λ par la suite) [54]. La fermeture linéaire d'un objet permet de lier des objets jusqu'à l'obtention d'un seul objet. Dans ce travail, l'opération de

dilatation/érosion est faite en utilisant des voxels, soit un opérateur cubique. Le nombre d'objets par fermeture linéaire est donc une fonction décroissante, qui présente des paliers si les précipités ne sont pas répartis de manière aléatoire, c'est-à-dire s'ils sont groupés en amas. Plus la répartition des particules est homogène dans l'espace, plus le nombre d'objets par fermeture est linéaire. L'allure de la courbe obtenue est caractéristique de la distance inter-particule étudiée.

En raison de la capacité des machines de calculs, le volume de l'image de tomographie X utilisé dans ces analyses est de $210 \times 210 \times 210 \mu\text{m}^3$. Avant l'opération de dilatation, la résolution de l'image est augmentée par un facteur $3 \times 3 \times 3$ pour que le cube utilisé dans la fermeture soit suffisamment petit par rapport à la taille des objets. La taille de l'image en voxel est passée de $300 \times 300 \times 300 \text{ voxel}^3$ avec une résolution de $0,7 \mu\text{m}/\text{pixel}$ à $900 \times 900 \times 900 \text{ voxel}^3$ avec une résolution de $0,23 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Le nombre, le volume moyen et l'orientation moyenne des objets sont obtenus après chaque opération de fermeture de taille croissante, en utilisant au pas $\lambda+1$ l'image obtenue au pas λ . La Figure 35 représente des coupes 2D de l'évolution morphologique des précipités pendant l'opération de fermeture linéaire. Nous remarquons que la coalescence virtuelle est d'autant plus rapide que la distance inter-précipitée est faible.

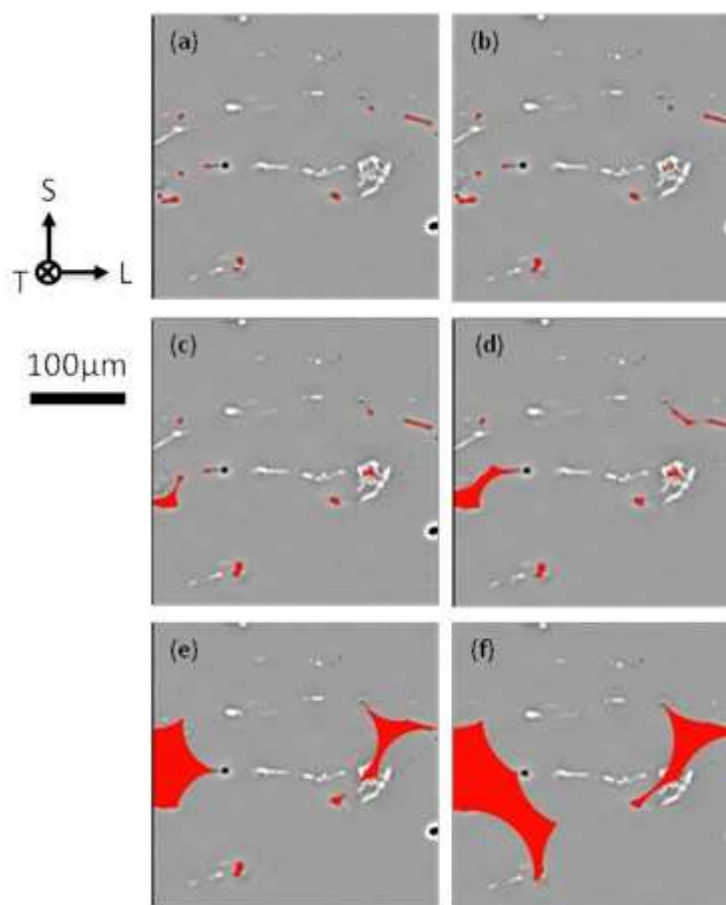


Figure 35 : Opération de fermeture linéaire sur les précipités Mg_2Si grossiers.

La Figure 36 représente le nombre d'objets en fonction de la distance inter-précipité ($\lambda \times 2 \times 0,23 \mu\text{m}/\text{pixel}$). Le nombre des Mg_2Si grossiers et les IMF diminuent de façon continue au cours des fermetures. Initialement, la densité des intermétalliques au fer (IMF) est plus importante, la distance entre ces IMF est donc plus faible. Par conséquent, le nombre de ces IMF diminue plus rapidement que celui des Mg_2Si grossiers. Aucun palier n'a été mis en évidence par cette méthode. Il est à noter que le volume analysé ($210 \times 210 \times 210 \mu\text{m}^3$) est loin d'être le volume élémentaire représentatif ($VER = 560 \times 560 \times 560 \mu\text{m}^3$). De ce fait, nous n'avons pas pu révéler l'anisotropie de répartition de précipités avec la fermeture linéaire sur ce volume. Une analyse sur un VER est souhaitable en perspective sous condition d'acceptation de la capacité du cluster de calcul.

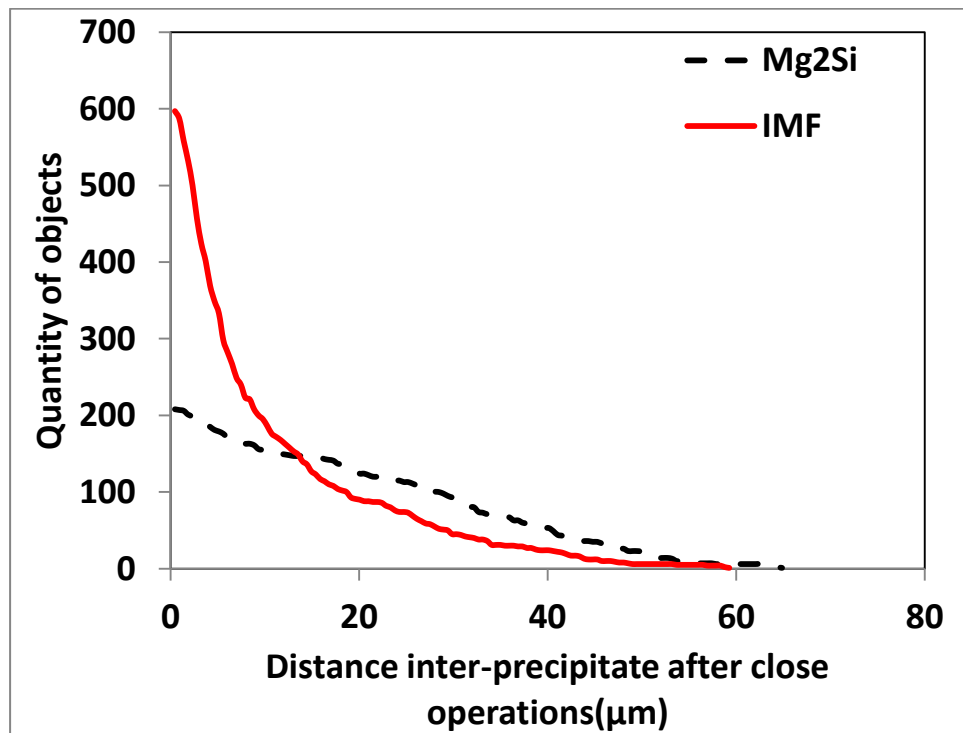


Figure 36 : Résultats de la fermeture linéaire des précipités Mg_2Si grossiers et des IMF.

II.3.4 Conclusions sur la caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale s'est focalisée sur les éléments pertinents vis-à-vis de la compréhension puis de la simulation des mécanismes d'endommagement.

La caractérisation microstructurale révèle la présence de différentes phases, qui sont :

- les précipités nanométriques de type « Mg_xSi_y », intragranulaires;
- les dispersoïdes au chrome et au manganèse, intragranulaires;
- les précipités grossiers : Mg_2Si grossiers et intermétalliques au fer (IMF), intergranulaires.

La structure granulaire a été observée en tomographie X avec pénétration de gallium aux joints de grains. Il s'avère que les grains sont allongés suivant le sens de forgeage L. Par conséquent, les précipités grossiers sont alignés suivant cette direction.

La caractérisation quantitative tridimensionnelle des précipités grossiers a été effectuée par analyses d'images 2D et 3D obtenues par tomographie X à l'ESRF sur la ligne ID19. Les principales conclusions sont :

- la fraction volumique des Mg_2Si grossiers est $f_{Mg_2Si}=0,25\%\pm 0,06\%$ et $0,43\%\pm 0,11\%$ respectivement pour le matériau FLM3 et le matériau FL, paramètres d'entrée du modèle de rupture;
- la fraction volumique des IMF est $f_{IMF}=0,57\%\pm 0,14\%$ et $0,59\%\pm 0,14\%$ respectivement pour le matériau modèle FLM3 et le matériau FL, paramètres d'entrée du modèle de rupture;
- les dimensions moyennes de l'ellipsoïde (grand axe c, petit axe a et axe perpendiculaire aux deux précédents b) sont respectivement 13 ± 3 , 6 ± 2 et 3 ± 1 μm pour les précipités Mg_2Si grossiers;
- les dimensions moyennes de l'ellipsoïde (grand axe c, petit axe a et axe perpendiculaire aux deux précédents b) sont respectivement 12 ± 3 , 7 ± 2 et 4 ± 1 μm pour les IMF;
- les méthodes utilisées dans ce chapitre ne permettent pas de calculer la distance inter- Mg_2Si suivant les directions principales; la distance inter-IMF est estimée à 40 ± 10 , 80 ± 20 , 100 ± 25 μm selon les directions L, S et T par la méthode LPE.

II.4 Propriétés Mécaniques

Ce paragraphe traite des essais mécaniques réalisés sur les matériaux d'étude. Les résultats de micro-indentation, des essais mécaniques de traction et de ténacité y sont présentés. Dans un premier temps, nous résumerons les résultats des essais de micro-indentation effectués dans la matrice et les précipités grossiers. Dans un second temps, nous présenterons les résultats issus des essais de traction menés sur des éprouvettes lisses. Enfin, la troisième partie abordera les essais de traction menés sur éprouvettes axisymétriques entaillées et sur éprouvettes de ténacité de type CT.

II.4.1 Étude du comportement mécanique des phases : micro-indentation

Une série de micro-indentations a été effectuée au moyen d'un microindenteur de type Berkovich en diamant, de forme pyramidale à base triangulaire sur une coupe métallographique dans le plan LS pour une charge de 1,5mN. La taille de l'emprunte est petite (de l'ordre de μm) par rapport à la taille des précipités, ainsi l'influence de la matrice sur la mesure des précipités est négligeable. Les intermétalliques au fer sont les plus durs, avec une dureté de 10,7 GPa. La matrice aluminium et les précipités Mg_2Si grossiers ont des valeurs de dureté très similaires ($\sim 2,5$ GPa, voir Tableau 6).

La micro-indentation permet également de mesurer le module de Young local. Le module de Young des intermétalliques au fer est nettement supérieur à celui de la matrice et des Mg_2Si avec une valeur d'environ 113 GPa. La matrice d'aluminium présente un module de Young de 70 GPa et celui des Mg_2Si est d'environ 33GPa.

<i>Propriétés mécaniques</i>	<i>Matrice Al</i>	<i>Mg₂Si</i>	<i>IMF</i>
Dureté (GPa)	2,4($\pm 0,4$)	2,5($\pm 0,9$)	10,7($\pm 5,9$)
Module de Young (GPa)	69,8($\pm 13,4$)	32,7($\pm 25,2$)	112,6($\pm 34,7$)

Tableau 6 : Valeurs moyennes de dureté et de module de Young obtenues par micro-indentation.

Ces précipités possèdent des propriétés mécaniques différentes en termes de dureté et de module de Young de celles de la matrice d'aluminium. Du fait de ces différences de comportement, les précipités grossiers constituent des zones d'incompatibilité de déformation qui semblent être à l'origine de l'endommagement des matériaux.

Après cette caractérisation à l'échelle microscopique, nous découvrons les propriétés mécaniques macroscopiques des matériaux étudiés. Les résultats des essais de traction et de ténacité sont présentés dans les paragraphes suivants.

II.4.2 Propriétés mécaniques en traction

Une étude sur l'effet de la taille des éprouvettes lors des essais de traction a été réalisée et est présentée en Annexe A. On ne note pas d'évolution notable des propriétés mécaniques en traction. Dans la suite de ce chapitre, deux géométries d'éprouvettes de traction homothétiques sont utilisées : les éprouvettes avec un diamètre de ϕ 10 mm et de ϕ 4 mm.

II.4.2.1 Procédure expérimentale

Des essais de traction ont été réalisés à température ambiante suivant trois directions principales : L, T et S. Les essais sont effectués à vitesse de traverse imposée et constante de manière à obtenir une vitesse de déformation sur la longueur utile de l'ordre de 10^{-4} s^{-1} . Ces essais ont été réalisés au laboratoire LISN du service SEMT du CEA sur une machine de traction de capacité 100kN.

Le dépouillement des essais est effectué selon la norme NF EN 10002-1 [55]. La déformation conventionnelle (l'allongement) est calculée en divisant le déplacement du vérin par la longueur de la partie utile calibrée de l'éprouvette :

$$\varepsilon_{\text{conv}} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{Eq. 2}$$

L'allongement uniforme A_g est défini comme la déformation conventionnelle à l'apparition de l'instabilité plastique (force maximale) et l'allongement total A_t est défini comme la déformation conventionnelle à la rupture d'éprouvette.

La contrainte conventionnelle est déterminée en divisant la force par la section initiale de l'éprouvette suivant la formule :

$$\sigma_{\text{conv}} = \frac{F}{S_0} \quad \text{Eq. 3}$$

Le dépouillement en termes de déformation et de contrainte conventionnelles (ingénieur) ne prend pas en compte l'évolution de la géométrie. Pour en tenir compte on définit alors les grandeurs rationnelles de la manière suivante :

$$\epsilon_{\text{ratio}} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) \quad \text{Eq. 4}$$

$$\sigma_{\text{ratio}} = \frac{F}{S} \quad \text{Eq. 5}$$

Au-delà de l'instabilité plastique, la consolidation du matériau, résultant de l'écrouissage dû à la déformation plastique, n'est plus suffisante pour compenser la diminution de section, le phénomène de la striction apparait. La déformation devient alors hétérogène à l'échelle de l'éprouvette. Pour exploiter la courbe rationnelle au delà de l'instabilité, on définit le comportement au niveau de la section minimale en utilisant la contraction diamétrale donnée par l'équation suivante :

$$\epsilon_{\text{ratio}} = -2. \ln\left(\frac{a}{a_0}\right) \quad \text{Eq. 6}$$

où a_0 et a sont respectivement le rayon de section minimale initial et courant obtenus par la mesure de contraction diamétrale assurée par un système de mesure par nappe laser [56, 57]. Ce système de mesure est schématisé sur la Figure 37 et est composé de deux parties : (1) deux nappes lasers de précision de $3\mu\text{m}$ pour mesurer la déformation rationnelle de l'éprouvette installées en direction orthotrope; (2) le module motorisé permettant aux nappes lasers de se déplacer périodiquement suivant le sens de traction afin de scanner le profil complet de l'éprouvette pendant l'essai.

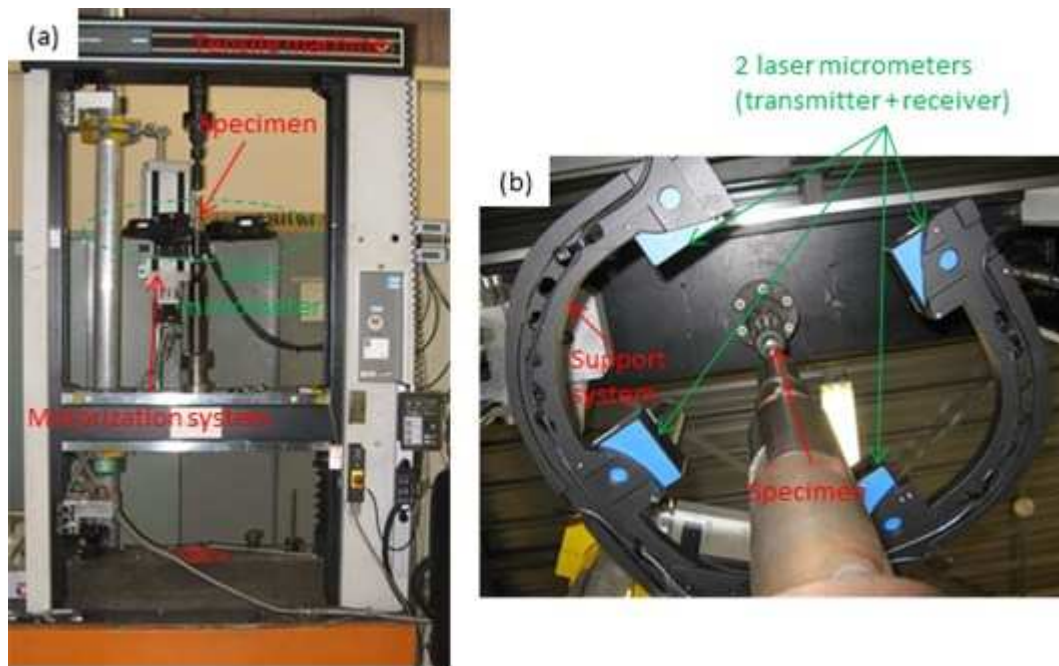


Figure 37: Description de la machine de traction avec le système de mesure par nappe laser: (a) machine de traction; (b) système de mesure par nappe laser vu du dessous [56].

Au delà de l'instabilité, le chargement devient multiaxial du fait de l'effet d'entaille induit par la striction. Pour prendre en compte cet effet, la contrainte rationnelle est corrigée en utilisant la formulation proposé par Bridgman [58] :

$$\sigma_{\text{Bridg.}} = \frac{F}{S} \frac{1}{\left(1 + \frac{2R}{a}\right) \cdot \ln\left(1 + \frac{a}{2R}\right)} \quad \text{Eq. 7}$$

où la section minimale courante $S = \pi a^2$. Le rayon de courbure R est déterminé à partir des mesures obtenues par les nappes laser. La méthode consiste à effectuer un ajustement polynomial de ces données de manière à calculer le rayon de courbure suivant la formule :

$$R = \frac{(1 + (r'(z))^2)^{3/2}}{r''(z)} \quad \text{Eq. 8}$$

Une illustration de la détermination de la fonction $r(z)$ est présentée sur la Figure 38.

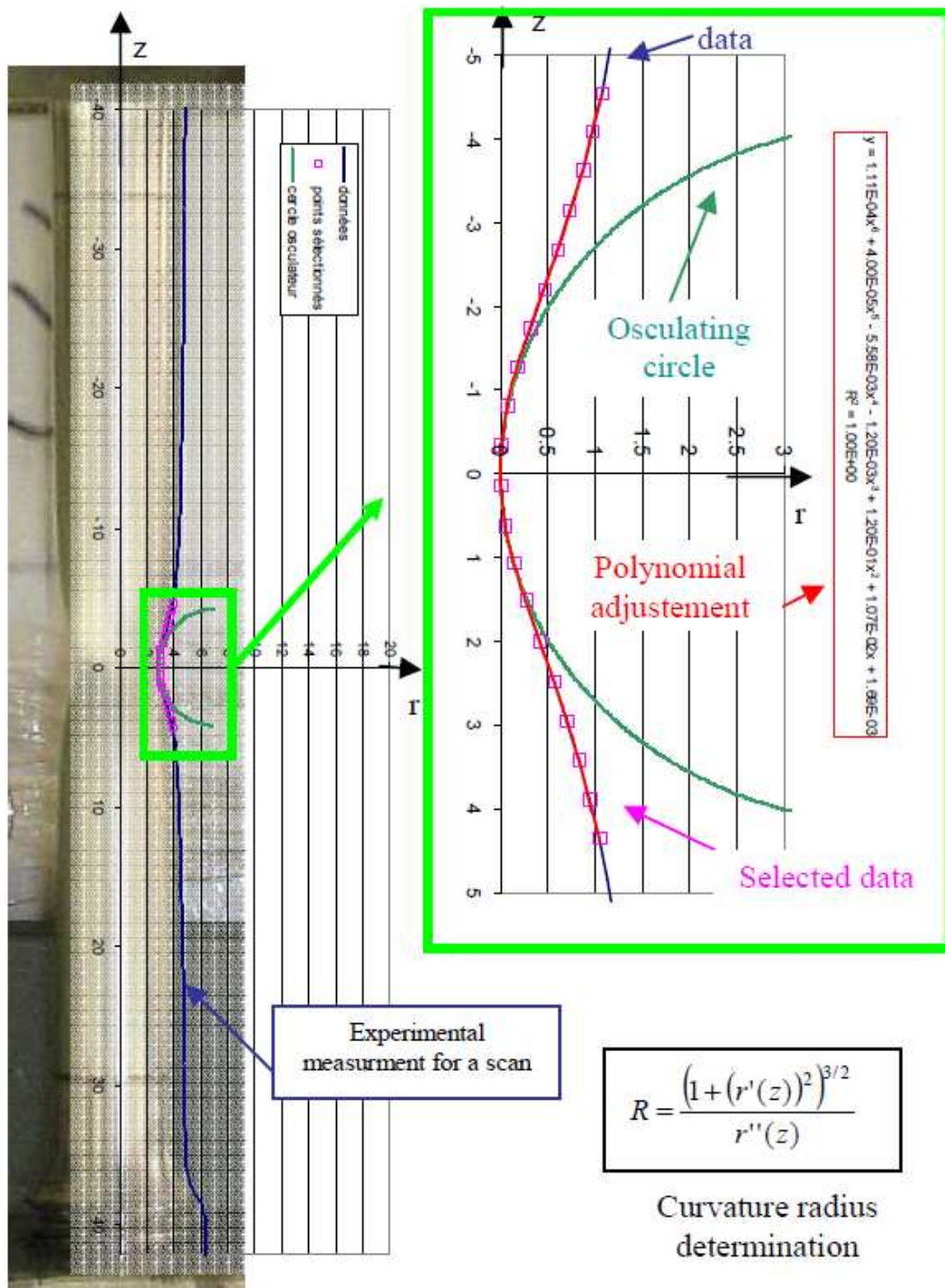


Figure 38: Principe de calcul du rayon de courbure dans la zone de striction [56].

II.4.2.2 Résultats des essais de traction sur éprouvette $\phi 10$

La Figure 39 présente les courbes de traction conventionnelles et rationnelles corrigées par la méthode Bridgman du matériau FLM3. Les essais de traction ont été

réalisés sur des éprouvettes de diamètre $\phi 10\text{mm}$ suivant les trois directions principales L, T et S. Les courbes conventionnelles montrent que l'instabilité plastique apparaît pour un allongement uniforme $A_g\%$ de 7-8% pour les sollicitations suivant les sens L et S. Elle apparaît plus tôt (5%) pour le sens T. Cette différence est faible au regard des différences d'allongement à rupture $A_t\%$. Cet allongement est à environ 13,5% pour l'éprouvette sollicitée suivant L, soit deux fois plus que pour le sens T. En ce qui concerne la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et la résistance mécanique (R_m), aucune différence significative n'a été constatée entre les trois sens de sollicitation.

En ce qui concerne les courbes rationnelles avec correction Bridgman, nous constatons les mêmes conclusions: l'anisotropie de la limite d'élasticité et de l'écrouissage est négligeable devant l'anisotropie de la ductilité. Les trois courbes se superposent jusqu'à la rupture de chacune des éprouvettes. L'anisotropie est portée essentiellement sur l'endommagement et non pas sur le comportement plastique, qui pourra être considéré comme isotrope. Nous négligerons donc l'anisotropie de comportement et ajusterons, pour le comportement élastoplastique suivant les trois directions, une loi unique, celle de Voce [59]. Cette loi tend vers une contrainte établie σ_s avec la déformation. Elle se présente sous la forme suivante :

$$\sigma = \sigma_s + (\sigma_0 - \sigma_s)\exp(-b\varepsilon) \quad \text{Eq. 9}$$

où $\sigma_0=288\text{MPa}$ est la limite d'élasticité du matériau, $\sigma_s=375\text{MPa}$ et $b=12$ sont des paramètres ajustables à partir des courbes rationnelles. L'application de cette loi pour des structures pouvant subir de fortes déformations, nous a conduits à utiliser la correction Bridgman intégrant des rayons caractéristiques de la striction mesurés par le système de nappe laser pour identifier les paramètres de la loi pour des déformations importantes. Il nous a paru plus intéressant d'utiliser cette correction pour obtenir une valeur expérimentale, plutôt que d'extrapoler le comportement identifié pour des faibles déformations sans aucune donnée expérimentale aux fortes déformations. L'allure de cette loi pour le matériau FLM3 est représentée en noir sur la Figure 39. Cette loi proposée sera par la suite utilisée pour les simulations des essais par éléments finis.

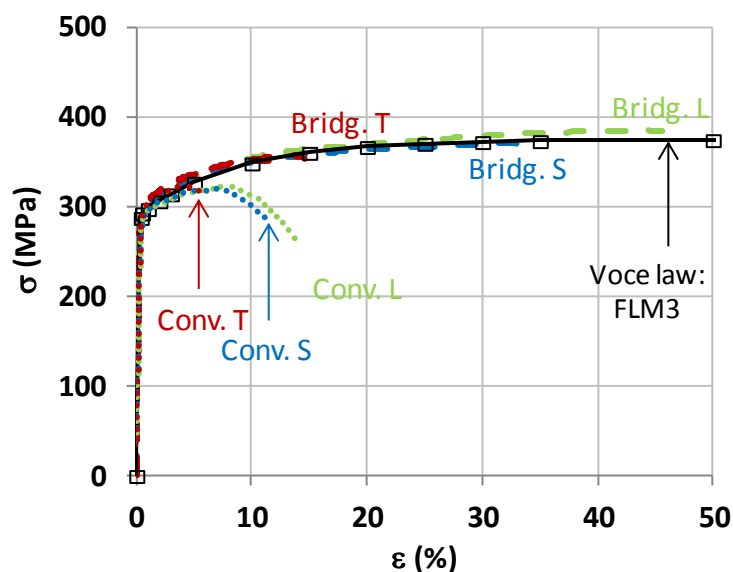


Figure 39 : Courbes contrainte-déformation conventionnelles et rationnelles avec correction Bridgman. La loi de comportement Voce est également présentée.

II.4.2.3 Influence du sens de sollicitation

Afin de préciser l'anisotropie d'endommagement du matériau FL, des essais de traction sont effectués sur des éprouvettes avec un diamètre de 4 mm prélevées dans le plan LT tous les 10° (Figure 40). Deux paramètres mécaniques sont tracés sur cette figure : la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et l'allongement total (A_t).

La limite d'élasticité n'est pas sensible à l'orientation de traction par rapport au sens de forgeage. Ces valeurs varient entre 300MPa et 320MPa. En revanche, l'allongement total (A_t) est plus faible suivant le sens T que suivant le sens L. Ces résultats confirment que le matériau présente un comportement isotrope et une anisotropie d'endommagement plus marquée.

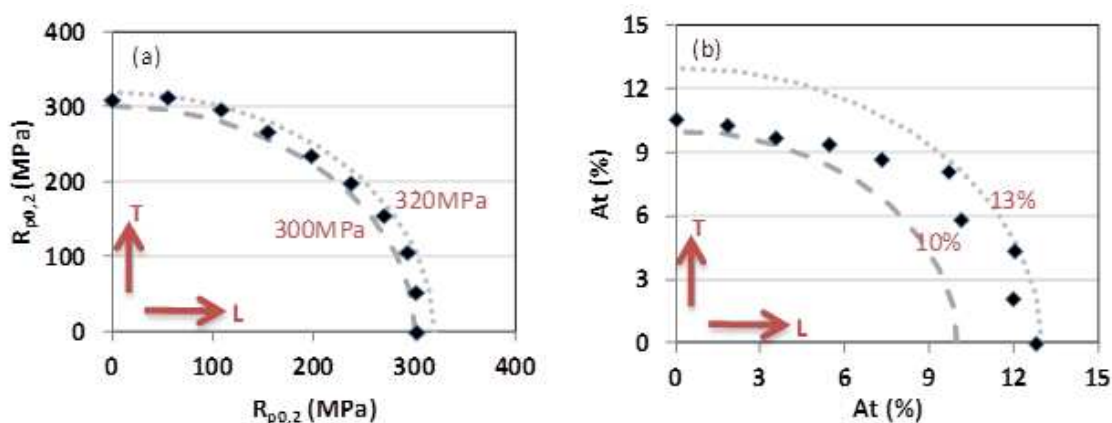


Figure 40 : Évolutions de (a) la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et (b) l'allongement total (A_t) en fonction du sens de sollicitation.

Le coefficient de striction caractérise la diminution relative de section mesurée après la rupture. Cette valeur représente la ductilité réelle du matériau et ne dépend que des mécanismes d'endommagement, alors que la ductilité mesurée avec l'allongement total en traction dépend à la fois du comportement et de l'endommagement. La Figure 41 montre que l'allongement total varie de manière linéaire avec le coefficient de striction. Par conséquent, nous pouvons conclure que l'allongement en traction est essentiellement dépendant des mécanismes d'endommagement. Dans la suite de l'étude nous ne jugeons donc pas nécessaire de s'attarder sur la description de l'anisotropie de comportement, nous nous focaliserons sur la description de l'anisotropie d'endommagement.

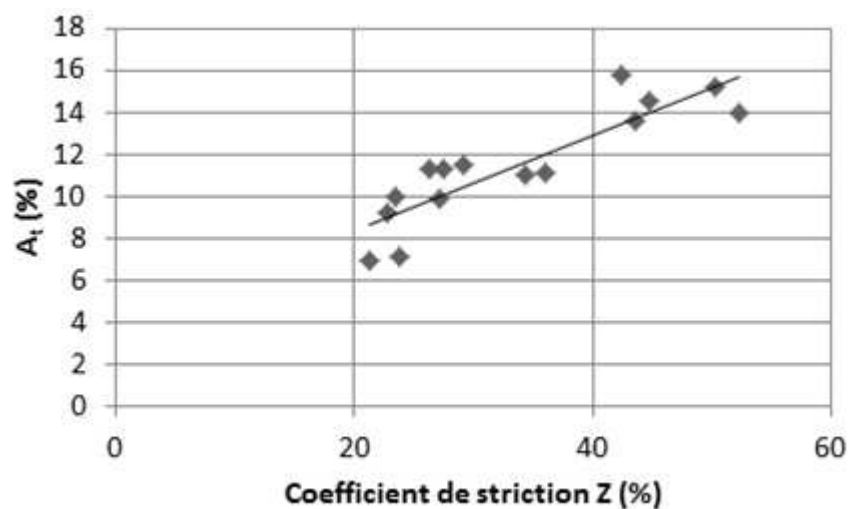


Figure 41 : Évolution de l'allongement total ($A_t\%$) en fonction du coefficient de striction ($Z\%$).

II.4.3 Caractérisation de la résistance à l'entaille

Contrairement au comportement, les mécanismes d'endommagement dépendent fortement du taux de triaxialité (rapport entre la contrainte hydrostatique et la contrainte équivalente, $T = \sigma_m / \sigma_{eq}$). Dans cette partie nous détaillerons les propriétés mécaniques des alliages en présence de l'entaille. Deux types d'essais sont réalisés pour cet objectif : les essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) et les essais de ténacité sur éprouvettes CT.

Pour un essai de traction sur éprouvettes AE, nous distinguons trois types d'éprouvettes : les éprouvettes avec des rayons d'entaille de 10mm, 4mm et 2mm qui sont appelées respectivement AE10, AE4 et AE2 (Figure 42). Avec la diminution des rayons, les entailles sont de plus en plus sévères. Ces éprouvettes permettent de tester la résistance à l'endommagement pour des niveaux de triaxialité intermédiaires entre des éprouvettes lisses et des éprouvettes CT.

Pour un essai de ténacité CT (Figure 46), les éprouvettes de 12,5mm d'épaisseur sont pré-fissurées en fatigue afin de minimiser le rayon en fond d'entaille. Une rainure latérale est introduite pour maintenir les conditions de déformation plane durant la sollicitation. L'intégral du contour J est utilisée comme valeur de ténacité pour nos

alliages. Cette valeur est déduite à partir de la courbe force-ouverture par la norme ISO 12135:2002 [60].

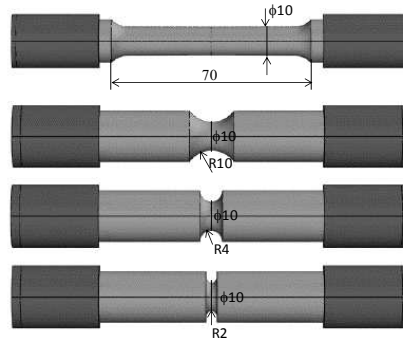


Figure 42: Géométrie des éprouvettes lisses et AE

II.4.3.1 Essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées

La Figure 43 présente les évolutions de la contrainte conventionnelle en fonction de la contraction diamétrale des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées pour le matériau forgé modèle. Trois géométries d'éprouvettes sont présentées : AE10, AE4 et AE2. Pour chacune des trois géométries, les trois directions principales ont été testées. Pour une géométrie donnée, on ne note pas d'anisotropie de comportement. Les courbes sont très proches, seules les contractions à la rupture diffèrent. Afin de faciliter la visualisation, seule la courbe la plus ductile est représentée. Les contractions à la rupture sont représentées par des traits verticaux sur les courbes pour les trois directions de sollicitation. On tire les conclusions suivantes :

- L'évolution de la force est d'autant plus importante que le rayon d'entaille est faible. Ce phénomène est lié à la multiaxialité induite par l'entaille qui est d'autant plus importante que le rayon d'entaille est faible.
- Nous retrouvons l'anisotropie de ductilité pour les trois géométries d'éprouvettes. Le sens L présente une ductilité plus importante que le sens S qui est plus ductile que le sens T.
- La contraction à rupture est d'autant plus faible que le rayon d'entaille est faible pour les sens de sollicitation L et S. On note cependant des exceptions pour le sens T où les contractions à la rupture sont proches de 5%.

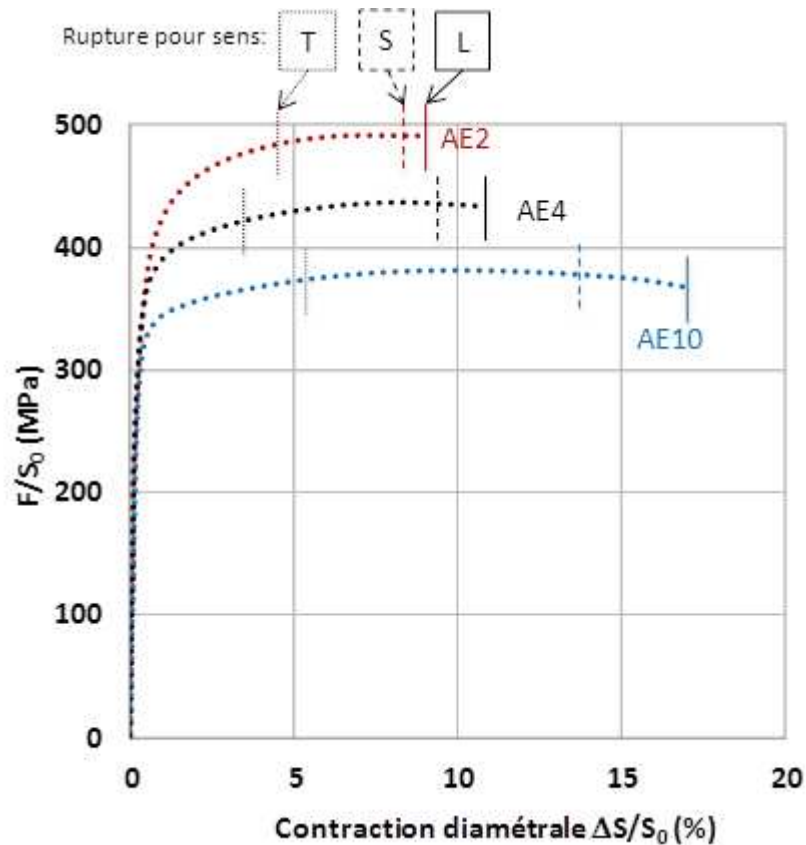


Figure 43 : Courbes contrainte-déformation conventionnelles des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées.

La Figure 44 présente le profil de l'éprouvette lisse durant l'essai de traction pour différentes contractions diamétrales par le système de mesure laser. A partir de la force maximale (8% de contraction diamétrale), la striction apparaît représentant l'instabilité de déformation. Le rayon d'entaille peut ainsi être calculé sur ces courbes. La Figure 45 présente les évolutions du rayon d'entaille de l'éprouvette en fonction de la contraction diamétrale pour les éprouvettes entaillées. Nous pouvons classer les éprouvettes en deux catégories :

- Les éprouvettes AE10 dont le rayon d'entaille diminue tout au long de l'essai.
- Les éprouvettes AE4 et AE2 dont le rayon d'entaille ne varie pas au cours de l'essai.

Ces résultats différents suivant les matériaux témoignent d'une compétition entre l'allongement de l'éprouvette et la déformation dans la section minimale. En effet, si

l'allongement de l'éprouvette tend à augmenter le rayon de courbure de l'entaille, la déformation dans la section minimale provoque l'effet contraire. L'évolution du rayon de courbure suit l'effet dominant qui dépend de la capacité d'écroutissage et de l'endommagement du matériau. Il est difficile d'expliquer la différence entre les différentes géométries d'éprouvettes. Les investigations concernant le mécanisme d'endommagement dans les chapitres suivants nous aideraient pour ces analyses.

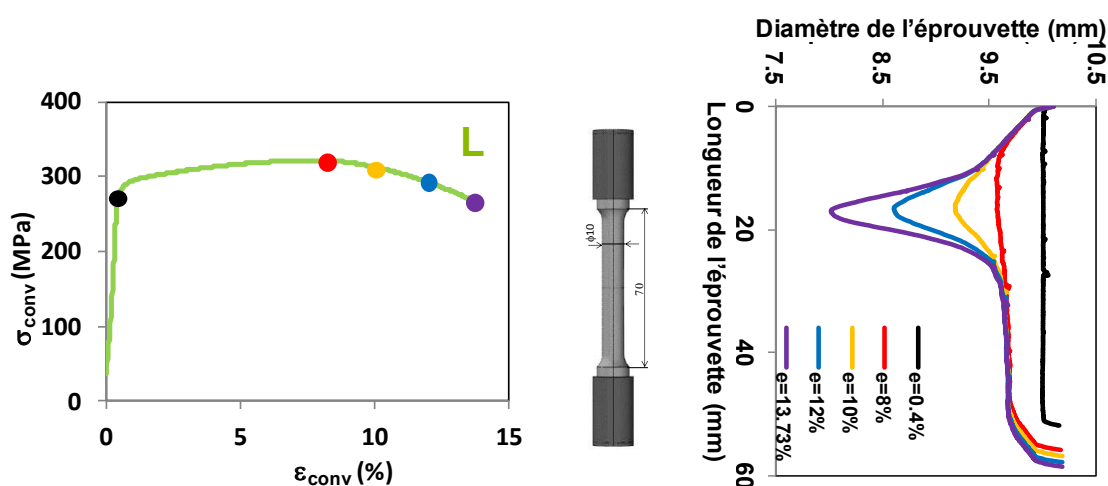


Figure 44 : Mesure du profil de l'éprouvette lisse durant l'essai de traction suivant le sens L par le système de nappe laser pour des contractions diamétrales à 0.4%, 8%, 10%, 12%, 13.73%.

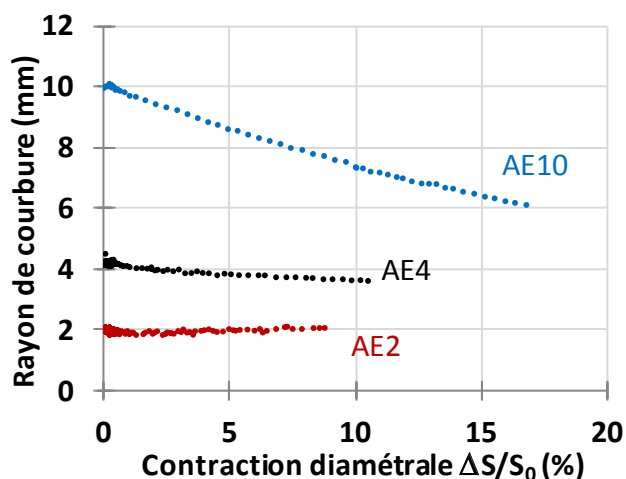


Figure 45 : Évolutions des Rayons de courbure en fonction de la contraction diamétrale des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées.

II.4.3.2 Essais de ténacité sur éprouvettes CT

II.4.3.2.a Procédure expérimentale

Des éprouvettes de Compact Tension 12,5 (CT12,5) sont utilisées pour des essais de ténacité (Figure 46). Ces essais ont été réalisés selon des configurations suivantes : LS, TS, TL, ST, SL. Dans cette représentation, la première lettre correspond au sens de sollicitation et la deuxième représente la direction de la propagation de fissure. Ces essais sont réalisés sur une machine d'essai servo-hydraulique INSTRON avec une cellule de force de 25kN à la température ambiante. Le contrôle de l'essai est fait avec un asservissement en vitesse de déplacement imposé à l'aide d'un extensomètre qui mesure l'ouverture au niveau des lèvres de l'éprouvette. La vitesse de pilotage en ouverture est de 0,16mm/min. L'avancée de fissure est mesurée par la méthode des complaisances (décharge partielle de l'éprouvette). Cette mesure est ensuite comparée avec la mesure, sur le faciès de rupture, des longueurs caractéristiques associées par la méthode des 9 points [60]. En cas de différence significative entre les deux valeurs, les valeurs de l'avancée de fissure mesurées par complaisance sont décalées homothétiquement à partir de la force maximale pour faire coïncider la dernière mesure de complaisance avec la mesure de longueur relevée par la technique des 9 points. Le protocole d'essais et le dépouillement sont effectués conformément à la norme [60]. Pour caractériser la ténacité à l'amorçage, on utilisera la grandeur de J conventionnelle mesurée pour une propagation stable de 0,2mm, notée $J_{0,2}$. Quand une propagation instable (à coups, Pop-In) intervient avant 0,2 mm de propagation, on définit la valeur de J à l'amorçage par la valeur de J au Pop-In, notée J_{pi} . La résistance à la propagation est caractérisée par la pente de la courbe $J - \Delta a$, on note dJ/da cette grandeur.

Certains essais sont interrompus afin d'effectuer des analyses d'endommagement par SRCT (Synchtron Radiation Computed Tomography) que nous détaillerons dans le paragraphe III.4.2.4. La Figure 46 présente le plan de l'éprouvette CT12.5 utilisée ainsi que le positionnement de l'échantillon prélevé dans les CT pour les analyses SRCT.

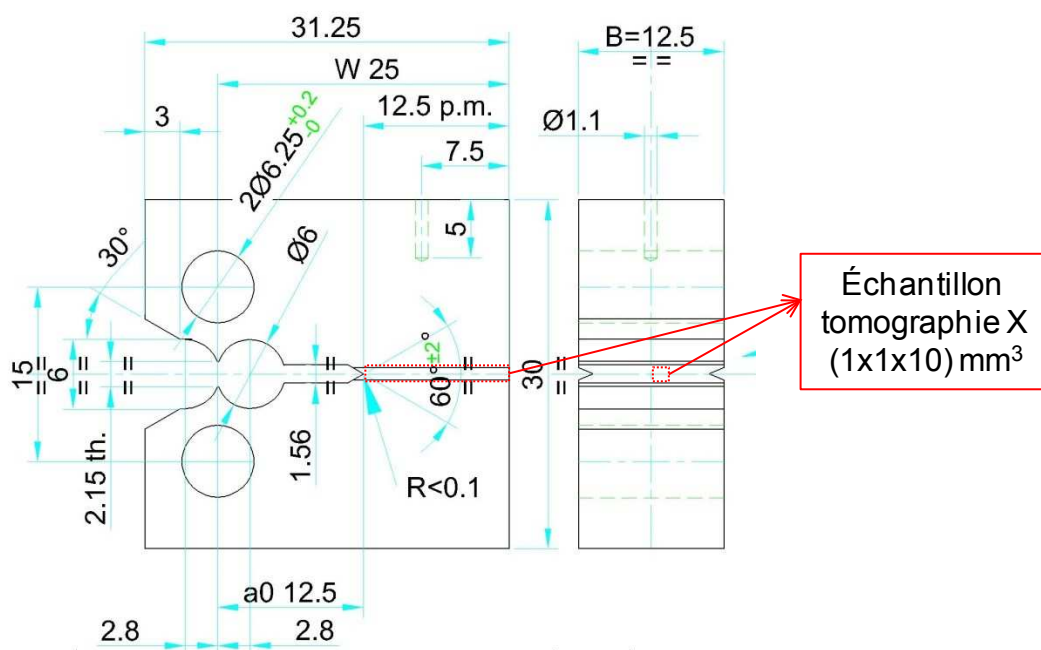


Figure 46 : Géométrie de l'éprouvette de ténacité CT et de l'échantillon destiné à l'analyse SRCT (parallélépipède rouge).

II.4.3.2.b Résultats

Les résultats des essais de ténacité effectués sur le matériau FL sont présentés dans ce paragraphe.

La Figure 47 présente la force appliquée en fonction de l'ouverture de fissure mesurée par extensomètre lors des essais de ténacité sur les configurations LS et TS. Il est apparu pour la plupart des essais un pop-in qui est associé à une chute brutale de plus de 5% de la valeur de la force. Cette chute de force a conduit à une avancée brutale de la fissure (voir Figure 48 présentant l'intégrale de contour J en fonction de l'avancée de fissure). Ces essais ont alors été interrompus par l'opérateur. Nous ne constatons pas de dispersion significative entre ces essais. L'anisotropie de ténacité est portée à la fois par une différence de force maximale et par une valeur de ténacité différente entre les configurations LS et TS. Les éprouvettes sollicitées suivant le sens L présentent une force maximale de 30% plus élevée que celles sollicitées suivant le sens T, ainsi les valeurs de ténacité des éprouvettes sollicitées suivant le sens L sont plus élevées ($\sim 25 \text{kJ/m}^2$) que celles sollicitées suivant le sens S ($\sim 13,5 \text{kJ/m}^2$). La pente des courbes de

la Figure 48 représente la valeur de dJ/da qui est associée à la résistance à la propagation de fissure. Cette valeur est très faible pour les deux configurations.

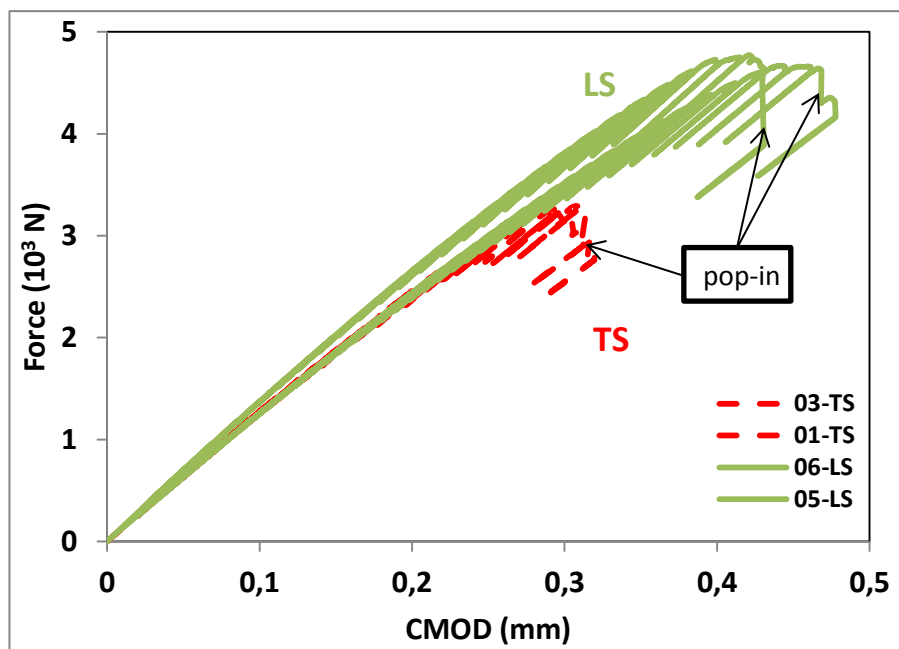


Figure 47 : Courbe force-ouverture des essais de ténacité pour les configurations TS et LS (les nombres devant les configurations représentent les numéros d'éprouvettes).

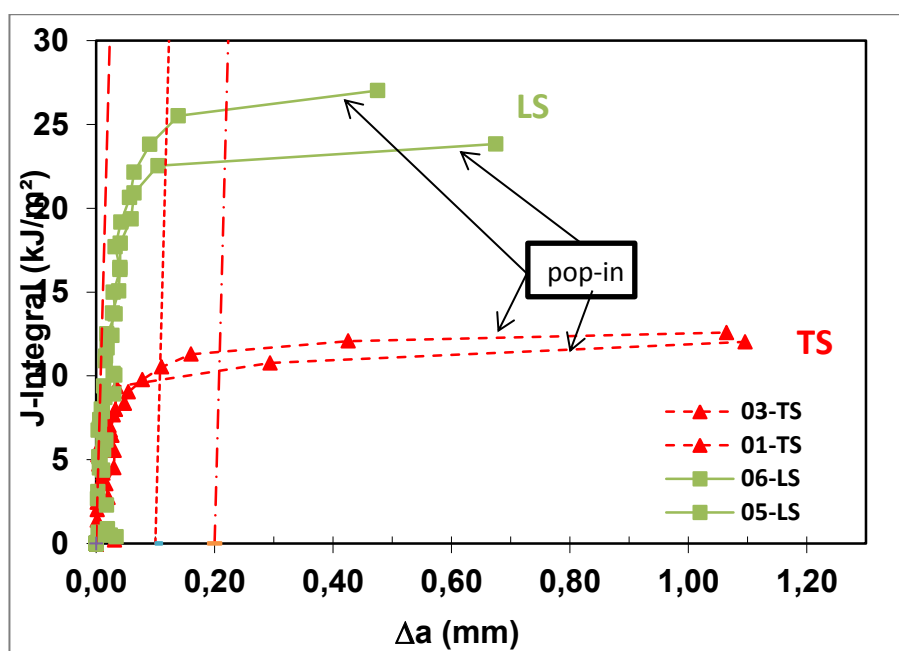


Figure 48 : Courbe de ténacité J en fonction de l'avancée de fissure Δa pour les configurations LS et TS.

Les courbes force-ouverture et les courbes intégrale de contour J-avancée de fissure Δa sont présentées sur la Figure 49 et la Figure 50 pour les configurations TL, ST et SL. La force maximale et la valeur de J de la configuration TL sont comparables avec celles de la configuration TS. Les essais sollicités suivant le sens S (configurations ST et SL) présentent une force maximale et une valeur de J plus élevée que les essais sollicités suivant le sens T. En revanche, l'essai suivant la configuration SL présente une instabilité de propagation de fissure qui a conduit à une propagation importante de la fissure (>1 mm). Tout comme les configurations LS et TS, ces essais présentent une résistance très faible à la propagation de fissure.

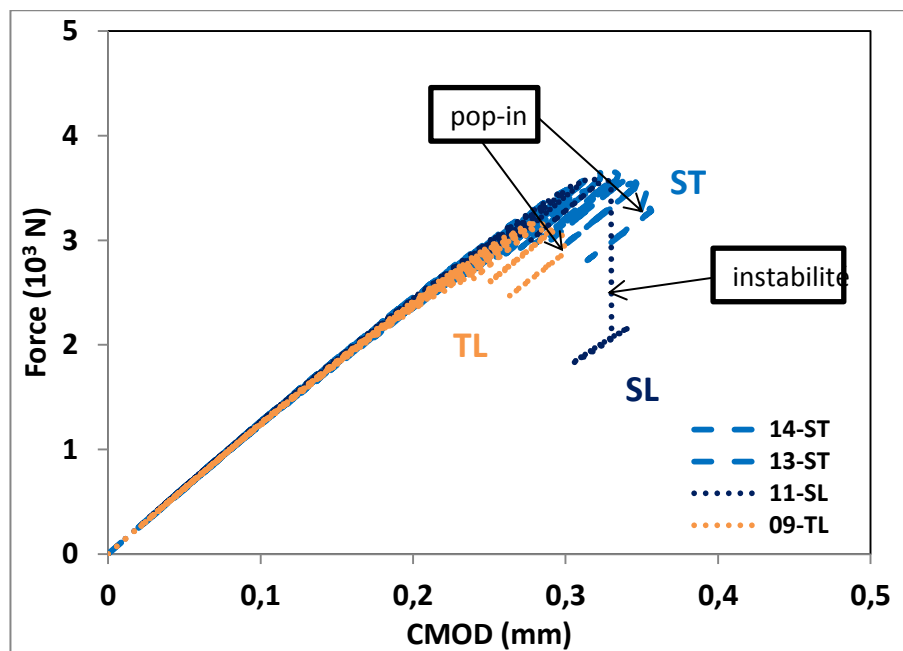


Figure 49 : Courbe force-ouverture des essais de ténacité pour les configurations ST, SL et TL.

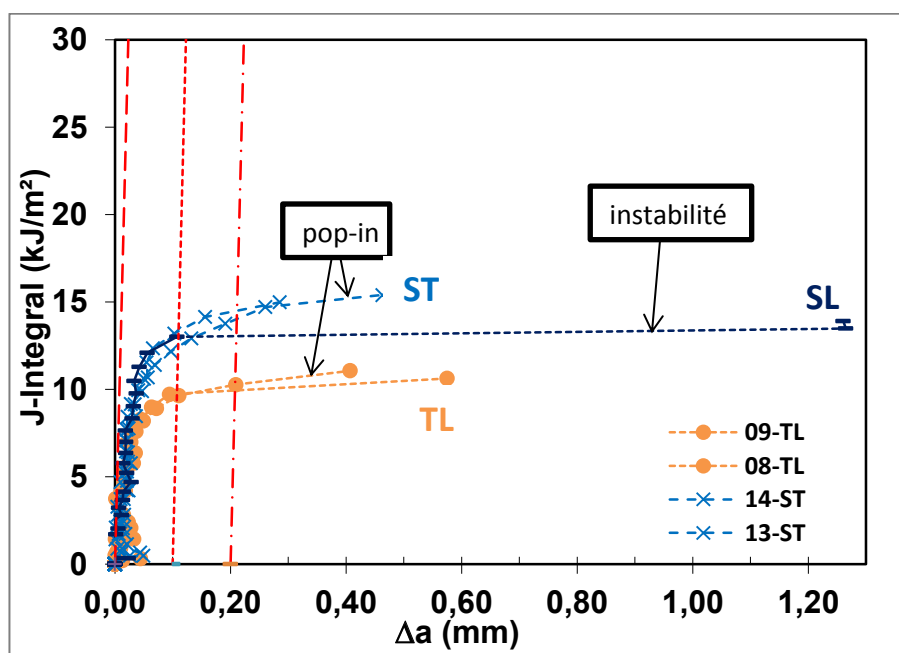


Figure 50 : Courbe intégrale de contour J en fonction de l'avancée de fissure Δa pour les configurations ST, SL et TL.

Le Tableau 7 récapitule les valeurs de ténacité (intégrale de contour J) pour le matériau FL. Dans la colonne *pop-in* ou *instabilité* de ce tableau, les fractions représentent le nombre d'instabilités ou de pop-in sur le nombre d'essais réalisés.

Une anisotropie marquée est constatée entre les différentes configurations. Nous distinguons trois sortes de valeurs : les essais sollicités suivant le sens L présentent des valeurs de ténacité plus élevées ($\sim 25 \text{ kJ/m}^2$) que ceux sollicités suivant le sens S ($\sim 13,5 \text{ kJ/m}^2$). Les éprouvettes sollicitées suivant le sens T présentent les plus faibles valeurs de ténacité ($\sim 10 \text{ kJ/m}^2$). La valeur de dJ/da caractérisant la résistance à la propagation de fissure est très faible et doit être considérée comme nulle pour l'ensemble des essais.

<i>Sens</i>	J_{Pi} (kJ/m^2)	$J_{0,2BL}$ (kJ/m^2)	dJ/da (MPa)	<i>pop-in</i> ou <i>instabilité</i>
LS		25,1	ND	2/2 pop-in
TS		10,6	2,7	2/2 pop-in

TL	10,1	1,3	1/2
ST	13,8	2,2	1/2 pop-in
SL	13,1	ND	1/1 instabilité

Tableau 7 : Tableau récapitulatif des résultats des essais de ténacité.

L'ensemble des essais de ténacité nous indique une faible résistance à la propagation de fissure pour cet alliage. Nous expliquerons la séquence d'endommagement et l'origine de l'anisotropie d'endommagement dans le chapitre suivant.

II.5 Bilan

Dans ce chapitre, une étude bibliographique a été exposée sur toutes les phases présentes dans l'alliage, les matériaux d'étude et les traitements thermomécaniques associés ainsi que l'influence de la microstructure sur la ténacité. La microstructure et les propriétés mécaniques des matériaux d'étude ont ensuite été caractérisées et présentées.

Les observations de la microstructure montrent une structure granulaire relativement fine (quelques centaines de micromètre). La structure granulaire est très anisotrope. Les grains sont allongés suivant la direction L avec un facteur 5 entre la longueur et la largeur du grain.

Trois types de précipités sont présents dans l'alliage : des précipités nanométriques de type Mg_xSi_y , des dispersoïdes au chrome et au manganèse ainsi que des précipités grossiers Mg_2Si et des intermétalliques au fer. Ces derniers possèdent des propriétés mécaniques différentes de celles de la matrice, qui se traduisent par des incompatibilités de déformation susceptibles d'être à l'origine de l'endommagement. La quantification des précipités Mg_2Si et des intermétalliques a été réalisée sur les volumes en 3D obtenus par tomographie X. La fraction volumique des Mg_2Si grossiers est $f_{Mg_2Si}=0,25\%$ et $0,43\%$ respectivement pour le matériau modèle FLM3 et le matériau FL. La fraction volumique des IMF est respectivement $f_{IMF}=0,57\%$ et $0,59\%$ pour le

matériau modèle FLM3 et le matériau FL. Ces valeurs seront utilisées comme des paramètres d'entrée du modèle de rupture.

Parallèle à la caractérisation microstructurale de l'alliage, des propriétés mécaniques sont obtenues à l'aide des essais de traction et de ténacité. Dans ce cadre, des essais de traction sur éprouvettes lisses ont été réalisés. Ces essais ont été effectués avec un nouveau système de mesure profilométrique permettant de mesurer à chaque instant de l'essai le profil de l'éprouvette. Cela a permis à l'aide des formules développées par Bridgman de déterminer la loi de comportement du matériau au-delà de l'instabilité plastique. La loi de Voce est utilisée pour décrire le comportement du matériau. Le comportement en traction montre une légère anisotropie sur la limite d'élasticité et la résistance mécanique. Une anisotropie importante de ductilité est constatée. Les éprouvettes sollicitées suivant le sens L sont plus ductiles que celles sollicitées suivant le sens S. La ductilité est minimale suivant le sens T.

Des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont également été réalisés afin d'évaluer la tolérance à la présence d'un défaut de l'entaille. Trois rayons d'entaille (AE10, AE4, AE2) sont testés afin d'étudier l'effet de la sévérité d'entaille, en d'autre terme l'effet de la triaxialité. Plus les entailles sont sévères, plus la force maximale est importante et plus la déformation à rupture est faible.

Des essais de ténacité sont réalisés afin d'étudier le comportement des matériaux avec une entaille extrêmement sévère : en présence d'une préfissure. Une anisotropie des valeurs de ténacité de nos alliages forgés est mise en évidence. En accord avec les travaux de Dumont [61, 62] et Achon [63], les éprouvettes sollicitées suivant le sens L sont systématiquement plus tenaces que celles sollicitées suivant S. Les éprouvettes sollicitées suivant le sens T présentent la valeur de ténacité la plus faible. La résistance à la propagation est dans tous les cas très faible ($dJ/da \sim 0$) et comporte de nombreux pop-in.

Chapitre III Identification du mécanisme d'endommagement et conséquence pour l'anisotropie

Dans le Chapitre II, nous avons mis en évidence la présence de deux types de précipités grossiers dans cet alliage : Mg_2Si grossiers et intermétalliques au fer (IMF). Certains auteurs ont montré que la ductilité et la ténacité de l'alliage étaient fortement dépendantes de ces phases grossières. L'évolution de l'endommagement ductile est souvent divisée en trois phases : germination de cavités sur ces précipités grossiers, croissance puis coalescence de cavités [64]. Par exemple, Yeh et Liu [65] ont montré la rupture des précipités grossiers durant la déformation plastique de l'alliage d'aluminium A357. Balasundaram et al. ont suggéré que l'endommagement dans les alliages d'aluminium est initié par la rupture des phases intermétalliques, puis suivi par la croissance et la coalescence des cavités [66]. Par ailleurs, ils ont indiqué que les intermétalliques au fer jouaient un rôle dominant dans le mécanisme d'endommagement dans les alliages 6061-T6 et 5086-O.

Nous commençons l'étude de l'endommagement expérimental par des essais de traction interrompus sous MEB in-situ où la surface de l'éprouvette est observée et l'endommagement quantifiés à chaque stade de l'essai. Le taux de triaxialité des contraintes est un facteur important dans l'évolution de l'endommagement ductile [67]. C'est pourquoi, l'état de contrainte en surface n'est pas représentatif de l'état de contrainte en volume, car la surface est en condition de contrainte plane alors que le volume est plutôt en condition de déformation plane. Par conséquent, la cinétique d'endommagement peut différer entre la surface et le volume de l'éprouvette [68-71]. Afin d'investiguer le mécanisme d'endommagement dans le volume pour un taux de triaxialité plus élevé, des essais de traction avec éprouvettes axisymétriques entaillées présentant différents rayons d'entaille ont été réalisés jusqu'à la rupture de l'échantillon ou interrompus avant. Des échantillons ont été prélevés au centre des éprouvettes et observés par tomographie X à l'ESRF. Afin d'identifier le mécanisme

d'endommagement en présence d'une fissure, une expérience de laminographie X in-situ est ensuite mise au point et présentée. Cet essai original permet de suivre l'évolution de l'endommagement durant la phase de propagation de fissure et de le quantifier par analyse d'images tridimensionnelles.

L'anisotropie de l'endommagement est susceptible d'être liée à l'anisotropie associée à la microstructure, notamment à la répartition et à la forme des précipités grossiers. A la fin de ce chapitre, cette anisotropie sera analysée au moyen d'essais de ténacité interrompus réalisés suivant les configurations TS et LS. Pour ce faire, des échantillons ont été prélevés dans des éprouvettes de ténacité et observés par tomographie X.

III.1 Évolution de l'endommagement de surface (apport des observations sous MEB in-situ en traction)

Des essais de traction in-situ sous Microscopie Électronique à Balayage (MEB) sont des moyens dorénavant classiques d'étude de l'endommagement [72, 73]. Ces essais ont été menés afin de visualiser et quantifier la séquence de l'endommagement en surface de l'éprouvette. Ces essais, initialement développés au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) de l'École Polytechnique, nécessitent la préparation soignée de la surface des échantillons indispensable pour les traitements d'image utilisés pour la mesure de critère de rupture (déformation critique) des précipités sur lesquels s'initient des cavités, puis afin d'évaluer la cinétique de croissance de ces cavités.

III.1.1 Procédures expérimentales

Les essais sont réalisés sur la machine de traction in-situ disponible au LMS, conçue pour être utilisée dans le MEB-FEG avec un capteur de force de 1000N (Figure 51a). L'essai mécanique est réalisé en déplacement imposé dont la vitesse est fixée à 1 $\mu\text{m/s}$. Afin de faciliter les observations, une double entaille circulaire avec un rayon de 2 mm a été réalisée sur les éprouvettes plates de manière à localiser la déformation dans

une zone réduite (Figure 51b). La vitesse de déformation ainsi imposée est de l'ordre de 10^{-4} s^{-1} .

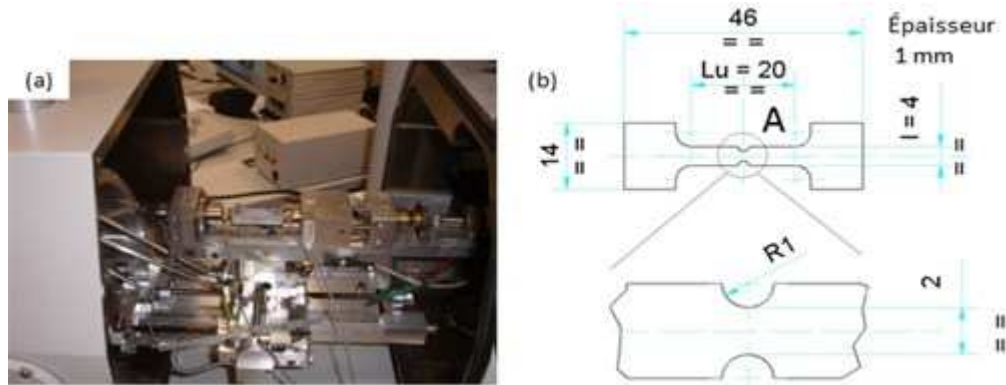


Figure 51 : (a) Machine de traction in-situ dans le MEB-FEG, (b) plan d'éprouvette.

Afin d'observer l'évolution de l'endommagement, les essais de traction sont interrompus à plusieurs niveaux du chargement. A chaque interruption, deux types d'images à grande résolution sont prises: des images à fort grandissement sur les précipités grossiers (x4000, voir Figure 52a) et des images à faible grandissement (x300, voir Figure 52b) assemblées qui couvrent la moitié de la zone la plus déformée. Les images à fort grandissement réalisées sur les précipités grossiers nous permettent qualitativement d'identifier le mode de rupture de ces derniers, ainsi que la croissance et la coalescence des cavités qui en découlent. Les analyses sont ensuite effectuées sur les images prises à faible grandissement et assemblées afin de quantifier l'évolution de l'endommagement.

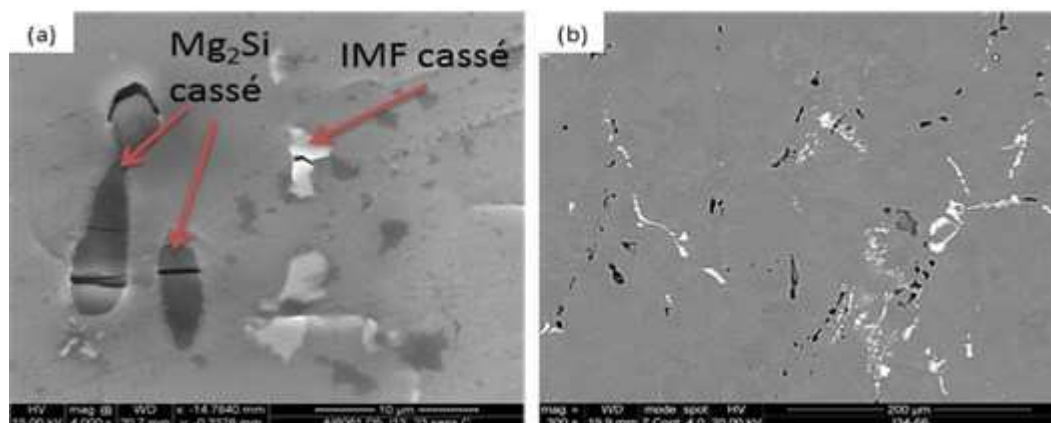


Figure 52 : Image MEB (a) à fort grandissement mettant en évidence la rupture des précipités grossiers, (b) à faible grandissement destinée au traitement d'images.

Sur certaines éprouvettes, un dépôt de micro-grilles d'or a été réalisé par micro-électrolithographie avec un pas de 2 μm (Figure 53a). Le champ des déformations locales a pu ainsi être déterminé par corrélation d'images [74, 75]. Cette technique est basée sur la mesure du champ de déplacement par minimisation d'une fonction de corrélation associée à deux points matériels homologues correspondant à une évolution de l'échantillon entre deux états de déformation. Les points homologues sont associés à la distribution de niveau de gris au sein d'une imagerie (zone d'intérêt). La carte de déformation a été calculée par le logiciel *Correlmanuv* [76]. Cette carte est ensuite superposée à la microstructure. Un exemple est illustré sur la Figure 53b pour une déformation vraie moyenne de 15%.

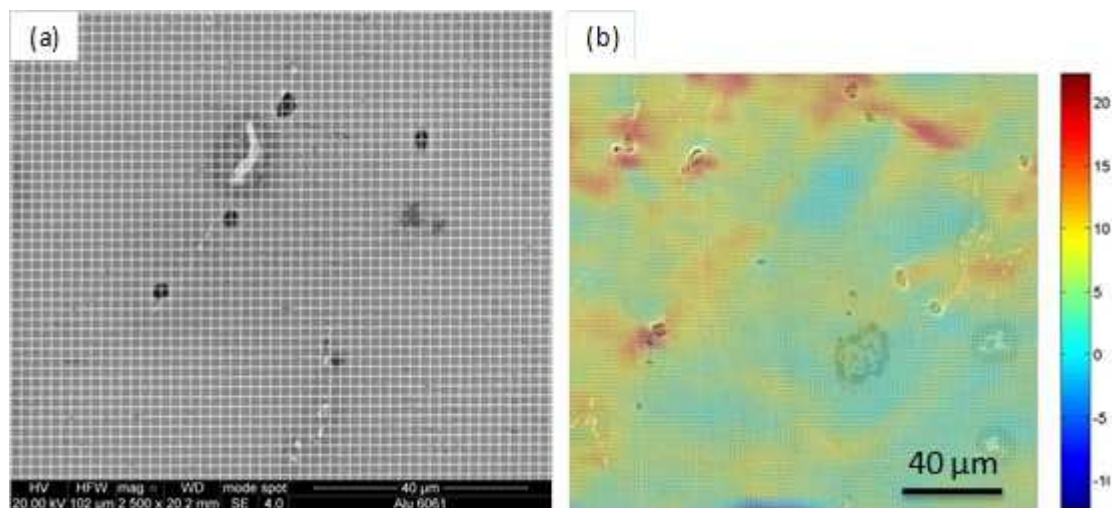


Figure 53 : (a) Micro-grille d'or déposée sur l'éprouvette; (b) champ de déformation locale suivant l'axe de sollicitation obtenue par corrélation d'images.

L'évolution de l'endommagement est mesurée à partir des images prises à faible grossissement et assemblées par le logiciel *ImageJ* avec le module *MosaicJ* [77]. Cette image assemblée couvre la moitié de la zone entre l'entaille et le centre de l'éprouvette dans la zone la plus déformée (Figure 54). Cette zone est ensuite divisée en quatre sous-zones correspondant à différentes valeurs de déformations locales, préalablement obtenues par calculs éléments finis réalisés sur les éprouvettes. L'évolution de l'endommagement associée aux différentes valeurs de déformation est étudiée quantitativement dans ces mêmes zones par analyse d'images sous le logiciel *Visilog* [78]. Tout d'abord dans l'image de référence, la fraction surfacique et la densité des

deux types de précipités sont calculées pour chaque zone d'analyse. Pour chaque niveau de déformation, les précipités endommagés sont retirés au fur et à mesure qu'ils s'endommagent. Nous considérons que la surface totale des précipités grossiers peut être assimilée à celle des cavités quand ils sont endommagés. Ainsi l'incrément de fraction surfacique d'endommagement est égal à la fraction surfacique du précipité endommagé. La fraction surfacique et la densité d'endommagement initié sur les deux types de précipités grossiers sont ensuite obtenues pour différents chargements. Étant donnée la symétrie de l'éprouvette, l'endommagement est moyenné entre les zones 1 et 2 ainsi qu'entre les zones 3 et 4. Cette méthode permet de quantifier les rôles joués respectivement par les Mg_2Si et les intermétalliques au fer dans le mécanisme d'endommagement, en tenant compte des incertitudes dues à l'erreur de mesure induit par le MEB. Cette erreur est essentiellement due au contraste trop faible entre les cavités et les précipités Mg_2Si grossiers. Nous comparerons donc ces résultats obtenus au MEB avec les mesures réalisées par tomographie X pour lesquelles le contraste est suffisamment important pour discriminer les objets analysés.

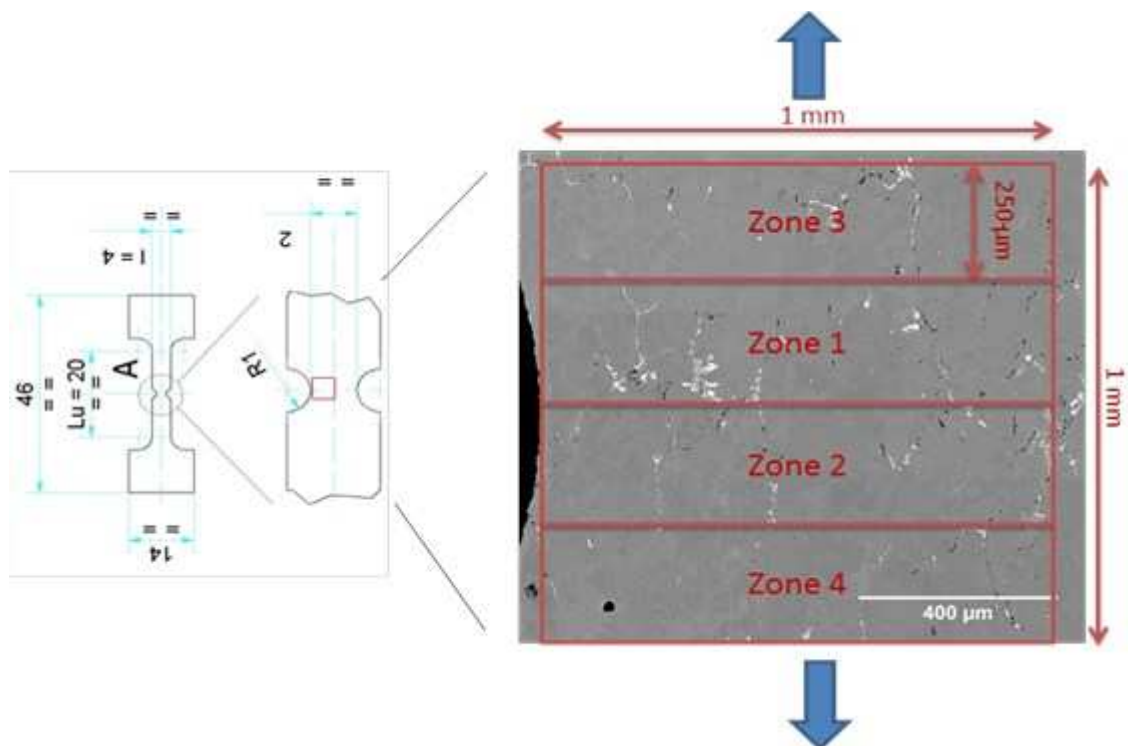


Figure 54 : Définition des zones d'analyses d'images par rapport à la géométrie de l'éprouvette.

Deux configurations de sollicitation sont testées dans cette étude : LS et TS. La première lettre correspond au sens de sollicitation et la seconde au sens de l'entaille. Dans un premier temps, nous présenterons les résultats qualitatifs de la séquence d'endommagement de cet alliage. Dans la deuxième partie, l'évolution d'endommagement quantitative sera présentée.

III.1.2 Résultats qualitatifs de l'évolution de l'endommagement de surface

La Figure 55 représente la séquence d'endommagement dans deux zones d'observation proches du centre de l'éprouvette. L'endommagement s'initie précocement sur les précipités grossiers de Mg_2Si par décohesion de l'interface précipité/matrice. En effet, on constate l'amorçage alors qu'en moyenne, le comportement de l'éprouvette est encore dans le domaine élastique. Ensuite les précipités se rompent par clivage. Pour les intermétalliques au fer (IMF), l'endommagement apparaît bien plus tardivement par rupture du précipité par clivage. Enfin, la rupture de l'éprouvette se produit par croissance et coalescence des cavités formées préalablement sur les précipités.

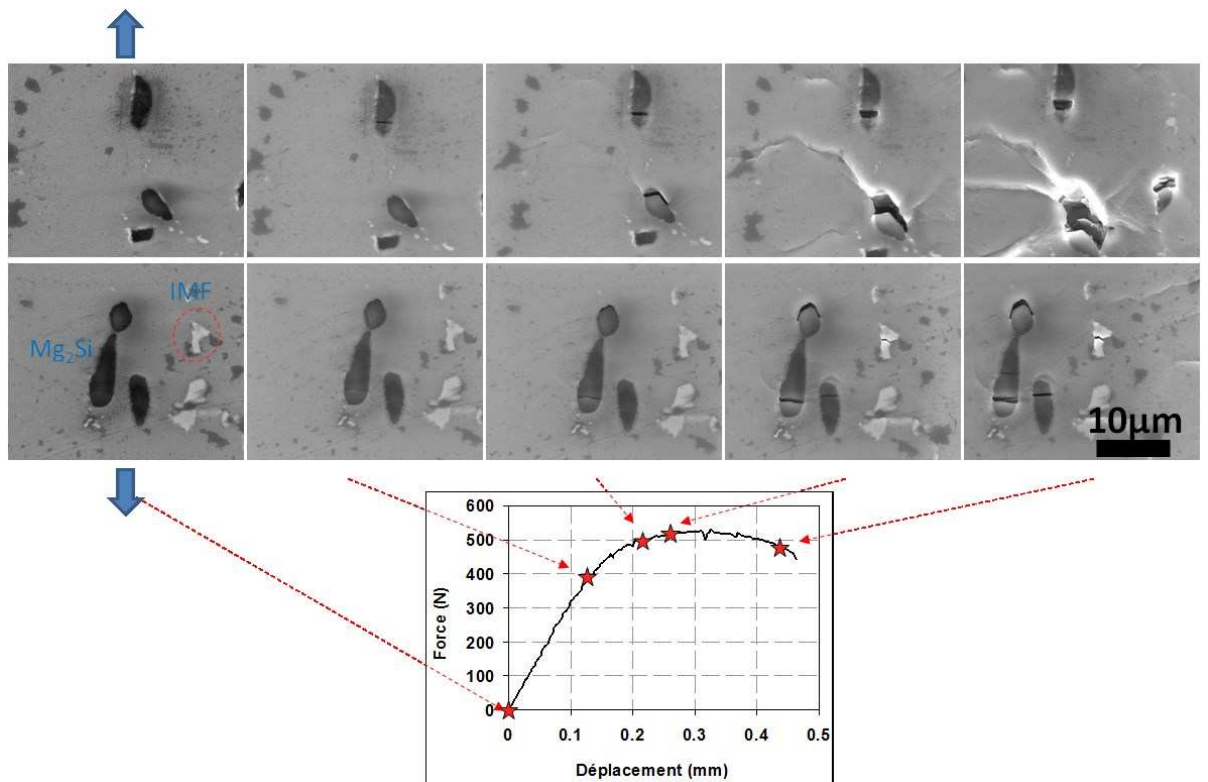


Figure 55 : Évolution de la microstructure pendant l'essai de traction sous MEB in-situ sur deux zones d'observations.

Nous détaillerons, par la suite, de manière qualitative les étapes associées à l'endommagement rencontré lors d'essais de traction in-situ (nucléation, croissance et coalescence des cavités).

III.1.2.1 Nucléation de cavités

La nucléation de cavités est souvent liée à la présence de précipités dans les matériaux [19, 79]. Nous observons que les modes d'amorçage concernant les précipités sont la décohésion de l'interface inclusion/matrice et la rupture de particules par clivage, ceci quelle que soit la fraction surfacique des précipités (Figure 56a). Ce mode de nucléation de cavités est observé par Goods et Brown [80] qui suggèrent que l'amorçage est d'autant plus facile que la taille des précipités est importante. Les décohésions et les microfissures sont orthogonales à la direction de traction. Lassance [81] a indiqué que les modes d'amorçage des intermétalliques au fer sont liés à leur orientation. La plupart des précipités orientés entre 0° et 45° par rapport à la direction

de sollicitation présente une rupture par clivage alors que dans le cas de ceux orientés entre 45° et 90° , on observe des décohésions de l'interface précipité/matrice. Dans notre alliage, la décohésion précipité/matrice et la rupture par clivages coexistent pour les précipités Mg_2Si grossiers tandis que l'amorçage pour les intermétalliques au fer (IMF) s'effectue uniquement par le mode de rupture par clivage. L'absence de la décohésion entre les IMF et la matrice suggère que l'interface IMF/matrice présente une grande résistance mécanique. Certains auteurs ont remarqué dans les alliages d'aluminium, la présence de deux populations de précipités, l'une avec une faible résistance à la nucléation de cavités et l'autre, présentant souvent une plus petite taille de précipité, avec une meilleure résistance [30, 82-84]. La seconde population de précipités, notamment les précipités de dispersoïdes au chrome et au manganèse, peuvent dans certains cas avoir des effets dominants vis-à-vis de la coalescence des cavités [85-87].

La décohésion d'interface entre les précipités Mg_2Si grossiers et la matrice peut apparaître très tôt même au cours du chargement élastique global. Les précipités allongés suivant la direction de sollicitation se rompent en plusieurs fragments (Figure 56b). Les microfissures dans les précipités s'orientent perpendiculairement à la direction de sollicitation macroscopique. Le nombre de fragments est d'autant plus nombreux que la longueur de précipité est importante.

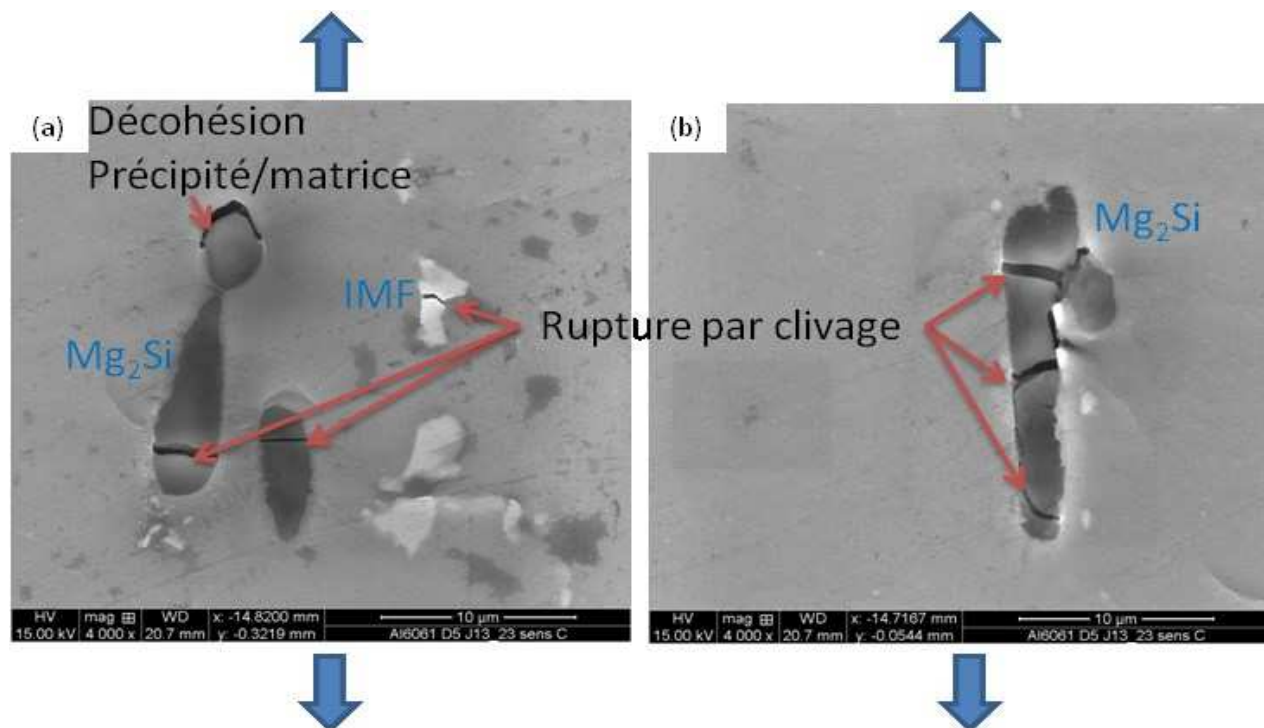


Figure 56 : Micrographies MEB obtenues pendant l'essai de traction in-situ. Deux mécanismes de nucléation sont observés : décohésion de l'interface précipité/matrice et rupture de précipité par clivage.

III.1.2.2 Croissance de cavités

Après la nucléation, les cavités initialement plates issues de la décohésion de l'interface ou de la rupture par clivage s'élargissent progressivement par déformation plastique de la matrice (Figure 57). La ductilité varie exponentiellement avec le taux de triaxialité des contraintes [88-91]. Cet effet est directement lié à l'augmentation de la vitesse de croissance des cavités, croissance qui s'effectue essentiellement suivant la direction de la sollicitation. Parallèlement à l'augmentation de la taille des cavités déjà créées, de nouvelles décohésions apparaissent à l'interface de nouvelles particules et de nouvelles ruptures apparaissent dans d'autres particules, voire dans les particules déjà endommagées. On a donc affaire à un phénomène de germination croissance continu.

La présence des bandes de cisaillement révèle la nécessité de l'activation de mécanismes de déformation plastique pour la croissance de cavités. La déformation

continue et les précipités ont tendance à s'orienter vers la direction la plus favorable pour la rupture.

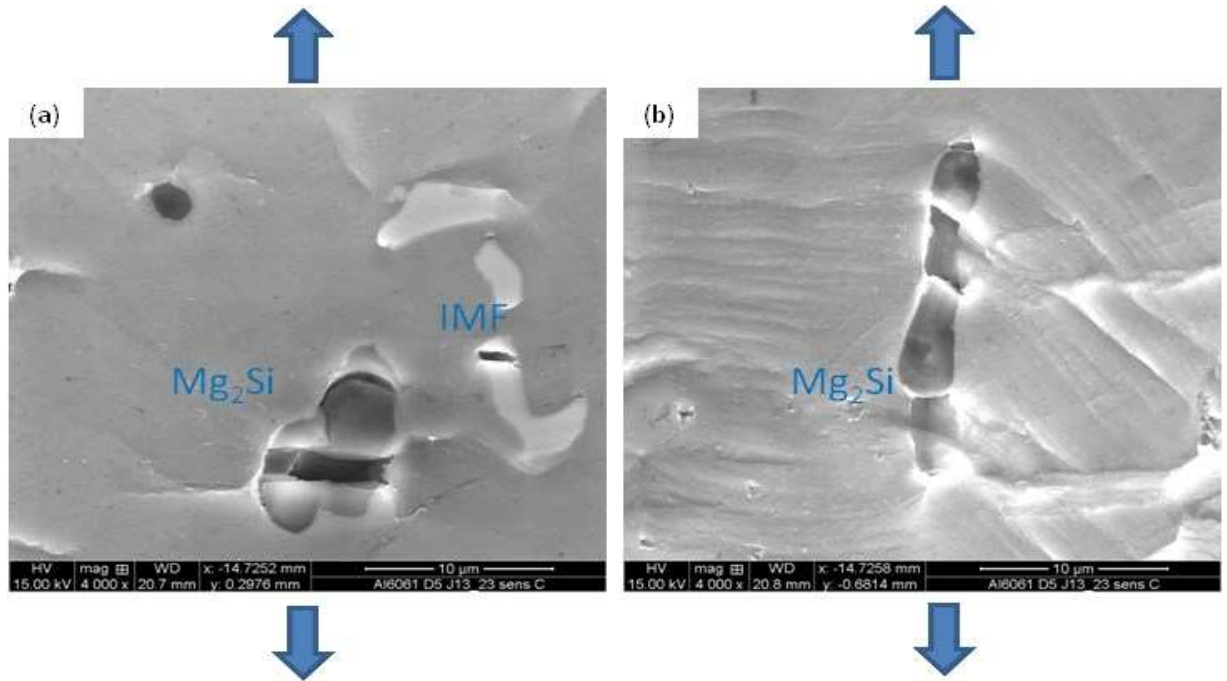


Figure 57 : Micrographies MEB obtenues pendant l'essai de traction in-situ lors de la phase de croissance de cavités.

III.1.2.3 Coalescence de cavités

La phase de croissance de cavités est active jusqu'au moment où les cavités commencent à interagir entre elles et la déformation plastique à se localiser dans les ligaments entre ces dernières. La Figure 58 met en évidence un mécanisme de coalescence des cavités qui, ensuite, mènera à la rupture des matériaux. Deux mécanismes de coalescence sont observés : la coalescence par cisaillement dans les ligaments entre les cavités (Figure 58a) et la coalescence par striction interne qui implique une croissance indépendante des cavités jusqu'à leurs contacts (Figure 58b). La transition entre la coalescence par cisaillement et la coalescence par striction interne est souvent observée dans les alliages d'aluminium quand le taux de triaxialité de contrainte, la capacité d'écroutissage [84] ou la vitesse de sollicitation [92] sont modifiés. Dans cette expérience de MEB in-situ, nous n'observons que la surface de l'éprouvette,

lieu où la triaxialité des contraintes est plus faible par rapport au centre de l'échantillon, ce qui favorise la coalescence par cisaillement dans les ligaments.

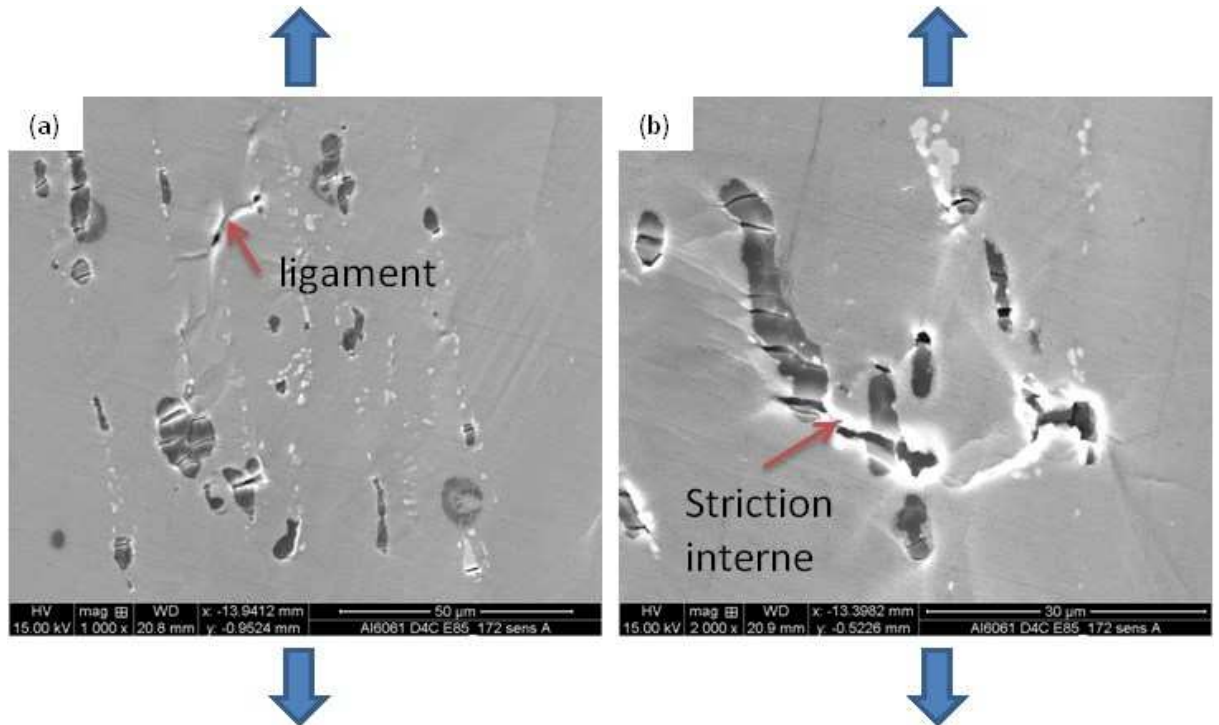


Figure 58 : Micrographies MEB obtenues pendant l'essai de traction in-situ. Deux mécanismes de coalescence des cavités sont mis en évidence : (a) coalescence par cisaillement dans les ligaments, (b) coalescence par striction interne.

III.1.2.4 Champs de déformation

Aux échelles d'observation obtenues au MEB, le champ de déformation est très hétérogène en raison de la microstructure [93]. La Figure 59 et la Figure 60 présentent les cartographies de déformation équivalente calculées par la corrélation d'images superposées aux microstructures initiales respectivement à l'endroit proche de l'entaille et au centre d'éprouvette. La déformation équivalente moyenne est proche de 5% ce qui correspond à la force maximale (532N) mesurée sur la courbe macroscopique force-déplacement.

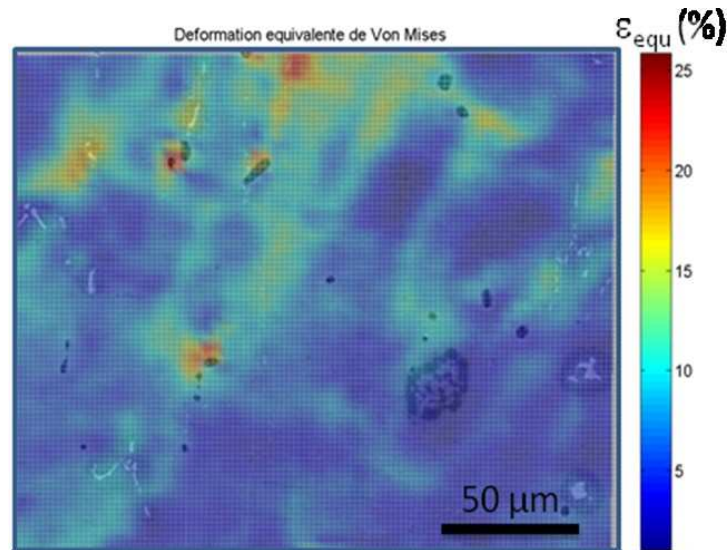


Figure 59 : Déformation équivalente locale obtenue par corrélation d'images superposée à la microstructure dans une zone proche de l'entaille de l'éprouvette.

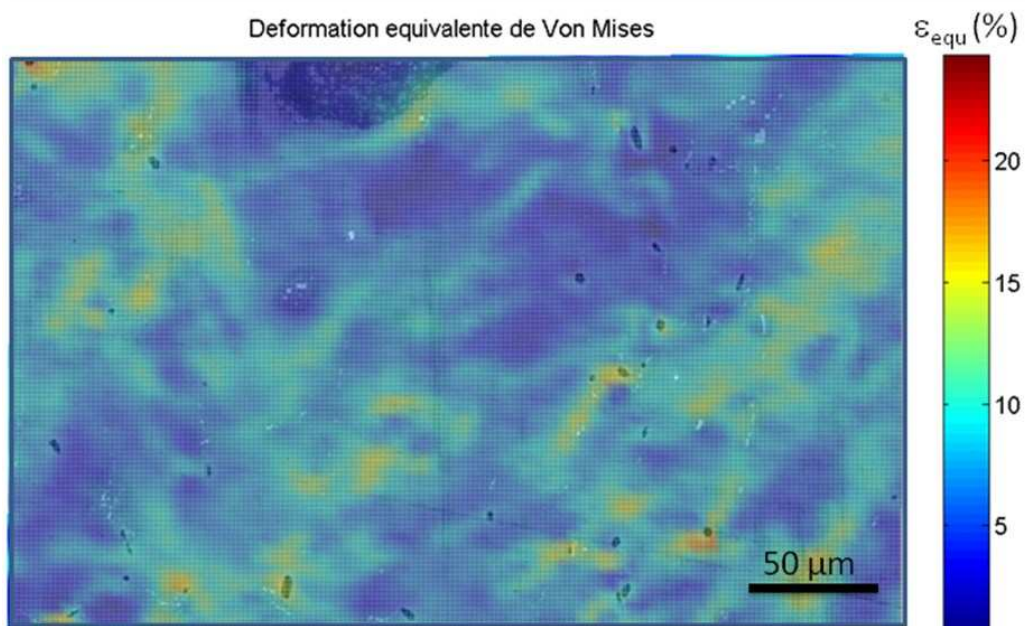


Figure 60 : Déformation équivalente locale obtenue par corrélation d'images superposée à la microstructure dans une zone au centre d'éprouvette.

Quelques localisations de déformation apparaissent aux niveaux des précipités grossiers. Des bandes de localisation orientées à 45° par rapport au sens de sollicitation relient les précipités grossiers. L'analyse du champ de déformation locale confirme donc le mécanisme d'endommagement observé qualitativement. Les précipités grossiers

sont des sites préférentiels d'endommagement. La rupture se produit par la croissance puis la coalescence des cavités. Cette coalescence entre les cavités initiées sur précipités se fait essentiellement par cisaillement quand ceux-ci sont éloignés.

III.1.3 Résultats quantitatifs de l'évolution de l'endommagement en surface

La Figure 61 présente l'évolution de la microstructure pour différents niveaux de déformation équivalente. Initialement, aucun endommagement n'est constaté sur les IMF mais la plupart des Mg_2Si grossiers sont déjà endommagés. Des fissures sont constatées dans les IMF à partir d'une certaine valeur de déformation. Le nombre d'IMF fissurés et l'ouverture des fissures sont d'autant plus importants que la déformation équivalente est élevée. À une déformation équivalente de 23% (Figure 61d), en surface non seulement tous les précipités de Mg_2Si grossiers sont endommagés, mais plusieurs précipités de Mg_2Si grossiers au-dessous de la surface deviennent visibles.

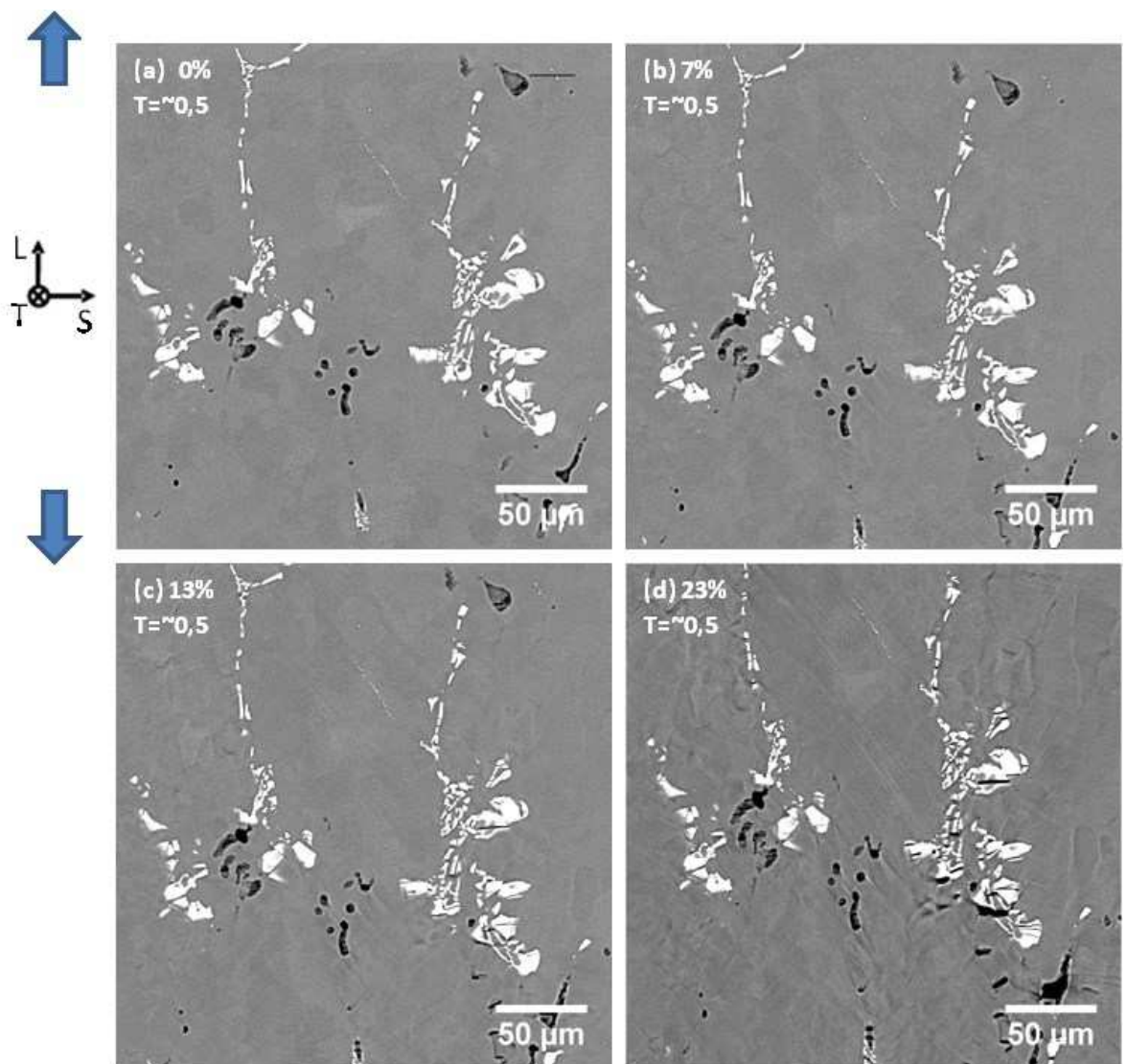


Figure 61 : Évolution de l'endommagement pour une éprouvette en configuration LS pour différents niveaux de déformation équivalente locale : (a) 0%, (b) 7%, (c) 13% et (d) 23%.

L'évolution de l'endommagement peut être mesurée en termes de fraction de précipités endommagés exprimée en nombre ou en aire (Figure 62a et b). La fraction en nombre de précipités endommagés est définie comme le ratio entre la densité des précipités endommagés sur la densité de ce type de précipités [66]. Les résultats montrent une dépendance de la densité et de la fraction en nombre d'endommagement avec la déformation équivalente. Au cours de la déformation, le nombre de précipités endommagés augmente. La Figure 62b illustre l'évolution de la fraction surfacique

normalisée de précipités endommagés qui est définie comme le ratio entre la fraction surfacique de précipités endommagés sur la fraction surfacique de la totalité de précipités de ce type.

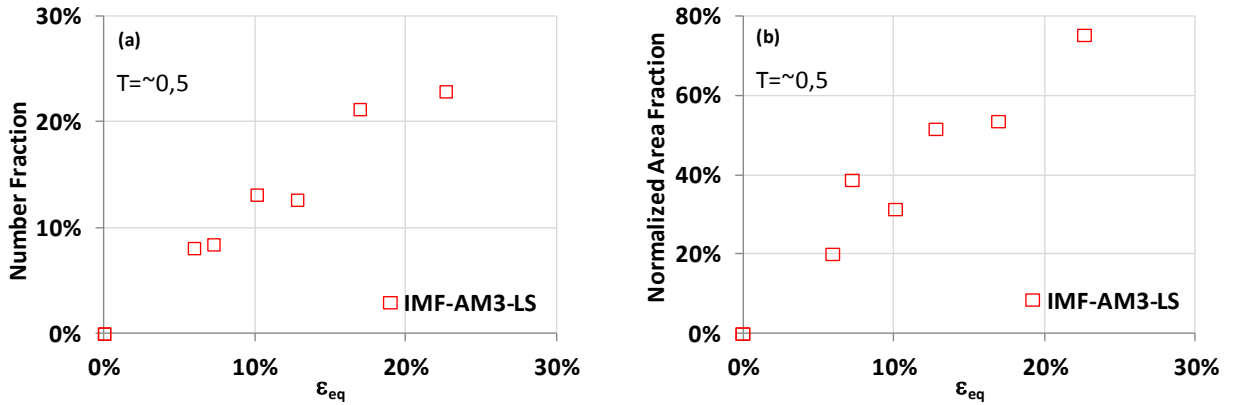


Figure 62 : Évolution de l'endommagement respectivement initié sur IMF pour une éprouvette de configuration LS en termes de : (a) fraction en nombre de précipités endommagés et (b) fraction surfacique normalisée de précipités endommagés. Le taux de triaxialité des contraintes est estimé à $\sim 0,5$.

Afin de modéliser la cinétique de la nucléation des cavités sur les intermétalliques au fer, nous reprenons la loi de nucléation de cavités de Chu et Needleman [94] (voir paragraphe IV.2.3.1) :

$$\dot{f}_{nucleation} = \frac{f_{n0}}{s_{n0} \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2} \left(\frac{\epsilon_{eq}^p - \epsilon_{n0}}{s_{n0}}\right)^2\right) * \dot{\epsilon}_{eq}^p \quad \text{Eq. 10}$$

L'intégration de cette équation représente l'évolution de la fraction volumique de cavités nucléées:

$$f_{nucleation} = \frac{f_{n0}}{2} \left(1 + \operatorname{erf} \frac{\epsilon_{eq}^p - \epsilon_{n0}}{\sqrt{2}s_{n0}}\right) \quad \text{Eq. 11}$$

où erf représente la fonction d'erreur :

$$\operatorname{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-\xi^2} d\xi \quad \text{Eq. 12}$$

Dans cette étude, la densité en nombre (nombre par unité de surface) est définie comme le nombre de précipités endommagés divisé par la surface d'analyse (1 mm²). En supposant que la taille des précipités IMF est constante pendant la phase de nucléation, ce qui conduit à $V=198\mu\text{m}^3$, soit $S=34\mu\text{m}^2$ (voir Tableau 4 dans le paragraphe II.3.3.2.a), nous pouvons déduire que la densité de cavités nucléées vaut :

$$Density = f_{nucleation} / S = \frac{f_{n0}}{2} \left(1 + \operatorname{erf} \frac{\varepsilon_{eq}^p - \varepsilon_{n0}}{\sqrt{2}s_{n0}} \right) / S \quad \text{Eq. 13}$$

La Figure 63 présente la densité d'IMF endommagés en fonction de la déformation équivalente mesurée en cours d'essais in-situ sous MEB et prédit par la loi de nucléation ci-dessus avec les paramètres suivants : $\varepsilon_{n0} = 10\%$, $s_{n0} = 10\%$ et $f_{n0} = 0,57\%$ qui correspond à la fraction volumique d'IMF présents dans le matériau. Ces valeurs pour ε_{n0} et s_{n0} représentent le meilleur ajustement entre l'expérience et la prédiction du modèle.

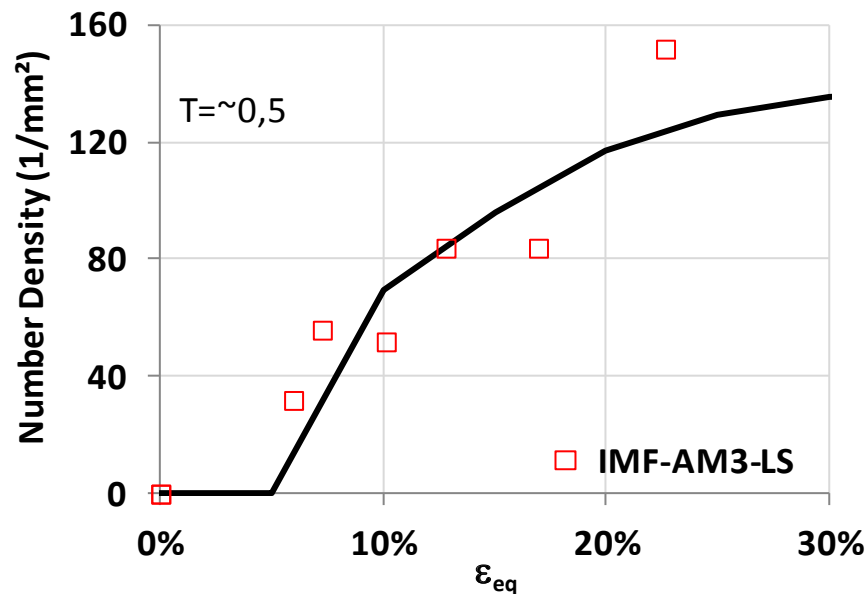


Figure 63 : Comparaison (en termes de densité de cavités) de l'évolution de l'endommagement initié sur IMF entre la loi de nucléation (courbe noire) et l'observation au MEB in-situ (symboles rouges) pour une éprouvette en configuration LS. Le taux de triaxialité de contraintes T est estimé à environ 0,5.

L'analyse des expériences de traction in-situ sous MEB nous a permis d'identifier en 2D le scénario d'endommagement en surface de l'éprouvette, lieu où le taux de triaxialité de contraintes est le plus faible. Une loi de nucléation de cavités sur les intermétalliques au fer est identifiée et destinée aux simulations par éléments finis dans le Chapitre IV. En revanche, Babout [70, 71] a montré, sur les matériaux modèles composites à base d'aluminium, que la nucléation est plus rapide dans le volume qu'en surface. L'évolution de l'endommagement à plus fort taux de triaxialité sera donc analysée dans le paragraphe suivant.

III.2 Évolution de l'endommagement dans le volume (apport des observations des essais de traction AE réalisées sous tomographie X ex-situ)

Dans ce paragraphe, nous quantifierons en 3D l'évolution de l'endommagement au centre d'éprouvettes de traction axisymétriques entaillées pour différents taux de triaxialité des contraintes. Un modèle d'endommagement de type « Rice-Tracey » (modèle de croissance décrit dans le paragraphe IV.2.2.1) est utilisé pour modéliser l'évolution de l'endommagement.

III.2.1 Procédure expérimentale

L'évolution de l'endommagement a été caractérisée à l'aide d'observations tridimensionnelles par tomographie X sur des échantillons de dimension $1 \times 1 \times 15 \text{ mm}^3$ prélevés dans des éprouvettes de traction axisymétriques entaillées (AE) prédéformées à différents taux de déformation au niveau de l'axe de symétrie (un exemple sur AE2 est donné sur la Figure 64a). Ces échantillons ont été observés par tomographie X à l'ESRF sur la ligne ID19. L'énergie de la ligne tomographique est de 17,6 keV et 1500 projections par acquisition sont réalisées. La résolution est fixée à $0,7 \mu\text{m}/\text{pixel}$. A cause des artefacts associés aux rings [95], des volumes de seulement $(315 \times 315 \times 1260) \mu\text{m}^3$ prélevés au centre des éprouvettes sont dépouillés. Une coupe 2D du volume observé est illustrée sur la Figure 64b pour le matériau FLM3, une éprouvette AE2 et une contraction diamétrale $Z\%=7,46\%$. Cette zone d'observation est ensuite découpée en 4

sous-zones d'intérêt (ROI) de volume $(315 \times 315 \times 315) \mu\text{m}^3$. L'analyse d'images est ensuite conduite dans ces ROI. La taille de ROI est choisie pour être suffisamment grande pour être représentative mais suffisamment petite pour que la déformation et le taux de triaxialité soient spatialement homogènes dans ces zones.

La méthode de seuillage classique est basée sur les niveaux de gris. Afin de ne pas prendre en compte les cavités de très petite taille, toutes les cavités plus petites que $3 \times 3 \times 3$ voxels, soit $9,3 \mu\text{m}^3$, sont éliminées. Ce filtrage est identique à celui utilisé pour les observations microstructurales présentées dans le paragraphe II.3.3.1. Nous en déduisons la fraction volumique $f\%$, le volume moyen V et la densité de cavités D . Nous moyennons ces valeurs dans la zone 1 et la zone 2, ainsi que dans la zone 3 et la zone 4 du fait de la condition symétrique d'observation.

Afin d'étudier la relation entre l'évolution de l'endommagement et l'état de contraintes, des calculs aux éléments finis sont effectués afin de déterminer le taux de triaxialité et la déformation équivalente dans les mêmes zones (zone 1+2 et zone 3+4, voir Figure 64c). Le taux de croissance de cavités ($\tau = R/R_0$) est calculé dans ces zones par le modèle de Rice-Tracey (voir paragraphe IV.2.2). Le volume moyen de cavités à l'instant t est donc obtenu par $V = 4/3 \cdot \pi R^3 = 4/3 \cdot \pi (\tau R_0)^3 = V_0 \tau^3$. La densité de cavités D reste constante pendant la déformation du fait que la nucléation de cavités soit négligée dans ce modèle. Ainsi, la fraction volumique est calculée comme suit : $f = D_{ini} \cdot V = D_{ini} \cdot V_0 \tau^3$. Les essais de traction in-situ sous MEB (paragraphe III.1) nous montrent que les précipités Mg_2Si grossiers sont endommagés dès le début du chargement. Par conséquent, les valeurs de densité et de volume de précipités Mg_2Si grossiers peuvent être considérées comme des valeurs de cavités initiales. Ces valeurs sont obtenues par analyse microstructurale du matériau et présentées dans le paragraphe II.3.3.2.a, soit $D_{ini} = 25 \times 10^{-6} / \mu\text{m}^3$, $V_0 = 103 \mu\text{m}^3$.

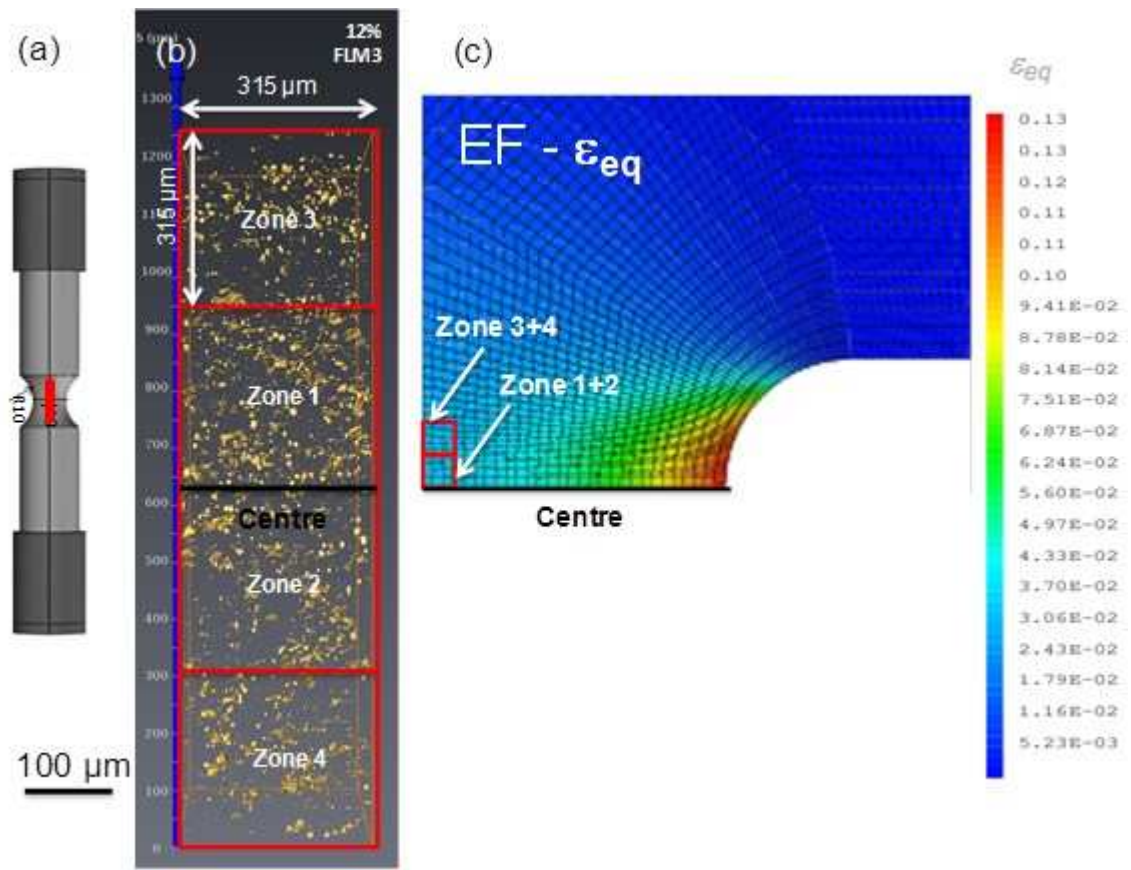


Figure 64 : Exemple de prélèvement de l'échantillon et zones d'observation tomographiques pour FLM3-AE2: (a) prélèvement d'échantillon dans l'éprouvette, (b) rendu volumique obtenu en tomographie X et zones d'analyses, (c) cartographie de la déformation équivalente obtenue par calculs EF et des zones associées à l'observation tomographique.

III.2.2 Résultats

La Figure 65 présente des coupes bidimensionnelles de l'endommagement pour différents niveaux de déformation. On observe que, pour de faibles taux de déformation $\varepsilon_{eq}=2\%$, il existe déjà des précipités de Mg_2Si endommagés. Les IMF ne s'endommagent pas encore à ce stade. On remarque également que, durant la phase de croissance, quelque soit la direction de l'allongement initial des précipités, l'expansion latérale des cavités est parallèle au sens de la sollicitation. Cela a également été observé par Lassance [81].

L'évolution de l'endommagement est fortement dépendante du taux de déformation et du taux triaxialité de contraintes. Pour un taux de triaxialité de contraintes T donné (Figure 65a, b et c), l'endommagement est d'autant plus important que le taux de déformation équivalente est élevé. On observe la coalescence des cavités dans le sens perpendiculaire au sens de sollicitation pour une déformation locale de 3,3% et un taux de triaxialité $T=1,5$ (Figure 65c).

La dépendance du taux de triaxialité des contraintes est également mise en évidence. Même si le taux de déformation est beaucoup plus faible dans la Figure 65c que dans la Figure 65d (3,3% contre 12%), l'endommagement de l'échantillon pour la faible valeur de déformation est plus important que pour la forte valeur de déformation car le taux de triaxialité est plus élevé, soit $T=1,5$ pour la faible déformation contre $T=0,8$ pour la forte déformation. Cela signifie que le taux de triaxialité joue un rôle de premier ordre dans la phase de croissance de cavités. Comme montré dans le modèle de Rice-Tracey, le taux de croissance de cavités évolue de façon exponentielle vis-à-vis du taux de triaxialité des contraintes.

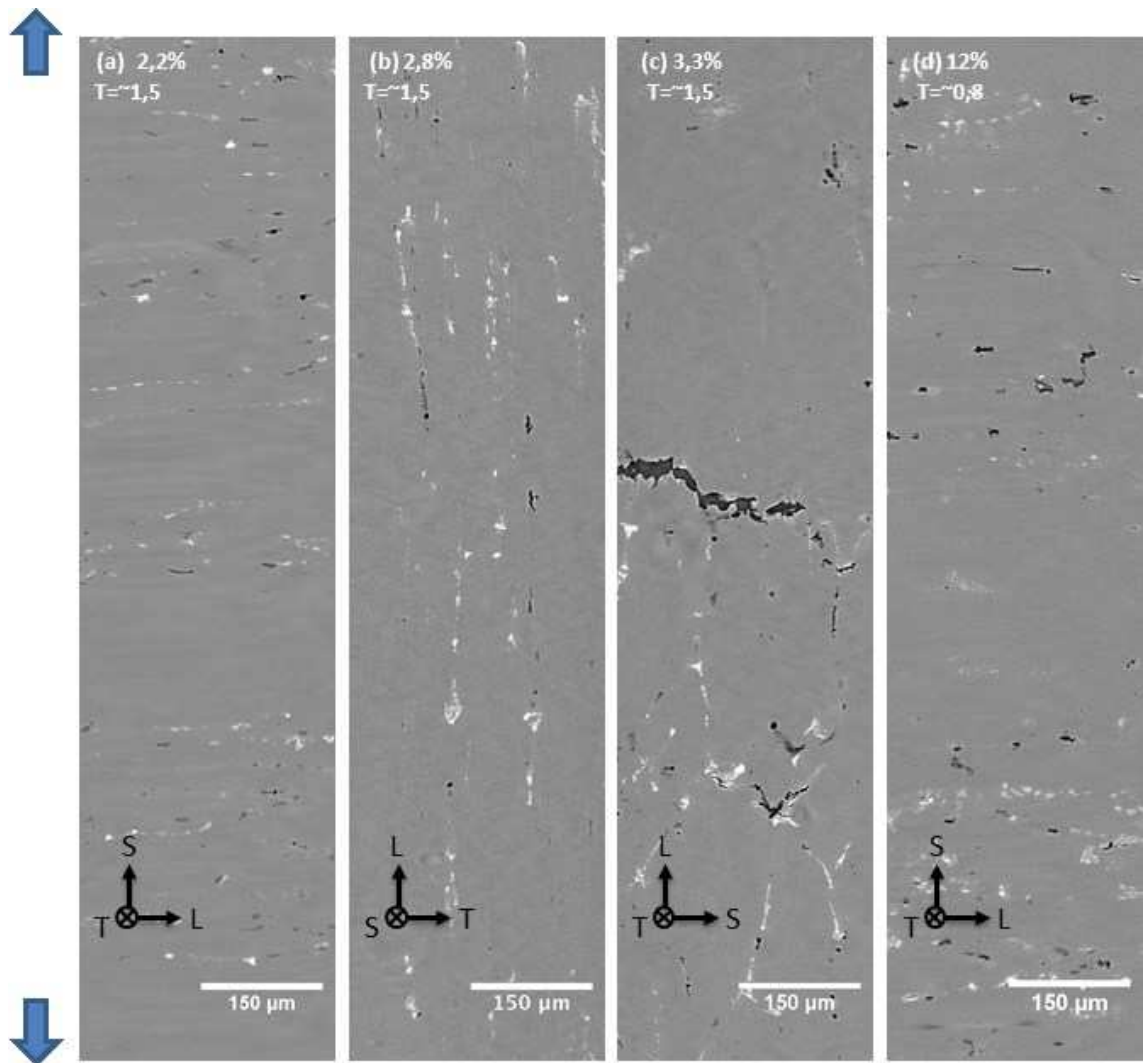


Figure 65 : Coupes 2D des éprouvettes AE interrompues: (a) AE2 à 2,2%, (b) AE2 à 2,8%, (c) AE2 à 3,3%, (d) AE10 à 12%.

La Figure 66 présente l'évolution de l'endommagement en fonction du taux de triaxialité des contraintes (T) et du taux de déformation équivalente (ϵ_{eq}). Ces deux valeurs sont calculées par éléments finis à chaque pas de temps dans les zones spécifiques. Nous comparerons les résultats expérimentaux obtenus par observations tomographiques et la prédiction du modèle de Rice-Tracey en termes de l'évolution du volume moyen, de la fraction volumique et de la densité de cavités.

Comme nous l'avons mentionnée, la nucléation de cavités est négligée dans le modèle de Rice-Tracey (RT) ainsi la densité des sites de cavités est supposée identique durant la déformation de l'échantillon. En revanche, nous observons que le nombre de

précipités rompus croit avec la déformation (Figure 66a), la nucléation est donc continue. On observe une dépendance du taux de nucléation de cavités avec le taux de la triaxialité de contraintes. Plus la triaxialité est importante et plus la nucléation de cavités est rapide. La densité de cavités atteint $40 \times 10^{-6} / \mu\text{m}^3$ à 12% de déformation pour un taux de triaxialité de 0,8 (éprouvettes AE10). Pour la même valeur de densité de cavités, une déformation de 3% suffit pour un taux de triaxialité de 1,5 (éprouvettes AE2).

L'évolution de la fraction volumique de cavités est présentée sur la Figure 66b. La fraction volumique de cavités augmente rapidement à partir de la coalescence de cavités (3% de déformation pour AE2 et 12% pour AE10). Le modèle RT prédit correctement l'évolution de la fraction volumique avant la coalescence de cavités pour AE2 et la sous-estime pour AE10, comme cela avait été observé par Agarwal et al. [32]. En effet, comme montré dans le paragraphe III.1.3, la nucléation atteint son niveau maximal pour une déformation équivalente de 10%. Ce phénomène est néanmoins totalement négligé dans le modèle RT. La fraction volumique critique de coalescence f_c est estimée à environ 0,4%, valeur qui est indépendante du taux de triaxialité.

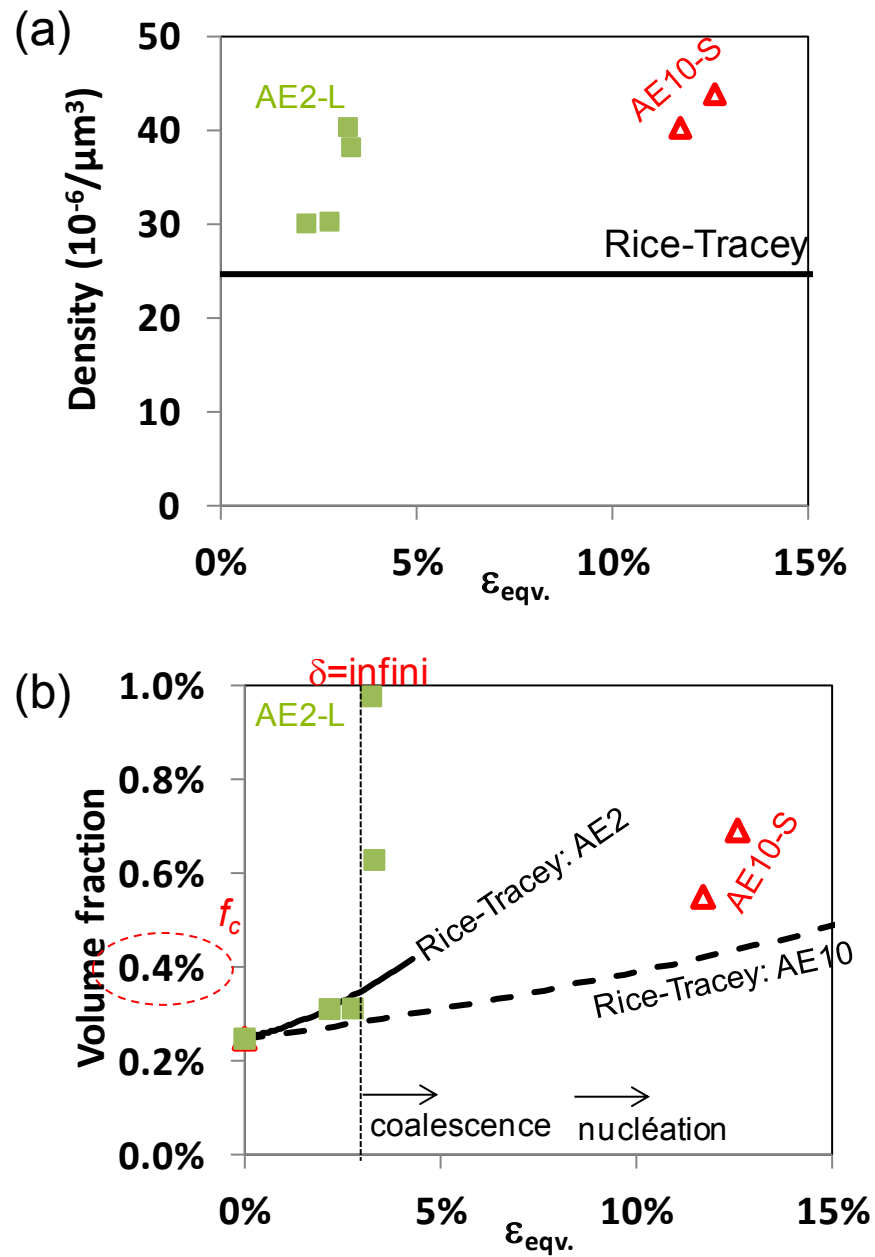


Figure 66 : Évolution de l'endommagement avec la déformation équivalente : (a) densité de cavités, (b) fraction volumique de cavités. Matériau FLM3, éprouvette AE10 ($T \approx 0,8$) et AE2 ($T \approx 1,5$), sens de sollicitation L ou S. RT représente les résultats de la simulation par éléments finis avec le modèle de Rice-Tracey.

Dans ce paragraphe, l'évolution de l'endommagement a été quantifiée en 3D dans le centre des éprouvettes de traction axisymétriques entaillées interrompues à

différents niveaux de déformations pour différentes géométries d'entaille. Nous mettons ainsi en évidence que la fraction volumique critique de la coalescence ($f_c=0,4\%$ pour les éprouvettes AE2 et AE10) est peu dépendante du taux de triaxialité. Il serait intéressant de comparer ces observations avec les études de traction in-situ sous tomographie X, ex. les travaux de Maire et al. [96-99]. Avec le paramètre α ajustable dans le modèle de Rice-Tracey couplé avec la nucléation continue, le modèle Bouaziz [100] utilisé dans ces études arrive à prédire la croissance de cavités.

III.3 Mécanisme d'endommagement durant la propagation de fissure (apport de laminographie X in-situ)

Les paragraphes précédents ont mis en évidence le scénario représentatif de l'évolution de l'endommagement au cours d'essai de traction que ce soit en surface ou en volume et pour différents taux de triaxialité des contraintes. Nous allons à présent nous focaliser sur la mise en évidence des paramètres microstructuraux influençant les mécanismes d'endommagement en présence d'une fissure. L'objectif est de comprendre l'origine des avancées brutales de la fissure lors des essais de ténacité. Nous focaliserons notre étude sur les précipités grossiers (Mg_2Si et IMF) qui semblent influencer de manière importante la ténacité [63].

Afin d'investiguer la séquence d'endommagement durant la propagation de fissure, des observations bidimensionnelles (2D) ont été souvent utilisées sur des éprouvettes de ténacité (CT) [101]. Pour cela, un essai de ténacité a été arrêté après la valeur maximale de l'effort. Une coupe transversale de l'éprouvette a alors été réalisée. Comme le montre la coupe métallographique présentée sur la Figure 67, autant la fissure de fatigue est bien délimitée, autant la propagation au cours de l'essai de ténacité ne présente pas un front de fissure bien marqué : la zone de propagation est constituée d'un chapelet continu de porosités dont la taille croît lorsque l'on se rapproche du front de pré-fissuration.

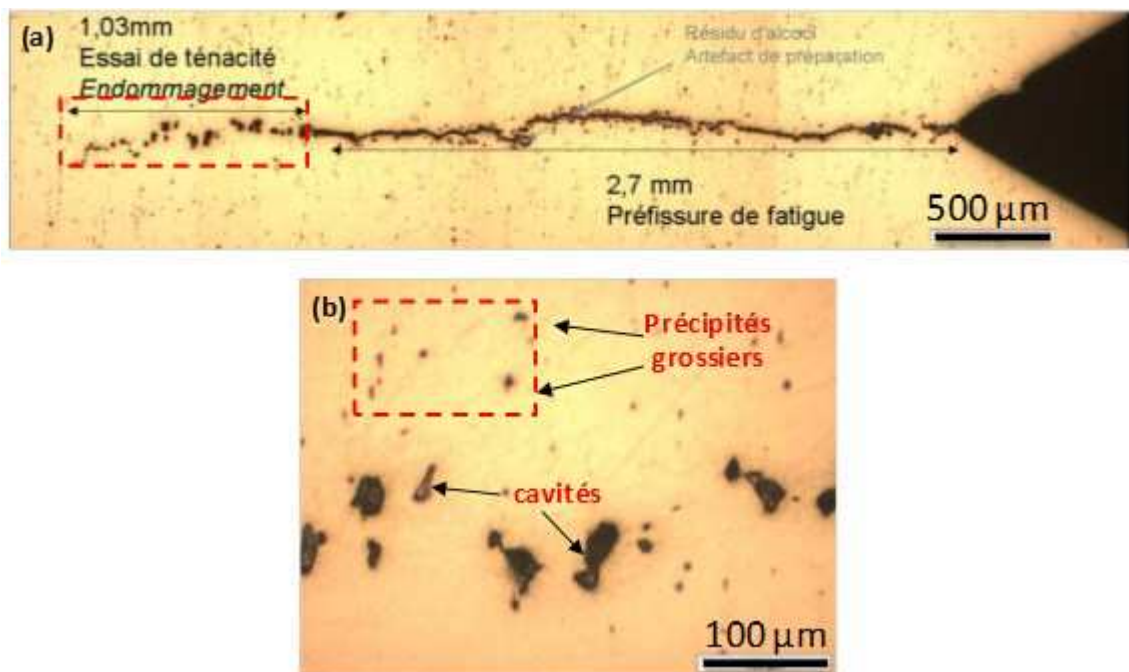


Figure 67 : Coupe transversale sur l'éprouvette de l'essai de ténacité interrompu au-delà de l'effort maximal : (a) endommagement marqué au devant de la fissure; (b) zoom de la zone endommagée au devant de la pré-fissure (zone encadrée en rouge de la Figure 67a).

L'endommagement en aval de la pré-fissure de fatigue se met en place par création de porosités alignées qui croissent lors de l'essai. On n'a donc pas une propagation de fissure avec un front continu mais la création d'un milieu endommagé ce qui explique la différence constatée entre l'avancée de fissure déterminée par la méthode de la complaisance et celle mesurée post mortem. Une preuve supplémentaire est apportée par le faciès de la Figure 68 résultant d'une forte oxydation de l'éprouvette CT en fin d'essai avant la fissuration de fatigue finale destinée à ouvrir l'éprouvette. Les zones blanches non oxydées correspondent aux ponts de matière non rompues en fin d'essai.

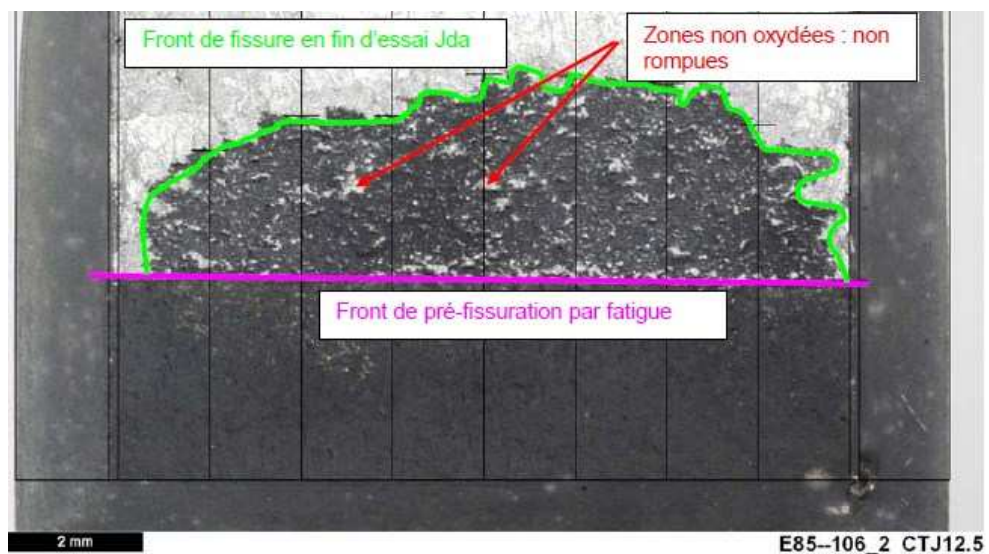


Figure 68 : Faciès de rupture après oxydation servant à déterminer l'avancée de fissure par la méthode des 9 points : en noir les zones oxydées.

Ces premières observations montrent que la propagation de la fissure dans cet alliage est tout à fait particulière avec un front de fissure qui n'est pas bien défini. Il se crée, en aval, de la fissure une zone endommagée qui rompt par coalescence des cavités. Afin de mieux caractériser ce phénomène singulier d'avancée de fissure, on se propose d'utiliser, une nouvelle fois la tomographie X. Cette technique d'observation peut être utilisée pour déterminer l'évolution de l'endommagement in-situ dans le volume des matériaux avec une épaisseur d'éprouvettes allant jusqu'à 1 mm. Des études en traction in-situ sous tomographie X ont été réalisées par Maire [96] afin de quantifier l'évolution de l'endommagement et l'effet de la triaxialité des contraintes durant la sollicitation dans des alliages d'aluminium (2024, 7449 et 5754). Le développement de l'endommagement qui a été analysé dans son étude, implique la germination, la croissance et la coalescence de cavités. En dépit du succès de la tomographie X pour déterminer l'évolution de l'endommagement dans des éprouvettes cylindriques, il est difficile d'imager la microstructure locale lorsque la taille d'éprouvette dépasse le champ de vision du détecteur (~1,5 mm), tels que des échantillons plats, latéralement étendus. Par conséquent, la tomographie X ne peut pas être utilisée pour analyser la propagation de fissure ductile dans les éprouvettes plates pré-fissurées. Toda et al. [102] ont analysé l'initiation et la propagation de fissure dans un échantillon en forme de « I » prélevé dans une éprouvette entaillée pré-fissurée (éprouvette SENT). La zone plastique

au niveau du front de fissure de nos matériaux est plus large que l'épaisseur de l'échantillon en forme de « I » utilisé dans leur étude avec une section de $(1 \times 1.6) \text{ mm}^2$. Cette méthode ne peut être utilisée dans nos analyses.

Afin de surmonter ces limites, la laminographie X in-situ sous rayonnement synchrotron [103] (SRCL) a été développée en permettant d'imager de manière non-destructive en 3D et à haute résolution des éprouvettes plates latéralement étendue. Ceci fournit une occasion unique d'observer et d'analyser l'évolution de l'endommagement en 3D lors de l'initiation et de la propagation de fissure dans le volume des matériaux [104, 105]. L'observation in-situ de la propagation de fissure dans le volume a été effectuée par Morgeneyer et al. [106] qui montrent qualitativement l'évolution de l'endommagement durant la phase de propagation de fissure dans l'alliage Al2139-T3. Dans ce paragraphe (voir la référence [107]), l'évolution de l'endommagement ductile durant la propagation de fissure est étudiée quantitativement par SRCL in-situ en utilisant une éprouvette préfissurée en fatigue d'1mm d'épaisseur.

III.3.1 Procédure expérimentale

Pour rappel, les sens long, travers et travers court sont respectivement référencés par les lettres L, T, et S. Afin d'étudier le mécanisme d'endommagement via la laminographie X in-situ, une éprouvette de ténacité d'épaisseur 25mm (CT25) a été prélevée pour la configuration TS (valeur de ténacité la plus faible). La première lettre représente la direction de sollicitation et la seconde la direction de propagation de la fissure. Une fissure de 5 mm a été introduite par préfissuration en fatigue [108]. L'éprouvette a ensuite été coupée par électro-érosion en tranche d'épaisseur 1 mm dans le sens L. In fine les dimensions des éprouvettes destinées à l'essai SRCL sont $60 \times 60 \times 1 \text{ mm}^3$.

Les deux éprouvettes prélevées au centre de l'éprouvette CT25 ont été sélectionnées : l'un pour l'essai avec une machine servo-hydraulique, l'autre pour l'essai in-situ SRCL avec un chargement manuel. Les éprouvettes ont été recouvertes d'un mouchetis de peinture servant de repère pour le suivi de marqueurs [109]. Les deux essais sont complémentaires car le premier est réalisé au laboratoire sans images

3D, et le second est réalisé au synchrotron avec un montage de mise en charge simple qui ne permet pas de mesurer la force appliquée [106] (Figure 70b).

III.3.1.1 Essai de déchirement avec une machine servo-hydraulique

Un essai de déchirement a été effectué sur une machine servo-hydraulique (Figure 69a). L'essai est asservi sur le déplacement de la traverse et est mené avec une vitesse d'ouverture de $8.3 \mu\text{m/s}$ mesurée au niveau des trous de goupille. Un dispositif anti-flambement a été utilisé pour empêcher le flambement significatif hors du plan de chargement [110]. En complément, un suivi vidéo a été utilisé et a permis par corrélation d'images de suivre le déplacement relatif de deux marqueurs distants de 5 mm positionnés sur la surface de l'éprouvette [110, 111] (voir Figure 69b). On note δ_5 le déplacement ainsi mesuré. Ayant une faible dispersion de résultats, la courbe force- δ_5 est ensuite obtenue (Figure 71).

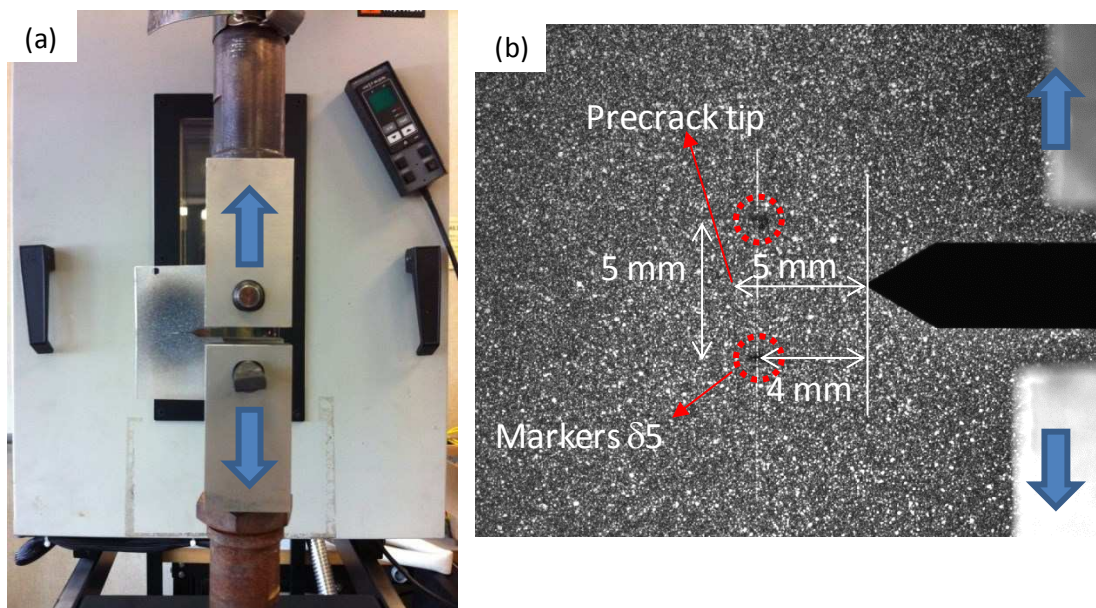


Figure 69 : (a) Configuration de chargement (le dispositif anti-flambement n'est pas montré); (b) position des marqueurs par rapport à la pointe de pré-fissure pour la mesure de l'ouverture δ_5 .

III.3.1.2 Essai de laminographie X in-situ

L'étape suivante a permis de solliciter et d'imager in-situ par rayonnement synchrotron les précipités et l'endommagement sur la deuxième éprouvette. La

technique de laminographie X in-situ consiste à incliner l'axe de rotation, généralement vertical pour la tomographie X, d'un angle compris entre 0° et 90° , afin de pouvoir imager, en 3 dimensions, l'épaisseur d'une éprouvette plate (Figure 70a). Cette méthode permet d'avoir une transmission de rayon X relativement constante pour une acquisition de 360° de façon à obtenir des données de projections fiables. Une image 3D de l'éprouvette dans la région d'intérêt (ROI) peut être reconstruite à partir de ces projections 2D en utilisant un filtered back-projection algorithm [112].

L'essai de laminographie X in-situ a été réalisé sur l'instrument de laminographie [113] installé sur la ligne ID19 [114] à l'ESRF. Le détail de la méthode expérimentale est décrit dans les références [115, 116]. L'angle d'inclination de l'axe de rotation a été fixé à environ $32,5^\circ$ ($\theta = 57,5^\circ$). L'énergie du faisceau monochromatique utilisée est de 19 KeV pour permettre un bon compromis entre la pénétration et le rapport signal/bruit, et ainsi obtenir un meilleur contraste entre les niveaux de gris des objets de l'image, notamment entre celui des particules Mg_2Si et celui de la matrice d'aluminium. Un volume est reconstruit à partir de 2000 projections avec un temps d'exposition de 100ms par projection. Les images tridimensionnelles obtenues présentent une taille de voxel de $0,7 \mu m$. A cause de la dimension de l'éprouvette importante.

Le chargement en ouverture est appliqué avec un étau (Figure 70b). Cette ouverture est mesurée en $\delta 5$ avec la même méthode que celle décrite dans le paragraphe III.3.1.1. Sachant que la dispersion entre éprouvette est faible, les étapes acquises en laminographie sont reportées sur la courbe Force- $\delta 5$ obtenues sur la machine servo-hydraulique. La courbe force-ouverture est tracée sur la Figure 71, chaque croix correspond à une acquisition (scan) effectuée [106]. En total, quinze acquisitions ont été réalisées. Les images en 3D obtenues ont été étudiées par analyse morphologique sous le logiciel *Matlab* en utilisant la même méthode que celle décrite dans le paragraphe II.3.3.1.

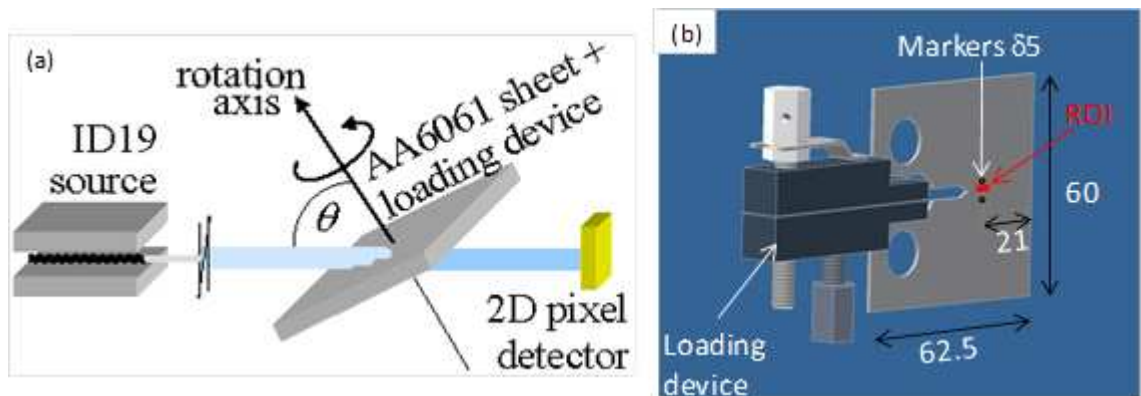


Figure 70 : Principe de la technique de laminographie : a) schéma du dispositif disponible sur la ligne ID19 de l'ESRF [114], b) dispositif de chargement et éprouvette préfissurée (épaisseur 1 mm) avec marqueurs $\delta 5$ et la région d'intérêt (ROI) acquise.

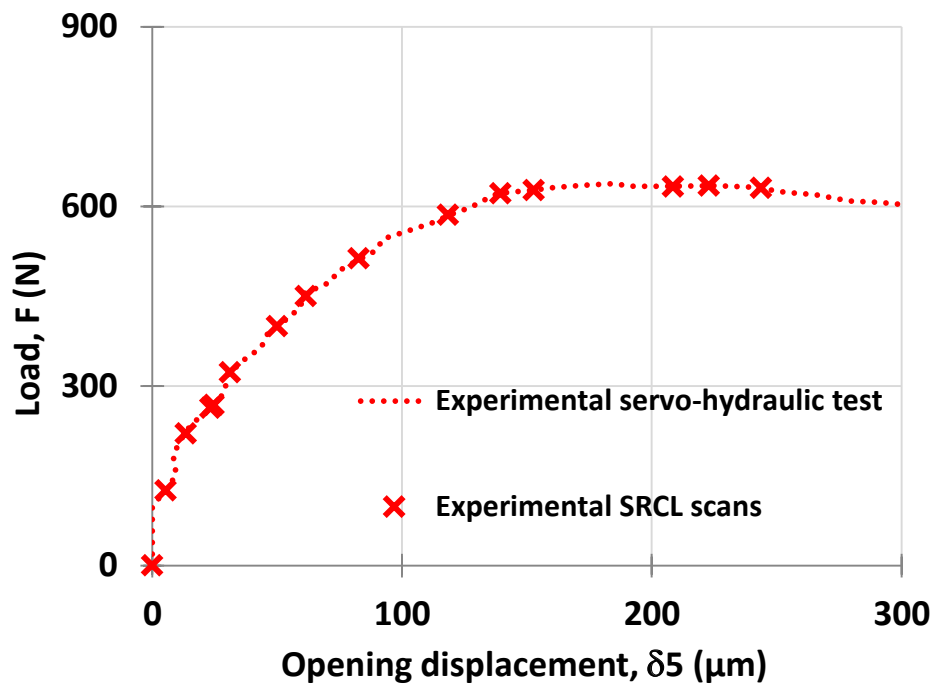


Figure 71 : Courbe F- $\delta 5$ obtenue par essai de déchirement sur une machine servo-hydraulique, chaque croix correspond à une acquisition de laminographie X.

III.3.1.3 Méthode et outils pour le post-traitement des données

Parmi les quinze acquisitions effectuées, six sont présentées dans le paragraphe intitulé résultats qualitatifs. La visualisation tridimensionnelle de l'endommagement (cavités et fissure) est réalisée grâce à des opérations de seuillage en fonction des

niveaux de gris puis binarisation d'images. Le logiciel Visualization Toolkit (VTK) nous permet d'enregistrer les données binarisées et de construire les images en 3D.

Afin de quantifier l'endommagement pendant l'initiation et la propagation de fissure, les images de laminographie X ont été analysées par le module Image Processing Toolbox [117] du logiciel Matlab. La Figure 72a présente le matériau initial avec la présence de la pré-fissure de fatigue, la matrice d'aluminium, les précipités Mg_2Si (gris foncé), les intermétalliques au fer (blanc) et les cavités (noir). L'endommagement est visualisé à partir de seuils déterminés sur la base du niveau de gris des objets présents dans les images. A cause de la dimension importante de l'éprouvette, des franges de contraste de phases blanches sont présentes autour des cavités [118, 119]. Afin d'éliminer ces artéfacts, une opération de soustraction est faite sur tous les voxels blancs superposés aux cavités dilatées.

Ces analyses quantitatives sont conduites dans une zone d'intérêt (ROI) de $(140 \times 140 \times 2100) \mu m^3$ devant le front de fissure à mi-épaisseur de l'échantillon. La direction longue de la zone analysée correspond à la direction de propagation de fissure (direction S). Cette zone est ensuite découpée en tranches de $70 \mu m$ suivant cette direction. Les valeurs de fraction volumique de cavités sont calculées dans des tranches de dimensions $140 \times 140 \times 70 \mu m^3$. La taille de la région d'intérêt (ROI) est choisie en accord avec la distance moyenne inter amas de cavités mesurée par la tomographie X sur les éprouvettes CT après essais interrompus (voir paragraphe III.4.2.4).

III.3.2 Résultats expérimentaux

III.3.2.1 Observations des micromécanismes associés à la rupture

Des coupes sont faites dans le plan TS à mi-épaisseur du volume analysé dans le fichier associé aux observations tridimensionnelles. Ces coupes sont présentées sur la Figure 72 a-f et correspondent aux 6 étapes de chargement.

La microstructure du matériau est présentée sur la Figure 72a. On constate que les précipités Mg_2Si et intermétalliques au fer sont allongés et alignés suivant la direction L. Les cavités initiales ont une forme sphérique.

La Figure 72b correspond à une section prise pour une ouverture $\delta_5=23\mu\text{m}$, soit une force de 263 N. Une cavité s'est formée à $40\mu\text{m}$ devant le front de fissure et se situe à 45° par rapport à la direction de sollicitation. Cette cavité s'est initiée sur un précipité Mg_2Si puis a cru. Nous constatons également un pore initial présent dans le matériau au-dessus du front de fissure. L'émoussement de la préfissure de fatigue est observé à ce stade [120]. La Figure 72c correspond à une ouverture de $31\mu\text{m}$ soit une force de 323N, les précipités Mg_2Si à 45° par rapport à la direction de sollicitation ont servi de site de germination des cavités. Plus la cavité est proche de la fissure, plus la croissance de cette cavité est importante.

Comme l'ont constaté Weck et al. [121, 122], deux types de coalescence de cavités sont observés sur la Figure 72d pour un $\delta_5=62\mu\text{m}$. Le premier type est appelé coalescence par striction interne [121]. Le volume des cavités nucléées sur les précipités grossiers augmente jusqu'à ce qu'elles se touchent et deviennent des amas de cavités présentant une forme en penny. Le deuxième type de coalescence de cavités concerne la formation de bandes de cisaillement reliant les cavités primaires. Ces bandes sont orientées à 45° par rapport à la direction de sollicitation. Cette direction correspond à la direction de la zone plastique devant la fissure (voir paragraphe IV.2.3.3.b). La fissure se propage et bifurque suivant un plan en biseau. Ce phénomène est appelé bifurcation de fissure et est mis en évidence dans les références [123, 124]. Dans ces bandes de localisation, les microcavités sont initiées sur une seconde population de précipités plus fine et répartie de façon homogène dans les grains. Des auteurs ont découvert que cette seconde population de précipités concerne les dispersoïdes au chrome et au manganèse [16, 31, 36, 39].

A partir de la Figure 72e ($\delta_5=83\mu\text{m}$, force=513N), la fissure commence à se propager. Comme les grains sont allongés suivant la direction S, la direction de propagation de fissure, la fissure suit un mode de rupture intergranulaire. Sur les Figure 72d, e et f, la fissure hésite entre les joints de grains supérieures et inférieures, la rupture intergranulaire est toutefois dominante vis-à-vis de la propagation de fissure.

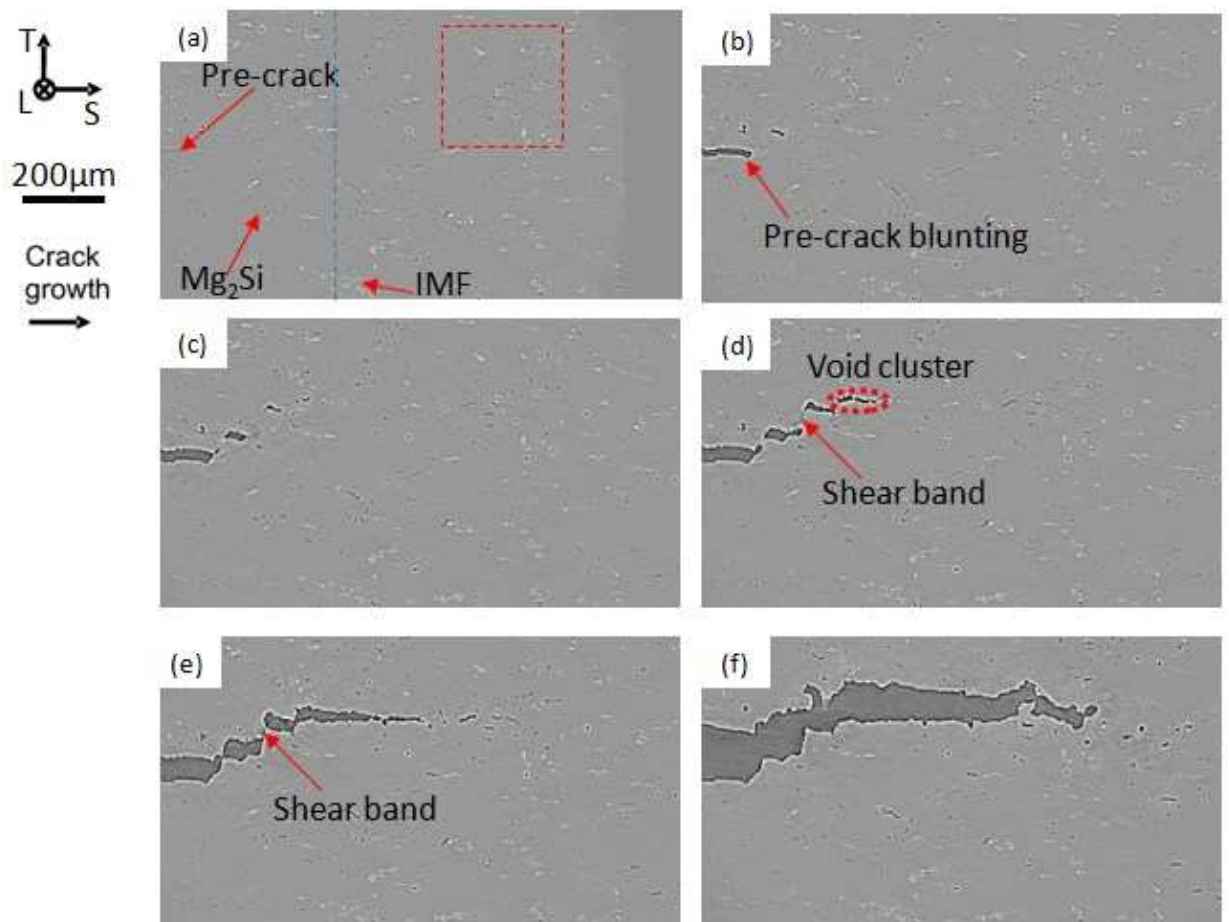


Figure 72 : Sections 2D obtenues par laminographie à mi-épaisseur pour l'ouverture δ_5 :
 (a) initiale ($=0\mu\text{m}$), (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=50\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=62\mu\text{m}$, (e) $\delta_5=83\mu\text{m}$, (f)
 $\delta_5=153\mu\text{m}$.

La Figure 73 présente le zoom d'une zone proche du chemin de propagation de la fissure. Cette zone est initialement distante de $570\mu\text{m}$ au devant du front de la pré-fissure de fatigue, elle est localisée sur la Figure 72a par le cadre rouge. On y trouve des précipités Mg_2Si (objets 1, 2 et 3 entourés en bleu dans la Figure 73a), des intermétalliques au fer (objet 4 entouré en rouge dans la Figure 73a) et des cavités initiales (objet 5 entouré en violet dans la Figure 73a).

Les précipités Mg_2Si allongés suivant la direction de propagation (précipités 1 et 2) commencent à s'endommager par décohésion de l'interface précipité-matrice ou par fragmentation des précipités à partir d'une ouverture de $23\mu\text{m}$ (Figure 73b). La croissance de cavités est observée sur la Figure 73c où tous les précipités Mg_2Si très

allongés deviennent des cavités avec leur volume qui augmente plus rapidement suivant la direction de la sollicitation (sens T). En revanche, les Mg_2Si les moins allongés (précipité 3) et les intermétalliques au fer (précipité 4) ne sont pas endommagés. Aucune croissance n'est observée sur les cavités initiales (objet 5). La fissure passe ensuite par cette zone (Figure 73d) et les précipités Mg_2Si allongés coalescent avec la fissure.

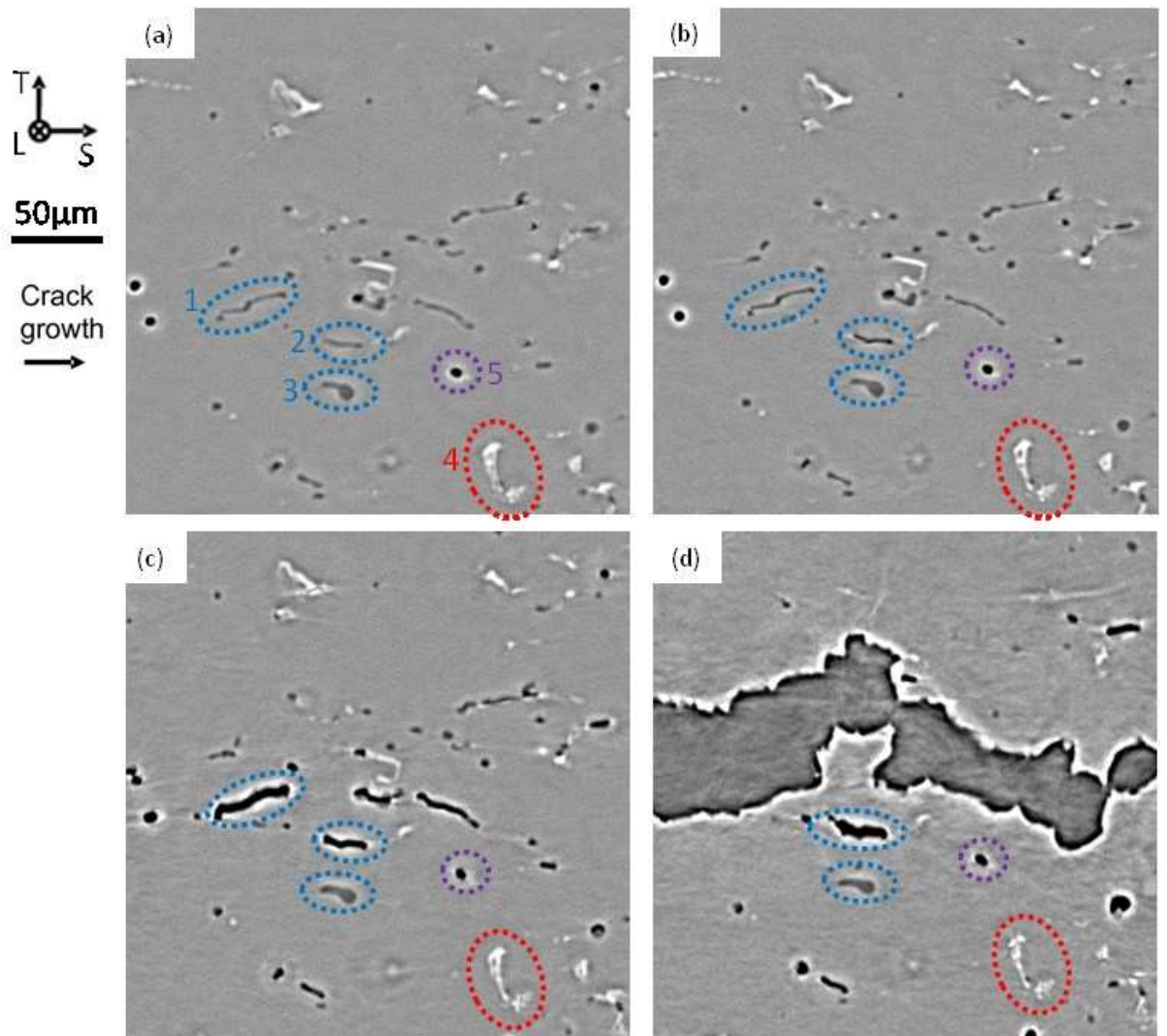


Figure 73 : Zoom sur la partie encadrée en rouge de la Figure 72a pour une ouverture δ_5 :

(a) initiale, (b) $\delta_5=23\mu m$, (c) $\delta_5=83\mu m$, (d) $\delta_5=153\mu m$.

Les sections reconstruites dans le plan travers-épaisseur de l'éprouvette (plan T-L) sont présentées sur la Figure 74. Ce plan est choisi selon la ligne bleue tracée sur la Figure 72a, soit à 290µm au devant du front de la pré-fissure. Le mécanisme ressemble à

celui observé sur les sections TS (Figure 72). Les précipités sont allongés et alignés suivant la direction L, ce qui correspond à une faible distance inter-précipité suivant cette direction.

La croissance de cavités commence immédiatement après leur germination sur ces précipités. La coalescence par striction interne se produit dès que ces cavités entrent en contact et se transforment ainsi en amas de cavités. Il est alors observé sur la Figure 74c que le centre de la fissure ne couvre pas toute l'épaisseur de l'éprouvette car elle se propage avec une forme triangulaire. Ce phénomène, appelé tunneling, est aussi observé par d'autres auteurs [106, 125]. Sur la Figure 74d, les cavités à gauche de l'image, qui sont orientées et alignées suivant la direction à $\sim 45^\circ$ par rapport à la direction de sollicitation, coalescent via une bande de cisaillement contenant des micro-cavités. C'est le début de la bifurcation en biseau de la fissure, autrement dit « flat to slant transition [126]».

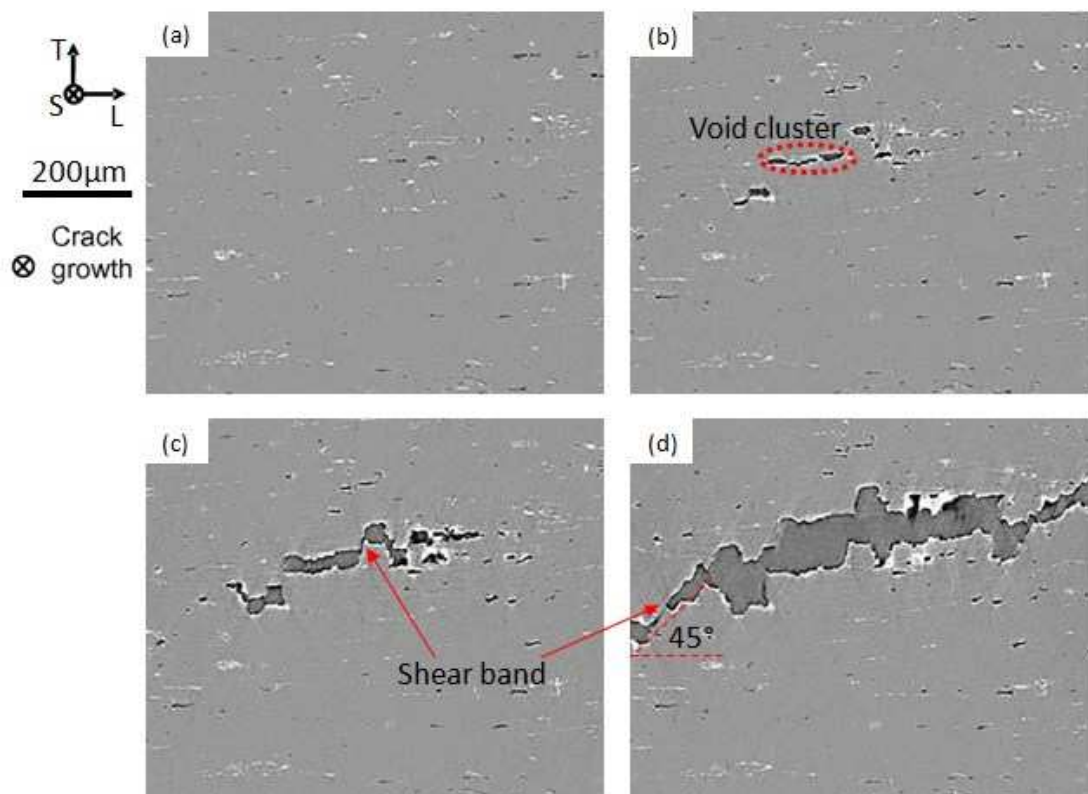


Figure 74 : Sections 2D travers-épaisseur (ligne bleue dans la Figure 72a) à 290µm au devant de la pré-fissure à l'ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=62\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=83\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=153\mu\text{m}$.

L'endommagement au devant de la fissure peut être observé en 3D grâce au SRCL, comme montré sur la Figure 75 et la Figure 76. La fissure et l'endommagement sont seillés dans une boîte de taille $T \times L \times S = (490 \times 840 \times 1400) \mu\text{m}^3$ centrée à mi-épaisseur. Les cavités initiales présentes dans le matériau apparaissent en bleu sur la Figure 75a et la Figure 76a. Ces cavités sont réparties de façon homogène dans le matériau. Pour une ouverture de $23\mu\text{m}$ (Figure 75b), nous constatons l'émoussement de la pré-fissure et l'apparition d'un endommagement au-devant de la fissure. L'endommagement se présente sous la forme d'amas en penny (entourés en rouge sur les Figure 75 et Figure 76). Ces amas sont alignés suivant la direction de forgeage (L) et la direction de propagation de fissure (S). Nous retrouvons la bifurcation de la fissure en biseau sur les Figure 75c et d. Une forme de triangle est formée (crack tunneling, zone entourée en noir sur les Figure 76c et d), comme discuté dans la référence [127]. Ici, la formation du triangle est observée pour la première fois in-situ en 3D. Lan, Zuo et James [128-130] ont lié cette forme triangulaire à la différence du taux de triaxialité entre la surface et le centre de l'éprouvette. La surface, purement en condition de déformation plane impose une déformation à la rupture plus importante qu'au centre de l'éprouvette où le taux de triaxialité est plus élevé.

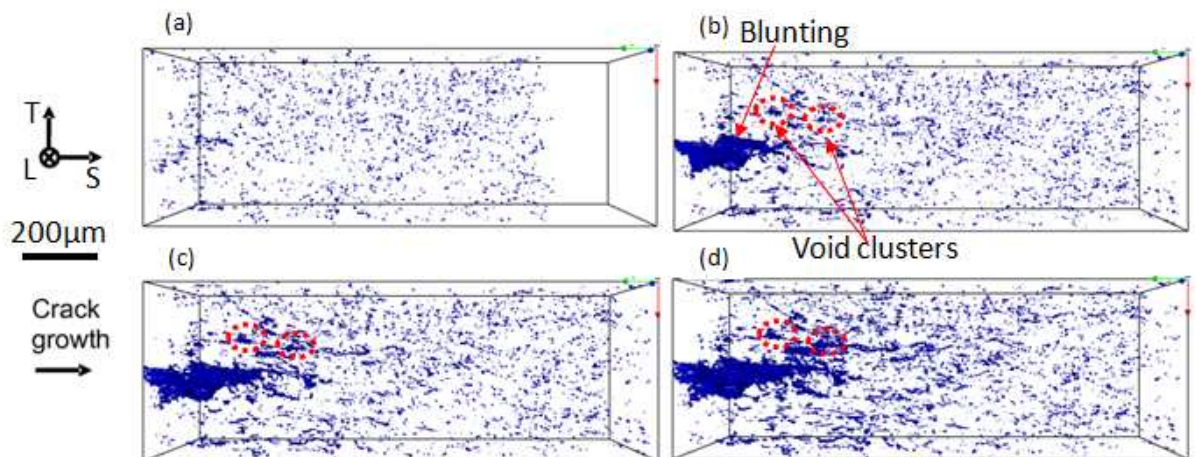


Figure 75 : Représentation des données de laminographie in-situ : fissure et endommagements en 3D dans une zone $T \times L \times S = (490 \times 840 \times 1400) \mu\text{m}^3$ pour l'ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=50\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=62\mu\text{m}$.

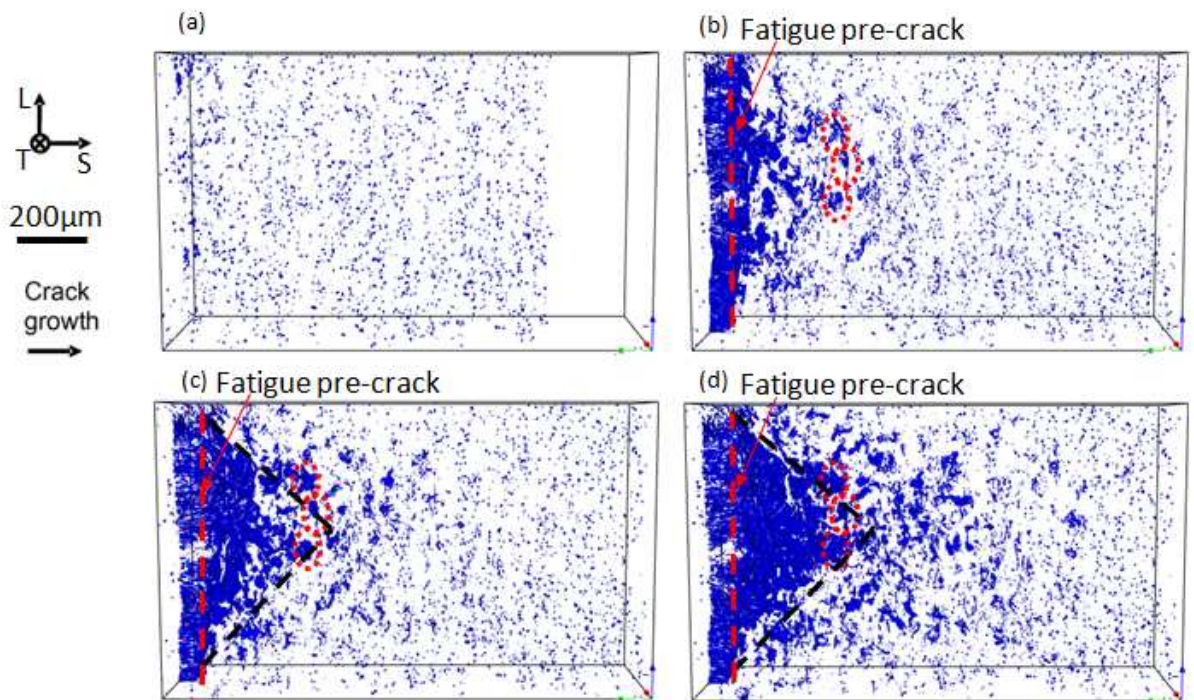


Figure 76 : Représentation des données de laminographie in-situ : fissure et endommagements en 3D vue au dessus dans une zone $T \times L \times S = (490 \times 840 \times 1400) \mu\text{m}^3$ pour l'ouverture δ_5 : (a) initiale, (b) $\delta_5=23\mu\text{m}$, (c) $\delta_5=50\mu\text{m}$, (d) $\delta_5=62\mu\text{m}$.

III.3.2.2 Résultats quantitatifs

L'évolution quantitative de l'endommagement devant la fissure est représentée en fonction de l'ouverture δ_5 et du positionnement du front de fissure suivant la direction de propagation. Comme montré de manière qualitative dans le paragraphe III.3.2.1, l'évolution de l'endommagement en présence d'une pré-fissure se décompose en deux phases : la phase d'émoussement de la pré-fissure de fatigue suivie par la phase de propagation d'une fissure ductile.

Les Figure 77a et b représentent ces deux phases. Jusqu'à $\delta_5=31\mu\text{m}$, aucun avancement de fissure n'a été constaté. La pré-fissure s'ouvre de façon continue avec l'apparition de cavités nucléées sur des précipités Mg_2Si grossiers. La fraction volumique de ces cavités correspond à une valeur d'environ 1% (Figure 77a). Ensuite, la fissure se propage et coalesce avec l'endommagement créé en pointe de fissure par coalescence en cisaillement (Figure 77b). La fissure avance de façon discontinue. En

effet, après avancée de la fissure, une étape de croissance d'endommagement en pointe de fissure est nécessaire avant qu'elle se propage à nouveau. Par exemple, la fraction volumique de cavités devant la fissure pour une ouverture de $62\mu\text{m}$ est de 0.3%. Cette fraction d'endommagement est trop faible pour permettre l'avancée de la fissure. Une nouvelle étape de développement d'endommagement ductile par germination et croissance de cavités est nécessaire.

Après le dépassement de la force maximale qui correspond à une ouverture de $200\mu\text{m}$ (voir Figure 71), la fissure commence à bifurquer en biseau, mais une fraction volumique de cavités critique similaire à celle de l'état initial est constatée.

Cette séquence d'endommagement discontinue semble expliquer l'avancée de fissure par saccades et donc la présence de pop-in (voir paragraphe II.4.3.2) dans un matériau présentant de l'endommagement ductile.

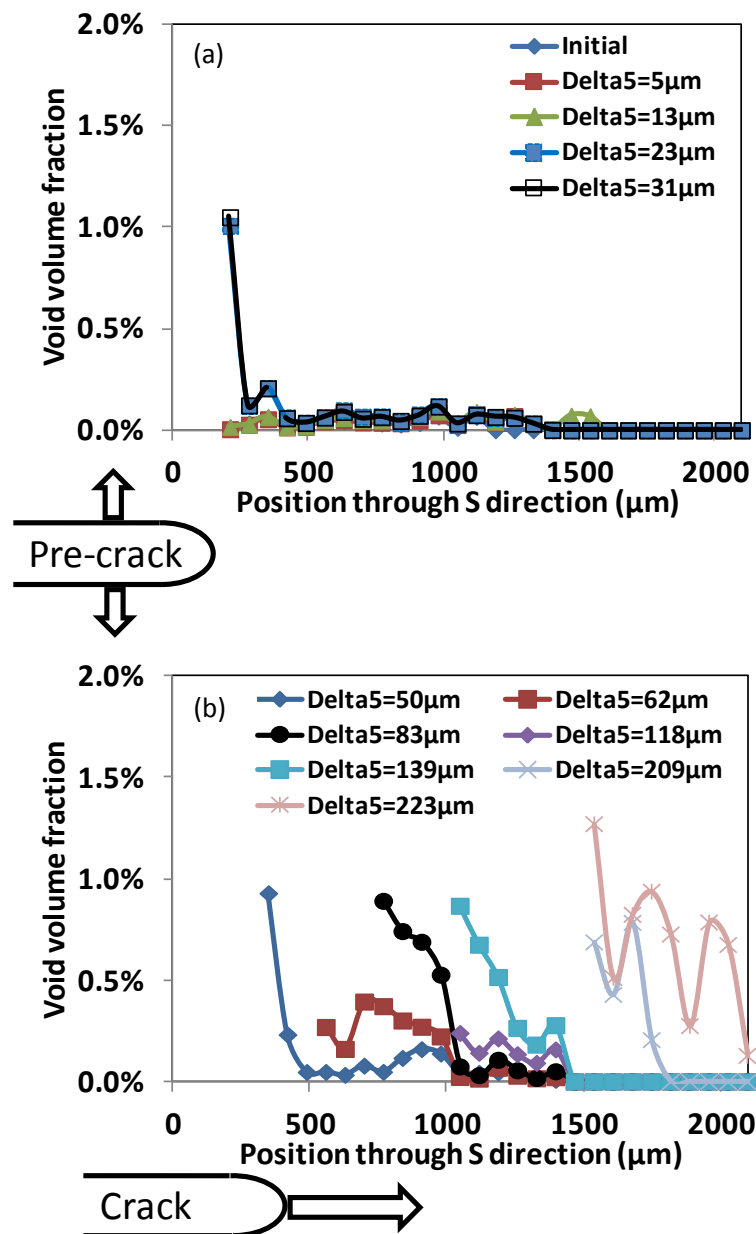


Figure 77 : Évolution de la fraction volumique de cavités au devant de la fissure en fonction de la position du point matériel suivant la direction de la propagation pour différent δ_5 mesuré dans la phase de : (a) émoussement de la préfissure et (b) propagation de la fissure.

Cette expérience a montré toute l'importance de la contribution de la laminographie X in-situ pour l'analyse qualitative et quantitative de l'initiation et de la propagation de fissure en 3D. Ce moyen d'analyse offre une opportunité d'observer le mécanisme d'endommagement en 3D en présence de fissure. La séquence comprenant

la germination, la croissance et la coalescence de cavités est observée au devant de la fissure, puis cette séquence est suivie par la propagation de la fissure intégrant ces cavités. Le rôle des deux types de précipités grossiers dans le mécanisme d'endommagement est clairement identifié. Les précipités Mg_2Si grossiers jouent un rôle prépondérant dans la séquence d'endommagement, contrairement à certains auteurs [32-34, 131] qui proposent un rôle majeur des intermétalliques au fer au détriment des Mg_2Si grossiers.

III.4 Anisotropie d'endommagement (Apport des observations des éprouvettes de ténacité)

Nous avons mis en évidence les rôles des précipités grossiers dans le mécanisme d'endommagement au sein de notre alliage. Il n'existe pas de front de fissure bien défini pendant les essais de ténacité. La présence de pop-in est paradoxale pour un matériau présentant un comportement ductile. Les précipités de Mg_2Si grossiers jouent un rôle prépondérant, ils s'endommagent par décohésion de l'interface matrice / précipité ou rupture des précipités, ce qui engendre ensuite la formation de cavités, puis croissance et coalescence. Les intermétalliques au fer s'endommagent plus tardivement, leur rôle est du second ordre par rapport aux Mg_2Si grossiers. En première approximation, les Mg_2Si grossiers sont considérés comme des cavités initiales.

Une anisotropie microstructurale des précipités grossiers a été mise en évidence dans le paragraphe II.3. Pour le matériau industriel, les précipités Mg_2Si grossiers ont une forme allongée ($4 \times 6 \times 11$) μm^3 . Le rapport d'aspect (voir la définition sur la Figure 78) est estimé à $W_0 \approx 3$ (cavité allongée) pour le sens de sollicitation L et $W_0 \approx 1/3$ (cavité oblate) pour le sens de sollicitation T. Ces précipités sont alignés suivant la direction de forgeage L qui présente le taux de corroyage maximal.

L'étude des propriétés mécaniques de l'alliage dans le paragraphe II.4 montre la présence d'une faible anisotropie de plasticité et une forte anisotropie d'endommagement. Les essais sollicités suivant le sens L présentent des valeurs de ténacité plus élevées (~ 25 kJ/m²) que ceux sollicités suivant le sens T (~ 10 kJ/m²). Nous

essayerons dans ce paragraphe de faire le lien entre l'anisotropie d'endommagement et l'anisotropie microstructurale liée aux précipités grossiers.

Plusieurs modèles d'endommagement ductile anisotrope existent dans la littérature, prenant en compte la coalescence des cavités anisotropes [132-136] basée sur le travail de Thomason [137]. Durant la croissance des cavités initiées sur précipités grossiers, deux facteurs sont souvent mentionnés ayant une influence sur la ténacité : la forme et la distribution spatiale des précipités grossiers. Ces effets microstructuraux sont à lier avec l'état de triaxialité des contraintes. Pardoën et Hutchinson [135] ont analysé l'effet de la forme et de la distribution de cavités initiales sur la ténacité à l'aide de simulations des interactions entre la fissure et les cavités (Figure 78 et Figure 79).

La Figure 78 montre l'effet sur la ténacité de la forme des cavités devant la pré-fissure. Pour une fraction volumique de cavités constante, les cavités allongées ($W_0 > 1$) présentent une surface projetée sur le plan de la rupture plus faible que celle des cavités oblongues. La distance inter-cavité est alors plus faible pour les cavités allongées que pour celles oblongues. Ces cavités allongées tendent à retarder la coalescence en affectant la contrainte dans le ligament inter-cavités. Par conséquent, la valeur de ténacité est plus élevée pour les cavités allongées que celles oblongues. La valeur de W_0 est estimée à environ 3 pour le sens L et 1/3 pour le sens T. Nous considérons la fraction initiale des précipités Mg_2Si grossiers comme la fraction initiale de cavités avec environ 0,25%. A partir des courbes de la Figure 78b présentant la valeur de ténacité J en fonction de la forme de cavités, l'anisotropie de la ténacité représentée en intégrale de contour J est évaluée à $J_L \approx 2,5J_T$ sous hypothèse que la répartition de précipités soit isotrope.

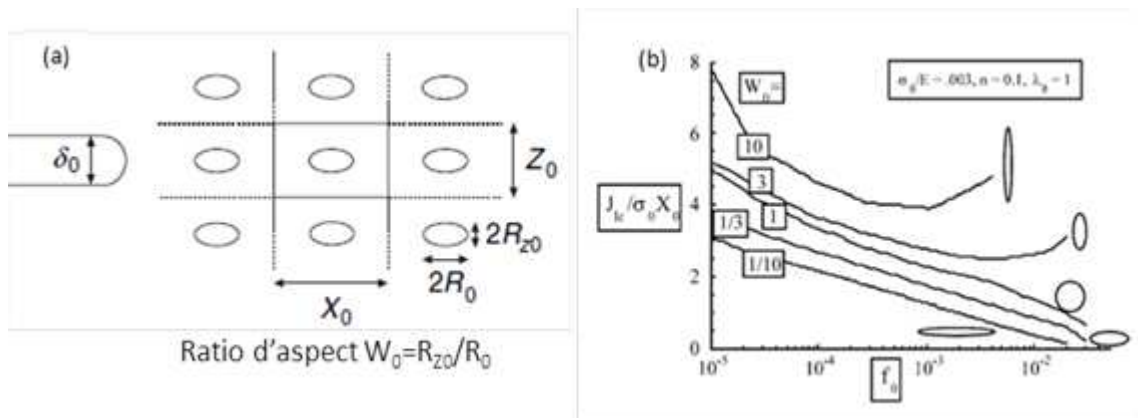


Figure 78 : (a) Géométrie initiale de la préfissure avec porosités régulièrement réparties devant la préfissure, (b) Influence de la forme de cavités sur la ténacité pour différente porosité initiale [135].

La Figure 79 montre l'effet sur la ténacité de la répartition des cavités au devant de la préfissure. La valeur X_0 représente la distance inter-cavités suivant la direction de la propagation de fissure. En première estimation, Pardoën et Hutchinson ont supposé que le ratio d'anisotropie de distribution $\lambda_0 = Z_0/X_0$ n'affecte pas la ténacité. Avec cette hypothèse, la ténacité est dépendante de la distance X_0 . Plus cette distance inter-cavité dans la direction de la propagation de fissure est importante, plus la valeur de ténacité est élevée.

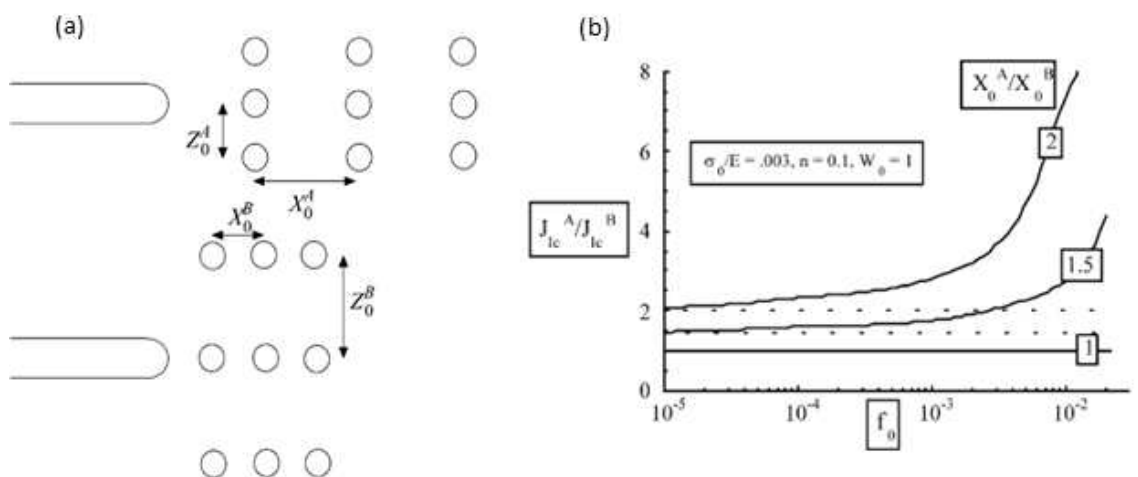


Figure 79 : (a) Deux orientations perpendiculaires de propagation de fissure par rapport à la distribution des cavités devant la préfissure, (b) Influence de la distance inter-

cavités sur le rapport de la ténacité suivant la direction de la propagation de fissure [135].

L'effet de l'anisotropie de la forme et de la distribution de cavités initiales durant la croissance de cavités est investigué dans l'article [135]. Néanmoins, il ne représente pas la totalité des facteurs microstructuraux de notre alliage qui implique : (1) rôle des deux populations de précipités grossiers : Mg_2Si et IMF; (2) rôle des dispersoïdes au chrome et au manganèse; (3) rôle des joints de grains et des sous-joints de grains; (4) compétition des deux mécanismes de coalescence : coalescence par striction interne [137] et coalescence par cisaillement [64, 83]; (5) effet de la nucléation des cavités.

Afin de prendre en considération ces facteurs microstructuraux, des échantillons parallélépipédiques sont prélevés dans des éprouvettes CT après essais de ténacité interrompus dans la zone de déchirure ductile devant la pré-fissuration de fatigue. Ces échantillons ont été analysés par tomographie X à l'ESRF sur la ligne ID19.

III.4.1 Procédure expérimentale

Deux essais de ténacité (détaillés dans le paragraphe II.4.3.2) en configuration LS et TL ont été interrompus pour le matériau FL. Pour rappel, la première lettre correspond au sens de chargement et la deuxième correspond au sens de propagation de la fissure. Des échantillons ont été prélevés par électroérosion dans la partie de la propagation de fissure (encadré en rouge sur la Figure 46). Ces échantillons ont ensuite été préparés et observés par tomographie X. Après la reconstruction tridimensionnelle des images, la fissure est d'abord binarisée et isolée avec l'algorithme morphologique « connected threshold growing » sous le logiciel *ImageJ* puis analysée avec un algorithme appelé « COD map » (sum along ray algorithm) [49, 125, 138]. Cette technique permet de déterminer et quantifier les caractéristiques de la fissure (ouverture, avancée, etc.).

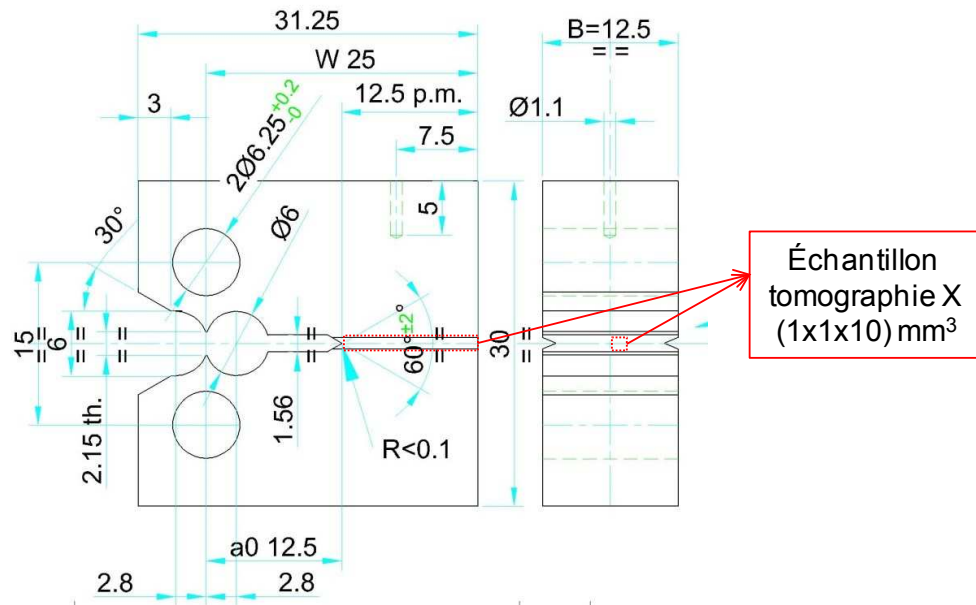


Figure 80 : Géométrie de l'éprouvette de ténacité CT et de l'échantillon analysé par SRCT (parallélépipède rouge).

III.4.2 Résultats expérimentaux

III.4.2.1 Microstructure

La Figure 81a présente une coupe numérique bidimensionnelle obtenue par tomographie X dans le plan ST. Pour rappel, deux types de précipités grossiers sont mis en évidence : Mg_2Si en gris foncé et intermétalliques au fer (IMF) en blanc. Leur fraction volumique est respectivement de 0,43 et 0,59. Leur forme est allongée suivant la direction de forgeage L (voir Figure 81b) avec des dimensions caractéristiques présentées dans le Tableau 8. Le détail de l'analyse microstructurale est présenté dans le paragraphe II.3.

Mat.	Mg_2Si			IMF		
	a (μm)	b (μm)	c (μm)	a (μm)	b (μm)	c (μm)
FL	3,9±1	5,5±1,4	10,4±2,6	3,8±1	6,6±1,7	11,4±2,9

Tableau 8 : Formes des particules obtenues en tomographie X exprimées en longueur moyenne de l'ellipsoïde (grand axe c, petit axe a et axes parallèles aux deux précédents

b).

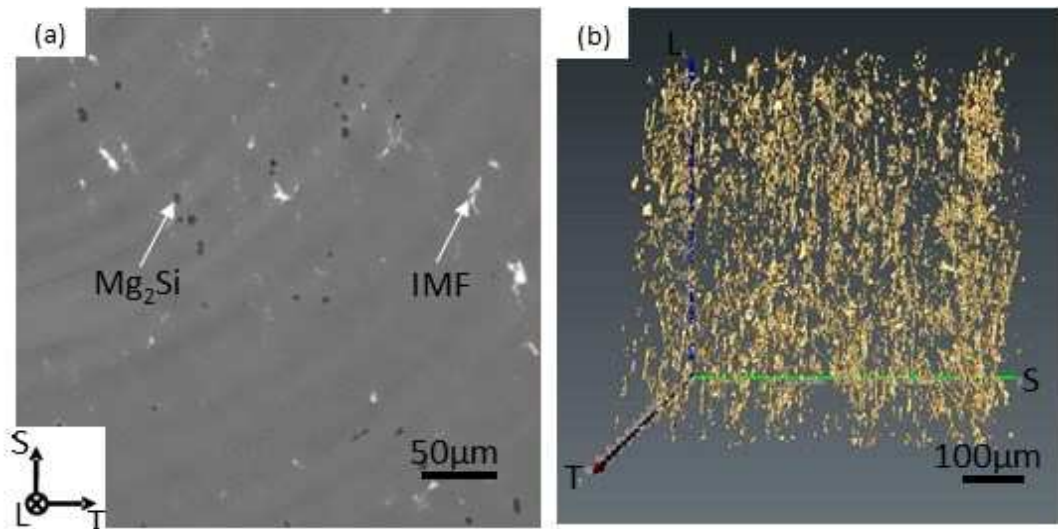


Figure 81 : Microstructure obtenue par SRCT: (a) précipités Mg_2Si grossiers et intermétalliques au fer (IMF), (b) précipités Mg_2Si seillés par la méthode des minima locaux.

III.4.2.2 Essais de ténacité

Les résultats de ténacité mentionnés ci-dessous reprennent les résultats détaillés dans le paragraphe II.4.3.2. Pour rappel, la Figure 47 représente les résultats des essais de ténacité obtenus sur éprouvettes CT pour les configurations LS et TL. Les courbes d'évolution de la force en fonction de l'ouverture CMOD (Crack Mouth Opening Displacement) sont présentées sur la Figure 47a. La force maximale est plus faible pour la configuration TL ($\sim 3\text{kN}$) comparée à celle de LS ($\sim 4,7\text{kN}$). L'intégrale de contour J en fonction de l'avancée de fissure Δa est calculée à partir de la courbe force-CMOD et présentée sur la Figure 47b. La valeur de ténacité correspondant à 0,2 mm de propagation de fissure (notée $J_{0,2}$) pour la configuration TL est plus faible que celle de la configuration LS ($\sim 10\text{kJ/m}^2$ contre $\sim 25\text{kJ/m}^2$).

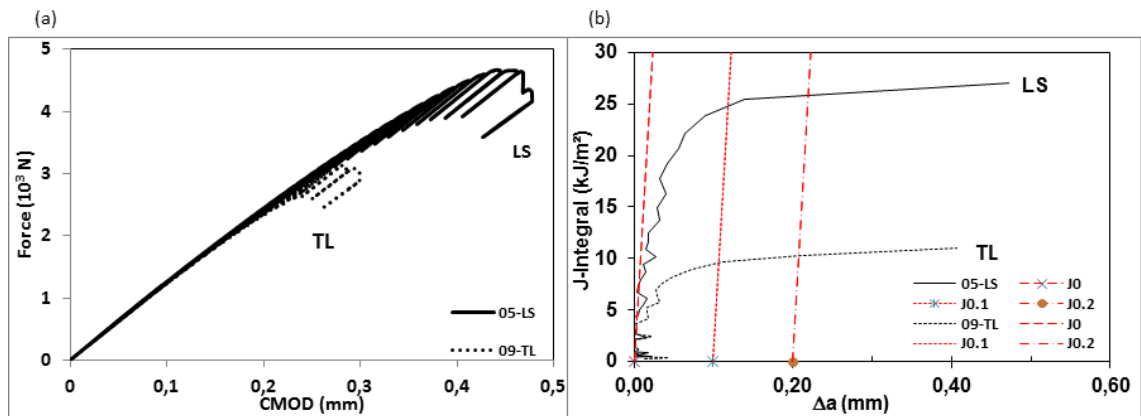


Figure 82 : Résultats de ténacité pour les configurations LS et TL: (a) courbe force en fonction de l'ouverture CMOD; (b) courbe intégrale de contour J en fonction de l'avancée de fissure Δa .

III.4.2.3 Faciès de rupture des éprouvettes CT

Les examens des faciès de rupture ont été réalisés au MEB sur les éprouvettes des essais LS et TL. Le caractère ductile de la rupture est bien observé. On trouve de nombreuses cupules de grande taille (10 à 30 μm), au fond desquelles se trouvent les deux types de précipités grossiers - Mg_2Si et intermétalliques au fer (Figure 83a) - reliés entre eux par des zones couvertes de cupules submicroniques ou des zones de cisaillement (Figure 83b). Quelle que soit la configuration des essais, les cupules sont sphériques ce qui signifie que la croissance des cavités est isotrope dans le plan de rupture.

Pour l'essai réalisé dans la configuration TL, la fissure progresse parallèlement à la direction de forgeage L, selon la direction d'alignement des précipités grossiers. La rupture est intergranulaire du fait de la répartition intergranulaire des précipités. L'absence de précipités grossiers intragranulaires oblige la fissure à dévier brusquement de son plan de propagation pour rejoindre un autre alignement de précipités intergranulaires. Cette bifurcation se fait le long de falaises verticales (Figure 83a), ce qui est également observé par Achon [63] et Di Russo [139]. Les cupules sont très proches et bien définis car la coalescence des cavités s'effectue essentiellement par striction interne.

Dans le cas d'un essai réalisé dans la configuration LS, la fissure se propage perpendiculairement au plan de forgeage et rencontre les grains dans le sens de leur épaisseur. Les cupules ductiles sont plus petites et reliées par des zones lisses d'une taille proche de la largeur des grains (Figure 83b). Dans ces zones lisses, des cupules submicroniques sont observées, au fond desquelles se trouvent des dispersoïdes au chrome et au manganèse qui sont répartis de manière homogène sous forme de strates dans l'épaisseur des grains. La configuration LS présente donc en plus du mode d'endommagement ductile intergranulaire sur les précipités grossiers, un mode de rupture intragranulaire. Certains auteurs ont également montré le rôle des dispersoïdes au chrome et au manganèse dans le mécanisme d'endommagement [31, 36, 39, 40]. La coalescence de cavités primaires s'effectue alors par bande de cisaillement (void sheeting) [64]. Ces zones lisses ont également été observées sur les faciès de rupture des éprouvettes testées en traction. Ces zones lisses sont plus nombreuses à basse triaxialité (traction) qu'à forte triaxialité (ténacité), voir Figure 84.

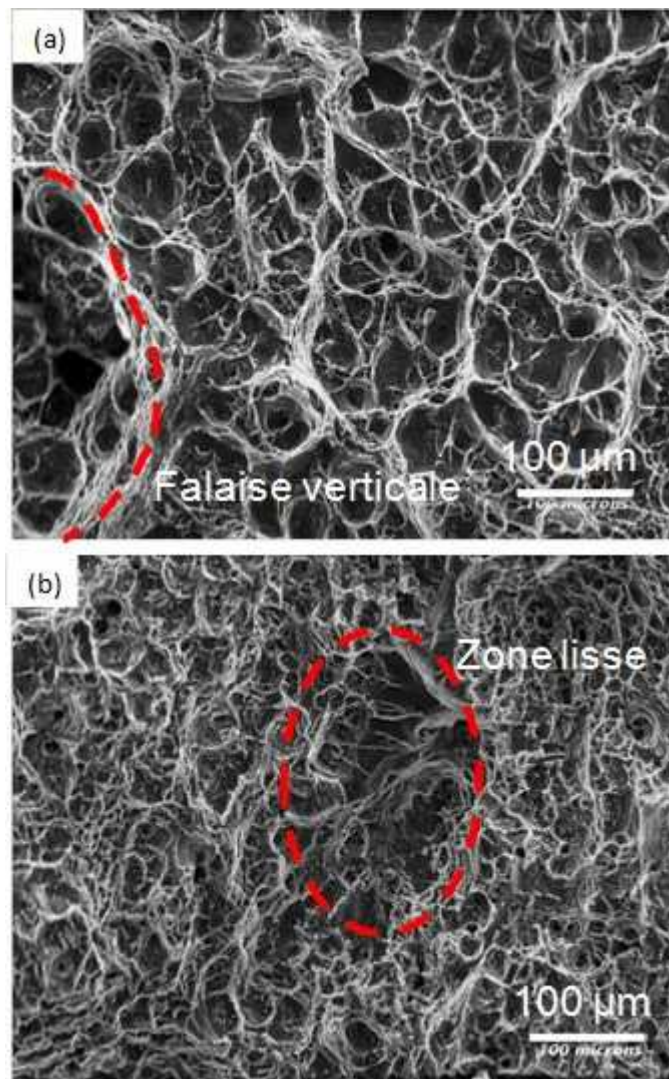


Figure 83 : Faciès de rupture de l'éprouvette de ténacité dans la zone de propagation pour essai: (a) TL, (b) LS.

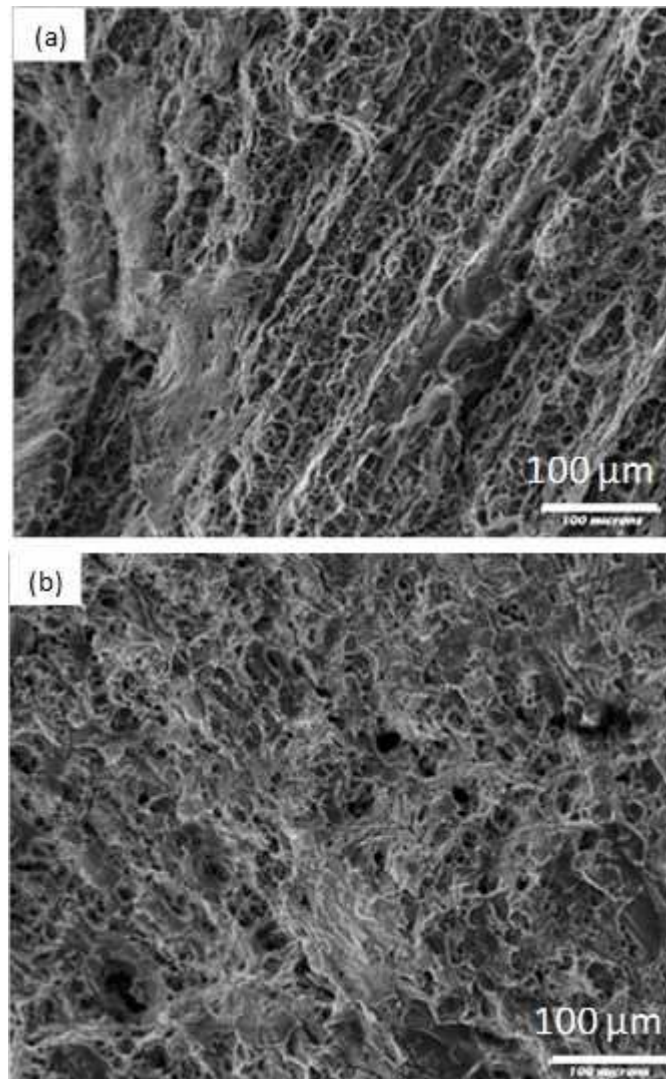


Figure 84 : Faciès de rupture de l'éprouvette de traction au centre d'éprouvette pour essai sollicité suivant: (a) T et (b) L.

III.4.2.4 Analyses tridimensionnelles de l'endommagement par SRCT réalisées sur des éprouvettes de ténacité interrompues

Les analyses de la fractographie ne nous permettent pas d'observer l'amorçage ni la propagation de fissure associées avec la microstructure tridimensionnelle. La visualisation tridimensionnelle de l'endommagement est alors réalisée en tomographie X sur des échantillons prélevés dans des éprouvettes CT interrompues. Dans ce travail, l'observation de la fissure a été effectuée pour les deux configurations d'essais (TL et

LS). Les échantillons sont prélevés au centre des éprouvettes au niveau où la triaxialité est la plus élevée (Figure 46).

La Figure 85 (a et b) représente l'ouverture des fissures (appelée COD map) pour les configurations TL et LS. Dans ces deux configurations, nous distinguons la zone de la préfissuration en fatigue et la zone de la propagation de fissure ductile. Seul l'endommagement percolé avec la fissure est représenté, l'endommagement isolé devant la fissure n'est pas représenté dans les figures.

Dans la configuration TL (Figure 85a), la propagation de fissure est continue jusqu'à 300 μ m de propagation. La fissure est constituée des cupules sphériques dont la taille est du même ordre de grandeur que les cavités isolées devant la fissure. La distance inter-endommagement est faible (de l'ordre de 50 μ m) ce qui signifie que la coalescence par striction interne est dominante dans cette configuration. Quelques ligaments étroits et très ouverts sont également constatés. Ces ligaments dessinent les falaises verticales où la fissure dévie le long des joints de grains.

Dans la configuration LS (Figure 85b), la préfissure de fatigue est plus ouverte que dans la configuration TL. La résistance à la propagation de fissure est plus élevée. Le front de fissure n'est pas bien défini. La zone endommagée n'est pas continue et présente des ponts de matières entre lesquels se trouvent des amas de cavités.

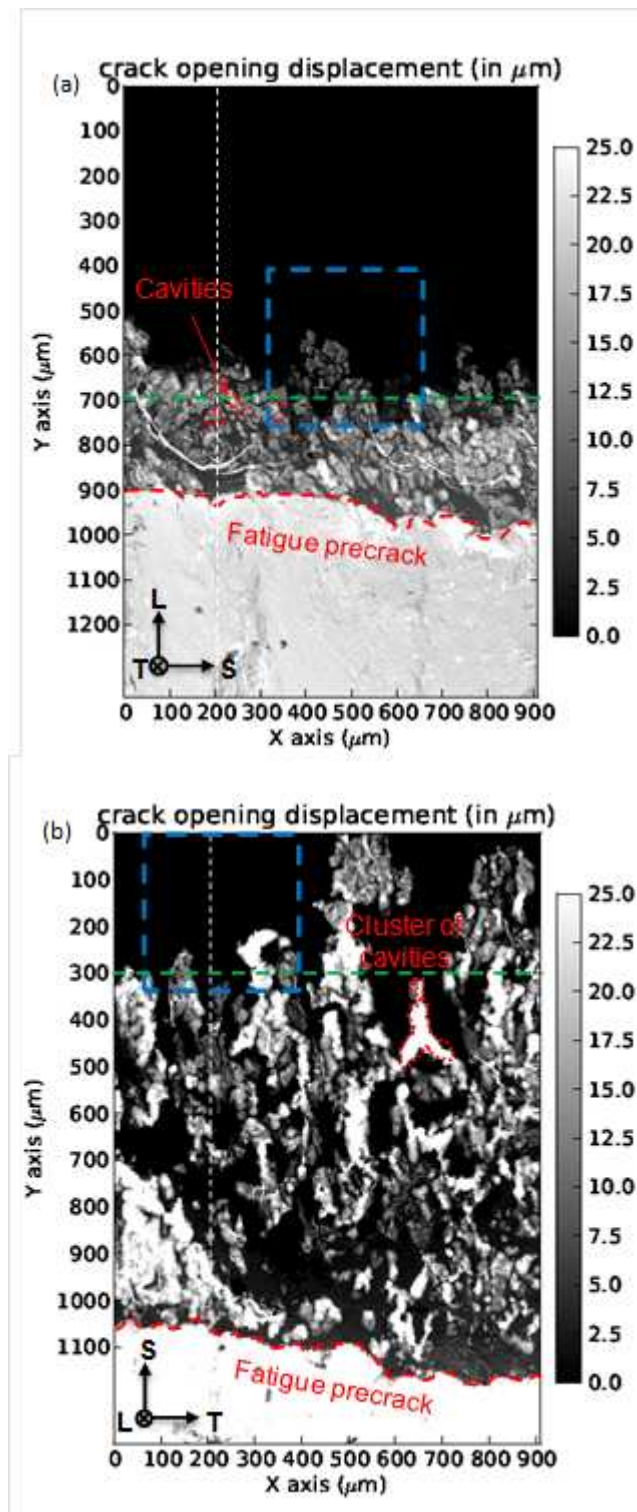


Figure 85 : Représentation de l'ouverture de la fissure via “sum along ray method” pour: (a) configuration TL et (b) configuration LS (avec ligne blanche en pointillée la position des sections 2D).

La Figure 86 (a et b) représente des sections bidimensionnelles réalisées suivant les lignes blanches pointillées de la Figure 85. Ces coupes confirment les conclusions des observations fractographiques. Dans la configuration TL, la fissure progresse parallèlement à la direction de forgeage L, suivant l'alignement des précipités grossiers. Le mode de rupture est principalement intergranulaire. Dans la configuration LS, en plus du mode d'endommagement intergranulaire, on observe la présence de ligaments fins intragranulaires entre les zones d'endommagement intergranulaire. Les modes de rupture intergranulaire et intragranulaire coexistent dans cette configuration.

La Figure 87 (a et b) représente des sections bidimensionnelles réalisées suivant les lignes vertes pointillées de la Figure 85. Pour la configuration TL (Figure 87a), la propagation de fissure est continue avec des cavités petites et coalescées. La coalescence de cavités par striction interne commence très tôt avec une étape de croissance de cavités très faible. Pour la configuration LS (Figure 87b), la propagation de fissure n'est pas continue avec des grosses cavités aux joints de grains. La coalescence s'effectue plus tardivement que pour la configuration TL par un second mécanisme sur une seconde population de précipités plus petite. Comme discuté dans le paragraphe II.2.3.2.b, certains auteurs indiquent que cette population de précipités consistent probablement les dispersoïdes au chrome et au manganèse [28, 36, 39, 140]).

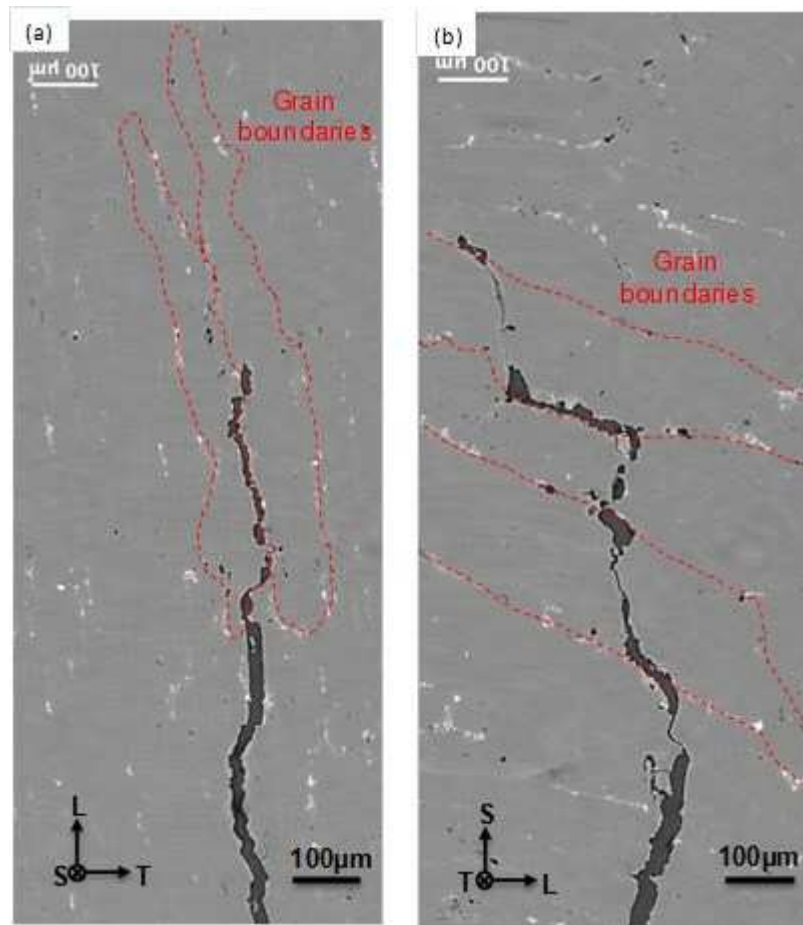


Figure 86 : Sections 2D des données SRCT représentant la fissure et les joints de grains selon la ligne blanche en pointillée dans la Figure 85 pour (a) essai TL et (b) essai LS.

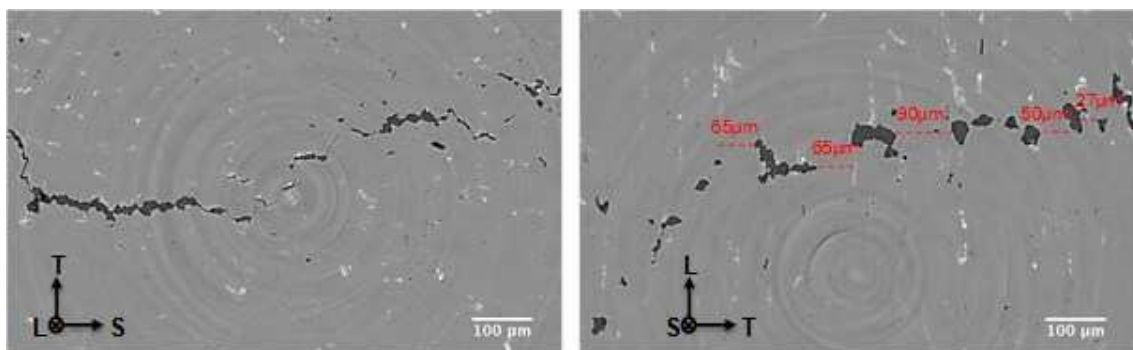


Figure 87 : Sections 2D des données SRCT représentant la fissure et les joints de grains selon la ligne verte en pointillée dans la Figure 85 pour (a) essai TL et (b) essai LS. Quelques exemples de mesures de distance inter-cavité sont présentés pour l'essai LS.

Des distances caractéristiques inter-cavités et la dimension des cavités pourraient être calculées suivant les trois directions principales sur ces coupes bidimensionnelles. Un exemple de la distance inter-cavités est présenté dans la Figure 87b. Afin de prendre en compte la totalité du volume, la distance inter-cavité et la dimension des cavités sont mesurées sur la Figure 85 avec la méthode des intercepts. Pour ce faire, des lignes sont tracées sur la Figure 85 suivant la direction L, T et S à différentes positions. Huit lignes sont tracées suivant la direction S et sept lignes sont tracés suivant la direction T sur la Figure 85b avec un écart de 100 μm . Seulement une ligne peut être tracée suivant la direction L sur la Figure 85a du fait de la faible longueur de propagation de fissure. Ces deux longueurs caractéristiques sont présentées sur la Figure 88 et sont récapitulées dans le Tableau 9 suivant les trois directions principales : L, T et S. Ces distances inter-cavité sont 20% plus importantes que des distances inter-précipitées intermétalliques au fer en respectant le rapport entre les trois directions (voir paragraphe II.3.3.2.e).

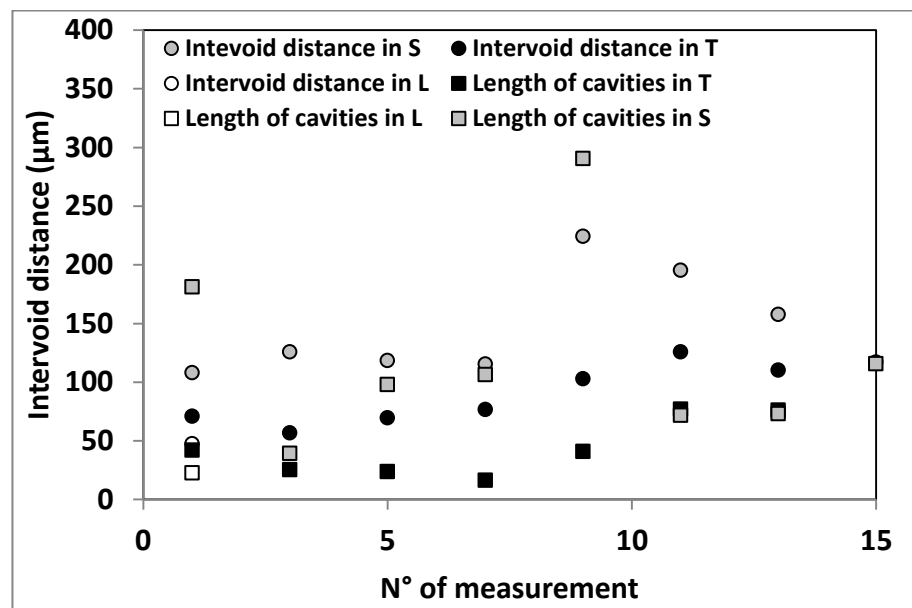


Figure 88 : Mesure de la distance inter-cavité et de la dimension des cavités suivant les directions principales à partir des COD map. Chaque point de mesure correspond à une moyenne des valeurs suivant une ligne.

<i>Longueur (μm) suivant :</i>	<i>L</i>	<i>T</i>	<i>S</i>
Cavités	20	40	100
Distance inter-cavité	50	100	150
Distance inter-IMF (paragraphe II.3.3.2.e)	40	80	120

Tableau 9 : Longueurs caractéristiques moyennes des cavités et des distances inter-cavités comparées avec des distances inter-précipitées IMF mesurée dans le paragraphe II.3.3.2.e suivant trois directions principales.

Les analyses de la Figure 85 présentée en termes d'ouverture sont reprises ici et traitée en termes de fraction volumique d'endommagement. Le volume a été discrétisé en boîte de taille égale à la région d'intérêt ($140 \times 140 \times 70 \mu\text{m}^3$) définie dans le paragraphe III.3. Dans chacune de ces boîtes, la fraction volumique moyenne de cavité est calculée. La Figure 89 représente une cartographie d'endommagement dans le plan de propagation de la fissure, la valeur retenue et représentée sur la figure correspond à la valeur maximale de la fraction volumique suivant la direction de sollicitation (direction orthogonale au plan de propagation). La figure a) représente la configuration TL et la figure b) la configuration LS.

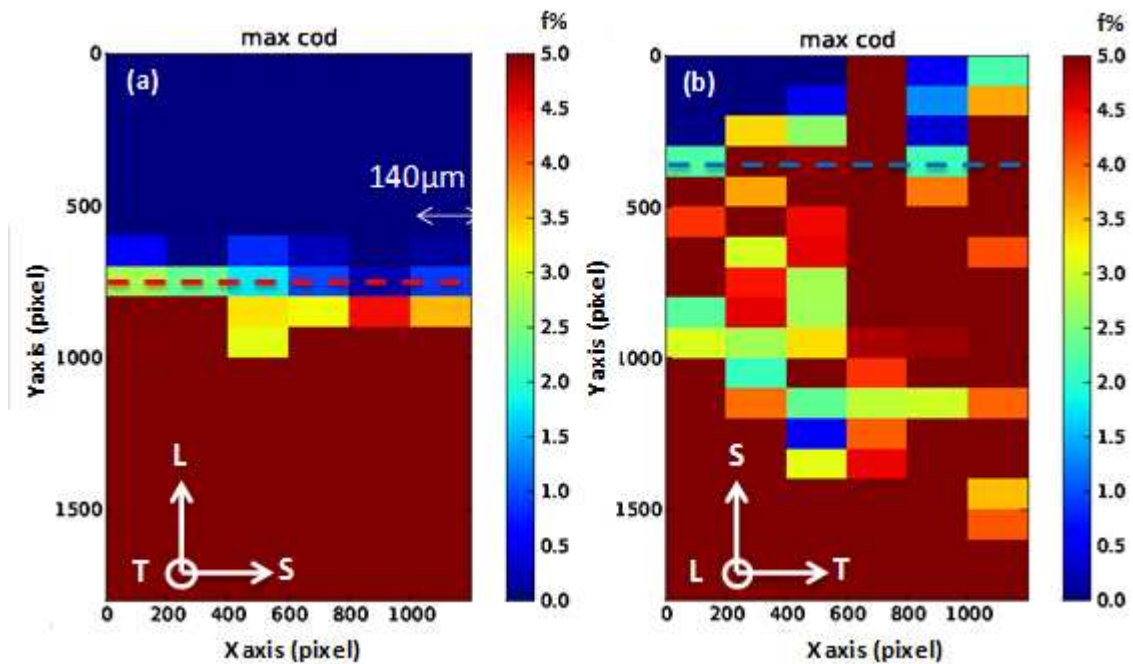


Figure 89 : Cartographie de la fraction volumique de cavités moyenne dans ROI ($140 \times 140 \times 70 \mu\text{m}^3$) pour les configurations d'essais : (a) TL et (b) LS.

La Figure 90 représente l'évolution de la fraction volumique d'endommagement moyen, moyennée sur la largeur d'éprouvette, suivant la direction de la propagation de fissure. Les deux valeurs repérées par les flèches représentent la fraction moyenne mesurée au niveau du front de fissure (lignes pointillées représentées sur la Figure 89). La position du front de fissure correspond à la ligne de propagation maximale pour laquelle toutes les valeurs d'endommagement sont non nulles. Dans la configuration TL la fraction est de 1.5%, tandis que pour la configuration LS la valeur est de 5.6%. Ces deux valeurs seront utilisées comme valeurs de fraction volumique de cavités critique de coalescence dans la partie modélisation.

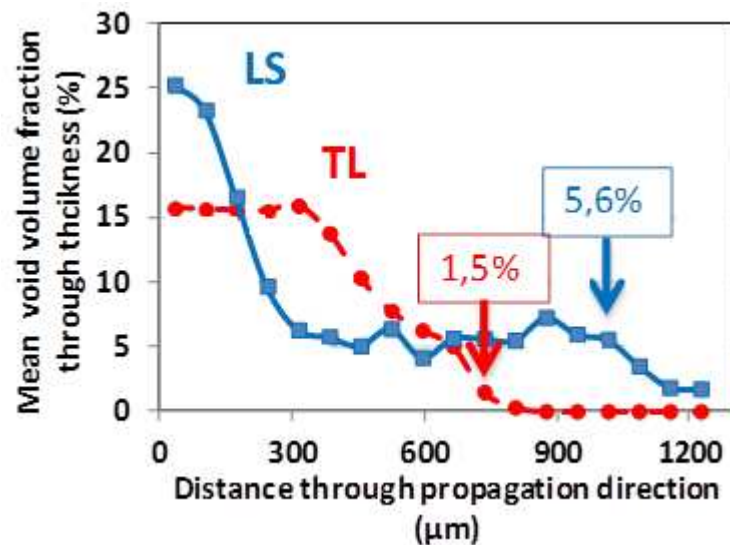


Figure 90 : Évolution de la fraction volumique d'endommagement moyenne, moyennée sur la largeur d'éprouvette, suivant la direction de la propagation de fissure. Les deux valeurs repérées par les flèches représentent la fraction moyenne mesurée au niveau du front de fissure (lignes pointillées représentées sur la Figure 89).

Les Figure 91a et Figure 91b représentent une partie du front de fissure ainsi que l'endommagement isolé devant la fissure (volume encadré en bleu sur la Figure 85a) pour la configuration de chargement TL. L'endommagement est projeté dans le plan TL pour la Figure 91a et LS pour la Figure 91b. La fissure est déviée en bas dans ce volume. Les cavités devant la fissure sont allongées et alignées suivant la direction L ce qui est cohérent avec la direction d'allongement et d'alignement des précipités grossiers. Tel que montré sur la Figure 85a, ces cavités sont issues des précipités grossiers. L'étape de croissance de cavités pour cette configuration TL est moins importante que pour la configuration LS, elle est ensuite suivie par une phase de coalescence par striction interne du fait que la distance inter-cavité est faible suivant la direction de propagation de fissure.

L'endommagement projeté dans le plan LS et ST de la configuration de chargement LS est présenté sur les Figure 91c et la Figure 91d. Devant la fissure, les cavités sont plus grandes et organisées en amas que dans le cas TL. Les précipités grossiers sont alignés suivant la direction L qui est perpendiculaire au sens de

propagation de fissure. Les cavités formées sur ces précipités sont éloignées dans la direction de propagation de fissure. L'étape de croissance de cavités est plus développée que dans cette configuration LS. La coalescence par striction interne avec les plus proches voisins forment les amas de cavités. On suppose que la percolation entre la fissure et ces amas de cavités s'effectue ensuite par un second mécanisme de coalescence sur les dispersoïdes au chrome et au manganèse, comme l'ont suggéré Blind et al. [28, 36, 39, 140].

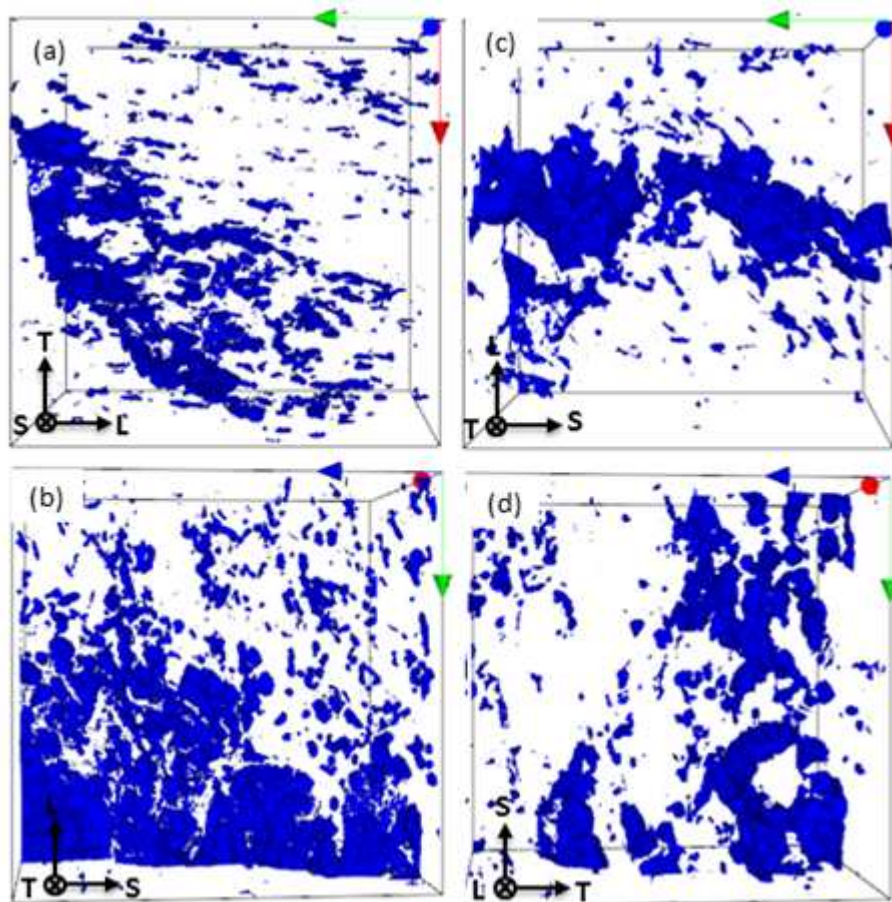


Figure 91 : Endommagement tridimensionnel dans les volumes de $350\mu\text{m}^3$ devant la fissure (encadré en bleu dans Figure 85) projeté suivant le plan (a) TL, (b) LS pour l'essai TL et plan (c) LS, (d) ST pour l'essai LS.

III.5 Bilan

Deux types de précipités grossiers sont à l'origine de l'endommagement du fait de l'incompatibilité des déformations lors du chargement. Le rôle de ces deux types de précipités joué dans le mécanisme d'endommagement est clairement mis en évidence : les précipités Mg_2Si grossiers jouent un rôle prépondérant car ils s'endommagent dès le début du chargement contrairement aux intermétalliques au fer qui deviennent cavités plus tardivement. La nucléation de cavités est suivie de leur croissance. La coalescence a lieu à partir d'une certaine fraction volumique de cavités critique dans le volume. Dans le cas des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées, cette fraction volumique critique est 0,4% dans un volume de $(315 \times 350 \times 350) \mu m^3$. En cas d'une propagation de fissure dans une éprouvette de laminographie X en configuration TS, une fraction volumique de 1% a été mise en évidence comme le seuil de coalescence dans un volume de $(140 \times 140 \times 70) \mu m^3$. Pour un taux de triaxialité plus importante (éprouvette de ténacité), la fraction volumique d'endommagement à la coalescence est évalué à 1,5% pour la configuration TL et 5,6% pour la configuration LS. La valeur de 1,5% pour la configuration TL obtenue sur éprouvette de ténacité est comparable avec la valeur de 1% pour la configuration TS obtenue sur éprouvette de laminographie car le sens de sollicitation (sens T) peut décider la valeur de ténacité (voir paragraphe II.4.3.2.b).

Un scénario d'endommagement intégrant la forme et l'alignement des précipités est obtenu et permet d'expliquer l'anisotropie d'endommagement et donc la ténacité. L'anisotropie de forme et de répartition des précipités est induite par l'anisotropie morphologique des grains. La forme du grain résulte du procédé de mise en forme. La germination de l'endommagement s'initie en premier lieu sur les précipités grossiers Mg_2Si , la coalescence sera d'autant plus facile que les précipités sont proches. Dans le cas TL, les précipités sont alignés dans le plan de la propagation de fissure. La propagation de fissure se fait suivant le chemin où la consommation d'énergie est la plus faible. Les joints de grains constituent des zones de rupture privilégiées. La coalescence entre cavités s'effectue par striction interne. La fissure se propage essentiellement en mode intergranulaire et l'énergie dépensée par la rupture est donc

plus faible. Dans le cas LS, les précipités grossiers Mg_2Si sont alignés perpendiculairement au plan de la propagation de fissure. Les ruptures intergranulaires et transgranulaires coexistent dans ce cas et l'énergie dépensée est par conséquent plus élevée [81, 141]. Le second mécanisme de rupture intragranulaire observé dans le sens LS correspond à un endommagement ductile sur une seconde population de précipités (dispersoïdes aux Cr et Mn [28, 36, 39, 140]).

Chapitre IV Validation des micromécanismes et simulations d'endommagement

L'ensemble des résultats d'analyse du Chapitre II et du Chapitre III nous a permis de mettre en lumière les mécanismes de rupture. Les précipités grossiers intergranulaires (Mg_2Si puis intermétalliques au fer) s'endommagent progressivement durant le chargement puis conduisent à la formation de cavités. Les précipités Mg_2Si grossiers représentent les éléments essentiels de la séquence d'endommagement de notre alliage car ils sont les sites préférentiels de germination de cavités pour un faible taux de déformation. Afin de tester et de valider notre scénario et notre modèle d'endommagement, des matériaux modèles contenant moins de précipités grossiers Mg_2Si ont été élaborés, en laboratoire, et caractérisés.

Dans ce chapitre, nous commençons par la mise au point des traitements thermiques du matériau modèle de validation. On s'attache ensuite à comparer du point de vue microstructural et mécanique ce matériau de validation vis-à-vis des matériaux actuels. La différence de mécanismes d'endommagement entre nos matériaux modèles sera étudiée via des essais de traction in-situ au MEB et des essais de traction interrompus sur éprouvettes axisymétriques entaillées observées par tomographie X.

La simulation de la rupture ductile d'une éprouvette de ténacité nécessite la mise en œuvre de modèles décrivant le comportement et l'endommagement de la structure étudiée. Un modèle analytique simple permettant de décrire l'effet des précipités Mg_2Si grossiers sur la ténacité de nos matériaux est présenté dans le paragraphe IV.2.1.1. Le modèle d'endommagement non-couplé Rice-Tracey est ensuite présenté afin de prédire l'endommagement de nos matériaux. Enfin, le modèle d'endommagement couplé Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) associé aux milieux poreux est présenté ainsi que l'identification des paramètres associés. Les résultats issus de ces trois modèles sont comparés aux résultats expérimentaux macroscopiques.

IV.1 Introduction de la démarche métallurgique de validation

Comme discuté dans le paragraphe II.2.2, nos matériaux ont subi des étapes d'élaboration et de transformation. Une étape d'homogénéisation est effectuée afin de diminuer la ségrégation issue de la coulée. Le forgeage libre à chaud est ensuite réalisé pour obtenir la forme finale du composant. La mise en solution a pour but de dissoudre les précipités grossiers Mg_2Si formés lors des étapes précédentes et suivies par la trempe et le détensionnement. Cette étape est suivie par le revenu afin de former des précipités nanométriques destinés au durcissement structural.

Afin de diminuer la teneur des précipités grossiers Mg_2Si , notre stratégie consiste à augmenter la température de mise en solution pour mieux dissoudre ces précipités. Le fait d'augmenter la température de mise en solution permet de réduire la fraction volumique de précipités grossiers. Cette opération va augmenter la teneur de Mg et Si en solution, et va potentiellement modifier la cinétique de germination, la croissance et la coalescence des précipités durcissants. Le temps de revenu doit donc être adapté. Une étude du temps de revenu est présentée en Annexe B.

Des matériaux modèles FLM (voir paragraphe II.2.1) ont été élaborés dans notre laboratoire avec des mises en solution à plus haute température ($560^\circ C$ au lieu de $530^\circ C$) pour dissoudre les précipités grossiers de Mg_2Si . Ce matériau est intitulé FLM6 en comparaison avec le matériau FLM3. Le reste des traitements thermomécaniques (homogénéisation, forgeage libre, trempe, revenu) est identique entre ces deux matériaux. La Figure 92 permet de situer la composition de l'alliage par rapport aux domaines à l'équilibre correspondant aux solutés Mg et Si en solution solide α (en bas à gauche des solubilités) et aux précipités Mg_2Si hors solution (en haut à droite des solubilités), en teneur d'autant plus forte que le point représentant la composition est distant du domaine α . Le domaine α pour une mise en solution à $560^\circ C$ a une distance plus proche de la composition de l'alliage que celui à $530^\circ C$ ainsi une dissolution des précipités Mg_2Si est plus efficace. Il faut noter que cette température de mise en solution ne doit pas dépasser le solidus de l'alliage à environ $580^\circ C$, pour éviter la fusion partielle des phases ayant les plus bas points de fusion (brûlures).

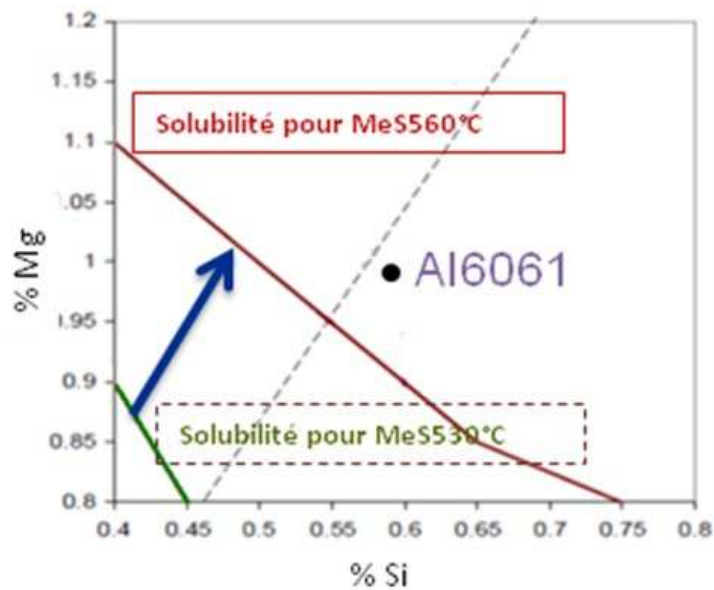


Figure 92 : Coupes isothermes à 530°C et 560°C du diagramme Mg-Si lors de la mise en solution (MeS).

IV.1.1 Caractérisation microstructurale des matériaux modèles

Après avoir élaboré le matériau de validation ayant subi une température de mise en solution de 560°C (FLM6), nous nous concentrons dans cette partie sur la caractérisation microstructurale de ce matériau modèle en le comparant avec le matériau FLM3 caractérisé dans le paragraphe II.3. Les objectifs de ce paragraphe sont :

- d'étudier la teneur résiduelle en précipités Mg_2Si grossiers après la mise en solution,
- de vérifier l'absence d'une croissance de la taille de grain.

On observe en tomographie/laminographie X une diminution notable de la quantité de précipités grossiers Mg_2Si du matériau FLM6 par rapport au matériau FLM3. La dissolution n'est pas totale à 560°C. Une très faible fraction de précipités subsiste encore (Figure 93). Aucune brûlure n'a été constatée sur l'ensemble des matériaux modèles. Ceci est en accord avec les mesures de DSC et les calculs Prophase réalisés chez *Constellium* CRV qui montrent que la température de brûlure est comprise entre 583°C et 595°C [142]. Quelques porosités ont toutefois été observées en surface des

échantillons. Cette pénétration de l'hydrogène ne dépasserait pas 10 mm d'épaisseur à 560°C.

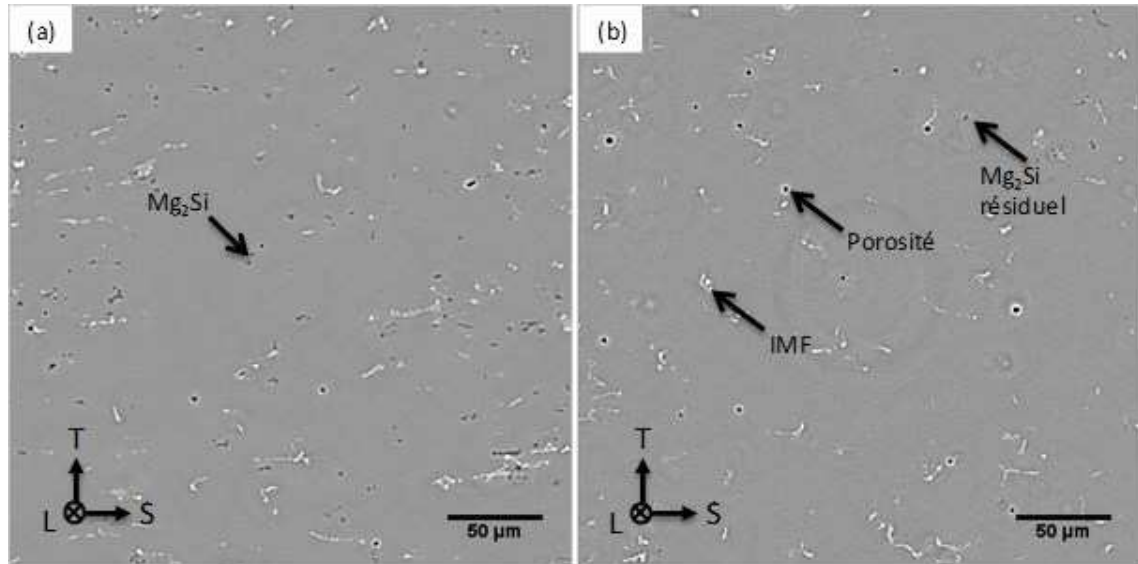


Figure 93 : Comparaison de la microstructure observée en laminographie X entre (a) FLM3 et (b) FLM6.

Une analyse quantitative des précipités a été faite sur les observations obtenues en laminographie X. Sur la Figure 94 est tracée la fraction volumique cumulée des précipités Mg₂Si grossiers, des intermétalliques au fer et des porosités initiales en fonction de la distribution de leur volume. Le Tableau 10 résume les analyses quantitatives de la Figure 94. Les courbes sont similaires entre FLM3 et FLM6 en ce qui concerne les intermétalliques au fer, ce qui signifie que la mise en solution à 560°C au lieu de 530°C ne modifie pas la taille et la fraction volumique des intermétalliques au fer. Ces intermétalliques ont un point de fusion beaucoup plus élevé que 560°C. La fraction volumique des précipités Mg₂Si grossiers diminue de façon significative passant de 0,25% pour FLM3 à 0,02% pour FLM6. Cette diminution de fraction volumique se retrouve dans la densité et aussi dans la taille des précipités. Après une mise en solution à 560°C au lieu de 530°C, la densité volumique est divisée par cinq et la taille moyenne des précipités est divisée par trois. L'augmentation de la température de mise en solution a effectivement diminué la fraction volumique de Mg₂Si. En revanche, cette diminution de précipités Mg₂Si grossiers est accompagnée par une légère augmentation de la porosité préexistante qui passe de 0,05% à 0,08%. Cette

augmentation est toutefois négligeable au regard de l'évolution des précipités Mg_2Si grossiers.

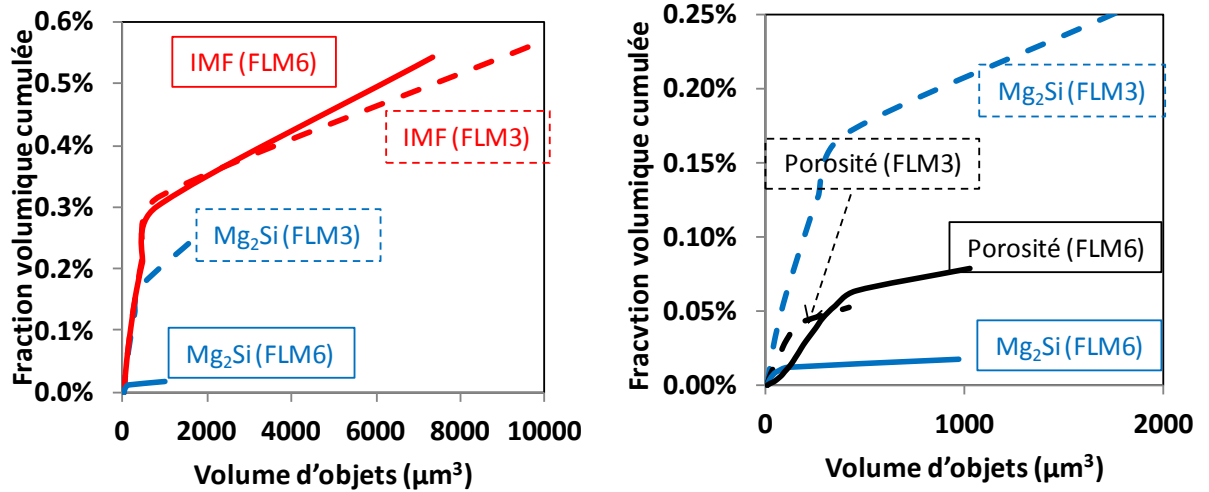


Figure 94 : Fraction volumique des précipités grossiers et des porosités initiales des matériaux. Les objets sont classés par taille puis cumulés afin de déterminer leur contribution à la fraction volumique totale.

Mat.	Mg_2Si			IMF			Porosités		
	f%	Densité ($10^{-6}/\mu m^3$)	Taille (μm^3)	f%	Densité ($10^{-6}/\mu m^3$)	Taille (μm^3)	f%	Densité ($10^{-6}/\mu m^3$)	Taille (μm^3)
FLM3	0,25 $\pm 0,06$	25 ± 6	103 ± 26	0,57 $\pm 0,14$	29 ± 7	198 ± 50	0,05 $\pm 0,01$	10 $\pm 2,5$	52 ± 13
FLM6	0,02 $\pm 0,01$	5 ± 1	36 ± 9	0,54 $\pm 0,13$	29 ± 7	185 ± 46	0,08 $\pm 0,02$	5 $\pm 1,2$	163 ± 41

Tableau 10 : Statistiques concernant la fraction volumique $f\%$, la densité D_{ini} et le volume moyen V_0 des précipités et porosités préexistantes dans les matériaux modèles FLM3 et FLM6.

La taille de grain est stable après traitement de mise en solution à 560°C, aucune recristallisation n'est observée pour les matériaux forgés (FLM6, voir Figure 95). En revanche, une augmentation notable de la taille de grain à partir de 540°C a été observée pour les matériaux mis en forme par filage inverse (ces matériaux ne sont pas présentés dans ce manuscrit). Cette augmentation de la taille de grain est liée au phénomène de

recristallisation et est présente dans la partie la plus corroyée du composant. Une augmentation de la teneur en chrome limiterait le risque de recristallisation [143].

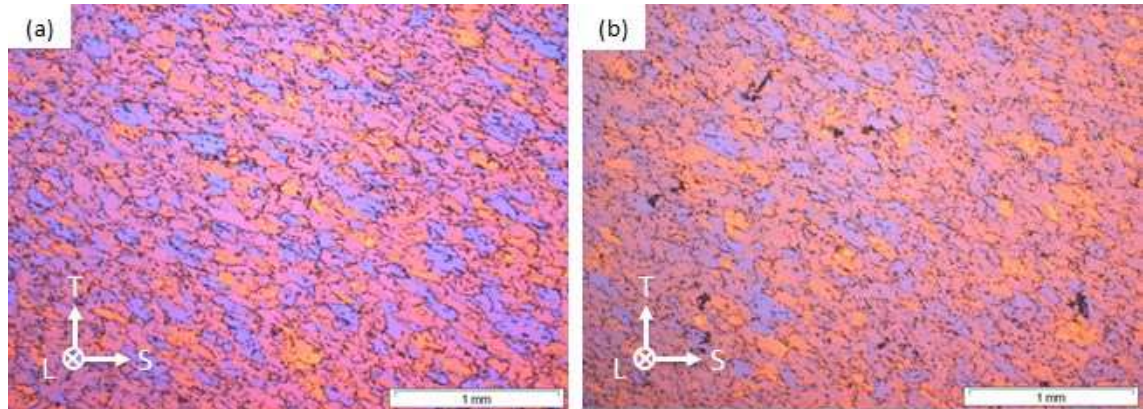


Figure 95 : Structure granulaire des matériaux mis en forme par forgeage libre FL: (a) FLM3 et (b) FLM6.

IV.1.2 Propriétés mécaniques des matériaux modèles

IV.1.2.1 Essais de traction

Des essais de traction sur éprouvettes lisses ont été réalisés sur les matériaux FLM3 et FLM6. La Figure 96 présente l'évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation rationnelle corrigée par l'équation de Bridgman pour ces deux matériaux et pour les trois directions de sollicitation. On remarque une augmentation des caractéristiques mécaniques ($R_{p0,2}$ et R_m) pour les éprouvettes mises en solution à 560°C (matériau FLM6). En effet, la mise en solution à plus haute température dissout davantage de précipités Mg_2Si grossiers ce qui laisse plus d'éléments Mg et Si dans la solution solide destinés à la formation des précipités nanométriques du type Mg_xSi_y lors de l'étape de revenu. Par conséquent, on peut supposer que le nombre de ces précipités nanométriques est plus important et le durcissement structural est plus efficace.

Les paramètres de la loi de comportement élastoplastique sont donc différents entre les deux matériaux modèles. Comme présenté dans le paragraphe II.4.2.2, la loi de Voce [59] a été retenue comme loi d'écrouissage. Cette loi tend vers une contrainte établie σ_s et est décrite sous la forme suivante :

$$\sigma = \sigma_s + (\sigma_0 - \sigma_s) \exp(-b \varepsilon) \quad \text{Eq. 14}$$

Où σ_0 représente la limite d'élasticité du matériau et b est un paramètre ajustable. Les paramètres sont identifiés avec le meilleur ajustement entre les courbes rationnelles et la loi de Voce en utilisant la même procédure d'identification que celle présentée dans le paragraphe II.4.2.2. Cette loi permet de décrire le stade III. Les paramètres sont listés dans le Tableau 11.

<i>Matériau</i>	<i>E (GPa)</i>	<i>ν</i>	<i>σ₀ (MPa)</i>	<i>σ_s (MPa)</i>	<i>b</i>
FL / FLM3	70	0.33	288	375	12
FLM6			308	430	13

Tableau 11 : Paramètres de loi de comportement pour matériaux FLM3 et FLM6.

Les courbes de traction rationnelles à partir des corrections Bridgman et conventionnelles sont présentées dans la Figure 96. Aucune différence n'a été constatée entre les deux matériaux (FLM3 et FLM6) en termes de l'écrouissage aux grandes déformations. La comparaison entre les courbes de traction conventionnelles expérimentales et les simulations sur éprouvettes lisses est effectuée afin de valider les paramètres identifiés. L'accord entre le calcul et l'expérience est bon pour les deux matériaux et pour tous les sens de sollicitation.

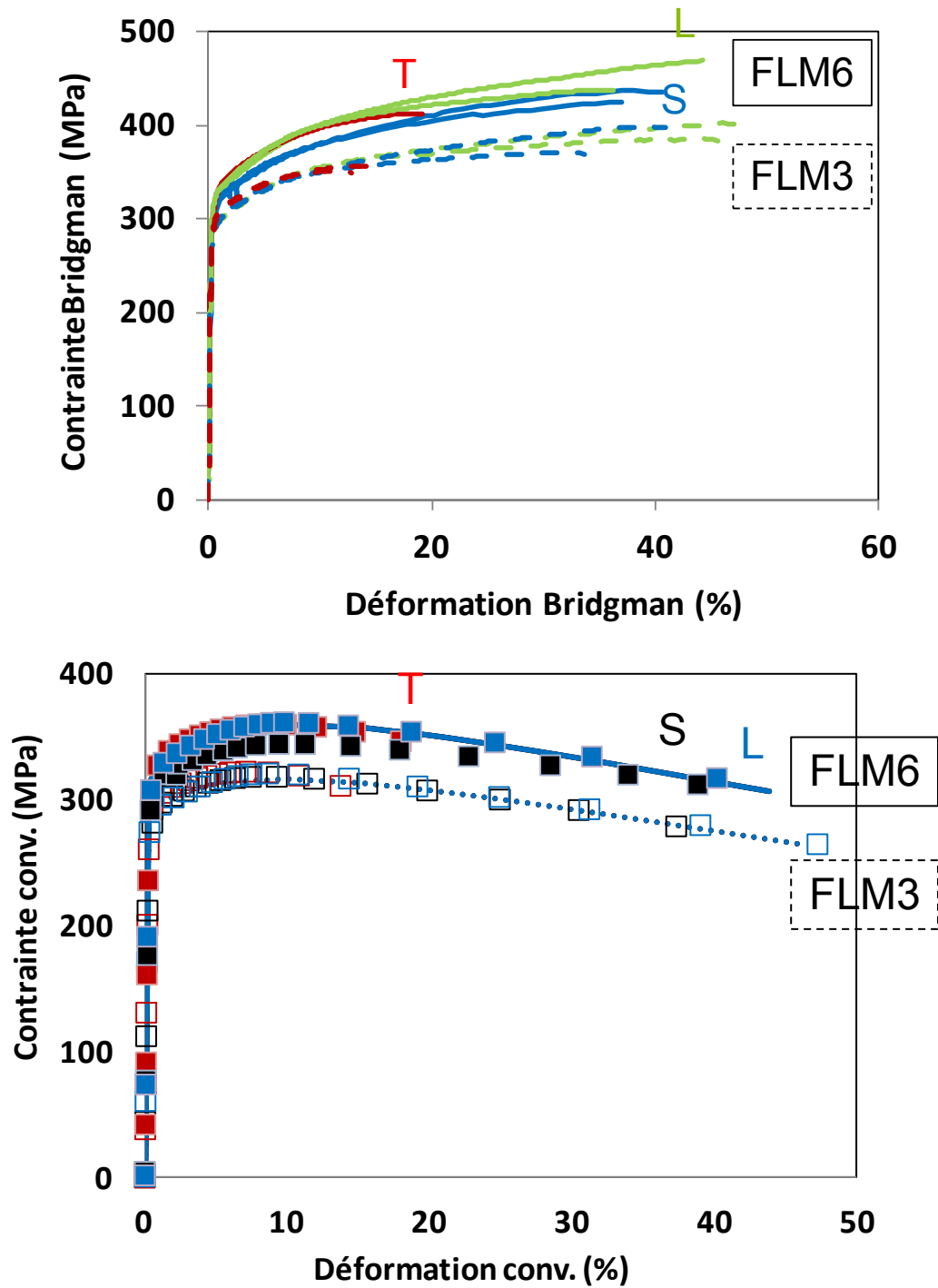


Figure 96 : Courbes contrainte-déformation rationnelle à partir des corrections Bridgman et conventionnelles pour les matériaux FLM3 et FLM6 : expérience en symbole et simulation en ligne

IV.1.2.2 Essais de ténacité

Des essais de ténacité sur éprouvette CT12.5 (voir paragraphe II.4.3.2) ont été menés à la température ambiante sur les matériaux modèles FLM3 et FLM6 avec la configuration ST (voir paragraphe II.4.3.2). Le matériau ayant subi une mise en solution à 560°C (FLM6) présente une valeur de ténacité $J_{0,2}$ ($=35,4\text{kJ/m}^2$) supérieure à celui ayant subi une mise en solution à 530°C (FLM3) avec une valeur de ténacité $J_{0,2}=25,1\text{kJ/m}^2$ (Figure 97). La pente dJ/da du matériau FLM6 revenu 8 heures présente une valeur de 21,8 MPa alors que la valeur de dJ/da du matériau FLM3 est considérée comme nulle (voir paragraphe II.4.3.2). Cette augmentation de la pente dJ/da se traduit par la disparition des pops-in lors des essais de ténacité. Ces caractéristiques montrent que le matériau FLM6 a une meilleure résistance à la propagation de fissure et une meilleure ténacité. L'augmentation de la température de mise en solution conduit à la dissolution des précipités grossiers ce qui entraîne une amélioration des valeurs de ténacité car ils ne peuvent plus agir comme site de germination. En outre l'augmentation de la limite d'élasticité entraîne un effet bénéfique sur la ténacité.

Comme discuté dans l'étude bibliographique (paragraphe II.2.3.2.c), le temps de revenu peut également influencer la valeur de la ténacité. Entre un état sous-revenu (8h) et un état revenu au pic (12h), les précipités nanométriques sont de plus en plus nombreux, et cisailables, la déformation se localise en bande. Cette localisation de déformation induit une concentration de contrainte sur les joints de grains ce qui favorise l'endommagement intergranulaire, par conséquent l'énergie de rupture diminue, ainsi la valeur de ténacité $J_{0,2}$ diminue [41, 42].

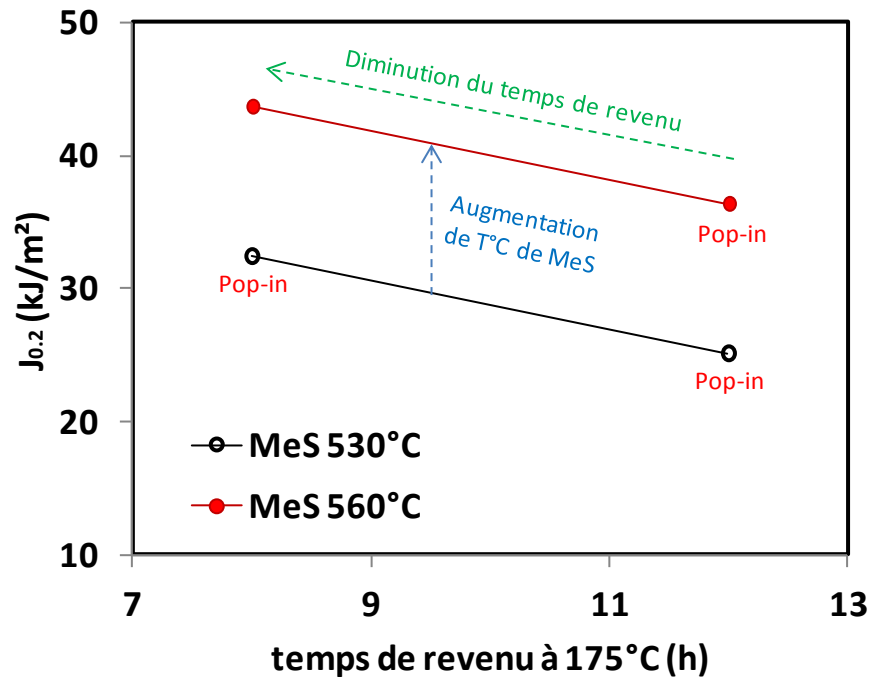


Figure 97 : Valeur de ténacité en fonction du temps de revenu pour différentes températures de mise en solution.

Pour un état de revenu au pic (12h), le mécanisme d'endommagement des matériaux FLM3 et FLM6 est analysé dans le paragraphe suivant par une étude en surface (essais de traction in-situ sous MEB) et en volume (essais de traction AE interrompu). L'objectif de ces études est de démontrer la différence de mécanisme d'endommagement entre les deux matériaux.

IV.1.3 Compréhension du mécanisme d'endommagement du matériau FLM6

Des essais de traction in-situ sous MEB sont également menés sur le matériau FLM6 suivant deux directions de sollicitation LS et TS. L'objectif de ces essais est de vérifier si les mécanismes pressentis sur un état comportant une forte densité de précipités grossiers (FLM3) sont identiques sur un état qui en comporte peu ou pas. La méthodologie est la même que celle employée dans le paragraphe III.1.1.

Comparativement au matériau FLM3, il semblerait que l'endommagement sur les intermétalliques au fer et l'endommagement intragranulaire, mécanismes qui étaient du second ordre sur le matériau FLM3, deviennent du premier ordre une fois que les Mg_2Si ont été dissous (voir Figure 98). Cependant ces mécanismes sont déclenchés pour une déformation supérieure à celle qui entraîne une germination de cavités sur les précipités Mg_2Si grossiers.

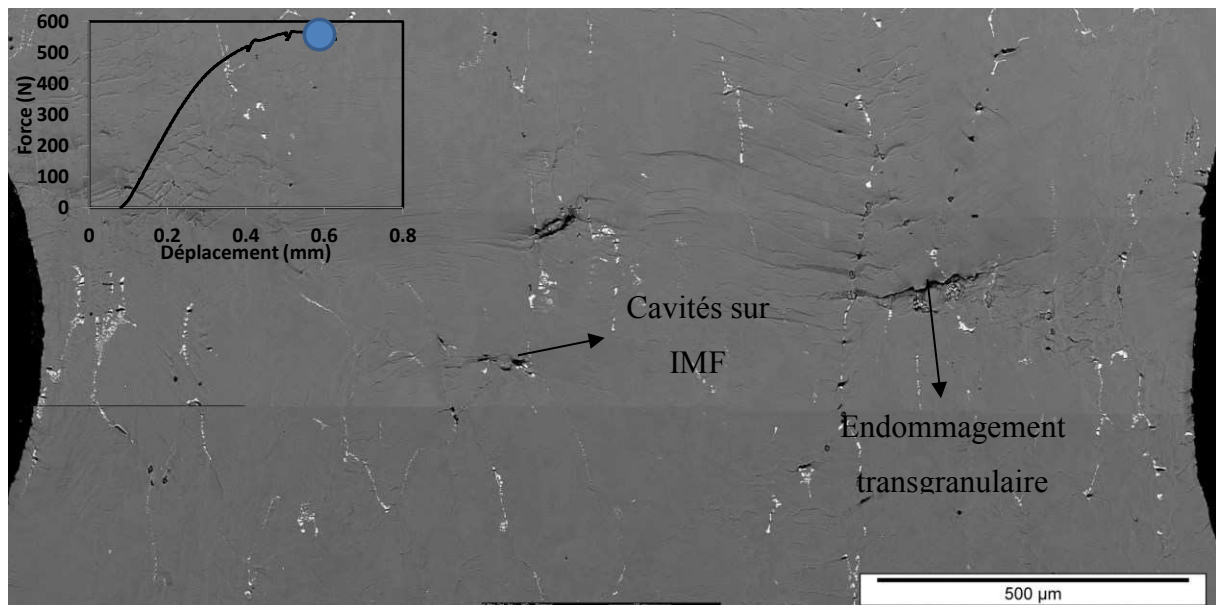


Figure 98 : Endommagement entre entaille d'éprouvette MEB in-situ FLM6-LS interrompue à $F=553N$ et $D=0.611mm$.

L'analyse quantitative de l'évolution de l'endommagement est également réalisée sur le matériau FLM6 pour la configuration LS. Pour rappel, nous avons déjà mis en évidence dans le Chapitre III sur le matériau FLM3 qui contient des précipités Mg_2Si que ces derniers s'endommagent dès le début du chargement ($< \sim 1\%$ de déformation). Nous comparons l'évolution de l'endommagement initié sur les intermétalliques au fer pour FLM3 et FLM6 sur la Figure 99. Aucune différence marquée n'a été mise en évidence entre ces deux matériaux avant la coalescence des cavités. La présence de Mg_2Si grossiers ne modifie pas la séquence d'endommagement sur les IMF. Par conséquent, nous utiliserons pour les deux matériaux modèles la même loi de nucléation de cavités (identifiée dans le paragraphe III.1.3 du Chapitre III).

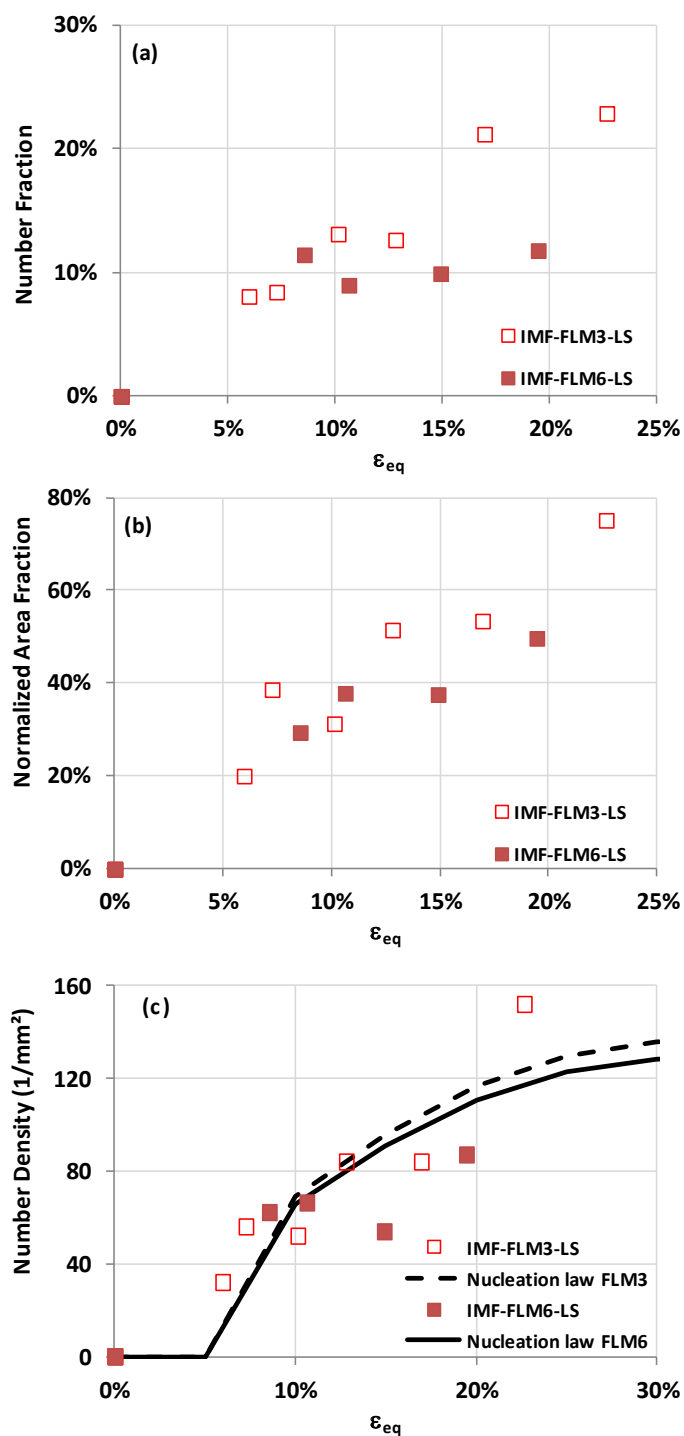


Figure 99 : Comparaison de l'évolution de l'endommagement initié sur IMF entre FLM3 et FLM6 pour une éprouvette en configuration LS en termes de : (a) fraction en nombre de précipités endommagés, (b) fraction surfacique normalisée de précipités endommagés et (c) densité de cavité. Le taux de triaxialité des contraintes T est estimé à $\sim 0,5$.

Comme expliqué dans le paragraphe III.2, l'évolution de l'endommagement dans le volume est également analysée par essais de traction interrompus sur éprouvettes axisymétriques entaillées pour différentes déformations et observée par tomographie X. Les précipités Mg_2Si grossiers sont considérés comme des cavités initiales. La Figure 100 présente la densité et la fraction volumique des cavités en fonction de la déformation équivalente pour des essais de traction sur éprouvettes AE10 et AE2. Pour une déformation donnée, le matériau FLM6 initialement sans précipités Mg_2Si grossiers présente moins de cavités que le matériau FLM3 constitué de précipités Mg_2Si grossiers. La différence de l'évolution de l'endommagement est essentiellement portée sur le seuil de la coalescence de cavités. Le matériau FLM3 présente une fraction volumique critique de cavités vis-à-vis de la coalescence de 0,4% (voir paragraphe III.2) contrairement au matériau FLM6 qui, parmi les échantillons analysés, ne présente pas d'accélération de vitesse de croissance (seuil de coalescence). En effet, la distance inter-précipitée est plus importante pour le matériau FLM6 que pour le matériau FLM3. D'après le critère de coalescence proposé par Thomason [144], la distance inter-précipitée est d'autant plus importante que la contrainte critique de la localisation, autrement dit, le seuil de coalescence est tardif. Nous avons donc une fraction volumique critique de coalescence plus importante pour le matériau FLM6 que pour le matériau FLM3.

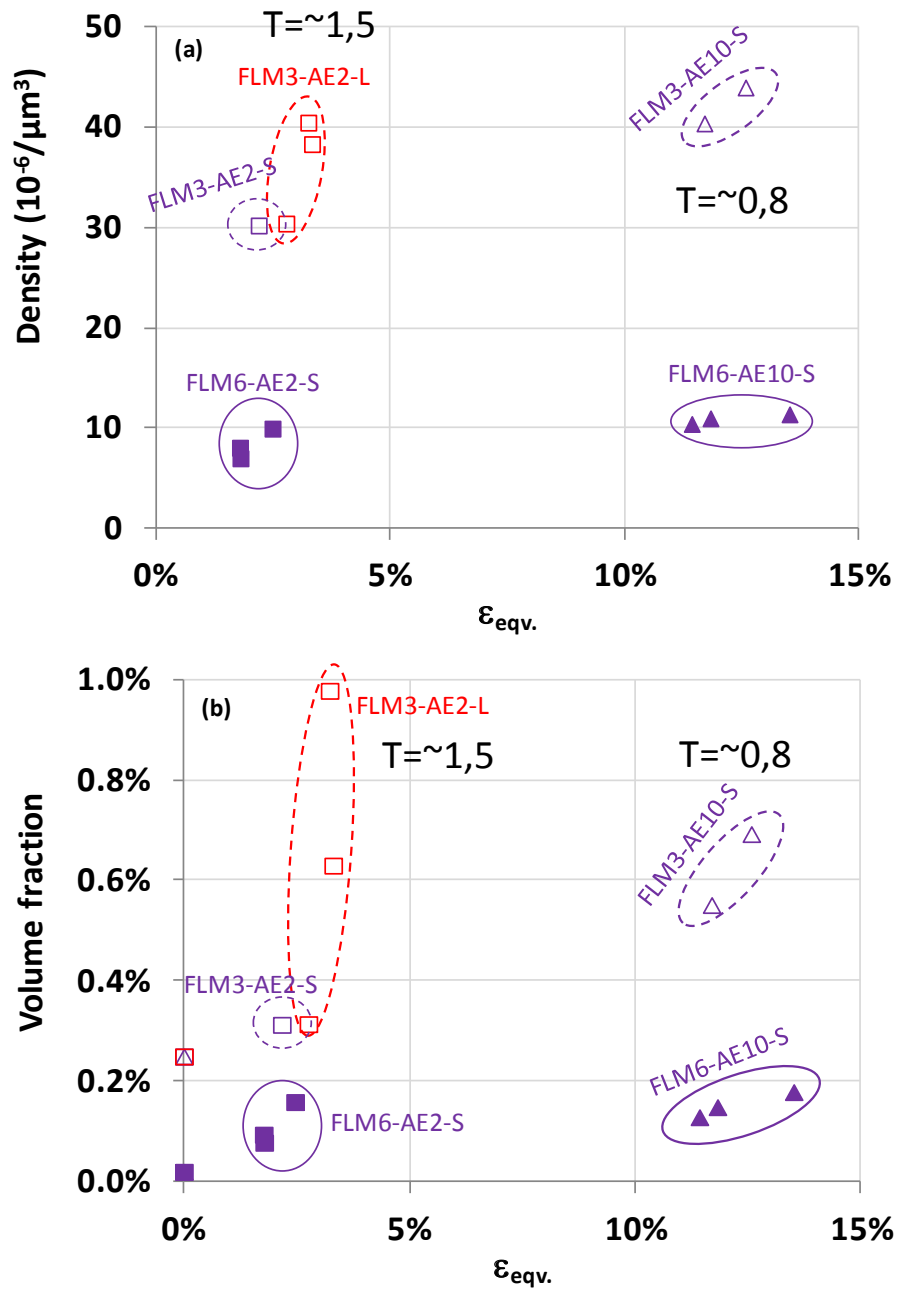


Figure 100 : Comparaison de l'évolution de l'endommagement entre le matériau FLM3 et le matériau FLM6 en termes de : (a) densité de cavité, (b) fraction volumique de cavités. Éprouvettes AE10 (triaxialité $T \sim 0,8$ au centre d'éprouvette) et AE2 (triaxialité $T \sim 1,5$ au centre d'éprouvette). Les précipités Mg_2Si grossiers sont considérés comme des cavités initiales.

IV.2 Modélisation de la ténacité

IV.2.1 Modèles analytiques simples à base physique

IV.2.1.1 Présentation des modèles analytiques simples

Comme démontré dans les chapitres précédents, la valeur de la ténacité est étroitement liée à la fraction volumique de précipités grossiers initialement présents dans le matériau. Plusieurs formules simples ont été proposées afin de relier la fraction de précipités à la ténacité K [61]. Rice et Johnson [145] ont développé un modèle de rupture ductile, faisant l'hypothèse que la propagation de la fissure s'initie lorsqu'une déformation suffisante est atteinte à une distance critique a_c en tête de fissure. Ce modèle estime correctement l'évolution de la résistance à l'endommagement en prenant une distance critique de l'ordre de l'espacement λ entre particules grossières [145]:

$$a_c = \frac{K_{IC}^2}{2E\sigma_Y} \approx \lambda \quad \text{Eq. 15}$$

où σ_Y représente la limite d'écoulement, E le module de Young et K_{IC} la ténacité.

Ayant constaté que de faibles niveaux de déformation peuvent provoquer la formation de cavités sur les précipités grossiers, Hahn et Rosenfield [30] ont étudié les alliages d'aluminium 2xxx et 7xxx et ont pris l'hypothèse que l'étape limitante de la rupture concerne soit la propagation de la fissure d'un précipité fissuré à un autre, soit la croissance des cavités. Le modèle de Rice et Johnson [145] a donc été modifié en exprimant la distance critique a_c en fonction du diamètre D et de la fraction volumique f_v des intermétalliques pour obtenir une expression de la ténacité sous la forme [145]:

$$K_{IC} = \sqrt{\left(2\sigma_Y E \left(\frac{\pi}{6}\right)^{1/3} D\right) f_v^{-1/6}} \quad \text{Eq. 16}$$

L'Eq. 16 découle de l'Eq. 15 en exprimant la distance en fonction de la densité de précipité (ρ). Pour le cas d'un précipité sphérique, cette densité (ρ) est reliée à la taille (rayon R) et à la fraction volumique (f_v) par l'équation suivante :

$$f_v = \frac{4}{3} \pi R^3 \rho \quad \text{Eq. 17}$$

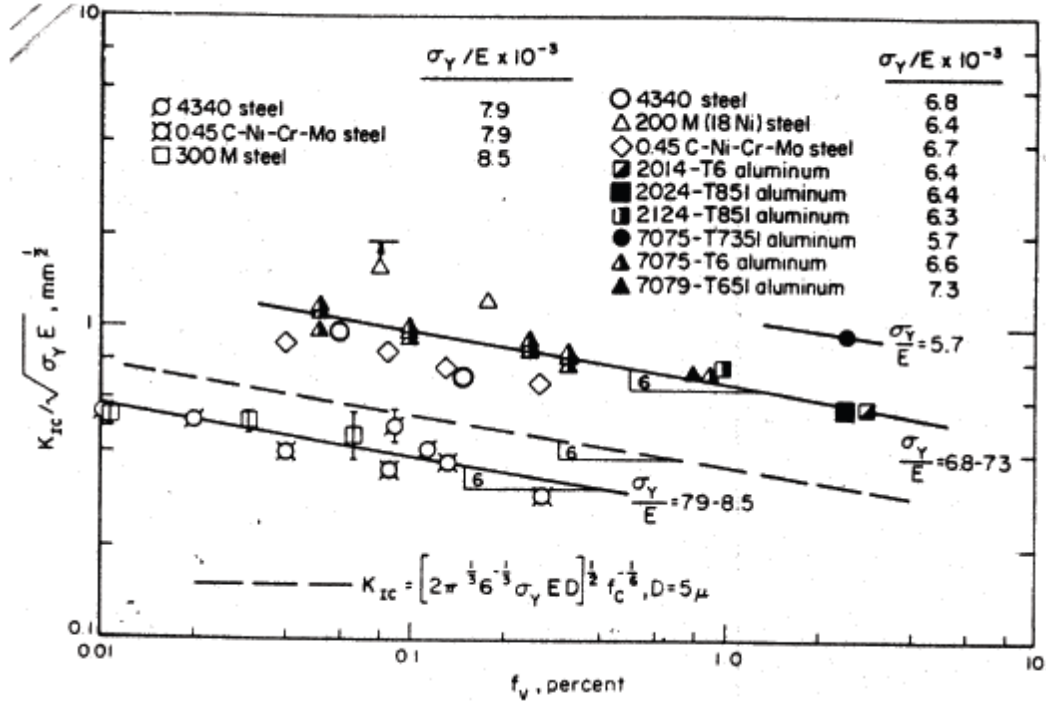


Figure 101 : Influence de la fraction volumique des particules grossières d'intermétalliques (taille > 1 μm), sur la ténacité de différents matériaux. D'après Hahn et Rosenfield, 1975 [30].

L'Eq. 16 décrit assez bien l'effet de la fraction volumique sur la ténacité selon une loi linéaire en $f_v^{-1/6}$ [145]. Cependant, cette équation a d'autres implications qui sèment le doute sur la validité du modèle et de ses hypothèses. Comme l'ont remarqué Van Stone et Psioda [31], les résultats expérimentaux montrent que la ténacité décroît lorsque la taille des intermétalliques augmente, contrairement à ce que prédit le modèle. La relation de proportionnalité directe entre la ténacité et la racine carrée de la limite d'écoulement n'est pas non plus réaliste [40].

Garett et Knott [146] proposent une formulation donnée (Eq. 18), dans laquelle n représente le coefficient d'écrouissage et ϵ_c la déformation critique de rupture. Cette formulation dépend du coefficient d'écrouissage et permet donc de décrire l'évolution de la ténacité au cours du revenu. En revanche, la dépendance avec la fraction

volumique de précipités grossiers n'est pas explicite. De plus, cette formulation nécessite d'ajuster la valeur de ε_c [146].

$$K_{1c} = \sqrt{\frac{2CE\varepsilon_c\sigma_Y n^2}{(1-\nu^2)}} \quad \text{Eq. 18}$$

Chen et Knott [147] reprennent l'analyse de Garrett et Knott et proposent la formulation décrite dans l'Eq. 19 avec σ_c la contrainte critique de décohésion de l'interface précipité / matrice, m et A des constantes et b le vecteur de Burgers. m est compris entre 1 et 3 selon Chen et Knott [147]. A est une constante dimensionnée de l'ordre de $\mu b/(2\pi)$ [147].

$$K_{1c} = \sqrt{\frac{mb}{10A} E\varepsilon_c\sigma_Y n^2 \frac{\lambda}{D}} \quad \text{Eq. 19}$$

En remplaçant la distance entre précipités (λ) par la valeur utilisée dans l'article de Hahn et Rosenfield [30], $\lambda = (\frac{\pi}{6})^{1/3} D f_v^{-1/3}$, l'Eq. 19 peut être remplacée par l'Eq. 20 [30]:

$$K_{1c} = \sqrt{\frac{m}{10A} E\varepsilon_c\sigma_Y n^2 (\pi/6)^{1/3} f_v^{-1/6}} \quad \text{Eq. 20}$$

IV.2.1.2 Prédiction des modèles analytiques simples

La compréhension du mécanisme d'endommagement décrite dans le Chapitre III montre que ce dernier s'initie dès la limite d'élasticité et principalement sur les précipités Mg_2Si grossiers. Nous considérons donc que l'endommagement s'initie pour une contrainte égale à la limite d'élasticité ($\sigma_c = \sigma_Y$) et négligeons donc la contribution des intermétalliques au fer.

La pertinence de l'Eq. 16 et l'Eq. 20 est évaluée sur l'ensemble des matériaux étudiés dans cette étude, tels que les matériaux industriels FL (forgé), FI (filé) et les matériaux modèles (FLM3 et FLM6). Deux autres matériaux modèles portant les codes SRMA J38 et J39 sont ajoutés à titre de comparaison [148]. Les valeurs de ténacité $J_{0,2}$ et les fractions volumiques des précipités Mg_2Si grossiers, f_v , sont des grandeurs

moyennes et sont données dans le Tableau 12. Il faut noter que seule la configuration ST présentant des valeurs de ténacité intermédiaires est testée et les résultats sont présentés pour les matériaux modèles FLM3 et FLM6.

<i>matériau</i>	$J_{0,2}$ (kJ/m ²)	f_v (%) <i>due aux Mg₂Si grossiers</i>
FL	14.5	0.43
FI	13.3	0.45
FLM3	25	0.25
FLM6	36	0.02
J38	12	0.34
J39	26	0.07

Tableau 12 : Récapitulatif des valeurs de ténacité et des fractions volumiques de précipités Mg₂Si des alliages d'aluminium 6061-T6 testés.

Les alliages d'aluminium présentent une rupture ductile, il n'est donc pas correct de formuler les valeurs de ténacité avec l'approche en K, qui fait l'hypothèse d'un comportement élastique. Il faut prendre en compte l'énergie plastique dissipée et exprimer les valeurs de ténacité avec l'approche en J. Même si cela reste approché, nous nous autoriserons le passage entre ces grandeurs via l'expression suivante [60, 149] sous réserve que la plasticité soit confinée:

$$J = \frac{K_J^2(1 - \nu^2)}{E} \quad \text{Eq. 21}$$

- L'Eq. 16 (Hahn et Rosenfield [30]) a été évaluée en utilisant les paramètres suivants :

- D = 5 μm
- E = 70 GPa

La loi d'évolution de la ténacité en fonction de la fraction de précipités grossiers ainsi que les valeurs mesurées sur tous les matériaux sont présentées sur la Figure 102.

- L'Eq. 20 proposée par Chen et Knott [147] et utilisant l'expression de la distance inter-précipité donnée par Hahn et Rosenfield [30] a été évaluée en utilisant les paramètres issus du Tableau 13.

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur</i>	<i>Méthode d'identification</i>
n	0,3	Ajusté sur les essais de traction
b	0.286 nm	
m	2 nm	m est compris entre 1 et 3 selon Chen et Knott [147], pour simplifier nous fixerons la valeur de m à 2 comme proposé par Hahn et Rosenfield [30]
A	$\mu b / (2\pi)$ GPa.m	A de l'ordre de $\mu b / (2\pi)$ selon [147]
μ	$E / (1-\nu)$ GPa	
E	70 GPa	
ν	0,33	

Tableau 13 : Paramètres utilisés dans le modèle de Hahn et Rosenfield [30].

L'Eq. 20 ne permet pas de reproduire le bon ordre de grandeur de la ténacité. Pour obtenir la même évolution que l'Eq. 16, il faut utiliser un rapport m/A de l'ordre de $1,2 \cdot 10^6 \text{ GPa}^{-1}$. Même si cette formule permet de décrire un certain nombre de dépendance souvent constaté que ne permet pas de rendre compte l'Eq. 16, il est donc nécessaire d'ajuster les constantes. Après ajustement, les deux évolutions en fonction de la fraction volumique sont confondues.

Dans la mesure où nous voulons simplement avoir la dépendance avec la fraction volumique, et où l'Eq. 16 donne un bon accord avec l'expérience, et ne nécessite pas d'ajustement de paramètres, nous limiterons l'analyse à l'Eq. 16 dans la suite de ce paragraphe.

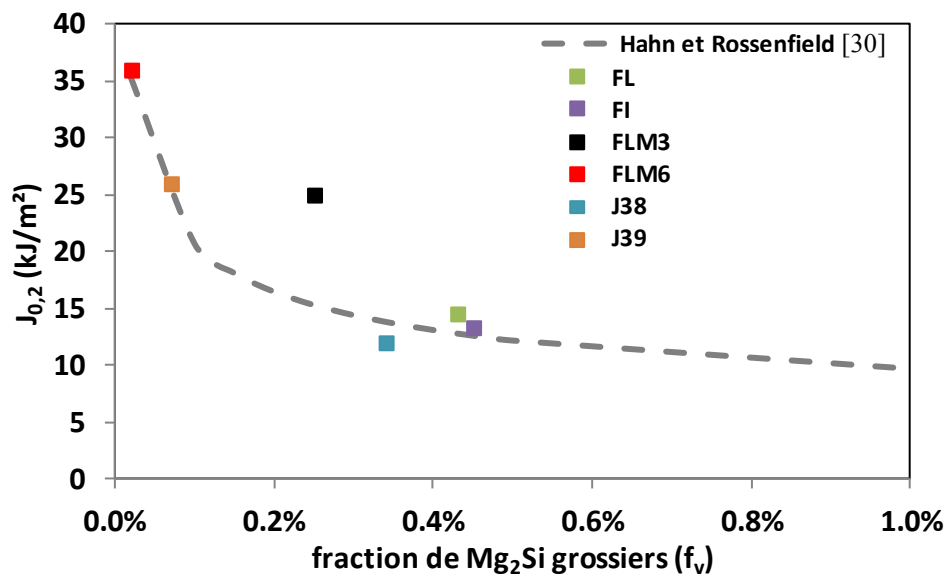


Figure 102 : Évolution de la ténacité en fonction de la fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers, comparaison entre le modèle d'Hahn et Rossenfield [30] et les matériaux d'études.

L'expression de l'évolution de $J(f_v)$ retenue est en $1/f_v^{1/3}$. J est donc une fonction décroissante qui présente une asymptote verticale pour $f_v = 0$ puis décroît rapidement pour les faibles teneurs de f_v . L'évolution est rapide entre 0 et 0,2 puis évolue plus lentement au-delà. On constate un très bon accord entre le modèle proposé par Hahn et Rossenfield [30] et les résultats d'essais de ténacité pour nos matériaux d'études. Seul le matériau FLM3 présente une valeur trop peu élevée. En effet, ce matériau modèle forgé présente une anisotropie de ténacité, or seule la configuration ST a été testée et présentée. Les valeurs moyennes entre différentes configurations sont utilisées pour les autres matériaux.

Cette modélisation de l'évolution de la ténacité en fonction de la teneur des précipités Mg_2Si grossiers permet de dégager des tendances. La valeur de la ténacité augmente si la fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers diminue. Ces modèles simples présentent toutefois plusieurs limites. Tout d'abord, comme l'ont remarqué Van Stone et Psioda [31], les résultats expérimentaux montrent que la ténacité décroît lorsque la taille des précipités augmente, contrairement à ce que prédit le modèle. Deuxièmement, le passage de K à J n'est pas tout à fait correct, car l'évaluation de la validité de l'hypothèse de plasticité confinée nécessite une analyse de la zone plastique

en fonction de la géométrie de l'éprouvette testée. Troisièmement, les matériaux forgés présentent une forte anisotropie de ténacité qui n'est pas prise en compte dans ces modèles analytiques. Quatrièmement, comme il est montré dans le paragraphe III.1.3, une nucléation de cavités est observée sur les intermétalliques au fer. Le rôle joué dans le mécanisme d'endommagement par ces intermétalliques au fer ainsi que par les dispersoïdes au chrome et au manganèse est totalement négligé par ces modèles.

Afin de surmonter ces limites, des modèles micromécaniques décrivant le mécanisme d'endommagement nucléation-croissance-coalescence de cavités en fonction de l'état de contrainte et de déformation sont présentés dans les paragraphes suivants. Ces modèles prenant en compte l'état de contrainte et les facteurs microstructuraux nécessitent l'utilisation de simulations par éléments finis. La méthodologie des simulations numériques est présentée en Annexe C.

IV.2.2 Modèle non-couplé de Rice-Tracey

IV.2.2.1 Présentation du modèle de Rice-Tracey

Le modèle de Rice-Tracey [67] évalue la croissance de cavités sphériques dans un milieu infini, rigide, incompressible et parfaitement plastique. Le taux de croissance de cavités est donné par l'équation suivante [67]:

$$\frac{dR}{R} = \alpha \exp\left(\frac{3}{2}T\right) \dot{\varepsilon}_{ep} \quad \text{Eq. 22}$$

où R est le rayon moyen de cavités, ε_{ep} est la déformation plastique équivalente, T représente le taux de triaxialité donné par $T = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}$. Une valeur de $\alpha=0,283$ est calculée par Rice et Tracey [67] et réévaluée par Huang [150] avec $\alpha=0,427$ pour $T < 1$ et $\alpha=0,427T^{1/4}$ pour $T > 1$.

La rupture d'une structure est supposée avoir lieu pour un taux de croissance critique, comme l'ont utilisé McClintock [151], d'Escatha et Devaux [152]. Théoriquement, le taux de croissance à rupture $(R/R_0)_c$ ne dépend pas du taux de triaxialité s'il n'existe qu'un mécanisme d'endommagement. Pour valider les paramètres obtenus en comportement élastoplastique et la prédiction de la rupture du

modèle de Rice-Tracey, on utilise la base expérimentale d'essais de traction sur éprouvettes lisses et axisymétriques entaillées présentée dans le paragraphe II.4.3.1.

IV.2.2.2 Prédications à l'aide du modèle de Rice-Tracey

La méthodologie des calculs par éléments finis utilisée est présentée en Annexe C. La Figure 103 présente la comparaison des courbes expérimentales σ - ε avec celles issues de la simulation pour des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées AE2 et AE10 pour les matériaux FLM3 et FLM6. Seuls les résultats des essais de traction effectués suivant L sont présentés. L'évolution du taux de croissance de cavités $\tau=R/R_0$ prédit par le modèle de Rice-Tracey est également illustrée sur la figure.

Un bon accord est mis en évidence entre l'expérience et la simulation pour les essais AE10. En revanche, la simulation des essais AE2 surestime légèrement les contraintes uniaxiales expérimentales pour les deux matériaux. En effet, les essais AE2, présentant un taux de triaxialité plus élevé, sont sujets à davantage d'endommagement adoucissant, celui-ci n'est pas pris en compte dans la simulation.

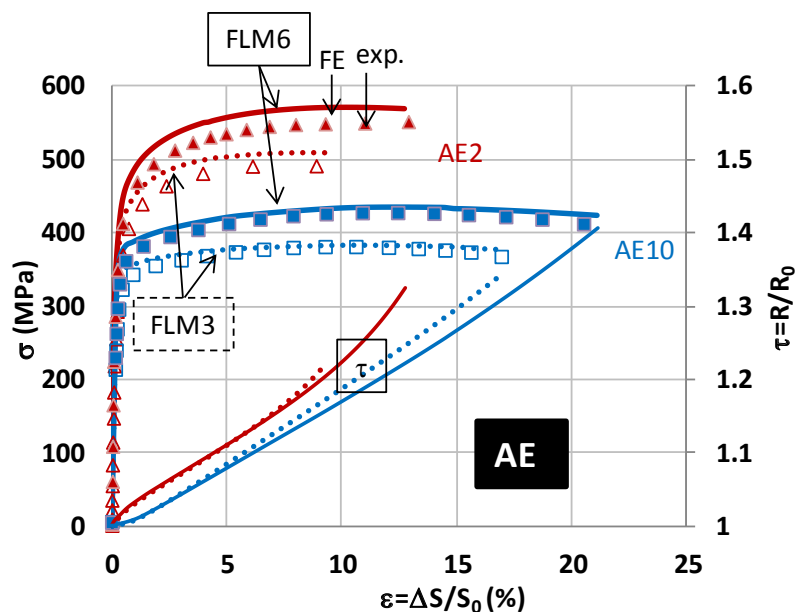


Figure 103 : Comparaison des courbes σ - ε simulées et expérimentales ainsi que l'évolution du taux de croissance de cavités τ prédit par le modèle de Rice-Tracey [67, 150].

On remarque un taux de croissance de cavités plus rapide pour les AE2 que pour les AE10 du fait que le taux de croissance de cavités évolue de façon exponentielle avec le taux de triaxialité des contraintes.

Le modèle de Rice-Tracey est utilisé pour étudier le critère de rupture des éprouvettes. Le taux de croissance de cavités critique $\tau_c = (R/R_0)_c$ est défini comme le taux de croissance de cavités à la rupture pris au centre de l'éprouvette. On reporte sur la Figure 103, les taux de croissance de cavités critiques en fonction du taux de triaxialité à la rupture pour les matériaux FLM3 et FLM6 sollicités en sens L et T. Pour les essais sollicités suivant le sens T, quelque soit la triaxialité des contraintes, les taux de croissance critiques sont proches, soit $(R/R_0)_c = \sim 1,1 \left(\frac{R}{R_0} \right)_c = \sim 1,1$. Comme l'ont suggéré McClintock et D'Escatha [151, 152], le taux de croissance critique ne dépend pas de la triaxialité des contraintes. Ce critère de rupture n'est cependant plus utilisable pour la sollicitation suivant le sens L à faible triaxialité (à forte déformation) pour deux raisons : premièrement à forte déformation (au-delà de 10%, voir paragraphe III.1.3), d'autres mécanismes de coalescence qui dépendent de la triaxialité des contraintes peuvent être déclenchés ; deuxièmement, la nucléation continue apparaît dans le matériau mais celle-ci est négligée dans le modèle de Rice-Tracey. Le modèle couplé Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) tenant compte de l'ensemble du processus d'endommagement (nucléation, croissance et coalescence de cavités) pourra mieux décrire le comportement des matériaux à forte déformation, par exemple durant la phase de propagation de fissure.

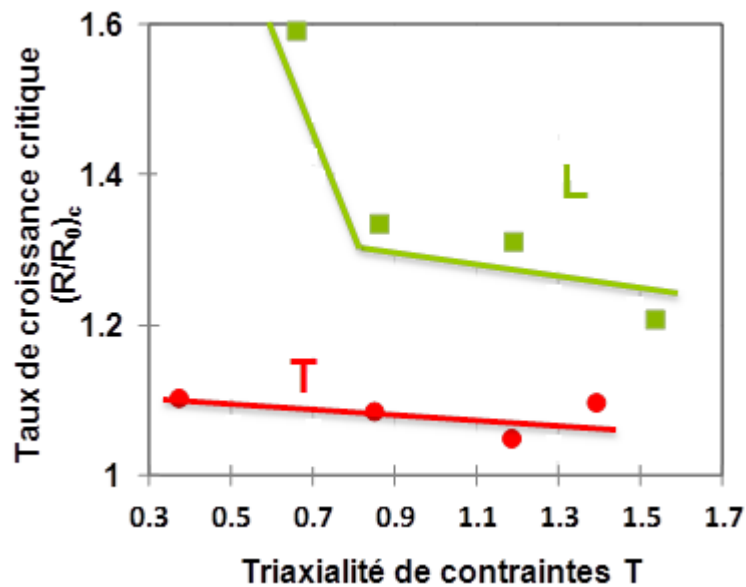


Figure 104: Taux de croissance de cavités estimés à la rupture et au centre de l'éprouvette calculés par le modèle Rice-Tracey en fonction du taux de la triaxialité à la rupture pour matériau FLM3 sollicités suivant les directions principales L et T. La déformation à rupture est déterminée expérimentalement.

IV.2.3 Modèle couplé de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)

IV.2.3.1 Présentation du modèle GTN et ses modifications

Plusieurs modèles d'endommagement couplés, prenant en compte les aspects microstructuraux, existent dans la littérature. Ces modèles sont basés soit sur le modèle micromécanique de Gurson [153] ou de Rousselier [154, 155], soit sur le modèle phénoménologique de Lemaitre [156, 157]. Le modèle de Gurson est probablement le plus répandu dans la littérature. Le modèle initialement proposé par Gurson [153] est un modèle de croissance de cavités. Tvergaard et Needleman [158] ont développé ce modèle en y ajoutant la description de la coalescence de cavités par striction interne (voir Chapitre III). Chu et Needleman [94] ont ensuite complété le modèle avec une loi de nucléation continue de cavités.

- Modèle de nucléation de cavités

Chu et Needleman [94] ont exprimé le taux de nucléation de cavités par une fonction de distribution tenant compte de l'hétérogénéité du processus de nucléation. Cette loi de nucléation de cavités est schématisée sur la Figure 105. La nucléation est considérée comme dépendant exclusivement de la déformation plastique équivalente de la matrice, comme suggéré par Walsh [39].

$$\dot{f}_{nucléation} = A \dot{\epsilon}_{eq}^p \quad \text{Eq. 23}$$

Le coefficient A est choisi pour que la distribution de nucléation de cavités suive une fonction de distribution gaussienne autour d'une déformation plastique ϵ_{eq}^p . Ce coefficient est donné par [94]:

$$A = \frac{f_{n0}}{s_{n0} \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2} \left(\frac{\epsilon_{eq}^p - \epsilon_{n0}}{s_{n0}}\right)^2\right) \quad \text{Eq. 24}$$

avec les caractéristiques suivantes :

- f_{n0} : valeur maximale de la fraction de cavités nucléées pilotée en déformation ;
- ϵ_{n0} : déformation moyenne pour laquelle la nucléation apparaît ;
- s_{n0} : écart autour de la déformation moyenne pour laquelle la nucléation apparaît.

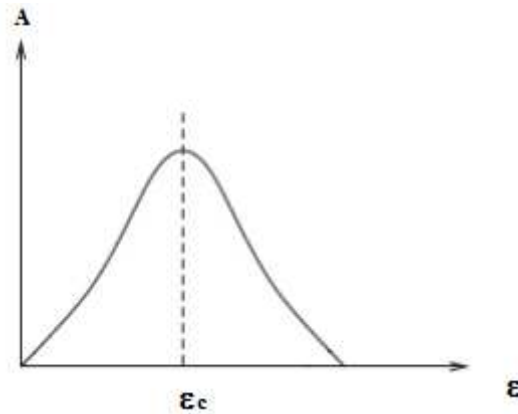


Figure 105 : Modèle de loi de germination statistique [94].

- Modèle de croissance de cavités : le modèle de Gurson

Le seul paramètre microstructural ajustable dans le modèle de Gurson est la fraction volumique de cavité, f . la matrice est supposée rigide, isotrope et respecte le critère de plasticité de Von Mises. L'équation de la surface d'écoulement s'écrit donc [153]:

$$\phi = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2q_1 f^* \cosh\left(\frac{3q_2 \sigma_m}{2 \sigma_y}\right) - 1 - (q_1 f^*)^2 = 0 \quad \text{Eq. 25}$$

où q_1 et q_2 sont des coefficients d'endommagement intervenant dans la fonction de charge qui dépendent principalement de la plasticité de la matrice [85, 159], σ_y correspond à la contrainte d'écoulement avec écrouissage du matériau sans cavité. A partir de la nucléation de cavités ou des cavités préexistantes, la fraction volumique de cavités f commence à augmenter sous l'effet de la déformation plastique cumulée avec le taux de croissance [153]:

$$\dot{f}_{croissance} = (1 - f) \dot{\epsilon}_{kk}^p \quad \text{Eq. 26}$$

avec $\dot{\epsilon}_{kk}^p$ représentant la déformation plastique hydrostatique.

L'évolution de la porosité est le résultat de la germination de nouvelles cavités et de la croissance (coalescence) des cavités déjà existantes. Cette évolution est décrite sous la forme :

$$\dot{f} = \dot{f}_{nucléation} + \dot{f}_{croissance} \quad \text{Eq. 27}$$

- Modèle de coalescence de cavités par striction interne

Plusieurs modèles permettent de décrire la phase de coalescence par striction interne des cavités. Dans ce travail, la coalescence est décrite par l'accélération artificielle du taux de croissance de cavités dans le modèle GTN. La fonction f^* [158] représente la porosité effective et est nécessaire pour décrire l'apparition de la coalescence au-delà d'une porosité critique f_c , la porosité est alors plus endommageante que si elle restait sphérique (voir Figure 106 issue de la thèse de B. Tanguy [160]) [158] :

$$f^* = \begin{cases} f, & f < f_c \\ f_c + \delta(f - f_c), & f \geq f_c \end{cases} \quad \text{Eq. 28}$$

avec $\delta = \frac{f_u - f_c}{f_f - f_c}$, d'où $f_u = 1/q_1$ est la porosité effective à rupture et f_f représente la porosité à rupture. Il est à noter que ce modèle ne discrimine pas les différentes modes de coalescence. On notera également, que si $f_f = f_c$ (soit $\delta = \infty$), alors ce critère est analogue à $(R/R_0)_c$.

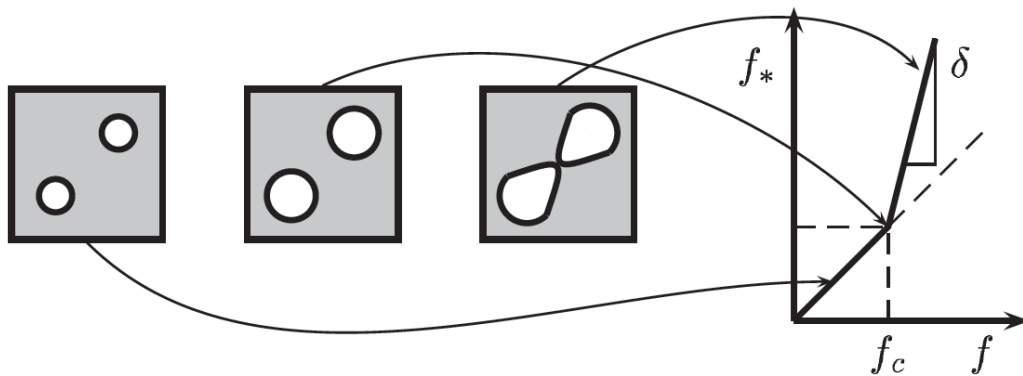


Figure 106 : Fonction représentant la coalescence de cavités. Figure issue de la thèse de Benoit Tanguy [160].

- Tableau récapitulatif des paramètres des modèles

a) Loi de comportement élastoplastique				
E	ν	σ_0	σ_s	b
b) Cavités préexistantes et nucléation de cavités				
f_0	fn_0	ϵ_{n0}	s_{n0}	
c) Croissance de cavités				
q_1	q_2			
d) Coalescence de cavités				
f_c	δ (ou f_f)			

Tableau 14 : Paramètres de la loi de comportement et des modèles d'endommagement utilisés.

IV.2.3.2 Identification des paramètres du modèle GTN

Les caractéristiques prises en compte dans la modélisation sont : (a) la loi de comportement élastoplastique, y compris les propriétés élastiques et la loi d'écrouissage; (b) les cavités préexistantes et la nucléation de cavités ; (c) la croissance de cavités et (d) la coalescence de cavités (voir Tableau 14). La procédure d'identification et les outils utilisés sont schématisés sur la Figure 107.

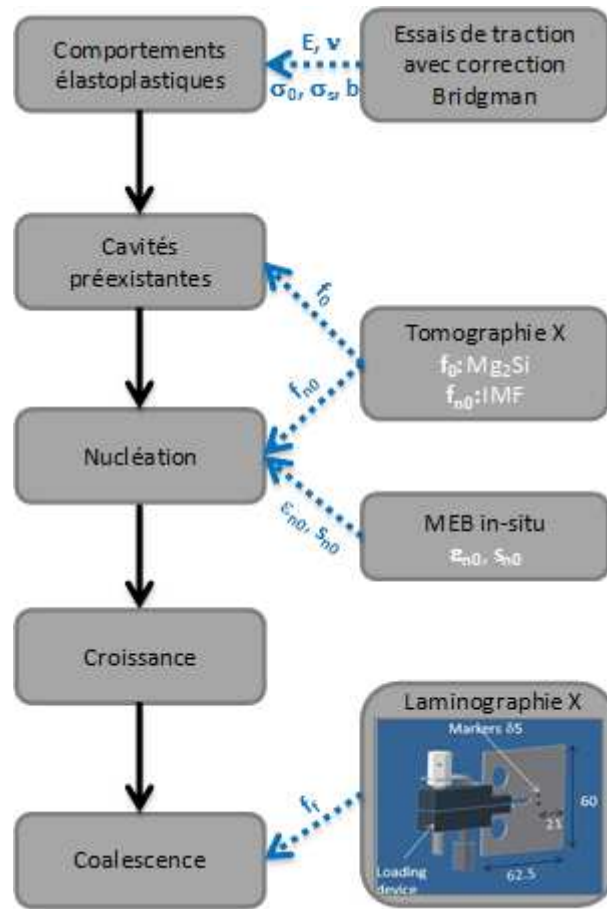


Figure 107 : Procédure d'identification des paramètres du modèle GTN. Colonne de gauche : phénomènes simulés; colonne de droite : moyens expérimentaux utilisés pour fournir les données nécessaires à l'identification.

- Lois de comportement élastoplastiques

La même loi de comportement (loi de Voce) avec les mêmes paramètres que dans la simulation numérique utilisant le modèle de Rice-Tracey a été utilisée dans ces simulations numériques employant le modèle GTN. Les paramètres sont reportés dans le Tableau 11 et identifiés sur des essais de traction sur éprouvettes lisses avant et après striction.

- Cavités préexistantes et nucléation de cavités

Dans cette étude, nous avons considéré une population initiale de cavités qui est égale à la fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers. Ce choix revient à considérer que les précipités de ce type donnent naissance à des cavités dès le début du

chargement (voir paragraphe III.3). Dès l'apparition de la fissure sur précipité, il perd la capacité de supporter la charge, l'ensemble du volume du précipité est donc considéré comme une cavité. Cette fraction de cavités préexistantes est obtenue grâce à l'étude microstructurale des matériaux par tomographie/laminographie X.

Comme nous l'avons présenté (voir paragraphe III.1.3), il existe une germination de cavités continue dépendante de la déformation imposée aux intermétalliques au fer. La fraction volumique des intermétalliques au fer est alors considérée comme la valeur maximale de la fraction de cavités nucléées. L'étude quantitative de l'évolution de l'endommagement en surface par essais de traction in-situ sous MEB nous a permis d'identifier la déformation moyenne pour laquelle la nucléation apparaît et la dispersion autour de cette valeur (voir paragraphe III.1.3). Il est préférable d'identifier ces paramètres de nucléation dans le volume d'éprouvette plutôt qu'en surface du fait de la dépendance de la cinétique de nucléation avec la triaxialité de contraintes [70]. En revanche, la petite taille des cavités dans nos matériaux lors de la phase de nucléation et la séparation entre la nucléation sur les précipités Mg_2Si grossiers et les IMF nous pose des problèmes dans l'identification des paramètres de nucléation de cavités dans trois dimensions.

- Croissance de cavités

Les valeurs standards prises dans la littérature ($q_1=1,5$ et $q_2=1$) [158] sont utilisées dans cette étude. Il existe d'autres possibilité d'identifier ces coefficients de croissance à partir des calculs de cellule élémentaire [125, 161, 162].

- Coalescence de cavités

Il reste à déterminer les paramètres de la fonction f^* décrivant la phase de coalescence. Les deux paramètres sont la fraction volumique finale, f_f , et la fraction volumique critique de coalescence, f_c ou, de façon équivalente, la pente d'accélération $\delta = (f_u - f_c)/(f_f - f_c)$.

Lors de l'étude quantitative par tomographie X sur essais de ténacité interrompus (paragraphe III.4.2.4), des valeurs critiques de la fraction volumique de cavités sont mises en évidence permettant l'avancée de la fissure. Ces valeurs critiques

sont évaluées à 1,5% pour le sens T et 5,6% pour le sens L. Ces valeurs sont alors utilisées comme fraction volumique finale de cavités f_f .

Il faut noter que cette valeur est obtenue sur un volume d'analyse de $(140 \times 140 \times 70) \mu\text{m}^3$, qui est du même ordre de grandeur que la distance moyenne entre les amas de cavités (voir paragraphe III.4.2.4). En considérant les conditions de symétrie de l'éprouvette, la même dimension en termes de distance entre points de Gauss est utilisée, soit $70 \times 70 \times 70 \mu\text{m}^3$. Pour les éléments CU20 sous-intégrés (voir Annexe C), la taille d'éléments correspondante est donc de $140 \times 140 \times 140 \mu\text{m}^3$. En effet, la fissure occupe un volume faible dans la simulation de la propagation de fissure. Sa hauteur est considérée comme égale à la demi-hauteur de l'élément dans le cas des éléments quadratiques [163]. En effet, la hauteur de l'élément a un effet sensible sur la propagation de fissure et est souvent considérée comme un « paramètre matériau » qu'il faut fixer et garder constant pour tous les calculs [164, 165]. Avec notre méthode d'identification, la taille de maille est liée au paramètre associé à la fraction volumique finale de f_f et n'est donc plus un paramètre ajustable.

L'étude de l'évolution de l'endommagement durant les essais de traction AE montre que la fraction volumique de cavités évolue extrêmement rapidement après la coalescence (paragraphe III.2.2). Nous considérons donc que le matériau perd sa résistance mécanique une fois le seuil de coalescence atteint. Ce seuil de coalescence f_c est alors supposé identique à la fraction volumique de cavités à la rupture f_f , ainsi le facteur d'accélération $\delta = (f_u - f_c) / (f_f - f_c)$ $\delta = \frac{f_u - f_c}{f_f - f_c}$ devient infini. Cette valeur, intègre les différents mécanismes de coalescence qui ont lieu dans le matériau : striction interne, coalescence en 'void sheeting' et éventuellement sur joint de grains. Il s'agit donc d'une valeur phénoménologique mais pouvant être mesurée expérimentalement.

Cette procédure d'identification basée sur l'étude expérimentale de l'endommagement nous conduit à obtenir les paramètres suivant donnés dans le tableau ci-dessous :

Matériau - sens	a) Cavités préexistantes et nucléation de cavités			
	f_0 (%)	fn_0 (%)	ε_{n0} (%)	s_{n0}
FL	0,43	0,59		
FLM3	0,25	0,57	10	0.1
FLM6	0,02	0,54		
	b) Croissance de cavités			
	q_1	q_2		
FL / FLM3	1,5	1		
FLM6				
	c) Coalescence de cavités			
	f_c	f_f		
FL / FLM3 - T	1,5%	1,5%		
FL / FLM3 - L	5,6%	5,6%		
FLM6	1,5%	1,5%		

Tableau 15 : Paramètres identifiés du modèle GTN pour les matériaux FL, FLM3 et FLM6.

IV.2.3.3 Prédications du modèle GTN

IV.2.3.3.a Epreuve de traction AE

Nous commençons par simuler des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées et des éprouvettes lisses. La loi de comportement élastoplastique utilisée est celle déterminée pour nos matériaux et présentée dans le paragraphe IV.1.2.1. La méthodologie de la simulation est présentée en Annexe C. L'éprouvette est considérée comme rompue quand le critère de rupture est atteint pour un élément dans l'éprouvette. Pour des raisons de simplifications, uniquement le matériau FLM3 présentant des précipités Mg_2Si grossiers est simulé dans cette partie.

Les courbes simulées et les courbes expérimentales sont superposées et ne sont pas présentées ici. On reporte sur la Figure 108 pour le matériau FLM3, les déformations à la rupture ε_f en fonction des taux de triaxialité des éprouvettes aux instants de rupture. Il convient d'avoir un bon accord entre l'expérience et la simulation pour pouvoir prédire la rupture avec le modèle GTN. L'ensemble des résultats des simulations numériques surestime la déformation à rupture pour les quatre géométries d'éprouvettes. L'écart entre l'expérience et la simulation est toutefois plus faible pour les forts taux de triaxialité pour tous les sens de sollicitation, autrement dit, le critère de rupture est mieux prédit pour les fortes triaxialités que pour les faibles triaxialités. L'évolution de l'écart en fonction du taux de triaxialité est relativement faible pour le sens de sollicitation T et plus important pour le sens de sollicitation L. En effet, lorsque le taux de triaxialité est important, l'endommagement est essentiellement piloté par la croissance, la germination est alors secondaire. Le modèle GTN décrit assez bien la cinétique de l'endommagement contrôlée par la croissance de cavités. En revanche, à faible triaxialité, la germination secondaire de cavités passe au premier ordre d'importance dans le mécanisme d'endommagement, qui est appelé alors germination contrôlée [61]. La germination de cavités est décrite ici dans le modèle GTN par une loi gaussienne basée sur des mesures d'endommagement par essais de traction sous MEB in-situ en surface. Les études récentes ont montré que la nucléation au centre d'éprouvette est plus importante qu'en surface [70, 71].

Le rôle de la germination de cavités est clairement mis en évidence sur la Figure 109a où la répartition de la fraction volumique de cavités dans le ligament entre le centre et l'entaille de l'éprouvette au moment de la rupture expérimentale est simulée. A titre comparatif, le résultat d'une simulation sur éprouvette AE2 sans germination ($f_{n0}=0\%$) est également présenté. Avec germination de cavités, la fraction volumique de cavités est plus importante à l'entaille qu'au centre de l'éprouvette car la germination est pilotée par la déformation qui est plus élevée à l'entaille pour ce type de géométrie. Sans germination de cavités, l'endommagement est plus accentué au centre de l'éprouvette, car la croissance de cavités est surtout pilotée par le taux de triaxialité qui est maximum au centre.

On constate expérimentalement que la déformation à la rupture est d'autant plus importante que le taux de triaxialité est faible sauf pour les géométries AE4 et AE2 sollicitées suivant le sens T (entourées en rouge dans la Figure 108). La rupture a lieu plus tôt pour l'éprouvette AE4 présentant un taux de triaxialité plus faible que l'éprouvette AE2. L'évolution de la fraction volumique de cavité le long du ligament est difficile à intuitier du fait que le maximum de triaxialité de contrainte se situe au centre de l'éprouvette et que le maximum de déformation se situe au niveau de l'entaille (voir Figure 110). L'inversion mesurée expérimentalement est mise en évidence pour la simulation avec le modèle GTN. Afin d'expliquer cette inversion, la répartition de la fraction volumique de cavités simulée sur le ligament aux différents taux de déformation est tracée sur la Figure 109b, en rouge pour l'éprouvette AE2 et en noir pour l'éprouvette AE4. Comme attendu, pour une même déformation, la valeur moyenne de la fraction volumique de cavités pour l'AE4 est plus faible que pour l'AE2. En revanche l'allure des profils est très différente, la répartition de la fraction volumique de cavité est relativement homogène pour l'AE2 alors qu'elle présente une forte hétérogénéité pour l'AE4. De ce fait, même si la valeur moyenne de la fraction volumique pour une éprouvette AE4 est plus faible que pour une AE2, si on s'intéresse au maximum localement atteint (au centre de l'éprouvette), l'AE4 présente localement une fraction plus importante que l'éprouvette AE2.

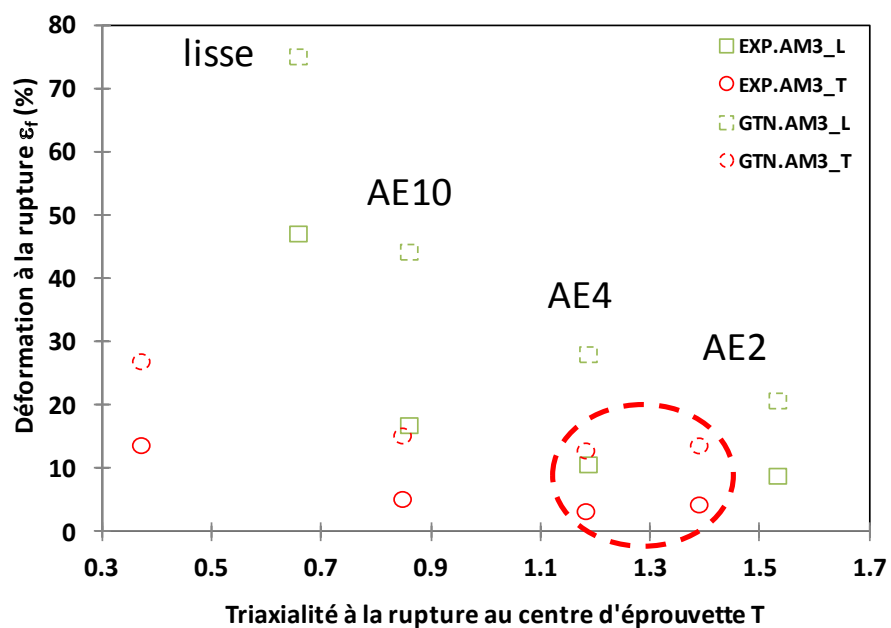


Figure 108 : Déformations à la rupture ϵ_f en fonction de la triaxialité à la rupture d'éprouvettes. Comparaison entre résultats expérimentaux (EXP en continu) et prédictions des simulations avec modèle GTN (GTN en pointillé). L'inversion de déformation à la rupture entre AE4 et AE2 sont entourée en rouge.

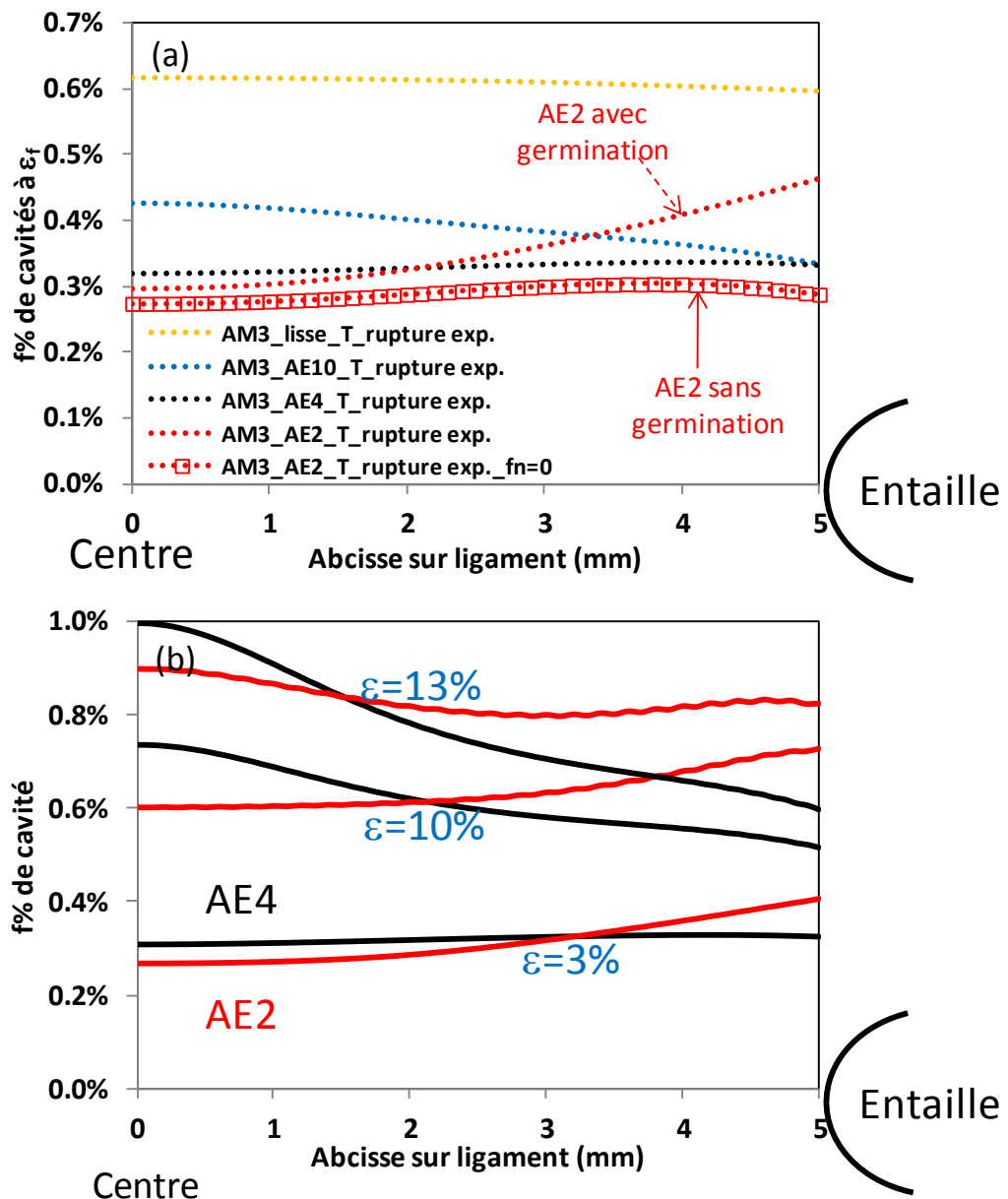


Figure 109 : Fraction volumique de cavités simulée sur le ligament entre le centre et l'entaille d'éprouvettes sollicitées suivant le sens T : (a) au moment de la rupture mesurée expérimentalement pour toutes les géométries d'éprouvettes, (b) aux différents taux de déformation pour AE2 (rouge) et AE4 (noir).

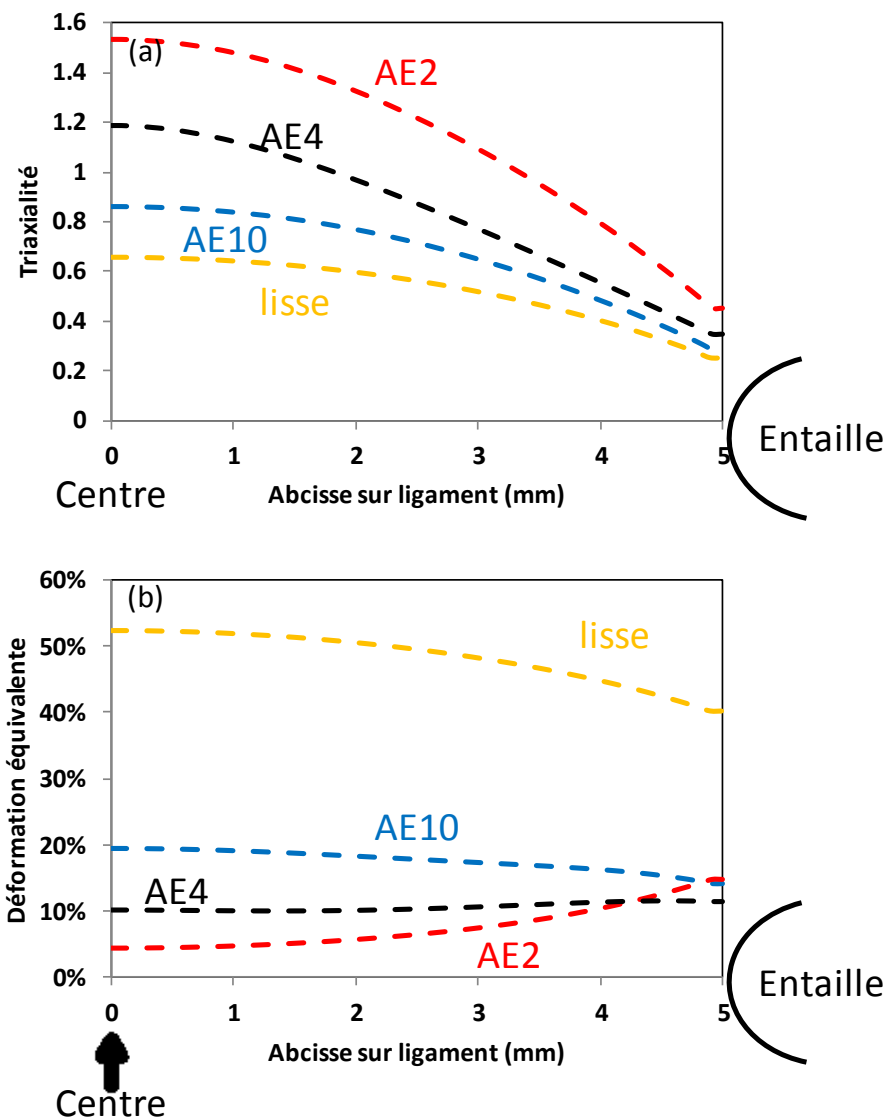


Figure 110 : Répartition de (a) Taux de triaxialité et (b) déformation équivalente sur le ligament entre le centre et l'entaille d'éprouvettes au moment de la rupture mesurée expérimentalement.

IV.2.3.3.b Epreuve de laminographie X

La simulation de l'éprouvette de laminographie X est abordée dans cette partie. Les données expérimentales déterminées dans le paragraphe III.3.1, servent de base de comparaison et de validation des résultats obtenus par la simulation. La loi de comportement et le modèle d'endommagement sont identiques à ceux utilisés pour la simulation de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées (paragraphe précédent).

Les paramètres des modèles de condition FLM3-TS dans le Tableau 15 sont utilisés pour la simulation. La méthodologie de la simulation est détaillée en Annexe C.

Les courbes macroscopiques Force-ouverture δ_5 simulées sont représentées sur la Figure 71 et comparées à l'expérience. Ces courbes montrent un bon accord en force et en ouverture. La force obtenue de la simulation est légèrement plus élevée que le résultat expérimental. Par ailleurs, le résultat de la simulation en utilisant des paramètres classiques de la littérature [125, 166] est également présenté sur la Figure 71 (courbe bleue) à titre comparatif, où la fraction volumique critique de coalescence f_c est fixée à 4,5% et le facteur d'accélération δ est pris égale à 3. On note que la force simulée en utilisant les paramètres de la littérature [125] est fortement surestimée.

Le bon accord entre les résultats expérimentaux et ceux de simulation valide la procédure d'identification des paramètres par une approche locale basée sur une mesure à partir de l'expérience de laminographie X in-situ. Bien que les modèles micromécaniques comme le modèle GTN soient connus pour être dépendants de maillage [163-165], ni les paramètres du modèle, ni la taille de maille ne sont identifiés par ajustement dans cette procédure d'identification.

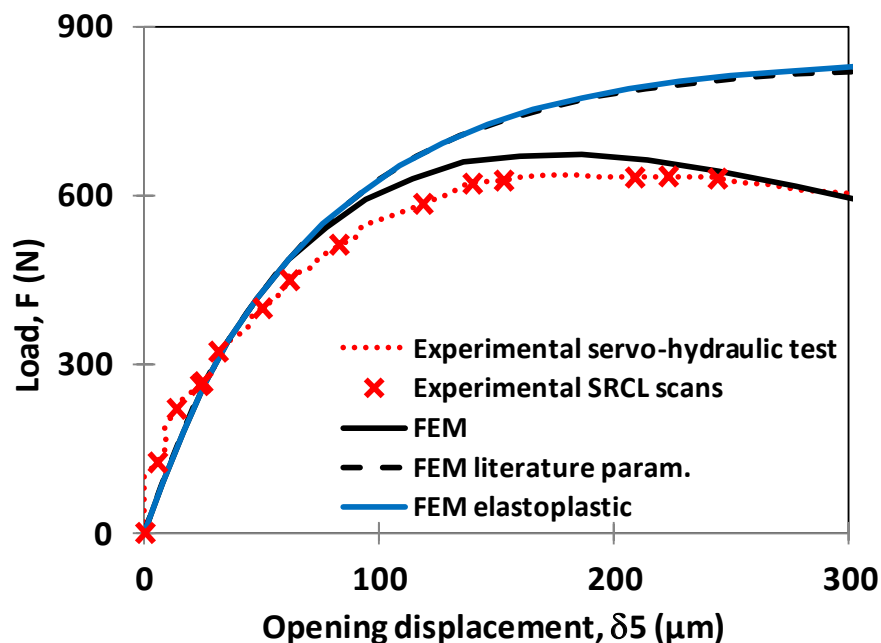


Figure 111 : Courbes F- δ_5 expérimentale et simulée correspondant aux essais de laminographie X.

La comparaison de la fraction volumique de cavités au devant de la fissure entre la simulation et l'expérience est illustrée sur la Figure 112. Les précipités Mg_2Si grossiers sont considérés comme des cavités initiales dans la simulation ce qui n'est pas le cas dans l'expérience. Par conséquent, la valeur de la fraction volumique de cavités loin devant le front de fissure est de 0,25% (fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers) dans la simulation et 0% dans l'expérience. Au début de la propagation de fissure ($\delta_5=50\mu m$) et avant la propagation instable ($\delta_5=139\mu m$), la propagation simulée est retardée d'environ $250\mu m$ et à $\delta_5=83\mu m$, le retard atteint environ $500\mu m$. Il faut noter que la simulation ne tient que partiellement en compte des différents types de coalescence (striction interne ou cisaillement) qui ont été observés expérimentalement et qui peuvent avoir lieu de façon brutale.

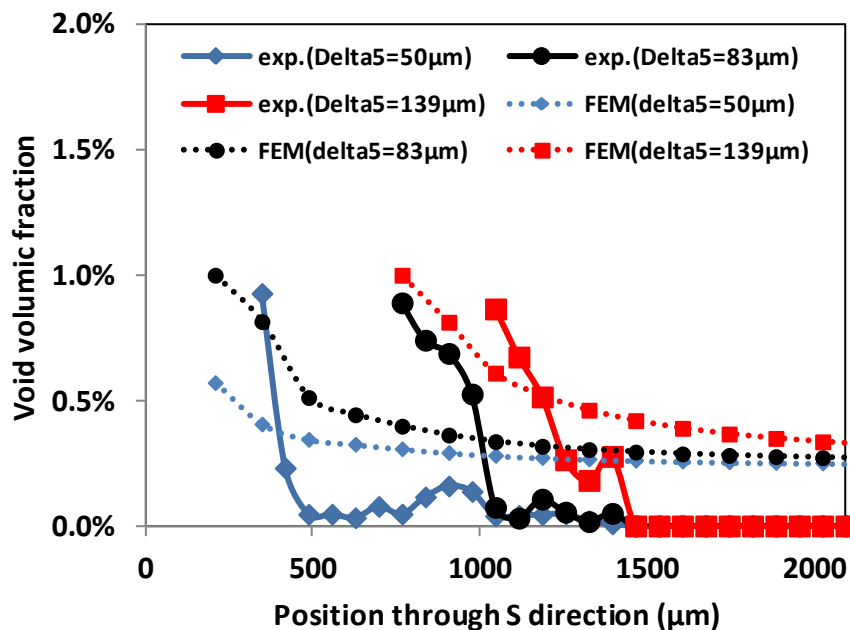


Figure 112: Comparaison au centre de l'éprouvette de l'évolution de la fraction volumique de cavités en pointe de fissure entre résultats expérimentaux et simulations numériques en fonction du positionnement suivant la direction de la propagation de fissure pour différente δ_5 .

Les taux de triaxialité de contraintes sont calculés au centre de l'éprouvette suivant le sens de la propagation de fissure. La Figure 113 présente ces taux de triaxialité en fonction de la distance devant la pré-fissure. Au moment de l'émoussement

de la préfissure, l'élément en pointe de la préfissure possède un taux de triaxialité d'environ 1,4. Au cours de la propagation, la triaxialité diminue à environ 1.

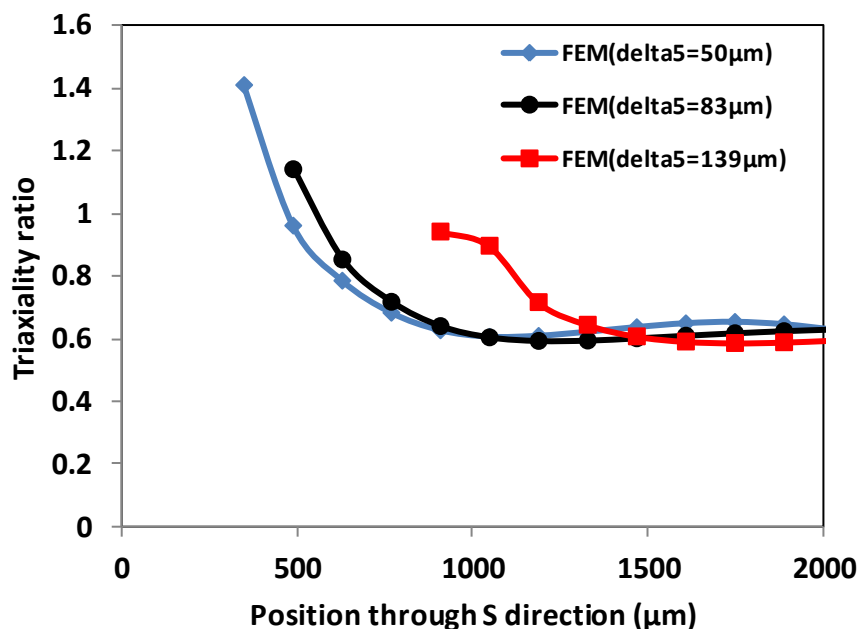


Figure 113 : Taux de triaxialité de contraintes calculés au cœur de l'éprouvette en pointe de fissure en fonction du positionnement suivant la direction de la propagation de fissure pour différents δ_5 .

La visualisation de la déformation équivalente à mi-épaisseur de l'éprouvette à ouverture $\delta_5=62\mu\text{m}$ est reportée sur la Figure 114. Un angle de 45° par rapport à la direction de sollicitation est mis en évidence devant le front de fissure. Cette zone correspond à la direction de la zone plastique en pointe de fissure et est responsable de la bifurcation de la fissure (voir paragraphe III.3.2.1).

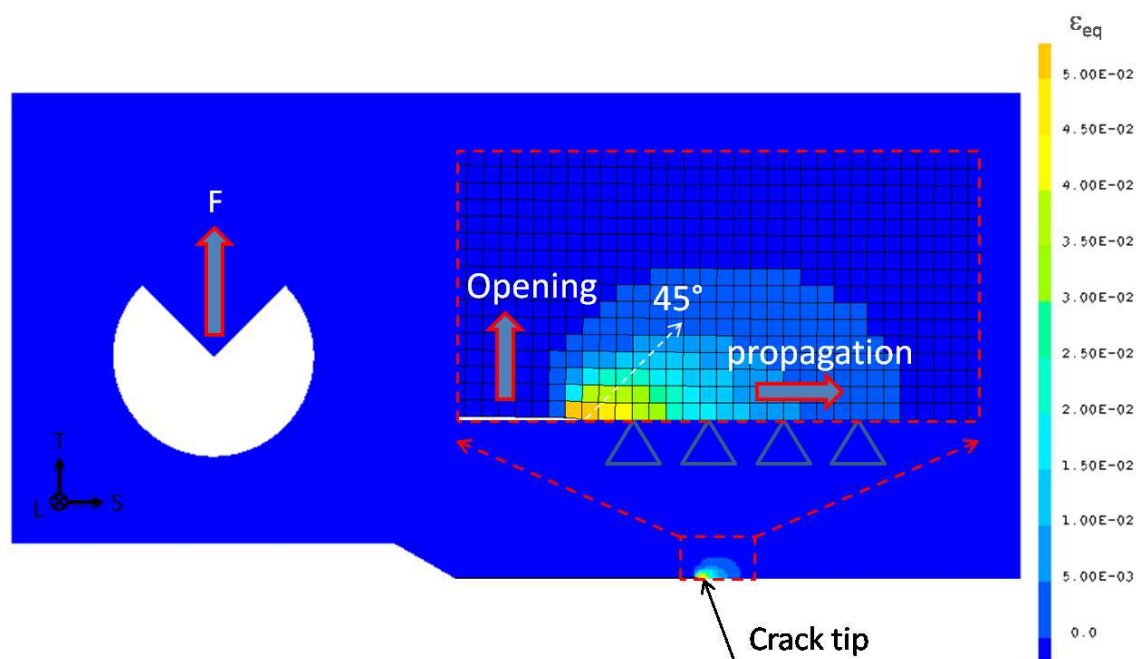


Figure 114 : Isovaleurs de la déformation équivalente ϵ_{eq} à mi-épaisseur de l'éprouvette à $\delta_5=62\mu\text{m}$.

Une différence de vitesse de propagation de fissure est mise en évidence entre la surface et le centre de l'éprouvette sur la Figure 115 où la fraction volumique de cavités dans l'épaisseur de la demi-éprouvette est présentée. La fissure se propage plus rapidement au centre qu'en surface de l'éprouvette, ainsi la fissure présente une forme triangulaire, appelée phénomène de « tunneling » (voir paragraphe III.3.2.1). La différence de taux de triaxialité entre le centre et la surface de l'éprouvette est responsable de ce phénomène. Purement en état de contrainte plane, la surface de l'éprouvette implique une déformation à la rupture plus importante qu'en son centre.

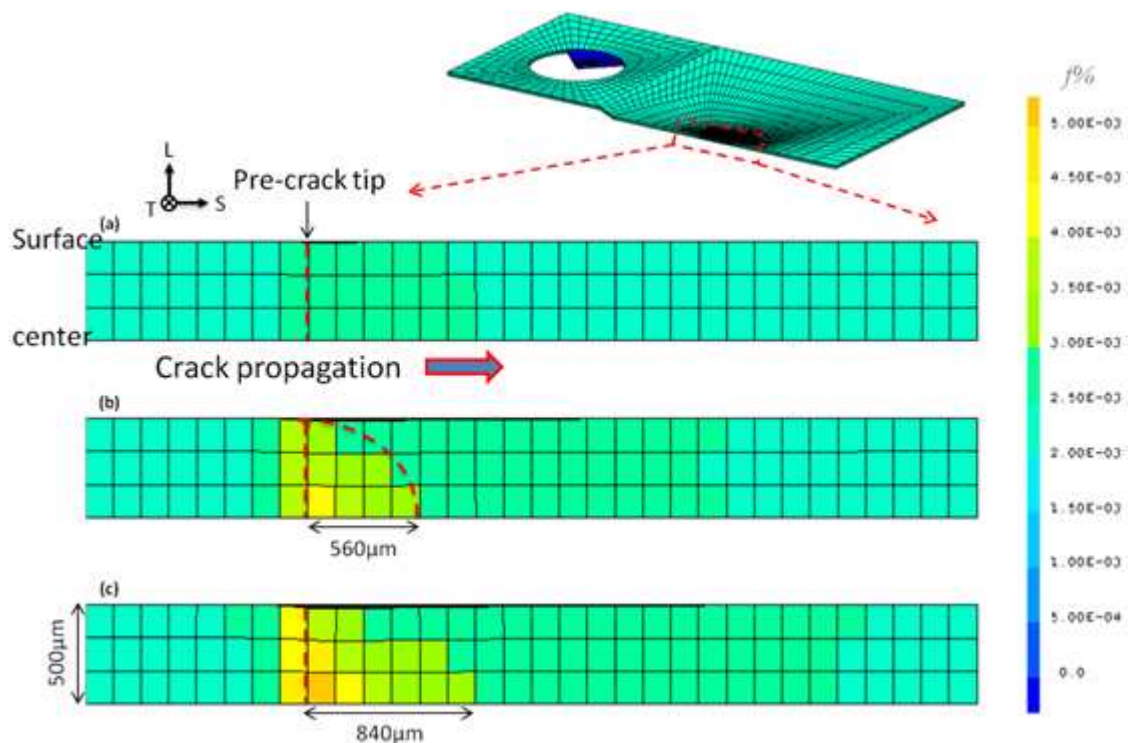


Figure 115: Fraction volumique de cavités $f\%$ dans l'épaisseur de la demie-épreuve pour δ_5 à (a) $23\mu\text{m}$, (b) $50\mu\text{m}$ and (c) $62\mu\text{m}$.

IV.2.3.3.c Epreuve de ténacité CT

Afin de valider le modèle identifié à plus fort taux de triaxialité, la simulation de l'essai de ténacité sur éprouvette CT est présentée dans cette partie. Le taux de triaxialité pour une éprouvette CT devant le front de fissure est de l'ordre de 2,75 comparé à 1,3 pour une éprouvette de laminographie. L'étude expérimentale a mis en évidence que les matériaux présentent une forte anisotropie de ténacité (paragraphe II.4.3.2.b). Les essais en configuration TS présentent des valeurs de ténacité nettement inférieures aux essais en configuration LS. Nous simulerons ces deux conditions d'essais avec des jeux de paramètres différents dans le modèle GTN (Tableau 15). En plus de l'anisotropie de ténacité, la simulation des matériaux modèles ayant des teneurs de précipités Mg_2Si grossiers différentes est également abordée. Le matériau modèle FLM6 ayant un teneur de précipités Mg_2Si grossiers réduit est plus tenace que les matériaux FLM3/FL. Nous illustrons dans ce paragraphe l'effet de la direction de

sollicitation (anisotropie) et l'effet de la teneur des précipités Mg_2Si grossiers sur la ténacité.

- Effet de la direction de sollicitation

On s'intéresse tout d'abord à l'effet de la direction de sollicitation sur la ténacité pour le matériau FL. On reporte sur la Figure 116 les courbes Force-CMOD expérimentales et simulées pour le matériau FL sollicité suivant les sens LS et TS. Seuls les paramètres de la coalescence sont différents dans ces simulations, soit $f_c=f_f=1,5\%$ pour les simulations TS et $f_c=f_f=5,6\%$ pour les simulations LS (voir Tableau 15).

Dans le cas d'une sollicitation suivant TS (courbe et symboles rouges sur la Figure 116), les résultats montrent que la simulation sous-estime légèrement la force maximale et avance le seuil de la propagation de fissure. Il faut noter qu'aucun paramètre n'est ajusté pour obtenir une bonne adéquation entre les courbes simulées et les courbes expérimentales.

Dans le cas d'une sollicitation suivant LS (courbe et symboles vert sur la Figure 116), le modèle ne permet pas de simuler la propagation de fissure du fait que le seuil de propagation $f_f=5,6\%$ est trop élevé. Ceci est améliorable par une identification plus précise des paramètres. Comme nous l'avons présenté (voir paragraphe III.4.2.4), en plus du mode d'endommagement intergranulaire, la sollicitation suivant LS présente des ligaments fins intragranulaires entre les zones d'endommagement intergranulaire. La coalescence entre des amas de cavités intergranulaires s'effectue sur un second mécanisme faisant intervenir la germination de cavités sur les dispersoïdes au chrome et au manganèse. Cette seconde germination de cavités durant la coalescence devrait être prise en compte dans le modèle GTN.

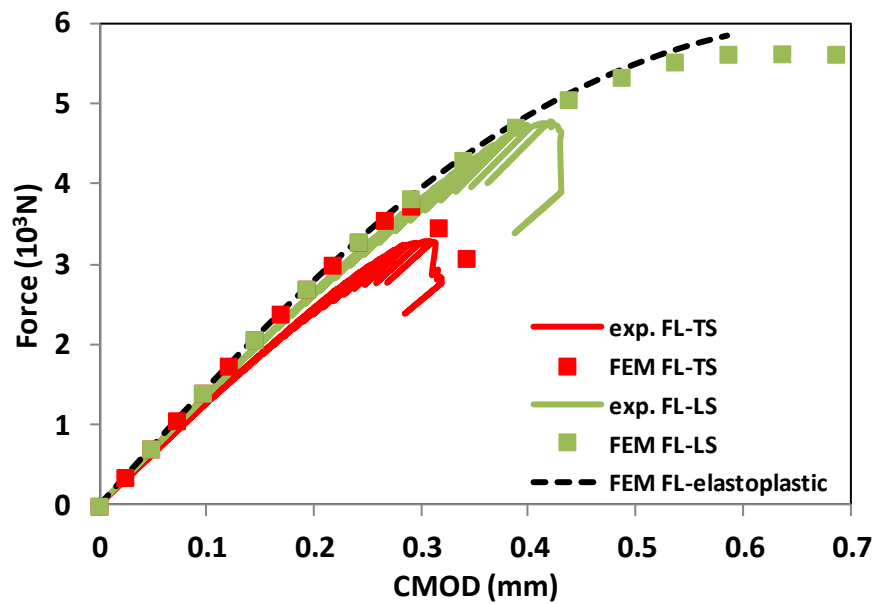


Figure 116 : Courbes force-CMOD expérimentales (exp.) et simulées (FEM) du matériau FL sollicité suivant TS et LS. Effet de la sollicitation sur la ténacité.

- Effet de la teneur des précipités Mg_2Si grossiers

On s'intéresse maintenant aux rôles des précipités Mg_2Si grossiers vis-à-vis de la ténacité. La Figure 117 représente les courbes simulées et expérimentales des essais de ténacité sur matériau FL et matériau FLM6. Le matériau FLM6 ayant subi un traitement de mise en solution à $560^\circ C$ à la place de $530^\circ C$, il contient moins de précipités Mg_2Si grossiers, sites préférentiels d'endommagement, que le matériau FL. La force maximale et la valeur de ténacité est donc plus élevée pour le matériau FLM6. Dans la simulation, la différence entre le matériau FL et FLM6 est portée sur la loi de comportement élastoplastique et la teneur en cavités préexistantes (précipités Mg_2Si grossiers). Pour des raisons de simplification, les paramètres décrivant la coalescence pour le matériau FLM6 sont supposés identiques à ceux du matériau FL, soit $f_c = f_f = 1,5\%$.

Les résultats montrent une bonne adéquation entre les courbes simulées et les courbes expérimentales en termes de force maximale. Pourtant, la simulation de l'éprouvette FLM6 a avancé le moment de la propagation de fissure, et donc a sous-estimé la valeur de la ténacité. En effet, ayant une fraction volumique de cavités préexistantes plus faible, le matériau FLM6 devrait avoir un seuil de coalescence plus

tardif du fait que la distance entre cavités est plus importante. Les paramètres associés à la coalescence f_c et f_f devraient donc être plus élevés.

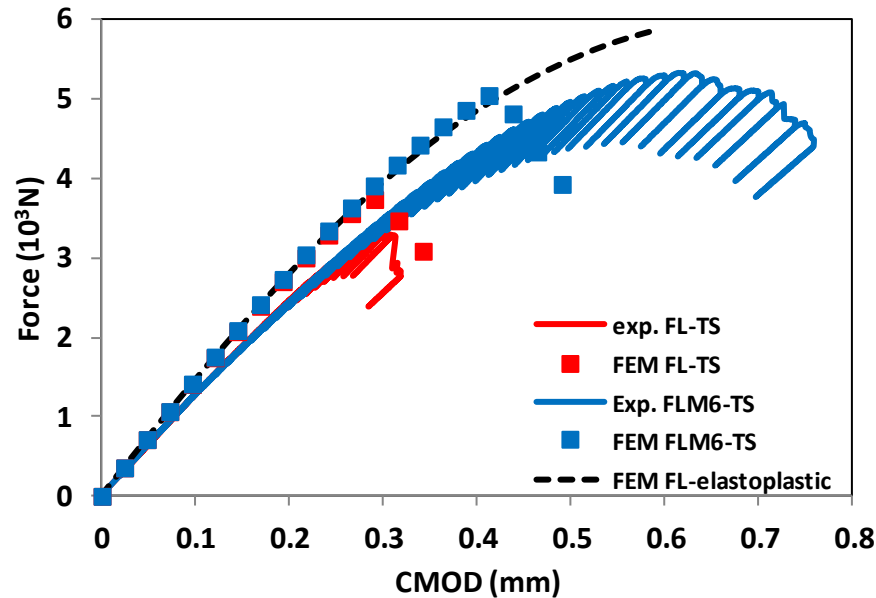


Figure 117 : Courbes force-CMOD expérimentales (exp.) et simulées (FEM) du matériau FL et matériau FLM6. Effet du teneur des précipités Mg_2Si grossiers sur la ténacité.

IV.3 Bilan

Afin de valider le scénario des mécanismes d'endommagement identifiés dans le chapitre précédent et de modéliser le comportement et l'endommagement de cet alliage, un matériau appelé FLM6 ayant moins de précipités Mg_2Si grossiers, sites préférentiels d'endommagement, a été élaboré en augmentant la température de mise en solution de $530^\circ C$ à $560^\circ C$. La caractérisation mécanique montre une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique pour le matériau FLM6 liée à l'augmentation de la quantité des éléments Mg et Si en solution solide par dissolution des précipités grossiers destinés à la formation des précipités durcissants de type Mg_xSi_y . En supprimant des précipités Mg_2Si grossiers, la valeur de ténacité J_{02} a augmenté de 40% et la résistance à la propagation de fissure dJ/da n'est plus nulle contrairement aux matériaux contenant des précipités Mg_2Si grossiers (FL, FLM3).

L'analyse quantitative de l'évolution d'endommagement en surface par traction MEB in-situ et en volume par tomographie X sur essais de traction AE interrompus nous montre que la germination de cavités sur les intermétalliques au fer pour le matériau FLM6 est identique à celles observées pour le matériau FL ou FLM3. La différence de mécanisme d'endommagement est essentiellement portée sur la coalescence de cavités. Ayant une distance inter-précipitée plus importante, le matériau FLM6 présente une coalescence plus tardive.

Plusieurs modèles ont été utilisés comme outils de prédiction et de compréhension pour étudier l'effet de la triaxialité des contraintes, de l'anisotropie et des précipités grossiers sur la ténacité. Un premier modèle est un modèle analytique proposé par Hahn et Rosenfield qui lie essentiellement la ténacité à la fraction volumique de précipités grossiers. Ce modèle nous a permis de dégager la tendance de l'évolution de la ténacité en fonction de la teneur des précipités Mg_2Si grossiers. En revanche, ce modèle suggère que la ténacité augmente quand la taille moyenne des précipités grossiers augmente, ce qui contredit l'observation de l'évolution de l'endommagement. De plus, ce modèle ne permet pas d'illustrer l'effet de l'anisotropie ou le rôle des deux types de précipités grossiers.

Des modèles micromécaniques sont introduites pour surmonter ces limites. Le premier modèle est un modèle de croissance non-couplé : le modèle de Rice-Tracey avec des paramètres proposés par Huang. Avec un taux de croissance critique qui ne dépend pas de la triaxialité pendant la phase de croissance de cavités, ce modèle prédit assez bien la rupture des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées pour le sens de sollicitation T. En revanche, La prédiction pour les essais sollicités suivant le sens L n'est pas satisfaite du fait que la nucléation intervient fortement dans ces essais, mécanisme qui est totalement négligée dans le modèle de Rice-Tracey. Le second modèle étudié est un modèle couplé de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) comprenant la totalité des phases d'endommagement : germination-croissance-coalescence de cavités. Ce second modèle, couplé, permet de simuler la propagation de fissure. Pour le sens de sollicitation T, les paramètres d'endommagement sont identifiés sur la microstructure en 3D obtenue par tomographie X, l'essai de laminographie X in-situ et l'essai de traction sous MEB in-situ. Les résultats montrent une bonne prédiction

pour des essais à forte triaxialité (laminographie X ou ténacité). A faible triaxialité, la capacité de prédiction est plus faible du fait que la germination de cavités est plus importante ce qui est moins bien décrit par le modèle GTN. Le fait que le second mécanisme semble plus important à basse triaxialité (voir Figure 84) peut également expliquer l'écart plus important entre le modèle et l'expérience à basse triaxialité. Les paramètres d'endommagement pour le sens de sollicitation L et pour le matériau FLM6 ne sont pas déterminés grâce à l'expérience laminographie X in-situ. Ces paramètres sont donc moins bien identifiés et ne prédisent pas correctement la ténacité dans ces conditions.

Dans ce travail, pour la première fois, des résultats quantitatifs des essais de laminographie X sont utilisés pour identifier les paramètres de modèle GTN. La fraction volumique de cavités à la rupture d'élément f_f est calibrée sur la mesure tridimensionnelle effectuée dans une zone d'analyse (ROI) équivalente à la taille d'éléments utilisée dans la simulation. La taille d'élément est donc déterminée expérimentalement. Il serait intéressant de vérifier si les mêmes résultats de simulations pourront être obtenus avec différents ROI/taille d'éléments. Dans une première tentative avec des ROI/taille d'éléments plus grands ou plus petits (facteur 0,5 et 2) nous avons rencontré des problèmes de convergences. Afin de valider la robustesse de cette méthode d'identification originale basée sur la microstructure sans ajustement entre l'expérience et la simulation, la même procédure devra être utilisée sur d'autres matériaux présentant différents états métallurgiques.

La présence des Pop-In est à relier avec la faible résistance à la propagation de fissure (dJ/da faible). Cette faible résistance à la propagation ne favorise pas une propagation stable. Au-devant de la pointe de fissure se développe un endommagement initié sur les précipités grossiers. Il existe statistiquement des zones plus enrichies en précipités, ces amas de précipités vont donc former des amas de cavité. Du fait de la faible résistance à la propagation de la fissure, la fissure va pouvoir se propager aisément par coalescence entre cet amas et la pointe de fissure. Cette avancée de fissure s'accompagne d'une brusque chute de force appelée Pop-In. La faible valeur de dJ/da est elle-même induite par le fait que l'étape de croissance qui consomme le plus d'énergie dans la séquence d'endommagement (germination, croissance, coalescence)

est limitée. Cette étape est limitée car d'une part l'étape de germination est très aisée (forte présence de précipité grossiers source facilement endommageable f_0 important) et d'autre part la coalescence est très rapide (écrouissage faible donc localisation facilitée : f_c faible et δ important).

Chapitre V Conclusions et perspectives

V.1 Conclusions

Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet de développement du Réacteur Jules Horowitz (RJH) et porte plus spécifiquement sur le matériau du caisson-cœur. L'alliage d'aluminium 6061 forgé à l'état T6 a été retenu pour la fabrication de ce caisson. L'étude porte plus spécifiquement sur le comportement et l'endommagement de cet alliage à partir d'essais de traction et de ténacité.

Les deux objectifs principaux de cette thèse sont de comprendre l'origine de la faible résistance à la propagation de fissure (origine des Pop-In), ainsi que de l'anisotropie de ténacité.

Cette thèse s'appuie sur une démarche micromécanique (approche locale de la rupture) qui permet de cerner les paramètres physiques pertinents qui gouvernent les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 6061-T6. Elle permet également d'apporter les bases expérimentales d'une modélisation physique et prédictive du comportement et de l'endommagement de cet alliage. En parallèle de l'étude sur les matériaux industriels, une étude a été menée sur des matériaux modèles. L'élaboration et la caractérisation des matériaux modèles contenant différentes teneurs en précipités Mg_2Si grossiers apportent les données mécaniques et microstructurales nécessaires pour la formulation d'un modèle physique intégrant la teneur en précipités grossiers.

Le comportement en traction du matériau montre que l'anisotropie de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique est faible, le comportement est considéré comme étant isotrope. En revanche, on note une anisotropie d'endommagement en traction et en ténacité marquée. En effet, une anisotropie importante de ténacité est constatée entre les sens TS (chargement tangentiel et une propagation suivant le sens travers-court) et LS (chargement longitudinal et une propagation suivant le sens travers-court). En traction, les éprouvettes sollicitées suivant le sens L présentent une meilleure ductilité et ténacité que celles sollicitées suivant le sens T.

Les caractérisations microstructurales révèlent la présence de deux types de précipités grossiers : Mg_2Si et intermétalliques au fer. Ces précipités grossiers sont majoritairement intergranulaires. La structure granulaire a été observée en tomographie X avec pénétration de gallium aux joints de grains. Il s'avère que les grains sont allongés suivant le sens de forgeage L. Par conséquent, les précipités grossiers sont alignés suivant cette direction.

La caractérisation volumique quantitative de l'endommagement tridimensionnel au cours d'un essai de propagation de fissure a été effectuée par laminographie X in-situ, technique disponible à l'ESRF. Cette expérience unique, complétée par des expériences de traction in-situ réalisées dans un MEB, ont permis de mettre en évidence que les précipités grossiers Mg_2Si jouaient un rôle prépondérant dans les mécanismes d'endommagement. Ces précipités possèdent des propriétés mécaniques différentes en termes de dureté et de module de Young de celles de la matrice d'aluminium. Du fait de ces différences de comportement, les précipités grossiers constituent des zones d'incompatibilité de déformation qui sont à l'origine de l'endommagement.

Un scénario d'endommagement intégrant l'alignement des précipités semble expliquer l'anisotropie de ténacité et d'endommagement observé en traction. L'anisotropie de répartition des précipités suit la morphologie du grain, la forme du grain résultant du procédé de mise en forme. La germination de l'endommagement s'initie en premier lieu sur les précipités grossiers Mg_2Si , la croissance et la coalescence sera d'autant plus facile que les précipités sont proches. La propagation de fissure se fait suivant le chemin où la consommation d'énergie est la plus faible. Les joints de grains étant des zones de rupture privilégiées. Dans le cas TS, les précipités sont alignés dans le plan de la propagation de fissure. La coalescence s'effectue par striction interne. La fissure se propage de manière notable en mode intergranulaire et l'énergie dépensée par la rupture est donc plus faible. Dans le cas LS, les précipités grossiers Mg_2Si sont alignés perpendiculairement au plan de la propagation de fissure. Une partie de la fissure doit donc se propager au travers du grain. Les ruptures intergranulaire et intragranulaire coexistent dans ce cas et l'énergie dépensée est par conséquent plus élevée. Le second mécanisme de rupture intragranulaire observé dans le sens LS

correspond certainement à de l'endommagement ductile sur une seconde population de précipités (dispersoïdes aux Cr et Mn).

Pour valider le scénario et le modèle d'endommagement, nous avons élaboré deux matériaux modèles présentant chacun une fraction volumique de précipités Mg_2Si grossiers différente. Ces matériaux ont été obtenus par augmentation de la température de mise en solution ($560^\circ C$ au lieu de $530^\circ C$) ce qui permet de mieux dissoudre les précipités grossiers Mg_2Si . Des essais de traction sur éprouvette axisymétrique entaillée (AE) ont été effectués sur ces matériaux modèles. On remarque une augmentation des caractéristiques mécaniques et une meilleure ductilité après une mise en solution à $560^\circ C$. On note également une augmentation significative de la valeur de ténacité. Cette forte augmentation de ténacité sur le matériau sans précipités Mg_2Si grossiers a permis de confirmer le rôle majeur que joue ces précipités dans la séquence d'endommagement.

Trois modèles sont utilisés pour la simulation physique de l'endommagement. Le premier modèle est un modèle analytique simple reliant le teneur des précipités grossiers et la ténacité. Ce modèle permet de cerner la tendance de ténacité en fonction des précipités Mg_2Si grossiers mais il ne permet pas d'illustrer l'anisotropie d'endommagement ni l'effet de la taille de précipités sur la ténacité. Un deuxième modèle non-couplé de type Rice-Tracey est ensuite utilisé pour modéliser l'endommagement qui permet de simuler l'anisotropie d'endommagement. Le modèle de Rice et Tracey ne décrit pas l'étape de germination, il calcule le taux de croissance d'une population de cavité initialement présente. Le troisième modèle d'endommagement couplé de type Gurson (GTN) est ensuite utilisé et permet de simuler la propagation de fissure. Pour les matériaux présentant des précipités Mg_2Si grossiers sollicités suivant le sens T, l'identification des paramètres du modèle est effectuée par les différentes caractérisations expérimentales. Les fractions volumiques de cavités (f_0) et de précipités (f_n) initiales sont obtenues à partir des mesures issues des caractérisations tomographiques. Les paramètres de germination (ϵ_{n0} , s_{n0}) ont été identifiés par analyses d'images obtenus lors d'essais de traction MEB in-situ. L'observation par tomographie X sur éprouvettes CT a été utilisée afin d'identifier le seuil de coalescence (f_c), et la fraction de cavité à rupture (f_f). Les fractions volumiques ont été mesurées dans un volume physique défini par la distance entre les amas de

182

cavités. Ce volume est ensuite utilisé comme paramètre matériau pour définir la taille de maille dans les simulations par éléments finis. L'ensemble des paramètres du modèle GTN ont donc été mesurés expérimentalement. Les simulations à l'échelle des éprouvettes sont ensuite réalisées par éléments finis en utilisant les jeux de paramètres obtenus lors des études précédentes. La modélisation du comportement macroscopique des éprouvettes de laminographie X, et des valeurs d'endommagement locales montrent un bon accord avec les mesures expérimentales.

Ce modèle a ensuite été utilisé pour simuler les essais de traction sur éprouvette lisses et entaillées, ainsi que les essais de ténacité. Dans le sens T, le modèle reproduit bien les courbes macroscopiques à forte triaxialité. En revanche, le modèle surestime l'allongement à rupture pour les taux de triaxialité faibles. Cet écart est induit par une surestimation des paramètres de la loi de germination ainsi que par le fait que le second mécanisme ne soit pas pris en compte. Dans le sens L, le modèle reproduit bien une augmentation de la ductilité et de la ténacité. En revanche, le modèle surestime les propriétés du fait de l'augmentation de la proportion de rupture intragranulaire (endommagement sur une seconde population précipité plus petits) qui n'est pas pris en compte dans le modèle.

Les Pop-In correspondent à une avancée rapide de fissure induite par la coalescence entre le front de fissures et des amas de cavités présents devant le front de fissure. Cette coalescence rapide s'explique par le fait que dans le processus d'endommagement (germination, croissance, coalescence) l'étape de croissance qui consomme le plus d'énergie est limitée. L'étape de croissance est limitée car d'une part la germination est aisée (présence d'une forte densité initiale de précipité facilement endommageable) et d'autre part la coalescence est très rapide (la matrice étant peu écrouissable, la fraction volumique de cavité à coalescence est faible et l'accélération de la croissance est importante).

V.2 Perspectives

Durant cette thèse, je me suis particulièrement attaché à la mise en évidence de la séquence d'endommagement, qui mène à la formulation et l'identification des modèles d'endommagement micromécaniques. Ces modèles identifiés sont destinés en

perspective à la simulation du comportement mécanique de structure réelle ou à la simulation de l'effet d'irradiation des matériaux.

Les perspectives qui peuvent être envisagées pour compléter ce travail concernent les points suivants.

V.2.1 Identification des paramètres du modèle GTN

En plus de l'amélioration de l'ajustement des paramètres de la loi de germination (qui permettrait de mieux décrire l'endommagement à basse triaxialité), deux améliorations notables peuvent être menées : a) ajustement des paramètres de coalescence pour la description de l'anisotropie, b) prise en compte du second mécanisme basé sur la germination secondaire (dispersoïdes).

L'étude que nous avons menée consistait à identifier les paramètres du modèle GTN par des moyens expérimentaux, tels que l'étude microstructurale par tomographie X, les essais de traction in-situ sous MEB et l'essai de laminographie X in-situ. Des résultats satisfaisants ont été obtenus en comparant les résultats expérimentaux et les résultats des simulations sur éprouvettes de laminographie X et éprouvettes de ténacité. Par contre, un seul essai de laminographie X in-situ a été réalisé (matériau FLM3-sens TS) à cause de la faible accessibilité de la source synchrotron. Seuls les paramètres du modèle GTN pour cette condition ont été identifiés par cette méthode.

L'étape suivante est donc de suivre la même procédure d'identification des paramètres en réalisant des essais de laminographie X in-situ pour d'autres conditions (matériau FLM6 et sens LS) afin de tester la robustesse de cette nouvelle procédure d'identification des modèles d'endommagement basée sur des résultats expérimentaux.

Compte tenu des difficultés d'accès à la source synchrotron, une méthode alternative est souvent abordée pour identifier les paramètres d'endommagement : la simulation cellulaire. Il s'agit de représenter idéalement la microstructure du matériau en considérant des arrangements de cavités simples et des conditions aux limites adaptées (Figure 118).

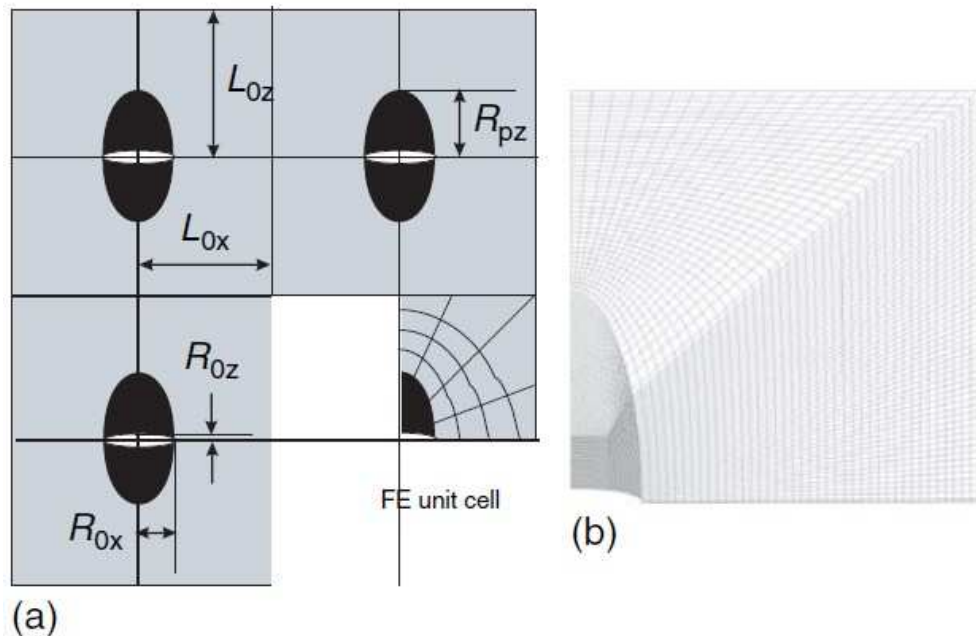


Figure 118 : (a) Principe de la simulation cellulaire basée sur une géométrie cylindrique axisymétrique comprenant des cavités et des particules; (b) le maillage d'éléments finis associé

De nombreux chercheurs ont utilisé cette méthode pour identifier le mécanisme et les paramètres d'endommagement à l'échelle des particules [136, 159, 161, 162, 167-169]. Un grand avantage de cette représentation est porté sur la simulation de l'anisotropie d'endommagement. En changeant le rapport géométrique entre la longueur et la largeur de cavité et de cellule, l'anisotropie induite par la forme de cavités et la répartition de cavités pourra être simulée. Un autre intérêt concerne la facilité pour l'introduction d'une seconde population de précipités de taille plus petite dans la simulation du mécanisme d'endommagement. Dans nos matériaux, il s'agit des dispersoïdes au chrome et au manganèse, car ces précipités participent activement au processus de coalescence des cavités pour une rupture de type intragranulaire. La méthode consiste à remplacer le comportement élastoplastique de la matrice de cellule par un comportement endommageable par exemple de type GTN.

Une comparaison entre ces deux procédures d'identification des paramètres de modèle d'endommagement est intéressante car ces deux procédures sont

complémentaires : la première méthode basée sur des résultats expérimentaux et la seconde basée sur la simulation multi-échelle.

V.2.2 Effet d'irradiation

L'objectif de cette thèse concernait la compréhension et la modélisation du mécanisme d'endommagement de l'alliage d'aluminium 6061-T6 à l'état non irradié. Cette thèse servira de référence pour des études futures qui seront réalisées sur le matériau irradié.

Les améliorations du modèle citées précédemment permettront d'améliorer la description de l'endommagement à basse triaxialité et d'améliorer la description de la ténacité dans le sens L. A ce jour, les paramètres sont suffisants pour décrire la ténacité dans le sens T, et pourraient être utilisés pour décrire l'évolution de la ténacité après irradiation.

En effet, sous irradiation, les alliages d'aluminium subissent plusieurs types de dommages [170-173]:

- La création de lacunes et interstitiels dans les cascades de déplacements atomiques, sous l'effet des neutrons rapides ; ces défauts ponctuels sont mobiles, s'éliminent partiellement sur les puits fixes (dislocations, joints de grains, précipités, surfaces), s'annihilent ou s'agglomèrent en amas. Les interstitiels se regroupent sous forme de boucles interstitielles et les lacunes sous forme de cavités. Ces cavités peuvent être stabilisées par la production d'hydrogène et d'hélium (réactions $^{27}\text{Al}(n,\alpha)$ et $^{27}\text{Al}(n,p)$). L'ensemble de ces évolutions vont induire une modification du comportement : augmentation de la limite d'élasticité, perte d'érouissage.
- La précipitation du silicium créé par transmutation de l'Aluminium 27 en silicium 28 par la capture d'un neutron suivi d'une désintégration bêta va aussi induire un durcissement
- Inversement, la dissolution du durcissement structural (précipités nanométriques Mg_xSi_y) sous irradiation va conduire à un adoucissement

L'ensemble de ces évolutions microstructurales devraient sous irradiation induire un durcissement et une perte d'érouissage, de plus on ne s'attend pas à ce que les précipités grossiers soient altérés par l'irradiation. Par conséquent, afin de modéliser la ténacité sous irradiation, le modèle d'endommagement de type GTN identifié pourra toujours être utilisé en changeant simplement les paramètres de la loi de comportement de la matrice. Il suffirait par conséquent de disposer du comportement en traction du matériau irradié. Ces résultats de simulation pourront être comparés avec les données expérimentales obtenues par Alexander [174] dans le cadre du projet de construction du réacteur ANS à ORNL.

Avant d'effectuer l'analyse de l'effet d'irradiation, la robustesse du modèle pourra être validée par des simulations d'effet de revenu. Au premier ordre, l'irradiation et le revenu modifient uniquement les propriétés plastiques de la matrice (érouissage) et ne change pas le mécanisme d'endommagement et la teneur des précipités grossiers.

Bibliographie

- [1] Van Huis MA, Chen JH, Sluiter MHF, Zandbergen HW. Phase stability and structural features of matrix-embedded hardening precipitates in Al–Mg–Si alloys in the early stages of evolution. *Acta Materialia* 2007;55:2183.
- [2] Marioara CD, Andersen SJ, Jansen J, Zandbergen HW. Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system. *Acta Mater.* 2001;49:321.
- [3] Starink MJ, Zahra AM. β' and β precipitation in an Al-Mg alloy studied by DSC and TEM. *Acta Mater.* 1998;46:3381.
- [4] Andersen SJ, Zandbergen HW, Jansen J, TrÆholt C, Tundal U, Reiso O. The crystal structure of the β'' phase in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia* 1998;46:3283.
- [5] Vissers R, van Huis MA, Jansen J, Zandbergen HW, Marioara CD, Andersen SJ. The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia* 2007;55:3815.
- [6] Edwards GA, Stiller K, Dunlop GL, Couper MJ. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia* 1998;46:3893.
- [7] Murayama M, Hono K, Saga M, Kikuchi M. Atom probe studies on the early stages of precipitation in Al–Mg–Si alloys. *Materials Science and Engineering: A* 1998;250:127.
- [8] De Geuser F. Interprétation et traitement des données de sonde atomique tomographique : application à la précipitation dans les Al-Mg-Si. vol. Thèse: Univ. de Rouen, 2005.
- [9] Andersen SJ, Marioara CD, Vissers R, Froseth A, Zandbergen HW. The structural relation between precipitates in Al–Mg–Si alloys, the Al-matrix and diamond silicon, with emphasis on the trigonal phase $U1-MgAl_2Si_2$. *Mat. Sci. \& Eng.* 2007;A444:157.
- [10] Maissonette D. Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6. vol. Thèse: INSA Lyon.
- [11] Kuijpers NCW, Tirel J, Hanlon DN, van der Zwaag S. Quantification of the evolution of the 3D intermetallic structure in a 6005A aluminium alloy during a homogenisation treatment. *Materials Characterization* 2002;48:379.
- [12] Kuijpers NCW, Kool WH, Koenis PTG, Nilsen KE, Todd I, van der Zwaag S. Assessment of different techniques for quantification of alpha-Al(FeMn)Si and beta-AlFeSi intermetallics in AA 6xxx alloys. *Mater Charact.* 2003;49:409.
- [13] Lassance D. Modeling of damage mechanisms in AlMgSi alloys Understanding the role of homogenization on the extrudability. vol. Thèse: Université Catholique de Louvain, 2006.
- [14] Lodgaard L, Ryum N. Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al-Mg-Si alloys. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.* 2000;283:144.
- [15] Lodgaard L, Ryum N. Precipitation of chromium containing dispersoids in Al-Mg-Si alloys. *Mater. Sci. Technol.* 2000;16:599.
- [16] Jeniski Jr RA. Effects of Cr addition on the microstructure and mechanical behavior of 6061-T6 continuously cast and rolled redraw rod. *Materials Science and Engineering: A* 1997;237:52.
- [17] Jeniski R, Thanaboonsombut B, Sanders T. The effect of iron and manganese on the recrystallization behavior of hotrolled and solution-heat-treated aluminum alloy 6013. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1996;27:19.
- [18] Van Geertruyden WH, Browne HM, Misiolek WZ, Wang PT. Evolution of surface recrystallization during indirect extrusion of 6xxx aluminum alloys. *Metall Mater Trans A* 2005;36A:1049.

- [19] Maire E, Grenier JC, Daniel D, Baldacci A, Klöcker H, Bigot A. Quantitative 3D characterization of intermetallic phases in an Al–Mg industrial alloy by X-ray microtomography. *Scripta Materialia* 2006;55:123.
- [20] Dorward RC, Bouvier C. A rationalization of factors affecting strength, ductility and toughness of AA6061-type Al–Mg–Si–(Cu) alloys. *Mat. Sci. & Eng.* 1998;A254:33.
- [21] Nock JAJ. Heat treatment and GING 61S Sheet. *The iron age* 1947:49.
- [22] Lkei C, Hollis E, Furman A, Clark D, Chavez J, Huh P, Tilak R, Lee EW, Es-said OS. The effect of processing parameters on the mechanical properties and distortion behavior of 6061 and 7075 aluminum alloy extrusions. Stafa-Zurich, SUISSE: Trans Tech, 2000.
- [23] Deschamps A. Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu. vol. Thèse. Grenoble: INP Grenoble, 1997.
- [24] Traitements thermiques des alliages d'aluminium. M1290: Technique de l'ingénieur.
- [25] CRV/ALT/CG/08.058 NA. Compte-rendu des essais du Programme 3. 27 février 2008.
- [26] Rice JR. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics* 1968;35:379.
- [27] Begley JA, Landes JD. The J-integral as a fracture criterion. 1971 National Symposium on Fracture Mechanics, vol. 514. Philadelphia: ASTM, 1972. p.1.
- [28] Blind JA, Martin JW. The Effect of Dispersoids on the Ductile Fracture-Toughness of Al-Mg-Si Alloys. *Mater Sci Eng* 1983;57:49.
- [29] Hval M. Application of fracture mechanics to the assessment of significance of defects in extruded AlMgSi1 aluminium alloy. University of Trondheim, 1991.
- [30] Hahn G, Rosenfield A. Metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1975;6:653.
- [31] van Stone R, Psioda J. Discussion of “metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1975;6:668.
- [32] Agarwal H, Gokhale AM, Graham S, Horstemeyer MF. Void growth in 6061-aluminum alloy under triaxial stress state. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.* 2003;341:35.
- [33] Lugo M, Jordon JB, Horstemeyer MF, Tschopp MA, Harris J, Gokhale AM. Quantification of damage evolution in a 7075 aluminum alloy using an acoustic emission technique. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.* 2011;528:6708.
- [34] Horstemeyer MF, Gokhale AM. A void-crack nucleation model for ductile metals. *International Journal of Solids and Structures* 1999;36:5029.
- [35] Agarwal H, Gokhale AM, Graham S, Horstemeyer MF. Quantitative characterization of three-dimensional damage evolution in a wrought Al-alloy under tension and compression. *Metall Mater Trans A* 2002;33:2599.
- [36] Prince KC, Martin JW. The effects of dispersoids upon the micromechanisms of crack propagation in Al-Mg-Si alloys. *Acta Metallurgica* 1979;27:1401.
- [37] Singh P, Evans JT, Holroyd NJH. Strain concentration at grain boundaries in Al-Mg-Si alloys. *Materials Science and Engineering: A* 1992;157:1.
- [38] Dowling JM, Martin JW. The influence of Mn additions on the deformation behaviour of an Al-Mg-Si alloy. *Acta Metallurgica* 1976;24:1147.
- [39] Walsh JA, Jata KV, Starke Jr EA. The influence of Mn dispersoid content and stress state on ductile fracture of 2134 type Al alloys. *Acta Metallurgica* 1989;37:2861.
- [40] Kirman I. The relation between microstructure and toughness in 7075 aluminum alloy. *Metallurgical and Materials Transactions B* 1971;2:1761.

- [41] Ryum N. The influence of a precipitate-free zone on the mechanical properties of an Al-Mg-Zn alloy. *Acta Metallurgica* 1968;16:327.
- [42] Ryum N. Ageing and plastic deformation of an Al-Mg-Zn alloy. *Acta Metallurgica* 1969;17:821.
- [43] Ludtka GM, Laughlin DE. The Influence of Microstructure and Strength on the Fracture Mode and Toughness of 7XXX Series Aluminum Alloys. *Metallurgical Transactions A* 1982;13A:411.
- [44] Ludwig W, Bellet D. Penetration of liquid gallium into the grain boundaries of aluminium: a synchrotron radiation microtomographic investigation. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.* 2000;281:198.
- [45] Ohgaki T, Toda H, Sinclair I, Buffiere JY, Ludwig W, Kobayashi T, Niinomi M, Akahori T. Quantitative assessment of liquid Ga penetration into an aluminium alloy by high-resolution X-ray tomography. *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.* 2006;427:1.
- [46] Ludwig W, Bouchet S, Bellet D, Buffiere JY. 3D observation of grain boundary penetration in Al alloys. Paris: Hermes Science Publications, 2000.
- [47] Pereiro-Lopez E, Ludwig W, Bellet D, Lemaignan C. In situ investigation of Al bicrystal embrittlement by liquid Ga using synchrotron imaging. *Acta Mater.* 2006;54:4307.
- [48] Vidal FP, Létang JM, Peix G, Cloetens P. Investigation of artefact sources in synchrotron microtomography via virtual X-ray imaging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 2005;234:333.
- [49] Morgenevener TF, Starink MJ, Sinclair I. Evolution of voids during ductile crack propagation in an aluminium alloy sheet toughness test studied by synchrotron radiation computed tomography. *Acta Mater.* 2008;56:1671.
- [50] Vincent L. Watersheds in Digital Spaces: An Efficient Algorithm Based on Immersion Simulations. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* 1991;13:583.
- [51] Beucher S, Lantuejoul C. Use of Watersheds in Contour Detection. *International Workshop on Image Processing: Real-time Edge and Motion Detection/Estimation*, Rennes, France., 1979.
- [52] Drugan WJ, Willis JR. A micromechanics-based nonlocal constitutive equation and estimates of representative volume element size for elastic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1996;44:497.
- [53] Voronoi GM. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie des formes quadratiques. Premier mémoire: Sur quelques propriétés des formes quadratiques positives parfaites. *Journal für die Reine und Angewandte Mathematik* 1907;133:97.
- [54] Serra J. *Image analysis and mathematical morphology*. Orlando, FL, USA: London Academic Press, 1982.
- [55] 10002-1 NE. *Matériaux métalliques - Essai de traction - Partie 1: Méthode d'essai à température ambiante*. 2001.
- [56] Ancelet O, Matheron P. Development of a new measurement system for tensile testing. 2010 ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference. Bellevue, Washington, USA, 2010.
- [57] Ancelet O, Perez G, L. F. Tensile characterization of a gtaw bimetallic weld mod 9Cr-1Mo-316L(N) with a new measurement system for tensile testing. 2011 ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference. Baltimore, Maryland, USA, 2011.
- [58] Bridgman PW. *Studies in large plastic flow and fracture with special emphasis on the effects of hydrostatic pressure*: McGraw-Hill, 1952.
- [59] Voce E. The Relationship between Stress and Strain for Homogeneous Deformation. *J I Met* 1948;74:537.

- [60] ISO12135. Matériaux métalliques-Méthode unifiée d'essai pour la détermination de la ténacité quasi statique. vol. 12135. Geneva, 2002.
- [61] Dumont D. Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000. vol. Thèse: INPG, 2001.
- [62] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A* 2003;356:326.
- [63] Achon P. Comportement et ténacité d'alliages d'aluminium à haute résistance. vol. Thèse: Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994. p.278.
- [64] Garrison Jr WM, Moody NR. Ductile fracture. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 1987;48:1035.
- [65] Yeh J-W, Liu W-P. The cracking mechanism of silicon particles in an A357 aluminum alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1996;27:3558.
- [66] Balasundaram A, Gokhale AM, Graham S, Horstemeyer MF. Three-dimensional particle cracking damage development in an Al-Mg-base wrought alloy. *Materials Science and Engineering: A* 2003;355:368.
- [67] Rice JR, Tracey DM. On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1969;17:201.
- [68] Pardoën T, Marchal Y, Delannay F. Thickness dependence of cracking resistance in thin aluminium plates. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1999;47:2093.
- [69] Shuji T, Keisuke T. Thickness effect of notched metal sheets on deformation and fracture under tension. *Engineering Fracture Mechanics* 1979;11:231.
- [70] Babout L. Etude par tomographie X et modélisation de l'endommagement de matériaux métalliques modèles. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2002.
- [71] Babou L, Ludwig W, Maire E, Buffiere JY. Damage assessment in metallic structural materials using high resolution synchrotron X-ray tomography. *Nucl. Inst. & Meth. Phys. Research* 2003;B200:303.
- [72] Shen Y, Garnier J, Allais L, Crepin J, Ancelet O, Hiver JM. Experimental and numerical characterization of anisotropic damage evolution of forged Al6061-T6 alloy. *Procedia Engineering* 2011;10:3429.
- [73] Shen Y, Garnier J, Allais L, Crepin J, Caldemaison D, Héripré E, Hiver J-M, Forget P. Etude de l'anisotropie d'endommagement de l'alliage d'aluminium 6061-T6. *Matériaux* 2010, vol. 0165. Nante, 2010.
- [74] Bretheau T, Crépin J, Doumalin P, Bornert M. Microextensometry: a tool for the mechanics of materials. *Revue de Métallurgie* 2003;100:567.
- [75] Allais L, Bornert M, Bretheau T, Caldemaison D. Experimental Characterization of the Local Strain Field in a Heterogeneous Elastoplastic Material. *Acta Metallurgica et Materialia* 1994;42:3865.
- [76] Doumalin P. Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques; application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage. Palaiseau, France: Ecole Polytechnique, 2000.
- [77] Thévenaz P, Unser M. User-friendly semiautomated assembly of accurate image mosaics in microscopy. *Microscopy Research and Technique* 2007;70:135.
- [78] Noesis. Guide de l'utilisateur Visilog. Jouy en Josas, France, 1990.
- [79] Argon A, Im J, Safoglu R. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1975;6:825.
- [80] Goods SH, Brown LM. Overview No. 1: The nucleation of cavities by plastic deformation. *Acta Metallurgica* 1979;27:1.

- [81] Lassance D, Fabregue D, Delannay F, Pardoën T. Micromechanics of room and high temperature fracture in 6xxx Al alloys. *Prog. Mat. Sci.* 2007;52:62.
- [82] Haynes M, Gangloff R. Elevated temperature fracture toughness of Al-Cu-Mg-Ag sheet: Characterization and modeling. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1997;28:1815.
- [83] Bron F, Besson J. A yield function for anisotropic materials Application to aluminum alloys. *International Journal of Plasticity* 2004;20:937.
- [84] Asserin–Lebert A, Besson J, Gourgues AF. Fracture of 6056 aluminum sheet materials: effect of specimen thickness and hardening behavior on strain localization and toughness. *Mat. Sci. & Eng.* 2005;A395:186.
- [85] Tvergaard V. Interaction of very small voids with larger voids. *International Journal of Solids and Structures* 1998;35:3989.
- [86] Brocks W, Klingbeil D, Necke G, Sun D-Z. Application of the GURSON model to ductile tearing resistance. Philadelphia, PA, USA: American Society for Testing and Materials, 1995.
- [87] Fabrègue D, Pardoën T. A constitutive model for elastoplastic solids containing primary and secondary voids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 2008;56:719.
- [88] Hancock JW, Mackenzie AC. On the mechanisms of ductile failure in high-strength steels subjected to multi-axial stress-states. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1976;24:147.
- [89] Devaux JC, Rousselier G, Mudry F, Pineau A. An experimental program for the validation of local ductile fracture criteria using axisymmetrically cracked bars and compact tension specimens. *Engineering Fracture Mechanics* 1985;21:273.
- [90] Becker R, Needleman A, Richmond O, Tvergaard V. Void growth and failure in notched bars. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1988;36:317.
- [91] Pardoën T, Doghri I, Delannay F. Experimental and numerical comparison of void growth models and void coalescence criteria for the prediction of ductile fracture in copper bars. *Acta Materialia* 1998;46:541.
- [92] Rivalin F, Pineau A, Di Fant M, Besson J. Ductile tearing of pipeline-steel wide plates: I. Dynamic and quasi-static experiments. *Engineering Fracture Mechanics* 2000;68:329.
- [93] Dautriat J, Bornert M, Gland N, Dimanov A, Raphanel J. Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation. *Tectonophysics* 2011;503:100.
- [94] Chu C, Needleman A. Void Nucleation Effects In Biaxially Stretched Sheets. *Journal Of Engineering Materials And Technology-Transactions of the ASME* 1980;102:249.
- [95] Sijbers J, Postnovz A. Reduction of ring artefacts in high resolution micro-CT reconstructions. *Phys. Med. Biol.* 2004;49:N247.
- [96] Maire E, Zhou S, Adrien J, Dimichiel M. Damage quantification in aluminium alloys using in situ tensile tests in X-ray tomography. *Engineering Fracture Mechanics* 2011;78:2679.
- [97] Landron C, Maire E, Bouaziz O, Adrien J, Lecarme L, Bareggi A. Validation of void growth models using X-ray microtomography characterization of damage in dual phase steels. *Acta Materialia* 2011;59:7564.
- [98] Landron C, Maire E, Adrien J, Bouaziz O, Di Michiel M, Cloetens P, Suhonen H. Resolution effect on the study of ductile damage using synchrotron X-ray tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 2012;284:15.
- [99] Landron C, Bouaziz O, Maire E, Adrien J. Characterization and modeling of void nucleation by interface decohesion in dual phase steels. *Scripta Materialia* 2010;63:973.
- [100] Bouaziz O, Maire E, Giton M, Lamarre J, Salingue Y, DiMichiel M. A model for initiation and growth of damage in dual-phase steels identified by X-ray micro-tomography. *La revue de métallurgie* 2008;2:102.

- [101] Lautridou JC, Pineau A. Crack initiation and stable crack growth resistance in A508 steels in relation to inclusion distribution. *Engineering Fracture Mechanics* 1981;15:55.
- [102] Toda H, Maire E, Yamauchi S, Tsuruta H, Hiramatsu T, Kobayashi M. In situ observation of ductile fracture using X-ray tomography technique. *Acta Materialia* 2011;59:1995.
- [103] Helfen L, Baumbach T, Mikulik P, Kiel D, Pernot P, Cloetens P, Baruchel J. High-resolution three-dimensional imaging of flat objects by synchrotron-radiation computed laminography. *Applied Physics Letters* 2005;86.
- [104] Moffat AJ, Wright P, Helfen L, Baumbach T, Johnson G, Spearing SM, Sinclair I. In situ synchrotron computed laminography of damage in carbon fibre-epoxy 90/0 (s) laminates. *Scripta Materialia* 2010;62:97.
- [105] Xu F, Helfen L, Moffat AJ, Johnson G, Sinclair I, Baumbach T. Synchrotron radiation computed laminography for polymer composite failure studies. *Journal of Synchrotron Radiation* 2010;17:222.
- [106] Morgenev TF, Helfen L, Sinclair I, Proudhon H, Xu F, Baumbach T. Ductile crack initiation and propagation assessed via in situ synchrotron radiation-computed laminography. *Scripta Materialia* 2011;65:1010.
- [107] Shen Y, Morgenev TF, Garnier J, Allais L, Helfen L, Crépin J. Three-dimensional quantitative in situ study of crack initiation and propagation in AA6061 aluminum alloy sheets via synchrotron laminography and finite-element simulations. *Acta Materialia* 2013, <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.01.035>.
- [108] Brown WF. Review of developments in plane strain fracture toughness testing. Philadelphia, Washington, 1970.
- [109] Chean V, Robin E, El Abdi R, Sangleboeuf JC, Houizot P. Use of the mark-tracking method for optical fiber characterization. *Optics & Laser Technology* 2011;43:1172.
- [110] Schwalbe KH, Newman JC, Shannon JL. Fracture mechanics testing on specimens with low constraint - standardisation activities within ISO and ASTM. *Engineering Fracture Mechanics* 2005;72:557.
- [111] Zerbst U, Heinimann M, Donne CD, Steglich D. Fracture and damage mechanics modelling of thin-walled structures – An overview. *Engineering Fracture Mechanics* 2009;76:5.
- [112] Helfen L, Myagotin A, Pernot P, DiMichiel M, Mikulik P, Berthold A, Baumbach T. Investigation of hybrid pixel detector arrays by synchrotron-radiation imaging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 2006;563:163.
- [113] Helfen L, Altapova V, Hänschke D, Homs-Puron A, Valade JP, Schneider M, Baruchel J, Baumbach T. ANKA's absorption and phase-contrast laminography instrument at ESRF beamline ID19. *Rev. Sci. Instrum.*;Submitted.
- [114] Weitkamp T, Tafforeau P, Boller E, Cloetens P, Valade JP, Bernard P, Peyrin F, Ludwig W, Helfen L, Baruchel J. Parallel-beam imaging at the ESRF beamline ID19: current status and plans for the future. In: Garrett R, Gentle I, Nugent K, Wilkins S, editors. *Sri 2009: The 10th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation*, vol. 1234. Melville: Amer Inst Physics, 2010. p.83.
- [115] Myagotin A, Voropaev A, Helfen L, Hänschke D, Baumbach T. Fast volume reconstruction for parallel-beam computed laminography by filtered backprojection. *Journal of Parallel and Distributed Computing*;Submitted.
- [116] Helfen L, Myagotin A, Mikulik P, Pernot P, Voropaev A, Elyyan M, Di Michiel M, Baruchel J, Baumbach T. On the implementation of computed laminography using synchrotron radiation. *Rev. Sci. Instrum.* 2011;82.

- [117] Toolbox IP. Natick, MA, USA: The MathWorks Inc., 2011. p.run under Matlab R2011a.
- [118] Cloetens P, Pateyron-Salomé M, Buffière JY, Peix G, Baruchel J, Peyrin F, Schlenker M. Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *J. Appl. Phys.* 1997;81:5878.
- [119] Helfen L, Baumbach T, Cloetens P, Baruchel J. Phase-contrast and holographic computed laminography. *Applied Physics Letters* 2009;94.
- [120] Beremin FM. Cavity formation from inclusions in ductile fracture of A508 steel. *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.* 1981;12A:723.
- [121] Weck A, Wilkinson DS. Experimental investigation of void coalescence in metallic sheets containing laser drilled holes. *Acta Materialia* 2008;56:1774.
- [122] Weck A, Wilkinson DS, Maire E, Toda H. Visualization by X-ray tomography of void growth and coalescence leading to fracture in model materials. *Acta Materialia* 2008;56:2919.
- [123] Rudnicki JW, Rice JR. Conditions for the localization of deformation in pressure-sensitive dilatant materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1975;23:371.
- [124] Leblond JB, Perrin G, Devaux JC. Bifurcation effects in ductile metals with nonlocal damage. New York, NY, USA: American Society of Mechanical Engineers, 1994.
- [125] Morgener TF, Besson J, Proudhon H, Starink MJ, Sinclair I. Experimental and numerical analysis of toughness anisotropy in AA2139 Al-alloy sheet. *Acta Materialia* 2009;57:3902.
- [126] Morgener TF, Besson J. Flat to slant ductile fracture transition: Tomography examination and simulations using shear-controlled void nucleation. *Scripta Materialia* 2011;65:1002.
- [127] Bron F, Besson J, Pineau A. Ductile rupture in thin sheets of two grades of 2024 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A* 2004;380:356.
- [128] Lan W, Deng X, Sutton MA. Investigation of crack tunneling in ductile materials. *Engineering Fracture Mechanics* 2010;77:2800.
- [129] Zuo J, Deng X, Sutton MA, Cheng C-S. Three-Dimensional Crack Growth in Ductile Materials: Effect of Stress Constraint on Crack Tunneling. *Journal of Pressure Vessel Technology* 2008;130:031401.
- [130] James MA, Newman JC. The effect of crack tunneling on crack growth: experiments and CTOA analyses. Kidlington, UK: Elsevier, 2003.
- [131] Agarwal H, Gokhale AM, Horstemeyer MF, Graham S. Quantitative characterization of three-dimensional damage as a function of compressive strains in Al 6061. *Aluminum Automotive and Joining Symposia*, 2001. p.43.
- [132] Benzerga AA, Besson J, Pineau A. Anisotropic ductile fracture Part I: experiments. *Acta Mater.* 2004;52:4623.
- [133] Benzerga AA, Besson J, Pineau A. Anisotropic ductile fracture Part II: theory. *Acta Mater.* 2004;52:4639.
- [134] Gologanu M, Leblond J-B, Perrin G, Devaux J. Theoretical models for void coalescence in porous ductile solids. I. Coalescence “in layers”. *International Journal of Solids and Structures* 2001;38:5581.
- [135] Pardoën T, Hutchinson JW. Micromechanics-based model for trends in toughness of ductile metals. *Acta Materialia* 2003;51:133.
- [136] Pardoën T, Hutchinson JW. An extended model for void growth and coalescence. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 2000;48:2467.
- [137] Thomason PF. A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. *Acta Metallurgica* 1985;33:1087.

- [138] Toda H, Sinclair I, Buffière JY, Maire E, Connolley T, Joyce M, Khor KH, Gregson P. Assessment of the fatigue crack closure phenomenon in damage-tolerant aluminium alloy by in-situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography. *Philosophical Magazine* 2003;83:2429.
- [139] Di Russo E. Microfractographic characteristics and fracture toughness of 7000 and 2000 series aluminium alloys: proposal of a static fracture model. *Metallurgical Science and Technology* 1986;4:37.
- [140] Dunwoody BJ, Thomas AT, Moore DM. The effect of incoherent particles on toughness of an Al-Mg-Si alloy. *J I Met* 1973;101:172.
- [141] Pardoën T, Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. Grain boundary versus transgranular ductile failure. *J. Mech. & Phys. Sol.* 2003;51:637.
- [142] Gasqueres C, Grelier E. Cinétiques de mise en solution à 550 et 560°C sur échantillons du démonstrateur D5. Alcan, CRV/ALT/CG/07.241, 2007.
- [143] Guilhaudis A, Develay R. Addition de chrome et de manganèse dans les alliages légers à 3 et 5% de magnésium. *Revue de Métallurgie* 1957;4:288.
- [144] Thomason PF. *Ductile fracture of metals*: Pergamon Press, 1990.
- [145] Rice JR, Johnson MA. The role of large crack tip geometry changes in plane strain fracture. McGraw Hill, 1970.
- [146] Garrett G, Knott J. The influence of compositional and microstructural variations on the mechanism of static fracture in aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* 1978;9:1187.
- [147] Chen CQ, Knott JF. Effects of Dispersoid Particles on Toughness of High-Strength Aluminum-Alloys. *Met Sci* 1981;15:357.
- [148] Vincent S, Wident P, Garnier J. Résultats d'essais de traction et de ténacité des alliages d'aluminium 6061-T6 code SRMA J38 et J39. Gif-sur-yvette: Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives, 2012.
- [149] ASTM. Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. vol. E1820-11. West Conshohocken, PA, 2011.
- [150] Huang Y. Accurate dilatation rates for spherical voids in triaxial stress fields. New York, NY, USA: American Society of Mechanical Engineers, 1991.
- [151] McClintock FA, Engineers ASoM. *A Criterion for Ductile Fracture by the Growth of Holes*: ASME, 1968.
- [152] D'escatha Y, Devaux JC. Numerical study of initiation, stable crack growth, and maximum load, with a ductile fracture criterion based on the growth of holes. Philadelphia, PA, ETATS-UNIS: American Society for Testing and Materials, 1979.
- [153] Gurson AL. Plastic flow and fracture behavior of ductile materials incorporating void nucleation, growth and interaction. vol. Thèse: Brown University, 1975.
- [154] Rousselier G. Dissipation in porous metal plasticity and ductile fracture. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 2001;49:1727.
- [155] Rousselier G. Finite deformation constitutive relations including ductile fracture damage. In: Nemat-Nasser, editor. *Three-Dimensional Constitutive Relations and Ductile Fracture*. North Holland publishing company, 1981. p.331.
- [156] Lemaitre J, Desmorat R, Sauzay M. Anisotropic damage law of evolution. *European Journal of Mechanics - A/Solids* 2000;19:187.
- [157] Hammi Y, Horstemeyer MF. A physically motivated anisotropic tensorial representation of damage with separate functions for void nucleation, growth, and coalescence. *Int. J. Plast.* 2007;23:1641.

- [158] Tvergaard V, Needleman A. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica* 1984;32:157.
- [159] Tvergaard V. Influence of voids on shear band instabilities under plane-strain conditions. *Int. J. Fract.* 1981;17:389.
- [160] Tanguy B. Modélisation de l'essai charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MnD5 dans le domaine de transition. Centre des Matériaux, vol. Thèse: Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [161] Faleskog J, Shih CF. Micromechanics of coalescence—I. Synergistic effects of elasticity, plastic yielding and multi-size-scale voids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1997;45:21.
- [162] Steglich D, Brocks W, Heerens J, Pardoën T. Anisotropic ductile fracture of Al 2024 alloys. *Eng. Frac. Mech.* 2008;75:3692.
- [163] Bron F, Besson J. Simulation of the ductile tearing for two grades of 2024 aluminum alloy thin sheets. *Engineering Fracture Mechanics* 2006;73:1531.
- [164] Rivalin F, Besson J, Pineau A, Di Fant M. Ductile tearing of pipeline-steel wide plates: II. Modeling of in-plane crack propagation. *Engineering Fracture Mechanics* 2000;68:347.
- [165] Xia L, Shih CF, Hutchinson JW. A computational approach to ductile crack growth under large scale yielding conditions. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1995;43:389.
- [166] Steglich D, Wafai H, Besson J. Interaction between anisotropic plastic deformation and damage evolution in Al 2198 sheet metal. *Engineering Fracture Mechanics* 2010;77:3501.
- [167] Needleman A. Void growth in an elastic-plastic medium. *Trans. ASME, E, J. Appl. Mech.* 1972;39:964.
- [168] Tvergaard V. Influence of void nucleation on ductile shear fracture at a free-surface. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 1982;30:399.
- [169] Thomason PF. Ductile spallation fracture and the mechanics of void growth and coalescence under shock-loading conditions. *Acta Materialia* 1999;47:3633.
- [170] Farrell K, Richt AE. Postirradiation properties of the 6061-T6 aluminum High Flux Isotope Reactor hydraulic tube. *Journal Name: Am. Soc. Test. Mater., Spec. Tech. Publ.; (United States); Journal Volume: 570 1976:Medium: X; Size: Pages: 311.*
- [171] Farrell K, King RT. Tensile properties of neutron-irradiated 6061 aluminum alloy in annealed and precipitation-hardened conditions. Philadelphia, PA, USA: American Society for Testing and Materials, 1979.
- [172] King RT, Jostsons A, Farrell K. Neutron irradiation damage in a precipitation-hardened aluminum alloy. Other Information: From Symposium on the effects of radiation on structural materials; Los Angeles, CA. (26 Jun 1972). UNCL. Orig. Receipt Date: 31-DEC-72, 1972. p.Medium: ED; Size: Pages: 28.
- [173] Weeks JR, Czajkowski CJ, Farrell K. Effects of high thermal neutron fluences on Type 6061 aluminum, 1992.
- [174] Alexander DJ. The effect of irradiation on the mechanical properties of 6061-T651 aluminum. Conference: 16. annual symposium of American Society of Testing and Materials (ASTM) on effects of radiation on materials, Denver, CO (United States), 21-25 Jun 1992; Other Information: PBD: [1992], 1992. p.Medium: ED; Size: 18 p.

Annexe A. Influence de la taille d'éprouvettes

Partant de la méthode actuelle de caractérisation mécanique des matériaux, nous avons effectué une étude sur l'effet de la taille des éprouvettes lors des essais de traction. Inspiré par la méthode des effets d'échelle utilisée pour la caractérisation de la rupture, une campagne expérimentale sur des éprouvettes homothétiques, de quatre tailles différentes a été menée sur le matériau filé. Ces quatre géométries possèdent respectivement des diamètres de 4, 6, 8 et 10 mm. Pour chacune des quatre éprouvettes, la longueur utile est prise égale à 5 fois le diamètre. La norme sur les essais de traction NF EN ISO 6892-1 de 2009 préconise d'utiliser une éprouvette dont la longueur utile est au moins égale à 5 fois le diamètre et de mesurer l'allongement total entre deux repères distants de 5 fois le diamètre. Nous avons donc choisi des géométries homothétiques avec un rapport longueur utile / diamètre égal à 5. Les essais de traction ont été réalisés à la température ambiante. La vitesse de traction imposée en déplacement traverse est de $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

La limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$), la résistance mécanique (R_m), l'allongement total (A_t) et le coefficient de striction (Z) sont tracés en fonction du diamètre de l'éprouvette sur les figures ci-dessous.

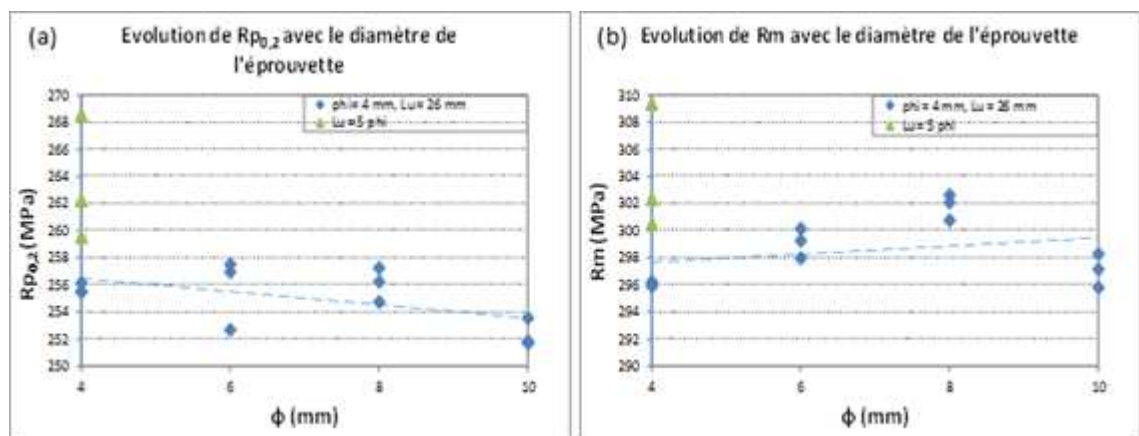


Figure 119 : Évolution de (a) la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) et (b) la résistance mécanique (R_m) en fonction du diamètre de l'éprouvette.

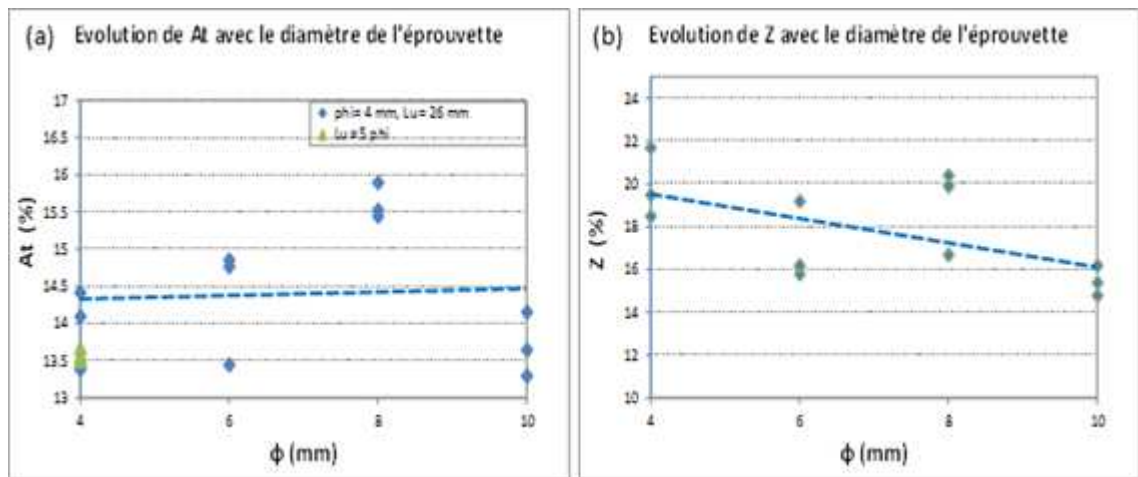


Figure 120 Évolution de (a) l'allongement total (A_t) et (b) le coefficient de striction (Z) en fonction du diamètre de l'éprouvette.

On ne note pas d'évolution notable sur les grandeurs suivantes : $R_{p0,2\%}$, R_m et A_t . En revanche, on note une diminution significative du coefficient de striction avec l'augmentation du diamètre de l'éprouvette.

Pour un matériau homogène, il est tout à fait normal que la limite d'élasticité et la résistance mécanique ne dépendent pas de la géométrie de l'éprouvette. Pour un matériau homogène et pour des éprouvettes homothétiques, il est également normal que l'allongement total soit indépendant de la taille de l'éprouvette. Pour deux éprouvettes de même diamètre et de longueurs différentes, on aurait pu s'attendre à ce que celle qui présente une longueur utile plus importante ait un allongement total plus faible. En effet, après le début de la striction la déformation n'est plus homogène sur la longueur utile de l'éprouvette. La faible dépendance de l'allongement total avec la longueur de l'éprouvette présentant un même diamètre montre que la localisation après striction reste relativement diffuse.

L'allongement total est une grandeur complexe à expliquer car elle dépend à la fois du comportement et de l'endommagement. Le coefficient de striction (Z) dépend essentiellement de la sévérité des mécanismes d'endommagement et assez peu du comportement. La dépendance de Z avec la géométrie de l'éprouvette montre que plus la taille de l'éprouvette est importante plus la probabilité de rencontrer des sites

d'endommagement est importante, ce qui a pour conséquence de diminuer la valeur de Z .

Annexe B. Effet de revenu sur les propriétés mécaniques en traction

Des essais de traction sur éprouvettes cylindriques (diamètre 4) ont été réalisés. Les grandeurs caractéristiques $R_{p0,2\%}$, R_m et A_t ont été tracées en fonction du temps de revenu pour les 4 conditions de mise en solution.

Pour les 4 températures de mise en solution, la cinétique est semblable : on observe une augmentation de la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) et de la résistance mécanique (R_m) au cours des 12 premières heures de revenu puis une saturation. On ne note pas de diminution lors du sur-revenu dans la gamme de temps investiguée. La limite d'élasticité après revenu augmente avec la température de mise en solution. En effet, plus la température de mise en solution est importante plus la dissolution des précipités Mg_2Si grossiers est conséquente et donc plus la quantité de soluté disponible pour la précipitation nanométrique durcissant est importante. Les résultats montrent que cette modification de la cinétique de revenu n'est finalement pas marquée.

On note également que plus la température de mise en solution est élevée plus le durcissement induit lors du revenu est important : en effet la quantité de Mg et Si en solution solide augmente et permet une précipitation plus dense. En revanche, malgré la meilleure dissolution des Mg_2Si grossiers à haute température on n'observe pas de différence significative sur les allongements totaux. L'allongement total est une grandeur relativement complexe car elle dépend à la fois du comportement (écrouissage, viscosité) et de l'endommagement. Ceci est alors complété par des mesures de coefficients de striction qui ne dépend que de l'endommagement. On ne note pas de différence entre les différentes températures de mise en solution, ni entre différents temps de revenu. Dans la mesure où la fraction de précipités grossiers diminue avec la température de mise en solution, les mécanismes d'endommagement devraient être moins sévères après un traitement thermique de mise en solution à 560°C et on aurait donc pu s'attendre à une augmentation de l'allongement total avec la température de mise en solution. L'influence de la température de mise en solution et du temps de revenu sur l'endommagement est faible pour ces essais de traction sur éprouvettes lisses

dont la triaxialité est faible. Nous caractériserons cette influence en traction sur éprouvettes entaillées et sur éprouvettes de ténacité où la triaxialité est plus importante.

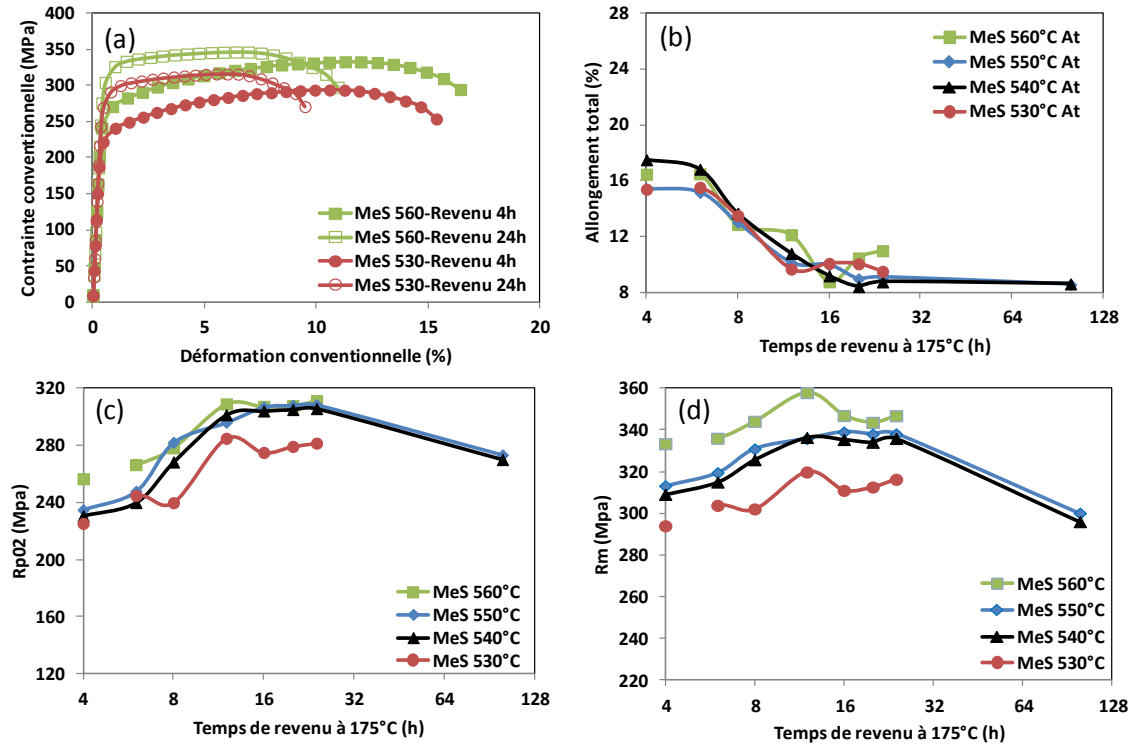


Figure 121 : Effet de la température de mise en solution et du temps de revenu sur les caractéristiques mécaniques : (a) exemples des courbes de traction conventionnelle, (b) allongement total, (c) limite d'élasticité, (d) résistance mécanique pour Mise en solution (MeS) entre 530°C et 560°C et revenu à 175°C entre 4h et 100h.

La Figure 122 trace l'évolution des propriétés de traction en fonction du temps de revenu dans un diagramme $A_t - R_{p0,2\%}$. On note bien une diminution de l'allongement total et une augmentation de la limite d'élasticité entre l'état sous-revenu et revenu. En revanche, la diminution de la limite d'élasticité et l'augmentation de l'allongement entre l'état revenu et sur-revenu n'est pas marquée.

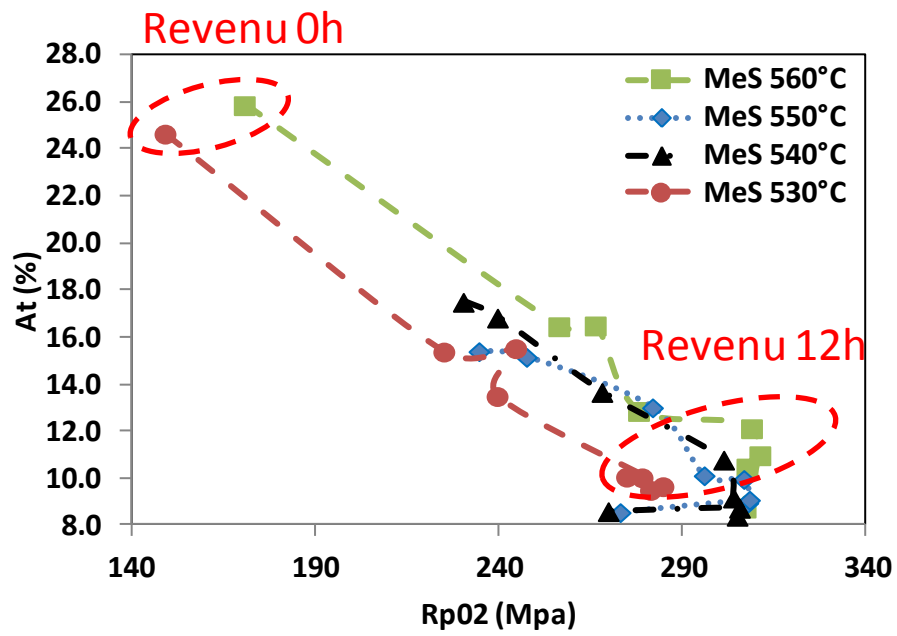


Figure 122 : L'effet de la température de mise en solution (MeS) et du temps de revenu sur les caractéristiques mécaniques en traction.

Annexe C. Méthodes des calculs par Eléments Finis (EF)

Tous les calculs sur éprouvettes ont été effectués à l'aide du code de calcul *Cast3m*. Tous les calculs ont été effectués en faisant l'hypothèse des grands déplacements. Dans ce cadre, la géométrie est réactualisée à chaque pas de calcul. Cette hypothèse est rendue obligatoire par les déformations très importantes observées lors des essais de traction ou de propagation de fissure qui modifient de manière importante la géométrie de l'éprouvette.

C.1 Eprouvettes AE

Les maillages utilisés pour les essais sur éprouvettes lisses et éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) sont présentés sur la Figure 123. Pour rappel, des éprouvettes AE avec des rayons d'entaille de 2mm, 4mm et 10mm sont utilisées et nommées AE2, AE4 et AE10 dans cette thèse. Etant donné l'axisymétrie du problème, le maillage est grandement simplifié et permet l'utilisation d'éléments 2D. Les conditions aux limites pour ces quatre géométries sont définies comme suivantes : la ligne en bas représentant une condition symétrique est bloquée suivant U_Y . En ce qui concerne le chargement, on impose un déplacement U_Y sur la ligne du haut. La ligne à gauche représentant une condition axisymétrique est bloquée suivant U_X . Les maillages sont composés d'éléments 2D quadratique QUA8 à intégration réduite.

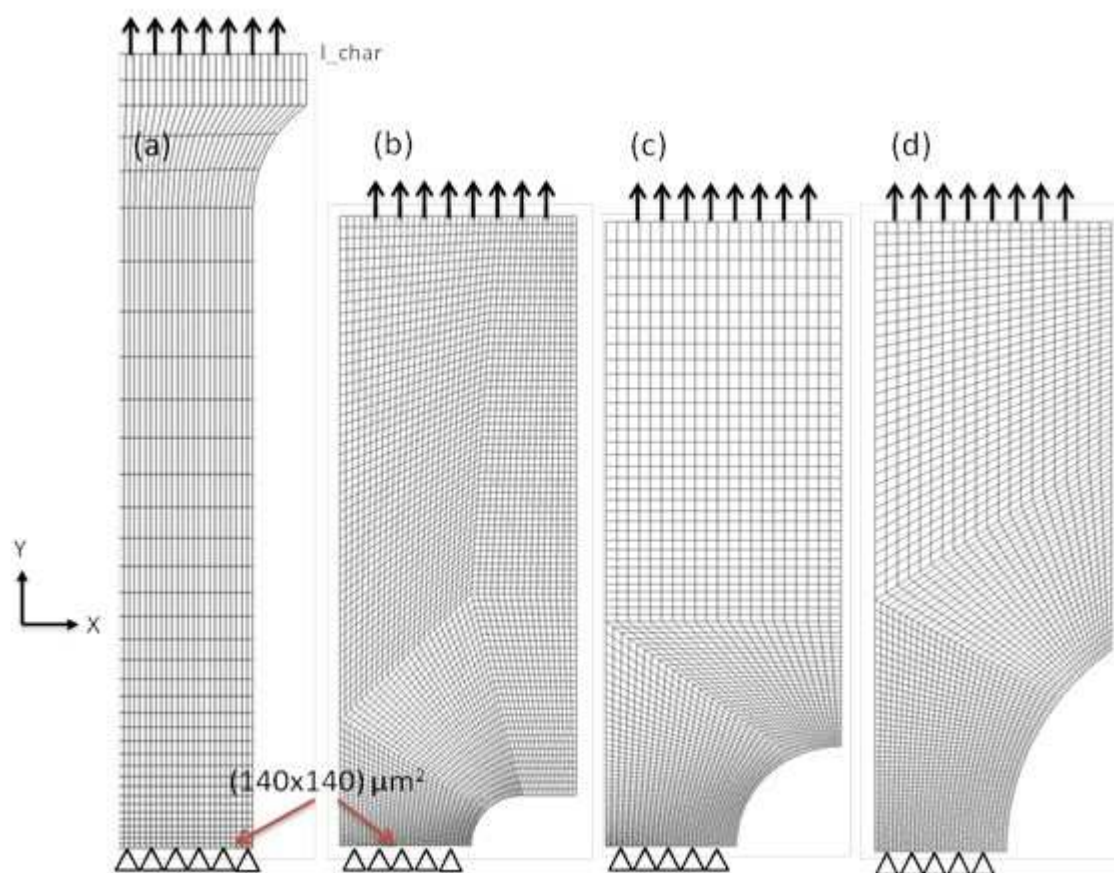


Figure 123 : Maillages des éprouvettes de traction (a) lisse, (b) AE2, (c) AE4 et (d) AE10.

C.2 Eprouvettes de laminographie X

En 3D, pour des raisons de symétrie, seul le $\frac{1}{4}$ de section d'une éprouvette de laminographie X a été modélisé. Le maillage est constitué de 42077 éléments de type CU20 à intégration réduite (Figure 124). Le long du ligament, la taille des éléments est fixée à $140 \times 140 \times 140 \mu\text{m}^3$, cela signifie une taille inter point de Gauss fixée à $70 \times 70 \times 70 \mu\text{m}^3$ équivalente à la taille de la zone d'analyse d'endommagement dans l'expérience de laminographie X in-situ. Pour modéliser les conditions de symétrie, les déplacements U_Y sont bloqués le long du ligament et les déplacements U_Z sont bloqués sur la face représentant le plan médian de l'éprouvette. Le chargement est effectué en imposant le déplacement U_Y à la ligne l_char et la $\frac{1}{2}$ ouverture CTOD $_{\delta 5}$ est mesurée au point P $_{\delta 5}$. Un comportement élastique avec un modèle de Young 100 fois plus élevé que celui de

l'éprouvette est imposé pour le matériau de la goupille. Le modèle GTN avec paramètres identifiés dans les paragraphes précédents est utilisé dans la zone finement maillée (zone rouge dans la Figure 124). Le reste de l'éprouvette est supposé élastoplastique avec la loi de Voce identifiée précédemment.

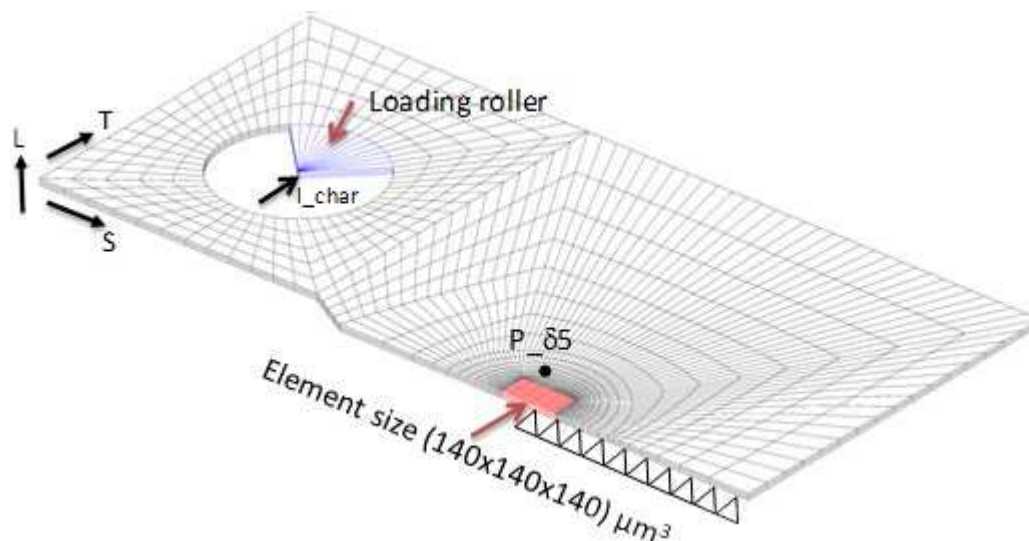


Figure 124 : Maillage 3D de la $\frac{1}{4}$ section d'une éprouvette de laminographie X.

La longueur de la déchirure ductile est repérée à chaque instant par la distance entre le fond d'entaille et le point de Gauss ayant atteint une fraction volumique critique donnée, f_f . Lorsque la porosité atteint une valeur f_f à un point de Gauss, ses contraintes tendent vers zéro.

C.3 Eprouvettes CT

Comme pour l'éprouvette de laminographie X, seul le $\frac{1}{4}$ de la section d'une éprouvette CT a été modélisé. Le maillage est constitué de 31000 éléments de type CU20 à intégration réduite (Figure 125). Le long du ligament, la taille des éléments est fixée à $140 \times 140 \times 625 \mu\text{m}^3$. Pour modéliser les conditions de symétrie, les déplacements U_Y sont bloqués le long du ligament (zone encadrée en bleu sur la Figure 125) et les déplacements U_Z sont bloqués sur la face représentant le plan médian de l'éprouvette. Le chargement est effectué en imposant le déplacement U_Y à la ligne l_{char} et la $\frac{1}{2}$ ouverture CMOD est évaluée au point P_{CMOD} . Un comportement élastique avec un modèle de Young 100 fois plus élevé que celui de l'éprouvette est imposé pour le

matériau de la goupille. Le modèle GTN avec paramètres identifiés dans les paragraphes précédents est utilisé dans la zone finement maillée (zone rouge dans la Figure 125). Le reste de l'éprouvette est supposé avoir un comportement élastoplastique modélisé par la loi de Voce identifiée précédemment.

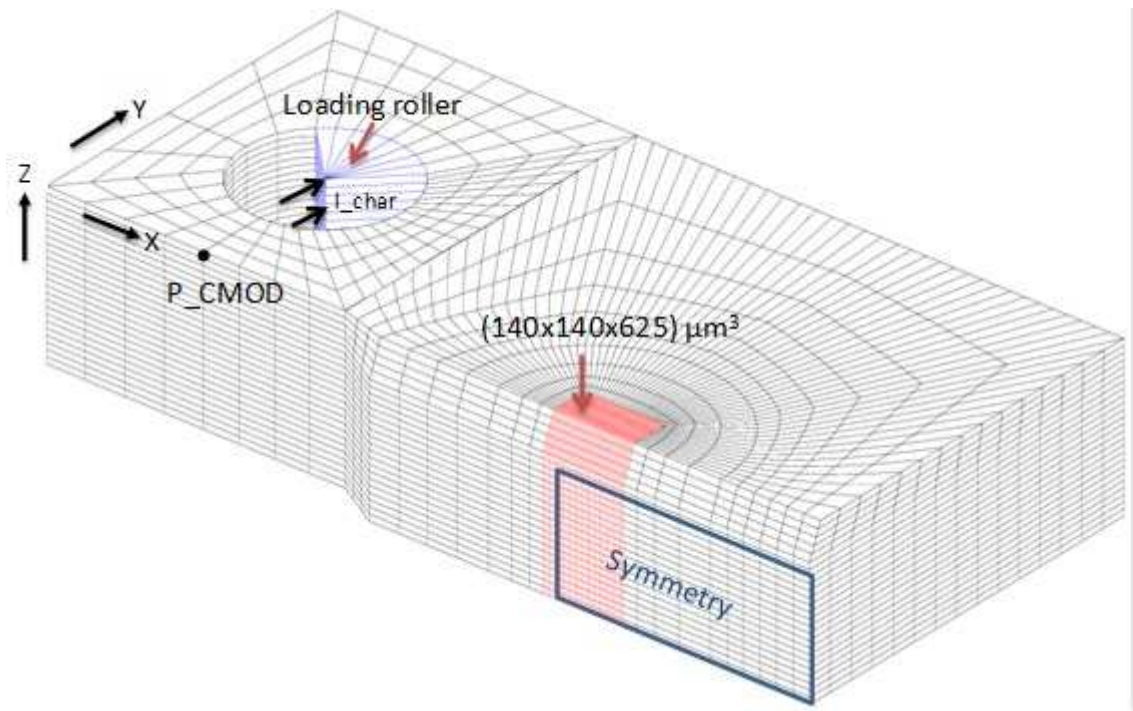


Figure 125 : Maillage 3D du $\frac{1}{4}$ section d'une éprouvette CT.

Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : approche micromécanique

RÉSUMÉ : L'alliage d'aluminium 6061-T6 a été retenu pour la fabrication du caisson-cœur du futur réacteur expérimental Jules Horowitz (RJH). L'objectif de cette thèse est de comprendre et modéliser le comportement et l'endommagement de cet alliage en traction et en ténacité, ainsi que l'origine de l'anisotropie d'endommagement. Il s'agit de faire le lien entre la microstructure et l'endommagement du matériau à l'aide d'une approche micromécanique. Pour ce faire, la microstructure de l'alliage, la structure granulaire et les précipités grossiers ont été caractérisés en utilisant des analyses surfaciques (Microscopie Électronique à Balayage) et volumiques (tomographie/laminographie X). Le mécanisme d'endommagement a été identifié par des essais de traction sous MEB in-situ, des essais de tomographie X ex-situ et des essais de laminographie X in-situ pour différents taux de triaxialité. Ces observations ont notamment permis de montrer que la germination des cavités sur les précipités grossiers de type Mg_2Si est plus précoce que sur les intermétalliques au fer. Le scénario identifié et les grandeurs mesurées ont ensuite permis de développer un modèle d'endommagement couplé, basé sur l'approche locale de la rupture, de type GTN intégrant la germination, la croissance et la coalescence des cavités. Le lien entre l'anisotropie d'endommagement et de forme/répartition des précipités a pu être montré. La prise en compte des mesures de l'endommagement dans la simulation a permis d'expliquer l'anisotropie d'endommagement. Ce travail servira de référence pour les études futures qui seront menées sur le matériau irradié.

MOTS CLÉS : Alliage d'aluminium, Endommagement, Approche locale, Modèles micromécaniques.

Tensile and fracture behavior of AA6061-T6 aluminum alloys: micromechanical approach

ABSTRACT : The AA6061-T6 aluminum alloy was chosen as the material for the core vessel of the future Jules Horowitz testing reactor (JHR). The objective of this thesis is to understand and model the tensile and fracture behavior of the material, as well as the origin of damage anisotropy. A micromechanical approach was used to link the microstructure and mechanical behavior. The microstructure of the alloy was characterized on the surface via Scanning Electron Microscopy and in the 3D volume via synchrotron X-ray tomography and laminography. The damage mechanism was identified by in-situ SEM tensile testing, ex-situ X-ray tomography and in-situ laminography on different levels of triaxiality. The identified scenario and the in-situ measurements were then used to develop a coupled GTN damage model incorporating nucleation, growth and coalescence of cavities formed by coarse precipitates. The relationship between the damage and the microstructure anisotropies was explained and simulated.

KEYWORDS : Aluminum alloy, Damage, Local approach, Micromechanical modeling.