



HAL
open science

Étude tridimensionnelle de la propagation en fatigue de fissures internes dans les matériaux métalliques

Arnaud Junet

► **To cite this version:**

Arnaud Junet. Étude tridimensionnelle de la propagation en fatigue de fissures internes dans les matériaux métalliques. Matériaux. Université de Lyon, 2021. Français. NNT : 2021LYSEI006 . tel-03213632

HAL Id: tel-03213632

<https://theses.hal.science/tel-03213632v1>

Submitted on 30 Apr 2021

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.



N° d'ordre NNT : 2021LYSEI006

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

Ecole Doctorale N° ED 034
Matériaux de Lyon

Spécialité de doctorat : Matériaux

Soutenue publiquement le 11/01/2021, par:
Arnaud Junet

**Etude tridimensionnelle de la
propagation en fatigue de fissures
internes dans les matériaux
métalliques**

Devant le jury composé de :

Favier, Véronique	Professeur des Universités	ENSAM	Présidente
Hénaff, Gilbert	Professeur des Universités	ISAE-ENSMA	Rapporteur
Morel, Franck	Professeur des Universités	ENSAM	Rapporteur
Buffière, Jean-Yves	Professeur des Universités	INSA Lyon	Directeur de thèse
Boulnat, Xavier	Maître de Conférences	INSA Lyon	Co-directeur de thèse

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

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage secretariat@edchimie-lyon.fr INSA : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de recherches sur la catalyse et l'environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 Avenue Albert EINSTEIN 69 626 Villeurbanne CEDEX directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Sec. : M.C. HAVGOUDOUKIAN ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Philippe NORMAND UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX philippe.normand@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ http://www.ediss-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	Mme Sylvie RICARD-BLUM Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires (ICBMS) - UMR 5246 CNRS - Université Lyon 1 Bâtiment Curien - 3ème étage Nord 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69622 Villeurbanne Cedex Tel : +33(0)4 72 44 82 32 sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES http://edinfomaths.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr	M. Hamamache KHEDDOUCI Bât. Nautibus 43, Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne Cedex France Tel : 04.72.44.83.69 hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr
Matériaux	MATÉRIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIÈRE INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://edmega.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction mega@insa-lyon.fr	M. Jocelyn BONJOUR INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://ed483.univ-lyon2.fr Sec. : Véronique GUICHARD INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 veronique.cervantes@univ-lyon2.fr	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 christian.montes@univ-lyon2.fr

Remerciements

Ces trois dernières années ont été pour moi riches en découvertes de tout genre et m'ont permis de m'épanouir dans un environnement exceptionnel qu'est le laboratoire MATÉIS . Ces quelques paragraphes sont pour moi l'occasion de remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à ce que vous pourrez lire dans ce manuscrit (si vous en avez la foi !). Cela va sans dire que des simples mots ne pourront pas retransmettre les émotions qui me remplissent en écrivant ces lignes.

Je voudrais dans un premier temps remercier chaleureusement les membres de mon jury. Merci donc à Véronique Favier, présidente de mon jury, pour vos retours et la discussion scientifique que nous avons pu avoir le jour de la soutenance. Je garderai en mémoire votre gentillesse et la bienveillance dont vous faite preuve. Merci également à mes deux rapporteurs qui ont travaillé dur pour relire et évaluer ce travail de thèse. Gilbert, pour avoir apprécié mon appropriation de vos travaux et avoir ardemment discuté le rôle de la vapeur d'eau sur la propagation des fissures dans le Ti64 ! Franck, pour l'enthousiasme qu'a suscité mes travaux et leur portée ainsi que pour l'éternelle question du rôle de la SDAS sur la propagation des fissures de fatigue dans les alliages d'aluminium de fonderie. Ce fut un réel plaisir de pouvoir discuter avec vous, j'aurais grandement apprécié le faire en présentiel !

Je passe maintenant aux remerciements des *acteurs majeurs* de ces travaux, à savoir mes ex-directeurs/bourreaux Jean-Yves Buffière et Xavier Boulnat. J'ai vraiment eu la chance d'avoir une bonne complémentarité et complicité entre vous deux qui m'ont poussé toujours plus loin à chaque réunion ou discussion informelle. Par politesse je vais commencer par le plus âgé, pour lequel la carrière scientifique est (et bientôt "fut" haha) éminente : *Jean-Yves (alias JYB, ou Grand Maître Mondial du XXI^{ème} siècle)*. J'ai eu la chance de partager avec toi de nombreux moments fort sympathiques (moult expériences synchrotron, conférences (+ bière et vacances !), un peu de vélo (le col de Sarenne restera mon premier col Alpin franchi sur deux roues), etc.) qui m'ont permis de découvrir à quel point tout ce que les gens disent sur toi est vrai : tes qualités vont bien au delà du brillant scientifique ! Un savoir-vivre exceptionnel, de la gentillesse, de la bonne humeur, une grande empathie, du dévouement... Bon j'arrête tu vas prendre la grosse tête ! Dans un second temps je vais parler de celui dont la carrière scientifique sera (et "est" déjà) éminente : *Xavier (alias XB)*. Acharné de travail (et bien fait en plus !), tu m'impressionneras toujours pour ton implication, ta rigueur, ta créativité, ton efficacité et ton adaptabilité sans failles. Même si tu es très exigeant envers tes doctorants (peut être parce que tu l'es encore plus envers toi-même !), tes qualités humaines très appréciées vont me manquer (encore une fois merci de nous avoir permis de rédiger au frais pendant une semaine avec Marion Coff !). J'espère garder de bons contacts avec vous deux par la suite !

Ces travaux de thèse n'auraient pas pu se faire sans la contribution de tous les membres du projet GIGADEF, financé par l'Agence Nationale de la Recherche que je remercie vivement.

Mes pensées vont dans un premiers temps vers *Yves Nadot (P')*, initiateur et chef de projet qui aura très bien tenu son rôle jusqu'à la fin ! Merci pour les discussions scientifiques enrichissantes et pour ton rôle de médiateur/enquiquineur qui m'aura permis de mûrir ma réflexion et me poser les bonnes questions tout au long de mon parcours. Un grand merci également à *Thierry Palin-Luc (I2M)* pour ton implication manifeste, ta gentillesse, ton souci des autres ainsi que pour les discussions aussi bien scientifiques que plus personnelles que nous avons pu avoir. Je remercie *Nicolas Ranc (PIMM)* pour ta discrétion, ton soutien lors des réunions d'avancement, ainsi que pour ton amour inconditionnel du chocolat Suisse (notre virée au Migros de Brugg restera un sacré souvenir !). *Nicolas Saintier (I2M)* pour ta créativité et les 3D roulette. Et je ne peux pas citer le projet GIGADEF sans mentionner *Mohamed El May*, *Yves Gaillard* et *Michel Fleuriot* : merci à vous ! Enfin, une des plus grande réussite de mon parcours de thèse fut la bonne complicité de mon compagnon de galère du moment : *Alexandre Messenger*. Je ne peux que te remercier pour ton implication et les discussion enrichissantes que nous avons eu, et j'espère que nos chemins se croiseront de nouveau !

Je n'aurais pas pu accomplir mes travaux de thèse sans la collaboration de nombreux acteurs. Je voudrais remercier tous les membres des lignes synchrotron au sein desquelles nous avons pu faire de belles expériences *in situ*. Une dédicace spéciale à *Wolfgang Ludwig*, sans qui ma thèse n'aurait pas eu cette consistance, pour m'avoir vraiment aider (euh tout fait en fait :) sur la reconstruction des données DCT ! Un énorme merci à *Arnaud Weck*, sans qui les éprouvettes de Ti64 n'auraient pas existé, pour l'usinage des fentes au laser femtoseconde, et encore plus pour les cheminées !

J'ai eu la chance d'effectuer ces travaux de thèse au laboratoire MATÉIS et plus particulièrement l'équipe MétAl, au sein de laquelle règne une ambiance conviviale. J'en remercie tous ses membres et plus particulièrement Frida, notre maman à tous, experte dans les domaines administratifs, comptable ainsi qu'en râlerie. Ensuite Eric, pour ton franc parlé, ton implication, ainsi que pour la paille :). Jérôme A. pour ta gentillesse, ton dévouement, et tes qualités hors norme d'expérimentateur. Joël L. pour toutes les fois où je t'ai embêté avec Linux, les machines de fatigue *in situ*, la *dolce vita* à Trieste, et toutes nos conversations où on a refait le monde ! Sophie, sans qui je n'aurais certainement pas fait de thèse. Michel, pour ton souci des autres, tes multiples casquettes, les sorties et discussion qu'on a pu avoir, et ton partage de barres de céréales ! Florian, pour toutes les manips SPS et la bouteille d'argon hydrogéné (qui n'a finalement pas servi tant que ça). Patrice, pour toutes les discussions très intéressantes que nous avons pu avoir en salle café. Stéphanie pour les discussions compost, tri & co ! Kader pour toute ton expertise sur la fabrication de pièces mécaniques ! Sylvain pour l'univers étroit entre DCT et FEM. Et enfin tous ceux que je n'ai pas cité précédemment et que j'ai côtoyé durant ces années de thèse.

Un laboratoire ne pourrait pas fonctionner sans les forces vives qui l'animent. Je voudrais remercier tous les doctorants pour ces super années passées à vos côtés, et tout d'abord ceux avec lesquels j'ai partagé ces moments du début à la fin. En premier lieu merci à Alexandre, fidèle compagnon INSAlien, avec lequel cette aventure a démarré lorsque nous nous posions des questions quant à quelle direction prendre après notre diplôme d'ingénieur en poche. Pilier de ces années passées au laboratoire, merci pour toutes ces discussions, ces sorties (vélo, escalade, ski de fond, ...) et pour ta gentillesse inconditionnelle ! Marion, mille mercis pour ton implication sans faille dans la vie "extra" (et on en tirera un double sens) du laboratoire, ta grande empathie, toutes les discussions qu'on a pu avoir pendant des heures alors qu'on devait rentrer chez nous en fin de journée, et j'en passe ! Et je ne peux pas parler de toi sans mentionner Mathieu, avec

lequel j'ai noué des liens très rapidement ! Merci à Lucile - toi qui furtivement mais sûrement a dévoilé ton goût prononcé pour la taquinerie - pour ta gentillesse et ton souci des autres. Merci à toi Quentin, pour les discussions, ainsi que pour tes talents aussi bien musicaux que pour les blagues subtiles qui te caractérisent. Merci à Flore pour les quelques moments passés ensemble avant ton exil au CEA ! Également merci à Qinqin pour ces discussions sur la culture chinoise et à Amin pour ta gentillesse discrète ! Je remercie également tous mes co-bureau Victor, Alexis et Otmane pour cette bonne humeur qui vous caractérise, ne changez rien ! Enfin merci aux anciens (Théo, Juju, Sibellas, Gwenaëlle, Oriane, Aléthéa, François, Gab, Julie), aux jeunes (Laurabelle, Arnaud A., Maxime, Manon, Ce, Javier, Masato), aux plus jeunes (Justine T., Lucas, Marion B., Théophile) et bon courage aux nouveaux (Louis, Florian, Théotime, Yohan) !

Ce parcours n'aurait jamais vu le jour sans une base solide sur laquelle me reposer. Merci à toute ma famille et plus spécialement à mes parents et mes deux frères. Ces remerciements se clôturent avec ces derniers mots destinés à la personne qui me donne le plus de bonheur et de joie depuis 8 belles années : Ana, je t'aime !

"Plus on creuse un sujet, plus on sent qu'on ne connaît pas grand chose, et que, le sujet est infini en fait. La connaissance, la curiosité est toujours là, l'enthousiasme aussi [...]"

Claude Marthaler

Résumé

La fatigue est le principal phénomène causant la rupture de structures mécaniques. Pour les très grandes durées de vie, l'amorçage des fissures menant à la rupture des pièces en service passe de la surface au volume. Du fait des difficultés expérimentales, la propagation des fissures internes n'a que très peu été étudiée *in situ* et en 3D. Il est cependant crucial du point de vue du dimensionnement de connaître le comportement de telles fissures. Dans ces travaux, le suivi *in situ* de l'amorçage et de la propagation de fissures internes a été réalisé par tomographie aux rayons X (source synchrotron).

Premièrement, une méthode de fabrication d'éprouvettes a été élaborée pour permettre de visualiser de manière systématique, non destructive et en 3D la propagation à 20 Hz de fissures internes dans un alliage de titane (Ti-6Al-4V). Un défaut artificiel a pour cela été usiné à la surface d'une tôle laminée de ce matériau. Une seconde tôle, placée sur la première, a été soudée par diffusion au *frittage flash*, permettant ainsi de rendre le défaut volumique. Des essais de fatigue *in situ* ont permis de montrer le rôle crucial de l'environnement (vide) ainsi que, dans une moindre mesure, celui de la texture cristallographique sur les vitesses de propagation des fissures internes.

Deuxièmement, une machine de fatigue ultrasonique (fréquence de cyclage de 20 kHz) permettant de réaliser des essais *in situ* au synchrotron a été utilisée pour étudier la propagation 3D de fissures internes dans des éprouvettes d'alliage d'aluminium A357-T6 contenant un défaut interne artificiel. L'obtention préalable de la distribution 3D des grains par tomographie en contraste de diffraction (DCT) a permis d'étudier les mécanismes d'interaction entre la microstructure et le chemin de fissuration en 3D.

Table des matières

Liste des écoles doctorales	i
Remerciements	iii
Résumé	vii
Table des matières	ix
Introduction	1
1 Fabrication d'éprouvettes de fatigue contenant un défaut interne contrôlé	5
1.1 La microtomographie aux rayons X	6
1.2 Cahier des charges d'une éprouvette de fatigue à défaut contrôlé	9
1.3 Etat de l'art : introduction de défauts internes artificiels au sein d'éprouvettes de fatigue	10
1.3.1 Par procédé de fonderie	10
1.3.2 Par procédés de fabrication additive	11
1.3.3 Par modification de microstructure	13
1.3.4 Par usinage et soudage par diffusion	13
1.3.5 Synthèse et choix d'une technique de fabrication	14
1.4 Choix du matériau d'étude	14
1.4.1 Soudage par diffusion des métaux	14
1.4.2 Choix du matériau : le Ti-6Al-4V	16
1.4.2.1 Un soudage par diffusion aisé	16
1.4.2.2 Une forte "aptitude" à la fissuration interne	17
1.4.2.3 Un usage intensif en fabrication additive	17
1.5 Fabrication des éprouvettes	17
1.5.1 Matériau	17
1.5.1.1 Présentation du Ti-6Al-4V	17
1.5.1.2 Choix d'une microstructure	18
1.5.2 Principe de fabrication	20
1.5.3 Soudage par diffusion du Ti-6Al-4V au <i>Spark Plasma Sintering</i>	20
1.5.3.1 Le <i>Spark Plasma Sintering</i> (SPS)	20
1.5.3.2 Paramètres du soudage	21
1.5.3.3 Propriétés du matériau soudé	23
1.5.4 Réalisation du défaut	26

1.5.4.1	Taille de l'entaille	26
1.5.4.2	Choix du procédé d'entaille	27
1.5.4.3	Paramètres d'usinage et propriétés de l'entaille réalisée	27
1.5.5	Reproductibilité des éprouvettes	27
1.5.6	Essai de faisabilité : test en fatigue d'une éprouvette	29
1.6	Conclusion	30
1.7	Résumé graphique	31
2	Mécanismes de fissuration interne dans le Ti-6Al-4V	33
2.1	Contexte : comportement en fatigue du Ti-6Al-4V	34
2.1.1	Amorçage des fissures de fatigue internes dans le Ti-6Al-4V	34
2.1.2	Rappels sur les mécanismes de propagation d'une fissure de fatigue	36
2.1.3	Scénario de propagation d'une fissure interne dans le Ti-6Al-4V	38
2.1.4	Effet de l'environnement en pointe de fissure	39
2.1.4.1	Effet de l'environnement sur la propagation de fissures de fatigue	39
2.1.4.2	Effet de l'environnement : cas du Ti-6Al-4V	43
2.1.5	Synthèse de la partie	44
2.2	Les essais de fatigue	46
2.2.1	Préparation des échantillons	46
2.2.2	Essais réalisés et traitement des données	46
2.3	Comportement global des fissures	47
2.3.1	Evolution de la taille de la fissure	47
2.3.2	Vers un comportement isotrope	48
2.3.3	Courbes de propagation	50
2.4	Amorçage des fissures	52
2.4.1	Un amorçage rapide	52
2.4.2	Un amorçage localisé	53
2.4.2.1	Lieu d'amorçage	53
2.4.2.2	Un amorçage difficile à l'interface de soudage	55
2.4.2.3	Mesure de la vitesse de propagation intra facette	57
2.4.3	Synthèse sur l'amorçage des fissures internes	59
2.5	Analyse de la propagation des fissures	60
2.5.1	Rôle de l'environnement	60
2.5.1.1	Essais de fissuration sous environnements contrôlés (Institut P')	60
2.5.1.2	Observation de propagations issues des essais <i>in situ</i>	61
2.5.1.3	Les fissures internes propagent-elles sous vide? Des essais <i>ex situ</i>	63
2.5.1.4	Synthèse des effets d'environnement en pointe de fissure	72
2.5.2	Influence du maintien sous charge lors des scans de tomographie RX	74
2.5.3	Influence de la texture cristallographique	77
2.5.3.1	Une légère anisotropie de propagation des fissures internes	77
2.5.3.2	Analyse de la propagation locale	77
2.5.3.3	Analyse de la rugosité	82
2.5.3.4	Analyse des faciès de rupture	85
2.5.3.5	Synthèse du rôle de la texture cristallographique sur la propagation de fissures internes	86
2.5.4	Influence de la position du défaut	88

2.5.5	Régimes de propagation des fissures internes observées	91
2.5.5.1	Evolution de la rugosité de fissuration	92
2.5.5.2	Analyse des courbes de vitesses de propagation	94
2.5.5.3	Synthèse sur les régimes de fissuration	96
2.5.6	Synthèse : propagation de fissures internes dans le Ti-6Al-4V	97
2.6	Résumé graphique	99
3	Etudes des mécanismes de propagation de fissures internes courtes : cas d'un aluminium de fonderie en régime gigacyclique	101
3.1	Contexte de l'étude	102
3.2	Matériau et méthodes expérimentales	102
3.2.1	Matériau d'étude	102
3.2.1.1	Microstructure	103
3.2.1.2	Défauts inhérents au procédé de moulage	104
3.2.2	Machine de fatigue <i>in situ</i> ultrasonique et déroulement des essais	104
3.3	Rappels bibliographiques : propagation des fissures courtes	106
3.3.1	Généralités	106
3.3.2	Cas des aluminiums de moulage	107
3.3.2.1	Influence de la phase eutectique	108
3.3.2.2	Influence des grains	108
3.3.3	Vers une quantification 3D des mécanismes de propagation de fissures microstructuralement courtes	109
3.4	Suivi de l'amorçage et de la propagation des fissures internes	111
3.4.1	Présentation des éprouvettes testées	111
3.4.1.1	Obtention d'une microstructure 3D par Tomographie en Contraste de Diffraction (DCT)	112
3.4.1.2	Conditions d'essais des éprouvettes testées et observations expérimentales	114
3.4.2	Chemin de fissuration	117
3.4.2.1	Au sein d'un grain	118
3.4.2.2	Lors du passage d'un joint de grain	125
3.4.3	Analyse du blocage des fissures	136
3.4.3.1	Au niveau des joints de grains	136
3.4.3.2	Au sein d'un grain	139
3.4.4	Discussion	140
3.4.4.1	Mécanismes de propagation de fissures courtes	140
3.4.4.2	Evaluation de la microplasticité en présence d'une fissure de fatigue	143
3.4.5	Conclusion : propagation tridimensionnelle d'une fissure interne courte . .	143
3.5	Résumé graphique	146
	Conclusion et perspectives	147
A	Traitement des données 3D de tomographie - cas des éprouvettes à défaut interne contrôlé	155
B	Evaluation des incertitudes sur les données de propagation des essais <i>in situ</i>	157

Références bibliographiques

159

Introduction

Depuis les travaux de Wöhler, qui a laissé son nom aux courbes utilisées pour évaluer la résistance des métaux à des sollicitations cycliques, la fatigue est devenue un élément incontournable dans la conception mécanique du fait de son importance dans le dimensionnement de pièces de structure [SCH 09]. A l'origine (fin du 19^{ème} siècle), les durées de vies des composants mécaniques tels que les moteurs à vapeur étaient de l'ordre du million de cycles de chargement, du fait des faibles fréquences de rotation de ces engins. Une limite d'endurance conventionnelle, fixée à 10^6 puis 10^7 cycles, était généralement déterminée lors de tests de fatigue de laboratoire. Pour des niveaux de chargement inférieurs à cette limite d'endurance, il était considéré que la durée de vie des composants mécaniques était infinie, du fait de l'apparition d'un plateau sur la courbe de Wöhler¹ (voir figure 1). Pour ces durées de vie, la fatigue est considérée comme un phénomène de surface [SCH 09] : une fissure amorce à la surface libre des pièces dans des régions (grains) où la déformation plastique au sein de bandes de glissement est importante du fait du mouvement des dislocations. Ce phénomène peut être localisé dans une région fortement contrainte (où la valeur du facteur de concentration des contraintes, K_t , est élevée) ; il est en outre fortement influencé par l'environnement dans lequel la pièce se trouve (air, vide, eau, etc.). La fissure se propage ensuite dans les grains voisins et peut éventuellement provoquer la rupture finale de la pièce.

Les avancées scientifiques sur la compréhension des mécanismes contrôlant l'apparition des fissures de fatigue de surface ont permis la conception de pièces industrielles pouvant atteindre des durées de vie de plusieurs milliards de cycles de chargement (turbines d'avion, essieux de trains à grandes vitesses, etc.). Cependant, pour des contraintes appliquées inférieures à la limite d'endurance conventionnelle (régime gigacyclique, 10^8 - 10^9 cycles), il a été montré par de nombreux auteurs à partir des années 1980 que des éprouvettes pouvaient rompre [BAT 04, HON 17]. Ces observations expérimentales ont amené *Claude Bathias* à postuler, à juste titre : "*there is no infinite fatigue life in metallic materials*" (en français, "il n'y a pas de durée de vie infinie dans les matériaux métalliques"), en faisant de cette phrase le titre d'une publication scientifique [Bat 99]. Il s'avère que *pour ces très grandes durées de vie, la rupture des éprouvettes testées est généralement causée par l'amorçage et la propagation de fissures internes*, qui sont donc invisibles en surface [HON 17]. Bien que de nombreuses études aient essayé de comprendre les mécanismes physiques de l'amorçage et de la propagation de fissures internes, les données expérimentales sont très difficiles à obtenir et très peu d'observations *directes* de ces fissures ont été publiées à ce jour [CHA 15, YOS 16a, NAR 17, YOS 19]. En effet, la seule technique

1. Ce plateau n'apparaît pas dans tous les matériaux métalliques ; par exemple, les alliages d'aluminium ne présentent en général pas un tel palier.

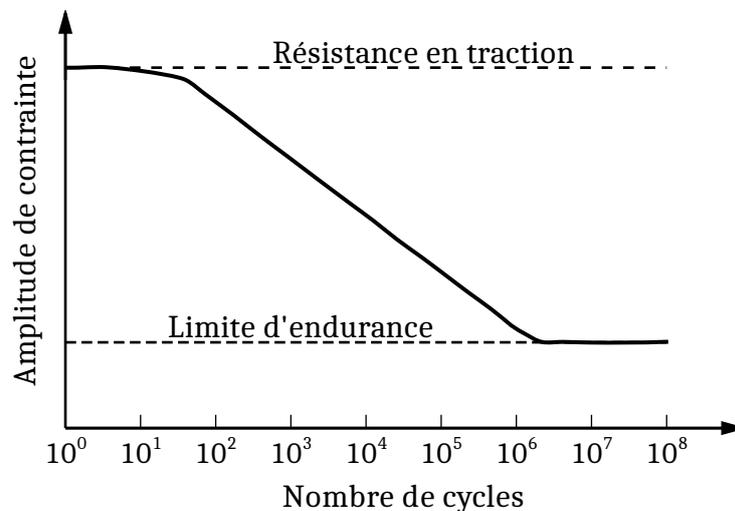


Figure 1. Courbe de Wöhler typique d'un matériau métallique présentant une asymptote horizontale pour la limite d'endurance (nombre de cycles $> 10^7$).

expérimentale qui permet une telle observation est la tomographie aux rayons X synchrotron et requiert des essais particuliers [BUF 10]. Le temps d'accès à ce type de source est par ailleurs fortement réduit par rapport à un équipement de laboratoire² ce qui explique pourquoi seules quelques études ont été menées jusqu'à présent.

De récents incidents industriels ont cependant montré la nécessité de mieux comprendre les mécanismes de fissuration interne. En 2008, un train à grande vitesse allemand a déraillé du fait de la rupture d'un essieu moteur, n'occasionnant heureusement que de faibles dégâts matériels du fait de sa faible vitesse lors de l'incident [KLI 13]. Bien que l'origine exacte de la rupture n'ait pu être identifiée, des inclusions non métalliques subsurfaciques ont été observées au voisinage de l'endroit présumé de l'amorçage de la fissure menant à la rupture. Il se pourrait que la rupture ait été provoquée par l'amorçage depuis ces particules et la propagation d'une fissure subsurfacique dans le régime gigacyclique. Plus récemment, le 30 septembre 2017, le moteur d'un avion AIRBUS A380 reliant Paris à Los Angeles s'est partiellement désintégré en plein vol (voir figure 2), ne causant que des secousses non dramatiques pour les quelques 500 passagers qui étaient à bord. L'investigation, qui a duré près de 3 ans, a récemment été terminée par le *Bureau d'Enquêtes et d'Analyses pour la sécurité de l'aviation civile (BEA)* [BEA 20]. Une fissure interne, provoquée par un chargement en fatigue - fluage, a causé la rupture du moyeu de soufflante (fabriqué en Ti-6Al-4V, alliage courant pour ce type de pièce) et ainsi rendu inopérant l'un des quatre moteurs de l'avion.

Depuis ces incidents, les instances supervisant la maintenance et le contrôle de telles pièces ont durci les protocoles d'inspection. Les moteurs équipant les A380 sont désormais soumis à des contrôles plus fréquents et ces derniers sont également plus poussés. Les fissures internes étant invisibles en surface des pièces, les contrôles visuels sur les parties visibles des moyeux de soufflante sont désormais complétés par des contrôles par courant de Foucault, permettant de

2. Une campagne d'essais synchrotron dure généralement quelques jours. Une éprouvette dont la durée de vie est de 10^7 cycles met environ six jours à une fréquence typique de 20 Hz pour rompre.



Figure 2. Photographies du moteur de l’A380 endommagé lors du vol Paris - Los Angeles du 30 septembre 2017. a) Pendant le vol. b) Après un atterrissage forcé à l’aéroport de Goose-Bay au Canada. D’après [BEA 20].

détecter d’éventuelles fissures subsurfaciques. Cependant, comme mentionné par *Klinger et al.* [KLI 13], les contrôles non destructifs ne permettent pas de nos jours de détecter la présence de petits défauts ou de fissures qui pourraient être fatals. En effet des inclusions de quelques centaines de microns se sont révélées présentes lors d’investigations métallographiques dans l’essieu moteur rompu alors que des contrôles par ultrasons n’avaient pas permis leur détection. Or, d’après l’étude de la rupture du moteur d’avion menée par le BEA, la moitié de la propagation stable de la fissure causant la rupture s’est déroulée lorsque sa taille était inférieure au mm et qu’elle était située sous la surface. Il semble nécessaire, donc, de connaître en détail les mécanismes physiques d’amorçage et de propagation des fissures internes dans le but de concevoir des pièces plus sûres. Plusieurs questions peuvent alors se poser :

- Quand les fissures internes amorcent-elles ?
- Quelles sont les conditions pour qu’une fissure interne amorcée propage et devienne fatale ?
- Comment les fissures internes propagent-elles en trois dimensions ? A quelle vitesse ?
- Quelles sont les influences du matériau et des conditions de chargement ?

Du fait des rares études expérimentales permettant d’avoir des preuves *directes* attestant du comportement des fissures de fatigue internes, la plupart de ces questions restent encore sans réponse. L’objectif de cette thèse est d’apporter une contribution expérimentale pour essayer d’obtenir une meilleure compréhension du comportement de telles fissures. En particulier, des moyens expérimentaux permettant le suivi des fissures internes ont été mis en place afin d’étudier le comportement des celles-ci à différentes échelles et en trois dimensions.

Le **premier chapitre** s’attache à présenter une méthode de fabrication d’éprouvettes de fatigue à défauts internes contrôlés permettant de faire des essais *in situ* à une fréquence de 20 Hz en tomographie à rayons X synchrotron. Le cahier des charges, les choix d’une technique de fabrication et du matériau d’étude (Ti-6Al-4V) y seront présentés.

Le **deuxième chapitre** présente les résultats obtenus avec les éprouvettes fabriquées par la méthode développée au chapitre 1. Les cinétiques de propagation des fissures internes amorcées sont présentées et discutées vis-à-vis de l'environnement en pointe de fissure et de la texture cristallographique du matériau étudié.

En outre, ces travaux de thèse font partie du projet ANR GIGADEF (fatigue GIGAcyclique à partir de DÉFauts internes), mené en étroite collaboration entre plusieurs laboratoires français : l'Institut P' à Poitiers, l'I2M à Bordeaux³, le PIMM à Paris et MATEIS à Lyon ainsi que le Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF) à Sèvres. Ce projet vise à évaluer la nocivité des défauts internes comparés à ceux de surface, essentiellement dans les alliages de fonderie. Pour ce faire, il est nécessaire, comme expliqué précédemment, d'étudier le comportement des fissures internes qui pourraient potentiellement émaner de ces défauts. Une méthodologie complète a donc été mise en place et un dispositif d'essais de fatigue gigacyclique *in situ* a été développé dans le cadre de la thèse d'*Alexandre Messenger* [MES 20]. Des éprouvettes en aluminium de moulage A357-T6 contenant un défaut artificiel interne⁴ ont été testées *in situ* à 20 kHz dans le régime gigacyclique (à très faible niveau de contrainte, $\sigma_{max} \sim 1/4$ à $1/3$ de la limite élastique). Le **troisième chapitre** traite des mécanismes de propagation en trois dimensions des fissures internes courtes observées lors de ces essais. Les interactions entre les fissures internes et la microstructure locale ont particulièrement été étudiées. Pour ce faire, une comparaison 3D du chemin de fissuration confronté à la distribution 3D des grains, déterminée par tomographie en contraste de diffraction (DCT), a été menée.

Pour finir, une conclusion des travaux menés est présentée ainsi qu'un certain nombre de perspectives relatives à la fissuration interne par fatigue des matériaux métalliques.

3. Alexandre Messenger a effectué sa thèse de doctorat au sein de ce laboratoire sous la direction de Thierry Palin-Luc, co-dirigée par Nicolas Saintier et Nicolas Ranc (laboratoire PIMM).

4. Le même type d'éprouvettes a précédemment été utilisé lors du projet ANR IDEFFAAR. Des essais de fatigue *in situ* à 20 Hz n'ont cependant pas permis d'amorcer des fissures internes au niveau du défaut contrôlé, celles-ci ayant systématiquement amorcé en surface [SER 17].

Fabrication d'éprouvettes de fatigue contenant un défaut interne contrôlé

Il a été évoqué lors de l'introduction de cette thèse que les *fissures internes* pouvaient conduire à la rupture de pièces à haute valeur ajoutée. Très peu caractérisé, le comportement de telles fissures, notamment leur vitesse de propagation, est crucial à quantifier d'un point de vue du dimensionnement. Ce manque de données quantitatives réside dans le fait que les fissures internes sont par nature invisibles en surface, il est par conséquent nécessaire d'utiliser des techniques non destructives et volumiques pour les caractériser. Parmi celles-ci, une seule permet d'atteindre des résolutions spatiales de l'ordre du μm c'est-à-dire comparable à la microscopie optique : la tomographie aux rayons X (RX) sous rayonnement synchrotron. Bien que très utilisée depuis le début des années 2000 pour la caractérisation de l'endommagement [BUF 06], la tomographie RX synchrotron pose un problème majeur : l'accès à ce type de source est relativement limité. Pour s'affranchir de ce problème, une technique permettant d'amorcer systématiquement des fissures internes en une zone précise d'un échantillon a été élaborée, ce qui rend possible le suivi en tomographie de la propagation de telles fissures lors d'essais de fatigue *in situ*. Ce chapitre se concentre donc sur l'élaboration des éprouvettes à défaut interne assurant l'amorçage systématique de fissure.

Sommaire

1.1	La microtomographie aux rayons X	6
1.2	Cahier des charges d'une éprouvette de fatigue à défaut contrôlé	9
1.3	Etat de l'art : introduction de défauts internes artificiels au sein d'éprouvettes de fatigue	10
1.3.1	Par procédé de fonderie	10
1.3.2	Par procédés de fabrication additive	11
1.3.3	Par modification de microstructure	13
1.3.4	Par usinage et soudage par diffusion	13
1.3.5	Synthèse et choix d'une technique de fabrication	14
1.4	Choix du matériau d'étude	14
1.4.1	Soudage par diffusion des métaux	14
1.4.2	Choix du matériau : le Ti-6Al-4V	16
1.5	Fabrication des éprouvettes	17
1.5.1	Matériau	17
1.5.2	Principe de fabrication	20
1.5.3	Soudage par diffusion du Ti-6Al-4V au <i>Spark Plasma Sintering</i>	20
1.5.4	Réalisation du défaut	26
1.5.5	Reproductibilité des éprouvettes	27
1.5.6	Essai de faisabilité : test en fatigue d'une éprouvette	29
1.6	Conclusion	30
1.7	Résumé graphique	31

1.1 La microtomographie aux rayons X

Technique clé de cette thèse, une brève introduction à la microtomographie aux rayons X (RX) est donnée pour permettre au lecteur la compréhension des contraintes qui en découlent sur la manière de concevoir les éprouvettes à défaut interne (pour une description plus complète, voir par exemple [STO 19]).

La microtomographie RX permet d'imager l'intérieur d'un échantillon de manière non destructive et tridimensionnelle avec des résolutions de l'ordre du *micromètre* (μm), ce qui rend cette technique particulièrement intéressante pour la mécanique des matériaux [BUF 10]. Elle est basée sur l'acquisition de radiographies 2D d'un échantillon qui tourne autour d'un axe fixe (typiquement sur 180° dans le cas d'une source synchrotron ou 360° pour une source de laboratoire), généralement vertical. Un schéma de principe est donné en figure 1.1 pour le cas d'un faisceau RX incident¹ parallèle tel qu'on peut l'obtenir sur une ligne de lumière d'une source synchrotron.

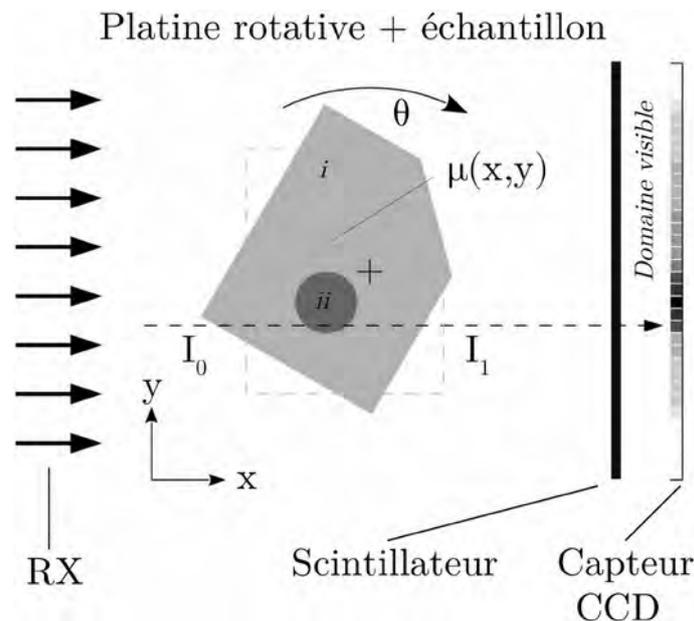


Figure 1.1. Principe d'acquisition d'un volume tomographique issu d'une source RX synchrotron (faisceau parallèle, monochromatique). Le schéma représente une vue en coupe d'une hauteur Z fixe. Issu de [DEZ 16]. Initialement proposé par [LAC 14].

Sur la figure 1.1 un faisceau de RX I_0 parallèle et monochromatique provient d'une source synchrotron de la gauche. L'échantillon à scanner est placé sur une platine rotative qui fera un demi-tour. En se plaçant à une hauteur Z constante, on peut remarquer que l'échantillon, qui comporte deux phases différentes (i) la matrice, (ii) une fissure par exemple), ne va pas atténuer de manière uniforme les rayons X incidents. En fonction de la position y , la longueur x et/ou la nature de la phase traversée seront différentes. Le scintillateur transforme ensuite le faisceau RX transmis I_1 dans le domaine de la lumière visible et celui-ci sera à son tour capté par une

1. monochromatique

caméra CCD (généralement de 2048×2048 *pixels*), une radiographie 1D est alors enregistrée. L'empilement des radiographies 1D d'une même tranche pour un angle θ allant de 0 à 180° forme un sinogramme qui sert de base à la reconstruction 2D de cette tranche. La reconstruction de la tranche de l'objet fait appel à des algorithmes dédiés. Le plus couramment utilisé est l'algorithme de rétroprojection filtrée FBP (acronyme anglais Filtered Back Projection); pour plus de détail, voir [STO 19]. L'empilement des tranches forme ainsi le volume complet de l'échantillon scanné dont le constituant élémentaire est appelé *voxel*.

Lorsqu'ils traversent la matière, les RX sont atténués suivant la loi de Beer-Lambert, reliant l'intensité du faisceau transmise I_1 par rapport à l'intensité émise I_0 lors d'un trajet (parcouru par les RX) donné :

$$\ln\left(\frac{I_1}{I_0}\right) = - \int_{\text{trajet}} \mu(x, y) dx \quad (1.1)$$

avec $\mu(x, y)$ le coefficient d'absorption local du matériau, relié principalement à son numéro atomique Z et à l'énergie incidente des RX, E (en keV). La variation de ce coefficient d'atténuation est présentée en figure 1.2 de manière découplée : l'influence de l'énergie E est présentée en a) et l'influence du numéro atomique Z en b).

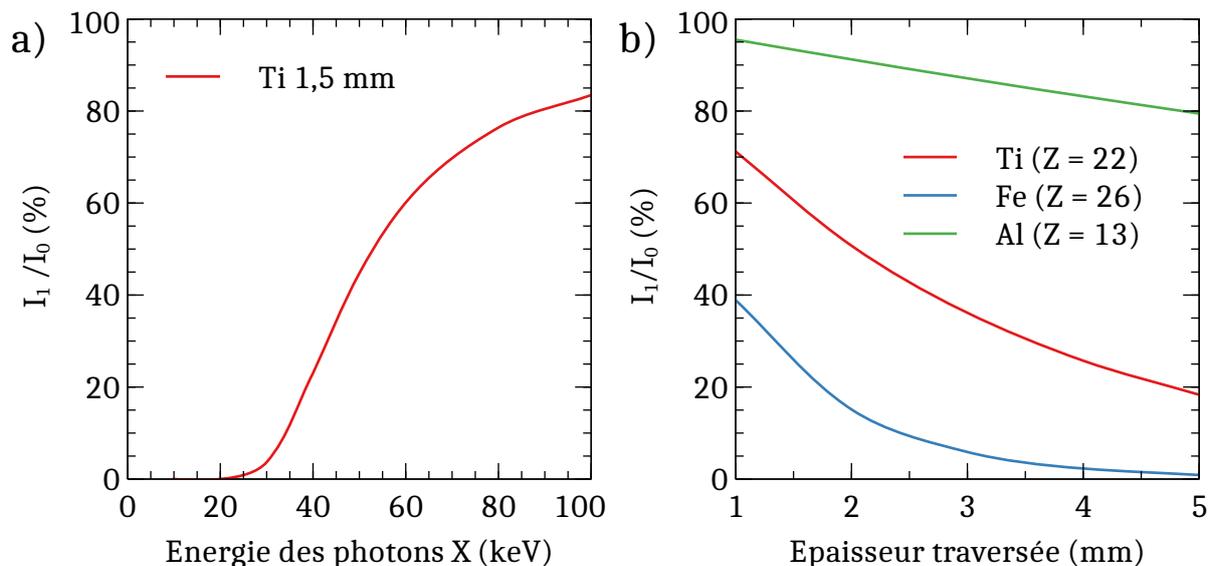


Figure 1.2. Evolution de la fraction d'intensité transmise d'un faisceau RX monochromatique en fonction de a) l'énergie incidente pour 1,5 mm de titane pur traversé b) l'épaisseur traversée pour des matériaux purs (Al, Fe, Ti) à 60 keV.

On peut remarquer que pour une plage typique d'énergie des RX (10 - 100 keV) la transmission des RX passe de 0 à 85% après avoir traversé 1,5 mm de titane pur (figure 1.2 a)). Si on considère un faisceau de RX ayant une énergie de 60 keV, l'atténuation des RX est bien plus élevée dans le cas du fer pur que dans le cas de l'aluminium (figure 1.2 b)). Il est en effet possible d'imager une éprouvette d'aluminium de plusieurs millimètres d'épaisseur très aisément alors que pour le cas du fer 2 mm seront très difficiles à traverser, le rapport *signal/bruit* sera alors

faible et les images obtenues de mauvaise qualité.

Comme évoqué précédemment, il existe deux configurations de tomographie aux RX : la tomographie de laboratoire et la tomographie synchrotron. Les principales différences sont listées dans le tableau 1.1 et permettent de comprendre le choix du rayonnement synchrotron pour le problème qui nous occupe ici.

Caractéristique	Tomographie de laboratoire	Tomographie synchrotron	Conséquences sur les essais
Géométrie des sources	Ponctuelle. Grandissement dépendant des rapports entre les distances source - détecteur et source - échantillon	Parallèle et étendue. Grandissement généré par des optiques	Essais <i>in situ</i> à forte résolution plus aisés au synchrotron qu'en laboratoire
Brillance (équivalent en 1 ^{ère} approximation au nombre de photons émis, voir [WIL 19a])	Faible	Très élevée. Permet d'augmenter le rapport signal/bruit et de réduire le temps d'exposition	Réduction des temps de scan au synchrotron qui est un avantage du fait des nombreux scans effectués lors d'essais <i>in situ</i>
Cohérence	Faible	Elevée. Tomographie en <i>contraste de phase</i> aisée (voir [CLO 97])	Le <i>contraste de phase</i> de la tomographie synchrotron permet une meilleure visibilité des fissures de fatigue (figure 1.3)
Taille d'échantillon	Imposée par le couple taille de voxel / nombre de pixels sur le détecteur		Pas de différence laboratoire / synchrotron

Tableau 1.1. Tableau comparatif des tomographies de laboratoire et synchrotron et conséquences pour les essais *in situ*.

Les différents points mentionnés dans le tableau 1.1 penchent en faveur de la tomographie synchrotron. Pour imager dans de bonnes conditions, des éprouvettes millimétriques devront être produites de façon à avoir une atténuation acceptable ($I_1/I_0 \geq 10\%$) et une taille de voxel de l'ordre du μm .

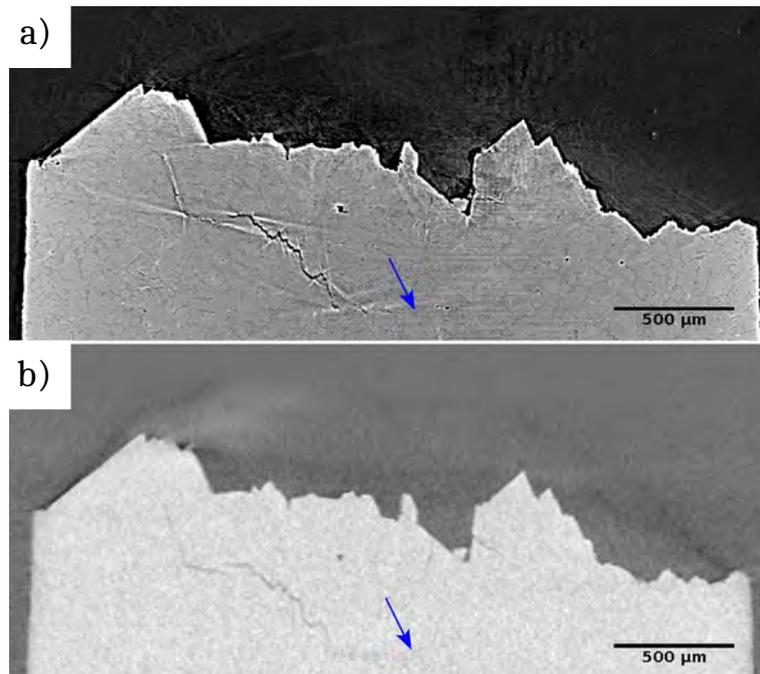


Figure 1.3. Coupes tomographiques reconstruites d'un même échantillon fissuré d'A357-T6 (alliage d'aluminium) imagé a) sur la ligne SYRMEP à Elettra (vox size = $1,93 \mu\text{m}$) b) au tomographe de laboratoire à MATÉIS (vox size = $3,5 \mu\text{m}$). La flèche bleue montre une fissure invisible en tomographie de laboratoire et visible en tomographie de synchrotron (contraste de phase).

1.2 Cahier des charges d'une éprouvette de fatigue à défaut contrôlé

Les éprouvettes présentant un défaut interne contrôlé devront idéalement obéir au cahier des charges suivant (l'ordre des points sur la liste correspond au niveau de priorité associé à la contrainte) :

- 1 Amorcer une fissure interne de manière systématique afin d'optimiser au mieux le temps de faisceau au synchrotron.
- 2 Permettre un suivi de la propagation de la fissure *in situ* en assurant une résolution suffisante pour imager la fissure (taille de l'éprouvette, atténuation, etc., cf. §1.1).
- 3 Taille, forme et position du défaut reproductibles afin de pouvoir constituer une base de données expérimentales solide pour une condition donnée (par exemple, pour une même charge mécanique ou pour une microstructure choisie).
- 4 Le défaut doit être le plus représentatif d'un défaut lié à un type de procédé, ou à une fissure amorcée naturellement. Dans ce dernier cas, une atmosphère sous vide, ou à défaut sous gaz inerte, est visée (cf. § 2.1.4.1).
- 5 Avoir une microstructure contrôlée, notamment autour du défaut. Le processus de fabrication doit affecter le moins possible la microstructure du matériau.

6 Pouvoir être utilisées pour différents matériaux métalliques.

Différentes techniques ont été utilisées par le passé pour introduire des défauts artificiels dans des matériaux métalliques. Dans le paragraphe suivant, nous les passons en revue en les confrontant au cahier des charges que nous venons d'établir.

1.3 Etat de l'art : introduction de défauts internes artificiels au sein d'éprouvettes de fatigue

Dans les paragraphes suivants on s'efforce de donner une vue d'ensemble des techniques d'introduction de défauts internes induisant une propagation de fissure de fatigue. Il convient de mentionner tout d'abord l'étude effectuée par *Schijve* [SCH 78] qui a produit des éprouvettes de fatigue fissurant en interne. L'auteur a inhibé les mécanismes d'amorçage de fissures de surface en introduisant des contraintes résiduelles de compression en surface dans des éprouvettes d'alliages d'aluminium 7075 et 2024. De plus, des contraintes résiduelles de traction en volume ont permis de favoriser l'amorçage de fissures internes. Un perçage central sur certaines éprouvettes permettant la mise à l'air d'une fissure interne a montré que les mécanismes de fissuration étaient les mêmes que ceux rencontrés pour les fissures de surface. En revanche, des mécanismes différents ont été observés pour les fissures internes propageant dans du vide. Ces premières études sur les mécanismes associés à l'environnement d'une fissure interne ont permis d'émettre l'hypothèse que les fissures internes propagent sous vide.

Cette technique de fabrication a par ailleurs été éliminée ici pour promouvoir l'amorçage de fissures internes puisqu'une introduction de contraintes résiduelles peut altérer la propagation de telles fissures, que nous souhaitons étudier.

1.3.1 Par procédé de fonderie

Plusieurs techniques permettent d'obtenir un défaut artificiel interne au sein d'une éprouvette par coulée d'un métal liquide au sein d'un moule. Il est par exemple possible d'optimiser les paramètres de coulée afin de contrôler la taille et le nombre de cavités de retrait (ou retassures) au sein de la pièce moulée. Une inspection non destructive par RX permet ensuite de trier les pièces ainsi obtenues afin d'en extraire les éprouvettes de fatigue contenant des défauts internes par usinage [IKE 17, SER 18] (figure 1.4). La limite de cette technique réside dans le contrôle de la taille et nocivité du défaut souhaitées au regard de celles des défauts voisins. *Serrano Munoz et al.* [SER 18] ont en effet conclu que la nocivité des retassures internes était bien plus faible que celles situées en surface ou immédiatement sous celle-ci. Ce constat a été attribué à deux principales causes : d'une part les contraintes/déformations induites par les défauts de surface sont plus nocives que celles induites par leurs homologues internes à tailles et formes équivalentes ; d'autre part l'environnement (considéré comme étant du vide en interne et de l'air en surface) joue un rôle prépondérant sur l'amorçage et la propagation des fissures (cf. § 2.1.4.1). *Ikeda et al.* [IKE 17] ont tout de même réussi à produire ce type d'éprouvettes conduisant à une rupture par fatigue interne pour de la fonte à graphite sphéroïdal (GS). Les retassures étaient de l'ordre de 4 mm de diamètre au sein d'éprouvettes de 12 mm de diamètre. *Serrano et al.*

[SER 16] ont également réussi à insérer un défaut artificiel contrôlé de 2 mm de diamètre lors de la coulée de barreaux d'aluminium de fonderie A357-T6. Des éprouvettes de 6 mm, préalablement contrôlées par ressuage (c'est-à-dire sans défaut surfacique), ont conduit à un amorçage interne systématique et ont permis de mettre en lumière le rôle de l'environnement sur la propagation de fissures internes (air *versus* vide).

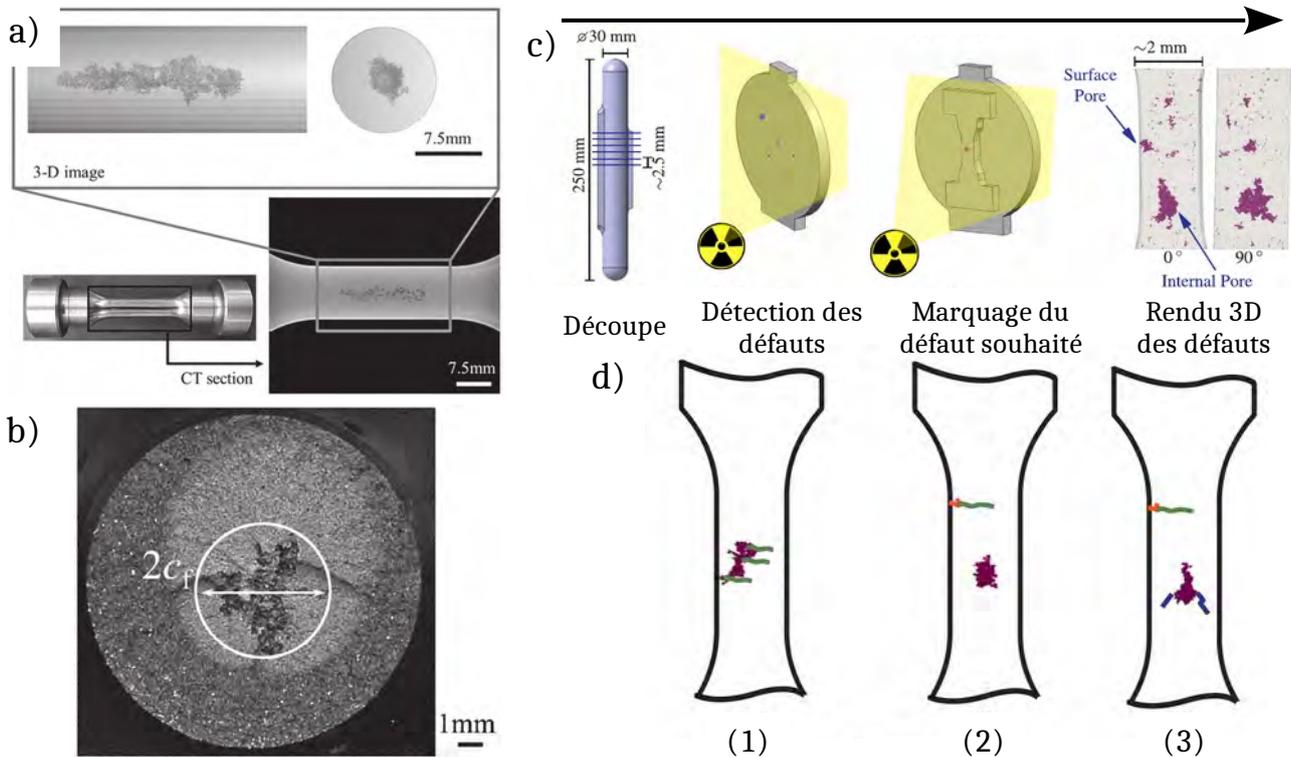


Figure 1.4. Fabrication d'éprouvettes de fatigue à défaut interne contrôlé par fonderie. a) Inspection par tomographie RX d'une éprouvette (barreau) de fonte GS [IKE 17] présentant un défaut interne ayant mené à la rupture en fatigue. b) Faciès de rupture correspondant. c) Processus de détection et de choix de la retassure interne dans un alliage d'aluminium A357-T6 [SER 18]. d) Illustration schématique de la compétition entre défauts de surface et défauts en volume pour l'amorçage de fissure de fatigue.

1.3.2 Par procédés de fabrication additive

La fabrication additive a permis la production directe d'éprouvettes de fatigue contenant des défauts internes contrôlés [GON 13, AND 19, BON 20, SAN 20]. En particulier, la technologie de fusion laser sur lit de poudre (LPBF, pour laser powder bed fusion) donne accès à un contrôle fin de la zone fusionnée ou non, et donc à la géométrie des défauts.

Andreau [AND 19] a ainsi conçu lors de sa thèse des éprouvettes de fatigue contenant des défauts internes probabilistes sphériques dans un acier 316L par LPBF, le conduisant préalablement à contrôler les paramètres procédés afin d'obtenir une microstructure la plus homogène possible, notamment autour du défaut (figure 1.5). En effet, les conditions de fabrication telles

que la puissance du faisceau laser et la vitesse de balayage doivent être modifiées autour du défaut pour permettre la création de la surface de celui-ci. Des stratégies de contour ont également été optimisées. Cependant du fait de la complexité d'optimisation, la microstructure est modifiée autour du défaut ce qui a, par conséquent, une incidence majeure sur l'amorçage d'une fissure et ses premiers stades de propagation.

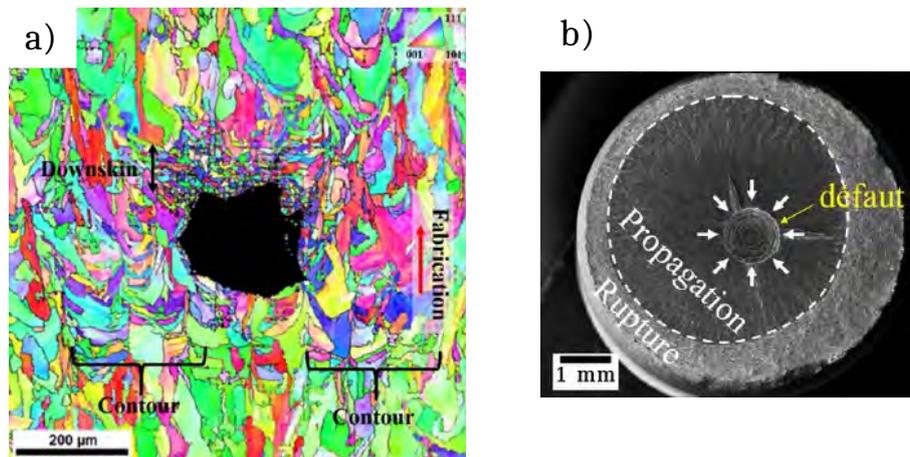


Figure 1.5. a) Cartographie EBSD autour d'un défaut artificiel sphérique au sein d'une éprouvette fabriquée par LPBF. b) Fractographie d'une éprouvette de fatigue montrant l'amorçage et la propagation d'une fissure de fatigue issue du défaut interne sphérique. D'après [AND 19].

Gong [GON 13] a produit des éprouvettes de Ti-6Al-4V par LPBF contenant des défauts internes centrés contrôlés de deux formes différentes : cylindrique et biconique. L'étude de la durée de vie de ces éprouvettes comparée à celle d'éprouvettes sans défaut a montré que l'introduction de ces défauts induisait un abattement de la limite de fatigue à 10^7 cycles d'environ 20% même si celle-ci n'a pas été calculée précisément par l'auteur (voir figure 1.6). De plus, la différence de géométrie entre les défauts (de même aire projetée selon l'axe de sollicitation) n'induisait pas de différence de durée de vie. En effet même si le facteur de concentration des contraintes est plus élevé dans le cas d'un défaut biconique que pour un défaut cylindrique (à cause du rayon de courbure plus faible à la base des cônes), des examens fractographiques ont révélé que les fissures ont amorcé du fait de la rugosité de surface des défauts liée au procédé de fabrication.

Bonneric *et al.* [BON 20] ont également profité de la liberté offerte par la fabrication additive pour étudier l'influence de la position d'un défaut (interne *versus* subsurfacique) au sein d'éprouvettes de fatigue d'un alliage d'aluminium silicium AlSi7Mg0,6. Il s'avère que lorsque les paramètres LPBF sont bien contrôlés (porosité résiduelle, anisotropie de microstructure) [AND 19], l'amorçage et la propagation des fissures se produisent au niveau du défaut. A l'inverse, une seconde population de pores peut être à l'origine de la fissure menant à rupture [BON 20], ce qui n'est pas envisageable dans notre cas.

Les défauts engendrés par l'absence de passage du laser, laissant ainsi la poudre infondue, peuvent toutefois souffrir de particularités liées au procédé : microstructure hors équilibre aux interfaces défauts/poudres fondues, écroulement du bain de fusion autour du défaut, etc.

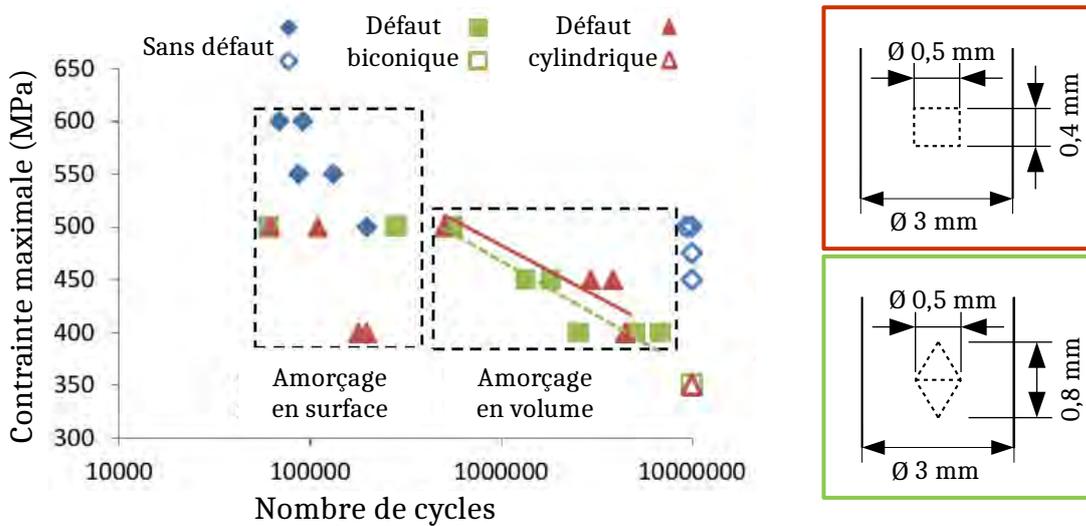


Figure 1.6. Courbe de Wöhler (voir § 2.1) des éprouvettes de fabrication additive LPBF Ti-6Al-4V testées par *Gong* avec et sans défauts contrôlés ($f = 50$ Hz ; $R = 0,1$). Les points pleins représentent des éprouvettes rompues. Les points ouverts correspondent à des éprouvettes non rompues. Des schémas des défauts contrôlés insérés au sein de la section des éprouvettes sont montrés à droite. D'après [GON 13].

1.3.3 Par modification de microstructure

D'autres techniques permettent d'insérer des défauts artificiels internes afin d'étudier la propagation de fissures. Ainsi, *Robinson et al.* [ROB 69] ont enrichi en hydrogène des alliages de titane par diffusion à haute température (500°C). Lors du refroidissement une phase de type hydrure a précipité sous forme de plaquettes. Une légère déformation plastique de traction permet de fissurer ces plaquettes fragiles introduisant ainsi des fissures internes dans les éprouvettes. Un recuit a été finalement réalisé permettant de dissoudre les hydrures dans la matrice α . Cette technique a permis d'étudier l'influence de défauts internes sur la durée de vie d'éprouvettes de titane par rapport à des éprouvettes sans défauts. Il est à noter cependant que les éprouvettes sans défauts n'ont pas été enrichies en hydrogène, ce qui a pu avoir des conséquences sur l'interprétation des résultats et notamment les mécanismes de propagation des fissures [EVA 95, BAC 97b, SIN 18].

1.3.4 Par usinage et soudage par diffusion

Des réseaux de défauts artificiels internes de forme et de taille contrôlés sont introduits au sein d'éprouvettes de traction pour étudier la croissance et coalescence de cavités au sein de matériaux modèles tels que le cuivre, l'aluminium et le titane *Weck et al.* [WEC 08]. Ces réseaux sont constitués d'un assemblage de défauts quasi-sphériques de $10\ \mu\text{m}$ de diamètre usinés par un laser femtoseconde dans des tôles de ces métaux avant d'être recouverts par une seconde tôle soudée par diffusion (chapeau). Une étude préalable a montré que la microstructure n'était que très faiblement altérée par l'usinage du défaut au laser femtoseconde [WEC 07].

1.3.5 Synthèse et choix d'une technique de fabrication

Le tableau 1.2 donne une vue d'ensemble des avantages et inconvénients des techniques de fabrication décrites précédemment vis-à-vis du cahier des charges.

Nous pouvons observer que la majeure partie des défauts actuellement produits ont plusieurs inconvénients. Les éprouvettes de fonderie ont par exemple été validées à condition que la taille de la retassure qui permet d'amorcer une fissure soit beaucoup plus grande que celle des défauts voisins. Nous avons vu au §1.1 que les éprouvettes devaient être très petites (de l'ordre de 2 mm de diamètre pour permettre l'utilisation d'une taille de voxel de $\approx 1 \mu\text{m}$). Ce type de fabrication ne semble donc pas adapté à notre étude. La reproductibilité est de plus très problématique et la forme ainsi que la taille des défauts ne sont que très peu contrôlés.

La production d'éprouvettes par fabrication additive a été envisagée. Il a été cependant montré dans les études concernées que la microstructure d'éprouvettes produites de cette manière est anisotrope, conduisant à beaucoup d'efforts pour l'optimiser. Une population de défaut voisine est quant à elle aussi à éviter. Les paramètres des défauts internes doivent également être parfaitement optimisés afin de générer des défauts reproductibles.

L'insertion de fissures internes par hydruration n'étant non plus satisfaisante du fait du chargement du métal en hydrogène, la méthode proposée par *Weck et al.* [WEC 08] a été retenue pour son potentiel prometteur. Sur la base de cette méthode une procédure de fabrication d'éprouvettes a été mise au point. Celle-ci est détaillée dans les paragraphes suivants.

1.4 Choix du matériau d'étude

1.4.1 Soudage par diffusion des métaux

Le soudage par diffusion (ou *Diffusion Bonding* DB) des métaux est un procédé qui a largement été étudié et utilisé, notamment dans l'industrie aérospatiale [FIT 88, DUN 93, PAR 95, LEE 12, BOU 14]. Utilisé en combinaison avec le formage superplastique, le DB a permis la conception et mise en service de pièces critiques telles que des aubes de turbine pour moteur d'avion - le *wide chord fan blade* a fait la fierté de Rolls Royce plc dans les années 1980 [FIT 88] -, des enceintes pressurisées, etc.. Le DB permet - contrairement aux procédés de soudage classiques - d'assembler des pièces de manière définitive sans passer par un état de fusion de la matière, qui pose de nombreux problèmes de tenue mécanique (notamment à cause de la zone affectée thermiquement). Le DB permet de plus d'obtenir des performances mécaniques très proches de - si ce n'est identiques à - celles du matériau initial, ce qui n'est pas le cas du brasage dont les propriétés mécaniques dépendent du métal d'apport. A l'instar des procédés de soudage par ultrasons, friction, etc., le DB offre la possibilité d'assembler aisément des matériaux de nature différente, tout en ayant un avantage certain : seule une faible déformation (résultant de la contrainte appliquée lors du procédé) est exercée sur les pièces à assembler.

On distingue dans la littérature deux procédés : le soudage par diffusion à l'état solide (ou *Solid State Diffusion Bonding SSDB*) et le soudage par diffusion en phase liquide (ou *Liquid Phase Diffusion Bonding LPDB*) [PAR 95]. Le SSDB permet d'assembler *directement* deux pièces des matériaux parents (différents ou non) alors que le LPDB nécessite un matériau d'apport à l'interface qui assistera la dissolution de la couche oxydée à l'interface de soudage. La technique

Technique de production	Avantages	Inconvénients
Fonderie	<ul style="list-style-type: none"> • Défaut naturel • Microstructure contrôlée (5) • Environnement du défaut naturel (4) • Différents matériaux possibles (6) 	<ul style="list-style-type: none"> • Reproductibilité du défaut (3) • Possible apparition d'une 2^{nde} population de défauts (1) • Grande taille des défauts actuellement réalisés (2)
Fabrication additive	<ul style="list-style-type: none"> • Forme du défaut contrôlée (3) • Possibilité de formes complexes • Différents matériaux possibles (6) 	<ul style="list-style-type: none"> • Contrôle de la microstructure difficile (5) • Possible apparition d'une 2^{nde} population de défaut (1) • Reproductibilité du défaut (3)
Hydruration + déformation plastique	<ul style="list-style-type: none"> • Présence homogène et volumique des défauts engendrés par précipitation 	<ul style="list-style-type: none"> • Reproductibilité du défaut (3) • Chimie du matériau altérée (5) • Adaptation de la méthode à différents matériaux (6)
Usinage défaut + soudage chapeau	<ul style="list-style-type: none"> • Forme du défaut contrôlée (3) • Usinage fin du défaut (2) • Possibilité de formes complexes • Microstructure conservée (5) • Différents matériaux possibles (6) 	<ul style="list-style-type: none"> • Risque d'hétérogénéités à l'interface de soudage • Non validé pour des contraintes mécaniques cycliques

Tableau 1.2. Tableau comparatif des avantages et inconvénients des différentes techniques de production de défauts internes au sein d'éprouvettes de fatigue. Le nombre entre parenthèse renvoie à la contrainte du cahier des charges correspondante.

choisie devant respecter le cahier des charges, il apparaît évident que la solution retenue sera le SSDB, qui évitera l'utilisation d'un matériau différent à l'interface et permettra d'obtenir un matériau à défaut contrôlé avec une microstructure la plus fidèle possible à celle de départ.

Le soudage par diffusion est, comme son nom l'indique, rendu possible par la diffusion des atomes des deux pièces à assembler qui vont aller d'une pièce vers l'autre, et *vice versa*. En figure 1.7 sont présentés les mécanismes associés au soudage par diffusion [PAR 95, NAI 15].

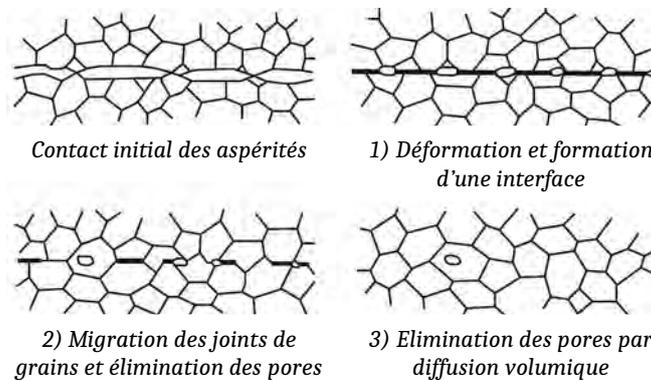


Figure 1.7. Mécanismes associés au *Diffusion Bonding*. L'interface de diffusion est horizontale et la pression exercée verticale. Adapté de [NAI 15].

La diffusion est un phénomène thermiquement activé, et nécessite un contact mécanique. Quatre paramètres sont par conséquent essentiels à la réalisation de joints par DB : la température de soudage, le temps de maintien à cette température, la pression de maintien entre les pièces et leurs rugosités respectives. La pression de maintien et la rugosité sont liées par le fait que le contact entre les deux pièces doit être maximal, une forte rugosité nécessitera donc une forte pression, et inversement.

1.4.2 Choix du matériau : le Ti-6Al-4V

1.4.2.1 Un soudage par diffusion aisé

Les alliages de titane sont connus pour être aisément assemblés par DB, notamment grâce à leur aptitude à dissoudre dans le vide la couche oxydée, naturellement présente dans l'air [LEE 12]. Le Ti-6Al-4V a ainsi été largement utilisé pour la fabrication de pièces dans le domaine aérospatial [FIT 88, LEE 12, PAR 95, DUN 91].

De nombreuses études ont été publiées sur ce matériau et mettent en évidence la qualité des joints créés par DB [ENJ 80, PAR 95, TUP 05, HE 12, DEN 18, DON 18]. Il est en effet possible d'atteindre aisément les propriétés mécaniques du matériau d'origine. *Enjo et al.* ont par exemple réussi à obtenir une résistance à la traction d'environ 1000 MPa d'un joint soudé après DB à 850°C et 2 MPa pendant 10 min [ENJ 80]. *Partridge* a quant à lui obtenu une résistance à la traction de 990 MPa après DB à 930°C et ~ 2 MPa pendant 90 min [PAR 95]. Plus récemment, *He et al.* [HE 12] ont montré qu'il était possible d'obtenir des joints soudés avec de très bonnes propriétés mécaniques (jusqu'à 78% de celles de la matrice) en chauffant par impulsions électriques pendant des temps courts (5 à 10 min).

Enfin, *Tuppen et al.* [TUP 05] ont étudié la résistance en traction monotone et fatigue cyclique d'éprouvettes hybrides Ti-6Al-4V / Ti-550 soudées par DB (915°C, 140 MPa, 4h). Les résultats des tests de traction ont montré une excellente tenue des joints soudés, la rupture des éprouvettes

s'effectuant au sein de la matrice du matériau de plus faible résistance, le Ti-6Al-4V. Les essais de fatigue cyclique (rapport de charge $R = 0,1$) ont quant à eux mis en évidence un certain abattement des propriétés nominales. Dans la majorité des cas la courbe de Wöhler est identique à celle du Ti-6Al-4V (matériau le plus "faible"), excepté pour quatre éprouvettes qui ont rompu au sein du joint soudé (sur un total de vingt). Un défaut subsurfacique allant jusqu'à quelques dizaines de μm était alors présent, conduisant à l'amorçage et la propagation d'une fissure interne fatale.

1.4.2.2 Une forte "aptitude" à la fissuration interne

L'amorçage de fissures internes dans des matériaux métalliques a fait l'objet de premières découvertes dans les années 1960 [KIK 65] et de recherches plus poussées à partir des années 1980. Une part non négligeable des premières publications traitait du Ti-6Al-4V [NEA 76, ATR 83] qui montre une tendance à la rupture des éprouvettes ou des pièces en service à partir de fissures amorcées en interne. Étant donné l'enjeu industriel énorme de ce type de rupture (cf. introduction) de nombreuses études ont par la suite porté sur les mécanismes de fissuration interne du Ti-6Al-4V [HON 17]. Un état de l'art des connaissances sur les mécanismes d'amorçage et de propagation sur ce sujet sera présenté au chapitre 2.

1.4.2.3 Un usage intensif en fabrication additive

Le Ti-6Al-4V est un matériau fortement étudié en fabrication additive [FRA 14, LIU 19]. Une des raisons pour laquelle ces nouvelles techniques ne sont pas utilisées à grande échelle industrielle est la présence de nombreux défauts dans les pièces et éprouvettes fabriquées [LIU 19]. En fabrication additive l'état de surface très rugueux des bruts de fabrication conduit à un abattement considérable des propriétés en fatigue [PER 19a]. Plusieurs méthodes ont ainsi été utilisées pour diminuer cette rugosité (usinage chimique, mécanique, grenailage). Ces méthodes sont généralement efficaces [PER 19b, PER 20] mais rendent ainsi les défauts internes et subsurfaciques de plus en plus critiques, notamment dans les grandes durées de vie. Il est par conséquent crucial d'étudier l'amorçage et la propagation de fissures de fatigue internes dans le Ti-6Al-4V.

1.5 Fabrication des éprouvettes

1.5.1 Matériau

1.5.1.1 Présentation du Ti-6Al-4V

Le Ti-6Al-4V est l'alliage de titane le plus utilisé actuellement dans l'industrie aéronautique, navale ou médicale. A température ambiante, l'ajout d'éléments *bétagène* (vanadium) et *alpha-gène* (aluminium) permettent à cet alliage d'avoir une microstructure biphasée formée d'une phase α (de structure hexagonale pseudo compacte) et d'une phase β (de structure cubique centrée), comme le montre le diagramme pseudo-binaire de la figure 1.8. Une température importante est le $\beta_{transus}$ de 980 °C pour laquelle la transformation de phase $\alpha \longleftrightarrow \beta$ a lieu.

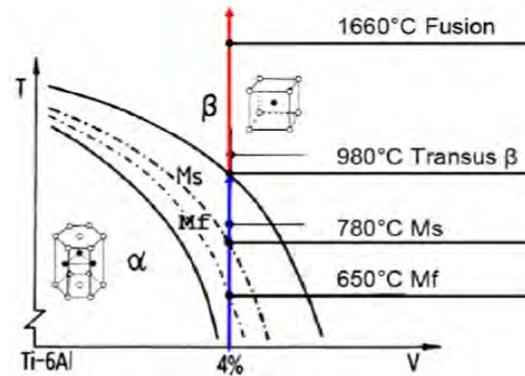


Figure 1.8. Diagramme pseudo-binaire du Ti-6Al-4V tracé schématiquement. Issu de [SIB 20].

La phase α du Ti-6Al-4V joue un rôle majeur sur la tenue en fatigue de cet alliage [Lü 07] et notamment lorsque la rupture est causée par une fissuration interne [HON 17]. Les causes principalement avancées sont la forte anisotropie de la structure hexagonale de cette phase. En fonction de l'angle de sollicitation par rapport à l'axe \vec{c} d'un grain α , son module d'Young peut varier de 100 à 145 GPa comme illustré en figure 1.9 a). Cette anisotropie à l'échelle microscopique entraîne de fortes disparités du comportement élastique à l'échelle macroscopique, qui sont fortement reliées à la *texture cristallographique* au sein des pièces. Il est en effet possible de produire une tôle laminée avec un module de Young de 100 GPa dans la direction de laminage et 135 GPa dans la direction transverse [WEL 93]. Cette anisotropie provoque également de fortes redistributions des contraintes à l'échelle microscopique qui peuvent être à l'origine d'une amorce de fissure.

La plasticité dans la phase α peut s'opérer suivant différents plans de la maille hexagonale. On distingue communément quatre familles f de systèmes de glissement associés à quatre plans différents de la maille α (voir figure 1.9 b) et tableau 1.3). Parmi ces familles, trois possèdent des directions de glissement identiques de type \vec{a} qui sont contenues dans le plan basal. Il s'agit des systèmes basal (B), prismatique (P), et pyramidal de 1^{er} ordre (π_1). Pour pouvoir être activées, ces familles requièrent approximativement la même cission critique résolue de l'ordre de 200 MPa [WIL 02]. En revanche, le glissement pyramidal de 2nd ordre (π_2), de type $\vec{c} + \vec{a}$, requiert une contrainte de cisaillement beaucoup plus élevée que les trois autres pour être activé (800 MPa d'après [WIL 02]). Ce mécanisme de déformation ne semble donc pas prépondérant.

1.5.1.2 Choix d'une microstructure

Du fait d'une grande variété de procédés de fabrication et de mise en forme, de nombreuses variantes du même alliage Ti-6Al-4V peuvent être trouvées [Lü 07]. Doté d'excellentes propriétés mécaniques, on retrouve cet alliage dans des pièces à haute valeur ajoutée. Parmi celles-ci, les aubes de turbine d'avion ont, comme indiqué au §1.4.1, beaucoup été fabriquées avec ce matériau. Pour cette application, le paramètre dimensionnant est la limite de fatigue à grand nombre de cycles (typiquement 10^7 cycles). Les microstructures bi-modales (duplex) ou équiaxe sont les plus utilisées car ce sont elles qui présentent les meilleures propriétés en fatigue (figure 1.10²).

2. pour une explication plus détaillée, le lecteur est invité à consulter [Lü 07], chapitre 5

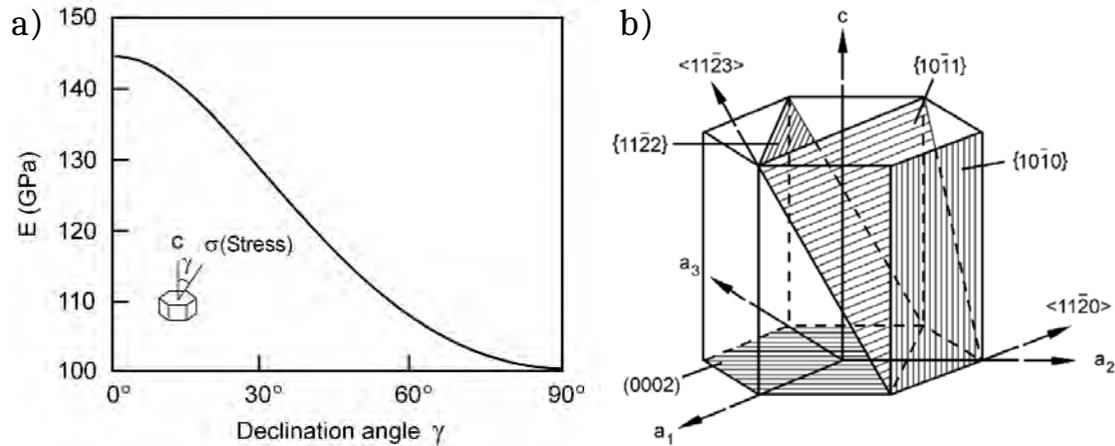


Figure 1.9. a) Anisotropie élastique d'un monocristal de titane α , d'après [ZAR 70]. b) Schéma 3D des différents systèmes de glissements activables au sein de la phase α ([Lü 07]), associés au tableau 1.3.

Système de glissement	Plan de glissement	Direction de glissement	Vecteur de Burgers
Basal (B)	(0002)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	\vec{a}
Prismatique (P)	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	\vec{a}
Pyramidal 1 ^{er} ordre (π_1)	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	\vec{a}
Pyramidal 2 ^{ème} ordre (π_2)	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\vec{c} + \vec{a}$

Tableau 1.3. Les différents systèmes de glissement de la maille hexagonale.

Par ailleurs dans ce régime de durée de vie, les fissures amorcent soit à la surface, soit en interne [NEA 76, ATR 83, GIL 93, TAK 08, EVE 16b, SU 17, CAO 17, YOS 19]. Une meilleure connaissance des mécanismes de propagation des fissures internes dans de telles microstructures est donc fortement souhaitable.

Le matériau choisi pour l'étude est un Ti-6Al-4V ELI (sa composition chimique contient moins d'éléments interstitiels que le Ti-6Al-4V) dont la composition est donnée dans le tableau 1.4. Il est produit industriellement par la société VSMPO-AVISMA. Deux tôles différentes d'épaisseurs 1 et 1,6 mm ont été utilisées à l'état recuit (microstructures quasi-équiaxes). Deux différentes tôles de chaque type ont été utilisées pour les résultats présentés.

Al	V	C	Fe	O	N	H	Ti
6,056 ± 0,134	3,903 ± 0,209	0,024 ± 0,003	0,153 ± 0,019	0,111 ± 0,005	0,004 ± 0,002	0,005 ± 0,001	Reste

Tableau 1.4. Composition chimique (% massique) de l'alliage étudié. Issu des certificats matière VSMPO-AVISMA. Les écart-types sont calculés pour les quatre tôles utilisées.

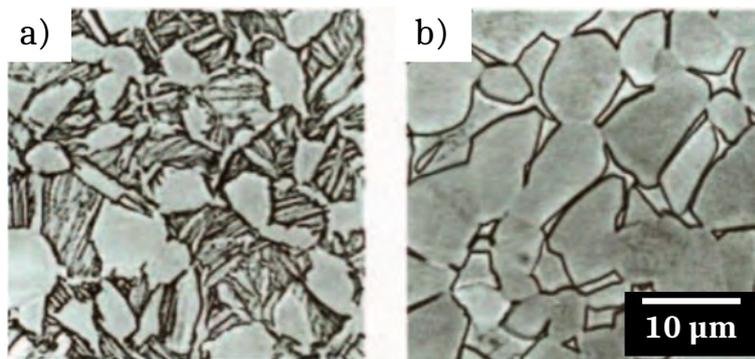


Figure 1.10. a) Microstructure bi-modale (ou duplex) de l'alliage Ti-6Al-4V. Elle est composée des grains α_p (en blanc - structure hexagonale) formés lors du refroidissement aux joints triples de la phase β ainsi que des grains β (en noir - structure cubique centrée) dans lesquels sont contenues des lamelles α (blanches). b) Microstructure équiaxe formée de grains α et de la phase β au niveau des joints de grains. Issu de [COM 13]

1.5.2 Principe de fabrication

Le principe de fabrication des éprouvettes à défaut interne est présenté en figure 1.11 a). Une première tôle de 1,6 mm (dim. 50 x 50 mm) est entaillée au laser femtoseconde (voir §1.5.4). Huit entailles par tôle sont réalisées (profondeur $\sim 200 \mu\text{m}$, largeur $\sim 200 \mu\text{m}$). Une seconde tôle de 1 mm d'épaisseur vient ensuite recouvrir les défauts. Elle est assemblée à la plaque contenant les défauts par soudage par diffusion au *frittage flash* (*Spark Plasma Sintering*, SPS). Au préalable, un polissage mécanique est effectué pour diminuer les effets de rugosité qui pourraient compromettre la qualité des joints. Des éprouvettes de fatigue de type haltère sont ensuite usinées par électro-érosion à fil (*Electro Discharge Machining* EDM) en s'assurant du bon centrage des défauts dans leurs sections au niveau de la partie utile. Pour cela des radiographies sont effectuées permettant de déterminer avec précision ($\pm 10 \mu\text{m}$) la position des entailles. Les éprouvettes sont finalement polies manuellement après mise en rotation sur un mandrin de mini perceuse (jusqu'au papier SiC grade 2500, avec lubrification à l'eau) jusqu'à obtention d'une section circulaire d'environ $\varnothing 1,2 \text{ mm}$.

1.5.3 Soudage par diffusion du Ti-6Al-4V au *Spark Plasma Sintering*

1.5.3.1 Le *Spark Plasma Sintering* (SPS)

Le SPS est un dispositif de chauffage par effet Joule qui permet d'élever la température d'une pièce jusqu'à $2500 \text{ }^\circ\text{C}$ en quelques minutes, ce qui écourte le temps passé à haute température

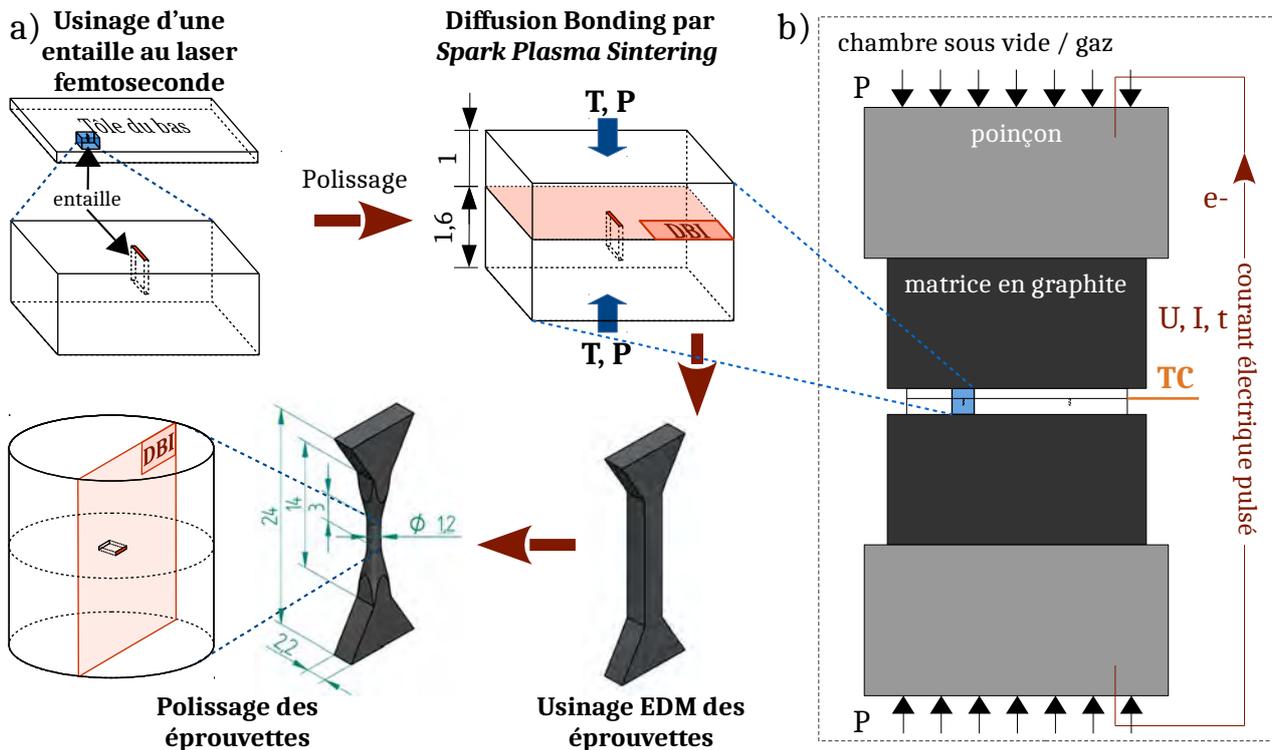


Figure 1.11. a) Principe de fabrication des éprouvettes de fatigue à défaut interne centré. b) Schéma simplifié du soudage par diffusion des éprouvettes au SPS.

pour le matériau ainsi traité. Essentiellement utilisé pour fritter des poudres, ce dispositif a déjà été employé récemment pour étudier les propriétés mécaniques du soudage par diffusion d'un alliage Ti-45Al-7Nb-0,3W issu de la métallurgie des poudres [ZHA 16]. Dans le paragraphe qui suit, le procédé SPS est décrit dans le cadre de la fabrication des éprouvettes de fatigue à défaut interne. Une description complète de ce procédé et des applications possibles est disponible dans [MUN 06].

Le traitement thermomécanique appliqué dans cette thèse est effectué par un appareil HP D 25 de l'entreprise FCT System GmbH. Son principe est schématisé dans le cadre de la fabrication des éprouvettes en figure 1.11 b). Les tôles à souder sont placées l'une sur l'autre entre deux matrices en graphite. Des poinçons montés en bout de pistons sont asservis en effort afin de maintenir les tôles à une pression P déterminée préalablement. Un thermocouple TC est placé à l'interface des deux plaques et permet de contrôler la température de soudage par l'intermédiaire d'un contrôleur PID. La tension U , l'intensité I et le temps t des impulsions électriques envoyées entre les poinçons sont commandés par le contrôleur. Un système de refroidissement est également prévu pour contrôler la descente en température des échantillons.

1.5.3.2 Paramètres du soudage

Une pression de maintien des deux tôles de 15 MPa est utilisée. La température de tenue au palier doit être inférieure à la température de changement de phase du Ti-6Al-4V, $\beta_{transus}$, de

980 °C. Afin de conserver les propriétés géométriques de l'entaille usinée, le cycle thermique ne doit pas non plus induire de fluage lors du soudage.

Avant d'appliquer le traitement thermique permettant d'assembler les deux tôles, un polissage mécanique est réalisé pour permettre un bon contact, à l'échelle microscopique, de celles-ci. En effet *Enjo et al.* [ENJ 80] ont montré que la résistance en traction d'un joint soudé était meilleure lorsque les surfaces de contact sont polies mécaniquement. Un tel polissage a donc été réalisé selon le protocole suivant. Tout d'abord un polissage aux papiers SiC grades 600, 1200 et 2500 a été effectuée avec lubrification à l'eau. Ensuite, deux polissages sur feutres avec pâtes diamantées 3 et 1 μm ont été réalisés. Chaque changement de papier/granulométrie correspond au moment où les rayures du stade précédent sont invisibles à l'œil. Après polissage, les surfaces ont été nettoyées dans un bain d'acétone agité par ultrasons pendant 5 min.

Le traitement thermique appliqué est schématisé sur la figure 1.12 a) ($P = 15 \text{ MPa}$; $T = 750^\circ\text{C}$; $t = 10 \text{ min}$). En pratique, une fois les tôles placées entre les matrices de graphite (les directions de laminage des deux tôles sont parallèles), un pré-effort de 2 kN est appliqué sur celles-ci (correspondant à $\sim 1 \text{ MPa}$). La chambre est ensuite placée sous un vide primaire ($\sim 100 \text{ Pa}$). Une fois le seuil atteint par la pompe primaire, les pistons imposent une contrainte de compression de 15 MPa sur les deux tôles, le cycle thermique peut alors commencer. Il consiste en une montée rapide en température (de l'ordre de $100^\circ\text{C}/\text{min}$) pour atteindre un palier à 750°C qui dure 10 min. Une attention particulière est apportée pour ne pas dépasser la température de consigne en début de palier (optimisation des paramètres du contrôleur PID). Une rampe de descente de la température de $25^\circ\text{C}/\text{min}$ est ensuite appliquée jusqu'à 450°C afin d'effectuer un refroidissement assez lent et ainsi éviter la formation d'une microstructure aciculaire. L'échantillon est alors refroidi "naturellement" dans la chambre sous vide jusqu'à ce qu'il atteigne 200°C .

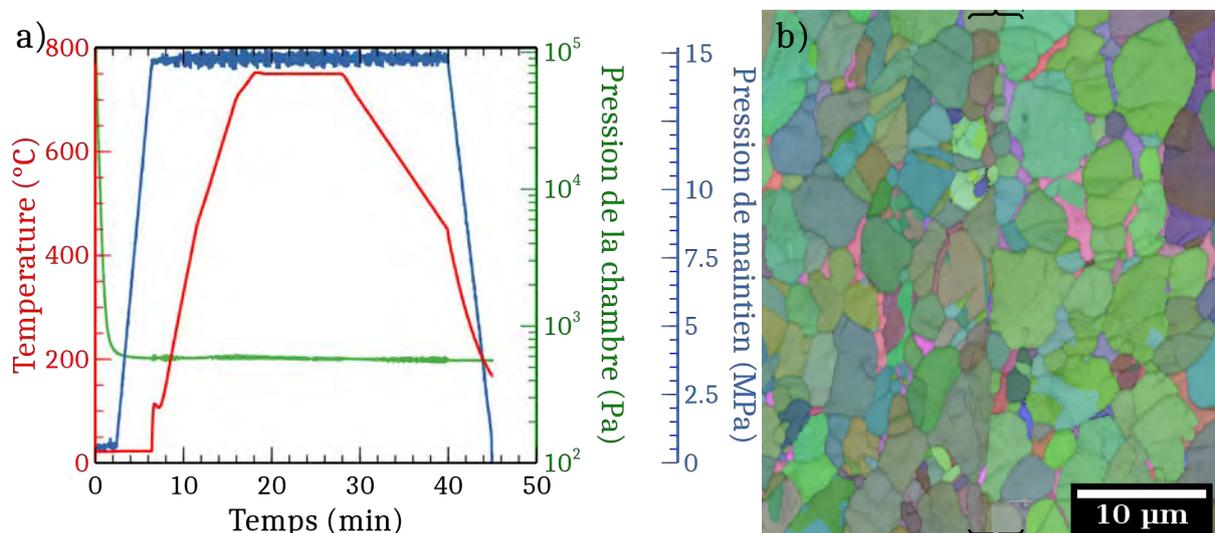


Figure 1.12. a) Cycle thermique associé au DB des éprouvettes choisi. b) Cartographie EBSD (superposition des cartes de contraste de bande et d'orientation selon le formalisme d'Euler) de l'interface de soudage située au niveau des accolades. Tension d'accélération = 20 kV ; distance de travail = 13 mm ; pas de balayage = 100 nm.

Pour caractériser l'interface de soudage, un échantillon a été poli pour analyse microstructu-

rale. Après un polissage mécanique jusqu'à un papier SiC grade 1200, les échantillons ont été polis mécaniquement à l'aide d'une suspension diamantée de 9 μm . Un polissage mécano-chimique dans un mélange de 80%_{vol} d'OPS (Stuers) et de 20%_{vol} d' H_2O_2 a été finalement effectué pendant 10 min. Une cartographie EBSD (pour *Electron Back Scattered Diffraction*) a été acquise au niveau de l'interface de soudage à l'aide du Microscope Electronique à Balayage (MEB) Zeiss Supra 55 VP à canon à émission de champ (voir figure 1.12 b)). Très peu de vides/pores ont été observés au niveau de l'interface de soudage, ce qui révèle que le soudage par diffusion s'est très bien opéré. Il est possible d'observer également une bonne continuité des joints de grains de part et d'autre de l'interface observé également par [HE 12, DON 18, TUP 05], ce qui laisse supposer que le soudage est passé à l'étape finale des mécanismes généralement associés au DB (voir figure 1.7). Le soudage semble donc de très bonne qualité.

1.5.3.3 Propriétés du matériau soudé

Une cartographie EBSD couvrant une surface plus importante du matériau a permis de confirmer le bon soudage des plaques, ainsi que de déterminer la taille des grains du matériau et sa texture avant essai de fatigue (figure 1.13). Le matériau soudé est composé d'environ 94% de phase α et 6% de phase β , cette dernière étant située aux joints de grains. La taille moyenne des grains α a été calculée de la manière suivante :

$$D_{moyen} = \sum_{i=1}^n f_i^A \cdot D_i \quad (1.2)$$

avec n le nombre de classes choisies dans la distribution en fraction d'aire figure 1.13 b), D_i le diamètre moyen de la classe i associé à sa fraction d'aire f_i^A . Ce calcul a été préféré à un calcul faisant intervenir le nombre de grains détectés sur la cartographie EBSD afin d'éliminer l'erreur liée à un grand nombre de petits grains détectés et ne représentant qu'une faible fraction de l'aire considérée. Une taille de grain (TdG) de 4,4 μm est retenue pour la suite de l'étude.

La cartographie EBSD de la figure 1.13 a) montre que les deux tôles présentent des textures différentes. Pour rappel, deux tôles d'épaisseurs distinctes ont été utilisées (1 et 1,6 mm) permettant un bon centrage du défaut dans la section des éprouvettes. Alors que la tôle recevant le défaut semble avoir une orientation basale (suivant l'axe Z de sollicitation ultérieur), la tôle "chapeau" semble quant à elle montrer une orientation prismatique. Le rôle de la texture sur les propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V étant important [Lü 07, BAC 01, BRI 05], une deuxième cartographie EBSD plus grande a été effectuée pour un autre couple de tôles soudées. La texture, représentée en figure 1.14 montre les mêmes tendances que précédemment. La tôle qui contiendra le défaut est très texturée avec un axe \vec{c} parallèle à la direction de traction. La tôle "chapeau" est quant à elle moins texturée avec une meilleure répartition entre des grains orientés favorablement pour du glissement basal et prismatique.

Afin de comparer les propriétés du matériau avant et après SPS, et dans les conditions proches de celles subies par les éprouvettes, des essais de traction ont été effectués avec une sollicitation dans le plan du joint soudé (direction Z de la figure 1.13). Les résultats montrés en figure 1.15 indiquent que le comportement quasi-statique du matériau soudé est sensiblement le même que celui de départ (limite élastique, résistance en traction, allongement à rupture).

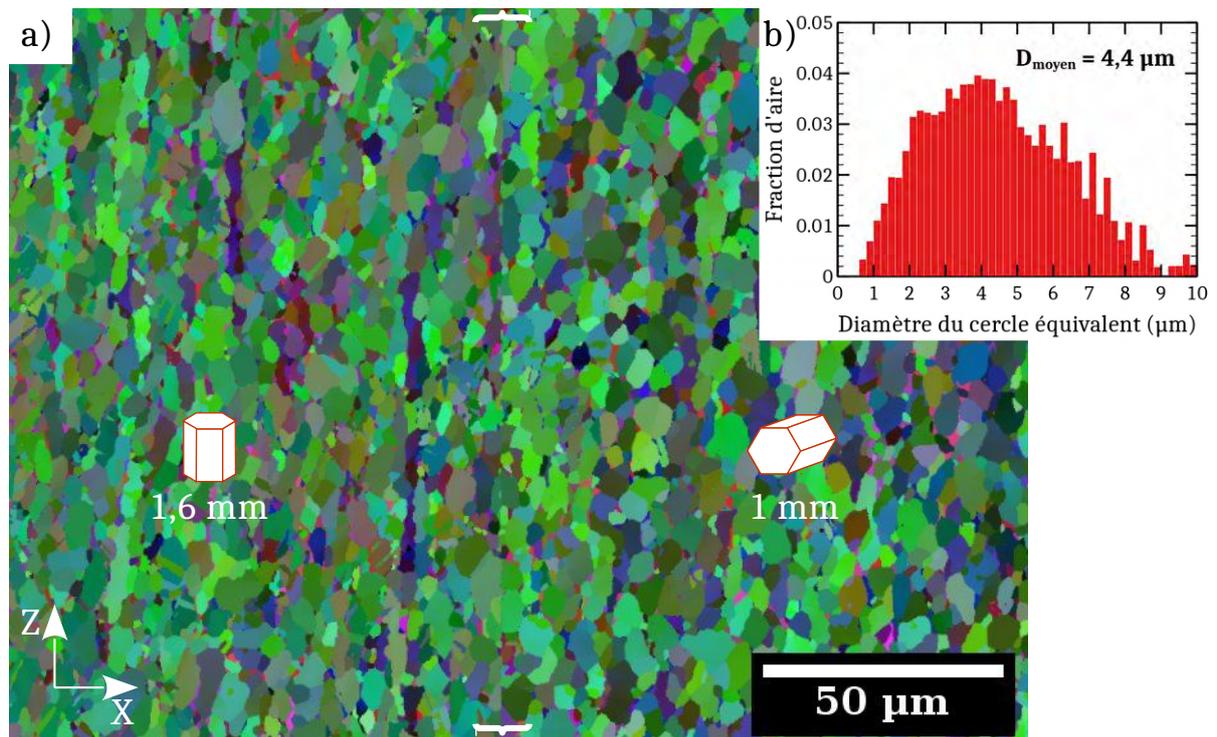


Figure 1.13. a) Cartographie EBSD selon le formalisme d'Euler permettant d'extraire la taille des grains α dont la distribution est montrée en b). L'orientation la plus probable des grains α , tirée des figures de pôles de chaque tôle, est schématisée sur la cartographie EBSD. Les paramètres d'acquisition sont : tension d'accélération = 20 kV ; distance de travail = 13 mm ; pas de balayage = 200 nm. Un seuil de désorientation de 5° a été utilisé.

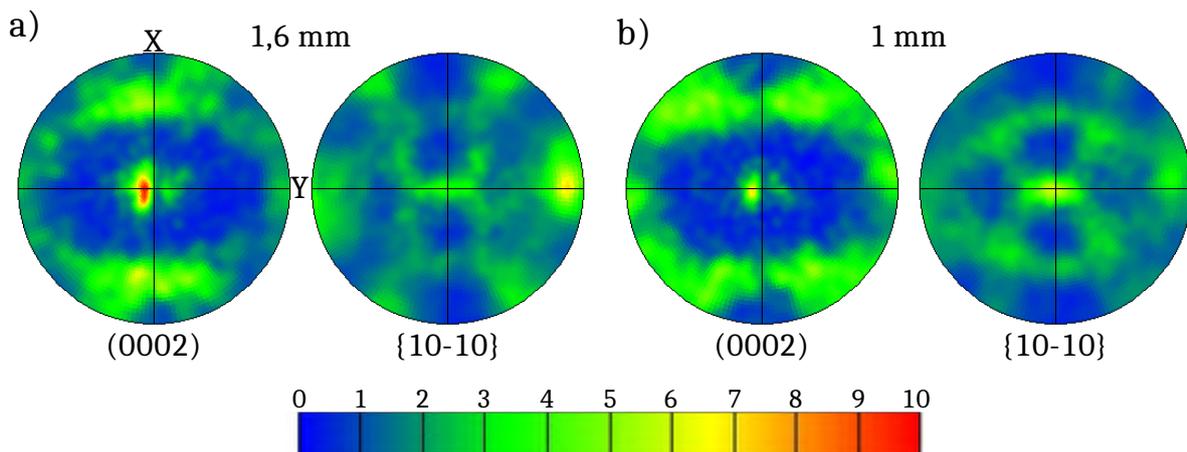


Figure 1.14. Figures de pôles basales et prismatiques dans la direction de sollicitation Z pour les tôles de 1,6 mm (qui contiendra le défaut) a) et 1 mm b). L'échelle des densités est représentée en bas. La représentation est tirée de projections stéréographiques sur les hémisphères nord issues de cartographies EBSD de $500 \times 250 \mu m^2$.

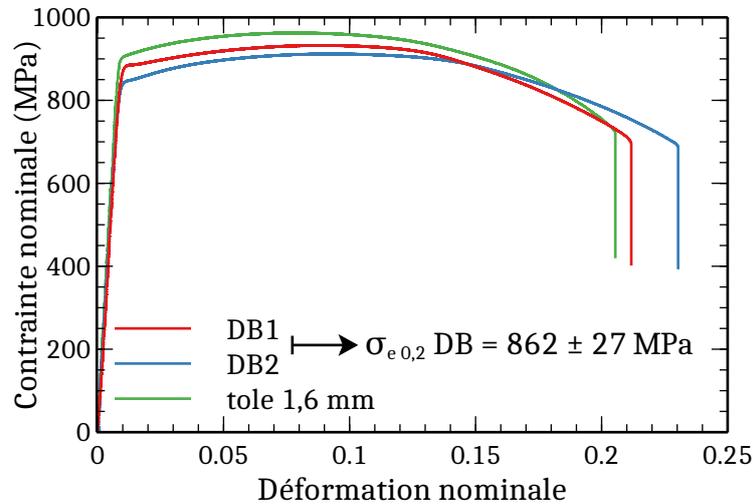


Figure 1.15. Comparaison du comportement en traction uniaxiale (direction de traction = direction de laminage) avant et après soudage par diffusion. Les essais de traction ont été opérés à une vitesse de déformation constante de $2.10^{-4} s^{-1}$.

De plus, les faciès de rupture de ces éprouvettes ne montrent pas d'arrachement de l'interface de soudage, qui est de fait difficilement décelable comme en témoigne la figure 1.16. Pour la suite, nous retiendrons une limite élastique du matériau de 862 ± 27 MPa déterminée à partir des deux essais de traction effectués (la moyenne de la limite élastique des quatre tôles utilisées lors de la thèse est de 879 ± 42 MPa, d'après les certificats matière).

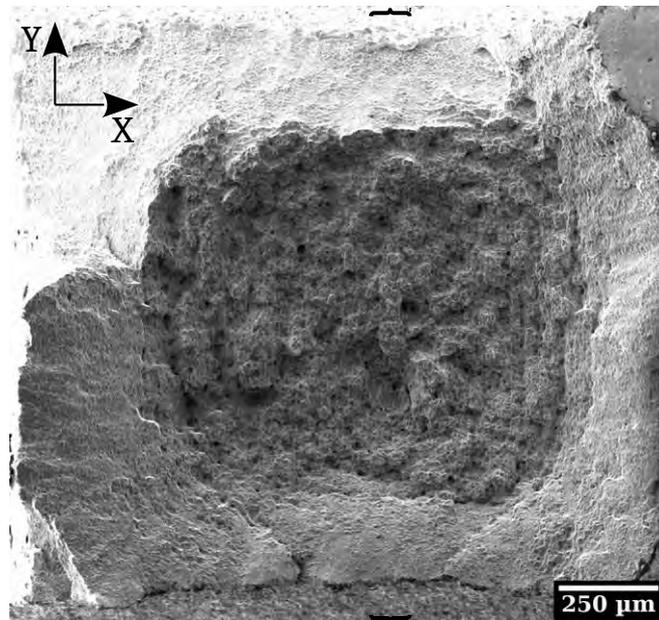


Figure 1.16. Faciès de rupture d'une éprouvette de traction après soudage par DB. Les accolades correspondent à la localisation de l'interface de soudage.

1.5.4 Réalisation du défaut

1.5.4.1 Taille de l'entaille

Le défaut inséré doit permettre d'amorcer une fissure très rapidement, dans une gamme de contrainte appliquée équivalente à celles pour lesquelles une rupture interne a lieu en fatigue à grand ($10^5 - 10^7$ cycles) ou très grand nombre de cycles ($>10^7$ cycles). Le diamètre de l'échantillon étant fixé à 1,2 mm, ce défaut doit également être assez petit pour que l'hypothèse d'une fissure dans un milieu quasi infini soit acceptable.

Le diagramme de Kitagawa-Takahashi (KT) retranscrit la nocivité d'un défaut - en terme de taille - pour une contrainte macroscopique appliquée sur une éprouvette [KIT 76]. De cette manière, il est possible de déterminer si un défaut va amorcer ou non une fissure pour une contrainte donnée. *Cao et al.* [CAO 16] ont produit des éprouvettes en Ti-6Al-4V par métallurgie des poudres avec une microstructure lamellaire assez grossière similaire à celles de tôles laminées. Bien que les fissures amorcent au sein des grains α dans les tôles laminées (qui ne contiennent généralement pas de défaut) des essais de fatigue sur les échantillons avec et sans pores internes ont permis d'établir un diagramme de KT, présenté en figure 1.17, pour les lots rompus à cause d'une fissure interne. Il s'avère que pour une contrainte maximale supérieure à 400 MPa, un défaut interne de 200 μm amorce, *a priori*, une fissure conduisant à la rupture. Cette valeur de contrainte étant en-dessous de la limite de fatigue du Ti-6Al-4V d'une taille de grains inférieure à 15 μm (pour un rapport de charge $R = 0,1$, voir par exemple [YOS 19]), il a été choisi d'insérer un défaut de cette taille afin d'être "sûr" d'amorcer une fissure interne. Une représentation 3D de l'entaille est disponible en figure 1.18 a).

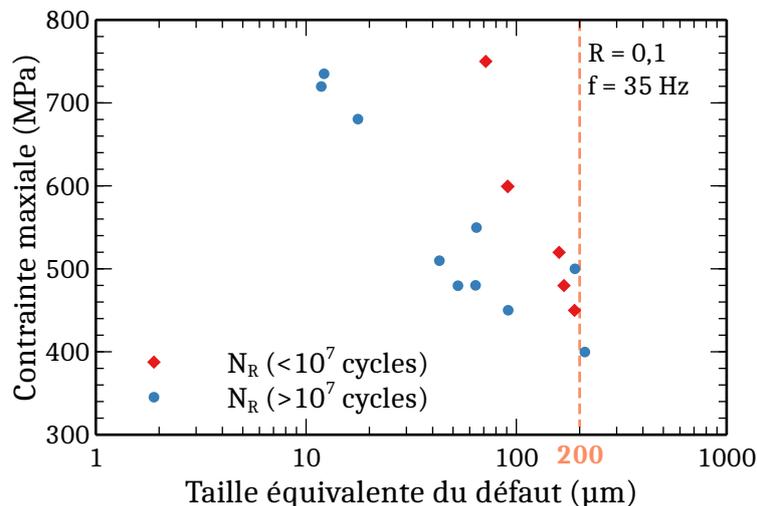


Figure 1.17. Diagramme de Kitagawa-Takahashi pour des ruptures internes d'éprouvettes en Ti-6Al-4V issues de la métallurgie des poudres avec et sans défaut (forgé par pression isostatique pneumatique) et de tôles laminées. La taille des défauts initiateurs correspond à la racine de l'aire projetée mesurée sur le site d'amorçage de la fissure interne (facette α ou pore). Issu de [CAO 17].

1.5.4.2 Choix du procédé d'entaille

Le procédé choisi pour produire l'entaille est le laser femtoseconde *Weck et al.* [WEC 08]. Ce procédé est largement utilisé pour le micro-usinage dans la recherche [CHI 96, ZHU 99] et l'industrie [SUG 14] puisqu'il permet i) un usinage très précis à l'échelle micrométrique ii) une zone thermiquement affectée très petite [LEH 02, WEC 07]. *Weck et al.* ont ainsi estimé que la zone affectée thermiquement par l'usinage au laser femtoseconde de fentes de diamètre $10\ \mu\text{m}$ et de profondeur $100\ \mu\text{m}$ dans de l'aluminium pur était de $2\ \mu\text{m}$ au maximum [WEC 07]. Ce dernier critère est essentiel afin de maintenir une microstructure identique à celle du matériau de base autour du défaut créé.

1.5.4.3 Paramètres d'usinage et propriétés de l'entaille réalisée

L'usinage a été effectué par le professeur Arnaud Weck de l'université d'Ottawa. Les entailles réalisées sont similaires à celles produites dans la thèse de *Joël Lachambre* [LAC 14]. Une entaille d'une forme carrée de $200 \times 200\ \mu\text{m}^2$ et d'une épaisseur d'environ $20\ \mu\text{m}$ (entaille très aiguë) a été créée. Un laser femtoseconde Yb :KGW PHAROS de la société Light Conversion d'une puissance de $100\ \text{mW}$ a été utilisé avec une longueur d'onde moyenne de $1030\ \text{nm}$ et des durées de pulsation de $300\ \text{fs}$ dont la fréquence est de $10\ \text{kHz}$. La tôle est perpendiculaire au faisceau laser sur une platine dont les mouvements sont contrôlés dans les trois directions de l'espace. L'entaille a été usinée en six passes (aller-retours) en imposant une vitesse de $0,1\ \text{mm/s}$ de la table.

Le rendu 3D du défaut présenté en figure 1.18 a) permet d'identifier plusieurs zones distinctes. Au niveau de la surface de la tôle, le défaut a une forme en biseau du fait des nombreuses passes du laser. A partir d'une profondeur équivalente à la moitié de celle de l'entaille, la perte d'énergie du faisceau laser a fait apparaître une zone beaucoup plus chahutée formée de "doigts".

Des cartographies EBSD ont été réalisées après DB autour du défaut pour évaluer l'impact de ce dernier sur i) la microstructure environnante ainsi que ii) la qualité du soudage proche de l'entaille. La figure 1.18 b) montre une image en contraste de bande au niveau de l'interface de soudage. La qualité du joint soudé ne semble pas altérée par le défaut quand bien même une redistribution locale du champ électrique lors du soudage a certainement eu lieu. La microstructure ne semble elle aussi pas affectée par l'entaille laser malgré une recristallisation probable en fond (zone entourée de la figure 1.18 c)). Ces zones recristallisées n'ont pas été considérées comme ayant une influence majeure puisque celles-ci sont de très faible étendue et localisées au niveau des "doigts" de l'entaille.

1.5.5 Reproductibilité des éprouvettes

Un des critères du cahier des charges concerne la reproductibilité des éprouvettes et les prochains paragraphes donnent quelques clés pour répondre à cette question.

Premièrement, les entailles laser ont montré une très bonne reproductibilité en terme de taille et de forme pour un même lot produit. Cependant, des petites différences en terme d'ouverture, de taille et de forme ont été remarquées au travers des différents lots de production. Concernant la taille du défaut, c'est essentiellement sa profondeur (direction X sur la figure 1.18 a)) qui a

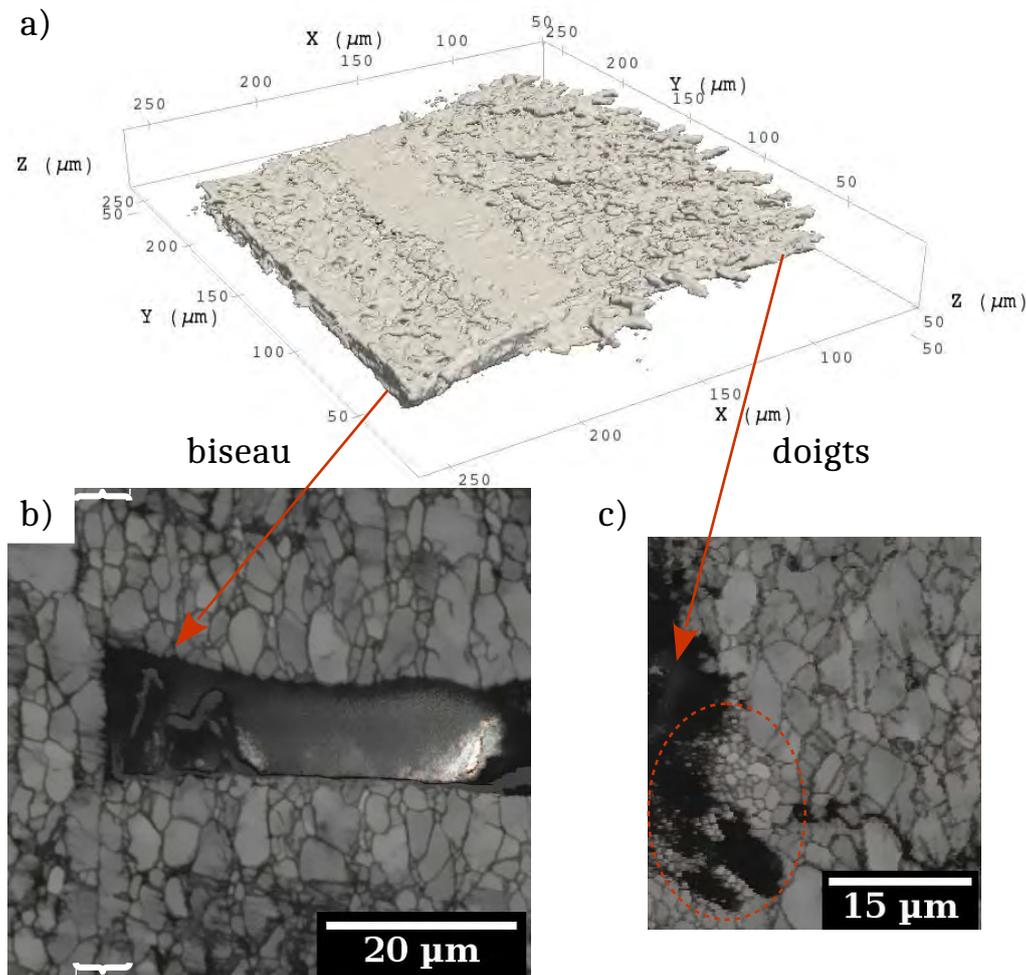


Figure 1.18. a) Vue 3D du défaut retenu obtenue par microtomographie RX. Au niveau de la surface de l'échantillon lors de l'usinage (valeurs de X élevées), l'entaille a une forme biseautée. En revanche, du fait de la perte d'énergie du faisceau laser, une zone chahutée composée de "doigts" apparaît à partir d'une profondeur équivalente à la moitié de celle de l'entaille. Des micrographies en contraste de bande montrent l'influence de l'usinage du défaut au laser femtoseconde sur la microstructure environnante du matériau : b) au niveau du biseau du défaut (à l'interface de soudage, représentée par les accolades) c) en fond d'entaille (doigts). La zone entourée en c) correspond probablement à une recristallisation locale de la microstructure d'une zone d'environ $10 \mu\text{m}$.

quelque peu varié pour les différents lots. Cette grandeur est effectivement imposée par un étalon qui a été fabriqué avant chaque lot. Une feuille de $200 \mu\text{m}$ d'épaisseur a été préparée et permet de réaliser des essais de profondeur d'entaille. Lorsque le laser arrive à traverser cette feuille, on considère que les paramètres sont optimisés. Cependant, la relative disparité d'épaisseur des feuilles préparées a induit une variation dans la profondeur des défauts allant de $150 \mu\text{m}$ à $240 \mu\text{m}$. La taille des entailles étant connue pour chaque échantillon, elle sera prise en compte par la suite.

Deuxièmement, le centrage du défaut dans l'éprouvette est une étape délicate du fait des dimensions respectives du défaut et de la section des éprouvettes. La première phase consiste à mesurer, une fois les tôles soudées, la position exacte des défauts par rapport à un repère usiné par EDM. Cette étape est faite par radiographie X et permet un positionnement de $\pm 10 \mu\text{m}$. La deuxième phase est l'usinage des éprouvettes par EDM, qui est sous-traitée. Après usinage, un scan de tomographie RX est effectué pour vérifier le centrage de l'entaille dans la section. Ce scan est utilisé pour essayer de corriger l'excentration du défaut lors de la phase finale de polissage manuel. Les éprouvettes ont été dans l'ensemble bien usinées, le défaut étant globalement positionné au centre des éprouvettes.

1.5.6 Essai de faisabilité : test en fatigue d'une éprouvette

Afin de vérifier que la fabrication des éprouvettes à défaut interne contrôlé remplit le critère principal, à savoir amorcer une fissure de fatigue au niveau du défaut, un essai de fatigue a été effectué au laboratoire jusqu'à rupture d'une éprouvette. Le faciès de rupture de cet essai montre qu'une fissure interne a amorcé au niveau du défaut artificiel puis propagé pour mener à la rupture de l'échantillon (voir figure 1.19).

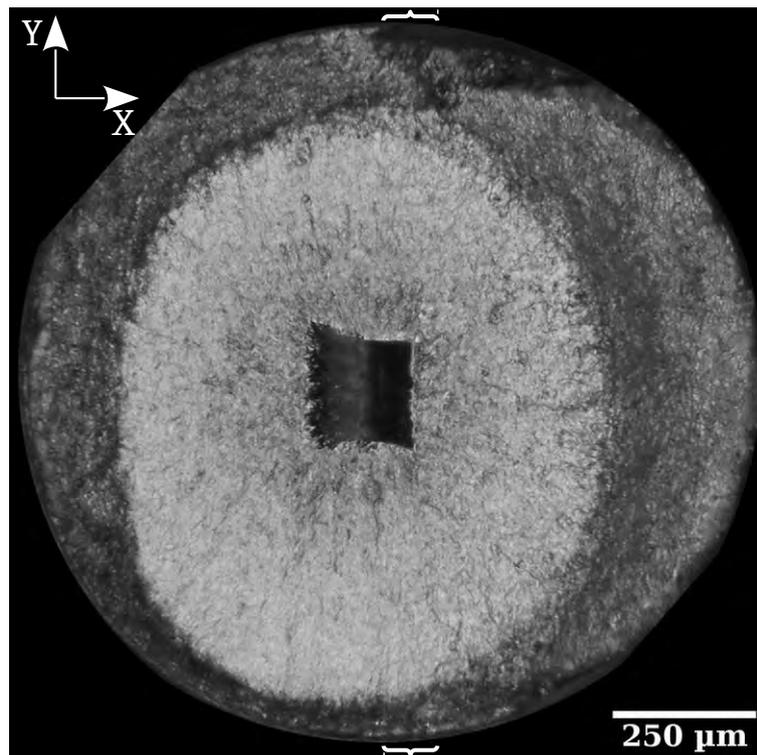


Figure 1.19. Fractographie de l'éprouvette A8 testée en fatigue uni-axiale ($f = 20 \text{ Hz}$; $R = 0,1$; $\sigma_{max} = 685 \text{ MPa}$). Une fissure a amorcé au niveau du défaut artificiel conduisant à la rupture de l'éprouvette. L'éprouvette a été sollicitée selon l'axe Z (perpendiculaire à la figure). Les accolades correspondent à la localisation de l'interface de soudage.

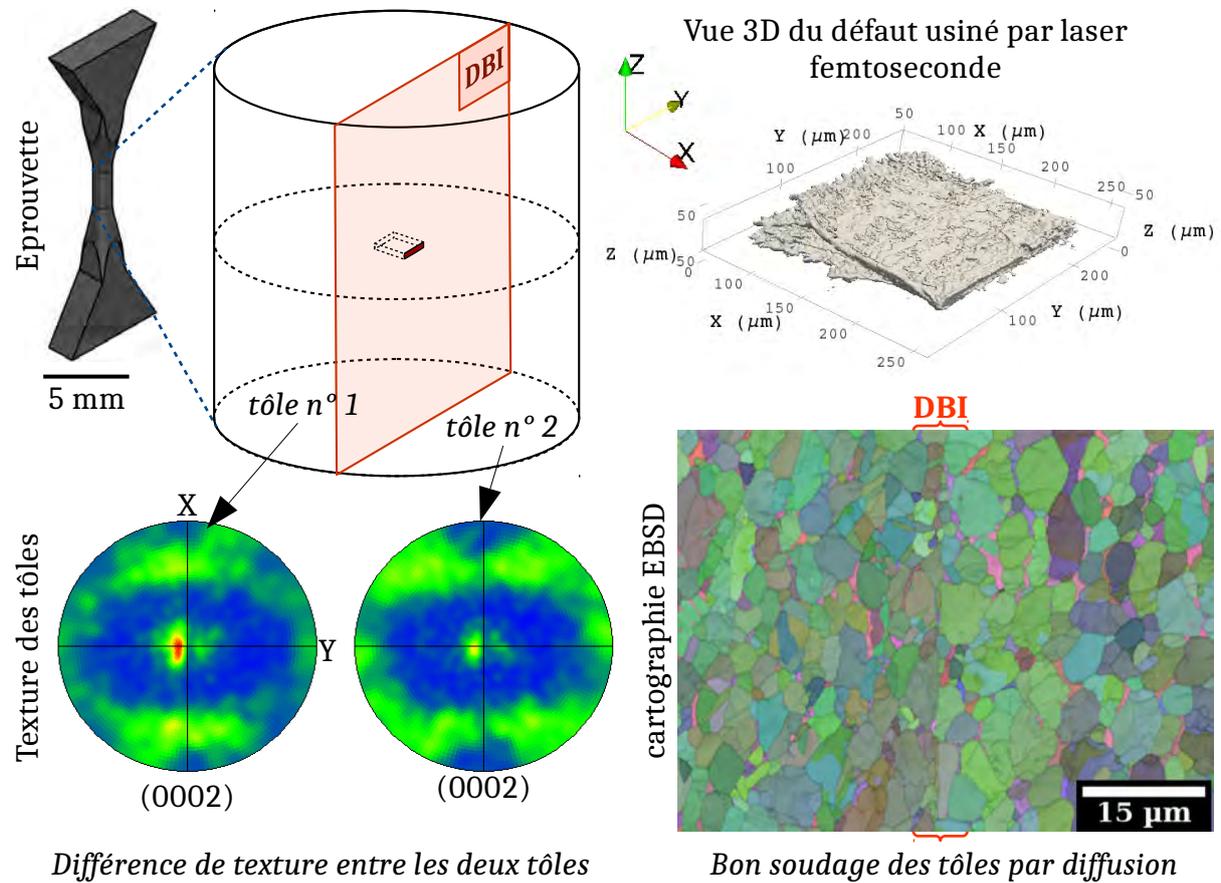
Sur la figure 1.19, aucune trace de l'interface de soudage n'est visible, indiquant de fait aucune

perturbation de celle-ci sur la propagation d'une fissure de fatigue.

1.6 Conclusion

Dans ce chapitre, une nouvelle méthode de production d'éprouvettes de fatigue permettant d'étudier les mécanismes de fissuration interne a été présentée. Des éprouvettes à défaut interne contrôlés ont été conçues et permettent de répondre aux critères du cahier des charges. Le résultat de l'essai de fatigue préliminaire montre qu'une fissure interne a amorcé et propagé au niveau du défaut conduisant à la rupture de l'éprouvette, remplissant ainsi les 2 premiers critères. La taille et la forme des défauts sont reproductibles (cf. § 1.5.5), ce qui induit une bonne maîtrise de la nocivité des défauts au regard de l'amorçage, le critère n° 3 est donc bien rempli. La microstructure des éprouvettes est bien contrôlée, que ce soit dans le volume ou autour du défaut, démontrant ainsi l'intérêt du soudage par diffusion pour ce type d'approche (critère n° 4). L'utilisation de tôles d'épaisseurs différentes a cependant conduit à des textures légèrement différentes conservées après le soudage. Le critère n°5 qui concerne l'environnement présent dans le défaut a fait l'objet d'une étude à part entière montrée au chapitre 2. Enfin, le dernier critère concernant l'applicabilité de cette méthode à différents matériaux fait partie des perspectives de la présente étude.

1.7 Résumé graphique



Fabrication d'éprouvettes de fatigue contenant un défaut interne contrôlé

Chapitre 2

Mécanismes de fissuration interne dans le Ti-6Al-4V

Dans le chapitre précédent, une nouvelle méthode de fabrication d'éprouvettes de fatigue à défaut interne contrôlé a été présentée. Des séries d'essais de fatigue *in* et *ex situ* ont ensuite été réalisés sur ces éprouvettes. Les résultats associés sont exposés dans ce chapitre et permettront de mieux appréhender le comportement des fissures internes au regard de différents paramètres clés affectant leur propagation (régime de fissuration, environnement en pointe de fissure, microstructure, position de la fissure, etc.).

Sommaire

2.1	Contexte : comportement en fatigue du Ti-6Al-4V	34
2.1.1	Amorçage des fissures de fatigue internes dans le Ti-6Al-4V	34
2.1.2	Rappels sur les mécanismes de propagation d'une fissure de fatigue	36
2.1.3	Scénario de propagation d'une fissure interne dans le Ti-6Al-4V	38
2.1.4	Effet de l'environnement en pointe de fissure	39
2.1.5	Synthèse de la partie	44
2.2	Les essais de fatigue	46
2.2.1	Préparation des échantillons	46
2.2.2	Essais réalisés et traitement des données	46
2.3	Comportement global des fissures	47
2.3.1	Evolution de la taille de la fissure	47
2.3.2	Vers un comportement isotrope	48
2.3.3	Courbes de propagation	50
2.4	Amorçage des fissures	52
2.4.1	Un amorçage rapide	52
2.4.2	Un amorçage localisé	53
2.4.3	Synthèse sur l'amorçage des fissures internes	59
2.5	Analyse de la propagation des fissures	60
2.5.1	Rôle de l'environnement	60
2.5.2	Influence du maintien sous charge lors des scans de tomographie RX	74
2.5.3	Influence de la texture cristallographique	77
2.5.4	Influence de la position du défaut	88
2.5.5	Régimes de propagation des fissures internes observées	91
2.5.6	Synthèse : propagation de fissures internes dans le Ti-6Al-4V	97
2.6	Résumé graphique	99

2.1 Contexte : comportement en fatigue du Ti-6Al-4V

Dimensionner une pièce mécanique pour obtenir de bonnes propriétés en fatigue est une tâche ardue. Il a été mentionné en introduction qu'en fonction de la durée de vie attendue d'une pièce, des mécanismes différents sont associés à la rupture en fatigue. Il est en général admis que trois régimes distincts de durée de vie existent en fatigue :

- **La fatigue oligocyclique (ou à faible nombre de cycles)** : associé à une durée de vie inférieure à 10^4 cycles, ce régime correspond à de fortes contraintes appliquées, généralement dans le domaine plastique.
- **La fatigue à grand nombre de cycles FGNC** : la durée de vie s'étend de 10^4 à 10^8 cycles. Il est possible de découper ce régime en deux sous-ensembles : la fatigue en endurance limitée ($< 10^6$) et la fatigue mégacyclique ($> 10^6$).
- **La fatigue à très grand nombre de cycles FTGNC (ou fatigue gigacyclique)** : la durée de vie dans ce régime est au-delà de la FGNC, supérieure à 10^8 cycles.

Les courbes de Wöhler permettent de rendre compte quantitativement de la durée de vie en nombre de cycles N_R d'éprouvettes soumises à une contrainte cyclique. Ces courbes sont généralement tracées en fonction de la contrainte maximale (σ_{max}) ou de son amplitude ($\sigma_a = (\sigma_{max} - \sigma_{min})/2$ avec σ_{min} la contrainte minimale). Les différents types de fatigue précédemment présentés se traduisent par des régions différentes sur les courbes de Wöhler, qui correspondent à des mécanismes de fatigue distincts, notamment lorsque l'on va dans les très grandes durées de vie. Ceci est illustré pour l'alliage de titane Ti-6Al-4V sur les courbes représentées en figure 2.1 pour des microstructures bimodales et équiaxes et différents rapports de charge ($R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0,1$ et -1 , respectivement) [YOS 19, HEI 13]. Il est possible d'observer sur ces courbes que pour une durée de vie de dix millions de cycles environ, un changement de mécanisme de rupture s'opère : la localisation de l'amorçage conduisant à rupture passe de la surface au volume. Ce changement de mécanisme a été observé par de nombreux auteurs sur du Ti-6Al-4V [NEA 76, STE 76, ATR 83, MCE 08, ZUO 08, TAK 08, FUR 14, LIU 15, EVE 16b] pour différentes conditions d'essais (microstructure, fréquence d'essai, rapport de charge, etc.). Les mêmes tendances sont également observées pour d'autres matériaux métalliques tels que les aciers à haute résistance [BAT 04, HON 17].

Comme expliqué en introduction, les amorçages de fissures internes conduisant à la rupture de pièces industrielles ont déjà été observés [KLI 13, BEA 20]. Depuis les années 1980, de nombreuses études expérimentales de la rupture en fatigue depuis un défaut interne ont été menées et différents mécanismes ont été proposés [MUG 02, HON 17]. Dans les paragraphes qui suivent nous nous focaliserons sur les travaux réalisés dans les alliages de titane en résumant les résultats essentiels obtenus jusqu'à présent.

2.1.1 Amorçage des fissures de fatigue internes dans le Ti-6Al-4V

La rupture en fatigue due à une fissure interne a d'abord été observée sur les aciers [KIK 65]. Dans le régime gigacyclique, pour ces matériaux, l'amorçage s'effectue au niveau d'inclusions non métalliques qui jouent le rôle de concentrateurs de contrainte [MUR 89, HON 17]. L'abaissement de la contrainte dans le régime gigacyclique permet d'inhiber les mécanismes de surface

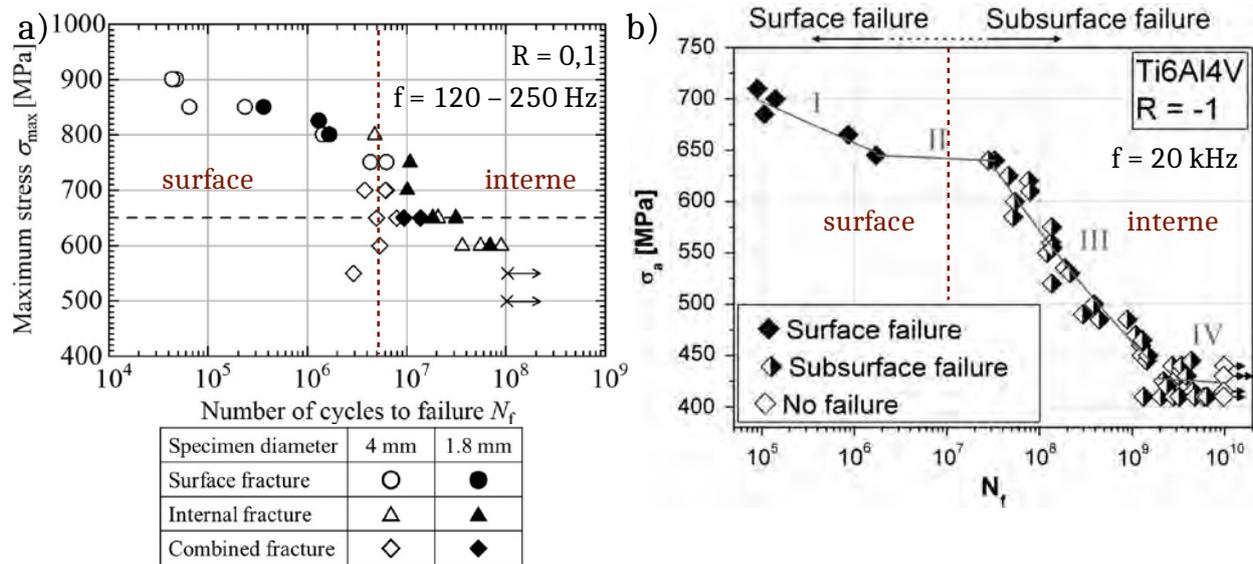


Figure 2.1. Courbes SN d'alliages Ti-6Al-4V a) avec une microstructure bimodale (taille des grains $\alpha = 10 \mu\text{m}$) testé à $R = 0,1$ pour des fréquences allant de 120 à 250 Hz [YOS 19] et b) avec une microstructure équiaxe testé à $R = -1$ et 20 kHz [HEI 13].

(irréversibilité de glissement). Le transfert d'un amorçage en surface à un amorçage interne est généralement attribué à la distribution volumique des inclusions au sein des éprouvettes testées. Il est en effet plus probable d'avoir une inclusion de grande taille (i.e. nocive) en volume qu'en surface d'une éprouvette [MUR 89, GRA 17], même si les inclusions de surface sont plus critiques à tailles équivalentes que leurs homologues internes.

Dans le cas des alliages de titane, et plus particulièrement du Ti-6Al-4V, il n'existe généralement pas de défaut dans les matériaux forgés ou laminés qui permettent de jouer le rôle des inclusions des aciers. L'amorçage s'effectue au niveau d'un grain ou d'un cluster de grains α , l'analyse des faciès de rupture semble indiquer un mécanisme de clivage [HON 17], ou pseudo-clivage [EVA 97, DUN 08] (voir figure 2.2). Sur la base de ses observations [PIL 09] et de celles obtenues par Evans et Bache [EVA 94, BAC 03], Pilchak a proposé un nouveau terme, plus approprié selon lui : "low ΔK faceted crack growth". En effet bien que les analyses fractographiques semblent montrer que le mécanisme s'apparente à du clivage, le caractère non fragile de la formation de ces facettes, comme stipulé par Evans et Bache [EVA 94, BAC 03], montre que les termes "clivage" et "quasi-clivage" ne sont pas appropriés. Nous reviendrons en détail sur cette discussion au § 2.4.2.3.

Les échantillons ayant rompu après amorçage d'une fissure interne sont, dans la grande majorité des cas, observés *post mortem* [HON 17, LIU 16b] et, en conséquence, il n'existe que très peu d'observations expérimentales directes de fissures internes. Les parts respectives d'amorçage et de propagation qui constituent la durée de vie totale des éprouvettes sont donc mal connues. Des recherches récentes en tomographie synchrotron font cependant état dans les alliages de titane d'une étape d'amorçage non négligeable. Chapman *et al.* [CHA 15] et Yoshinaka *et al.* [YOS 19] ont en effet montré que plusieurs fissures peuvent amorcer au sein d'une même éprouvette. Yoshinaka *et al.* ont par exemple dénombré vingt-huit fissures dans une même éprouvette

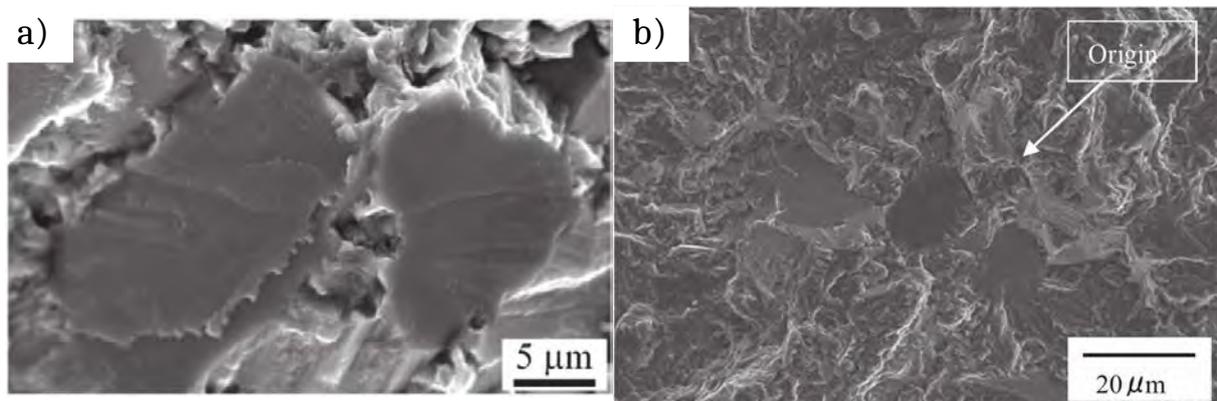


Figure 2.2. Images MEB de facettes d'amorçage de fissures de fatigue interne dans le Ti-6Al-4V : a) avec une microstructure bimodale (taille des grains $\alpha = 10 \mu\text{m}$) testé à $R = 0,1$ et une fréquence de 400 Hz [YOS 16a] et b) avec une microstructure bimodale testé à $R = 0$ et 20 kHz [FUR 14].

de Ti-6Al-4V sollicitée à 400 Hz qui ont amorcé pour des nombres de cycles compris entre 20 et 70% de la durée de vie moyenne des éprouvettes pour la contrainte appliquée ($\sigma_{max} = 650 \text{ MPa}$; voir la figure 2.1 a)) [YOS 19].

La capacité d'une de ces nombreuses fissures à se transformer en défaut aboutissant à la rupture dépend de son aptitude à se propager au sein du matériau. Or la phase de propagation des fissures courtes dans le Ti-6Al-4V est très largement dépendante de la microstructure environnante, comme nous le montrerons dans les paragraphes suivants.

2.1.2 Rappels sur les mécanismes de propagation d'une fissure de fatigue

Avant de nous intéresser à la propagation des fissures internes dans le Ti-6Al-4V, il est nécessaire de rappeler certains éléments sur la propagation de fissures de fatigue, d'un point de vue général. Pour une présentation plus détaillée le lecteur peut se référer à [sch01].

Afin de décrire de manière universelle (pour différents matériaux, conditions expérimentales, etc.) la propagation de fissures de fatigue, Paris a proposé en 1957 de corréler la vitesse d'avancée d'une fissure da/dN (en mètre par cycle) à la variation du Facteur d'Intensité des Contraintes (FIC), notée ΔK ($\Delta K = K_{max} - K_{min}$ avec K_{max} et K_{min} les valeurs maximales et minimales du FIC) [PAR 61]. La relation qu'il a établie empiriquement, exposée ci-dessous, suppose une dépendance linéaire (en échelles logarithmiques) entre la vitesse de propagation et la *force motrice* de la propagation de la fissure pour le régime de propagation stable (stade II, voir figure 2.3 a)) :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (2.1)$$

où a correspond à la taille de la fissure et N au nombre de cycles. C et m sont des constantes intrinsèques au matériau et aux conditions d'essais (température, environnement, etc.).

Deux régions limites sont définies dans la courbe de propagation de fissures représentée schématiquement en figure 2.3 a). La première, pour les faibles ΔK , représente le seuil de

propagation. En dessous de celui-ci (noté ΔK_{seuil}), une fissure longue ne propage plus. La seconde région, pour les forts ΔK , correspond à la propagation de plus en plus rapide menant à la rupture brutale de l'échantillon quand le FIC atteint une valeur critique appelée ténacité ($K_{max} = K_{IC}$).

Le FIC représente l'état de contrainte au voisinage de la fissure, dans une zone définie par la Mécanique Linéaire Elastique de la Rupture (MLER) où la contrainte peut être modélisée par une fonction en $1/\sqrt{r}$ (avec r la distance à la pointe de fissure et dans le cas de la plasticité confinée, voir figure 2.3 b)). Il permet d'évaluer quantitativement la force motrice d'une fissure en fonction de sa taille et de sa forme. Le cas d'un FIC pour une fissure propageant en mode I ($K = K_I$) est exposé ci-dessous¹ :

$$K = \delta\sigma\sqrt{\pi a} \quad (2.2)$$

avec δ un facteur de forme, σ la contrainte appliquée et a la longueur de la fissure.

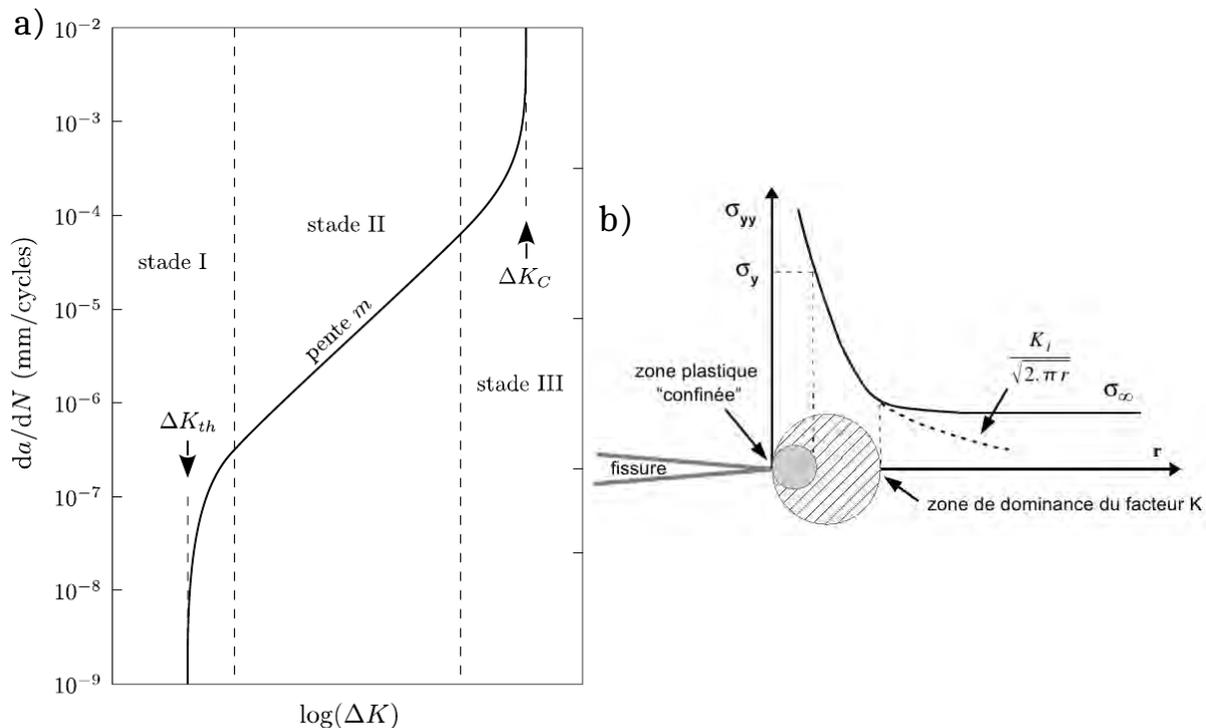


Figure 2.3. a) Les différents régimes de propagation d'une fissure avec, au centre, le régime de Paris. Issu de [LAC 14] b) Schéma illustrant l'applicabilité de la MLER pour évaluer la force motrice d'une fissure. Il est nécessaire d'avoir une zone plastique inférieure à la zone de dominance du facteur K . Issu de [FER 06a].

Lors du cycle de chargement mécanique, les lèvres d'une fissure peuvent rentrer en contact.

1. Trois modes de sollicitations mécaniques de fissures existent. Le mode I est un mode d'ouverture de la fissure. Le mode II est un mode de cisaillement dans le plan et le mode III est un mode de cisaillement anti-plan [KRU 07].

La phase durant laquelle la fissure est "fermée" est généralement admise comme étant inutile à sa propagation, sa force motrice est donc considérée nulle. Dans ce cas, on définit la variation du FIC comme étant $\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{Cl}$ (avec K_{Cl} la valeur minimale du FIC pour laquelle la fissure est ouverte). Cette nouvelle définition donne lieu à de nouvelles courbes de Paris dites courbes *effectives* de propagation [sch01]. Pour avoir une vue d'ensemble des phénomènes physiques induisant une fermeture de fissure, le lecteur peut se référer à *Pippan et Hohenwarter* [PIP 17].

Différents mécanismes de propagation des fissures de fatigue

Dans la littérature [KRU 07, PET 10, RIT 86, LAN 85], les fissures de fatigue sont connues pour propager selon différents régimes - au nombre de quatre - influencés principalement par la taille de la fissure, celle de sa zone plastique ainsi que celle de la microstructure (grains, macrozones, etc.).

- **Fissure microstructuralement courte** : ce régime correspond au cas où la taille de la fissure est de l'ordre de grandeur de la taille caractéristique de la microstructure (qui est souvent la taille de grain) comme montré en figure 2.4 a). Dans ce régime, la propagation de la fissure s'effectue en mode II (de cisaillement) et est contrôlée par la cission critique résolue sur les systèmes de glissement. Compte tenu du caractère très "chahuté" de la propagation (qui se produit le long de plan de glissement), des phénomènes de fermeture dus à la rugosité peuvent être observés.
- **Fissure mécaniquement courte** : si la contrainte appliquée est élevée, la taille de la zone plastique en pointe de fissure peut être importante, notamment au regard de la taille de la fissure (figure 2.4 b)). La propagation de telles fissures se fait en mode I. La fermeture n'est que très peu développée.
- **Fissure physiquement courte** : les fissures physiquement courtes sont assez longues pour considérer la microstructure comme un milieu continu et homogène (voir figure 2.4 c)). La propagation est généralement en mode I. La fermeture induite par le sillage plastique n'est que très peu développée du fait d'une faible taille de la zone plastique. Les vitesses de propagation dans ce régime sont généralement supérieures à celles des fissures longues. Il est possible pour ce type de fissure d'appliquer les concepts de la MLER pour modéliser leur comportement contrairement aux deux cas précédents.
- **Fissure longue** : fissure dont la taille (souvent millimétrique) est bien supérieure à la taille caractéristique de la microstructure. Les vitesses de propagation de ces fissures sont bien décrites dans le cadre de la MLER (faible taille de la zone plastique). La fermeture induite par la plasticité est complètement développée (voir figure 2.4 d)).

2.1.3 Scénario de propagation d'une fissure interne dans le Ti-6Al-4V

Après la phase d'amorçage, la fissure - composée d'une facette ou d'un cluster de facettes - propage d'une manière très chahutée pour former une zone appelée *Rough Area* (RA). Cette *zone rugueuse* est composée du site d'amorçage et d'une partie du faciès correspondant à une propagation mixant des zones cristallographiques lisses et d'autres plus rugueuses comme en

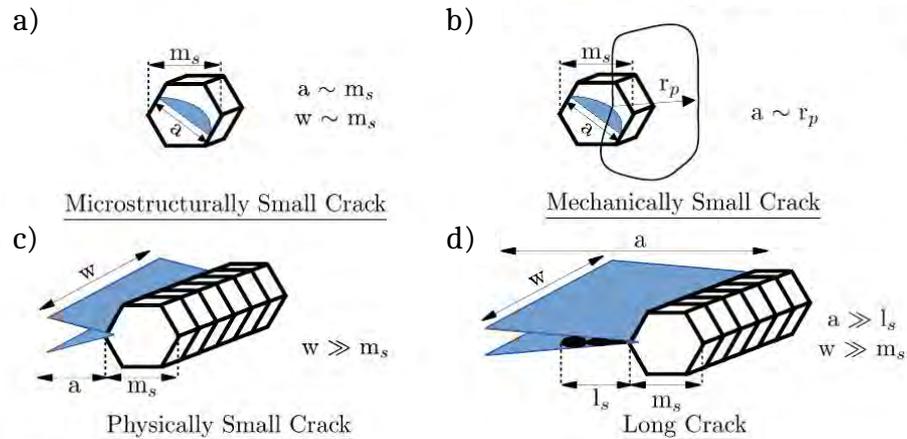


Figure 2.4. Les différents régimes de propagation d'une fissure de fatigue. a est la longueur de fissure, w sa largeur et r_p le rayon plastique induit par celle-ci. m_s est la taille caractéristique de la microstructure. l_s représente la longueur de la zone d'écrantage pour des fissures longues. Adapté de [SER 14]. Initialement proposé par [CAM 00].

témoignent les figures 2.5 a) et b). La propagation se fait dans les régimes de fissures courtes décrits précédemment. A partir d'une certaine taille - contrôlée par différents paramètres qui seront présentés et discutés dans le § 2.5.5 - la fissure n'est plus influencée par la microstructure et propage dans un régime de fissure longue appelé "*Fish Eye*" (FiE) qui comprend la RA ainsi qu'une zone très plate autour de celle-ci correspondant à une propagation stable (voir figure 2.5 c)). Les différentes régions associées à l'amorçage et la propagation de fissures internes sont résumées en figure 2.5 d) [LIU 15].

2.1.4 Effet de l'environnement en pointe de fissure

A la différence des fissures de surface qui propagent dans un environnement qui peut être agressif (air, vapeur d'eau, gaz non inerte, etc.), les fissures internes semblent propager dans du vide [SCH 78, PET 10, YOS 16a]. Cette différence d'environnement a des conséquences importantes sur les mécanismes de propagation, comme nous allons le voir dans les paragraphes suivants.

2.1.4.1 Effet de l'environnement sur la propagation de fissures de fatigue

Sous l'influence d'une atmosphère non inerte (gaz, eau, etc.), une fissure de fatigue dans un alliage métallique amorce plus tôt et propage plus vite que dans du vide [BRA 69, DUQ 71, WEI 81, GAO 84, LYN 88, HEN 95]. Afin de prendre en compte l'effet de l'environnement en pointe de fissure, il convient de connaître le comportement intrinsèque des fissures de fatigue (c'est-à-dire sans influence de l'environnement - sous vide). Celui-ci a été largement étudié expérimentalement par *Petit, Hénaff et Sarrazin-Baudooux* qui ont également contribué à la modélisation de ce comportement [PET 91, HEN 95, PET 99, PET 06, PET 10]. Des essais sur différents matériaux métalliques ont été effectués sous vide en prenant en compte les effets de

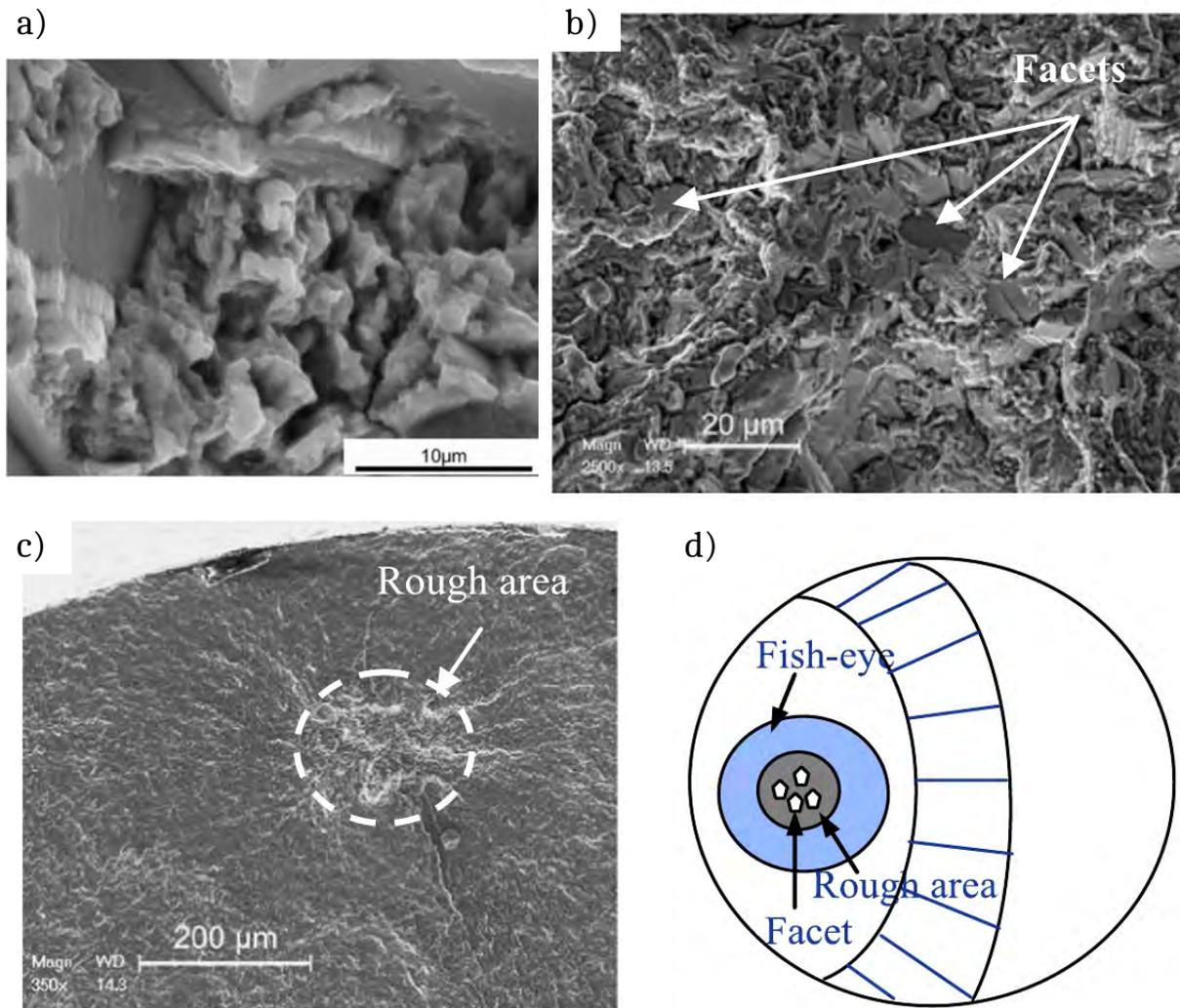


Figure 2.5. a) Image MEB à fort grossissement de la Rough Area dans un alliage de Ti-6Al-4V montrant des facettes cristallographiques reliées entre elles par des zones rugueuses submicroniques [OGU 13]. b) Vue d'ensemble de la RA entourée en c) [LIU 15]. d) Schéma montrant un scénario de fissuration interne dans le Ti-6Al-4V [LIU 15].

fermeture. Trois principaux stades de propagation ont été identifiés (voir figure 2.6) :

- **Stade I intrinsèque** : la fissure est microstructuralement courte. Elle propage sur les plans denses au sein d'un seul et même grain de manière très rapide et son avancée semble contrôlée par la cission critique résolue. Ce régime est en principe le plus rapide (propagation intragranulaire), cependant les fissures sont fortement influencées par les barrières microstructurales telles que les joints de grains.
- **Pseudo stade I intrinsèque** : au sein d'un matériau polycristallin la propagation de la fissure s'effectue en stade I dans chaque grain mais, macroscopiquement, la fissure est perpendiculaire à la direction de sollicitation. Du fait des barrières microstructurales, ce régime est celui où les fissures propagent le moins vite. Ce stade est généralement associé

à des fissures physiquement courtes qui interagissent avec la microstructure au voisinage du seuil de propagation.

- **Stade II intrinsèque :** Le glissement multiple est activé. Les fissures propagent perpendiculairement à la direction de sollicitation. Pour ce stade, *Petit et al.* ont proposé la loi de vitesse de propagation des fissures suivante :

$$\frac{da}{dN} = \frac{A}{D_0^*} \left[\frac{\Delta K_{eff}}{E} \right]^4 \quad (2.3)$$

où A est un facteur adimensionnel, D_0^* est le déplacement cumulé au front de fissure dans un environnement inerte (tel que du vide), ΔK_{eff} est la variation du FIC effectif (corrigé de la fermeture) et E est le module de Young du matériau.

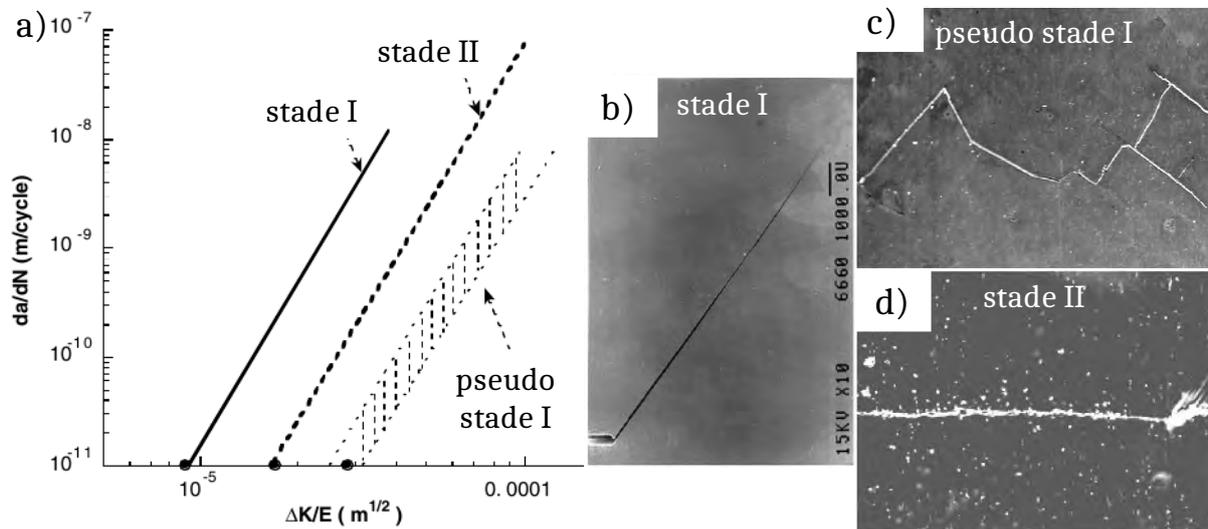


Figure 2.6. a) Courbes schématisées comparant les vitesses de propagation des fissures pour les trois stades intrinsèques identifiés par *Petit et al.* Images MEB de fissures ($R = 0,1$; $f = 35$ Hz) dans un alliage Al-4.5%_{mass} Zn-1.25%_{mass} Mg monocristallin revenu au pic de vieillissement orienté pour du glissement (111) montrant le stade I b), polycristallin sur-vieilli mettant en évidence le pseudo stade I c) et le stade II d) [PET 10].

Les mécanismes associés au rôle de l'environnement sur la propagation de fissure sont encore mal compris. Le modèle de Wei a historiquement fait consensus dans la communauté scientifique [WEI 81] pour décrire le rôle de l'environnement. Il est fondé sur le fait que les vitesses de propagation des fissures sont augmentées par l'action de la fragilisation par l'hydrogène (voir figures 2.7 a)). *Hénaff et al.* [Hé 07] ont répertorié deux mécanismes prépondérants - reprenant le modèle de Wei - qui influencent la propagation des fissures de fatigue dans les alliages métalliques.

Propagation assistée par l'adsorption de vapeur d'eau

Dans le modèle de *Wei et al.* schématisé en figure 2.7 a), les molécules d'eau (sous forme de vapeur) migrent vers le front de fissure lors des cycles de chargement (étape n°1). Ces molécules sont ensuite adsorbées à la surface de la fissure nouvellement créée, d'abord physiquement (étape

n°2), puis chimiquement par dissociation de la molécule d'eau (étape n°3). A cette étape, *Hénaff et al.* [HEN 95] estiment que la plasticité est renforcée par l'adsorption augmentant ainsi la vitesse de propagation de la fissure. Pour *Duquette et Gell*, cette augmentation est due à la formation d'une couche oxydée adsorbée chimiquement qui réduit l'énergie de surface du front de fissure [DUQ 71]. Ce mécanisme physique a été modélisé par *Lynch* [LYN 88] qui l'a nommé *adsorption-induced dislocation emission* (modèle AIDE). Selon lui, l'adsorption d'une couche oxydée facilite la nucléation et le mouvement des dislocations dans les plans de glissement favorablement orientés.

Propagation assistée par l'hydrogène

Une fois adsorbé, l'hydrogène migre dans le matériau à l'intérieur de la zone plastique (étape n°4) par un mécanisme de diffusion (traînage des dislocations, étape n°5). Une fragilisation par hydrogène (*hydrogen enhanced localized plasticity*, HELP) peut alors se produire [BEA 72, BIR 94], qui réduit la contrainte nécessaire au déblocage des dislocations et donc à leur mouvement. Pour que ce phénomène puisse avoir lieu, plusieurs conditions sont nécessaires, à savoir : (i) la fissure doit propager avec un FIC suffisamment faible pour que le rayon plastique soit inférieur à la taille de grain, (ii) les molécules actives doivent être en assez grand nombre pour permettre la formation d'une couche adsorbée en pointe de fissure de manière instantanée et (iii) la réaction de fragilisation par l'hydrogène se fait par l'intermédiaire du modèle HELP. Il est à noter que dans la littérature [Hé 07, PET 06, PET 10], il a été expérimentalement observé que, si il avait lieu, le mécanisme de propagation assistée par l'hydrogène se fait pour les faibles FIC, où la vitesse de propagation est intermittente, alors que le phénomène de propagation assisté par la vapeur d'eau semble avoir lieu quelle que soit la valeur du FIC.

Les courbes de propagations effectives associées aux deux phénomènes physiques présentés ci-dessus sont schématisées en figure 2.7 b).

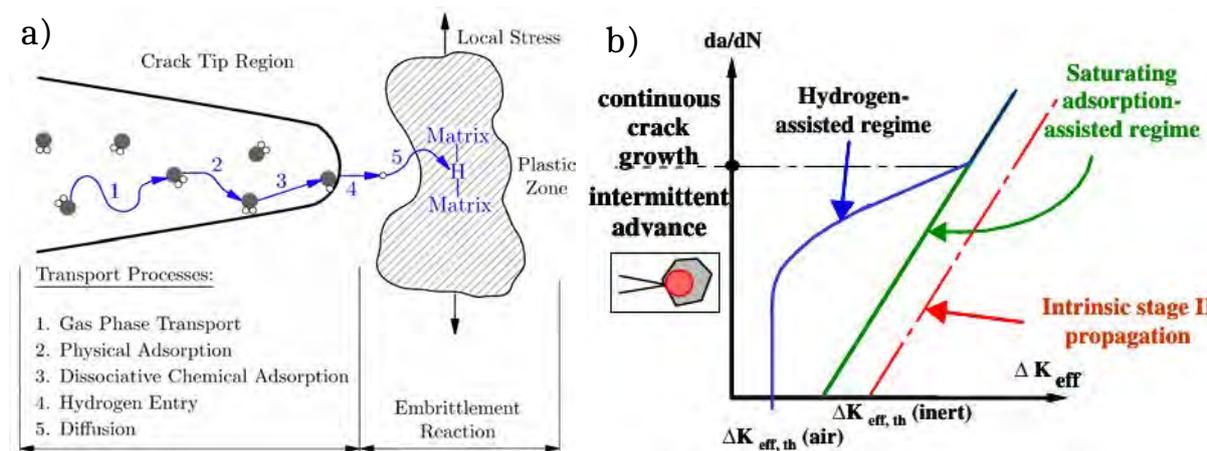


Figure 2.7. a) Modèle proposé par *Wei et al.* [WEI 81] pour rendre compte de l'effet de l'environnement (et notamment de la vapeur d'eau) sur la propagation d'une fissure de fatigue. Issu de [SER 14] b) Effets des différents mécanismes physico-chimiques proposés par *Hénaff et al.* [Hé 07] sur la vitesse de propagation d'une fissure de fatigue, comparé au stade II intrinsèque.

2.1.4.2 Effet de l'environnement : cas du Ti-6Al-4V

Du fait de la nature physico-chimique des réactions entre la pointe de fissure et l'environnement, l'effet de ce dernier dépend du matériau considéré. De nombreuses études ont été menées sur les effets de l'environnement sur la fissuration par fatigue du Ti-6Al-4V [IRV 74, WAN 76, EVA 97, BAC 97c, RIT 99, LEE 05, PET 06, SIN 12, OGU 13, YOS 16b] ou d'autres alliages de titane ou titane pur [GAO 84, SUG 89, CHA 15].

Il est généralement observé un accroissement de la vitesse de propagation sous air par rapport à celle sous vide. Comme dans beaucoup de matériaux métalliques, cet accroissement est plus marqué dans la région du seuil de propagation [VAS 05, PET 10], où les fissures propagent à des vitesses très faibles (voir figure 2.8). Le transport des espèces "nocives" est effectivement plus aisé à ces vitesses-là que lorsque la fissure propage à une vitesse élevée, pour des FIC importants [Hé 07]. *Yoshinaka et al.* [YOS 16b] ont expérimentalement trouvé qu'une fissure courte propageait environ trois ordres de grandeur plus vite sous air que dans de l'ultra haut vide (UHV $\sim 10^{-6} Pa$), ce qui est cohérent avec les expériences menées par *Ritchie et al.* [RIT 99] pour une pression de l'ordre de $10^{-4} Pa$. Cette différence est moins prononcée pour les tests conventionnels sur éprouvettes CT de fissures longues comme montré en figure 2.8 a). Cependant, on remarque une augmentation notable de la valeur seuil du FIC, ΔK_{seuil} , qui est de $4 MPa\sqrt{m}$ dans l'air et $7,8 MPa\sqrt{m}$ dans le UHV pour les essais effectués par *Oguma et Nakamura* [OGU 13].

Le niveau de vide qu'il faudrait atteindre pour supprimer les effets de l'environnement fait encore aujourd'hui débat dans la communauté scientifique. Ce point est en effet crucial puisque les fissures internes dans le Ti-6Al-4V créent de nouvelles surfaces au sein d'un matériau étanche, c'est à dire sous UHV. *Yoshinaka et al.* [YOS 16a] ont comparé les courbes de propagation de fissures de surface propageant sous UHV à celles obtenues par des expériences *in situ* sur des fissures internes naturelles (c'est-à-dire sans défaut inséré artificiellement). D'après leurs résultats, les fissures de surface qui propagent sous un vide de $10^{-6} Pa$ permettent de reproduire le comportement des fissures internes.

McClung et al. ont par ailleurs montré qu'une pression de $1,33 \cdot 10^{-3} Pa$ suffisait pour altérer la propagation d'une fissure longue à $204^{\circ}C$ [MCC 99] alors qu'une pression de $1,33 \cdot 10^{-4} Pa$ semble sans effet notable. Ces résultats ont été confirmés par *Chapman et al.* [CHA 15] qui ont prouvé qu'une pression de $10^{-3} Pa$ ne suffisait pas pour reproduire le comportement de fissures internes dans un alliage IMI 834 à $350^{\circ}C$. Ces dernières valeurs sont à prendre avec précaution. *Sarrazin-Baudoux et al.* ont effectivement montré que les effets de l'environnement sont sensiblement différents à $20^{\circ}C$ et $300^{\circ}C$ [SAR 97], notamment au niveau du seuil de propagation. Bien que la propagation assistée par l'hydrogène n'ait pas lieu à température ambiante dans le Ti-6Al-4V (comparer la forme des courbes de la figure 2.8 avec celle de la figure 2.7), ce mécanisme semble avoir lieu lors de la propagation d'une fissure dans ce même alliage à $300^{\circ}C$ au niveau du seuil de propagation.

Ce dernier point nous amène aux questions clés du rôle de l'environnement sur la propagation de fissure. Quel mécanisme prépondérant affecte la propagation des fissures dans le Ti-6Al-4V ? Quelle est l'espèce chimique en cause ? Dans les deux modèles de propagation assistée présentés précédemment, l'un met en jeu l'adsorption des molécules menant à l'oxydation (AIDE) alors que l'autre fait intervenir la fragilisation par l'hydrogène qui a diffusé dans la zone plastique en pointe de fissure (HELP). *Sugano et al.* [SUG 89] ont étudié et modélisé le rôle de l'environ-

nement sur la propagation de fissures dans du titane pur. En prenant en compte une pression partielle d'oxygène contenue dans l'air, un modèle d'adsorption physique a été utilisé et semble rendre compte de leurs résultats expérimentaux. Par ailleurs, *Bache et al.* [BAC 97c], par des essais de propagation de fissure, ont mis en évidence que l'hydrogène ne joue qu'un rôle mineur sur la propagation des fissures dans le Ti-6Al-4V en comparaison avec l'air, puisqu'il se situe au même niveau qu'un gaz inerte tel que l'argon. D'autre part, *Bache et al.* ont montré qu'augmenter la teneur en oxygène de tôles augmentait fortement la vitesse d'avancée des fissures [BAC 97c]. De nombreux auteurs prennent ainsi en compte l'oxygène comme espèce chimique la plus nocive [SIN 12, OGU 13, YOS 16b]. Cependant à l'aide de calculs thermodynamiques sur la réaction d'oxydation utilisant les diagrammes d'Ellingham-Richardson, *Sinha et al.* montrent qu'il faudrait une pression de dioxygène de $10^{-155} Pa$ à température ambiante pour en éviter la réaction d'oxydation $Ti + O_2 \leftrightarrow TiO_2$ [SIN 12], ce qui est en contradiction avec les résultats expérimentaux de *Yoshinaka et al.* [YOS 16b] mentionnés précédemment (un vide de $10^{-6} Pa$ semble être suffisant pour supprimer les effets de l'environnement).

Il convient de garder en mémoire que l'espèce chimique limitante pour le Ti-6Al-4V semble être le dioxygène. La pression partielle de ce gaz pour laquelle une fissure de fatigue est affectée n'est pas encore connue, bien que des résultats expérimentaux probants commencent à éclaircir le sujet [YOS 16b]. Un mécanisme d'adsorption permet d'expliquer le rôle de l'environnement lors de la propagation sous air de fissures de fatigue dans le Ti-6Al-4V [PET 06].

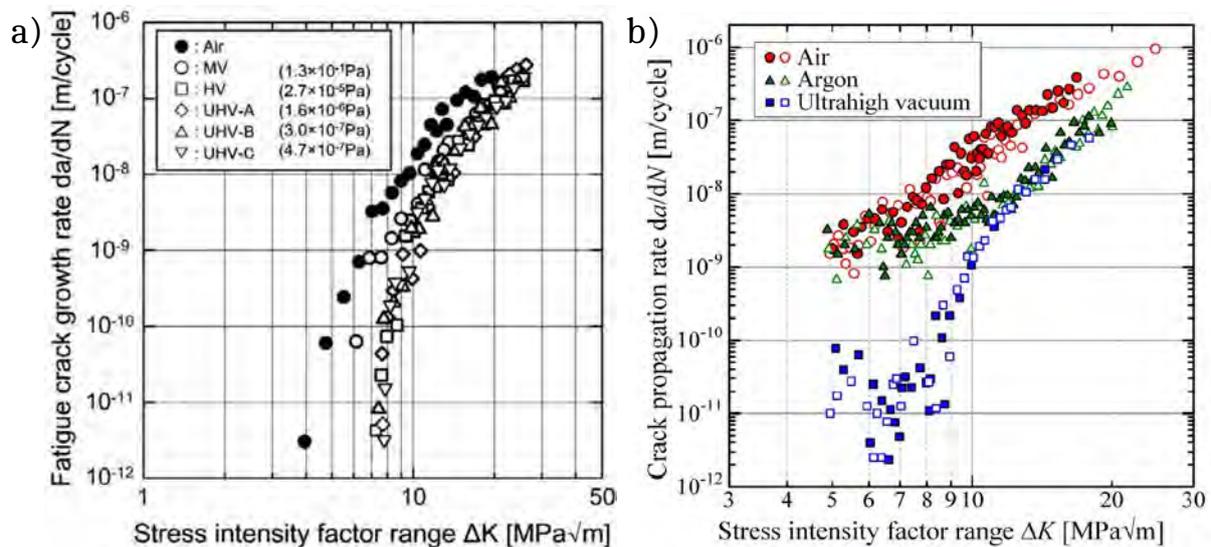


Figure 2.8. Courbes de propagation de fissures à $R = 0,1$ dans du Ti-6Al-4V a) dans le cas de fissures longues pour différents niveaux de vide [OGU 13] (K décroissant) et b) dans le cas de fissures courtes pour différents environnements (air, UHV $\sim 10^{-6} Pa$ et argon) pour une contrainte maximale $\sigma_{max} = 700 MPa$ [YOS 16b].

2.1.5 Synthèse de la partie

Nous avons vu dans cette première partie que pour le Ti-6Al-4V dans le domaine des basses contraintes - très grandes durées de vies ($N_R \geq 10^7$ cycles) la rupture en fatigue est due à

l'amorçage de fissures internes. De nombreuses études ont par conséquent tenté de comprendre les mécanismes d'amorçage et de propagation de ces fissures, avec un focus sur le rôle de l'environnement. Pour la suite de l'étude, plusieurs points sont à garder en mémoire :

1. L'amorçage interne se produit inévitablement lorsque la durée de vie est de l'ordre de 10^7 cycles et au-delà.
2. L'amorçage interne des fissures se produit au sein des grains α du Ti-6Al-4V par un mécanisme qui s'apparente à du clivage. Il semble que plusieurs amorçages puissent être observés.
3. La propagation se fait en plusieurs temps. Dans le régime des fissures courtes, la fissure propage dans une zone rugueuse appelée *rough area* RA qui contient des facettes ainsi que des zones granulaires rugueuses submicroniques qui les relient. Ensuite, la propagation devient stable et la fissure propage de manière homogène pour former une zone qu'on appelle le *fish eye* FiE. Très peu de preuves directes existent pour le développement des fissures dans ces deux stades (RA et FiE).
4. L'environnement au sein d'une fissure interne est considéré comme étant de l'ultra haut vide (UHV).
5. L'espèce chimique altérant le plus la propagation des fissures dans le Ti-6Al-4V est l'oxygène via un mécanisme d'oxydation, d'après la littérature.

2.2 Les essais de fatigue

2.2.1 Préparation des échantillons

Après fabrication des éprouvettes selon la méthode présentée au chapitre 1, un scan de tomographie RX a été systématiquement effectué pour vérifier la position du défaut et mesurer le diamètre final de l'échantillon après polissage mécanique, également déterminé à l'aide d'un pied à coulisse. Pour les éprouvettes testées, cette valeur oscille entre 1,0 et 1,3 mm.

2.2.2 Essais réalisés et traitement des données

Essais *ex situ*

Lors de cette thèse, tous les essais de fatigue *ex situ* des éprouvettes à défaut contrôlé ont été effectués sur une machine d'essais *in situ* [BUF 06, LAC 13], étant donnée la petite taille des échantillons. Un signal sinusoïdal d'une fréquence de 20 Hz a été choisi ainsi qu'un rapport de charge $R = 0,1 \pm 0,06$.

Essais *in situ*

Trois campagnes d'essais ont été effectuées pour ces échantillons. Les expériences ont été menées sur les lignes ID11, ID19 (ESRF) et PSICHÉ (SOLEIL). Les paramètres utilisés lors de l'acquisition des scans de tomographie sont donnés dans le tableau 2.1. A titre d'exemple, sur la ligne ID19, un faisceau rose d'une énergie de 60 keV a été utilisé avec un détecteur CMOS PCO 5.5 de 2048 x 2048 pixels. 2500 radiographies ont été acquises avec un temps d'exposition de 0,05 s et une taille de voxel de 0,72 μm . Le temps de scan était donc légèrement supérieur à 2 min, avec un champ de vue de 1,5 mm. Les tailles de voxel étaient respectivement de 1,54 et 0,87 μm sur les lignes ID11 et PSICHÉ. Lors des scans, les échantillons ont été maintenus sous charge maximale (à σ_{max}) pour ouvrir la fissure et donc faciliter son imagerie. Un déroulement typique des expériences menées est schématisé en figure 2.9. Le traitement des images volumiques issues des expériences synchrotron est détaillé en annexe A.

Ligne	Type de faisceau	Energie	Détecteur	Taille de voxel	Nombre de radiographies	Temps d'exposition
ID19	Rose	60 keV	2048 <i>pixels</i> ²	0,72 μm	2500	0,05 s
ID11	Mono-chromatique	40 keV	1024 <i>pixels</i> ²	1,54 μm	1500	0,15 s
PSICHÉ	Blanc filtré	44 keV	2048 <i>pixels</i> ²	0,87 μm	1500	0,04 s

Tableau 2.1. Paramètres d'acquisition des scans de tomographie pour les différentes lignes.

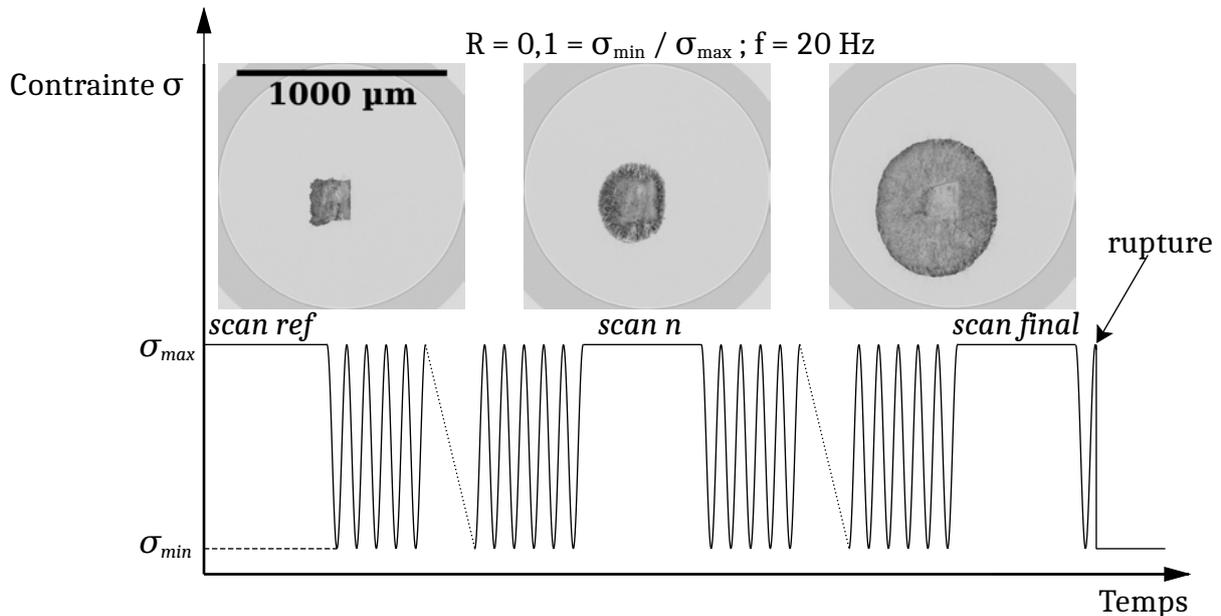


Figure 2.9. Schéma montrant le protocole expérimental mis en oeuvre lors des campagnes d'essais synchrotron. Les images correspondent aux volumes projetés de l'échantillon dans lequel une fissure propage à partir du défaut artificiel.

2.3 Comportement global des fissures

Cette section présente le comportement général de toutes les fissures internes observées et décrit la démarche adoptée pour l'analyse quantitative des données.

Le tableau 2.2 récapitule les conditions expérimentales pour les éprouvettes testées *in situ*. Six échantillons avec défaut interne ont été testés, un échantillon a été poli pour que le défaut rejoigne la surface libre (A7). Les contraintes appliquées ont été suffisamment faibles pour que le FIC en début de propagation soit compris entre le seuil de propagation de fissures longues sous air et celui sous vide [OGU 13]. Il est en effet crucial, comme il va être expliqué ultérieurement, de quantifier le comportement des fissures internes pour les régimes se situant au voisinage du seuil de propagation.

Le comportement global typique des fissures internes est similaire pour toute les éprouvettes testées. Dans ce qui suit l'exemple de l'éprouvette A2 est présenté.

2.3.1 Evolution de la taille de la fissure

Le suivi de la propagation de la fissure dans l'éprouvette A2 est illustré en figure 2.10 pour une section tomographique, schématisée en figure 2.11 a) par une ligne pointillée blanche. On remarque que l'amorçage se fait très tôt dans la durée de vie de l'éprouvette et que, une fois cette étape effectuée, la propagation de la fissure se fait globalement en mode I, perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Pour rendre compte de l'évolution de la taille de la fissure, une information 3D doit être extraite des images. Pour ce faire, une projection des niveaux de gris de chaque colonne de voxels (parallèle à l'axe de rotation de l'échantillon) a été effectuée selon l'axe de

Eprouvette	σ_{max} (MPa)	R	Nombre de cycles N_{suivi} ou N_R ($\times 10^3$)	Commentaires
A2	706	0,07	45	Rompue
A3	570 (523 jusqu'à 210k cycles puis 615)	0,16	415	Non rompue
A4	574	0,16	150	Rompue
A7 (surface)	320	0,05	87	Non rompue
C1	531 (503 jusqu'à 100k cycles puis 567)	0,12	180	Cassée dans les têtes. Soudage sous argon (voir § 2.5.1.3)
C2	457	0,10	718	Non rompue. Soudage sous argon
C3	450	0,11	980	Début de propagation seulement. Soudage sous argon

Tableau 2.2. Résumé des éprouvettes testées *in situ*. La nomenclature des éprouvettes est comme suit : la lettre correspond au référencement des tôles soudées par DB et le chiffre au numéro d'éprouvette usinée dans un jeu de tôles.

sollicitation.

2.3.2 Vers un comportement isotrope

Les positions successives du front de fissure ainsi projeté en fonction du nombre de cycles sont données en figure 2.11 a), toujours pour l'éprouvette A2. Sur cette figure il est possible de voir que les fronts se circularisent assez rapidement ($N \sim 50\%$ de la durée de vie). A partir de l'image projetée de la fissure pour un nombre de cycles donné une taille équivalente a_{eq} est définie ; elle est égale au rayon du disque d'aire identique à la zone fissurée et s'écrit donc :

$$a_{eq} = \sqrt{\frac{\text{aire}}{\pi}} \quad (2.4)$$

avec *aire* l'aire projetée de la fissure selon la direction de sollicitation.

La vitesse de propagation de la fissure au scan n (en *m/cycle*) est évaluée en prenant en compte la longueur de fissure a_{eq} (abrégée a) selon la formule suivante² :

2. Pour la fissure de surface, sa longueur a été déterminée comme étant la profondeur maximale entre la pointe de fissure et la surface de l'échantillon. Les vitesses de propagation ont été calculées de la même manière.

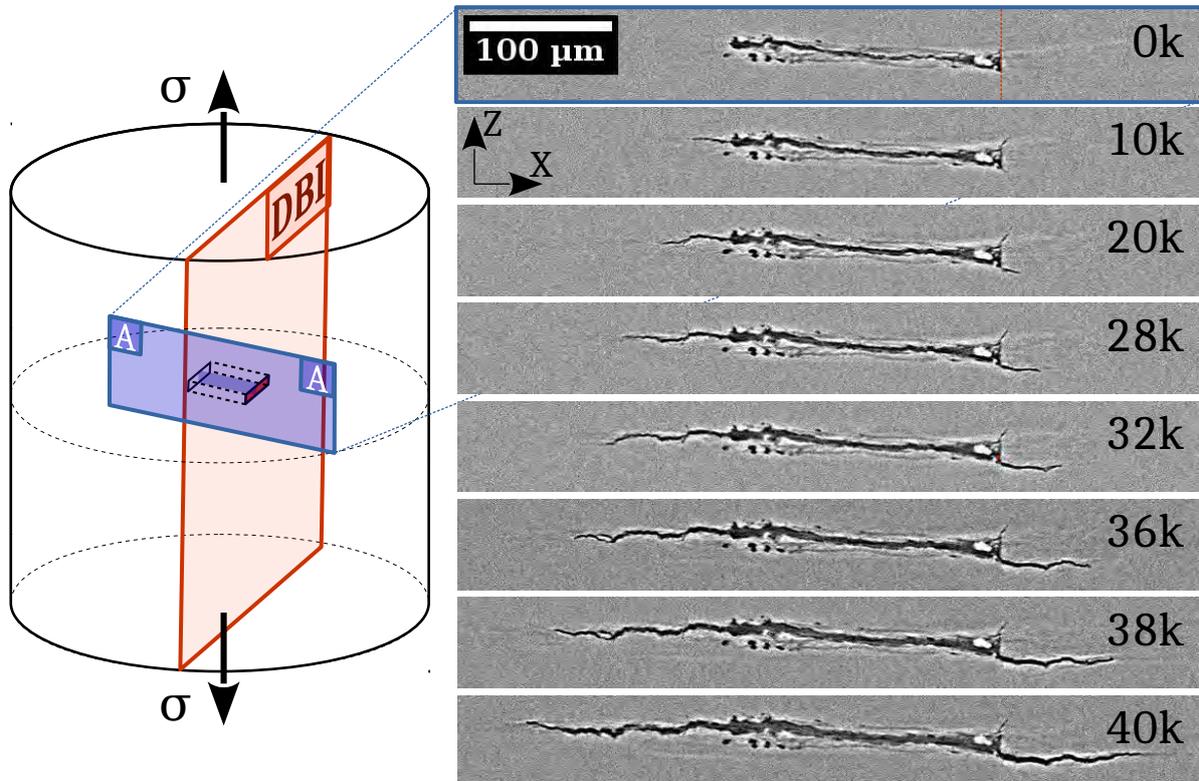


Figure 2.10. Evolution de la propagation de la fissure de l'éprouvette A2 au sein d'une section tomographique. L'emplacement de la coupe dans l'éprouvette est schématisé en figure 2.11 a).

$$\left. \frac{\Delta a}{\Delta N} \right|_n = \frac{a_{n+1} - a_{n-1}}{N_{n+1} - N_{n-1}} \quad (2.5)$$

Pour vérifier que l'approximation faite par l'équation 2.4 est acceptable, les vitesses de propagation pour différents angles polaires et a_{eq} ont été évaluées en fonction du nombre de cycles. Les résultats, tracés en figure 2.11 b), montrent que cette approximation est plutôt bonne, les points ' a_{eq} ' correspondants étant toujours au milieu de la dispersion pour différents angles polaires.

La courbe de la figure 2.11 b) permet aussi de rendre compte du comportement de la fissure. En début de propagation, la vitesse est relativement élevée au sein de la tôle de gauche (180°), contenant le défaut. A l'inverse, la fissure propage plus lentement au niveau de l'interface de soudage (0°). Lorsque le nombre de cycles augmente, la propagation devient de plus en plus isotrope le long du front de fissure. En effet, la dispersion des vitesses de propagation pour $N = 28$ kcycles est très faible. La propagation se fait alors de manière homogène jusqu'à ce que la fissure s'approche de la surface.

Pour la suite de l'étude, on considère que la fissure a une longueur a_{eq} . Les traitements de données ont été effectués à partir des images projetées (voir annexe A), sauf mention contraire. De plus, toutes les images MEB ou optiques qui vont être présentées sont orientées de manière à avoir **la tôle recevant le défaut à gauche et la tôle chapeau à droite (cf. figure 2.11), avec une interface de soudage verticale.**

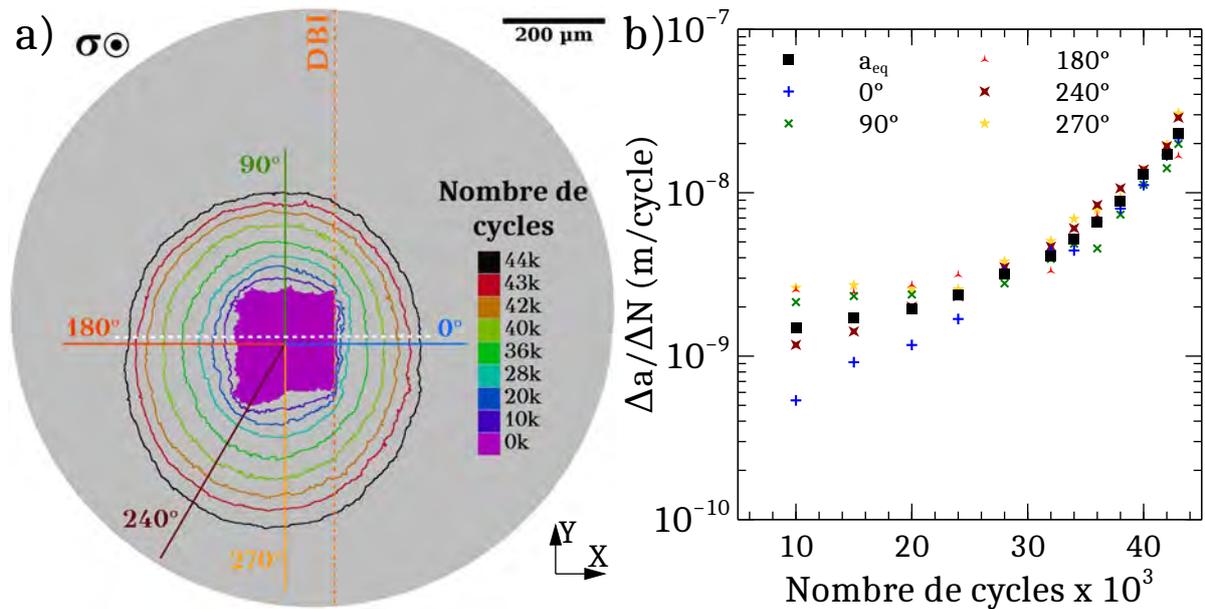


Figure 2.11. a) Evolution de la propagation de la fissure A2 projetée suivant l'axe de sollicitation. b) Vitesse de propagation de la fissure pour différents angles polaires représentés en a) comparés à la propagation globale a_{eq} .

2.3.3 Courbes de propagation

Dans ce qui suit la variation du FIC a été approximée par la formulation de *Murakami* [MUR 89] :

$$\Delta K = \kappa \sigma_{max} (1 - R) \sqrt{\pi \sqrt{aire}} \quad (2.6)$$

avec $\kappa = 0,65$ pour une fissure surfacique ou $0,5$ pour une fissure interne. Le paramètre *aire* est mesuré à partir des images projetées la fissure. Les courbes de propagation obtenues pour toutes les éprouvettes présentées au tableau 2.2 ont été tracées en figure 2.12. Ces courbes vont être commentées et discutées dans les paragraphes suivants.

Il est à noter que des calculs d'incertitudes ont été menés afin de prendre en compte l'influence des erreurs de mesures sur la position de ces courbes de propagation. Un exemple pour l'éprouvette A3 est montré sur la figure 2.13 sur la base des calculs présentés en annexe B. Au regard de ces courbes, les incertitudes ne semblent pas affecter l'interprétation des données obtenues.

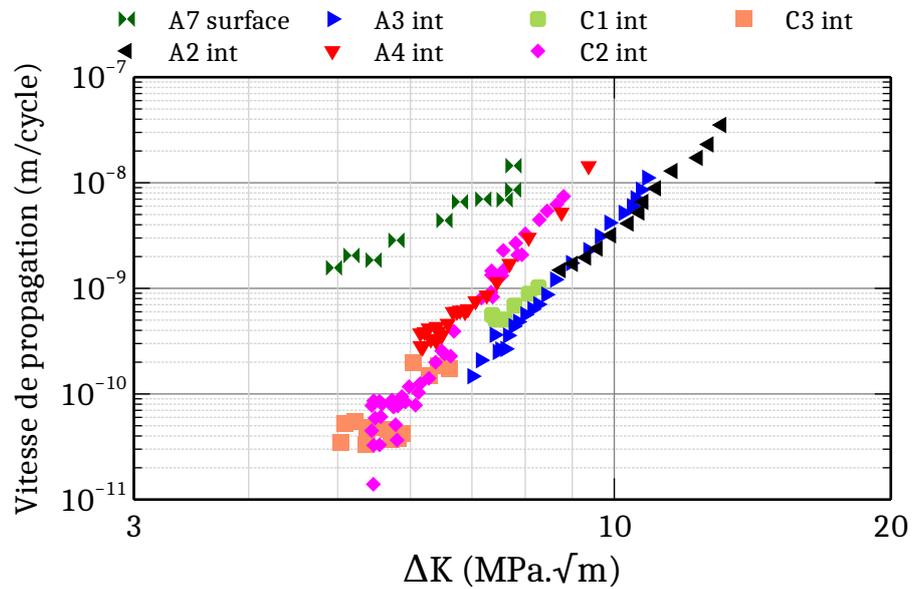


Figure 2.12. Vitesses de propagation des fissures testées *in situ*. Six fissures internes ont été (complètement ou partiellement) suivies ainsi qu'une fissure de surface.

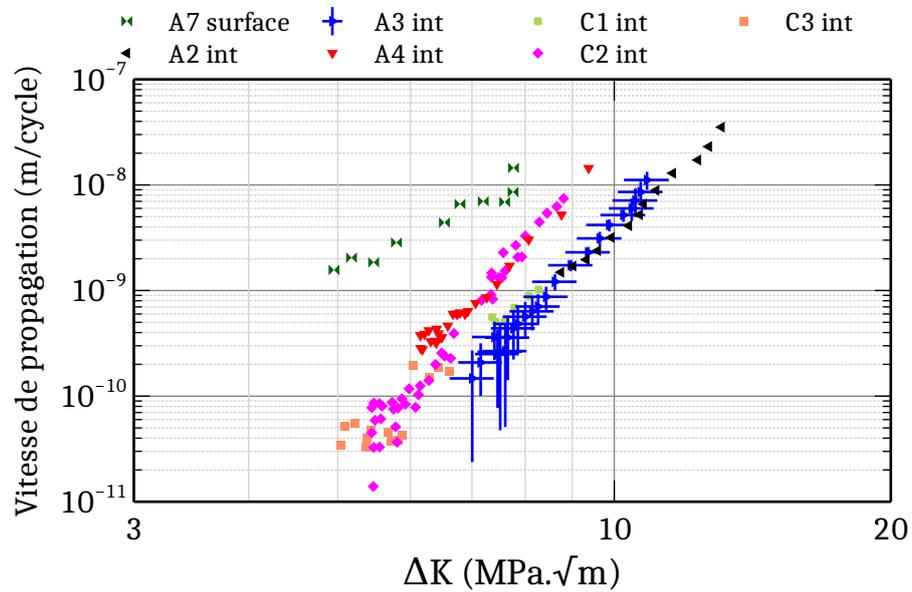


Figure 2.13. Incertitudes sur les données de propagation. Exemple de l'éprouvette A3.

2.4 Amorçage des fissures

2.4.1 Un amorçage rapide

La longueur de la fissure équivalente, a_{eq} , a été tracée en fonction de la fraction de durée de vie pour les éprouvettes A2, A4, C2 dont les durées de vie sont connues³ (voir figure 2.14). Afin d'évaluer la part de la durée de vie des échantillons consacrée à l'amorçage de la fissure, un critère simple a été défini. Lorsque la fissure propage d'une taille de grain moyenne (équivalente à $4,4 \mu\text{m}$) depuis le défaut, nous considérons la période d'amorçage terminée. Les fissures des éprouvettes A2, A4 et C2 propagent de manière globale d'une taille de grain équivalente pour des fractions de durée de vie de 6,7%, 9,5% et 12%. Dans la mesure où les fissures amorcent très rapidement (lorsque N est équivalent à 10% de N_R), nous pouvons considérer que la phase **d'amorçage des fissures internes est très courte/négligeable par rapport au temps passé à propager**. Ce constat est à garder en mémoire pour la suite de l'étude.

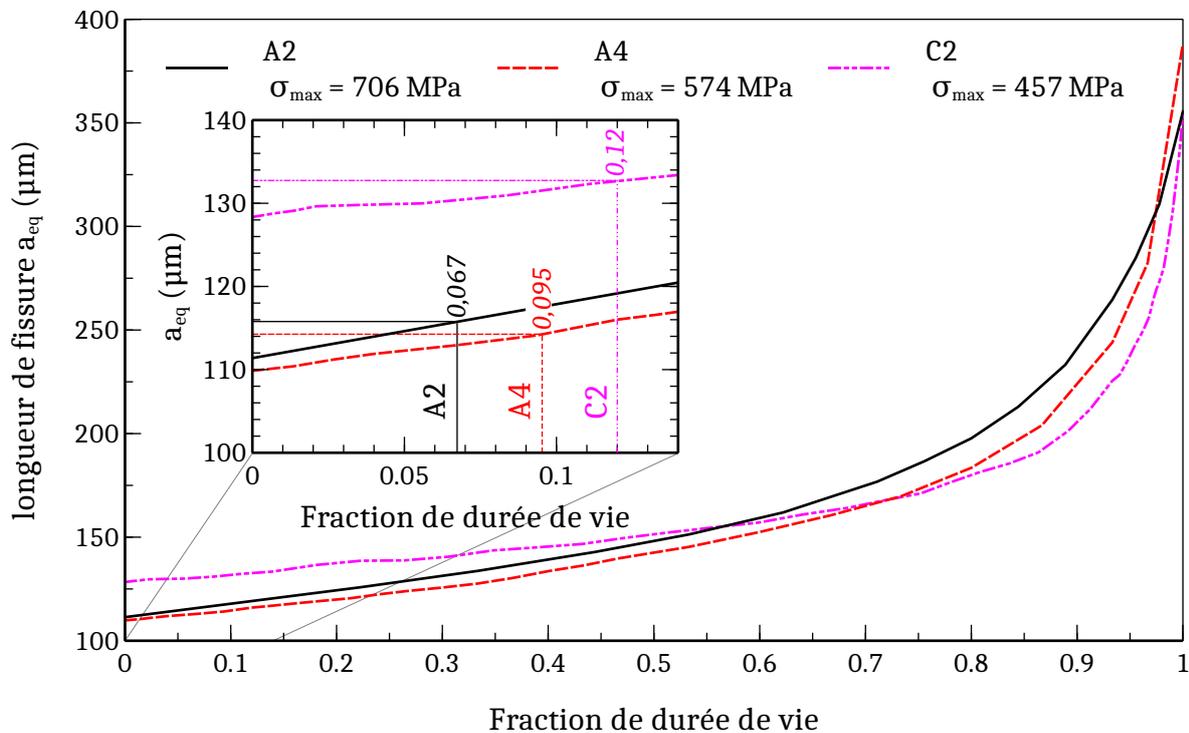


Figure 2.14. Evolutions des tailles de fissures en fonction de la fraction de durée de vie des éprouvettes A2, A4 et C2. La fraction de durée de vie pour laquelle les fissures propagent globalement d'une taille de grain ($4,4 \mu\text{m}$, voir figure 1.13) est déterminée.

Une remarque peut par ailleurs être émise quant aux valeurs relatives de cette définition

3. L'éprouvette C2 n'ayant pas été cassée lors de l'expérience, il a été considéré que sa durée de vie était celle pour laquelle le dernier scan tomographique a été effectué. Cette approximation est sans conséquence puisque la taille de la fissure était proche de celles observées sur le faciès de rupture des éprouvettes A2 et A4 qui elles ont été cassées. De plus l'éprouvette A3 n'a pas été prise en compte dans cette analyse puisque cyclée à deux niveaux de contrainte.

de l'amorçage. En combinant les données du tableau 2.9 et de la figure 2.14, nous pouvons remarquer que plus la contrainte est faible, plus le pourcentage de la durée de vie que consomme la fissure pour propager d'une taille de grain est élevée.

Par ailleurs, de nombreuses études sur le Ti-6Al-4V supposent que les fissures internes naturelles amorcent très tôt au cours de la durée de vie des échantillons. Par exemple, *Steele et McEvily* [STE 76] ont été les premiers à émettre une telle hypothèse. Bien qu'à l'époque aucune observation directe n'ait été faite, leur raisonnement était que, pour de faibles amplitudes de contrainte (à des niveaux où l'amorçage a lieu en interne), l'amplitude de la boucle de contrainte-déformation tendait à saturer très rapidement, lors des premiers cycles. Il semblerait donc que pour ces niveaux de contrainte, les incompatibilités de déformation induites par la microstructure provoquaient la formation de fissures très tôt.

Dans notre cas l'introduction, dans l'éprouvette, d'un fort concentrateur de contrainte a joué un rôle crucial dans cet amorçage immédiat. L'entaille produite est en effet très aiguë, puisque celle-ci a une ouverture de tout au plus $20 \mu\text{m}$ (voir figure 2.10).

2.4.2 Un amorçage localisé

2.4.2.1 Lieu d'amorçage

L'amorçage s'est tout le temps effectué au niveau du défaut interne. L'examen détaillé des faciès de rupture au MEB révèle des mécanismes qui s'apparentent à du clivage et du quasi-clivage au sein de la tôle recevant le défaut, comme le montre la fractographie à fort grandissement de l'échantillon C2⁴ (figure 2.15). On peut remarquer sur l'image b) que l'amorçage s'effectue sur toute la longueur des côtés du défaut (voir pointillés blancs), qui plus est de part et d'autre de celui-ci. Sur les images c) et d), représentant la même zone fracturée, plusieurs zones peuvent être distinguées. Premièrement, sur l'image c), il est possible de distinguer deux zones d'amorçage. La première consiste en une zone clivée alors que la seconde en une zone quasi-clivée, la limite étant la ligne pointillée. De manière plus détaillée, en figure 2.15 d), quatre zones ont été clairement identifiées. La première montre des grains clivés. Une deuxième zone montre une transition entre les deux mécanismes mis en jeu, la zone de clivage laisse place à une zone quasi-clivée (zone 3 sur la figure 2.15 d)). Enfin la quatrième zone représente la propagation proprement dite de la fissure de fatigue.

Ces observations sont en accord avec celles de nombreux auteurs, particulièrement en fatigue-fluage. *Pilchak et Williams*, *Uta et al.*, *Sinha et al.* ont par exemple montré par des examens fractographiques que plusieurs types de facettes existent : celles d'amorçage et d'autres de propagation [SIN 06, UTA 09, PIL 11]. Pour les facettes d'amorçage, d'aspect lisse, il a été observé que le plan de fissuration était très proche du plan basal (à quelques degrés près). *A contrario*, les facettes de propagation ont des réseaux de rivières qui ressemblent aux veines d'un feuillage, dont l'origine est la facette d'amorçage. A cause de cette non planéité, ces facettes font un angle plus élevé avec le plan basal (de l'ordre de la dizaine de degrés). Cette différence entre les deux cas a été attribuée au fait que le grain où amorce une fissure est favorablement orienté pour du glissement basal, contrairement aux grains où la fissure propage. Celle-ci doit alors s'accommoder pour fissurer le grain selon un plan basal mais son orientation implique la formation de rivières

4. Cette éprouvette a été rompue en traction monotone après les essais *in situ*.

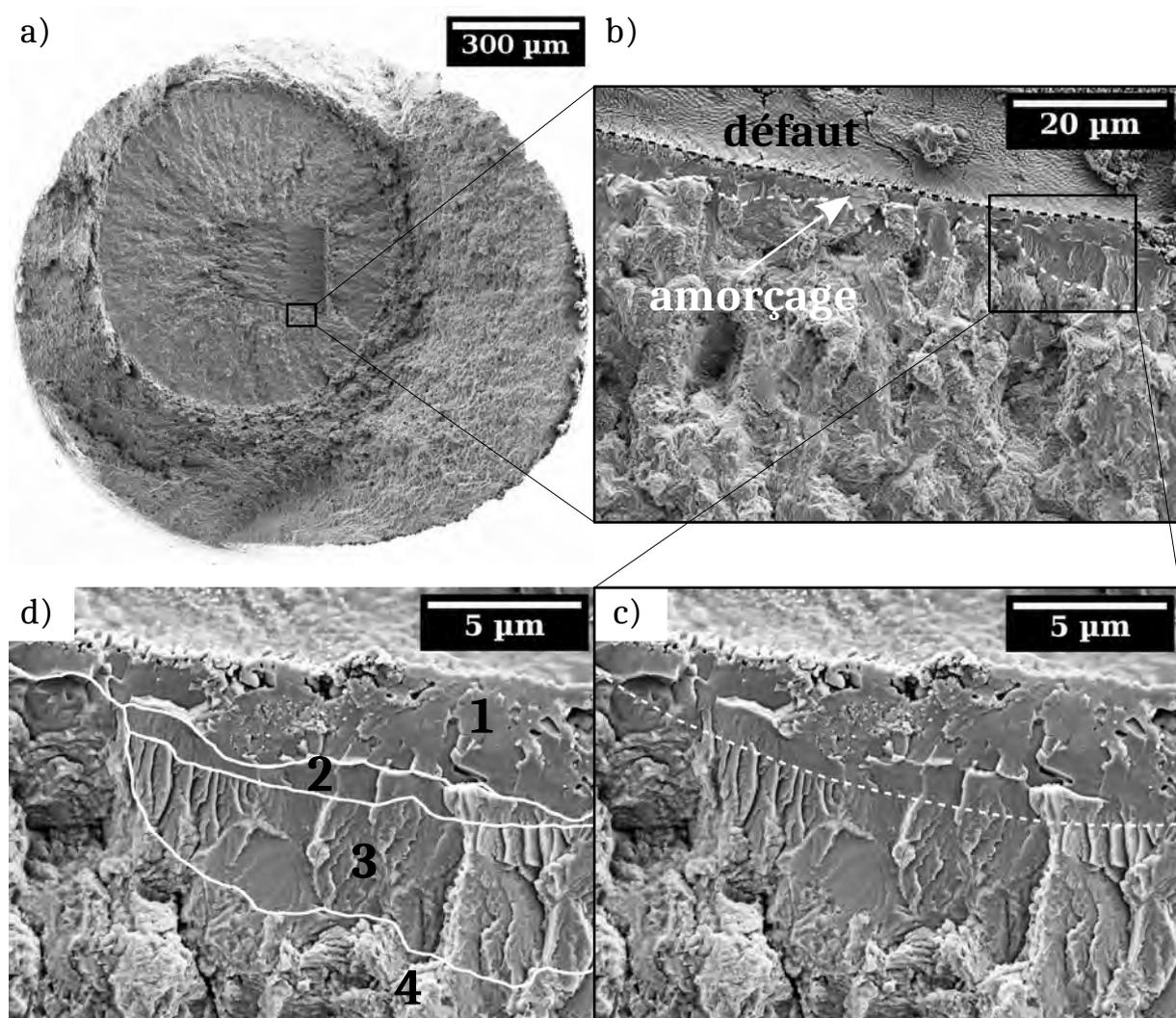


Figure 2.15. Fractographie de l'échantillon C2. a) Vue globale. b) Vers le site d'amorçage de la fissure. c) et d) A l'échelle micrométrique, il est possible de remarquer plusieurs mécanismes. 1 : clivage. 2 : transition vers un mécanisme de pseudo-clivage. 3 : pseudo-clivage. 4 : propagation.

qui font que le plan global de fissuration du grain s'éloigne du plan basal, comme expliqué par *Pilchak et al.* [PIL 09] dans le cas d'un alliage moulé de Ti-6Al-4V ayant subi une compaction isostatique à chaud (en anglais *Hot Isostatic Pressing HIP*) avant essais.

L'amorçage se fait préférentiellement au sein de la tôle recevant le défaut. Cette observation peut s'expliquer par la texture cristallographique de cette tôle qui présente une forte proportion de plans basaux perpendiculaires à la direction de sollicitation des éprouvettes. Ce constat est appuyé par des modèles d'amorçage et des simulations en plasticité cristalline (CP) développés par différents auteurs [STR 57, EVA 94, DUN 08, BAC 10].

Dunne et al. ont développé un modèle de CP [DUN 08, BAC 10] qui se base sur le modèle proposé par *Evans et Bache* [EVA 94]. Ces derniers supposent que la formation d'une facette peut s'expliquer par le modèle de Stroh [STR 57], où la formation d'une bande de glissement

dans un grain "faible" (sur un plan prismatique), induit une telle concentration de contrainte que celle-ci permet l'apparition d'une fissure basale dans un grain voisin "fort" (avec son axe \vec{c} orienté selon l'axe de sollicitation, voir figure 1.9 b)). Ainsi, *Dunne et al.* ont modélisé l'amorçage d'une fissure par un critère simple : la contrainte normale au plan basal au sein d'un grain doit être supérieure à une contrainte critique de "clivage", évaluée à 1200 MPa par *Jones et Hutchinson* dans le cas du titane à maille hexagonale compacte [JON 81]. Les calculs CP effectués sur une microstructure réelle (basée une carte EBSD) ont montré une excellente adéquation avec les données expérimentales de fatigue-fluage. Dans ces conditions de simulation, il a été mis en évidence que le développement d'une facette basale se fait très rapidement lors des cycles de chargement.

Des calculs de CP par les mêmes auteurs ont montré qu'une des conditions les plus favorables à un amorçage en fatigue-fluage était d'avoir, comme nommé par *Dunne et al.*, une microstructure qualifiée de "*rogue grain microstructure*" : un grain "faible" orienté avec son axe \vec{c} quasi perpendiculaire à la direction de traction et un plan prismatique à 70° à l'axe de sollicitation à côté d'un grain "fort" orienté parallèlement à l'axe de sollicitation. Cette simulation confirme l'hypothèse effectuée par [EVA 94] sur le mécanisme d'amorçage d'une fissure.

Dans notre cas, c'est le défaut qui concentre les contraintes et non une bande de glissement au niveau d'un grain faible. L'amorçage se fait en son bord par fissuration de plans basaux comme le prévoit les modèles [EVA 94, DUN 08, BAC 10].

Par ailleurs, l'acuité de l'entaille est nettement plus élevée sur les bords qu'en fond d'entaille. Nous avons vu par exemple en figure 2.10 que le défaut en fond d'entaille n'est pas continu, et forme des agrégats de pores de forme arrondie du fait de la perte d'énergie du faisceau laser. Le rendu 3D de la figure 1.18 montre clairement que le défaut n'a pas une grande acuité en fond d'entaille. En revanche, sur une section perpendiculaire à celle présentée figure 2.10 (éprouvette A2), il apparaît que le défaut à cet endroit ressemble très fortement à une fissure, avec une ouverture de l'ordre de la taille de voxel, soit environ $1 \mu\text{m}$ (voir figure 2.16). Le facteur de concentration des contraintes étant relié à la longueur du défaut et au rayon en fond d'entaille, il semble logique que l'amorçage se fasse préférentiellement sur les côtés du défaut.

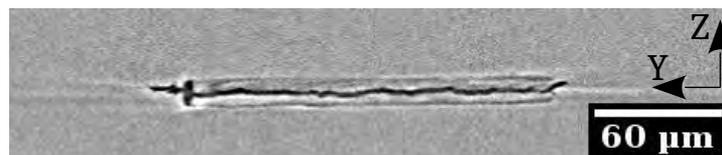


Figure 2.16. Section tomographique de l'entaille laser de l'éprouvette A2, prise perpendiculairement à celle montrée en figure 2.10. La direction du faisceau laser est parallèle à la direction X.

2.4.2.2 Un amorçage difficile à l'interface de soudage

Au niveau de l'interface de soudage, l'amorçage des fissures a été plus lent (voir figure 2.11 a)). Deux explications peuvent être avancées. Premièrement, la texture cristallographique de la tôle chapeau est très différente de celle recevant le défaut, comme déjà montré en figure 1.14. Les fractions de grains orientés avec leur axe \vec{c} parallèle et perpendiculaire à l'axe de traction

sont, respectivement plus faible et plus forte dans la tôle chapeau que dans la tôle contenant le défaut. Or, comme nous l'avons déjà signalé, il est généralement admis que les fissures amorcent selon des plans (presque) basaux (voir § 2.4.1). Même si pour quelques éprouvettes l'amorçage à l'interface s'est effectué rapidement, probablement du fait que quelques grains étaient orientés favorablement (voir par exemple la figure 2.18 b)), des facettes rugueuses d'aspect différent de celles observées sur les bords du défaut (clivage et quasi clivage, voir figure 2.15) ont été observées, comme illustré en figure 2.17 a) pour l'éprouvette C2. Compte tenu de la texture cristallographique, il est probable que les plans fissurés soient prismatiques. Il a été montré par *Bridier et al.* [BRI 08] que l'amorçage de fissures de fatigue surfacique était plus rapide lorsque le plan de fissuration était basal que prismatique. *Bantounas et al.* ont également montré que les produits ayant une texture favorisant la fissuration basale montraient des performances en fatigue mégacyclique inférieures aux produits ayant des textures bien distribuées [BAN 09]. Ces dernières observations sont en accord avec nos résultats expérimentaux.

Deuxièmement, au niveau de la DBI (*Diffusion Bonding Interface*), le défaut présente des entailles de faible taille ($\sim 1 \mu\text{m}$) aux deux coins du biseau qui forme le point d'entrée du laser dans la tôle (voir flèches de la figure 2.17 b). Dans l'éprouvette A2, deux fissures ont amorcé au niveau de ces entailles (voir figure 2.10). Même si sur la coupe montrée, la fissure du haut semble être plus grande au départ, celle du bas a pris l'ascendant à partir de 20 000 cycles avant de propager de manière stable. Or il est connu que deux fissures qui se superposent voient leur vitesse de propagation à l'endroit du chevauchement diminuer [KAM 08a, KAM 08b]. Pour propager, une des deux fissures doit l'emporter sur la deuxième ; par exemple, ceci peut se produire si les grains qu'elle traverse sont orientés plus favorablement (pour du glissement basal ou prismatique dans notre cas).

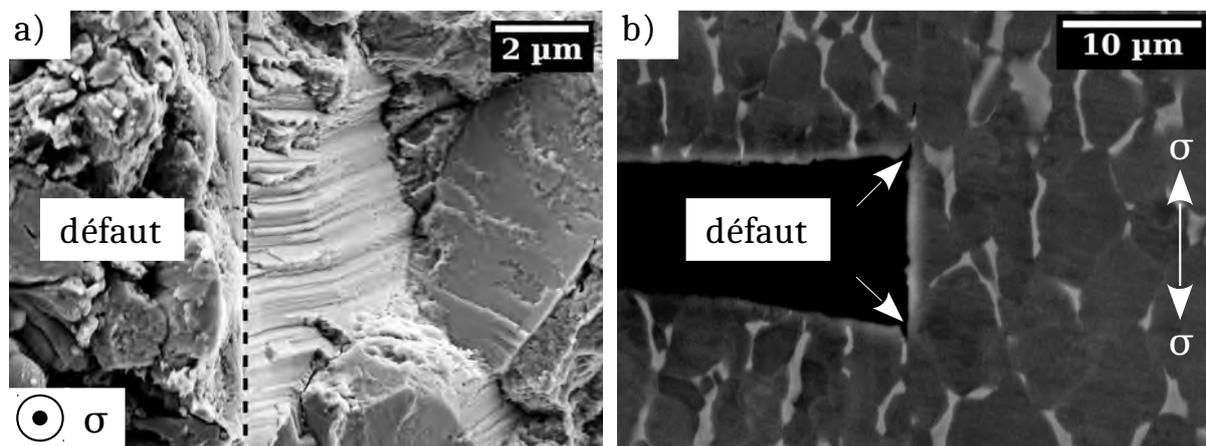


Figure 2.17. a) Fractographie proche du défaut au niveau de l'interface de soudage de l'éprouvette C2 montrant des facettes formant des marches parallèles à la direction de propagation. b) Image MEB BSE d'une coupe du défaut soudé de l'éprouvette B8 (non testée en fatigue) au niveau de l'interface de soudage. Des entailles sont présentes au niveau de chaque coin du biseau (voir flèches).

2.4.2.3 Mesure de la vitesse de propagation intra facette

Des éléments intéressants ont été observés aux amorçages de différentes éprouvettes. En figure 2.18 sont mis en évidence des marquages de front, qui correspondent probablement à une propagation cycle par cycle et non fragile au sein des facettes d'amorçage, pour les échantillons C2 et E2 (des observations similaires ont été faites sur d'autres éprouvettes - A3, B1 *ex situ* - bien que de manière moins marquée). L'éprouvette E2 a été testée *ex situ* à une contrainte maximale de 582 MPa et un rapport de charge R de 0,09.

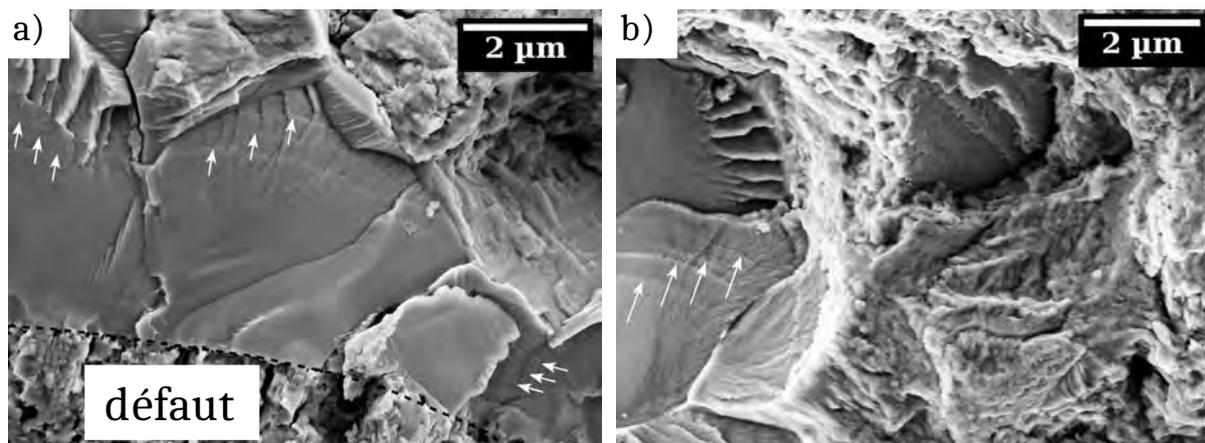


Figure 2.18. Marquage de certains fronts de fissures (voir flèches) au niveau des facettes d'amorçage pour les échantillons C2 a) et E2 b). Pour l'éprouvette C2, la zone d'intérêt se situe dans la tôle recevant le défaut, avec une propagation du bas vers le haut. Pour l'éprouvette E2, la zone d'intérêt se trouve au niveau de l'interface de soudage, avec une propagation de la gauche vers la droite.

Une évaluation de la longueur de l'espacement entre plusieurs marquages de front a été effectuée pour les images données en figure 2.18. Il est à noter que les mesures ont été directement prises depuis les images MEB, sans utilisation d'une technique (*Quantitative Tilt Fractography*) permettant de prendre en compte l'orientation des facettes par rapport à l'image prise [PIL 09, TYM 16]. Ces mesures nous permettent néanmoins d'estimer l'ordre de grandeur de la vitesse avec confiance. Pour ces deux éprouvettes, les vitesses d'avancée des fissures dans le régime facetté a été comparé à la vitesse de l'éprouvette A7, dont la propagation d'une fissure surfacique a été suivie *in situ* (régime de stries). La variation du FIC a été évaluée grâce à la formulation de Murakami, en prenant en compte la taille du défaut initial. Les vitesses des fissures au sein des facettes ont été recueillies et une valeur moyenne tracée, faisant apparaître un point pour chaque éprouvette. Les résultats, présentés en figure 2.19, montrent que les vitesses de propagation des fissures au sein d'une facette sont environ deux ordres de grandeur plus élevées que pour une fissure surfacique de taille équivalente.

Des observations similaires ont été rapportées par d'autres chercheurs [PIL 09, PIL 11, PIL 13], qui ont par exemple volontairement induit des marquages de fronts pour observer la croissance de fissures dans un régime facetté. *Pilchak et al.* ont ainsi observé que la propagation de fissures de fatigue au sein d'une facette pouvait prendre plusieurs milliers de cycles [PIL 09]. Or il

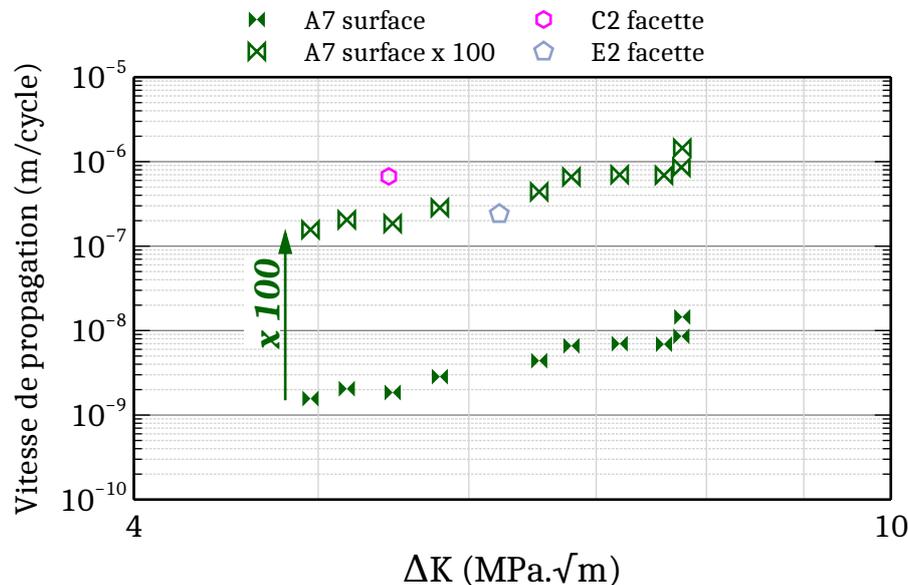


Figure 2.19. Vitesses moyennes des fissures dans le régime facetté comparé à la vitesse d'une fissure surfacique. Comme trouvé par *Pilchak* [PIL 13], il y a deux ordres de grandeurs de différence entre ces deux régimes.

est d'usage d'employer les termes "clivage" [HON 17] ou "quasi-clivage" [EVA 94, BAC 03] pour décrire la formation de telles facettes. Nos observations expérimentales ainsi que celles obtenues par *Pilchak et al.* [PIL 09] montrent que ces termes sont inappropriés. En effet le terme de clivage est généralement associé à une rupture fragile (et très rapide) des liaisons atomiques lorsque la contrainte normale au plan de clivage est très élevée. Dans le cas d'une fissure de fatigue et d'une propagation cycle par cycle au sein d'une facette, la rupture est causée par un endommagement par glissement graduel au niveau d'une bande de glissement persistante. Le terme de "quasi-clivage" initialement proposé par *Evans et Bache* semble donc être trompeur. C'est la raison pour laquelle *Pilchak et al.* ont proposé le terme "*low ΔK faceted crack growth*".

Pilchak a également évalué les vitesses de propagation de fissures naturelles subsurfaciques dans des régimes facettés et comparé ces résultats au régime comportant des stries (sous air) dans un alliage de Ti-7.02Al-0.11O-0.015Fe moulé (taille de grain de 75 μm) [PIL 13]. D'après ses observations, les fissures de fatigue et fatigue-fluage propagent à la même vitesse dans le régime de stries (pour des tailles de fissures équivalentes). De plus, un marquage des fronts cycle par cycle a été nettement observé pour le cas du chargement en fatigue-fluage (et non en fatigue par manque de plasticité en pointe de fissure selon l'auteur). Il en résulte des vitesses de propagation des fissures facettées allant jusqu'à deux ordres de grandeur plus vite que celles dans le régime de strie pour des FIC équivalents. Les vitesses de propagation mesurées pour les éprouvettes C2 et E2 (voir figure 2.19) sont donc comparables avec les observations décrites ci-dessus.

Les observations du comportement des fissures intra facettes montrent à quel point il est crucial de continuer les investigations sur ce phénomène, et peut expliquer les grandes différences entre les propriétés en fatigue de produits dont les textures cristallographiques sont différentes,

notamment s'ils présentent des macro-zones [BIA 02, BAN 07].

Avant de conclure cette partie il est convenable de remarquer que les résultats présentés sont à prendre avec précaution, notamment au niveau des valeurs calculées dans le diagramme de Paris. Au niveau des facettes, la fissure est en effet certainement comprise dans la zone d'influence du défaut (même si celui-ci est fortement similaire à une fissure). Cette zone d'influence fait que la détermination du FIC est probablement entachée d'erreur, même si les calculs présentés montrent une tendance et permettent une discussion sur l'importance d'étudier les fissures dans le régime facetté, notamment pour élucider le caractère de ce mécanisme apparenté à du clivage.

2.4.3 Synthèse sur l'amorçage des fissures internes

Dans cette section, l'amorçage des fissures internes depuis les défauts artificiels a été traité. Pour la suite de l'étude, les points suivants sont à retenir :

- L'amorçage des fissures internes est immédiat.
- L'amorçage se fait préférentiellement sur les côtés du défaut sur des plans probablement basaux.
- L'amorçage au niveau de l'interface est difficile du fait (i) d'une texture moins favorable et (ii) d'un double amorçage favorisé par le défaut conduisant à un chevauchement de deux fissures qui interagissent et se ralentissent mutuellement.
- Un marquage des fronts observé sur certaines facettes d'amorçage a permis d'évaluer la vitesse de propagation au sein d'une facette. Celle-ci est, environ, deux ordres de grandeur plus élevée que la propagation stable d'une fissure de fatigue de taille équivalente sous air.

2.5 Analyse de la propagation des fissures

2.5.1 Rôle de l'environnement

La littérature considère que les fissures internes dans le Ti-6Al-4V se propagent sous UHV (voir § 2.1.4.2). Il est donc nécessaire d'essayer de déterminer l'environnement dans lequel les fissures amorcées à partir de nos défauts artificiels ont propagé. Pour ce faire, plusieurs méthodes ont été employées. Premièrement, des essais de fissuration en environnements contrôlés ont été effectués, sur des fissures longues. Les courbes de propagation ainsi déterminées ont été comparées à la littérature, ainsi qu'aux données expérimentales des essais *in situ*. Enfin, des essais *ex situ* ont été menés avec différentes conditions expérimentales pour (i) vérifier si le défaut interne est sous vide et (ii) mettre sous air le défaut interne ce qui nous a permis de faire propager une fissure interne sous air. Les résultats sont présentés dans les paragraphes suivants.

2.5.1.1 Essais de fissuration sous environnements contrôlés (Institut P')

Des éprouvettes SENT (pour *Single Edge Notch Tension*) ont été usinées à partir de tôles ayant subi le traitement thermique appliqué au soudage par diffusion (§ 1.5.3.2). Des essais de fissuration ont été effectués par Guillaume Benoit, Ingénieur d'études à l'institut P' de Poitiers, sous la direction de Yves Nadot, coordinateur du projet GIGADEF. Les essais de fissuration ont été menés à 30 Hz avec un rapport de charge $R = 0,1$. Le suivi des fissures a été effectué par microscopie optique de part et d'autre de l'éprouvette. Après une phase d'amorçage pour un FIC au-dessus du seuil, les essais ont été conduits à FIC décroissant, en s'assurant que la fissure soit longue (voir figure 2.4 d)). Deux éprouvettes ont été testées : la première sous air et la seconde sous un vide de 10^{-3}Pa .

Afin de quantifier la propagation des fissures de fatigue, la variation du FIC a été calculée à l'aide de la formule suivante, issue de [TAD 00] :

$$\Delta K_{sent} = \Delta P \frac{\sqrt{\pi a_s}}{BW} \left[1,12 - 0,23 \left(\frac{a_s}{W} \right) + 10,55 \left(\frac{a_s}{W} \right)^2 - 21,71 \left(\frac{a_s}{W} \right)^3 + 30,38 \left(\frac{a_s}{W} \right)^4 \right] \quad (2.7)$$

avec ΔP la variation entre l'effort maximal P_{max} et l'effort minimal P_{min} pour un cycle de chargement ($\Delta P = P_{max} - P_{min}$), a_s la longueur de fissure, B l'épaisseur de l'éprouvette et W sa largeur. L'accroissement de la longueur de la fissure a été déterminé en faisant une moyenne des longueurs de part et d'autre de la tôle. Les courbes de propagation ainsi obtenues sont montrées en figure 2.20.

Les données recueillies montrent que les fissures propageant sous vide ont des vitesses de propagation très inférieures à celles propageant sous air. Les résultats de ces essais de fissuration ont été comparés à ceux obtenus par *Oguma et Nakamura* [OGU 13] pour des fissures longues qui ont effectué des essais conformes à la norme ASTM-E647-00. Il est possible d'observer que les données obtenues à se superposent avec celles des chercheurs japonais précédemment mentionnées, obtenues sur un alliage similaire.

Des lois puissances ont été extraites des données de fissuration obtenues à P' en appliquant

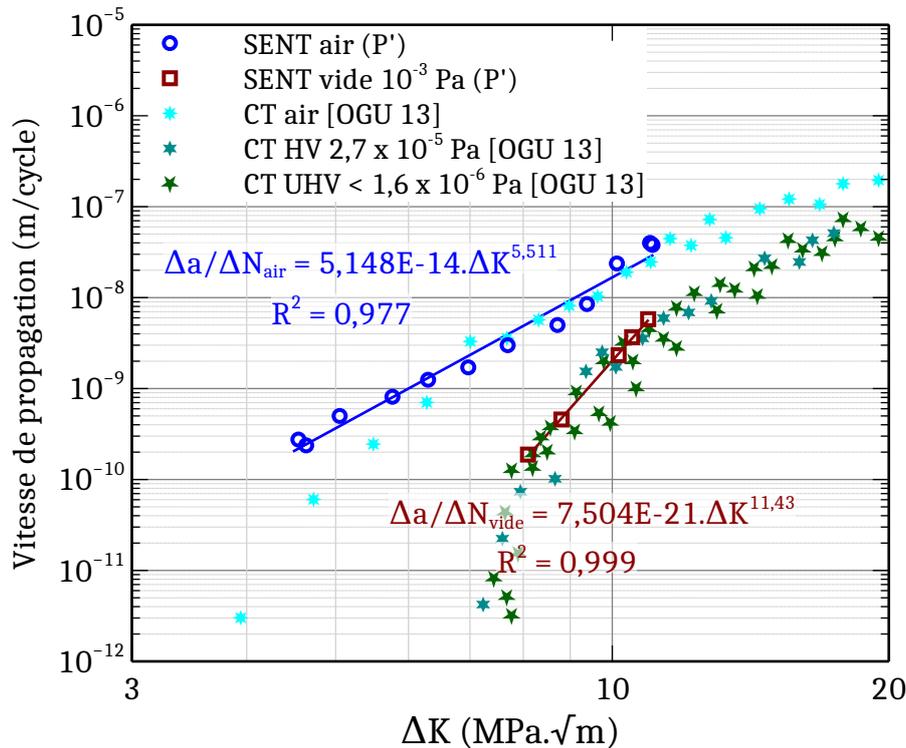


Figure 2.20. Données de propagation du Ti-6Al-4V utilisé lors de cette thèse (tôle 1 mm). Une comparaison est effectuée avec les données obtenues pour des fissures longue sur éprouvettes CT [OGU 13].

des régressions linéaires en échelles logarithmiques et sont affichées sur la figure 2.20. Même si les données ne sont pas situées dans le régime de Paris (surtout sous vide), la linéarité des points mesurés ainsi que le domaine des FIC considérés au regard des valeurs de nos éprouvettes à défaut artificiel nous permet d'utiliser ce formalisme. Pour la suite, on retiendra donc les valeurs suivantes :

$$\Delta a / \Delta N_{air} = 5,148 \cdot 10^{-14} \Delta K^{5,51} (m/cycle) \quad (2.8)$$

pour l'air et

$$\Delta a / \Delta N_{vide} = 7,504 \cdot 10^{-21} \Delta K^{11,43} (m/cycle) \quad (2.9)$$

pour le vide.

2.5.1.2 Observation de propagations issues des essais *in situ*

Les courbes de propagation *in situ* ont été présentées en figure 2.12. D'après ces résultats, il semble évident que les fissures internes testées propagent à des vitesses inférieures à leurs homologues de surface. Cette différence est attribuée au rôle de l'environnement en pointe de

fissure, qui est censé être de l’UHV en interne. Pour vérifier ceci, une comparaison des données *in situ* avec (i) celles de fissuration (§ 2.5.1.1) et (ii) les données de la littérature [YOS 16b, YOS 19], a été effectuée. *Yoshinaka et al.* ont étudié le comportement de fissures courtes de surface sous différents environnements (air, argon, UHV), comme présenté en figure 2.8 b). Ces essais ont été effectués avec le même matériau que celui testé par *Oguma et al.* pour lequel nous avons comparé nos données de fissures longues. Il ressort de leurs études que les fissures internes courtes ont le même comportement que celles de surface propageant sous UHV [YOS 19]. Ainsi, pour comparer nos données à ces dernières, il est essentiel de connaître dans quel régime de fissuration nous nous trouvons. Les fissures internes propagent quant à elles en conditions de déformations planes en pointe de fissure. Le rayon plastique, six fois inférieur que dans le cas des contraintes planes [KRU 07], est défini par :

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{max}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.10)$$

Pour qu’une fissure soit considérée comme longue, il faut que sa taille soit au moins cinquante fois supérieure à la taille de sa zone plastique [KRU 07], ou que la taille de la zone plastique soit plus grande que la taille caractéristique de la microstructure [BEE 77].

Pour les tailles de fissures prises en compte dans les données de la figure 2.12, le tableau 2.3 récapitule les valeurs de la zone plastique avec la validité ou non des critères de fissure longue décrits précédemment. Il en résulte qu’au regard de ces critères, les valeurs numériques pour nos fissures sont très proches du seuil de transition entre les fissures courtes et longues. La taille de la zone plastique étant généralement inférieure à la TdG en début de propagation, et la fissure assez longue pour considérer la microstructure comme étant continue, **il est estimé que toutes les fissures internes testées dans cette thèse sont des fissures physiquement courtes en début de propagation** (voir § 2.1.2). Seule la fissure de l’éprouvette C2 est qualifiée de longue en fin de propagation. Les résultats obtenus par [YOS 16b], avec des tailles de fissures semblables aux nôtres et une contrainte appliquée sensiblement supérieure, nous permettent de faire une comparaison directe de nos résultats. Une étude plus approfondie sur les régimes de fissuration sera effectuée au § 2.5.5.

Les comparaisons sont montrées en figure 2.21. Comme évoqué précédemment, les fissures internes propagent à des vitesses plus faibles que celles de surface. Cependant, pour nos essais *in situ*, les fissures propagent plus vite que celles de surface sous vide (essais P’ et [YOS 16b]) et les quelques points de comparaison de fissures internes [YOS 19]. Même si pour les faibles FIC, les points des éprouvettes C2 et C3 se superposent avec ceux sous UHV des chercheurs japonais, les fissures tendent à propager plus rapidement à mesure que la variation du FIC augmente. Bien que les pentes de ces courbes pour les FIC considérés soient sensiblement les mêmes pour toutes les éprouvettes, il est possible de classer les échantillons en deux groupes distincts : A4, C2 et C3 d’un côté contre A2, A3 et C1 de l’autre. Cette dernière remarque fait l’objet d’une discussion au § 2.5.2. Il est par ailleurs à noter que les pentes de ces courbes sont très proches de celle obtenue pour l’essai de fissuration sous vide (cf. équation 2.9).

Pour mieux quantifier les effets de l’environnement en pointe de fissure, des essais *ex situ* ont été effectués. La présentation de ces essais et les résultats associés sont présentés au paragraphe suivant.

Eprouvette	r_p (μm)	$r_p > TdG?$	$a_{eq}/r_p > 50?$	Fissure
A2	Début : 6,3	Oui	20 : Non	?
	Fin : 14,2	Oui	22 : Non	?
A3	Début : 4,0	Non	30 : Non	courte
	Fin : 11,7	Oui	26 : Non	?
A4	Début : 3,7	Non	30 : Non	courte
	Fin : 11,5	Oui	34 : Non	?
A7 (coeur)	Début : 1,8	Non	79 : Oui	?
	Fin : 5,4	Oui	81 : Oui	longue
A7 (surface)	Début : 10,9	Oui	13 : Non	?
	Fin : 32,4	Oui	13 : Non	?
C1	Début : 3,6	Non	36 : Non	courte
	Fin : 4,9	Oui	35 : Non	?
C2	Début : 2,6	Non	50 : Non	courte
	Fin : 6,9	Oui	51 : Oui	longue
C3	Début : 2,4	Non	53 : Oui	?
	Fin : 3,8	Non	51 : Oui	?

Tableau 2.3. Détermination des régimes de fissuration des fissures testées *in situ*. Pour rappel, la taille de grain TdG fait $4,4 \mu\text{m}$. L'éprouvette A7 ayant une fissure de surface, deux conditions extrêmes - contraintes planes en surface et déformations planes à coeur - ont été étudiées.

2.5.1.3 Les fissures internes propagent-elles sous vide ? Des essais *ex situ*

L'objectif de cette partie est de savoir si les éprouvettes fabriquées permettent de reproduire le comportement de fissures internes naturelles. Pour ce faire, des essais en laboratoire avec la même machine et les mêmes éprouvettes que les essais synchrotron ont été effectués. Ces essais seront dénommés "*ex situ*". Contrairement aux essais suivis en tomographie les essais *ex situ* fournissent "seulement" une durée de vie N_R et un faciès de rupture. Cette durée de vie inclut une période d'amorçage N_a et une période de propagation N_p mais comme nous l'avons montré précédemment on considère $N_a \ll N_p$ et donc que $N_R \sim N_p$.

Une courbe de Wöhler obtenue avec des éprouvettes similaires à celles utilisées au synchrotron est donnée à la figure 2.22 a). Même si les points de cette courbe semblent montrer une belle reproductibilité des éprouvettes testées, la taille du défaut initial joue un rôle très important sur la durée de vie. Nous avons vu au chapitre 1 que la profondeur de l'entaille réalisée allait de 150 à 240 μm , induisant de fait un écart dans la taille de fissure équivalente a_{eq} de l'ordre de 25%. Une correction de la courbe de Wöhler doit donc être établie pour rendre compte de cet effet. En intégrant la loi de Paris (équation 2.1) depuis une longueur initiale a_i vers une longueur finale a_f , en supposant une formulation du FIC de la forme de l'équation 2.2, la durée de vie d'un échantillon dont l'amorçage est immédiat s'exprime par :

$$N_R = \frac{1}{C\delta^m \Delta\sigma^m \pi^{m/2}} \int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{a^{m/2}} = \frac{1}{C\delta^m \Delta\sigma^m \pi^{m/2}} \left[\frac{1}{a_i^{\frac{m}{2}-1}} - \frac{1}{a_f^{\frac{m}{2}-1}} \right] + \chi$$

avec χ , une constante d'intégration.

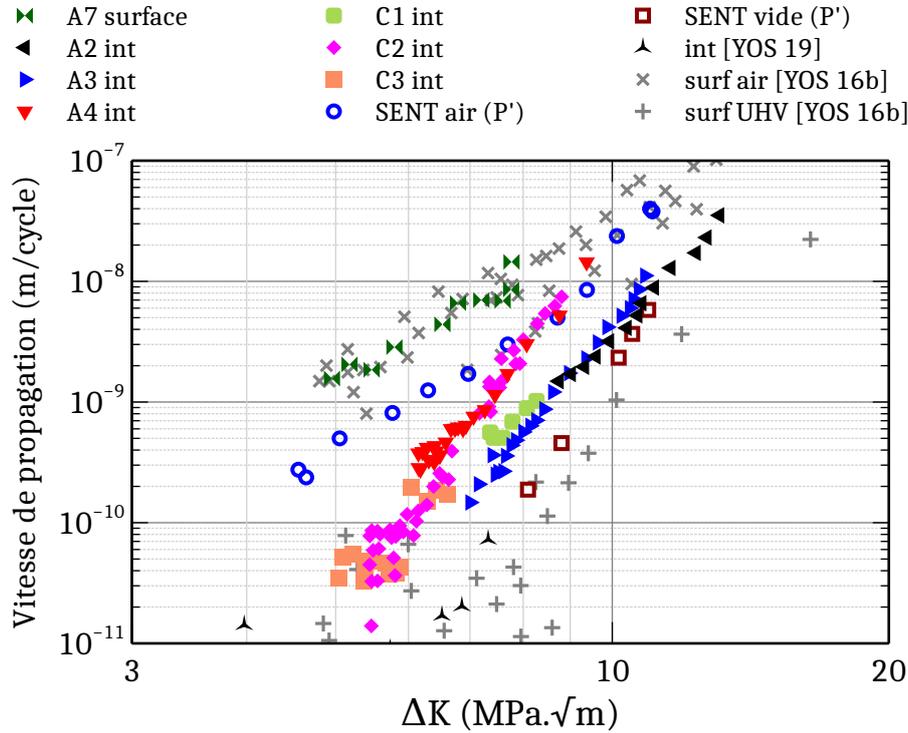


Figure 2.21. Courbes de propagation *in situ* comparées aux données de fissures longues et au travail de *Yoshinaka et al.* [YOS 16b, YOS 19] pour des fissures courtes de surface (air et UHV) et internes.

Au premier ordre, la durée de vie de l'éprouvette peut être approximée par la relation :

$$N_R \propto \frac{1}{a_i^{\frac{m}{2}-1}} = N_{Approx}(a_i) \quad (2.11)$$

En effet en prenant les résultats des six échantillons présentés précédemment, le terme $1/a_i^{\frac{m}{2}-1}$ vaut en moyenne $5,53 \cdot 10^{18}$ alors que le terme $1/a_f^{\frac{m}{2}-1}$ vaut en moyenne $1,16 \cdot 10^{16}$ ce qui donne un ratio de 0,22%, le dernier terme est donc négligeable.

La dernière relation (2.11) a été utilisée pour appliquer un facteur correctif sur les durées de vie des échantillons présentés. La pente m choisie est celle qui a été déterminée pour les essais de fissuration sous vide, à savoir une valeur de 11,43, qui correspond bien à nos données expérimentales. L'éprouvette ayant le défaut artificiel le plus petit a été choisie comme référence pour la normalisation. Concrètement, en notant a_{ref} la taille de la fissure équivalente au défaut le plus petit, la durée de vie normalisée d'une éprouvette avec une taille de fissure a_i est :

$$N_{Norm}(a_i) = N_R \frac{N_{Approx}(a_i)}{N_{Approx}(a_{ref})} = N_R \frac{a_{ref}^{\frac{m}{2}-1}}{a_i^{\frac{m}{2}-1}} \quad (2.12)$$

La figure 2.22 b) rend compte de l'influence de cette normalisation sur les courbes SN.

Dans cet exemple, des éprouvettes des jeux de plaques A, B et E ont été utilisées. Les deux premiers jeux avaient des défauts de tailles identiques alors que le dernier, issu d'une autre campagne d'usinage, contenait des défauts plus petits. On remarque après normalisation une quasi disparition de la dispersion dans les résultats. Pour la suite de l'étude, les courbes de Wöhler seront présentées en fonction de N_{Norm} .

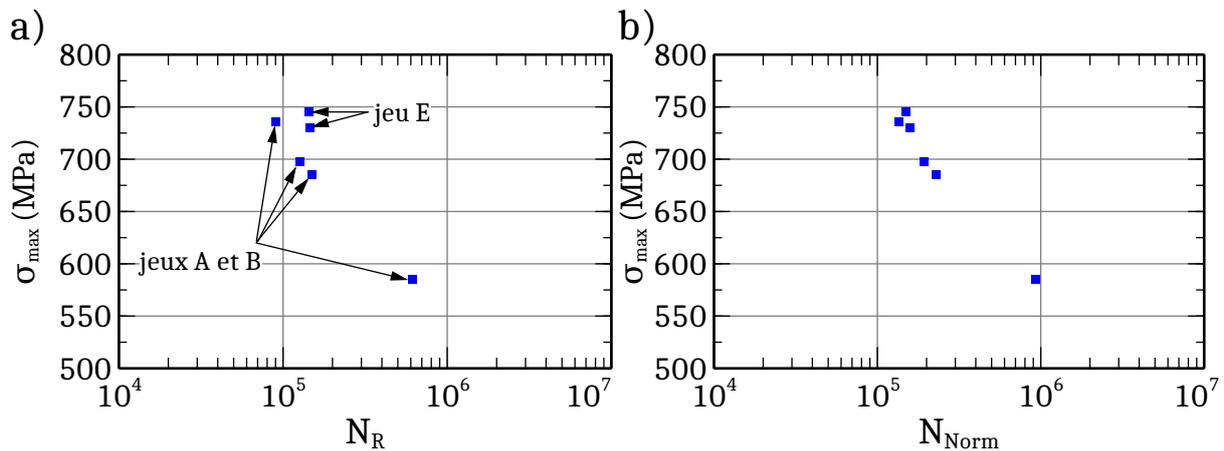


Figure 2.22. Courbes de Wöhler pour les éprouvettes *ex situ* : a) sans normalisation et b) avec normalisation par la taille de défaut initiale (voir le paragraphe menant à l'équation 2.12). Trois jeux de tôles (A, B et E) ont été utilisés pour produire les éprouvettes.

Un meilleur vide ?

Les données des essais *in situ* laissent penser qu'un gaz pourrait affecter la propagation des fissures internes induites. Des tentatives pour atteindre un meilleur vide de l'entaille laser ont été conduites dans le but de corriger ce problème.

Soudage sous argon :

Dans un premier temps, un soudage des tôles sous un flux continu d'argon a été entrepris pour chasser les éventuelles molécules d'oxygène au sein du défaut après mise sous vide primaire de la chambre du SPS (voir figure 2.23 a)). L'argon est un gaz industriellement utilisé pour le soudage par diffusion d'alliages de titane en combinaison avec le formage superplastique [PAR 95]. Bien que cette étape ait été effectuée lorsque les tôles étaient en contact sous une pression de 2 MPa, il est probable que les défauts de planéité et quelques rayures présentes à la surface des échantillons pouvaient permettre le transport de l'argon jusqu'au défaut. En effet après polissage de l'éprouvette C5, une image MEB d'une section du défaut, montrée en figure 2.23 b), indique que celui-ci avait probablement été sous pression d'un gaz lors du soudage. Le soudage au niveau du défaut ne s'est pas très bien effectué, probablement dû à un mauvais contact entre les deux tôles à cet endroit et à une pression causée par la dilatation du gaz induisant un pelage limité du joint en formation.

Les effets de ce gaz inerte sur la propagation de fissures de fatigue dans le Ti-6Al-4V sont encore mal connus. D'une part, *Wanhill* [WAN 76] a étudié l'effet de ce gaz lors d'essais sous argon sec pour différents matériaux : le Ti-6Al-4V et un IMI 318 (de même composition chi-

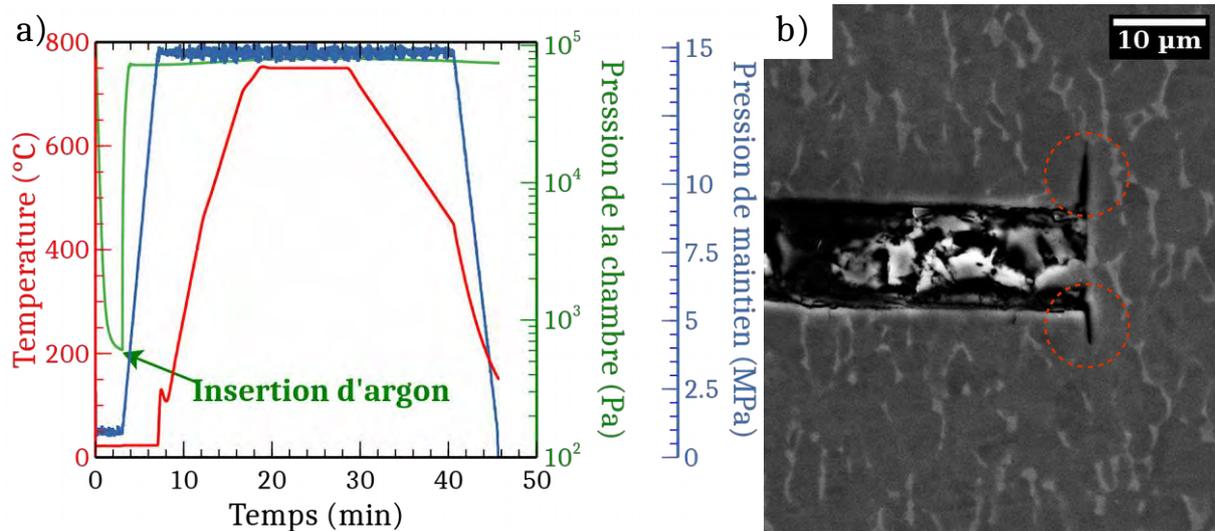


Figure 2.23. a) Conditions de soudage sous atmosphère d'argon. b) Image MEB SE au niveau de l'interface montrant deux zones non soudées (cercles), probablement dues à une dilatation d'argon pendant le cycle thermique.

mique) produits sous formes de tôles. Les textures de ces tôles anisotropes étaient équivalentes, cependant la taille des grains dans le Ti-6Al-4V était deux fois plus petite. Plusieurs essais dans des directions de sollicitations différentes (pour étudier l'influence de la texture) ont été effectués. Si tous les essais de fissuration conduisaient à des vitesses de propagation plus faibles sous argon que sous air, des différences notables ont été observées quant au comportement des différents matériaux/directions de sollicitation, notamment sous les faibles FIC. *Wanhill* a attribué ces différences au rôle du régime de propagation (fissure courte *versus* fissure longue) sur la sensibilité à l'environnement (argon sec).

Des essais de fissuration effectués par *Bache et al.* [BAC 97c] sous une faible pression d'argon (13 Pa) ont également montré une faible diminution des vitesses de propagation par rapport à des essais sous air.

D'autre part, comme montré par *Yoshinaka et al.*, la croissance de fissures courtes peut être affectée par un environnement inerte tel que l'argon [YOS 16b]. Une analyse basée sur les vitesses de propagation (voir figure 2.8 b)) et les faciès de rupture à l'échelle des grains a montré que les fissures courtes propageant dans de l'argon se comportent comme si elles propageaient (i) sous air pour les faibles FIC et (ii) sous vide pour les forts FIC. D'après les auteurs une période de transition, marquée par un passage du pseudo stade I au stade II de la fissuration, semble contrôler la transition de comportement des fissures propageant sous argon. L'argon étant un gaz neutre, un phénomène d'adsorption physique est suspecté pour expliquer ce comportement.

Traitement thermique après SPS :

Pour tenter de vérifier si le défaut interne est bien sous vide, une seconde méthode a été employée. Un traitement thermique après SPS a été effectué pour que l'oxygène potentiellement présent dans l'entaille puisse soit former une couche d'oxyde sur la surface du défaut soit diffuser dans la matrice (soit les deux). L'échantillon B3 a été ainsi placé dans une enceinte sous

vide secondaire dynamique de 5.10^{-2} Pa (pompage continu). Un traitement thermique de 5h à 750°C (même température que celle utilisée pour le soudage des tôles) a ensuite été réalisé avec une rampe douce de montée en température ($16^{\circ}\text{C}/\text{min}$) permettant de ne pas dépasser la température du palier. Un refroidissement lent dans l'enceinte du four a été réalisé. Les images 3D des défauts internes (figure 1.18 a)) permettent une estimation du volume d'air présent dans l'entaille. En effet, l'échantillon B3 provient du même lot que ceux testés *in situ* sur la ligne ID19. Leurs morphologies et volumes sont donc similaires. En supposant que l'air est composé à 21,95% de molécules d' O_2 et qu'il est emprisonné à température ambiante et pression atmosphérique dans le défaut (cas limitant), le nombre de molécules d' O_2 présentes dans l'entaille avant SPS a pu être estimé à $8,9.10^{11}$ en appliquant la loi de gaz parfaits à température ambiante. Une extrapolation linéaire des essais expérimentaux d'oxydation du Ti-6Al-4V à 750°C de *Guleryuz et Cimenoglu* [GUL 09] pour le temps de maintien de 5h a été réalisé. Ces derniers ont déterminé la prise massique de la couche d'oxyde par unité de surface du Ti-6Al-4V à 750°C avec un flux d'air constant. Connaissant la surface de l'entaille laser, il a été estimé que $5,0.10^{16}$ molécules de dioxygène auraient potentiellement pu migrer pour former une couche oxydée, ce qui est presque cinq ordres de grandeur supérieur à la quantité disponible. Compte tenu de ces calculs, il semble acceptable de postuler que l'entaille après traitement thermique est considérée comme étant sous vide.

L'utilisation de feuilles de graphite entre la matrice et les tôles à souder pendant le soudage par SPS est une potentielle source de contamination car le carbone forme des carbures avec le titane (TiC). Avant de réaliser ce traitement thermique, l'éprouvette a donc été préalablement polie pour enlever l'éventuelle couche de carbures de titane. Même sans enlever cette couche, un calcul rapide de diffusion du carbone dans le Ti-6Al-4V, en prenant en compte le coefficient de diffusion proposé par *De Barros et al.* [DEB 99], a montré qu'une couche de TiC pouvait pénétrer jusqu'à $\approx 140 \mu\text{m}$ de profondeur. Le traitement thermique ayant été fait avant polissage final de l'éprouvette, cette couche aurait cependant été enlevée au polissage ($500 \mu\text{m}$ de profondeur sont enlevés).

Les résultats des différentes conditions de soudage au SPS et traitements thermiques sont exposés en figure 2.24. Aucune différence entre les différentes conditions n'est observée. Nous pouvons donc raisonnablement considérer que l'entaille est sous vide après un "simple" soudage par diffusion. Pour la suite de l'étude, les résultats des différentes conditions de soudage et traitements thermiques sont donc considérés comme étant identiques et reproductibles.

Des essais complémentaires de durée de vie sur les éprouvettes dont les fissures propagent sous air ont également été entrepris pour vérifier le rôle de l'environnement sur la propagation des fissures internes.

Propagation sous air : fissures de surface

Pour établir une comparaison de durée de vie des échantillons contenant des fissures propageant sous vide et sous air, une première méthode, basée sur la propagation de fissures de surface a été mise en place. Les FIC n'étant pas identiques pour les fissures internes et celles de surface (voir facteur κ de l'équation 2.6), la taille du défaut surfacique a été réduite de façon à satisfaire la relation suivante :

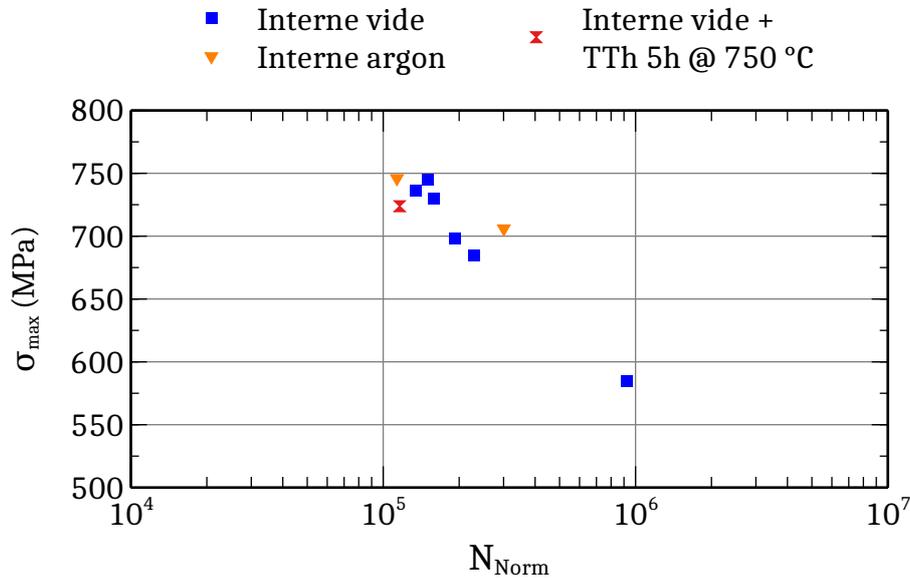


Figure 2.24. Courbes de Wöhler après différentes conditions de soudage et traitements thermiques.

$$\Delta K_{surf} = \Delta K_{int} \Rightarrow \sqrt{aire_{surf}} = \left(\frac{0,5}{0,65} \right)^2 \sqrt{aire_{int}} \approx 0,59 \sqrt{aire_{int}} \quad (2.13)$$

En supposant que les fissures internes forment un disque de rayon a_{int} et que celles de surface un demi-disque de rayon a_{surf} , il en découle :

$$a_{surf} \approx a_{int} \left(\frac{0,5}{0,65} \right)^2 \sqrt{2} \quad (2.14)$$

Deux éprouvettes avec des défauts surfaciques, I1 et I2, de dimension $120 \times 120 \mu m^2$ ont été testées. Les résultats seront présentés ultérieurement.

Propagation sous air : fissures internes

Les fissures surfaciques permettent de mettre le défaut en contact avec l'air et une comparaison des cinétiques de propagation par rapport aux fissures internes. Cependant, les conditions de chargement de ces fissures ne sont pas complètement identiques. En effet il est possible que les fissures surfaciques ne propagent pas à la même vitesse à cœur et en surface de l'éprouvette, à cause des conditions de chargement locales. Les conditions de contraintes planes et déformations planes pouvant potentiellement conduire à des contributions de la fermeture différentes dans ces deux cas [FER 06a]. Pour remédier à ce problème un canal débouchant, de type cheminée, a été usiné par laser femtoseconde⁵ à partir du défaut interne jusqu'à une des extrémités de

5. Je remercie Nicolas Saintier du laboratoire I2M qui a été le premier à évoquer l'idée d'insérer ce canal pour étudier les effets d'environnement. Je remercie également chaleureusement Arnaud Weck de l'université d'Ottawa pour sa (grande) patience dans l'usinage de ces canaux au laser femtoseconde.

l'échantillon pour mettre sous air les fissures internes. Une vue 3D schématique et une coupe tomographique du défaut et de la cheminée sont données en figure 2.25. La cheminée, usinée en même temps que le défaut, est très fine (environ $20 \mu\text{m}$) et présente la même profondeur que le défaut.

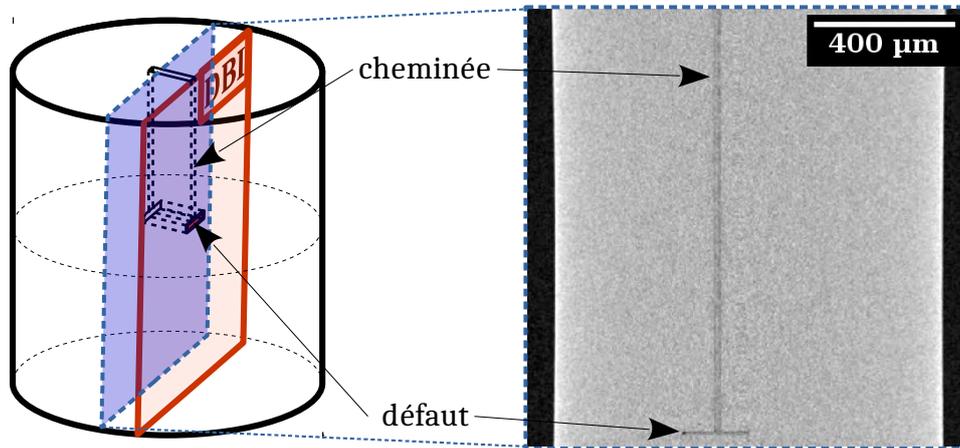


Figure 2.25. Représentation 3D schématique du fût de l'éprouvette avec cheminée. Une section tomographique est montrée sur l'image de droite.

Deux échantillons avec cheminée, nommés H3 et H4, ont été cyclés. Leurs durées de vie normalisées ainsi que celles des éprouvettes avec défauts de surface sont reportées en figure 2.26. Pour ces deux cas, la normalisation a été effectuée avec comme exposant de la loi de Paris $m = 5,51$ comme trouvé expérimentalement pour une fissure longue sous air. Pour les fissures de surface une étape supplémentaire de normalisation, faisant intervenir l'équation 2.14, est appliquée. La figure 2.26 montre que pour des contraintes maximales σ_{max} allant de 720 à 750 MPa, on peut constater une diminution forte de la durée de vie des éprouvettes ayant une fissure propageant sous air. En effet la durée de vie est diminuée d'un rapport 3 à 20 en fonction des éprouvettes prises en compte. De plus, une nette distinction peut être faite entre les éprouvettes à défaut surfacique et celles à cheminée. Cette différence peut s'expliquer par l'action de la fermeture qui est plus importante en contraintes planes qu'en déformations planes, augmentant ainsi la durée de vie des éprouvettes à défaut surfacique. D'après ces observations, il semble donc que les résultats les plus probants proviennent des éprouvettes avec cheminée, qui permettent de ne changer qu'un seul paramètre pour étudier **seulement** l'effet de l'environnement sur la propagation des fissures internes.

Il semble donc que les fissures internes propagent depuis le défaut artificiel dans un environnement assimilable à du vide. Pour tenter de conforter cette affirmation, la loi de Paris a été intégrée par la méthode des trapèzes pour remonter aux vitesses de propagation des fissures pour ces éprouvettes *ex situ*. Pour ce faire, le coefficient C a été déterminé en prenant comme hypothèse que la pente m de loi de Paris (équation 2.1) est égale à 5,51 pour une fissure sous air et 11,43 pour une fissure sous vide. Le FIC a été approximé par la formulation de Murakami (équation 2.6). En se basant sur la taille du défaut et celle de la fissure avant rupture ductile, le coefficient C a été déterminé pour toutes les éprouvettes à défaut interne testées. Ceci a permis de modéliser la propagation des fissures internes en fonction de l'environnement dans lequel elles

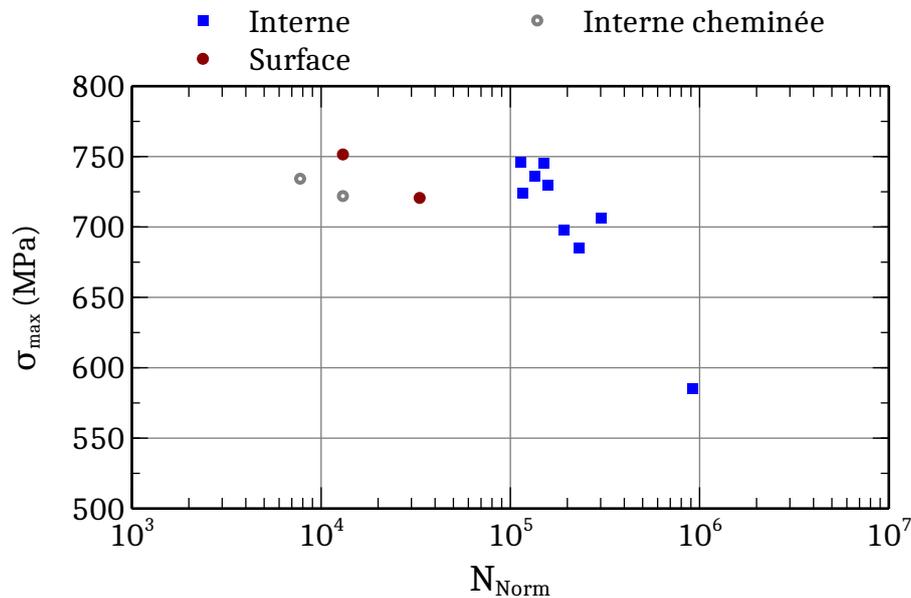


Figure 2.26. Courbes SN montrant les effets de l’environnement sur la durée de vie normalisée des éprouvettes *ex situ*.

propagent, comme le montre figure 2.27. Dans cette figure, deux zones colorées correspondent aux résultats de toutes les éprouvettes testées *ex situ*. Les limites de ces zones ont été définies par :

- le FIC le plus faible ;
- le FIC le plus fort ;
- Le coefficient C minimum ;
- Le coefficient C maximum.

Au regard de ces résultats, il semble évident que les fissures internes testées ont propagé sous vide. La zone hachurée correspondante contient en effet les points déterminés par les essais de fissuration de fissures longues (voir § 2.5.1.1). Même si les éprouvettes *ex situ* semblent avoir des vitesses de fissuration légèrement supérieures à la fissure de surface sous vide, les résultats obtenus sont probants. Les fissures dans les éprouvettes à défaut artificiel interne étant physiquement courtes, la fermeture ne devrait être que très peu développée par rapport à la fissure de référence de l’essai de fissuration sous vide. La fissure de cet essai ayant été suivie en surface de l’éprouvette SENT, les observations ont été effectuées en condition de contraintes planes, ce qui n’est pas le cas des fissures internes où la pointe de la fissure est en déformations planes. Il est par ailleurs établi que le phénomène de fermeture est plus prononcé en contraintes planes qu’en déformations planes, comme mis en évidence par *Émilie Ferrié* lors de sa thèse sur des fissures longues 3D dans un alliage d’aluminium - lithium à grains ultra fins [FER 06a].

La zone hachurée représentant les fissures internes débute également au dernier point expérimental de propagation d’une fissure naturelle interne suivie *in situ* par *Yoshinaka et al.* [YOS 16a]. Le FIC a été calculé à l’aide de la même formulation ce qui permet une comparaison

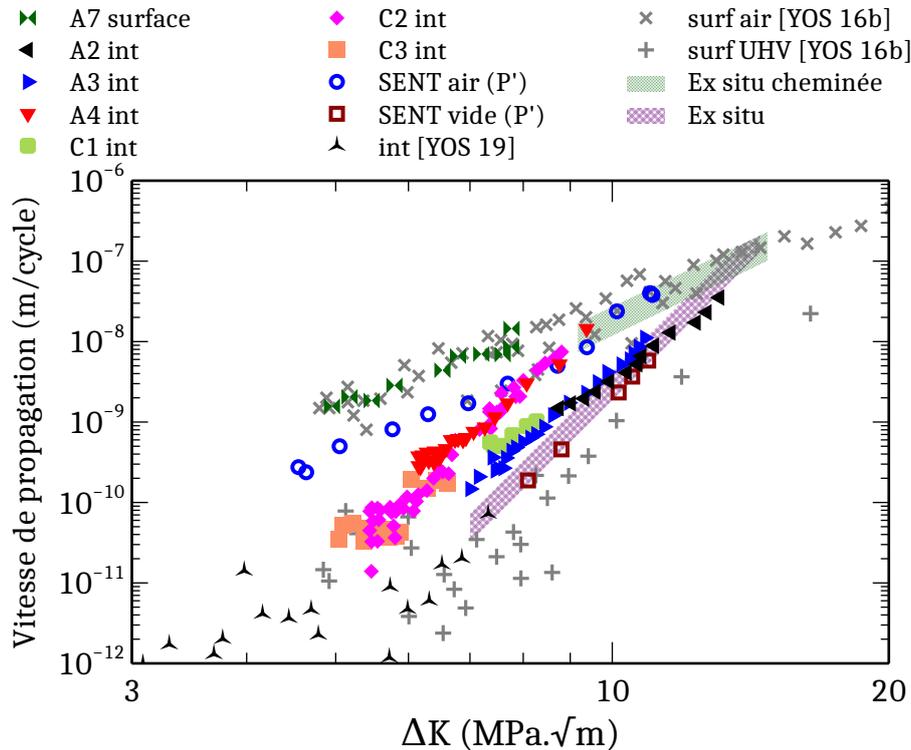


Figure 2.27. Courbes récapitulatives de l'effet de l'environnement sur la propagation de fissures internes. Les zones colorées correspondent aux résultats des éprouvettes *ex situ* issues de l'intégration numérique de la loi de Paris. Une faible dispersion est à noter.

directe. Cette observation nous laisse penser que **la méthode employée pour produire les éprouvettes à défaut artificiel interne nous permet de reproduire le comportement de fissures internes**. Ceci est un des résultats clé de cette thèse puisqu'il nous permet d'envisager l'utilisation de la technique de fabrication exposée au chapitre 1 pour différentes études plus poussées. En outre les résultats d'ores et déjà collectés permettent de confirmer ceux obtenus par les chercheurs Japonais en obtenant des points expérimentaux pour des valeurs supérieures de FIC qui pour le moment n'étaient pas disponibles.

Étude des faciès de rupture

Des examens fractographiques ont été réalisés sur les éprouvettes qui ont rompu à partir des défauts internes. La figure 2.28 met en évidence des différences remarquables entre les propagations des fissures internes sous air et celles sous vide. On peut y observer que sous air, les mécanismes d'amorçage sont similaires à ceux sous vide (voir figure 2.28 b)). Des facettes se forment au bord du défaut par un mécanisme de quasi-clivage, comme observé sur l'échantillon C2 (voir figure 2.15). Ensuite, la propagation de la fissure sous air se fait de manière *complètement différente*. Le faciès de rupture est en effet chahuté et présente des arêtes vives. La formation de stries de fatigue peut également se voir dès les premiers stades de propagation après amorçage, ce qui est typique de la propagation de fissures de fatigue dans le Ti-6Al-4V sous

air [YOS 16b]. Dans le vide, après amorçage, le faciès de rupture est également chahuté mais présente des arêtes beaucoup moins vives. Des zones granulaires, comme observé par *Oguma et Nakamura* [OGU 13] et *Everaerts et al.* [EVE 16a], sont également présentes et peuvent être la conséquence d'un mécanisme d'usure en l'absence d'oxygène [MCE 08] ou de soudage à froid (cold welding) lors du contact des deux lèvres de la fissure (phénomène de fermeture) suivi d'une recristallisation locale de la matière [OGU 13]. Lorsque le FIC est faible, des facettes cristallographiques de propagation peuvent également se former. La figure 2.15 c) montre une telle facette de propagation dont on peut supposer qu'elle correspond à un plan basal entourée de zones granulaires.

2.5.1.4 Synthèse des effets d'environnement en pointe de fissure

Les résultats des expériences que nous venons de décrire nous ont permis de mettre en évidence le rôle crucial de l'environnement sur la propagation des fissures internes dans le Ti-6Al-4V. Des essais de fissuration sous environnements contrôlés ont été effectués sur des éprouvettes SENT et ont permis de caractériser le comportement des fissures sous air et sous vide dans le matériau. Des essais *ex situ* sur des éprouvettes à défaut interne contrôlé ont mis en évidence le fait que la propagation des fissures internes qui s'y amorcent se fait sous vide. Pour ce faire une comparaison directe entre une propagation de fissure sous air et sous vide a pu être faite grâce à l'usinage de cheminées partant du défaut interne qui ont rendu possible le transport des molécules d'oxygène vers le front de fissure. En se basant sur le fait que l'amorçage des fissures est immédiat (voir § 2.4.1), les cinétiques de propagation ont pu être déterminées et montrent une très bonne corrélation entre les essais de fissuration sous environnement contrôlé (air et vide) et les résultats de propagation de fissures internes.

A l'issue de cette partie, des questions relatives aux éprouvettes testées *in situ* restent en suspend. Si toutes les fissures amorcées à partir d'un défaut interne ont des vitesses de propagation en dessous de celles mesurées à l'air, on observe cependant une dispersion (voir figure 2.27). Dans les paragraphes qui suivent nous tentons de donner des explications à cette dispersion.

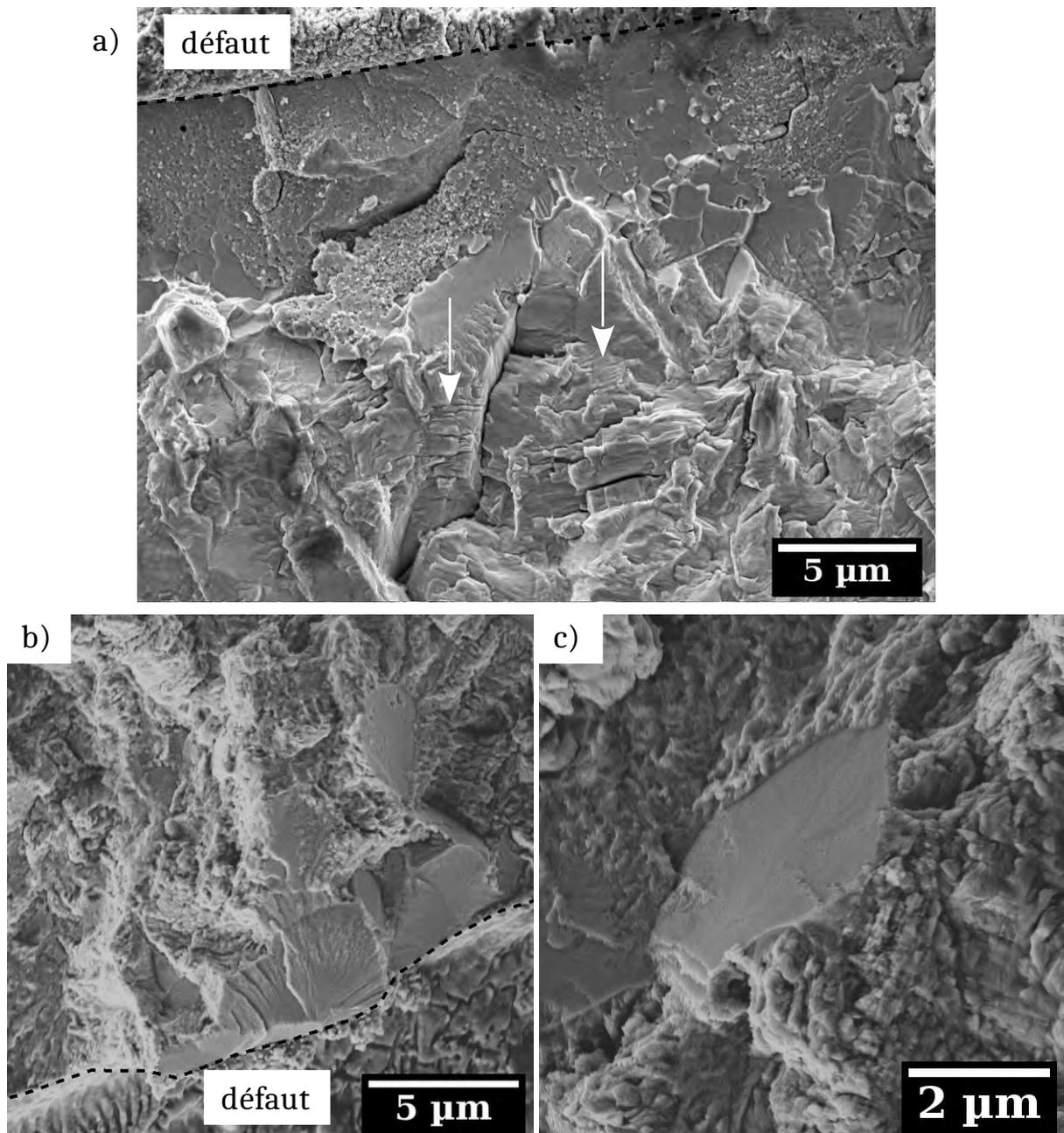


Figure 2.28. Fractographies des éprouvettes a) H4 (avec cheminée, sous air) où l'on peut remarquer des zones de formation de stries de fatigue (flèches) et b) B1 (sous vide) au bord du défaut dans la zone d'amorçage. Un zoom sur une facette et la zone granulaire qui l'entoure est montré en c) pour l'échantillon B1. La propagation de la fissure se fait du coin bas gauche au coin haut droit au sein de la tôle chapeau.

2.5.2 Influence du maintien sous charge lors des scans de tomographie RX

La seule différence entre les essais *in situ* et *ex situ* réside dans la mise sous charge des éprouvettes lors des scans de tomographie. Certains auteurs, dans la littérature, prennent des précautions quant à la valeur de la mise sous charge de l'éprouvette lors des scans dont les durées étaient de 20 min (généralement 80% de σ_{max}) [CHA 15, YOS 16a] pour les éprouvettes en alliage de titane. Cette précaution est prise pour éviter un effet de fatigue-fluage à basse température, phénomène largement observé dans le Ti-6Al-4V [STU 78, BAN 78, SOM 83, BAC 03, PIL 09, DOQ 12, EVE 17b, LAV 20] et plus généralement dans les alliages de titane [BAN 78, EVA 79, EVA 94, BAC 97a, SIN 04, LEF 09, PIL 13]. Bien que largement étudiés, les mécanismes d'endommagement par fatigue-fluage sont mal compris, et notamment leurs conséquences sur les durées de vie des composants. Nous avons d'ores et déjà évoqué les mécanismes d'amorçage en fatigue-fluage, modélisés de manière similaire qu'en fatigue cyclique, au § 2.4.1. Dans ce qui suit, l'influence du maintien sous charge lors des scans de tomographie sur la propagation des fissures va être discuté.

Afin d'essayer de prendre en compte l'influence de la mise sous charge, le nombre de scans et un temps de maintien moyen ont été pris en compte. Sur les lignes ID19 et ID11 où ont été imagées des fissures internes au cours de la durée de vie totale des échantillons, les temps de scans étaient respectivement de 2,1 et 3,75 min. Le temps de maintien moyen pris en compte est basé sur les temps de scans auxquels 1 min a été ajoutée afin de tenir compte des laps de temps entre le moment de la mise sous charge/décharge et le début/la fin des scans. Cette étude a été réalisée pour les éprouvettes à défaut interne A2, A3⁶, A4 et C2. Comme évoqué par de nombreux auteurs [EVA 04, ANK 06], le phénomène de fatigue-fluage peut être décomposé en deux mécanismes impliquant la fatigue cyclique et le fluage (dépendant du temps). Pour tenter de comparer plus fidèlement les durées de vie des éprouvettes *in* et *ex situ*, la durée de vie temporelle a été prise en compte dans les courbes SN, à savoir :

$$t_{total} = f \cdot N_{Norm} + t_{scan} \cdot N_{scans} \quad (2.15)$$

avec f la fréquence des essais, N_{Norm} la durée de vie normée des échantillons (voir équation 2.12), t_{scans} le temps de maintien sous charge lors d'un scan et N_{scans} le nombre de scans. Le rapport entre le temps passé sous charge lors d'un scan et le temps de cyclage peut donc être défini comme suit :

$$R_{s/c} = \frac{t_{scan} \cdot N_{scans}}{f \cdot N_{Norm}} \quad (2.16)$$

L'équation 2.15 permet de rendre compte de l'effet du chargement lors des scans de tomographie pour les éprouvettes A3 et A2. Comme le montre la courbe de Wöhler de la figure 2.29 a) les points de ces deux éprouvettes viennent se superposer à la courbe de regression puissance des essais *ex situ* en figure 2.29 b). Cette observation montre que pour ces deux éprouvettes, l'effet de la mise sous charge lors des scans est minime. C'est en effet ce qu'on peut observer sur les

6. L'analyse ne porte que sur la fin de la propagation, lorsque la contrainte maximale appliquée est de 615 MPa. La durée de vie est alors de 208500 cycles et la taille initiale de la fissure est de 118 μm . Les résultats ne varient pas en prenant la durée de vie totale pour une contrainte maximale moyenne de 570 MPa (voir tableau 2.2).

courbes de propagation des fissures en figure 2.27. En revanche, il y a une nette différence pour les éprouvettes A4 et C2, qui montrent quant à elles des fissures qui propagent environ dix fois plus vite que les précédentes. L'intégration du temps de scans ne change pas la tendance pour ces deux éprouvettes qui ont un comportement anormal. Le ratio $R_{s/c}$ est également tracé pour les quatre éprouvettes en figure 2.29 c). Une tendance peut être donnée quant à l'influence du fluage lors des scans. Il semblerait que plus la durée de vie est affectée par le fluage lors des scans de tomographie, plus le ratio $R_{s/c}$ est faible. Cette tendance serait à vérifier par de nouveaux résultats.

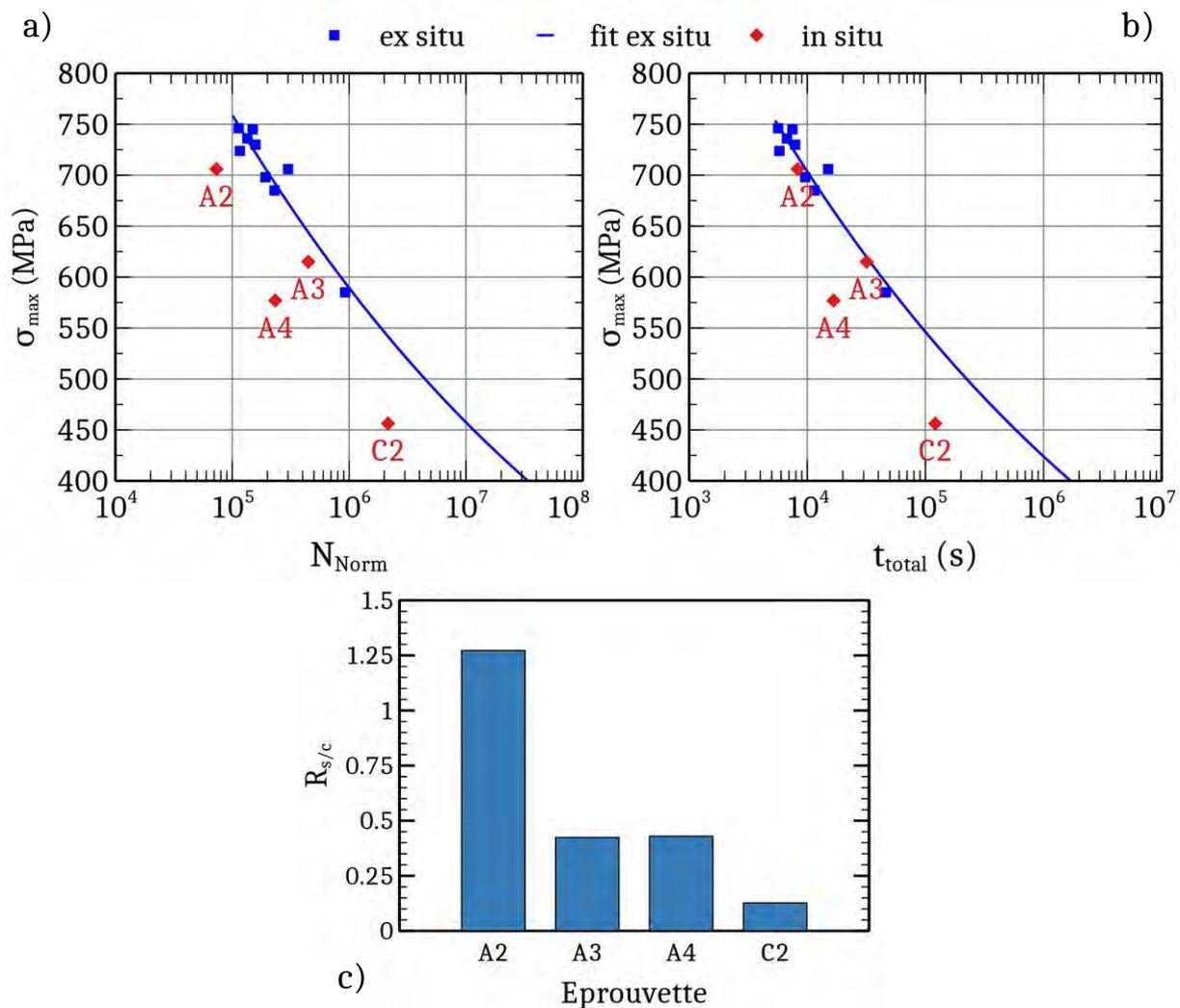


Figure 2.29. Courbes de Wöhler des essais *in* et *ex situ* pour a) le nombre de cycles normalisé (équation 2.12) et b) le temps total comme défini équation 2.15. La ratio entre le temps passé sous charge lors des scans et le temps de cyclage normalisé est présenté en c).

A ce stade, faute de données complémentaires il semble que du fait du maintien sous charge pendant les scans de tomographie les vitesses de propagation ont été augmentées pour certaines éprouvettes (C2, A4) par rapport à celle estimée à partir des données *ex situ*. Ce phénomène

sera donc à prendre en considération lors de nouvelles campagnes d'essais, bien que les mécanismes physiques mis en jeu ne soient pas bien compris. Avec la mise en service de la nouvelle génération de synchrotron comme l'ESRF EBS (pour *Extremely Brilliant Source*), les temps de scans pourraient être réduits à 1 min et, associé à une charge plus faible pendant les scans, permettront de diminuer cet effet indésirable.

2.5.3 Influence de la texture cristallographique

Comme indiqué au § 1.5.3.3 les tôles utilisées lors de la fabrication des éprouvettes ont des textures cristallographiques légèrement différentes (figure 1.14). Alors que la tôle recevant le défaut a une texture basale (c'est-à-dire que les grains sont orientés préférentiellement avec leur axe \vec{c} parallèle à la direction de sollicitation), la feuille chapeau a quant à elle une distribution plus homogène entre des grains orientés favorablement pour du glissement basal ou prismatique. Nous allons voir dans cette section que dans le cas du Ti-6Al-4V, cette légère différence de texture peut avoir des conséquences sur la propagation des fissures internes.

Le cas de l'éprouvette A3 va être pris en exemple pour plusieurs raisons. D'une part, cette éprouvette a été cyclée *in situ* ce qui nous permet de faire une analyse à différents stades de la propagation de la fissure. Deuxièmement, cette fissure apparaît comme ayant un comportement "normal" au vu des vitesses de propagation de la fissure et de la discussion du paragraphe précédent, portant sur le fluage lors du maintien sous charge pendant les scans de tomographie.

2.5.3.1 Une légère anisotropie de propagation des fissures internes

À partir d'un certain stade, les fronts de fissures deviennent très réguliers (cf. figure 2.11), il est alors possible d'approximer le front de fissure projeté par une ellipse. Dans le cas de l'éprouvette A3, les fronts de fissures projetés et leur ajustement par des ellipses sont donnés en figure 2.30 a) et b). L'angle θ permettra par la suite de quantifier la propagation dans différentes directions de la fissure. Les grandeurs caractéristiques de l'ellipse sont données en figure 2.30 c). γ est l'angle que fait l'ellipse avec le repère (\vec{x}, \vec{y}) . L et H sont respectivement la largeur et la hauteur de l'ellipse, avec $H \geq L$.

Les évolutions du rapport de forme H/L et de l'angle de l'ellipse sont tracés en figure 2.31. Sur ces courbes, les valeurs de ces grandeurs sont également données pour les éprouvettes *ex situ*, après analyse des faciès de rupture. Le rapport de forme est globalement décroissant et tend à se stabiliser à une valeur légèrement supérieure à 1,1 pour les fissures des éprouvettes *in situ*. Cette valeur peut aller jusqu'à 1,25 pour les éprouvettes *ex situ*. Si la propagation avait été strictement homogène et isotrope, le phénomène de *tension de ligne* aurait permis à lui seul une circularisation de la fissure. Le rapport de forme se serait donc rapproché de 1. La propagation des fissures semble donc légèrement *anisotrope*.

L'anisotropie de propagation semble également être reproductible. En effet, l'angle d'ellipse γ semble converger vers une valeur d'environ 90° , ce qui signifie que les ellipses ajustées des fronts de fissures sont toujours orientées verticalement, avec un grand axe parallèle à l'axe \vec{y} .

2.5.3.2 Analyse de la propagation locale

Pour analyser ce comportement, les FIC ont été calculés de manière locale, en prenant en compte les fronts de fissures idéalisés pour différentes positions de la fissure de l'éprouvette A3. Des calculs éléments finis (EF) élastiques ont été réalisés à l'aide du logiciel Z-cracks implémenté dans Zébulon⁷. Les vitesses de propagation *locales* sont également calculées à partir des ellipses

7. Ces calculs ont été réalisés par Alexandre MESSAGER dans le cadre de sa thèse opérée à l'I2M Bordeaux [MES 20].

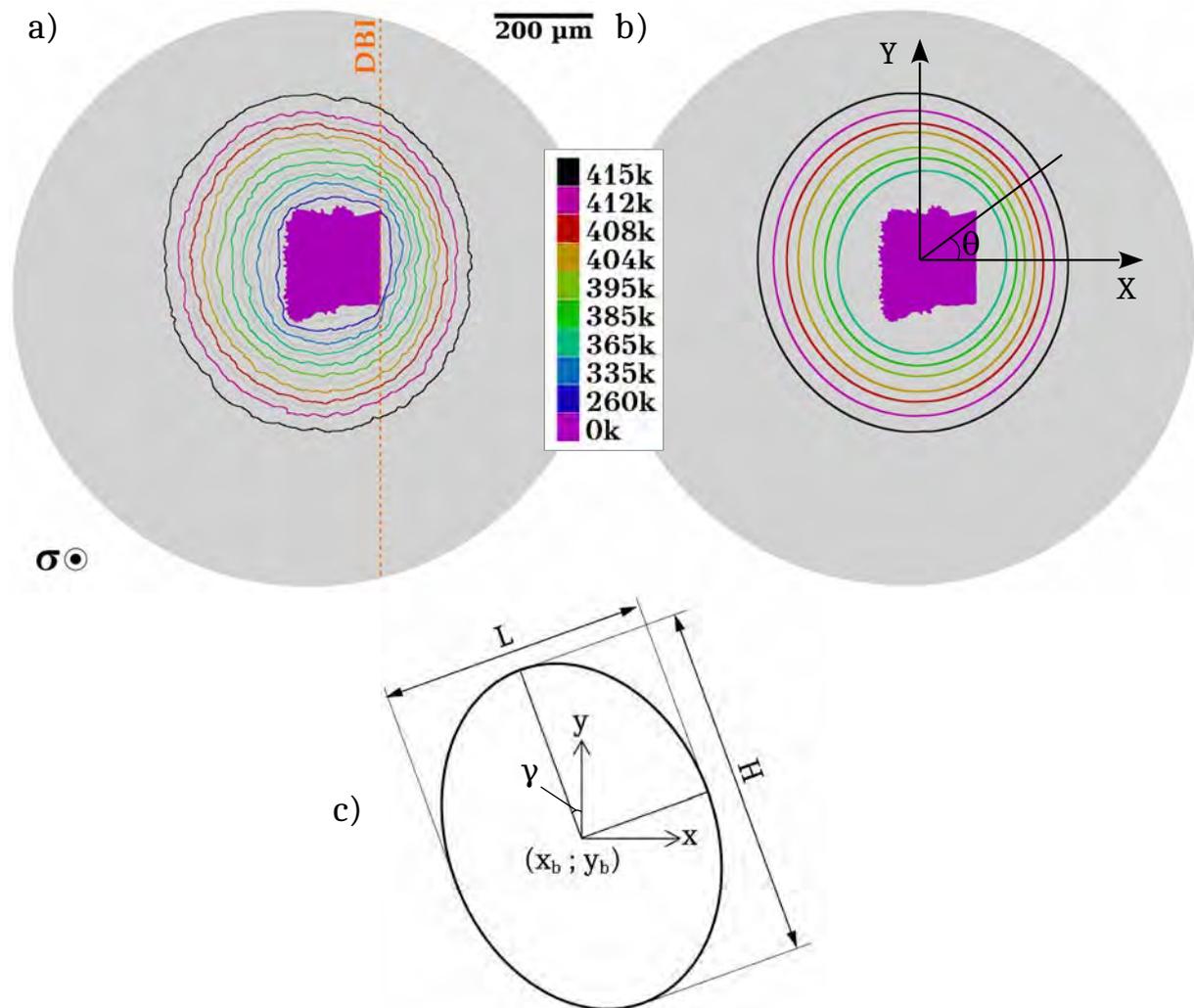


Figure 2.30. Projection des fronts de fissure en fonction du nombre de cycles pour l'éprouvette A3 a) associés aux ellipses ajustées à l'aide du logiciel Fiji b). Par souci de clarté, seuls quelques front ajustés sont représentés. Les grandeurs caractéristiques des ellipses sont données en c).

ajustées. Les résultats de ces calculs sont montrés en figure 2.32 a). Sur cette figure, on peut constater un fort déphasage entre les FIC et les vitesses de propagation locaux. Les maximums locaux des FIC peuvent être extraits ainsi que la valeur maximale de vitesse de propagation. Une synthèse graphique de l'évolution de ces valeurs est montrée en figure 2.32 b). La localisation du point du front de fissure le plus proche de la surface libre de l'échantillon est ajoutée, ainsi que le barycentre de l'ellipse ajustée.

Une première observation peut être faite. Bien que le FIC maximum se trouve toujours du côté de la tôle chapeau, la valeur maximale de la vitesse de propagation n'est jamais localisée à cet endroit. Deuxièmement, du fait d'une différence de propagation de la fissure entre les deux tôles, le barycentre de l'ellipse ajustée se décale au fur et à mesure vers la gauche, du côté de la tôle recevant le défaut.

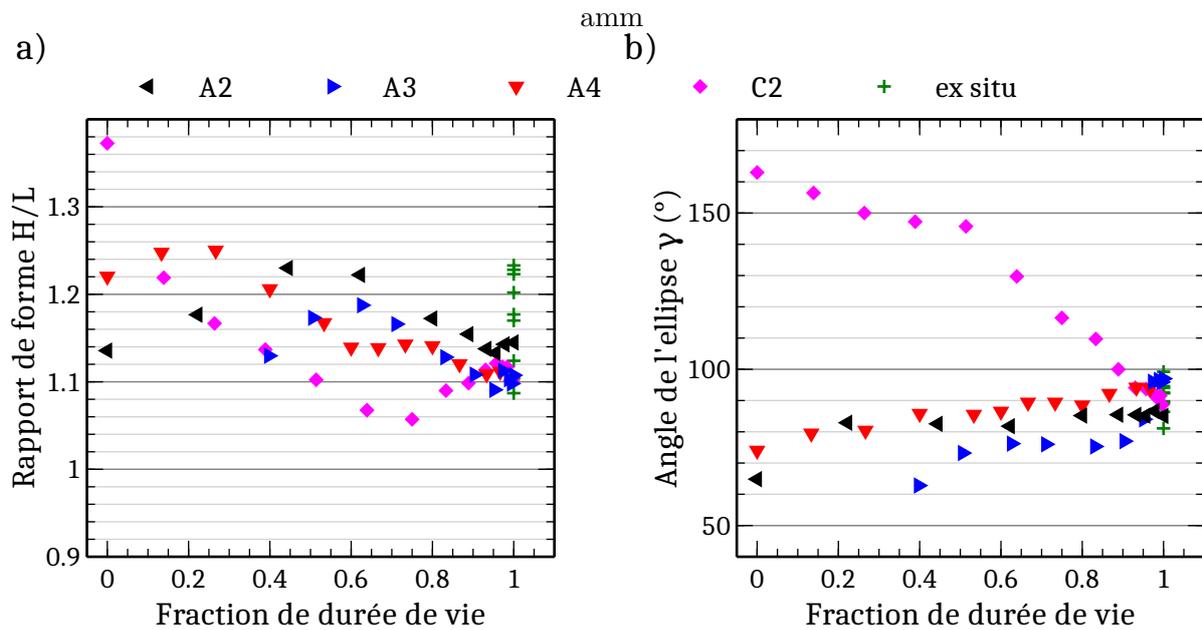


Figure 2.31. Évolution des caractéristiques géométriques des ellipses ajustées : a) le ratio de forme et b) l'angle de l'ellipse.

La vitesse de propagation maximale se situe toujours au sein de la tôle recevant le défaut, proche du maximum local du FIC et du point le plus proche de la surface. Au sein de cette tôle (pour $90^\circ \leq \theta \leq 270^\circ$), les vitesses de propagation restent élevées et leurs variations sont faibles (voir figure 2.32 a)).

D'après les descriptions faites du comportement de la fissure A3, il paraît évident que les mécanismes de propagation de celle-ci soient directement dépendants de la tôle dans laquelle elle propage. La cartographie EBSD de la figure 1.13 a) montre que les deux tôles ont des microstructures quasi équiaxes similaires, avec des tailles de grains comparables. La seule différence notable entre ces deux tôles concerne la texture cristallographique, comme illustré en figure 1.14 (densité de plan basaux perpendiculaires à la direction de sollicitation deux fois plus élevée pour la tôle recevant le défaut que pour la tôle chapeau). Alors que la tôle de gauche, recevant le défaut, a une texture que nous avons qualifiée de basale, dans celle de droite les grains sont favorablement orientés pour du glissement basal ou prismatique.

Dans la littérature, il a été montré que la texture cristallographique jouait un rôle majeur dans la tenue en fatigue du Ti-6Al-4V [PET 84, BAC 01, BIA 02, EVA 05, BRI 08, BAN 09], notamment lorsque la fraction de globules α primaires est élevée [EVA 05]. Nous avons par ailleurs d'ores et déjà attribué à la texture l'amorçage des fissures dans la tôle recevant le défaut (cf. § 2.4). En ce qui concerne la propagation, les données existantes sont plus rares, notamment sur la propagation des fissures dans le vide (cas de notre étude). Bien que la durée de vie d'éprouvettes de fatigue testées dans le vide ont montré une forte influence de la texture, *Peters et al.* n'ont pas observé de différences significatives dans les vitesses de propagations de produits dont les textures étaient basales, basales transverse et transverse. Les vitesses de propagation pour le produit possédant une texture basale sont cependant supérieures aux deux autres pour

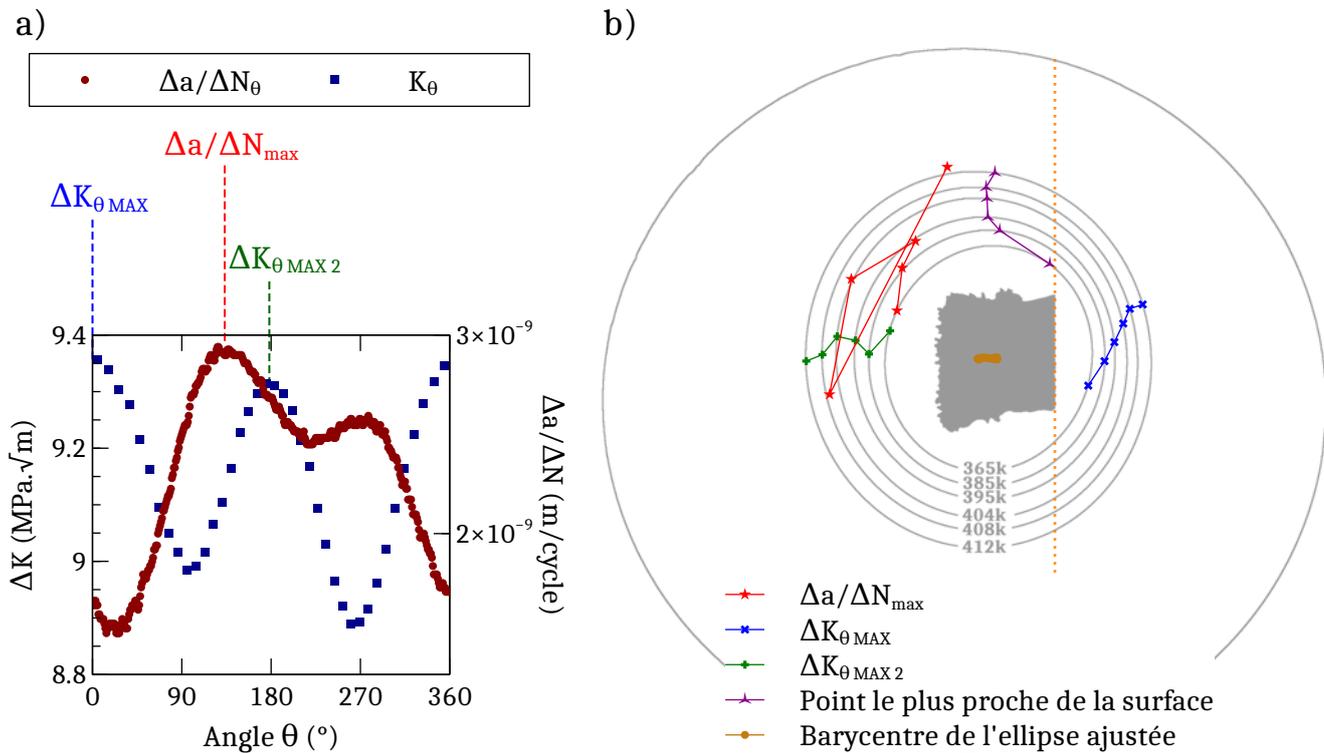


Figure 2.32. a) Évolutions des FIC et vitesses de propagation locales en fonction de l'angle θ défini en figure 2.30 b) pour l'éprouvette A3 à 395k cycles. b) Localisations de différentes variables géométriques et mécaniques au court des cycles de chargement pour l'éprouvette A3.

les faibles FIC [PET 84]. *Birosca et al.* [BIR 11] ont étudié *in situ* la propagation de fissures de surface courtes dans un alliage Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo produit par métallurgie des poudres. Une analyse EBSD d'une section polie dans une microstructure duplex a montré des déviations du chemin de fissuration au sein des grains α_p . L'origine de ces déviations est un changement de plan de fissuration prismatique. Le fait que la fissure ait le "choix" de propager selon plusieurs plans prismatiques a été avancé pour expliquer les plus faibles vitesses de propagations que lors d'une fissuration basale. *Bridier et al.* ont également observé que les fissures de surfaces formées sur des plans basaux propageaient plus rapidement que leurs homologues prismatiques [BRI 08] dans un alliage Ti-6Al-4V forgé de microstructure duplex.

Compte tenu de ces observations, il est nécessaire de prendre en compte cette anisotropie de propagation causée par une différence de texture dans les données de propagations des éprouvettes. Pour ce faire, les données de propagation ont été moyennées dans la tôle chapeau (pour $-40^\circ \leq \theta \leq 40^\circ$) et à l'opposé de l'interface ($140^\circ \leq \theta \leq 220^\circ$) et tracées en figure 2.33. D'après les résultats de régressions linéaires indiquées sur la figure, la fissure propage en moyenne 1,35 fois plus vite dans la tôle contenant le défaut que dans la tôle chapeau. Cette valeur permet de comprendre peu ou prou celle du rapport de forme H/L en fin de propagation (figure 2.31 a)). La fissure propageant à droite du défaut dans la tôle chapeau et à gauche, au-dessus, et au-dessous de celui-ci dans la tôle recevant le défaut une relation simple permettant d'évaluer

le ratio d'aspect de la fissure peut s'écrire :

$$R_{H/L} = \frac{\Delta a / \Delta N_{\text{opposé}} + \Delta a / \Delta N_{\text{chapeau}}}{\Delta a / \Delta N_{\text{opposé}} + \Delta a / \Delta N_{\text{opposé}}} = \frac{\frac{\Delta a / \Delta N_{\text{opposé}}}{\Delta a / \Delta N_{\text{chapeau}}} + \frac{\Delta a / \Delta N_{\text{chapeau}}}{\Delta a / \Delta N_{\text{chapeau}}}}{2 \cdot \frac{\Delta a / \Delta N_{\text{opposé}}}{\Delta a / \Delta N_{\text{chapeau}}}}$$

$$\approx \frac{1,35 + 1}{2 \cdot 1,35} = 1,15$$

Le ratio d'aspect de l'éprouvette A3 étant de 1,11 en fin de propagation, cette approximation semble acceptable. Même si ces calculs ont montré l'importance de la texture sur la propagation des fissures, des texturations locales dans le Ti-6Al-4V sont inévitables dans les produits forgés ou laminés [BIA 02, BRI 08, UTA 09, PIL 11]. Des variations d'une éprouvette à l'autre sont donc attendues. Pour avoir une idée de la texture dans la zone fissurée, des analyses EBSD systématiques auraient pûes être conduites mais non effectuées par manque de temps dans le cadre de cette thèse.

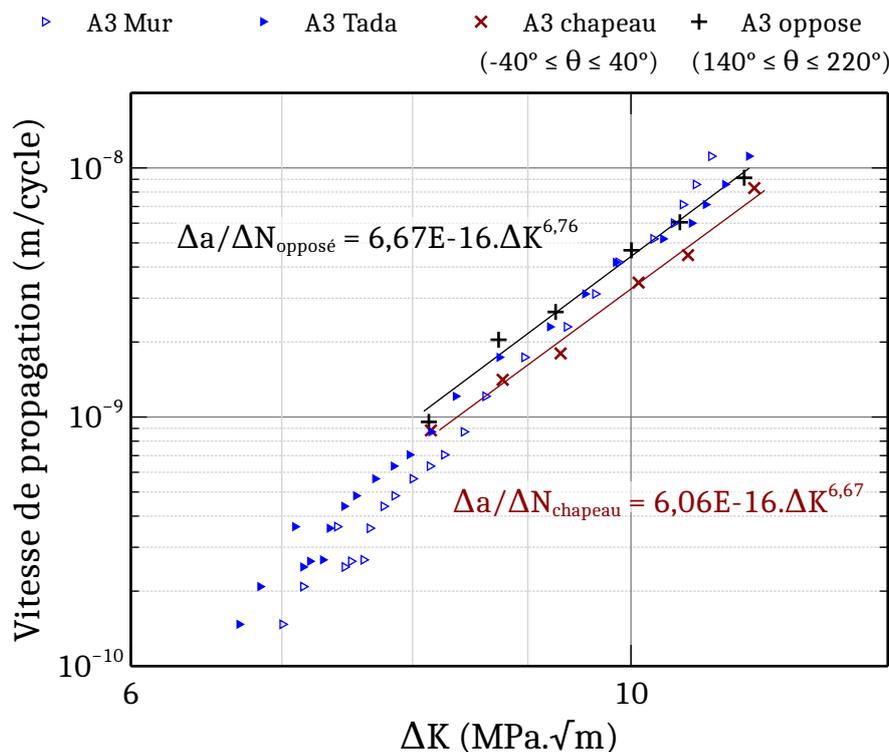


Figure 2.33. Courbes de propagation de l'éprouvette A3 avec prise en compte de la texture des deux tôles.

Les vitesses de propagation globales (en prenant en compte a_{eq} comme taille de fissure définie à l'équation 2.4) apparaissent également dans la figure 2.33. Pour celles-ci le FIC a été calculé de deux manières différentes. Une première courbe (triangles vides) a été tracée en prenant en compte un FIC calculé avec la formule de Murakami (équation 2.6) qui considère une fissure dans un milieu infini. Une seconde courbe (triangles pleins) a été tracée en utilisant la formulation de

Tada [TAD 00] (solution 27.4) qui permet de rendre compte de la taille de la fissure au regard du diamètre de l'éprouvette. Cette dernière formulation semble mieux correspondre aux courbes obtenues avec un FIC calculé par EF (méthode $G-\theta$, voir [MES 20], § 3.2.3.1) que l'approximation faite par Murakami. Dans la suite de l'étude, la formulation de Tada sera donc prise en compte.

Une analyse de la rugosité des fissures va par la suite être présentée pour montrer l'influence de la texture sur le chemin de fissuration.

2.5.3.3 Analyse de la rugosité

L'analyse EBSD effectuée par *Birosca et al.* [BIR 11] a montré que les fissures qui propageaient selon les plans prismatiques pouvaient bifurquer dans un grain et ainsi changer de plan de fissuration. D'après ces auteurs, ce mécanisme permettrait d'expliquer les plus faibles vitesses de propagation des fissures prismatiques comparées aux fissures basales. Dans notre étude, la tôle chapeau possède une texture cristallographique qui permet à la fissure de propager selon les plans prismatiques ou basaux. Pour expliquer les effets de texture sur les vitesses de propagation, la rugosité des fissures, extraites des données tomographiques, a été analysée. Il est attendu de ces analyses une plus grande rugosité dans la tôle chapeau comparée à la tôle contenant le défaut comme le montre qualitativement la section tomographique de la figure 2.34.

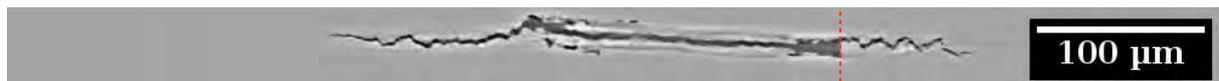


Figure 2.34. Section tomographique de la fissure A3 à 385k cycles après application du filtre *Non-Local Means Denoising*. Le chemin de fissuration est plus chahuté au sein de la tôle chapeau (à droite de la ligne pointillée orange) que dans la tôle recevant le défaut.

Méthodologie

Pour les calculs de rugosité, il a été choisi comme hypothèse qu'une fissure idéalisée propageait en pur mode I (ouverture), perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Le volume tomographique contenant la fissure à l'état final (ou quelques scans précédents si la fissure étaient trop avancée c'est-à-dire que de la striction apparaît au niveau de la section de l'éprouvette) a été segmenté pour obtenir un volume de la fissure. A chaque voxel appartenant à la fissure, une valeur correspondant à une hauteur physique dans le volume a été assignée, en prenant comme référence le point le plus bas de la fissure. Ce volume a été projeté selon l'axe de sollicitation de deux manières : en gardant la valeur minimale ou maximale de la hauteur pour un couple (x,y) donné. De cette manière, les deux faciès de rupture ont été déterminés. La figure 2.35 a) est un rendu d'une telle projection pour la fissure A3 à 412 kcycles. En comparant visuellement ce rendu avec une fractographie MEB, on peut voir que le faciès de rupture est fidèlement reconstruit, bien que certains détails soient moyennés du fait d'une moindre résolution spatiale pour l'image de tomographie (voir figure 2.35 b)). 360 profils radiaux ont été extraits (un pour chaque angle θ) et ont permis de calculer la valeur de la rugosité arithmétique pour plusieurs tronçons correspondant à l'avancée de la fissure pour différentes tailles de fissures (moyennées). Dans l'exemple de la fissure A3, la fissure a été découpée en quatre tronçons délimités par son front

pour 0, 315, 375, 400 et 412 kcycles. Un profil de hauteur en fonction de la distance traversée est tracé en figure 2.35 c).

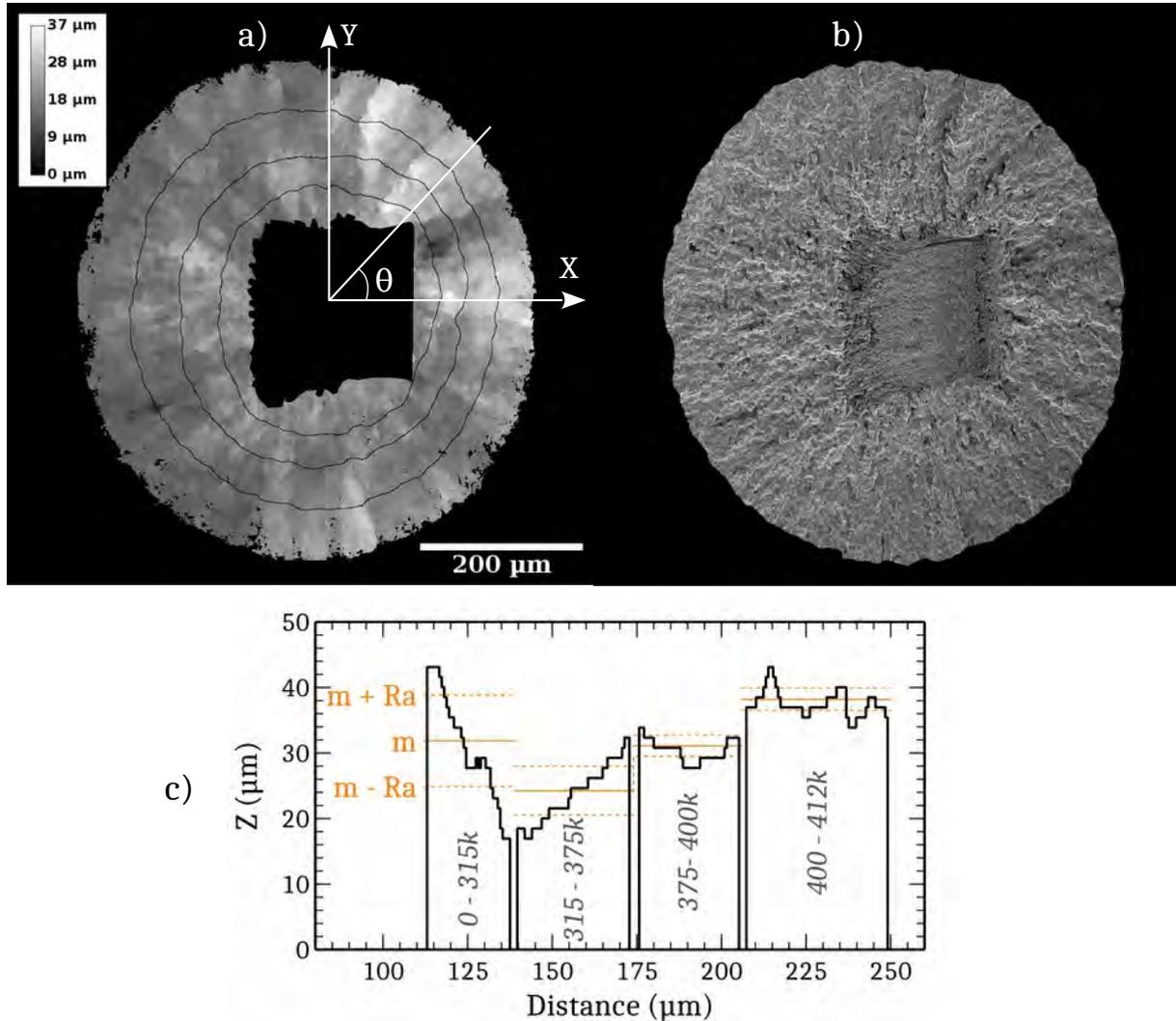


Figure 2.35. a) Surface projetée de la fissure évaluée par segmentation du volume tomographique fissuré à 412 k cycles pour l'éprouvette A3. Les fronts de fissure pour 315, 375 et 400 kcycles sont représentés. b) Fractographie de l'éprouvette A3 à 412 kcycles pour comparaison avec a). c) Profil de hauteur de la fissure et évaluation de la rugosité arithmétique R_a pour chaque tronçon de la ligne d'angle θ tracée en a).

Résultats

La rugosité arithmétique R_a a été calculée et moyennée au niveau de la tôle chapeau (pour $-40^\circ \leq \theta \leq 40^\circ$) et dans la tôle contenant le défaut, à l'opposé de l'interface ($140^\circ \leq \theta \leq 220^\circ$) pour les échantillons A2, A3, A4, et C2. Les résultats, présentés en figure 2.36, montrent que la rugosité de propagation de la fissure semble globalement plus marquée dans la tôle

chapeau qu'à l'opposé de l'interface, dans la tôle contenant le défaut, notamment pour les éprouvettes A3 et A4. Cette tendance est cependant moins marquée pour les éprouvettes A2 et C2. Pour l'éprouvette A2 une explication sera donnée à la section suivante, elle est relative au caractère long de la propagation de la fissure. L'éprouvette C2 ayant été testée sur la ligne ID11, la taille de voxel est de $1,54 \mu\text{m}$ contrairement aux trois autres éprouvettes pour lesquels les scans ont été acquis avec une taille de voxel de $0,72 \mu\text{m}$. La TdG étant de $4,4 \mu\text{m}$, les déviations attendues sont de l'ordre du μm ce qui limite l'analyse qu'on peut faire sur l'éprouvette C2 à partir des données tomographiques.

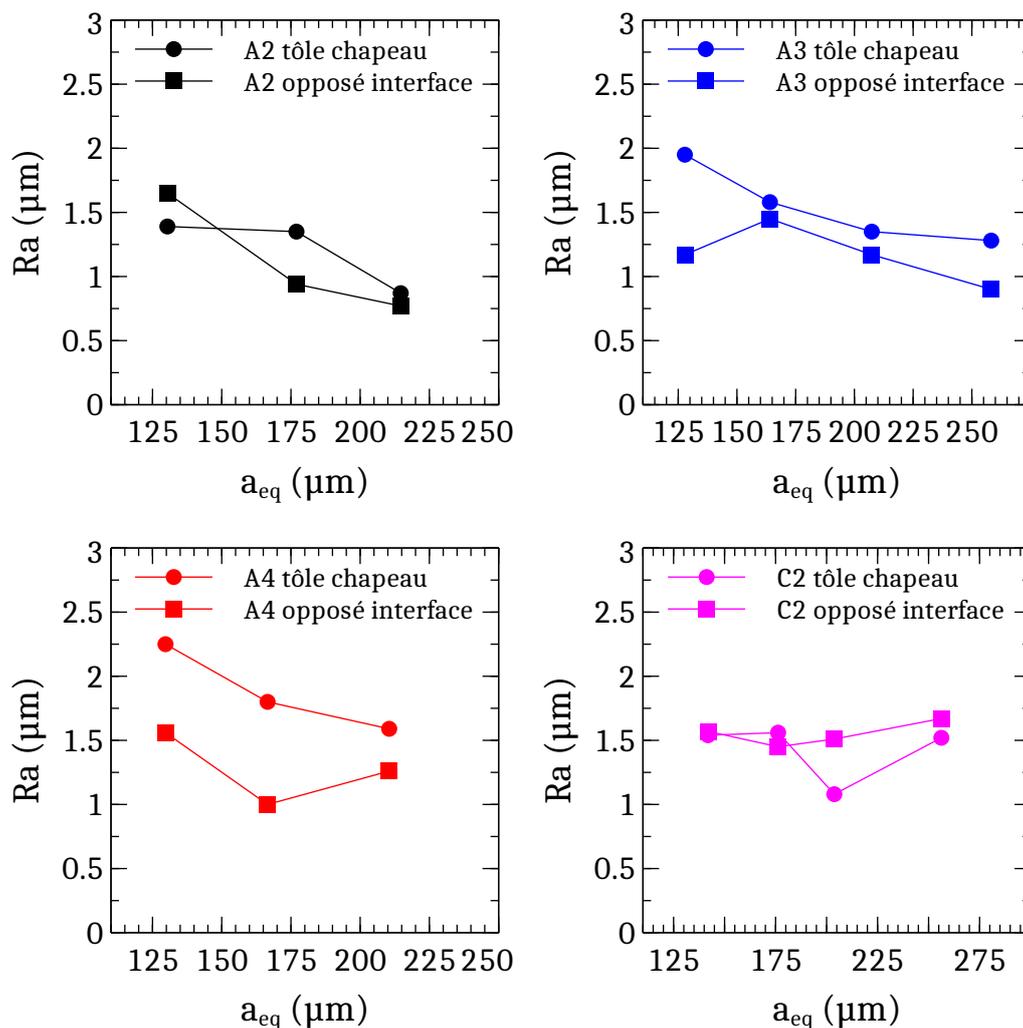


Figure 2.36. Comparaison de la rugosité arithmétique des fissures des éprouvettes A2, A3, A4 et C2 dans la tôle chapeau et celle recevant le défaut, à l'opposé de l'interface de soudage.

Pour conclure, il semble que la propagation des fissures se fasse de manière plus rugueuse au sein de la tôle chapeau que dans la seconde, contenant le défaut. Comme pour les vitesses de propagation, cette différence est attribuée à la texture cristallographique différente dans ces deux tôles. La tôle chapeau favorise les déviations de plans de fissuration (basal et prismatique)

alors que la tôle contenant le défaut promeut une fissuration selon les plans basaux.

2.5.3.4 Analyse des faciès de rupture

Les résultats décrits au paragraphe précédent ont été complétés par des analyses fractographiques au MEB à fort grandissement. Les observations qui vont être décrites ont été faites sur l'éprouvette C2. En effet cet échantillon a été testé à faible niveau de contrainte, ce qui a permis un début de propagation cristallographique typique du pseudo stade I (voir § 2.5.5). Dans ce régime, les fissures propagent globalement en mode I mais localement selon les plans denses de la maille cristalline. Dans le cas du Ti-6Al-4V, il est possible d'observer plusieurs types de plans (les plus activables étant ceux pour lesquels le glissement est de type \bar{a}) caractéristiques de la propagation de fissures de fatigue courte sous vide. Durant sa thèse, *Everaerts* a étudié les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures internes courtes dans un fil de Ti-6Al-4V texturé, avec des grains favorablement orientés pour du glissement prismatique [EVE 17a]. Lors de celle-ci, quatre éprouvettes ayant été testées à $R = 0,1$ ont rompu à cause d'une fissure interne. Dans la plupart des cas, l'analyse du faciès de rupture et des plans de fissuration par EBSD sur des coupes usinées par FIB (pour *Focused Ion Beam*) ont montré que les facettes d'amorçage et de propagation étaient créées sur des plans prismatiques dont une image MEB est présentée en figure 2.37 a). Un cas d'une facette ayant propagé (ou amorcé, aucun historique du chemin de fissuration n'a été proposé) selon un plan proche du plan basal du grain en question a été observé (voir figure 2.37 b)). On peut voir que les facettes dans ces deux cas ont des caractéristiques complètement différentes. Alors que les facettes prismatiques montrent des traces de glissement parallèles à la direction $[11\bar{2}0]$, les facettes basales ont des marches qui ressemblent aux veines d'un feuillage. Il a été par ailleurs observé un mécanisme d'usure, attribué à un processus de fermeture dû à la rugosité de la fissure, et par le fait qu'un transfert de matière a été constaté au niveau des deux surfaces de ruptures d'un même échantillon. Cette usure a été également observée par la nanorugosité présente au niveau des facettes prismatiques.

Pour la tôle chapeau, deux mécanismes de fissuration par facette ont été observés, illustrés en figure 2.38. Premièrement, après amorçage, la fissure a semble-t-il propagé selon des plans prismatiques laissant apparaître des facettes (figure 2.38 b)). Des plans de fissuration de l'ordre de grandeur de la taille de grains sont clairement identifiables. Il est également possible d'observer au niveau de ces plans une certaine rugosité probablement liée à (i) l'histoire de la propagation de la fissure faisant apparaître des marches parallèles à la direction de propagation et (ii) la fermeture de la fissure qui se traduit par une rugosité à l'échelle nanométrique comme observée par [EVE 17a].

Des facettes ressemblant fortement à une propagation sur le plan basal (ou proche) ont été également observées pour l'échantillon C2 (tôle chapeau) comme en témoigne la figure 2.38 c). Cependant, pour cette éprouvette, très peu de facettes basales ont été trouvées contrairement aux facettes prismatiques. Une quantification du nombre de facettes prismatiques étant difficile, aucune étude quantitative n'a été faite. Cette observation peut néanmoins expliquer la forte anisotropie des vitesses propagation de la fissure de cette éprouvette qui n'a que très peu propagé au sein de la tôle chapeau (voir figure 2.15 a)).

A l'inverse, dans la tôle contenant le défaut, la propagation s'est faite au niveau des plans considérés comme basaux, au regard de leurs similitudes topographiques avec ce qui a été déjà

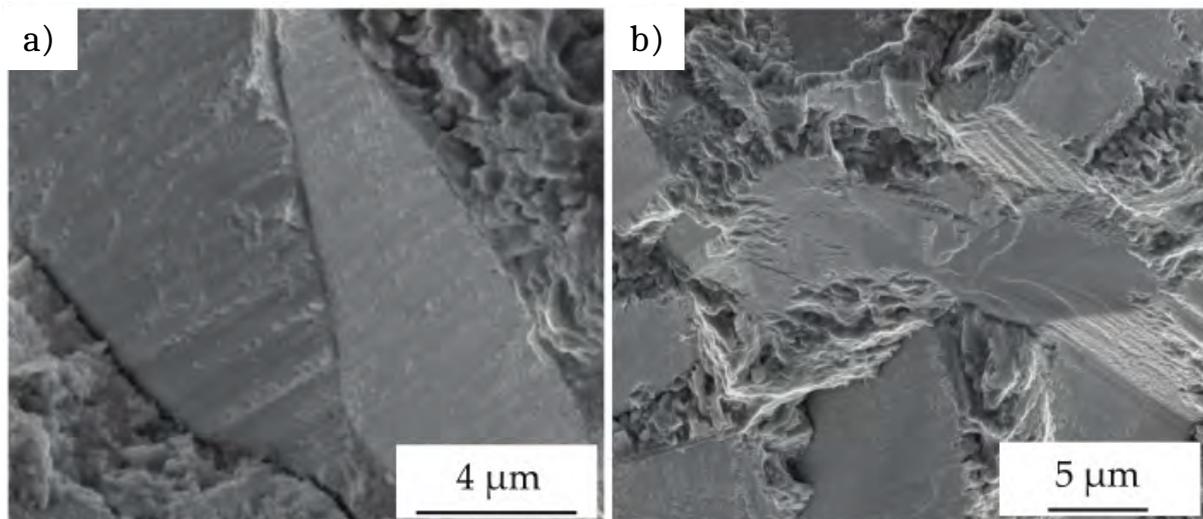


Figure 2.37. Facettes caractéristiques des différents plans de fissuration déterminé par *Everaerts* [EVE 17a] par usinages au FIB et cartographies EBSD. Les faciès observés au sein des facettes sont caractéristiques de différents plans. a) Plans prismatiques. b) Plan basal.

observé dans la littérature. Il n'a cependant pas été observé beaucoup de facettes de propagation, si ce n'est quelques fissures basales. Cette différence de nombre de facettes observées entre ces deux tôles peut s'expliquer par le mode d'amorçage des fissures dans ces deux tôles. Alors que dans la tôle contenant le défaut l'amorçage se fait en quasi mode I par clivage et pseudo-clivage des grains α , celui-ci s'opère en mode II de cisaillement (à $\sim 45^\circ$ par rapport à l'axe de sollicitation) du fait des coins présents dans le défaut au niveau de l'interface de soudage.

2.5.3.5 Synthèse du rôle de la texture cristallographique sur la propagation de fissures internes

Dans ce paragraphe, nous avons pointé du doigt le rôle de la texture sur la propagation des fissures internes dans le Ti-6Al-4V. Les analyses des vitesses de propagation, de la rugosité du chemin de fissuration et des faciès de rupture convergent pour montrer que la texture cristallographique, déterminée en figure 1.14, induit une certaine anisotropie de propagation des fissures internes. Cette anisotropie reste cependant limitée et ne vient pas par ailleurs altérer l'étude faite sur le rôle de l'environnement en pointe de fissure.

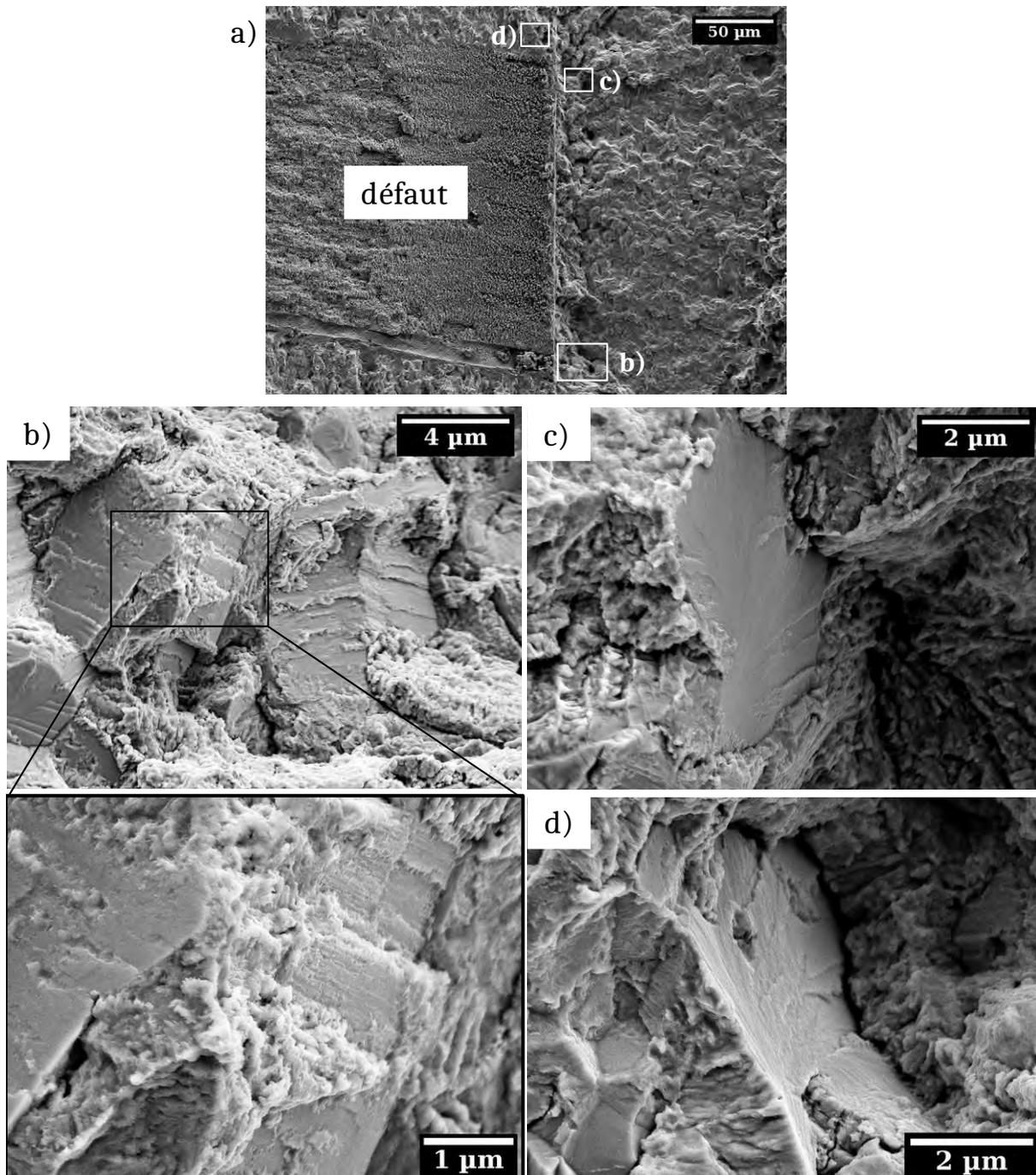


Figure 2.38. a) Fractographie de l'échantillon C2 au niveau de l'interface de soudage. b) Zoom sur la zone blanche encadrée en a) illustrant une propagation selon des plans probablement prismatiques faisant apparaître des marches parallèles à la direction de propagation. c) Zoom sur la zone blanche encadrée en a) montrant une facette assimilée à un plan basal. La propagation globale se fait de gauche à droite sur les images b) et c). d) Fissure basale au sein de la tôle contenant le défaut. La propagation se fait du bas vers le haut.

2.5.4 Influence de la position du défaut

Afin d'étudier le rôle de la position d'une fissure interne dans la durée de vie en propagation des éprouvettes, une étude mettant en jeu des éprouvettes avec défaut excentré a été menée. Trois éprouvettes, C4, E2 et E4 ont été testées en effectuant un polissage qui a permis l'excentration du défaut. Les résultats de ces essais sont présentés sur les courbes de Wöhler de la figure 2.39. Pour chaque éprouvette, le rapport a_{eq}/d , d étant la distance la plus courte entre le centre du disque de rayon a_{eq} et la surface de l'échantillon, défini sur la figure 2.40 a été calculé. Ce calcul permet de vérifier si le critère de Murakami [MUR 02] précisant que si ce rapport est supérieur à 0,8 alors une inclusion subsurface pouvait être prise en compte comme une inclusion surfacique. A noter que, à l'origine, Murakami a développé ce critère en supposant une inclusion sphérique de rayon a_{eq} .

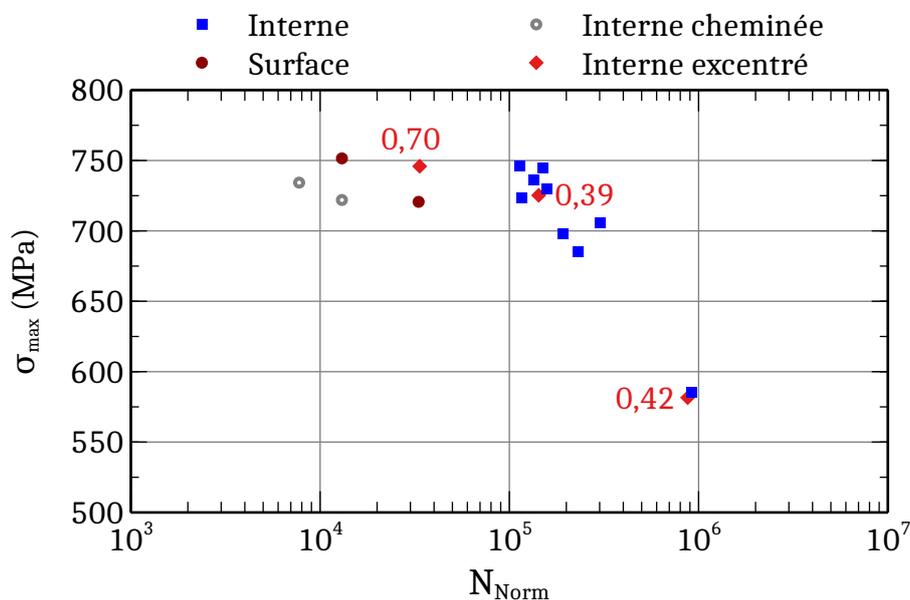


Figure 2.39. Courbe de Wöhler des éprouvettes *ex situ* interne, interne avec cheminée, de surface et avec défaut excentré. La proximité du défaut à la surface libre est indiquée par le rapport a_{eq}/d à côté des points correspondants (une valeur élevée indique un défaut proche de la surface).

On peut remarquer que pour les éprouvettes E2 et E4, testées respectivement à $\sigma_{max} = 582$ et 725 MPa, les durées de vie sont identiques à celles des échantillons à défaut interne. En revanche, pour l'éprouvette C4, la durée de vie est comprise entre celles des éprouvettes dont les fissures propagent sous air et celles sous vide. Ce constat est très probablement dû au fait que les fissures des éprouvettes E2 et E4 ont propagé assez longtemps avant d'atteindre la surface de l'échantillon, c'est-à-dire sous vide. En intégrant la loi de Paris sous vide jusqu'à la taille critique où la fissure est connectée à la surface de l'échantillon, les résultats montrent que ces données se superposent avec la zone de propagation des fissures internes déterminées en figure 2.27. Pour le cas de l'éprouvette C4, le rapport a_{eq}/d se rapproche très fortement de la valeur proposée par Murakami. La part de la durée de vie pour laquelle la fissure propage sous air est

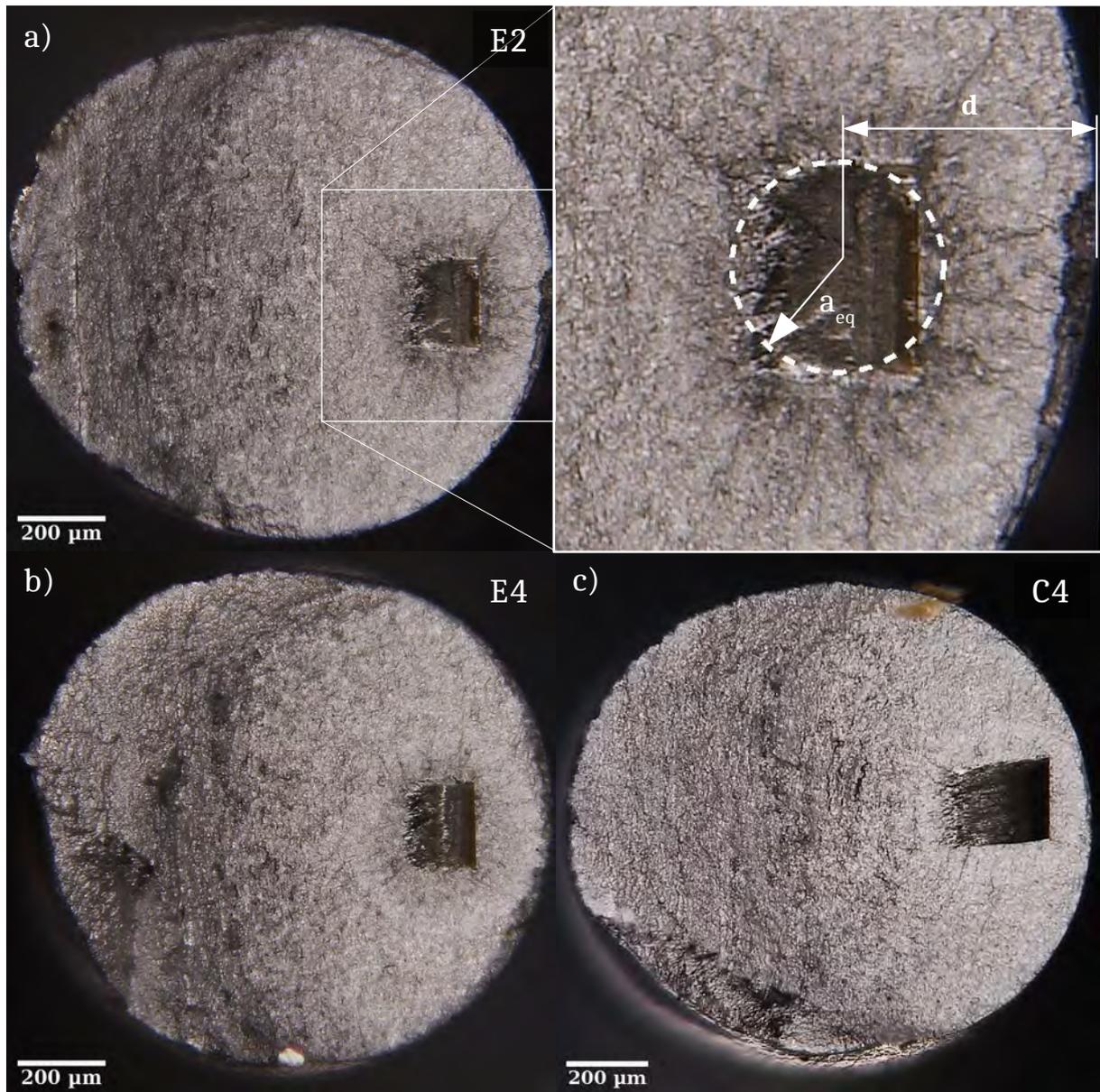


Figure 2.40. Fractographies en microscopie optique des éprouvettes a) E2 avec un zoom sur la zone proche du défaut définissant les grandeurs prises en compte pour juger de l'excentration du défaut, b) E4 et c) C4. Une zone sombre peut être observée autour du défaut pour les éprouvettes E2 (très marqué) et E4.

en effet plus grande que pour les deux éprouvettes précédentes.

Andreau a produit lors de sa thèse des éprouvettes de fatigue par fusion selective par laser en introduisant artificiellement un défaut interne déterministe. Il a étudié l'effet de l'excentration de ce défaut sur la durée de vie en fatigue d'éprouvettes de fatigue uniaxiale ($R = 0,1$) [AND 19]. La limite de fatigue de ces échantillons déterminée par la méthode de Locati [NIC 02] n'a que très peu varié pour des éprouvettes dont les rapports a_{eq}/d étaient égaux à 0,07, 0,14, 0,33 et

0,50. En effet même si les valeurs de la limite d'endurance à 10^6 cycles est passée en moyenne de 425 à 450 MPa, les écarts-types se recouvrent et ne laissent pas de place à une conclusion franche. Cependant comme indiqué par *Andreau*, seule une faible augmentation du facteur de concentration des contraintes entre le défaut et la surface est calculé pour un défaut sphérique dont on décentre la localisation au sein de l'échantillon. Ce constat suggère que la légère différence de limite d'endurance entre les éprouvettes testées par *Andreau* s'explique par la distance de propagation de la fissure interne dans le vide. Cependant compte tenu que les essais réalisés par *Andreau* sont des essais par paliers, il n'est pas possible de relier cette différence par une intégration de la loi de Paris. Il est en effet impossible d'estimer à quel palier de contrainte une fissure a amorcé.

Au regard des résultats présentés dans ce paragraphe et ceux de la littérature (c'est-à-dire ceux obtenus par *Andreau*), il est possible d'en conclure que la position d'un défaut interne au sein d'un échantillon va affecter sa durée de vie compte tenu de la propagation que la fissure va devoir faire sous vide. Cette conclusion est d'autant plus vraie que le chargement appliqué est faible puisque les différences de vitesses de propagation dans l'air et le vide sont plus marquées à faible FIC (voir figure 2.8). Il est à noter que dans les résultats présentés ici, la taille (ou forme) des défauts artificiels introduits permet de faire l'hypothèse qu'une fissure amorce quasi immédiatement (ce qui a été vérifié pour notre cas).

On peut remarquer de plus sur les fractographies de la figure 2.40 obtenues au microscope optique que les faciès de rupture en début de propagation autour du défaut diffèrent selon les échantillons considérés. Une zone noire apparaît sur les échantillons ayant été cyclés à faible contrainte, alors que celle-ci n'apparaît pas pour l'éprouvette C4 qui a été cyclée à très forte contrainte. Ces observations suggèrent des mécanismes de propagation différents pour ces éprouvettes en début de propagation, c'est-à-dire des régimes différents. Une analyse des régimes de propagation des éprouvettes va donc être effectuée au paragraphe suivant.

2.5.5 Régimes de propagation des fissures internes observés

D'après la littérature [HON 17], la propagation d'une fissure interne dans le Ti-6Al-4V se fait principalement selon trois régimes, représentés schématiquement en figure 2.41 a). Le premier, après amorçage de la fissure selon un plan cristallographique souvent basal, concerne la propagation dans un régime de fissure courte qui forme sur le faciès une zone appelée "*Rough Area*" (RA). Cette zone est nommée ainsi du fait d'une forte interaction de la fissure avec la microstructure qui favorise une grande rugosité. A partir d'un stade transitoire, la fissure devient longue et propage de manière plane pour former l'œil de poisson ou "*Fish Eye*" FiE. Deux scénarios peuvent ensuite se produire. Dans le premier cas, la fissure atteint la surface et propage jusqu'à ce que le FIC atteigne la valeur de la *ténacité* (voir figure 2.40). Dans le deuxième cas, la fissure est assez centrée pour que le FIC atteigne la valeur de la *ténacité* avant que la fissure n'atteigne la surface de l'échantillon.

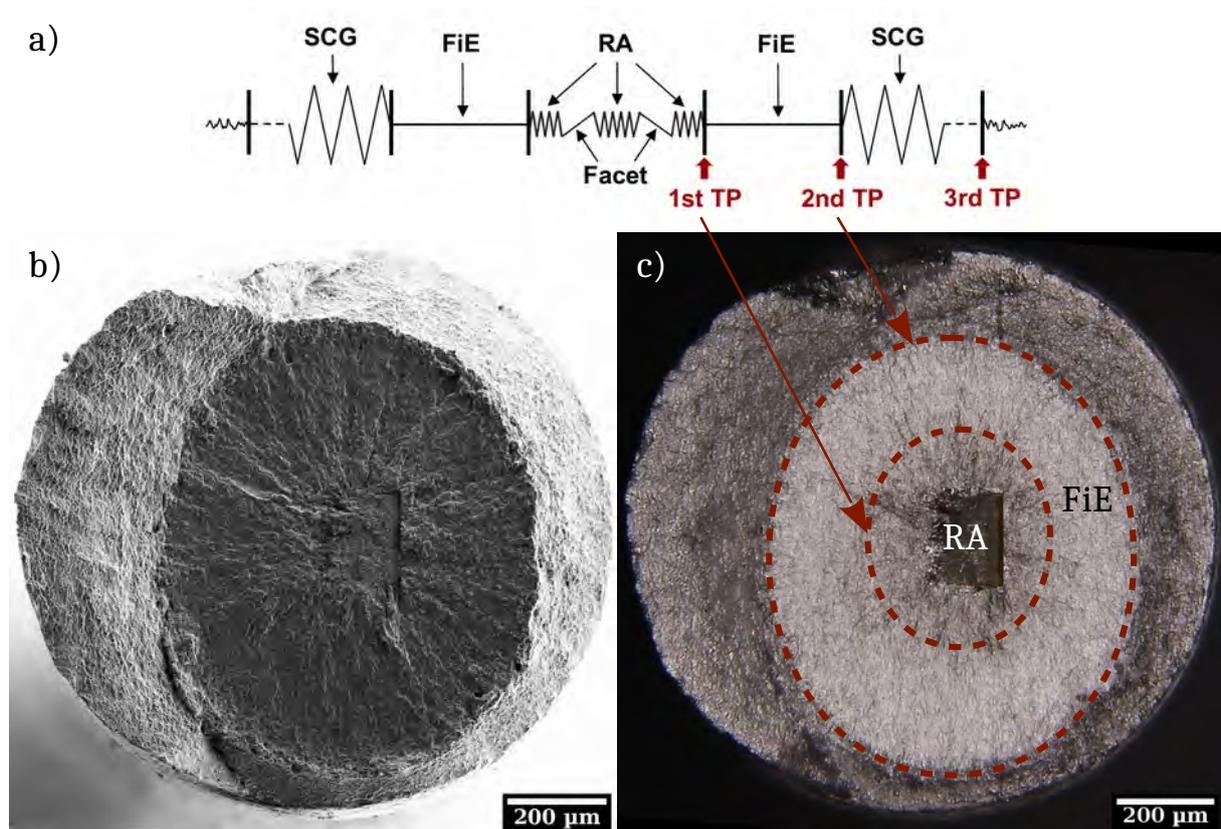


Figure 2.41. a) Schéma illustrant les mécanismes de fissuration dans le Ti-6Al-4V (Issu de [HON 17]) La première zone contient des facettes et constitue la *Rough Area* RA. La seconde zone est formée par le *Fish Eye* FiE. La troisième zone correspond à une de propagation stable, si elle a lieu. Fractographies de l'échantillon E1 cyclé à $\sigma_{max} = 730$ MPa effectuées b) au MEB et c) au microscope optique.

Dans le cas de l'échantillon E1, on constate que les fractographies MEB et optiques présentent des similitudes (figure 2.41 b) et c)). Il est possible de distinguer une première zone de

propagation qui semble être plus rugueuse, et qui ressemble à la zone communément appelée RA. Ensuite, une zone relativement plane, apparaissant plus claire au microscope optique forme le FiE. Pour les éprouvettes à entaille interne testées (excepté les échantillons à défauts décentrés), la rupture ductile semble s'être opérée après cette zone. Il est à noter que la zone de transition entre la RA et la partie plane du FiE ne s'est pas faite de manière franche, et a donc été difficile à évaluer selon les cas. Cette transition a été évaluée à partir des faciès obtenus en microscopie optique pour les éprouvettes A3, B1, C2, E1, E2 et E4. La variation du FIC moyenne pour laquelle a lieu cette transition a été déterminée à $\Delta K_{trans. RA \rightarrow FiE} = 9,14 \pm 1,19 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$. Un exemple d'une telle mesure comparée aux données de propagation est montré dans le résumé graphique de ce chapitre. *Yoshinaka et al.* [YOS 16b] ont déterminé cette valeur à $9,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ pour des fissures de surfaces courtes propageant sous UHV pour un Ti-6Al-4V bimodal dont la taille de grain est d'environ $10 \mu\text{m}$. Nos valeurs expérimentales semblent donc conforter ces résultats. Dans le cas de fissures internes, il est généralement admis que cette transition survient à un ΔK constant quelle que soit la charge appliquée, comme l'ont montrées les études expérimentales sur différents alliages de Ti-6Al-4V de *Heinz et Eifler* [HEI 16] à $R = -1$ et 20 kHz et de *Cao et Ravi Chandran* [CAO 17] à $R = 0,1$ et 35 Hz . *Heinz et Eifler* ont évalué cette transition sur le faciès obtenu en microscopie optique pour un $\Delta K_{trans. RA \rightarrow FiE}$ de $6,36 \pm 0,39 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ [HEI 16]. De leur côté, *Cao et Ravi Chandran* ont déterminé que cette zone de transition sur les fractographies au MEB était comprise entre 7 et $9 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ [CAO 17]. *Li* a également trouvé cette tendance à 100 Hz pour des rapports de charges R allant de $-0,3$ à $0,5$ [LI 17] ($\Delta K_{trans. RA \rightarrow FiE} = 7,16 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ à $R = 0,1$).

En outre, la taille de la zone plastique, calculée à l'aide de l'équation 2.10 pour laquelle la transition a lieu est de $6,0 \pm 1,6 \mu\text{m}$, ce qui correspond approximativement à la TdG du matériau, comme déjà avancé par *Beevers* [BEE 77]. Bien que la taille de la fissure soit assez longue puisque celle-ci a été amorcée sur un défaut, la **transition entre deux régimes de fissuration semble donc due à l'activité plastique en pointe de fissure.**

2.5.5.1 Evolution de la rugosité de fissuration

L'évolution de la rugosité arithmétique a été déterminée sur le faciès de rupture en suivant la méthode déployée au § 2.5.3.3. Cette grandeur est tracée pour les éprouvettes A2, A3 et A4 (l'éprouvette C2 ayant été écartée puisque la fissure a été imagée sur une autre ligne, avec une taille de voxel différente) en fonction du ΔK moyenné pour chaque tronçon en figure 2.42. On peut remarquer une tendance globale où la rugosité de la fissure décroît en fonction de sa *force motrice*. Cet effet est plus marqué dans la tôle chapeau et moins visible dans la tôle contenant le défaut. Ceci peut s'expliquer encore une fois par la différence de texture cristallographique. Dans la tôle chapeau et pour les faibles FIC, la rugosité atteint $\approx 2,25 \mu\text{m}$, ce qui correspond à la moitié de la taille de grain et semble confirmer le fait que les fissures propagent en pseudo stade I. On peut en effet imaginer une fissure qui propage selon les plans de glissements basaux et prismatiques en bifurquant à chaque entrée dans un nouveau grain comme déjà montré pour l'éprouvette C2 en figure 2.38 b).

Liu et al. ont par ailleurs mesuré finement la rugosité sur un faciès de rupture d'un Ti-6Al-4V bimodal (taille de grain de $5,89 \mu\text{m}$) pour un essai ultrasonique d'une fréquence de 20 kHz à $R = 0,1$ cyclé à une amplitude de contrainte σ_a de 250 MPa [LIU 16a]. Des mesures par microscopie

à force atomique (AFM) ont été conduites sur une facette, la zone rugueuse de la RA (sans facette) et la zone plane du FiE. Sans surprise, la rugosité de la facette est de 14 nm, celle dans la zone rugueuse de 2217 nm et 209 nm pour le FiE. Ces mesures ne peuvent cependant pas être directement comparées à nos données calculées. Les mesures par AFM sont en effet très locales et la méthode de calcul de cette valeur de rugosité n'a pas été définie clairement. Cependant les tendances calculées précédemment sont en accord avec les résultats de ces chercheurs. La rugosité passe en effet de $2,25 \mu\text{m}$ dans la RA à $0,76 \mu\text{m}$ dans le FiE.

Une remarque peut être néanmoins émise quant aux valeurs absolues de ces résultats. Du fait de la présence du défaut initiateur de la fissure, celle-ci n'est que très peu chahutée par la propagation cristallographique des premiers stades de propagation. La présence du défaut force en effet un amorçage dans un même plan et la *tension de ligne* pourrait jouer un rôle important sur la propagation de la fissure, même lors des premiers stades. Nous pourrions nous attendre en effet à une valeur de R_a plus élevée pour des fissures de même taille amorcées naturellement dans les mêmes conditions.

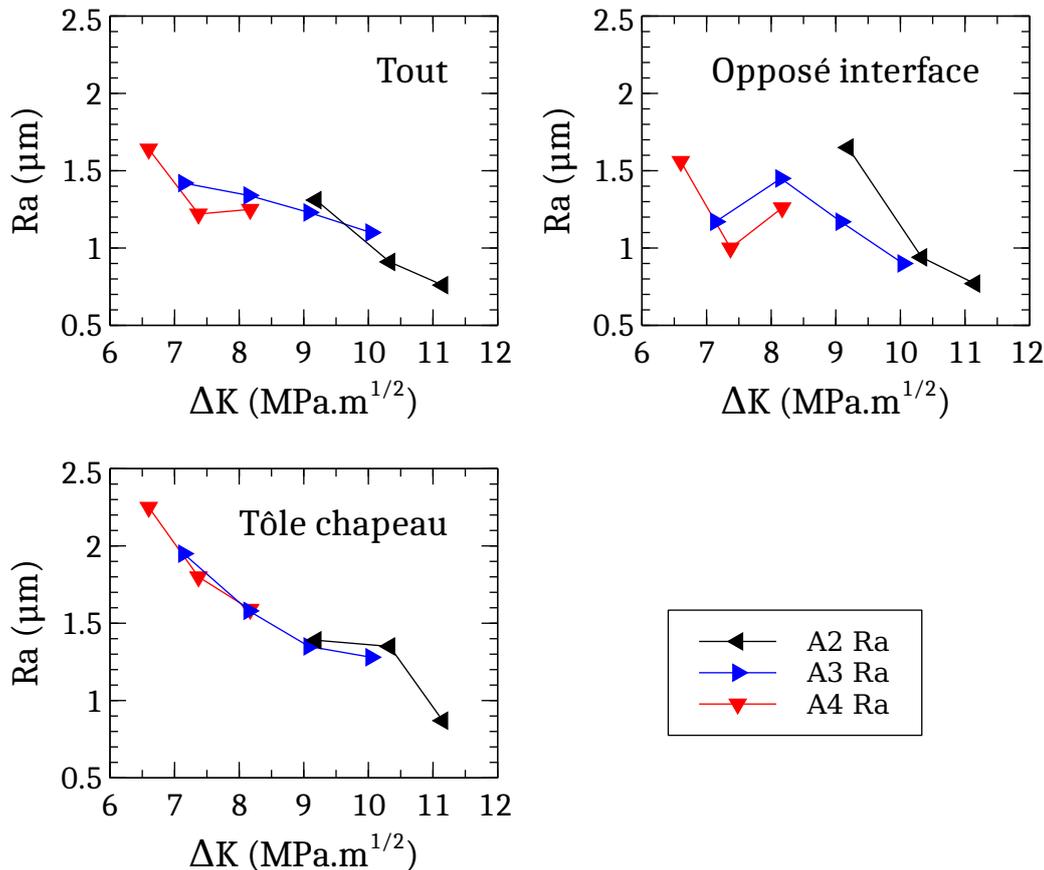


Figure 2.42. Evolution de la rugosité arithmétique en fonction du ΔK pour les éprouvette A2, A3, A4. Pour rappel, un profil de rugosité est tracé tous les degrés de l'angle θ (figure 2.35). Une moyenne est ensuite faite sur l'ensemble des mesures, dans la tôle chapeau ($-40^\circ \leq \theta \leq 40^\circ$) et à l'opposé de l'interface ($140^\circ \leq \theta \leq 220^\circ$).

2.5.5.2 Analyse des courbes de vitesses de propagation

Le comportement intrinsèque (sous vide, sans fermeture ou corrigé en fermeture) des fissures a largement été étudié par *Petit, Sarrazin-Baudoux et Hénaff*, comme évoqué dans le § 2.1.4.1. Pour le Ti-6Al-4V à température ambiante, les comportements intrinsèques des fissures de fatigue ont été déterminés expérimentalement par *Ritchie et al.* et *Petit et Sarrazin-Baudoux* [RIT 99, PET 00] et sont présentés en figure 2.43.

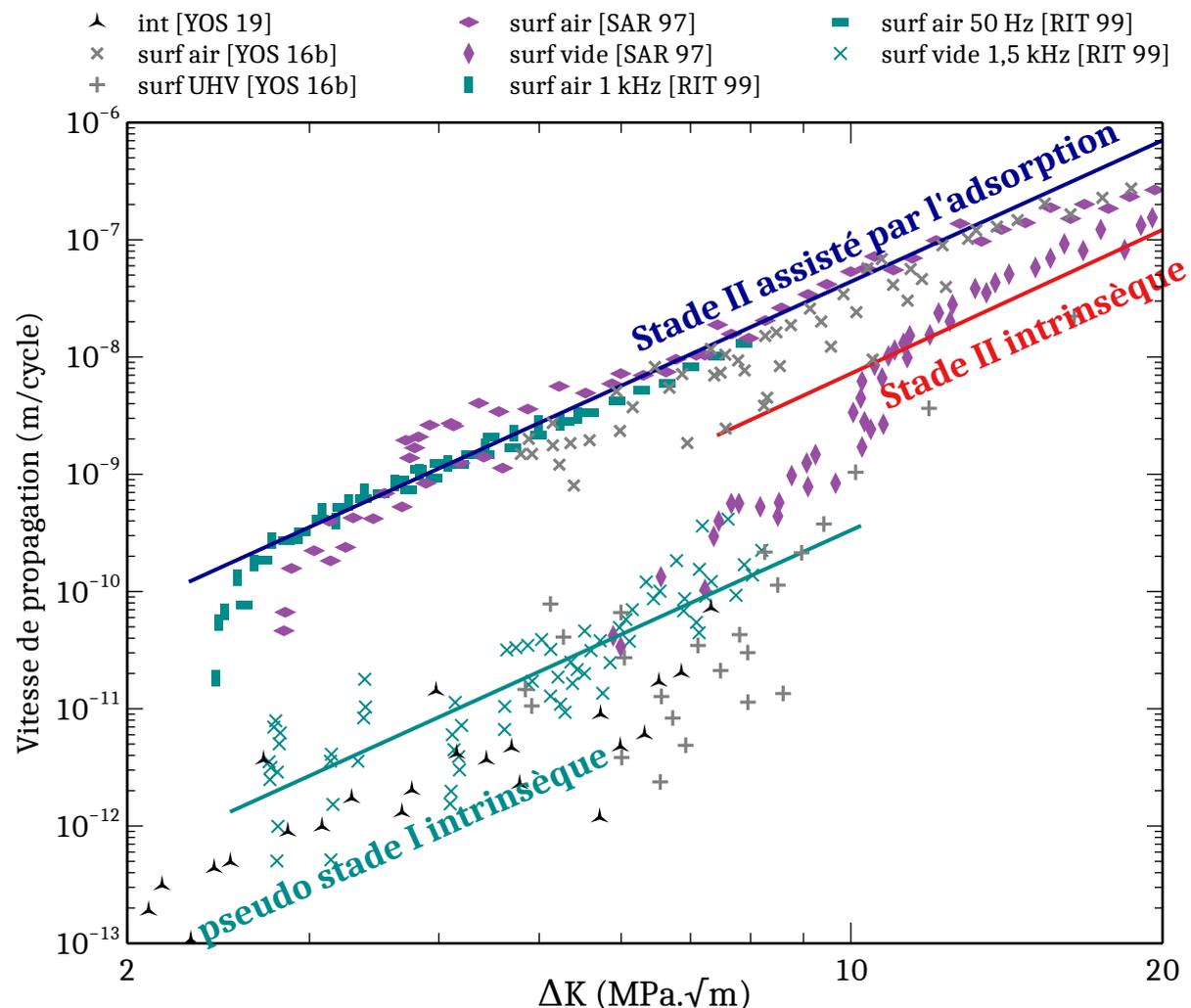


Figure 2.43. Courbes de propagation intrinsèques du Ti-6Al-4V émanant de différents essais expérimentaux [RIT 99, PET 00] et modélisation effectuée par *Petit et Sarrazin-Baudoux* [PET 06]. Les courbes des chercheurs japonais [YOS 16b, YOS 19], non corrigées de la fermeture, sont également présentées.

Les modèles associés, schématisés par des lignes, permettent de décrire le comportement de la propagation des fissures de fatigue intrinsèque et assistée par adsorption. Les courbes obtenues par *Yoshinaka et al.* [YOS 16b, YOS 19] suivent les mêmes tendances, même si un

léger décalage vers la droite est observable certainement du fait que ces données ne sont pas corrigées en fermeture. Pour les faibles FIC, les données suivent bien une modélisation avec une pente $m = 4$. Une zone de transition entre le pseudo stade I et le stade II commence ensuite à partir de $\Delta K = 7 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ et s'étend jusqu'à $\Delta K = 10 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. Les courbes suivent ensuite la ligne correspondant au modèle proposé par *Petit et al.* (voir équation 2.3). Il est à noter qu'aucun effet de fréquence ne semble perceptible, les essais ayant été menés entre 35 Hz et 1,5 kHz.

Pour prendre en compte l'effet de fermeture dans nos échantillons, les modèles présentés en figure 2.43 ont été ajustés pour correspondre aux données expérimentales de *Yoshinaka et al.* [YOS 16b, YOS 19] qui sont très proches de nos résultats expérimentaux. Les données de propagation *in situ* ont ensuite été tracées sur ce graphe en prenant en compte la formulation du FIC proposée par *Tada* [TAD 00] (solution 27.4). Les données *ex situ* ont également été intégrées par une loi de Paris modifiée, qui prend en compte la modélisation mentionnée ci-dessus. Trois domaines ont donc été introduits :

— Le pseudo-stade I intrinsèque modifié, d'équation :

$$\Delta a / \Delta N_{P-S.I} = 1,2 \cdot 10^{-14} \Delta K^4 \quad (2.17)$$

— La région transitoire d'équation :

$$\Delta a / \Delta N_{trans} = C_{trans} \cdot \Delta K^{11,43} \quad (2.18)$$

— Le stade II intrinsèque modifié, d'équation :

$$\Delta a / \Delta N_{S.II} = 6,0 \cdot 10^{-13} \Delta K^4 \quad (2.19)$$

Une seule inconnue, C_{trans} devait donc être déterminée pour que la durée de vie calculée soit identique à la réalité. Le choix du domaine dans l'intégration numérique, qui se fait pas à pas, a été déterminé par des conditions simples, présentées en figure 2.44.

Les données sont représentées en figure 2.45. On peut voir que les données *in situ* sont encore une fois bien corrélées aux courbes obtenues par *Yoshinaka et al.*. De plus, toutes les données *in situ* ont été acquises dans le régime de transition entre les pseudo-stade I et le stade II intrinsèque. Pour les éprouvettes C2 et C3, le début de propagation s'est effectivement opéré en pseudo stade I, d'où une observation plus marquée de facettes cristallographiques d'ores et déjà illustrées en figure 2.38. Les courbes de vitesses de propagation suivent ensuite une pente linéaire correspondant à la transition entre les deux régimes précédemment mentionnés jusqu'à leur "entrée" dans le stade II intrinsèque où une rupture de pente marquée peut être observée pour l'échantillon C2 ($\Delta K \approx 7,5 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$). Même si cette transition est moins marquée pour les éprouvettes A2 et A3, on constate que celles-ci tendent à suivre également la courbes de propagation du stade II intrinsèque modifiée à partir de $\Delta K \approx 10 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$.

Les éprouvettes avec cheminée ont également été intégrées avec une loi de Paris de pente $m = 4$ et montrent encore une fois une remarquable similitude avec les données de *Yoshinaka et al.* [YOS 16b] et donc de la modélisation modifiées du stade II assisté par l'adsorption.

Enfin, les éprouvette *ex situ* montrent également une bonne tendance lorsque leur durée de

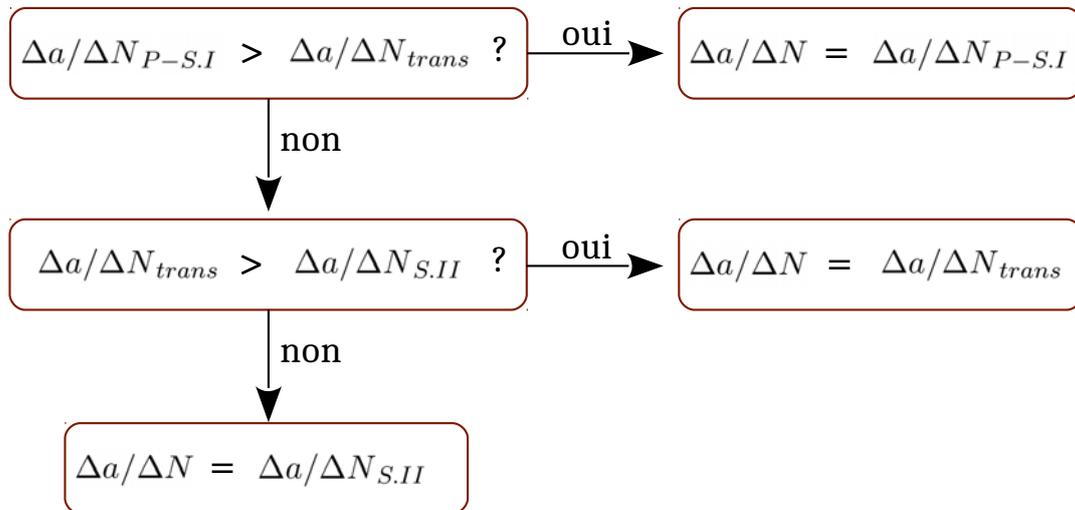


Figure 2.44. Schéma explicatif du choix de la loi de propagation en fonction du régime de propagation.

vie est intégrée de la manière présentée, qui conforte les résultats obtenus par *Yoshinaka et al.* [YOS 19].

Sur les courbes récapitulatives de la figure 2.45, une ligne pointillée verticale représente le lieu de transition RA \rightarrow FiE, dans une zone de transition entre le pseudo stade I intrinsèque et le stade II intrinsèque, ce qui semble donc en accord avec les observations décrites jusqu'à présent.

2.5.5.3 Synthèse sur les régimes de fissuration

Dans cette partie, les régimes de fissuration des éprouvettes internes testées ont été étudiés. Premièrement, une analyse des faciès de rupture en microscopie optique a montré que la propagation des fissures interne se faisait selon deux régimes associés à différentes zones sur le faciès : la *Rough Area* RA, zone sombre et le *Fish Eye*, zone claire. La zone de transition a été déterminée pour *six* éprouvettes et le FIC correspondant évalué à $\Delta K_{trans.RA \rightarrow FiE} = 9,14 \pm 1,19 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$. Cette transition a également été associée à une diminution de la rugosité du chemin de fissuration, plus marquée au sein de la tôle chapeau dont la texture cristallographique permet d'avantages de déviations du chemin de fissuration. Enfin, les vitesses de propagation des fissures des éprouvettes testées *ex situ* ont été évaluée en prenant en compte les modèles généralement associés à la propagation de fissures intrinsèques [PET 06]. La prise en compte de toutes ces variables montre que les fissures internes courtes propagent selon le pseudo stade I intrinsèque dans la *Rough Area* RA. Ensuite, une zone de transition, effectuée à un $\Delta K_{trans.RA \rightarrow FiE}$ constant permet un changement des mécanismes de propagation lorsque la taille de la zone plastique en pointe de fissure est équivalente à la taille des grains. La fissure propage ensuite selon le stade II intrinsèque qui forme une zone appelée le *Fish Eye* FiE.

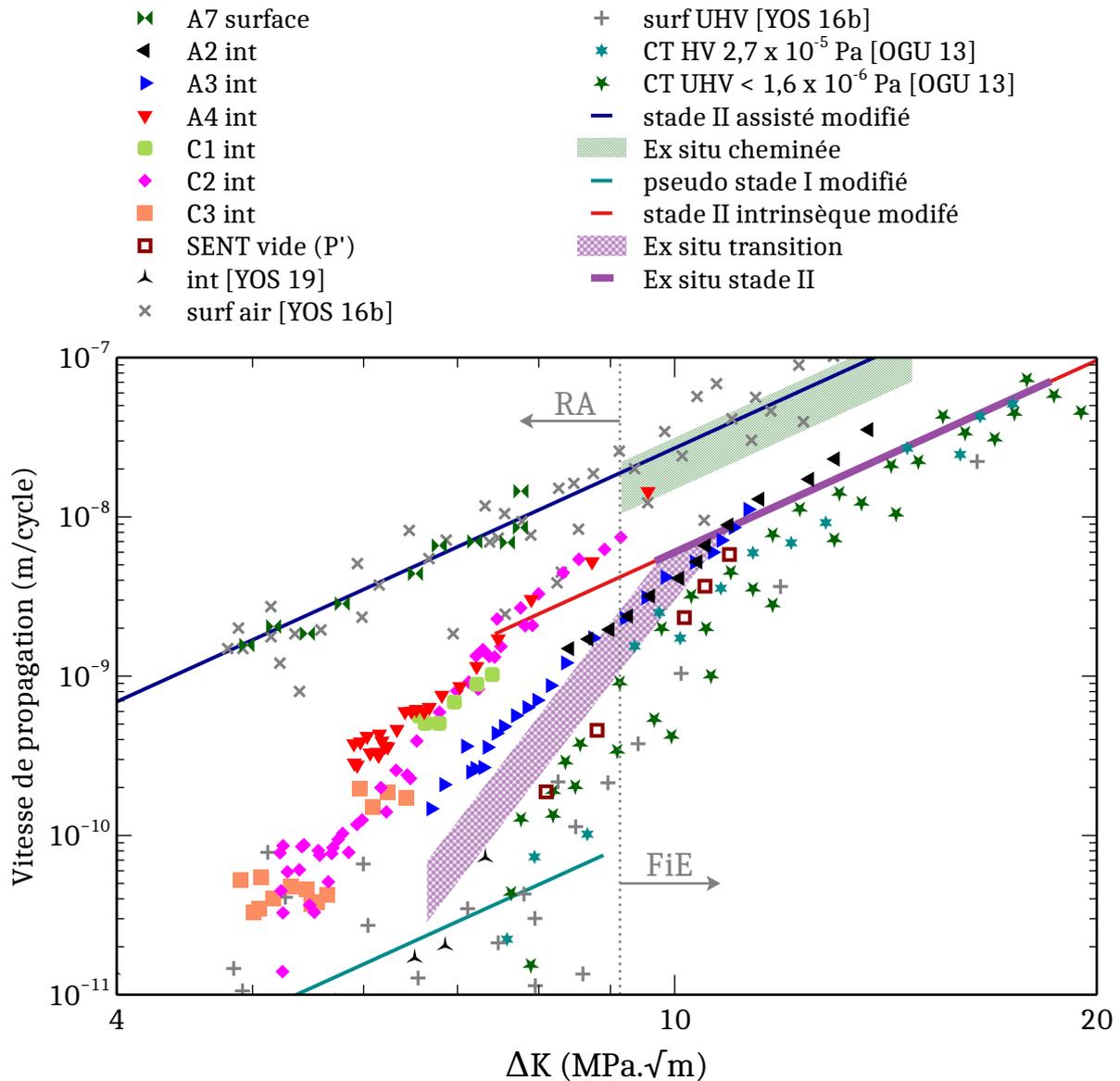


Figure 2.45. Régimes de propagation des fissures étudiées lors de la thèse. Toutes les éprouvettes testées y sont représentées. La transition d'un régime associé à la RA à un régime de FiE est représenté par une ligne pointillée verticale dans les cas des fissures internes propageant sous vide.

2.5.6 Synthèse : propagation de fissures internes dans le Ti-6Al-4V

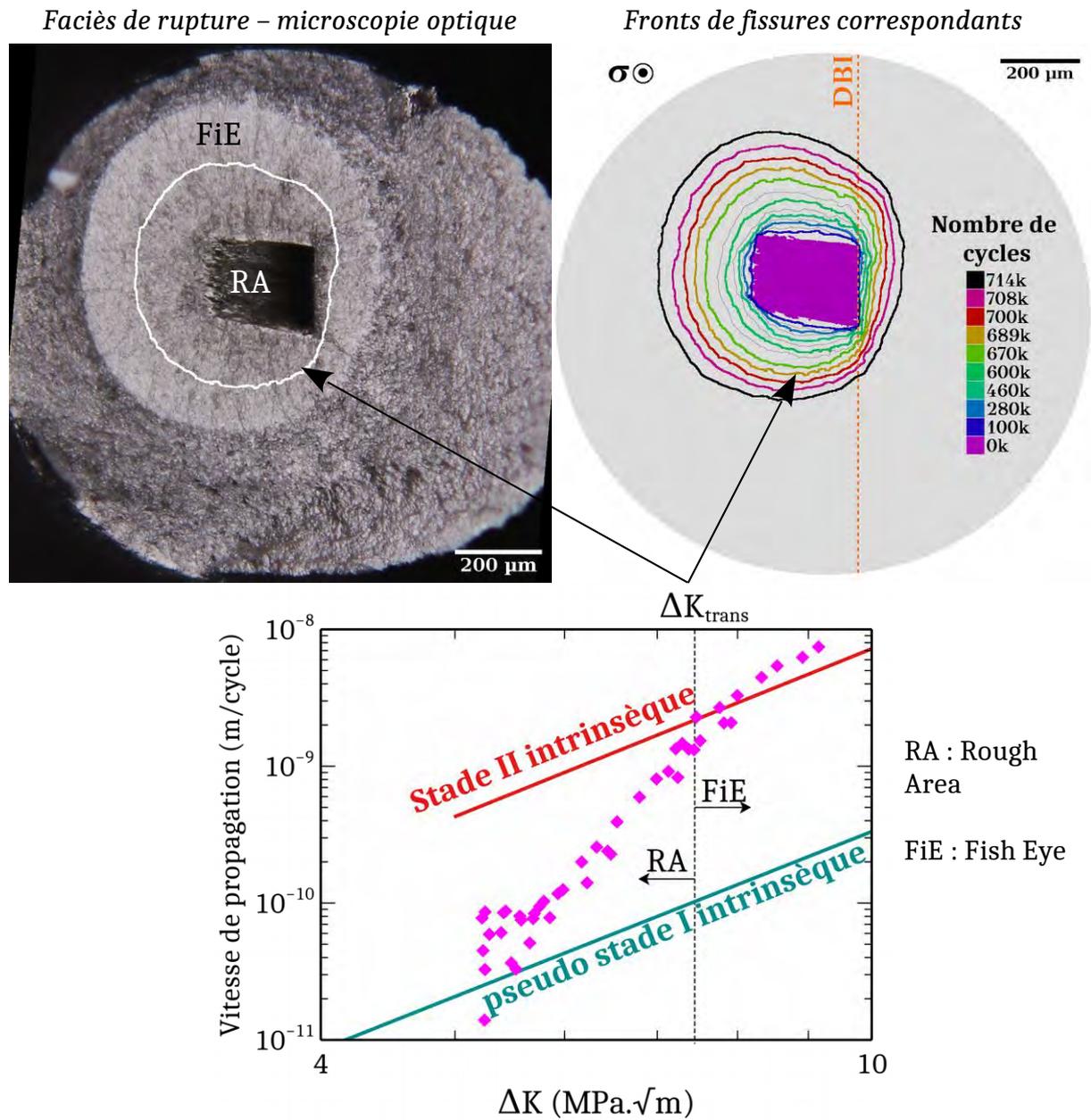
Cette partie est consacrée à l'étude de la propagation des fissures internes dans le Ti-6Al-4V amorcées à partir d'un défaut interne artificiel. Les principaux résultats de cette étude sont résumés ci-dessous.

- La méthode de fabrication d'éprouvette présentée au chapitre 1 a permis d'étudier de ma-

nière reproductible et systématique dans le Ti-6Al-4V la propagation de fissures internes.

- Les fissures internes amorcées à partir de ce défaut artificiel propagent sous vide et complètent les données expérimentales recueillies pour le même alliage par *Yoshinaka et al.* [YOS 19].
- Une comparaison directe de l'effet de l'environnement sur les mécanismes de fissuration interne a été menée. Des cheminées permettant une mise à l'air de la fissure ont été usinées et confirment le rôle crucial que joue l'environnement sur la propagation de fissures internes.
- La texture cristallographique joue un rôle important pour la propagation des fissures internes, particulièrement pour les faibles FIC. Cet effet est cependant de second ordre par rapport aux effets d'environnement en pointe de fissure.
- Les données de propagation de cette thèse ont permis d'étudier les mécanismes de fissuration interne sous différents régimes de propagation, et notamment dans la RA qui semble être le régime qui contrôle la durée de vie des échantillons.
- La transition d'un régime de propagation en pseudo-stade I au stade II intrinsèque semble être s'opérer lorsque la taille du rayon plastique est équivalente à la taille de grain (voir résumé graphique).
- La durée de vie des éprouvettes dépend de l'excentration des défauts ainsi que du régime dans lequel la propagation s'effectue.
- Le maintien sous charge lors des scans de tomographie pour les éprouvettes *in situ* a introduit une dispersion dans les données de propagation. Une propagation parfois plus rapide s'en est suivie par rapport aux courbes de propagation sous vide. Les mécanismes physiques associés sont encore mal connus, même si une correction par effet fatigue-fluage apporte un élément de réponse.

2.6 Résumé graphique



Analyse de la propagation de fissures internes amorcées à partir de défauts artificiels contrôlés

Chapitre 3

Etudes des mécanismes de propagation de fissures internes courtes : cas d'un aluminium de fonderie en régime gigacyclique

Dans la partie bibliographique du chapitre 2, nous avons vu que pour une faible *force motrice*, un régime de fissure courte gouverne la propagation des fissures internes. Les mécanismes physiques de la propagation de ces fissures en trois dimensions dans ce régime ont été très peu étudiés, du fait des difficultés expérimentales. Pour effectuer une étude exhaustive, il faut en effet avoir accès à la microstructure tridimensionnelle du matériau, ainsi qu'aux données de suivi de propagation 3D d'une fissure interne. Avec les avancées des techniques de caractérisation tridimensionnelles [LUD 08, HER 11b, NAR 17], il est désormais possible d'avoir accès à ces informations. Ce chapitre porte sur l'analyse des mécanismes de fissuration interne dans des éprouvettes de fatigue ultrasonique ($f = 20$ kHz, régime gigacyclique) dans un alliage l'aluminium de moulage A357-T6. Les interactions entre les fissures internes courtes et la microstructure du matériau seront étudiées.

Sommaire

3.1	Contexte de l'étude	102
3.2	Matériau et méthodes expérimentales	102
3.2.1	Matériau d'étude	102
3.2.2	Machine de fatigue <i>in situ</i> ultrasonique et déroulement des essais	104
3.3	Rappels bibliographiques : propagation des fissures courtes	106
3.3.1	Généralités	106
3.3.2	Cas des aluminiums de moulage	107
3.3.3	Vers une quantification 3D des mécanismes de propagation de fissures microstructuralement courtes	109
3.4	Suivi de l'amorçage et de la propagation des fissures internes	111
3.4.1	Présentation des éprouvettes testées	111
3.4.2	Chemin de fissuration	117
3.4.3	Analyse du blocage des fissures	136
3.4.4	Discussion	140
3.4.5	Conclusion : propagation tridimensionnelle d'une fissure interne courte	143
3.5	Résumé graphique	146

3.1 Contexte de l’étude

L’étude exposée dans ce chapitre est au coeur du projet ANR GIGADEF (fatigue GIGAcyclique à partir de DÉFauts internes) qui prend la suite du projet ANR IDEFFAAR (Influence des DÉfauts de Fonderie sur la Fatigue des Alliages AéRonautiques). Le but du projet GIGADEF est d’évaluer la nocivité des défauts de fonderie sur les propriétés en fatigue d’un alliage de fonderie A357-T6. Plus particulièrement, l’un des objectifs est d’étudier l’influence de la position (volume *versus* surface) d’un défaut de fonderie au sein d’une pièce soumise à un chargement mécanique cyclique. En effet les normes en vigueur pour l’inspection et l’acceptation de pièces de fonderie en alliage d’aluminium (ASTM E155 - 20 [AST 20]) prennent en compte la taille, la forme et la nature des défauts mais l’effet de la position de ces derniers n’est pas considéré du fait d’une méconnaissance de l’impact d’un tel facteur. Pour évaluer son influence, il est nécessaire d’étudier en détail les causes possibles d’endommagement (fissure dans le cas d’un chargement en fatigue) émanant de défauts volumiques (internes ou subsurfaciques) conduisant à la rupture de pièces ou d’éprouvettes. Si l’étude en 3D de l’amorçage et de la propagation de fissures de fatigue amorçant depuis des défauts surfaciques ont fait l’objet de différents travaux [LUD 03, FER 05, FER 06b, ELK 19, SER 20], le suivi de la propagation 3D de fissures de fatigue *internes* provoquées par la présence de défauts de fonderie n’a, à ce jour, fait l’objet que d’une publication [SER 17]. Ceci est dû à la compétition en matière d’amorçage entre les défauts de surface et de volume comme l’a bien montré le projet IDEFFAAR : la totalité des éprouvettes à défauts internes contrôlés observées en tomographie synchrotron lors d’essais *in situ* à 20 Hz en régime mégacyclique ont rompu du fait de l’amorçage et la propagation de *fissures de surface* au niveau de retassures [SER 17].

Comme abordé au § 2.1, les fissures causant la rupture d’éprouvettes de fatigue dans le régime gigacyclique (c’est-à-dire à très basse contrainte) sont généralement *internes* [Bat 99, HON 17], même si ce constat doit être un peu nuancé pour les alliages d’aluminium [BAT 04, ZHU 06, MAY 13]. Il a été choisi dans le projet GIGADEF d’étudier le comportement en fatigue gigacyclique d’éprouvettes d’A357-T6 contenant un défaut interne contrôlé similaires à celles utilisées dans le projet IDEFFAAR [SER 17]. Ce choix se justifie par les connaissances déjà acquises sur ce matériau notamment en ce qui concerne les propriétés en fatigue mégacycliques. Par ailleurs, même si les alliages d’aluminium conduisent moins systématiquement à des amorçages internes que les aciers, les premiers sont plus faciles à observer en tomographie que les derniers du fait de leur moindre atténuation des RX. Pour réaliser une telle étude une machine de fatigue ultrasonique, fonctionnant à une fréquence de 20 kHz et permettant de faire des essais de fatigue à très grand nombre de cycles (FTGNC) *in situ* en tomographie RX synchrotron, a été conçue dans le cadre de la thèse de doctorat d’Alexandre MESSAGER au laboratoire I2M [MES 20].

3.2 Matériau et méthodes expérimentales

3.2.1 Matériau d’étude

Le matériau d’étude est un aluminium de moulage AlSi7Mg0,6, traité thermiquement T6, aussi nommé A357-T6. La composition chimique de l’alliage est donnée dans le tableau 3.1.

Si	Mg	Ti	Fe	Cu	Mn	Pb	Ni, Zn, Sn	Al
7,25	0,54	0,16	0,093	$\leq 0,015$	$\leq 0,03$	$\leq 0,003$	$\leq 0,01$	Reste

Tableau 3.1. Composition chimique (% massique) de l'alliage de moulage A357 étudié.

Les propriétés mécaniques quasi-statiques ont été déterminées par le Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF), qui fournit le matériau. Une limite élastique $\sigma_{e0,2}$ de 274 ± 7 MPa, une résistance maximale à la traction R_m de 340 ± 6 MPa et un allongement à rupture de $7,7 \pm 1,0$ % ont été trouvés.

3.2.1.1 Microstructure

La microstructure de l'alliage est formée de dendrites d'aluminium primaire (solution solide de silicium dans l'aluminium, notée α) séparées par une phase eutectique qui, outre les particules de silicium, contient également des particules intermétalliques formées d'aluminium, de fer, de silicium et de magnésium. Une section d'un barreau a été poli au papier SiC (jusqu'au grade 600) ainsi qu'à l'aide de pâtes diamantées de 9 et 3 μm . Une dernière étape de polissage chimico-mécanique au MasterMet2 a été réalisée pendant 10 min avec 3 min de rinçage à l'eau chaude (afin de nettoyer la surface des particules de silice colloïdale) pour avoir un polissage fin permettant d'analyser la microstructure à l'aide de différentes techniques (optique, MEB-EBSD). Une image en microscopie optique de la microstructure est donnée en figure 3.1 a).

Les éprouvettes sont usinées à partir de barreaux bruts de moulage au centre desquels un défaut artificiel interne d'une taille d'environ 800 μm a été inséré. Au cœur des barreaux la SDAS (*secondary dendrite arm spacing*, "distance entre les bras secondaires de dendrite") a été mesurée à 30 ± 7 μm par le CTIF (voir figure 3.1 b)). Ce paramètre a une influence sur les propriétés en fatigue de cet alliage (la durée de vie dépend de la SDAS) à grand nombre de cycles [WAN 01] et sur la propagation de fissures de fatigue proche du seuil de propagation [LAD 06].

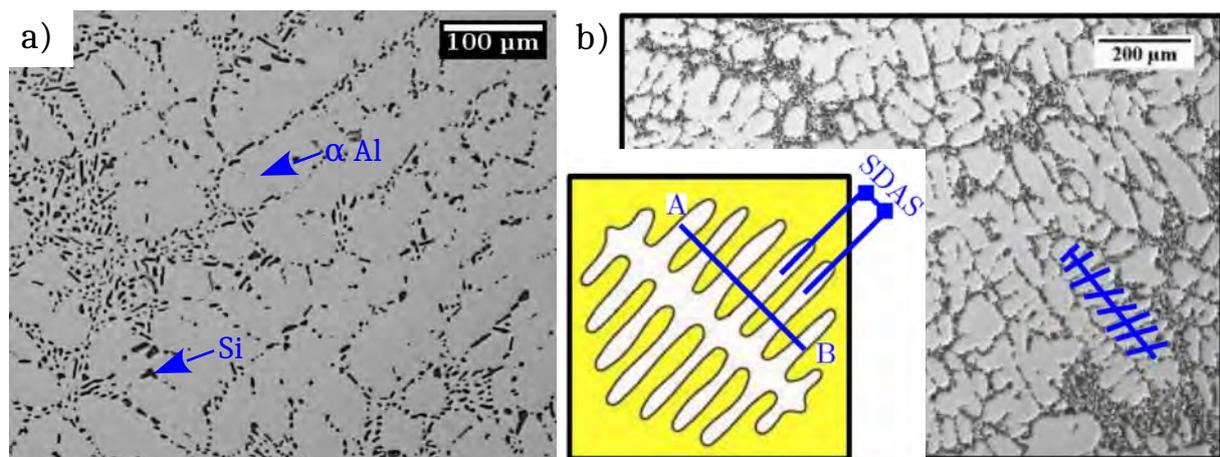


Figure 3.1. a) Microscopie optique du matériau étudié mettant en évidence les particules de silicium dans la matrice α de l'aluminium. b) Schéma de définition de la SDAS (*secondary dendrite arm spacing*) et exemple d'une mesure de celle-ci. Tiré de [SER 14].

La taille de grain du matériau a été précédemment déterminée par une cartographie EBSD durant la thèse d’Itziar Serrano Munoz [SER 14]. Elle a été évaluée à $501 \pm 190 \mu\text{m}$ en calculant les fractions d’aires occupées par chaque grain sur la cartographie. Pour déterminer le contour de chaque grain, un seuil de désorientation du cristal de 5° a été utilisé.

3.2.1.2 Défauts inhérents au procédé de moulage

Parmi les différentes coulées effectuées lors de ce projet (voir la thèse d’*Alexandre Messenger* [MES 20], § 2.2.2.2), une seule nous intéresse pour les résultats exposés dans ce chapitre. Pour favoriser l’amorçage en interne, des défauts artificiels d’un diamètre d’environ $800 \mu\text{m}$ ont été introduits au sein de barreaux coulés dans un moule métallique. Les alliages d’aluminium de moulage contiennent différents types de défauts (oxydes, pores de gazage et retassures)¹. Dans les éprouvettes mises en jeu, seuls quelques retassures et pores de gazage de petites tailles sont présents (figure 3.7). Une analyse de volumes tomographiques donne un taux de porosité de 0,015 % (hors défaut artificiel) avec une taille moyenne des pores présents de $15 \mu\text{m}$.

3.2.2 Machine de fatigue *in situ* ultrasonique et déroulement des essais

Les essais de fatigue gigacycliques présentés dans ce chapitre ont été effectués *in situ* sur différentes lignes synchrotron à l’aide d’un dispositif conçu et réalisé par *Alexandre Messenger* dans le cadre de sa thèse [MES 20]. Une présentation de ce dispositif est montrée sur la figure 3.2, seuls les grands principes du dispositif sont rappelés dans ce qui suit. Pour une description exhaustive, voir [MES 20], § 2.4.

Une machine de fatigue ultrasonique conventionnelle (sonotrode, convertisseur piézo-électrique, générateur et ordinateur de pilotage) [BAT 04] (en gris sur la figure 3.2a)) repose (au niveau du noeud de vibration de la sonotrode) sur une base conçue spécialement (en jaune sur la figure 3.2a)). Celle-ci permet d’accueillir la machine de fatigue et aussi de mettre sous charge l’éprouvette par l’intermédiaire d’un système mécanique. Celui-ci fait monter l’ensemble de la machine de fatigue pour que des épaulements présents sur l’éprouvette viennent s’appuyer contre un capteur de force, mettant ainsi en tension l’éprouvette avec une charge statique contrôlée (une contrainte de traction de 80% de σ_{max} a systématiquement été appliquée). Une caméra infra-rouge (IR) permettant un suivi d’endommagement par thermographie [RAN 08] a également été installée durant les essais. Pour cela, le montant de la machine situé au dessus du tube en polyméthacrylate de méthyle (PMMA) a été usiné (en pointillés sur la figure 3.2a)) de façon à suivre la température de l’éprouvette à sa surface. Enfin, un vibromètre laser a systématiquement été utilisé pendant les essais afin de mesurer la vitesse de déplacement de la partie libre de l’éprouvette lors du cyclage. Par analyse de la transformée de Fourier Rapide (TFR) calculée en temps réel pendant les essais, un algorithme est capable de détecter l’endommagement via un changement brusque de l’amplitude de la seconde harmonique de la vitesse de déplacement du bas de l’éprouvette [KUM 09]. Cette technique permet d’arrêter le cyclage de manière automatique. Un scan de tomographie de l’éprouvette permet de vérifier la présence d’une fissure (ou non).

1. Pour une présentation plus détaillée des différents types de défauts, voir la thèse d’*Alexandre Messenger*, § 2.2.2 [MES 20].

Les éprouvettes ont été dimensionnées pour vibrer à la fréquence de la machine ultrasonique ($f = 20$ kHz) à un rapport de charge $R = -1$. Un déplacement imposé permet de faire vibrer l'éprouvette à son mode propre de vibration. Un noeud de vibration est situé au centre de la partie utile de l'éprouvette et coïncide avec un pic de contrainte uniaxiale sur une hauteur de ~ 2 mm. Le déplacement imposé est calibré à l'avance afin d'appliquer une contrainte nominale uniaxiale donnée au centre de l'éprouvette. Le diamètre de l'éprouvette en son centre est contraint par l'atténuation des rayons X qui ne doit pas être trop importante. De ce fait, des éprouvettes de 3 mm de diamètre central ont été utilisées.

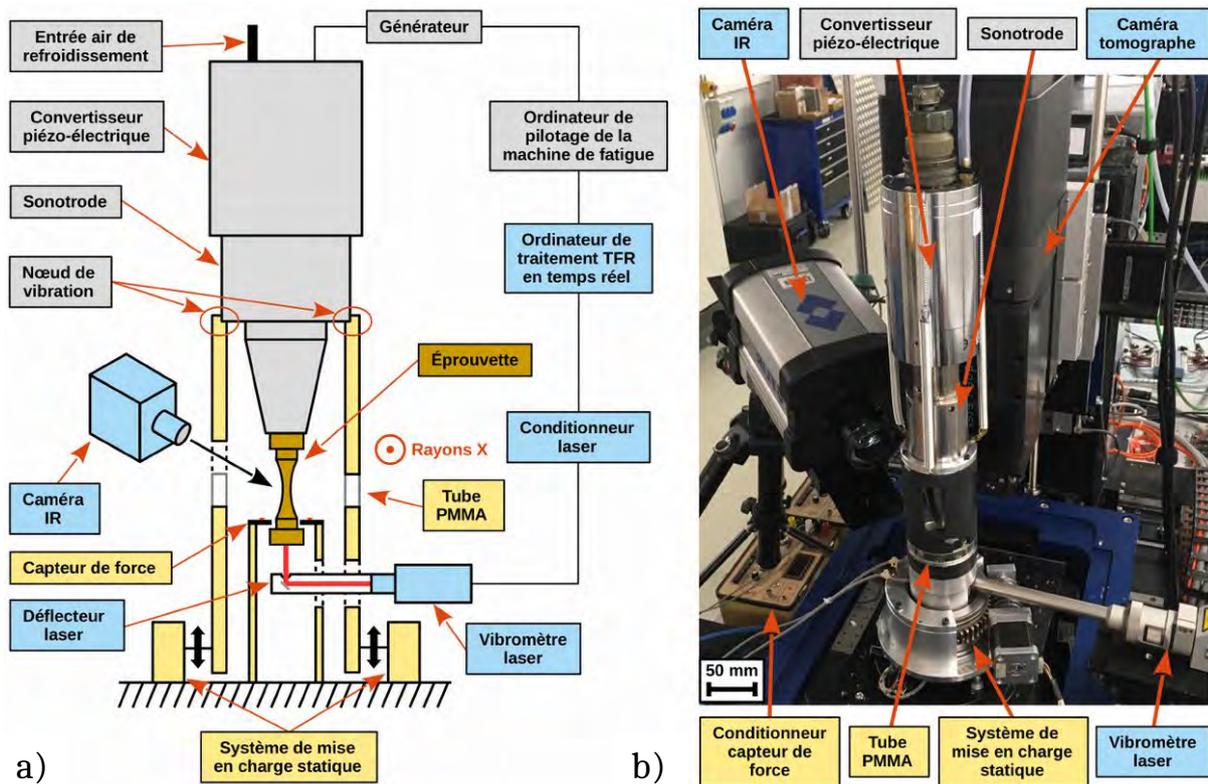


Figure 3.2. a) Schéma détaillé de la machine de fatigue ultrasonique *in situ* développée dans le cadre de la thèse d'Alexandre Messager [MES 20] b) Montage de la machine sur la table de rotation de la ligne Tomcat du synchrotron Swiss Light Source. L'ensemble est conçu pour tester des éprouvettes de fatigue à une fréquence $f = 20$ kHz et un rapport de charge $R = -1$. Tiré de [MES 20].

Les essais de fatigue *in situ* se sont déroulés de la manière décrite ci-dessous.

1. L'éprouvette est tout d'abord scannée en tomographie à 80% de l'amplitude de contrainte visée pendant les essais.
2. L'éprouvette est ensuite cyclée sur la ligne lumière en prenant soin de mettre en place le dispositif laser de détection de fissure.
3. Lorsque ce dispositif détecte une fissure et arrête le cyclage, un scan de tomographie est effectué pour vérifier la présence (ou non) d'une fissure.

4. Deux scénarios peuvent alors se produire
 - a Une fissure est visible en tomographie. Des séquences de cyclage d’un nombre de cycles déterminé (typiquement 100 000 cycles, ce qui correspond à un temps de 5 secondes) suivies de scans de tomographie sont effectuées pour permettre un suivi de la propagation de la fissure.
 - b Aucune fissure n’est visible en tomographie. L’essai redémarre au point 2.
5. Lorsque la fissure est jugée grande, l’essai est arrêté afin d’effectuer d’éventuelles analyses ultérieures au laboratoire (EBSD, mouillage des joints de grains au gallium, etc.).

3.3 Rappels bibliographiques : propagation des fissures courtes

Dans la première partie de ce chapitre nous avons présenté le contexte, le matériau d’étude et le déroulement des essais de fatigue effectués lors du projet GIGADEF. Compte tenu de la géométrie des éprouvettes (diamètre de 3 mm), de la microstructure du matériau (taille de grain de 500 μm) et de la faible contrainte appliquée aux éprouvettes afin de promouvoir l’amorçage interne, les fissures étudiées dans ce chapitre seront *microstructuralement courtes* (voir § 2.1.2). Par la suite, de telles fissures seront dénommées *fissures courtes* par commodité. Un rappel sur l’état des connaissances sur ce type de fissure, qui a été l’objet d’une abondante littérature, est effectué dans les prochains paragraphes.

3.3.1 Généralités

Miller [MIL 93] a mentionné le fait que la fissure provoquant la rupture d’une éprouvette est une fissure courte pendant la majeure partie de la durée de vie de l’échantillon. Dans ce régime, la vitesse de propagation varie de façon discontinue, du fait d’une forte interaction avec la microstructure (joints de grains ou particules de seconde phase, voir § 2.1.2) comme le montre la figure 3.3. Dans ce scénario de fissuration où les joints de grains constituent la barrière microstructurale principale affectant la propagation d’une fissure courte, il a été avancé que la désorientation entre les systèmes de glissement de grains adjacents pouvait être la cause des ralentissements (voire des blocages) de la propagation d’une telle fissure. En effet s’il est nécessaire que la plasticité soit activée dans un grain pour qu’une fissure le traverse [ZHA 92], il a été montré expérimentalement qu’à l’approche d’un joint de grain (JdG), la zone plastique causée par la pointe de fissure pouvait être bloquée [ZHA 92, SCH 11]. D’autre part, la compatibilité des systèmes de glissement les plus activés entre deux grains adjacents a été mise en cause, notamment au regard de la forme du joint de grain par différents paramètres et modèles.

Luster et Morris [LUS 95] ont par exemple introduit le facteur de compatibilité des systèmes de glissement m' qui prend en compte l’angle entre les plans de glissement et celui entre les deux directions de glissement des systèmes les plus activés entre deux grains adjacents. Leur étude des systèmes de glissement activés au Microscope Électronique en Transmission (MET) sur un alliage de Ti-Al déformé a montré qu’une valeur optimale de désorientation permettait une bonne compatibilité pour un transfert de glissement entre deux grains. *Zhai et al.* [ZHA 00] ont proposé un modèle de franchissement d’un joint de grain pour une fissure de fatigue courte. Selon les auteurs, la résistance d’un joint de grain à la propagation d’une fissure de fatigue est

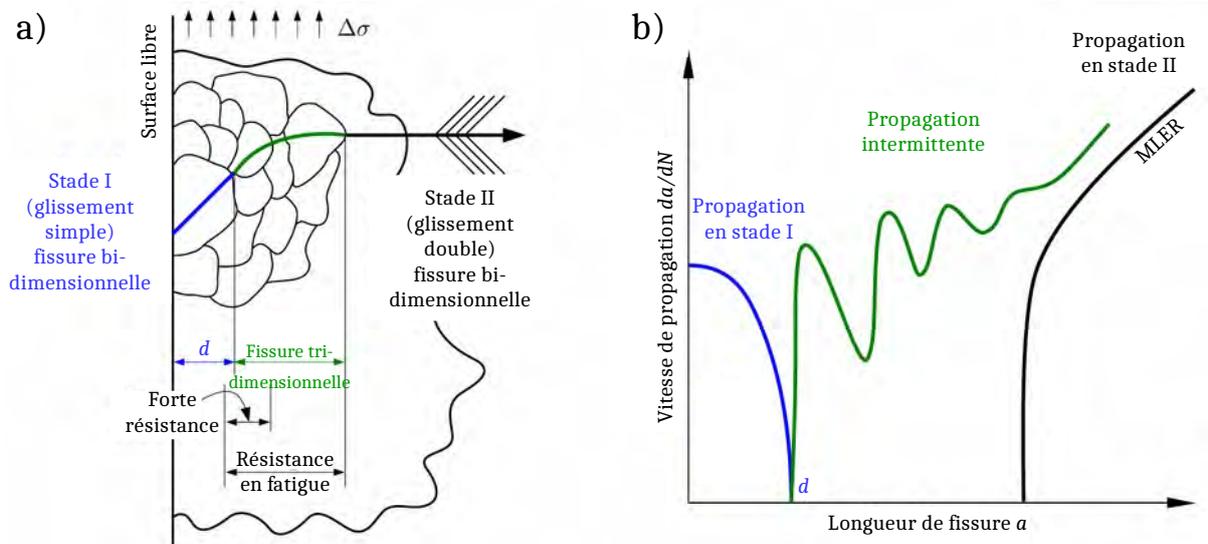


Figure 3.3. a) Représentation schématique de la résistance en fatigue associée à la difficulté d'une fissure en stade I à propager pour atteindre le stade II. b) Vitesse de propagation correspondante de la fissure. d représente la distance projetée selon l'axe de sollicitation pour que la fissure atteigne la première barrière microstructurale. Adapté de [SER 14]. D'après [MIL 93].

due à la plasticité dans les deux grains adjacents en question au travers (i) du facteur de Schmid FS [SCH 35], et (ii) de deux angles : le *twist* η et le *tilt* ξ , représentés schématiquement en figure 3.4. L'angle de *twist* prend en compte la surface à fissurer au niveau du joint de grain pour assurer une continuité de la fissure qui propage au sein des plans de glissement. L'angle de *tilt* est l'angle de déflexion des deux systèmes de glissement et représente l'angle que doit faire la fissure après application de l'angle de *twist* au niveau du joint de grain. D'un point de vue énergétique, l'angle de *twist* semble le paramètre le plus important puisque la fissure doit fracturer une plus grande surface (et donc dépenser plus d'énergie) si sa valeur est élevée (triangle abc sur la figure 3.4). Cette hypothèse a été vérifiée expérimentalement par plusieurs auteurs [ZHA 05, WEI 14, PAN 18] pour des mesures effectuées en 2D avec des joints de grains supposés plans. Enfin, d'autres modèles ont été développés sur la base des précédents en affectant une pondération aux divers paramètres (facteur m' , facteur de Schmid m , angles de *twist* et de *tilt*) mentionnés précédemment [WIL 01, WEN 12, PAN 18]. D'après la littérature, l'angle de *twist* semble cependant le paramètre ayant la plus grande influence sur le franchissement d'un joint de grain [PIN 15].

3.3.2 Cas des aluminiums de moulage

Dans l'aluminium de moulage étudié, deux niveaux de microstructure sont susceptibles d'avoir un impact sur la propagation de fissures courtes : la phase eutectique principalement contrôlée par la taille de la SDAS ($30 \mu\text{m}$) et les grains (d'une taille de $500 \mu\text{m}$) via les joints de grains. L'influence de ces deux paramètres sur la propagation de fissures courtes est présentée dans les

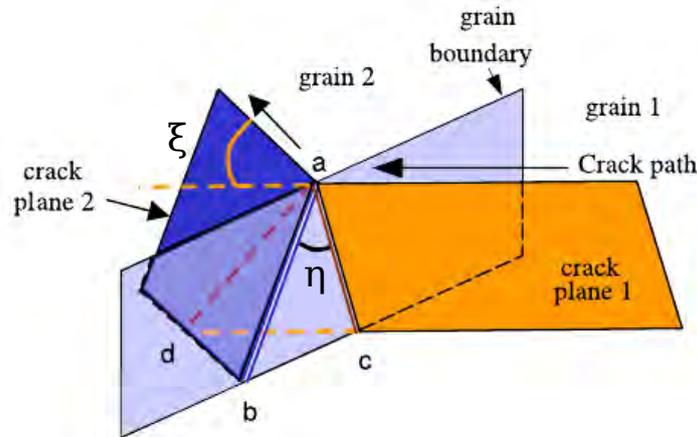


Figure 3.4. Définition des angles de *twist* η et de *tilt* ξ caractérisant la résistance d’un joint de grain à la propagation d’une fissure courte. Le joint de grain ainsi que la fissure sont représentés par des plans. D’après [ZHA 05].

paragraphes suivants².

3.3.2.1 Influence de la phase eutectique

La phase eutectique des alliages d’aluminium de moulage semble avoir un impact significatif sur la propagation de fissures courtes et, par conséquent, sur la durée de vie des éprouvettes testées en fatigue à grand nombres de cycles (FGNC). Wang *et al.* [WAN 01] ont par exemple trouvé que pour une faible valeur de SDAS ($<40 \mu\text{m}$) la durée de vie en FGNC d’un alliage A356 est supérieure à celle mesurée pour une forte valeur de SDAS ($>60 \mu\text{m}$). La phase eutectique des aluminiums de moulage semble en effet ralentir la propagation de fissures de fatigue microstructuralement courtes [GAL 99, JAN 10, ZEN 14] grâce à un mécanisme de blocage des bandes de glissement émises en pointe de fissure par les particules de silicium, plus dures que la matrice α [PAD 87, FAN 01]. Lorsque les fissures sont courtes et la *force motrice* faible ($K_{max} < 6 - 7 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$), le chemin de fissuration est généralement transgranulaire [BUF 01, SER 20] et les particules eutectiques sont contournées lorsque celles-ci sont rencontrées par la pointe de fissure [GAL 99, BUF 01, SER 20]. Certains auteurs comme Lados *et al.* [LAD 06] affirment que l’élément microstructural pilotant le comportement des fissures de fatigue courtes dans les aluminiums de fonderie est donc la phase eutectique.

3.3.2.2 Influence des grains

De nombreuses études ont montré des ralentissements (voir des arrêts) de propagation des fissures courtes à l’approche d’un joint de grain [BUF 01, LUD 03, HAN 02, FER 05, BRO 10, BRO 12, SER 20]. Brochu *et al.* [BRO 10] ont par exemple conclu que la taille de grain était le paramètre microstructural le plus influent sur le comportement de fissures de fatigue courtes propageant en stade I.

2. Pour une présentation plus détaillée, voir [SER 14] ou [MES 20].

Par ailleurs, Itziar Serrano-Munoz a observé des mécanismes de fissuration interne cristallographiques typiques de la propagation de fissures en pseudo stade I intrinsèque sur des éprouvettes cylindriques en A357-T6 de diamètre 6 mm contenant un défaut artificiel de 2 mm d'où ont amorcé les fissures menant à rupture [SER 14]. Une analyse EBSD sur plusieurs grains a montré que dans cette région, la fissure interne propageait selon les plans denses $\{111\}$, avec des changements de directions très marqués au niveau des joints de grains. Il semblerait donc que les joints de grains jouent un rôle important dans la propagation des fissures internes courtes dans l'alliage A357-T6.

Au regard des résultats de la littérature exposés dans les deux paragraphes précédents, il apparaît que le sujet du paramètre microstructural (grain ou phase eutectique) le plus influent sur la propagation de fissures courtes dans les alliages d'aluminium de moulage fait toujours débat dans la communauté scientifique. Cependant comme évoqué au § 2.1.4.1, le régime de pseudo stade I où la fissure est fortement influencée par la cristallographie locale est prolongé (vers des valeurs de ΔK plus élevées) lorsque la fissure propage dans du vide comparé à une propagation sous air.

Une des clés de la compréhension fine du comportement des fissures microstructuralement courtes est d'avoir accès à leur évolution en 3D [MIL 82] qui n'a que très peu été étudiée de façon exhaustive. Dans ce qui suit, de récentes études permettant de prendre en compte cet aspect 3D sont présentées.

3.3.3 Vers une quantification 3D des mécanismes de propagation de fissures microstructuralement courtes

Depuis la fin des années 2000, l'avènement de techniques de caractérisation tridimensionnelles a permis d'étudier la propagation en trois dimensions (3D) de fissures de fatigue microstructuralement courtes [LUD 03, FER 05, HOL 07, KIN 11, HER 11b, SCH 11, HAS 18]. Pour réaliser de telles études, il est en effet nécessaire d'avoir accès à la forme de la fissure en 3D à différents stades de propagation ainsi qu'à l'information de la microstructure en 3D (forme des grains et orientation cristalline). *Schaef et al.* ont par exemple étudié la propagation de fissures de fatigue courtes ($R = -0,1$; $f = 5$ Hz; $\sigma_{max} = 540$ MPa $\sim 60\%$ de σ_e) dans un superalliage base Nickel polycristallin contenant des précipités dont la taille faible (~ 300 nm) par rapport à celle de la fissure ($50 \mu\text{m}$) et des grains (~ 1 mm) influe peu sur la propagation des fissures [SCH 11]. Un défaut entaillé par faisceau d'ions focalisés (FIB) au sein d'un grain selon le plan dense $\{111\}$ ayant le facteur de Schmid (FS) le plus élevé a permis l'amorçage de fissures dans plusieurs éprouvettes dont les grains environnants étaient différents (orientation cristalline, orientation du joint de grain par rapport à la direction de propagation de la fissure). Un suivi surfacique de la propagation de fissures a été effectué via des répliques. A la fin des essais, des éprouvettes ont été sélectionnées pour une caractérisation 3D grâce à une technique couplée FIB-MEB. Ainsi, le caractère 3D de la fissure et de la microstructure ont pu être déterminés très finement (résolution de quelques nanomètres selon les auteurs). Il en ressort que le critère de Zhai [ZHA 00] semble être qualitativement correct, selon les auteurs, pour décrire l'efficacité d'un joint de grain comme barrière microstructurale, au travers de l'angle de *twist*. En effet, dans les conditions où les plans de glissement n'étaient pas favorables au sens de Zhai (angle de *twist* élevé), les fissures ont subi des arrêts avant de franchir le joint de grain en question selon des plans denses qui

permettent de minimiser la surface à fracturer. Dans le cas contraire où les plans de glissement sont compatibles au niveau du joint de grain (angle de *twist* faible), les fissures ont seulement subi une légère décélération.

Herbig et al. ont étudié la propagation d’une fissure de fatigue courte dans un alliage de titane β (cubique centré) Ti–15Mo–3Nb–3Al–0.2Si ($R = 0,03$; $f = 25$ Hz; $\sigma_{max} = 320$ MPa). La microstructure a été préalablement caractérisée par tomographie en contraste de diffraction (DCT). Une entaille FIB a été usinée en surface pour promouvoir l’amorçage d’une fissure et contrôler sa localisation pour mener à bien un suivi de propagation de fissure *in situ* par tomographie synchrotron [HER 11b]. La propagation 3D de la fissure a été finement suivie (figure 3.5 a)) et le chemin de fissuration dans le polycristal déterminé (voir figure 3.5 b)).

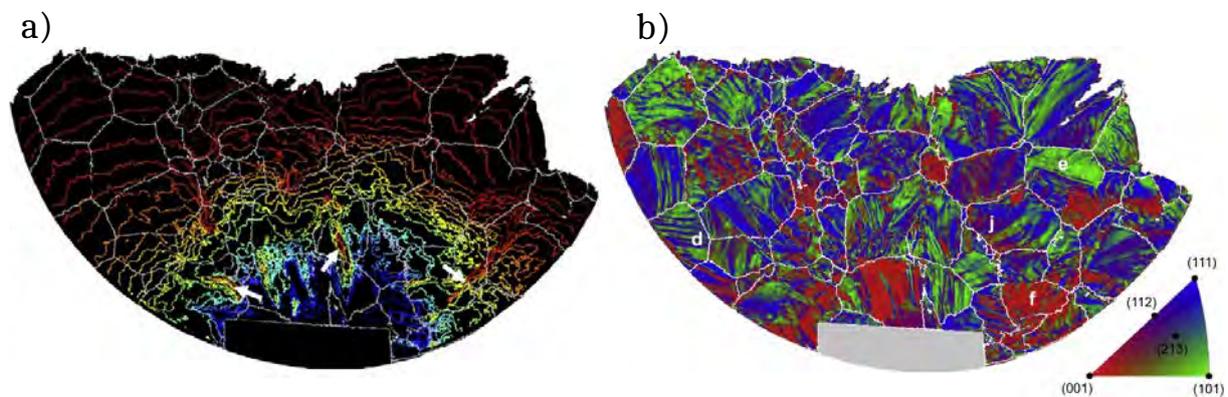


Figure 3.5. Rendus 3D projetés selon l’axe de sollicitation d’une fissure de fatigue amorcée à partir d’un défaut dans un alliage de titane cubique centré Ti–15Mo–3Nb–3Al–0.2Si. Des expériences synchrotron de DCT (*Diffraction Contrast Tomography*) et de PCT *in situ* (*Phase Contrast Tomography*) couplées ont permis d’avoir accès à la forme 3D d’une fissure échantillonnée dans le temps ainsi qu’à la microstructure de l’éprouvette. a) Évolution des fronts de fissure progressifs. b) Orientation cristallographique du chemin de fissuration. L’entaille se trouve en bas (en noir ou gris) et la fissure a propagé du bas vers le haut. Les lignes blanches correspondent à l’emplacement des joints de grains traversés par la fissure. D’après [HER 11b].

Les études précédentes, bien que très riches en informations quantitatives, ne peuvent cependant pas répondre à la question suivante : quels sont les mécanismes de propagation *tridimensionnels* d’une fissure de fatigue *interne* courte ?

Bien que *Schaefer et al.* [SCH 11, SCH 12] aient fait de nombreuses observations expérimentales à une résolution spatiale très élevée, la propagation des fissures qu’ils ont étudiées se faisait sous air. De plus la forme 3D des fronts de fissure n’a pas été déterminée expérimentalement au cours du passage d’une barrière microstructurale (l’avancée de la fissure a été effectuée en surface et les informations 3D acquises après essais).

Les études de *King et Herbig* [HER 11b, KIN 11] sont remarquablement traitées et détaillées et possèdent a priori tous les ingrédients manquants à celles de *Schaefer et al.* [SCH 11], à savoir :

- la chronologie de propagation tridimensionnelle de la fissure ;
- l’arrangement et l’orientation 3D des grains le long des fronts successifs.

Les observations expérimentales sont cependant complexes à analyser. Une approche simple visant à calculer le Facteur de Schmid ne semble pas suffisante pour rendre compte du cheminement de propagation dans les grains et de leur éventuelle efficacité à ralentir ou arrêter les fissures. De fait les surfaces des fissures pour les deux alliages étudiés (de titane et de magnésium) ne sont *pas* des plans de glissement classiques. Dans le cas de l'alliage de titane [HER 11b] cela a été expliqué par la résolution spatiale limitée de la tomographie qui n'arrive pas à capter des mécanismes de déviations très fins tels que ceux reportés par *Schaefer et al.* [SCH 11].

Les données expérimentales obtenues par *Herbig* [HER 11a] ont été incorporées dans des simulations de plasticité cristalline qui, là aussi, ne parviennent pas à bien reproduire le cheminement des fissures [ROV 18]. *Rovinelli et al.* obtiennent par exemple des corrélations de 60% sur le chemin de propagation et de 55% sur les vitesses de propagation entre leurs prédictions et le comportement réel de la fissure [ROV 18].

Les deux expériences 3D présentées précédemment ont été réalisées pour des niveaux de contrainte relativement élevés ($\sigma_{max} = 320$ MPa pour [HER 11b]; $\sigma_{max} = 130$ MPa $\sim 3/4$ de la limite élastique pour [KIN 11]). A de tels niveaux de chargement la force des barrières microstructurales est probablement déjà considérablement réduite et, de fait, aucun blocage des fronts de fissure n'a été observé.

Dans le cas des fissures internes un fort aspect cristallographique a été mis en évidence par *Serrano-Munoz et al.* [SER 16] bien que pas systématiquement de façon quantitative. Par ailleurs le faible niveau de contrainte qui peut être utilisé en fatigue gigacyclique ($\sigma_{max} < 1/3$ de la limite élastique) laisse présager que les effets des barrières microstructurales risquent d'être plus marqués et plus faciles à interpréter, en particulier en raison de la taille de grain importante.

Alexandre Messenger a bien montré pendant sa thèse que le lieu d'amorçage des fissures de fatigue autour d'un défaut interne ainsi que les plans suivis par la fissures sont gouvernés par la cristallographie locale [MES 20] (§ 3.1.3). Une des raisons pour laquelle ceci n'est pas observé pour des fissures de surface est certainement liée à l'environnement en pointe de fissure (pseudo stade I intrinsèque pour des fissures internes [PET 06]). A la suite des travaux d'*Alexandre Messenger*, il reste cependant à tenter de préciser *les mécanismes d'interactions entre les fissures et la microstructure 3D* (phase eutectique, grain, joints de grains) lors des premiers stades de propagation, ce qui est l'objet de ce chapitre.

3.4 Suivi de l'amorçage et de la propagation des fissures internes

3.4.1 Présentation des éprouvettes testées

Ce chapitre présente et synthétise les résultats obtenus lors d'essais de fatigue *in situ* sur trois éprouvettes nommées 49, 56 et 119. Les éprouvettes 49 et 56 ont été testées au synchrotron SOLEIL. L'éprouvette 119 a été préalablement scannée sur la ligne ID11 à l'ESRF par tomographie en contraste de diffraction (DCT). De cette manière la répartition et l'orientation 3D des grains a été obtenue en trois dimensions dans la zone de forte sollicitation de l'éprouvette, contenant le défaut artificiel centré. La caractérisation en DCT est présentée de façon plus détaillée dans le § 3.4.1.1. Cette éprouvette a ensuite été précyclée en laboratoire ($\sigma_{max} = 60$ MPa). Après un arrêt du cyclage par le laser à $3,86 \cdot 10^7$ cycles cette éprouvette a été cyclée et observée *in situ*

sur la ligne SYRMEP du synchrotron italien Elettra. Les conditions d’obtention des scans de tomographie sont résumées dans la thèse d’*Alexandre Messenger* [MES 20].

3.4.1.1 Obtention d’une microstructure 3D par Tomographie en Contraste de Diffraction (DCT)

Développée à la fin des années 2000, la tomographie en contraste de diffraction (*Diffraction Contrast Tomography*, DCT) permet d’accéder en trois dimensions à la forme des grains ainsi qu’à leur orientation cristalline [LUD 08, JOH 08, LUD 09]. Dans ce paragraphe, les conditions d’acquisition de l’éprouvette 119 et la méthode de reconstruction des données sont présentées.

Le principe de la DCT est tout d’abord présenté en figure 3.6. Un faisceau RX incident est rendu monochromatique par un monochromateur composé de silicium monocristallin. Ce faisceau passe ensuite par des fentes qui le contraignent à une taille limitée (typiquement une taille légèrement supérieure à celle du diamètre de l’échantillon généralement cylindrique), tout en s’assurant que son caractère parallèle (condition d’ondes planes) soit conservé. Dès qu’un grain satisfait aux conditions de Bragg, le faisceau est diffracté et deux tâches apparaissent sur le détecteur si celui-ci est suffisamment proche de l’échantillon : celle de diffraction (claire), et celle d’extinction du faisceau direct (sombre). Une analyse fine de ces tâches renforcée par l’exploitation des paires de Friedel [LUD 09] pour une multitude de positions angulaires ω permet de reconstruire la forme 3D des grains et leur orientation cristalline.

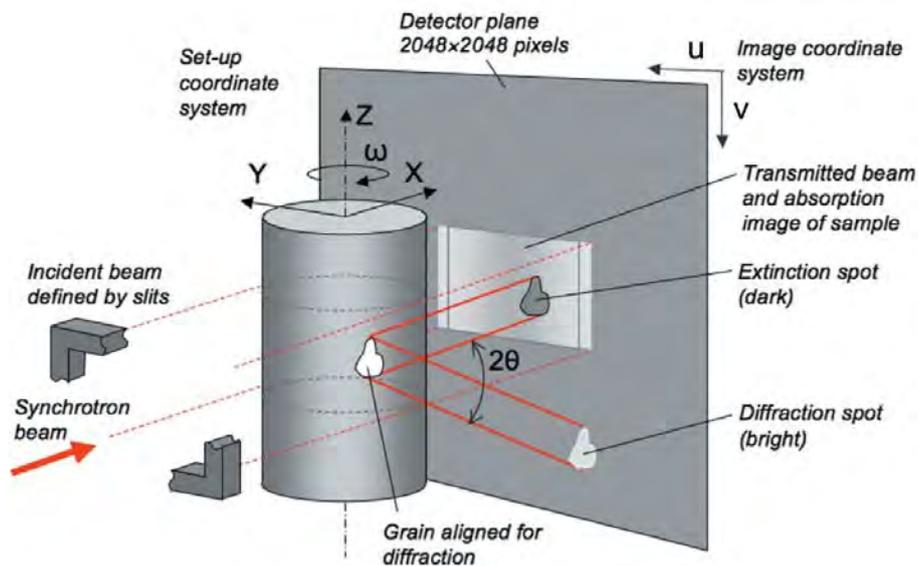


Figure 3.6. Principe d’acquisition de la microstructure tridimensionnelle d’un échantillon par tomographie en contraste de diffraction (DCT). Un faisceau RX incident parallèle et monochromatique, collimaté dans les directions Y et Z, illumine un échantillon polycristallin. Lorsqu’un grain remplit les conditions de Bragg, les rayons X sont diffractés faisant apparaître deux tâches : celle de diffraction (claire) et celle d’extinction du faisceau direct (sombre). Une rotation de 360° de l’échantillon permet de remonter à la forme et l’orientation cristalline des grains, après analyse automatique des tâches mentionnées précédemment. D’après [JOH 08].

Cette technique de caractérisation 3D a plusieurs avantages. Utilisée sur une ligne synchrotron de microtomographie, deux volumes 3D peuvent être obtenus pour un même scan : celui de la cristallographie de l'échantillon (présenté précédemment) et celui, classique, du volume 3D grâce aux données d'absorption. Ce dernier volume nous a permis d'identifier le défaut artificiel centré ainsi que les retassures présentes dans nos échantillons et a permis, *in fine*, d'aligner les volumes DCT avec les volumes acquis lors des essais de suivi de propagation de fissures.

Les paramètres d'acquisition d'un scan sont présentés dans le tableau 3.2. Il est à noter que l'acquisition s'est opérée en quatre étapes (tous les 1/4 de tours) permettant de refaire les acquisitions des références du faisceau incident et de conserver les scans précédents en cas de problème lors d'une étape (coupure du faisceau synchrotron par exemple). En effet la durée typique d'un scan DCT est de l'ordre d'une heure. Une fois acquises, les données sont reconstruites à l'aide d'un algorithme en *six* dimensions développé dans le cadre de la thèse de *Nicola Viganò* [VIG 14, VIG 16]. Chaque voxel contient une information unique de l'orientation cristallographique locale qui peut être décrite par les angles d'Euler ϕ_1, φ, ϕ_2 (notation de Bunge), en plus de ses coordonnées (x,y,z) qui permettent de l'affecter à un grain. Une moyenne des orientations de chaque voxel par grain a été calculée et utilisée lors de cette étude.

Type de faisceau	Energie	Détecteur	Taille de voxel	Distance échantillon-détecteur	Rotation et pas angulaires	Temps d'exposition
Mono-chromatique	40 keV	Frelon HD A77899 (2048 <i>pixels</i> ²)	9,4 μm	40 mm	360° - 0,1°	1 s

Tableau 3.2. Paramètres d'acquisition des scans par tomographie en contraste de diffraction.

Les rendus 3D de la partie centrale de l'éprouvette 119 sont montrés en figure 3.7 où on peut également observer la population de défauts (à gauche) et la microstructure reconstruite (à droite) de la même zone de l'éprouvette.

A la fin des essais, le volume des grains pour lequel la taille de voxel est de 9,4 μm a été transformé artificiellement pour obtenir une taille de voxel de 2,2 μm identique à celle utilisée lors de la campagne d'essais *in situ*. Ceci a permis d'aligner ce volume aux scans de tomographie classique afin de comparer directement le chemin de fissuration avec la cristallographie locale.

La capacité de la DCT à imager et reconstruire précisément la forme et la distribution 3D de grains au sein d'un polycristal a été étudiée par *Viganò et al.* qui ont montré en comparant une coupe reconstruite et une image EBSD qu'une précision inférieure au degré pouvait être obtenue pour l'orientation cristalline [VIG 16]. Concernant les joints de grains, une précision de quelques voxels a été montrée (écart moyen EBSD-DCT d'une taille de voxel). L'alliage de fonderie étudié ici présente deux difficultés par rapport à l'étude décrite précédemment. D'une part les grains résultant du procédé de moulage ont des formes plus complexes (voir par exemple la figure 3.17). D'autre part des grains de faible taille co-existent avec d'autres de plus grande dimension (ce qui oblige à un compromis en matière de taille de voxel). Une cartographie EBSD d'une section de l'éprouvette pourrait permettre une évaluation de la précision des mesures DCT mais cela n'a pas pu être réalisé dans le cadre de la thèse faute de temps.

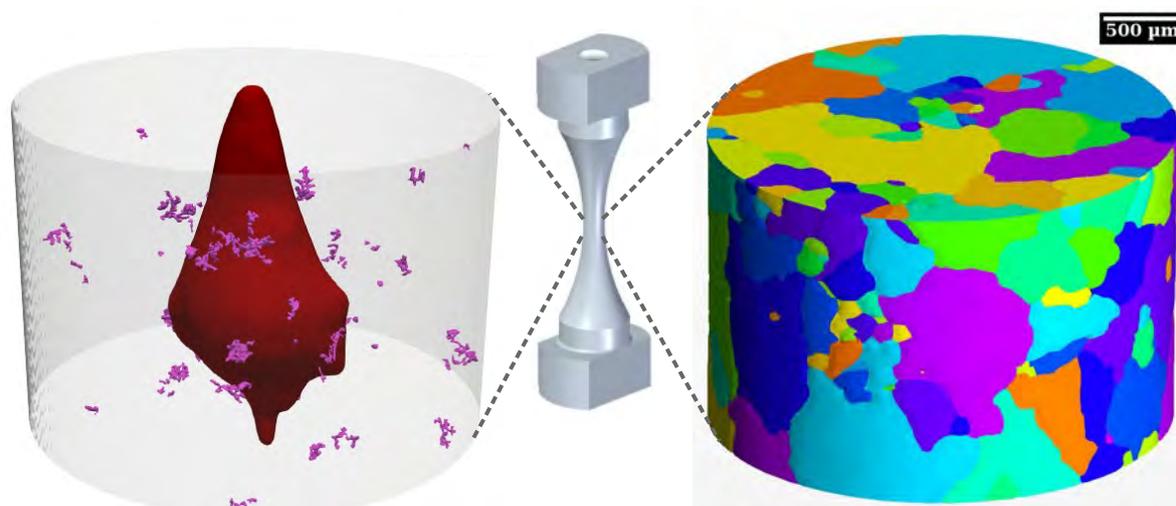


Figure 3.7. Schéma 3D de la forme de l'éprouvette 119 avec à sa gauche le rendu 3D du défaut artificiel et des pores et à sa droite un rendu 3D des grains reconstruits.

3.4.1.2 Conditions d'essais des éprouvettes testées et observations expérimentales

Suite aux différentes expériences mentionnées précédemment, les données 3D des éprouvettes ont été analysées. Dans un premier temps, une segmentation des fissures, permettant d'effectuer des rendus 3D pour mieux comprendre les chemins de fissuration complexes a été effectuée. Les fissures lors des scans de tomographie étant relativement fermées et donc difficiles à segmenter, seules celles des éprouvettes 49 et 56 ont pu être segmentées de manière quasi-automatique. Pour l'éprouvette 119, une autre méthode, décrite dans les paragraphes suivants, a été employée.

Éprouvette 49

L'éprouvette 49 a été testée sur la ligne PSICHÉ (taille de voxel des scans de $1,3 \mu\text{m}$) au synchrotron SOLEIL à une amplitude de contrainte $\sigma_a = 70 \text{ MPa}$. Une fissure a été détectée par analyse harmonique à $1,74 \cdot 10^7$ cycles. Celle-ci est restée bloquée jusqu'à $1,03 \cdot 10^8$ cycles. Une nouvelle fissure a ensuite amorcé et a été observée à $4,03 \cdot 10^8$ cycles (voir figure 3.8 a)).

Éprouvette 56

L'éprouvette 56 a également été testée sur la ligne PSICHÉ (taille de voxel des scans de $1,3 \mu\text{m}$) à une amplitude de contrainte $\sigma_a = 75 \text{ MPa}$. Une fissure a été détectée par analyse harmonique à $1,85 \cdot 10^7$ cycles. Quatorze séquences de suivi espacées de 10^5 cycles ont été acquises (voir figure 3.8 b)).

Éprouvette 119

L'éprouvette 119 a été cyclée à une amplitude de contrainte $\sigma_a = 60 \text{ MPa}$ sur la ligne SYR-MEP au synchrotron Elettra (taille de voxel des scans de $2,2 \mu\text{m}$). Une fissure a été détectée par

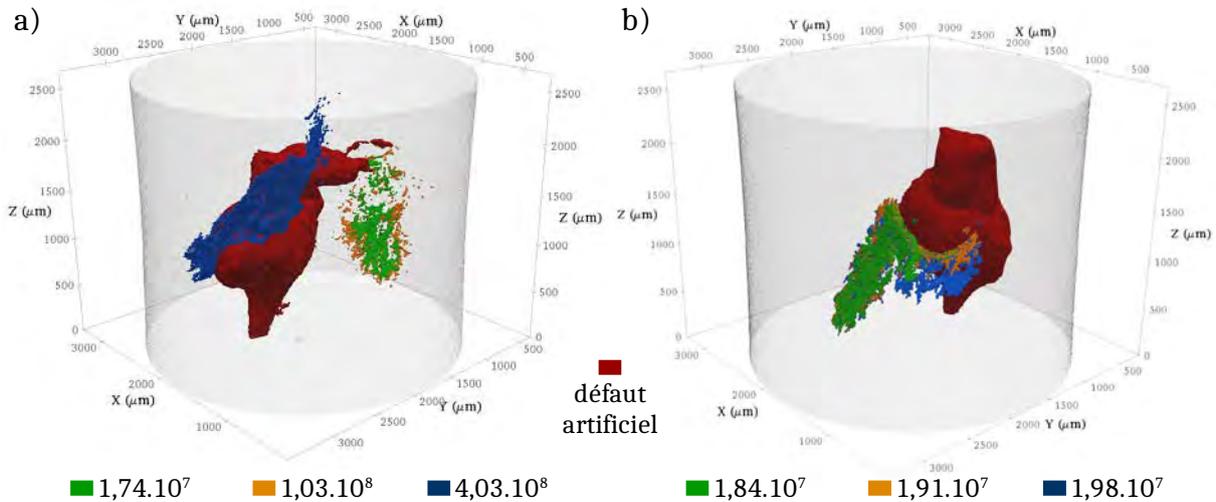


Figure 3.8. a) Rendu 3D de la segmentation de l'éprouvette 49. b) Rendu 3D de l'éprouvette 56, seuls trois états de la fissure sont représentés sur les quatorze par souci de clarté. Le défaut artificiel est en rouge.

analyse harmonique à $3,86 \cdot 10^7$ cycles. Aucune fissure de fatigue n'a été détectée par un premier scan de tomographie. Cependant, après seulement 10^5 cycles supplémentaires, une fissure a été observée. L'éprouvette a ensuite été cyclée pour atteindre 10^9 cycles à $\sigma_a = 60$ MPa, sans propagation supplémentaire. Des paliers successifs à 70, 75, 80, et 85 MPa ont été effectués jusqu'à 10^9 cycles pour le premier et 10^8 cycles pour les suivants. Aucune propagation ou amorçage n'ont été détectés. Un dernier palier à 90 MPa a permis la visualisation de la propagation de la fissure après détection par analyse harmonique à $7,26 \cdot 10^7$ cycles. Un schéma des conditions de chargement et observations expérimentales est donné en figure 3.9 a).

Bien que l'observation d'une fissure interne ait été faite dans cette éprouvette pour les scans de tomographie obtenus, la fermeture de la fissure très prononcée a rendu l'étape de segmentation particulièrement difficile. Après les essais, un scan à plus haute résolution a été effectué sur la ligne ID19 à l'ESRF³ (voir conditions dans le tableau 3.3) en prenant soin de mettre sous charge l'éprouvette.

Type de faisceau	Energie	Détecteur	Taille de voxel	Nombre de radiographies	Temps d'exposition
Quasi monochromatique	26,1 keV	2048 pixels ²	1,3 µm	5000 (360°)	0,05 s

Tableau 3.3. Paramètres d'acquisition du scan effectué de l'éprouvette 119 sur la ligne ID19 après les essais *in situ*.

L'éprouvette a été rompue lors d'un essai de traction quasi-statique et le faciès de rupture ainsi obtenu a été observé au MEB. Les endroits où la fissure a été bloquée et ceux où elle a propagé à $\sigma_a = 90$ MPa ont été déterminés sur les fractographies grâce aux aspects de surface

3. Je remercie chaleureusement Wolfgang Ludwig et Marta Majkut pour la réalisation du scan de tomographie.

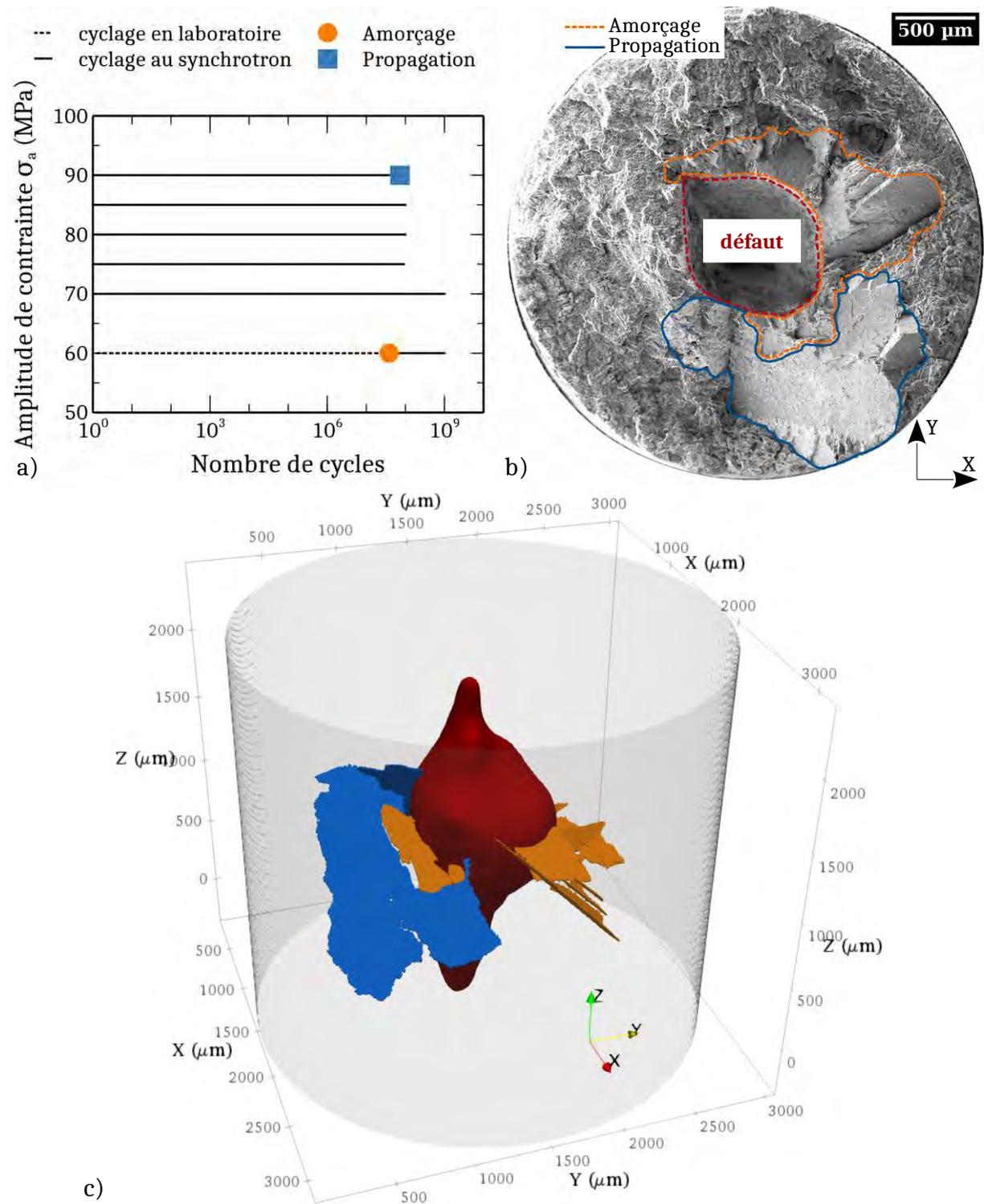


Figure 3.9. a) Historique de cyclage pour l'éprouvette 119 et observations tomographiques correspondantes. b) Faciès de rupture de l'éprouvette 119 avec observation de la fissure amorcée après $3,87 \cdot 10^7$ cycles (orange, traits pointillés) et de la fissure qui a propagé (bleu, traits pleins). c) Rendu 3D de la même éprouvette reprenant les mêmes codes couleurs. Les principaux plans de fissuration ont été représentés. Le défaut artificiel est en rouge. L'axe de sollicitation est suivant \vec{z} .

différents et comparés aux données de propagation en 3D. En effet la fissure bloquée a subi de nombreux cycles de chargement qui se traduisent par une surface de rupture matée qui contraste avec les surfaces observées aux endroits où la fissure a propagé à $\sigma_a = 90$ MPa (voir figure 3.10). Les deux stades d'observation de la fissure sont délimités sur la fractographie de la figure 3.9 b).

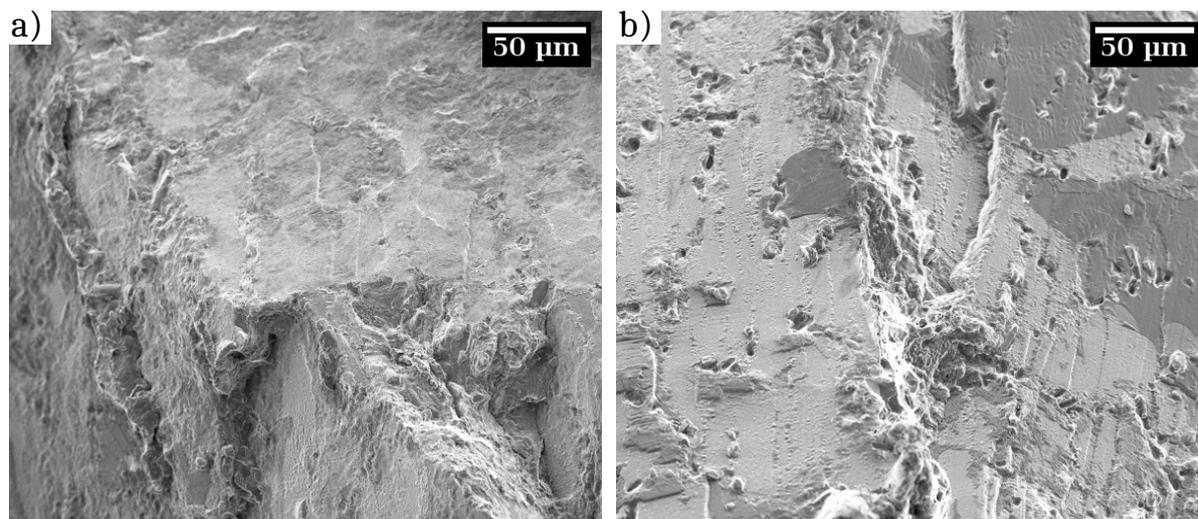


Figure 3.10. Observation MEB des aspects de surface de la fissure bloquée a) et de la fissure ayant propagé après blocage b). Un aspect maté des surfaces de rupture est visible à gauche.

Bien que la tomographie synchrotron nous permette d'obtenir une résolution de l'ordre du μm , il a été difficile d'imager clairement la fissure qui est très fermée (même après le scan effectué sur la ligne ID19). La figure 3.9 b) met en évidence des surfaces de fissuration très planes, des plans ont donc été interpolés à partir de plusieurs points identifiés dans les différentes parties de la fissure. Les images du faciès de rupture et les données tomographiques ont été alignées (dans le plan (\vec{x}, \vec{y})) afin de délimiter les zones planaires observées en trois dimensions. Un rendu 3D de la fissure pour les deux stades observés est montré sur la figure 3.9 c).

3.4.2 Chemin de fissuration

Il a pu être observé dans les figures précédentes que la fissure a propagé selon des facettes caractéristiques de la propagation de fissures courtes sous vide⁴[PET 06]. Dans ce paragraphe, nous nous intéresserons au rôle joué par la microstructure sur la propagation des fissures observées. Dans un premier temps, nous nous focaliserons sur la propagation intragranulaire de la fissure avec une étude de l'influence de la cristallographie locale et de la phase eutectique sur le chemin de fissuration. Dans un second temps, le comportement de la fissure lors du passage des joints de grains sera étudié.

4. L'amorçage des fissures étant interne, nous considérons ici que celles-ci propagent dans un environnement proche du vide.

3.4.2.1 Au sein d'un grain

Plans de fissuration

Après essai, l'éprouvette 56 a été choisie pour différentes analyses. Une coupe polie a permis de réaliser une cartographie EBSD d'une zone fissurée autour du défaut (voir figure 3.11). L'analyse couplée du chemin de fissuration et des traces des plans de glissement a permis de mettre en évidence que les fissures internes testées propagent selon les plans denses $\{111\}$.

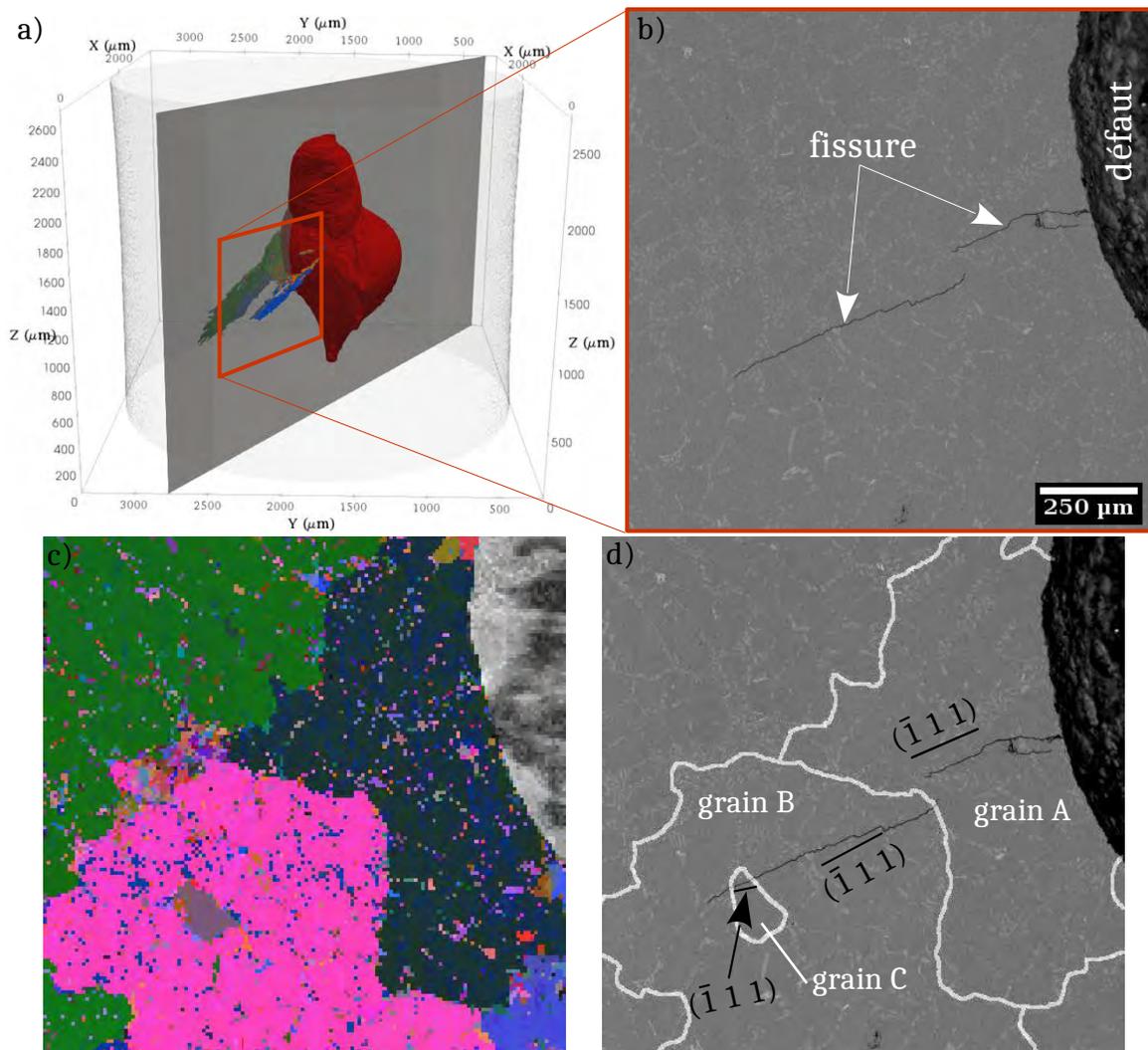


Figure 3.11. a) Rendu 3D de la fissure de l'éprouvette 56 montrant la localisation approximative du plan de coupe effectué pour observation microstructurale. b) Image MEB BSE de la zone correspondante. c) Cartographie EBSD de la même zone (code couleur = Euler ; tension d'accélération = 20 kV ; distance de travail = 13 mm ; pas = 5 μm). Une superposition de l'image b) et des joints de grains issus de la cartographie EBSD est représentée en d). Les traces de plans de glissement les plus proches du plan de fissuration sont représentées (voir tableau 3.4).

Une analyse des Facteurs de Schmid (FS) pour les plans denses des grains traversés - nommés

A, B et C - est présentée dans le tableau 3.4. Il en apparaît que la fissure se propage selon les plans denses parmi les plus activés de la matrice α -Al.

plan dense	direction dense	Grain A	Grain B	Grain C
(1 1 1)	$[\bar{1} 1 0]$	0,05	0,24	0,07
	$[0 \bar{1} 1]$	0,04	0,15	0,03
	$[1 0 \bar{1}]$	0,01	0,09	0,04
(1 1 $\bar{1}$)	$[1 0 1]$	0,14	0,07	0,07
	$[0 1 1]$	0,12	0,13	0,07
	$[1 \bar{1} 0]$	0,26	0,20	0,14
(1 $\bar{1}$ 1)	$[1 1 0]$	0,17	0,21	0,10
	$[0 1 1]$	0,40	0,49	0,37
	$[\bar{1} 0 1]$	0,23	0,28	0,47
$(\bar{1} 1 1)$	$[1 0 1]$	0,35	0,26	0,43
	$[1 1 0]$	0,13	0,22	0,11
	$[0 \bar{1} 1]$	0,48	0,48	0,32
angle / trace du plan dense proche		2,36°	0,91°	2,91°

Tableau 3.4. Comparaison entre les facteurs de Schmid FS des différents systèmes de glissement et le plan de fissuration pour la carte EBSD de l'éprouvette 56. Les angles entre la fissure et les traces de plans de glissement (observés en figure 3.11 c)) sont donnés. Le FS le plus élevé correspondant au plan dense le plus proche du plan fissuré est en gras. Le FS le plus élevé de chaque grain est encadré.

Une analyse plus complète a également été réalisée sur l'éprouvette 119, cette fois-ci en comparant les données issues de la tomographie (essais de suivi de fissuration interne et DCT) et l'examen fractographique effectué *a posteriori*. Sur la figure 3.12 est tout d'abord présentée la fractographie MEB de l'échantillon 119 superposé avec la délimitation des joints de grains et le numéro de chaque grain traversé. Un total de 18 grains a été recensé. Sur la base des observations 2D de l'éprouvette 56 (plans de fissuration $\{111\}$), une analyse de Schmid, présentée au tableau 3.5, a également été effectuée en 3D pour cette éprouvette⁵. **Cette étude montre que la fissure propage systématiquement au sein du plan dense le plus activé.** Un écart de seulement quelques degrés entre les normales des plans interpolés de la fissure et les plans denses activés est constaté. Cette observation montre que le très faible niveau de contrainte associé à un environnement inerte (vide) favorise une propagation cristallographique très marquée comme attendu. Le niveau de sollicitation macroscopique appliqué est en effet de l'ordre de la résistance en fatigue à 10^9 cycles de ce lot à défaut centré qui est de $\sigma_a = 70$ MPa [MES 20].

Le grain 2 est le seul pour lequel un plan de fissuration ne semble correspondre à un système de glissement fortement activé. Cette observation sera analysée en détail au § 3.4.2.2.

S'il semble évident d'après les résultats présentés précédemment que le chemin de fissuration est fortement lié à l'activité microplastique, il convient de nuancer les résultats, et notamment l'emploi du facteur de Schmid. Ce facteur est en effet un simple calcul géométrique qui prend

5. Il est à noter que la détermination des plans de fissurations n'a pas été effectuée pour les petits grains, la fissure étant très difficile à observer à l'œil dans le volume tomographique pour le grain 9 et d'autres grains de faible dimension.

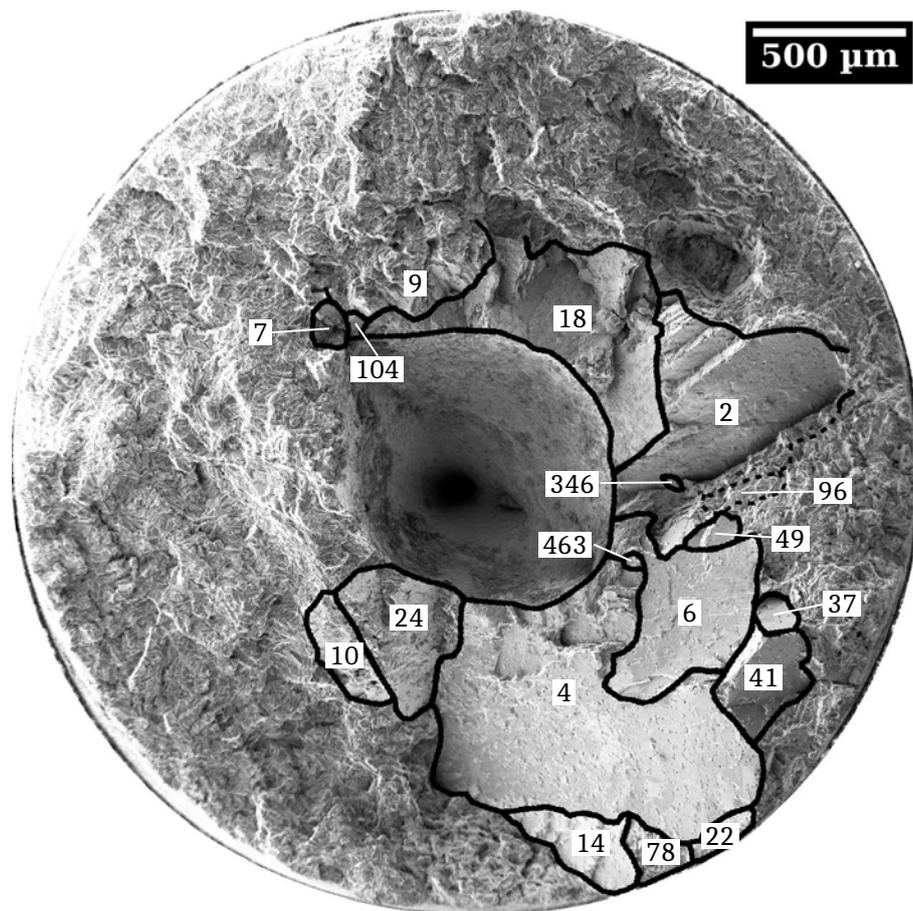


Figure 3.12. Fractographie MEB de l'éprouvette 119. Les joints de grains rencontrés/traversés par la fissure et déterminés à partir de la DCT sont représentés en noir ainsi que le numéro assigné à chaque grain. La fissure au niveau des grains 2 et 96 étant sous la surface de rupture ductile, les traits ont été mis en pointillés. Le fait qu'une ligne ne soit pas fermée (grains 9, 18 et 2) sous entend que la fissure s'est arrêtée avant d'atteindre le joint de grain.

pour hypothèse que le champ de contrainte est uniaxial. Même si l'aluminium n'est pas un matériau avec un comportement élastique ou plastique fortement anisotrope, contrairement au titane par exemple, l'ajout d'un fort concentrateur de contrainte tel que le défaut créé localement un champ de contrainte fortement multiaxial. De nombreux auteurs ont ainsi montré que, dans ce cas, le FS n'était pas le paramètre le plus pertinent et qu'une modélisation fine permettant d'avoir accès au champ de contrainte local était requise pour évaluer les lieux où se développe la microplasticité permettant l'amorçage [PHU 15] ou la propagation d'une fissure de fatigue [KIN 11, HER 11b].

plan dense	direction dense	Grain 18	Grain 2	Grain 4	Grain 6	Grain 24	Grain 14	Grain 41
(1 1 1)	$[\bar{1} 1 0]$	0,03	0,28	0,03	0,32	0,28	0,00	0,21
	$[0 \bar{1} 1]$	0,10	0,21	0,10	0,38	0,42	0,06	0,29
	$[1 0 \bar{1}]$	0,07	0,49	0,07	0,07	0,14	0,06	0,49
(1 1 $\bar{1}$)	$[\bar{1} 0 1]$	0,44	0,18	0,44	0,02	0,40	0,34	0,20
	$[0 1 1]$	0,17	0,34	0,19	0,01	0,14	0,30	0,29
	$[1 \bar{1} 0]$	0,27	0,16	0,25	0,01	0,26	0,04	0,09
(1 $\bar{1}$ 1)	$[\bar{1} 1 0]$	0,34	0,03	0,33	0,40	0,03	0,27	0,08
	$[0 1 1]$	0,15	0,14	0,15	0,46	0,29	0,17	0,28
	$[\bar{1} 0 1]$	0,49	0,12	0,49	0,05	0,26	0,44	0,20
$(\bar{1} 1 1)$	$[\bar{1} 0 1]$	0,11	0,43	0,12	0,14	0,00	0,17	0,49
	$[1 1 0]$	0,10	0,15	0,11	0,08	0,00	0,24	0,20
	$[0 \bar{1} 1]$	0,22	0,28	0,24	0,06	0,00	0,41	0,29
plan fissure (repère cristallographique)		(0,96 1,03 1,02) et	(0,98 1,06 0,95) et	(1,04 0,95 1,02) et	(1,16 0,91 0,91)	(1,04 0,97 0,99)	(1,04 0,96 1,00) et	(0,99 1,06 0,95) et
		(1,03 0,95 1,02)	(1,05 1,02 0,93)	(0,98 1,03 0,99)			(1,03 0,98 0,99)	(0,93 1,07 0,99)
	angle / plan dense le plus proche	2,12° et 1,78°	2,63° et 2,79°	2,18° et 1,15°	6,82°	1,76°	2,01° et 1,11°	2,80° et 3,22°

Tableau 3.5. Facteurs de Schmid des principaux grains traversés par la fissure de l'éprouvette 119. Les plans de fissuration déterminés par tomographie sont présentés dans le repère cristallographique. Le facteur de Schmid le plus élevé du plan dense le plus proche est en gras. Le facteur de Schmid le plus élevé est encadré pour chaque grain. L'angle entre le plan dense le plus proche et le plan de fissuration est donné. Plusieurs plans de fissuration peuvent être observés dans un grain. Dans ce cas plusieurs plans sont donnés dans la colonne en question et le plan de fissuration indiqué est celui présentant l'aire la plus grande (sept plans différents ont par exemple été identifiés dans le grain 18, tous étant très proches des plans denses $(1 1 \bar{1})$ et $(\bar{1} 1 1)$).

Alexandre Messenger a ainsi calculé lors de sa thèse les cissions résolues sur chaque système de glissement à l’aide d’un calcul éléments finis polycristallin élastique linéaire anisotrope [MES 20] (§ 3.1.3). Le maillage de la microstructure a été obtenu à partir des données DCT et représente donc la microstructure réelle. Le défaut artificiel centré a également été introduit. Au sein des 30 grains entourant le défaut, 33 systèmes de glissements présentaient un FS de plus de 0,44. Cependant la cission résolue la plus élevée a été déterminée au niveau du grain 18, où les premières fissures ont effectivement été observées. Celles-ci ont propagé selon deux systèmes de glissement différents (voir tableau 3.5) pour lesquels les cissions résolues étaient les plus élevées.

Interactions fissure - phase eutectique

En observant le faciès de rupture à une échelle plus fine il apparaît que les fissures avaient tendance à contourner les particules de silicium (dont la taille est de l’ordre du μm). Ces observations sont illustrées en figure 3.13 a) où on peut constater qu’une décohésion entre les particules de silicium et la matrice d’aluminium a lieu lors du passage de la fissure. Le passage de cette dernière et de la zone plastique qui lui est associée peut également provoquer la rupture de certaines particules de silicium (voir figure 3.13 b)) dans le voisinage du plan de fissuration. Ces observations sont en accord avec celles effectuées par plusieurs auteurs à plus forte contrainte mais pour des forces motrices restant faibles [GAL 99, BUF 01, SER 20]. Dans le cas de l’éprouvette 56, le facteur d’intensité des contraintes est de l’ordre de $2 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ [MES 20].

Ces marches résultant des interactions entre fissure et particules de silicium sont également clairement identifiables sur le faciès de rupture comme en témoigne la figure 3.13 c) dans le cas de l’éprouvette 119. Pour cet échantillon l’historique de fissuration menant à l’état final est très partiel : seulement trois états (vierge, amorçage et un stade de propagation) ont été acquis. Les marches observées permettent cependant de déduire une direction de propagation locale de la fissure au sein du grain. Une vue schématique de ce mécanisme est présentée en figure 3.13 d).

Mode de propagation des fissures

Les directions de propagation des fissures (correspondant aux marches laissées sur le faciès de rupture) ont été comparés aux directions de glissement au sein des grains. Cette étude est présentée en figure 3.14 pour le cas des grains 4 et 6 (où la fissure a propagé et dont la surface de rupture n’a pas été matée). Pour le grain 4, le plan de fissuration correspond au plan dense $(1 \bar{1} 1)$. Pour ce plan, un seul système de glissement, $(1 \bar{1} 1) [\bar{1} 0 1]$, est théoriquement activé (voir tableau 3.5). Les marches observées correspondent parfaitement à la direction $[\bar{1} 0 1]$ de ce système, déterminée à l’aide des données obtenues en DCT et projetée sur le faciès de rupture. Au sein du grain 6, la même conclusion peut être tirée. Le plan fissuré de ce grain contient deux systèmes de glissement activés, $(1 \bar{1} 1) [0 1 1]$ (FS = 0,46) et $(1 \bar{1} 1) [1 1 0]$ (FS = 0,40). Les directions de glissement de ces deux systèmes sont matérialisées par des lignes sur le faciès de rupture. Il est également possible d’observer le même type de lignes qui correspondent aux directions de glissements du système le plus activé pour les grains 18 et 2 (figure 3.12), bien que les surfaces de rupture aient été soumises à de très nombreux cycles de chargement.

Holzappel et al. ont déjà remarqué que l’interaction entre une fissure courte propageant au sein d’un plan dense et des carbures dans un superalliage base Nickel provoquait une propa-

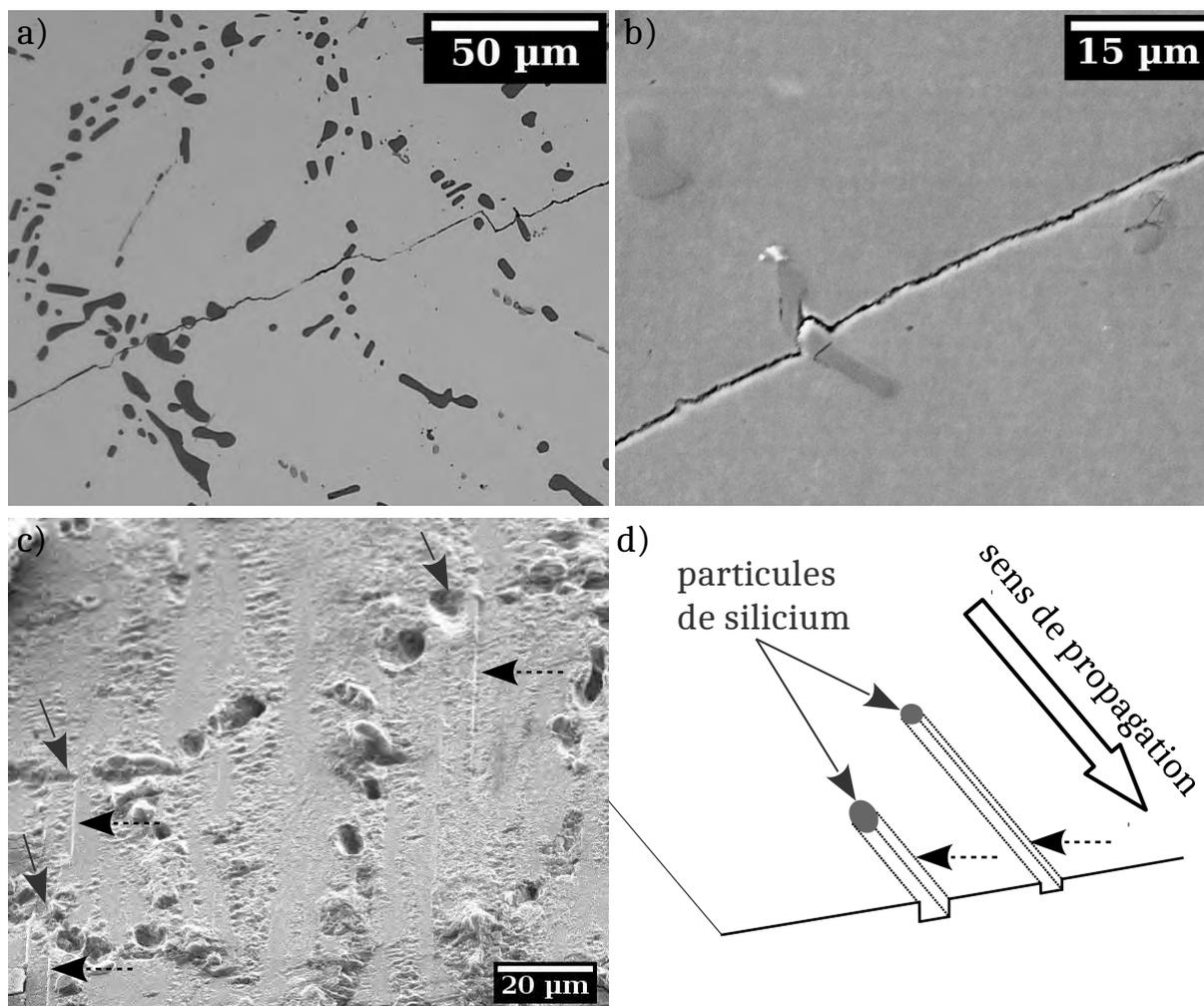


Figure 3.13. a) Image en microscopie optique de la fissure de l'éprouvette 56 orientée de la même manière que pour la figure 3.11. Les particules de silicium semblent contournées par la fissure. b) Image MEB SE de l'interaction entre la fissure et les particules de silicium. Bien que la fissure contourne les particules de silicium, certaines sont rompues. c) Image MEB SE du faciès de rupture de l'éprouvette E119 au niveau du grain 4. Après interaction avec une particule de silicium (flèches pleines), la fissure laisse des marches visibles sur le faciès de rupture (flèches pointillées) permettant de déduire la direction de propagation de celle-ci. Un schéma récapitulatif est disponible en d).

gation sur deux plans de glissements différents résultant d'un mécanisme de glissement croisé [HOL 07]. Selon ces auteurs, cette interaction a permis de montrer que la fissure se propageait selon la direction du système de glissement le plus activé, les marches causées par l'interaction fissure - carbures étant parallèles à cette direction.

Compte tenu de ces observations, il apparaît raisonnable de faire l'hypothèse que les fissures se propagent préférentiellement en mode II (cisaillement dans le plan [KRU 07]) avec une direction de propagation qui coïncide avec les directions de glissement des systèmes activés.

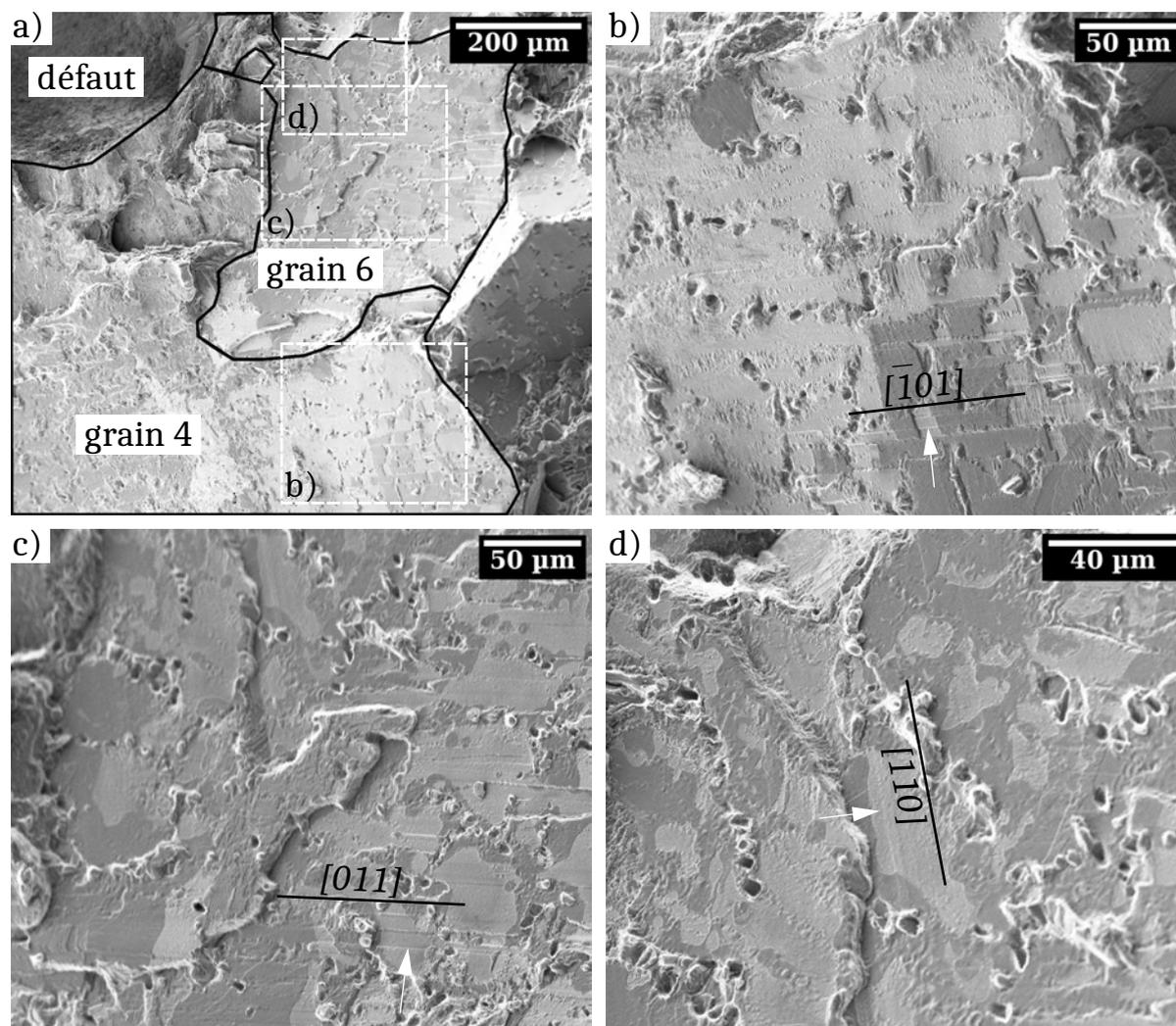


Figure 3.14. Comparaison entre les marches et lignes observées sur le faciès de rupture de l'éprouvette 119 et les directions des glissement des systèmes les plus activés pour les grains 4 et 6 (obtenues à partir des données DCT). a) Vue d'ensemble des régions d'intérêts. b) Pour le grain 4 (FS = 0,49). Pour le grain 6 (FS = 0,46) c) et (FS = 0,40) d). Les marches observées sont repérées par des flèches blanches.

Synthèse : propagation des fissures internes au sein d'un grain

Pour conclure sur ce paragraphe, les fissures internes courtes étudiées dans l'alliage A357-T6 à des faibles niveaux de sollicitation ($\sigma_{max} < 1/3$ de la limite élastique) et pour une fréquence de sollicitation de 20 kHz ont les caractéristiques suivantes :

- elles **propagent selon les plans de glissement $\{111\}$** ;
- les plans $\{111\}$ correspondant aux surfaces de rupture sont ceux présentant des valeurs de **facteur de Schmid les plus élevées** ;
- les **directions de glissement** des systèmes les plus activés correspondent aux directions

de propagation des **fissures qui propagent donc en mode II**.

3.4.2.2 Lors du passage d'un joint de grain

Jusqu'ici le comportement des fissures courtes a été étudié lors de leur propagation au sein d'un grain. Les expériences réalisées fournissent des données expérimentales sur le franchissement de joints de grains. En figure 3.15 sont présentées plusieurs coupes tomographiques dans lesquelles les joints de grains ont été introduits. La fissure, très planaire au sein d'un grain, bifurque à chaque fois qu'elle rencontre un joint de grain et semble donc fortement influencée par celui-ci. Les données acquises lors de ce projet permettent donc d'étudier directement l'influence des joints de grains sur la propagation des fissures courtes en 3D, une tentative d'analyse de ce paramètre est présentée dans les paragraphes qui suivent.

Nous avons vu dans le paragraphe de rappels bibliographiques (§ 3.3.1) que les paramètres les plus influents sur l'efficacité d'une barrière microstructurale (joint de grain) étaient les angles de *twist* η et de *tilt* ξ avec une influence plus marquée pour le premier d'entre eux [ZHA 05]. Pour effectuer une analyse du passage des joints de grains, ces angles ont été déterminés localement et *en 3D* dans le cas de l'éprouvette 119, dont la distribution des grains autour du défaut est connue. Pour ce faire, une redéfinition des angles η et ξ a du être employée afin d'intégrer ce caractère 3D. La définition proposée par *King et al.*, présentée en figure 3.16 a été utilisée pour cette étude.

Forme des grains en 3D

Comme évoqué précédemment la forme des grains en 3D est complexe dans l'alliage étudié du fait du procédé d'élaboration par fonderie comme le montre la figure 3.17 a). Les données brutes de la surface des grains qui apparaissent voxelisés ont tout d'abord été maillées par des éléments triangulaires⁶ afin de les lisser et d'obtenir localement la normale aux joints de grains (voir figure 3.17 b)). Cette valeur a été calculée en chaque noeud du maillage en faisant une moyenne des normales aux faces utilisant le noeud en question. A partir du maillage effectué, il est possible de calculer les rayons de courbure principaux r_1 et r_2 . Les courbures principales sont alors définies comme $\chi_1 = 1/r_1$ et $\chi_2 = 1/r_2$. La courbure moyenne de la surface en chaque noeud peut alors s'exprimer par la relation :

$$\chi = \frac{\chi_1 + \chi_2}{2}. \quad (3.1)$$

Les valeurs positives de la courbure moyenne ($\chi > 0$) définissent les zones convexes de la surface alors que les valeurs négatives ($\chi < 0$) les zones concaves. La courbure moyenne de la surface du grain 6 est montrée en figure 3.17 c).

6. La taille de chaque triangle est d'environ 5 voxels (résolution tomographique de 2,2 μm). Chaque élément correspond donc à une taille physique de 11 μm qui est approximativement la taille de voxel utilisée lors de la détermination des grains par DCT.

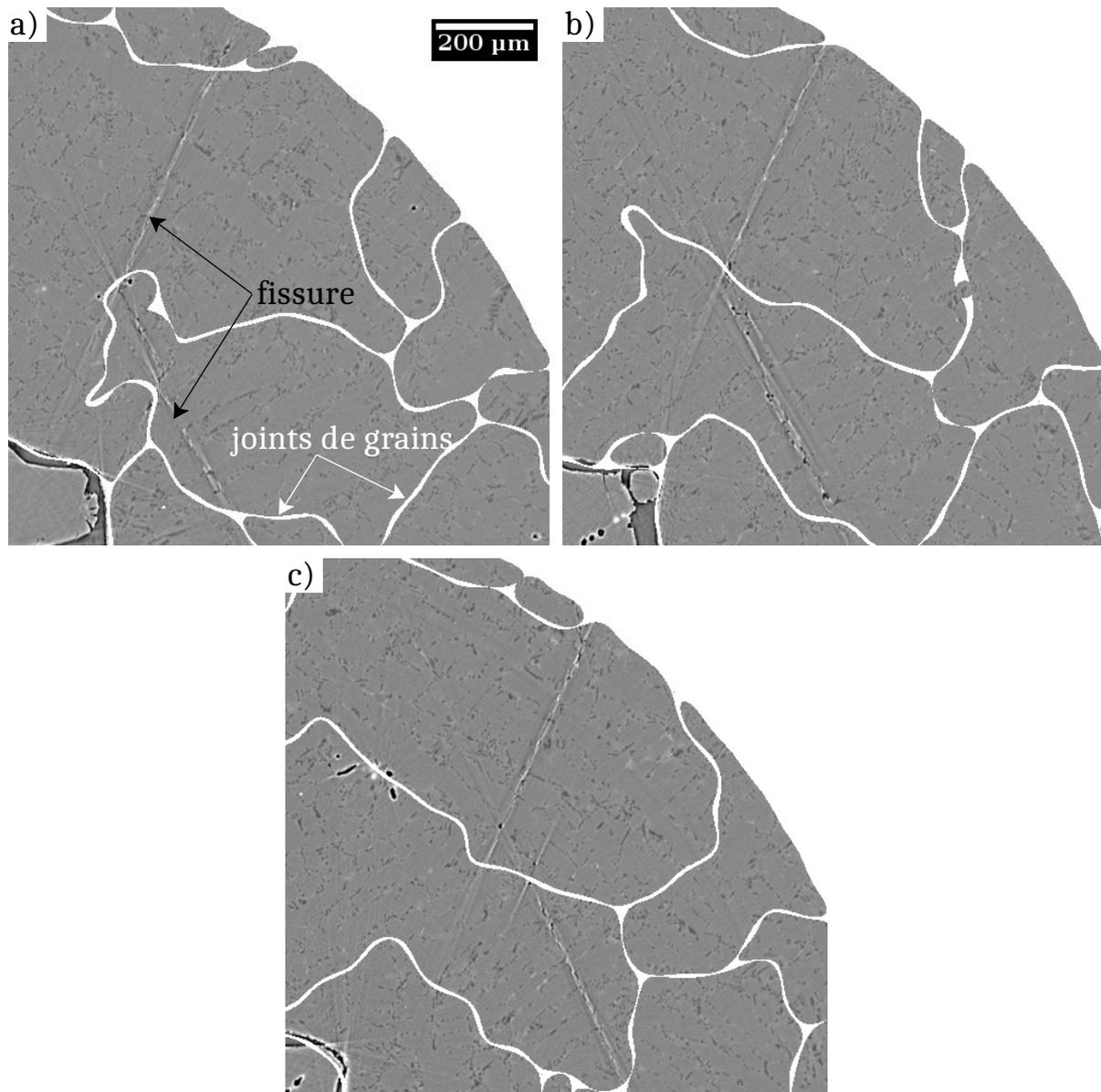


Figure 3.15. Comparaison du chemin de fissuration cristallographique pour différentes coupes tomographiques a), b) et c) de l'éprouvette 119 avec les joints de grains obtenus par DCT. Les joints de grains (en blanc) ont été insérés dans le volume tomographique. La fissure (en noir) forme des segments rectilignes bornés par les joints de grains. Le contraste de phase associé à la fissure visible en blanc n'est pas à prendre en compte ici. Une vidéo donnant l'intégralité du volume 3D dont sont extraites ces trois coupes est accessible à l'adresse suivante : Animation grains fissure (<https://mateis.insa-lyon.fr/fr/content/these-supervisee-par-x-boulnat#ajunet>).

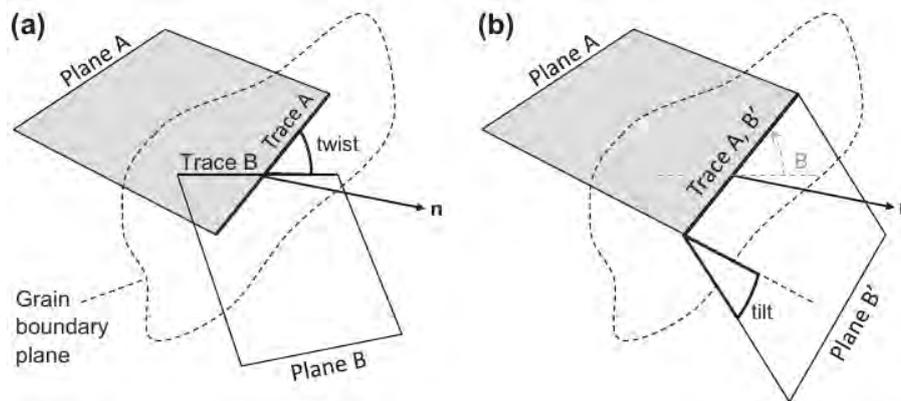


Figure 3.16. Définition des angles de *tilt* et de *twist* afin de les adapter à un problème 3D, proposée par *King et al.* [KIN 11]. Le *twist* est l'angle que font les traces des plans de glissement des deux grains adjacents au niveau du joint de grain. Le *tilt* est l'angle restant après application de l'angle de *twist* à un des deux plans de glissement. D'après [KIN 11].

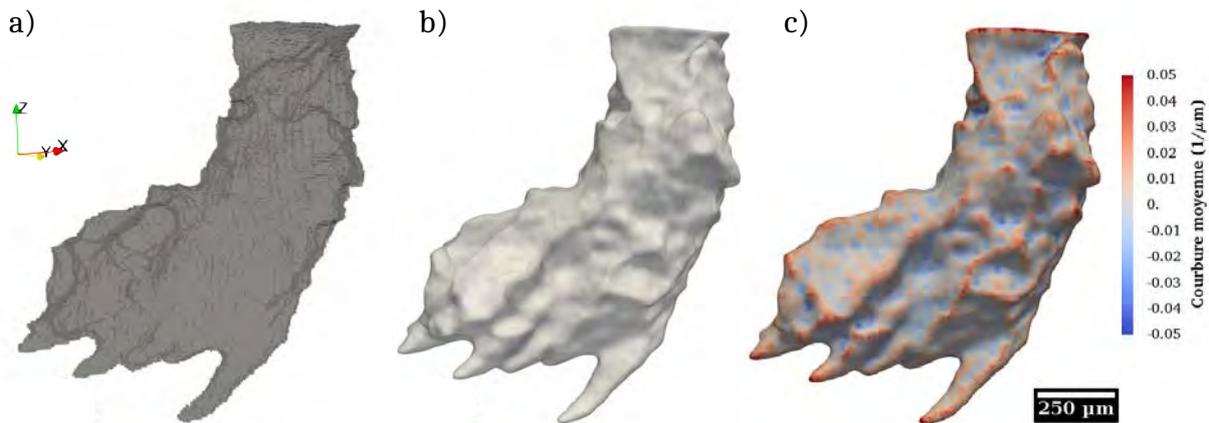


Figure 3.17. Rendus 3D du grain 6 de l'éprouvette 119 sous différentes formes. a) Surface voxelisée. b) Maillage surfacique du grain correspondant. c) Calcul de la courbure moyenne sur le maillage généré. Il est à noter que le grain n'a pas été imagé entièrement en DCT et a donc été "coupé" sur la face supérieure (axe Z), une arête franche est alors visible avec une courbure très élevée.

Présentation des calculs des angles de *twist* et de *tilt*

A cause de la forme complexe des joints de grains, la valeur des angles η et ξ peut localement varier fortement comme le montre la figure 3.18. Sur celle-ci, un exemple de calcul de *twist* est présenté. En fonction du plan de fissuration et de la forme locale du joint de grain, l'angle de *twist* peut en effet varier de 0 à 90 ° en l'espace de quelques dizaines de μm .

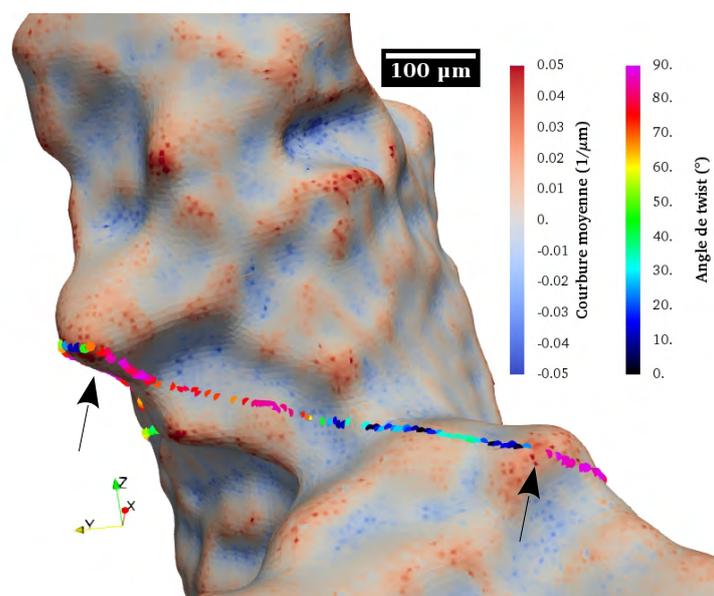


Figure 3.18. Exemple de calcul de l’angle de twist en 3D pour l’éprouvette 119 . La courbure du joint de grain peut amener de fortes variations locales de cet angle (voir flèches). Cette illustration a été effectuée pour le plan de la fissure déterminé au niveau du grain 6. Le plan de glissement considéré est le plus activé du grain 4. L’exemple montré ne prend pas en compte la position exacte du joint de grain 4 - 6 mais sert d’illustration.

Analyse du franchissement du joint de grain 18 - 2

Une fois détectée, la fissure amorcée avait d’ores et déjà franchi une barrière microstructurale (joint de grain 18 - 2). Avant de présenter une analyse quantitative, une présentation du scénario possible de fissuration est donnée, avec un rappel des plans de fissuration et de la direction de glissement du système le plus activé dans chaque plan (voir figure 3.19). Il est probable que la fissure ait amorcé au même moment dans les grains 18 et 2 car ce dernier contient un chapelet de petits pores (représentés en vert sur la figure 3.19 b)). La direction de propagation de la fissure au sein du grain 2 est supposée se produire selon la direction de glissement la plus activée conformément aux observations du § 3.4.2.1. A partir d’un certain stade, la fissure dans le grain 18 a rencontré le joint de grain (partie haute sur les figures 3.19). A cet endroit, le franchissement du joint de grain s’est effectué selon plusieurs plans parallèles aux deux plans denses présentés en figure 3.19 et dans le tableau 3.5, la propagation de la fissure se faisant de manière corruguée, comme défini par *Herbig* lors de sa thèse (voir figure 3.20). Il est à noter qu’un des plans choisis par la fissure dans le grain 2 correspond à celui où un système de glissement est le plus activé. Par ailleurs, la plasticité au sein de ce système de glissement $(1\ 1\ 1)[1\ 0\ \bar{1}]$ avait déjà été activée par la fissure principale ayant amorcée dans le grain 2.

Afin d’expliquer ce comportement, les angles de *twist* ont été calculés entre ces deux grains. Le plan de fissuration du grain 18 a été pris comme plan de référence pour ces calculs. Les quatre plans denses qui auraient potentiellement pu être empruntés par la fissure dans le grain 2 ont été étudiés. Les résultats des angles de *twist* locaux, projetés sur le faciès de rupture, sont présentés en figure 3.21.

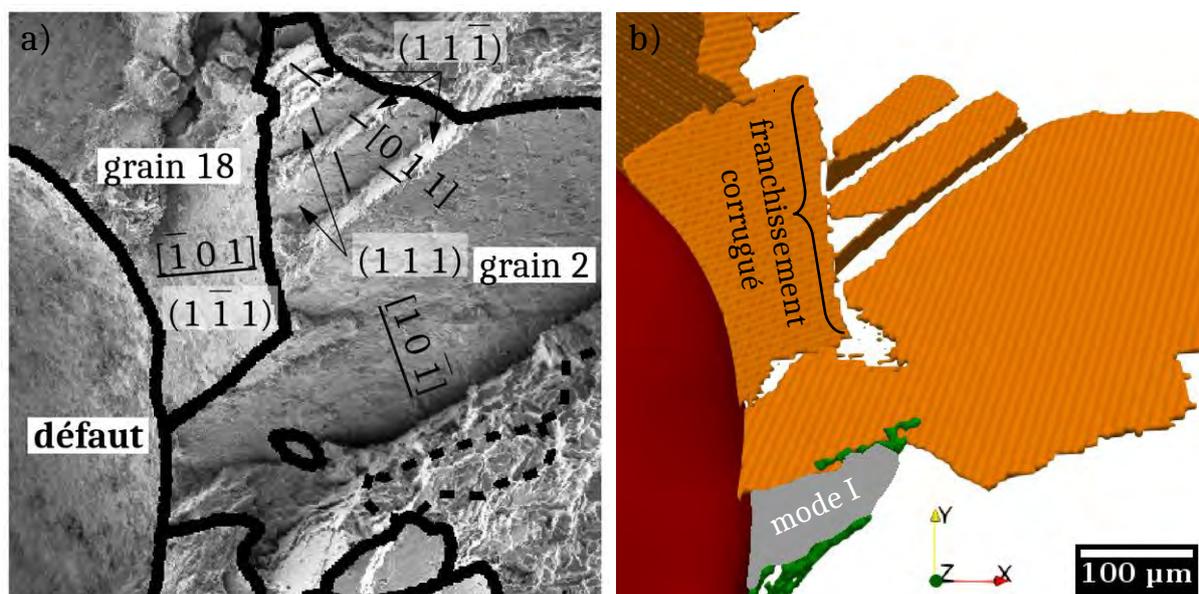


Figure 3.19. a) Vue détaillée du faciès de rupture au niveau des grains 18 et 2. Les directions de glissement des systèmes les plus activés sont indiquées par des lignes pour le grain 18 ($(1 \bar{1} 1)[\bar{1} 0 1]$, FS = 0,49) et le grain 2 ($(1 1 1)[1 0 \bar{1}]$, FS = 0,49 et $(1 1 \bar{1})[0 1 1]$, FS = 0,34) b) Vue 3D correspondante des plans déterminés par tomographie. Le défaut est en rouge, des petites pores autour du défaut sont présentés en vert et permettent de comprendre la rupture en mode I en bas de la zone fissurée, qui relie le plan de fissuration du grain 2 et les pores en vert.

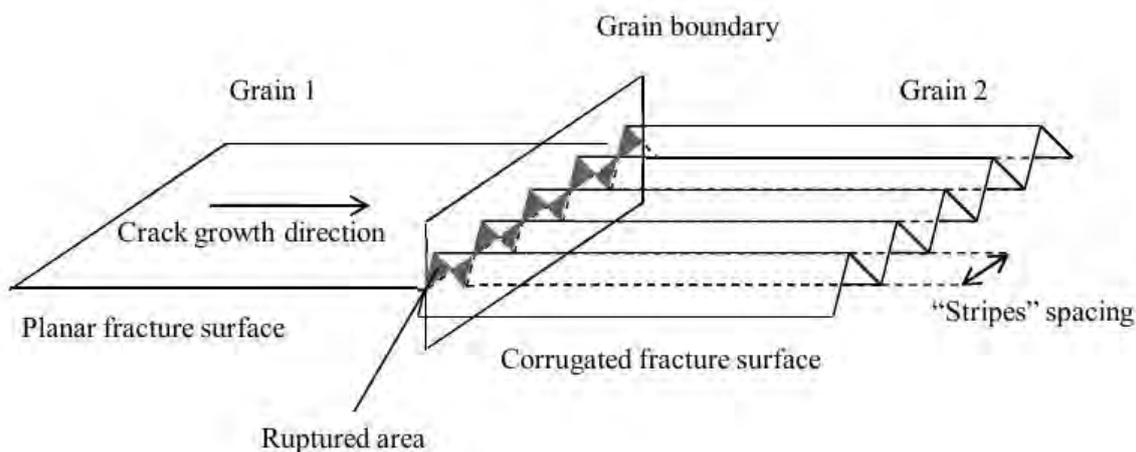


Figure 3.20. Définition d'une surface de rupture corruguée après franchissement d'un joint de grain par une fissure. D'après [HER 11a].

Une première remarque peut être faite quant aux valeurs nominales de l'angle de *twist* au niveau de la zone de franchissement corruguée. Le long du joint de grain, la valeur du twist est la plus faible pour deux plans de la maille cristalline considérés du grain 2 : le plan $(1 1 1)$ le

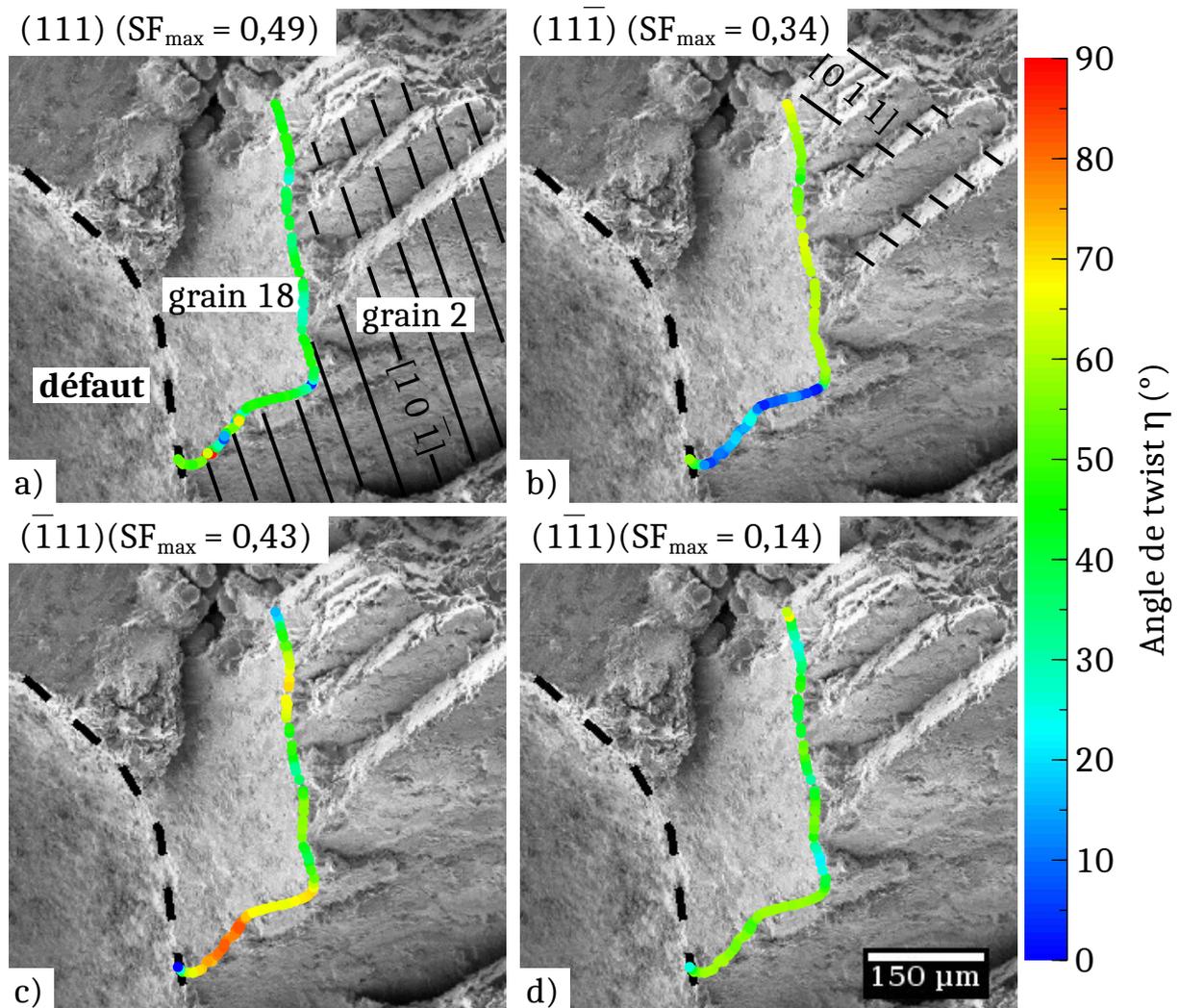


Figure 3.21. Analyse de l'angle de *twist* η pour le franchissement du joint entre les grains 18 et 2. Les calculs sont réalisés en admettant une fissure dans le grain 18 bloquée au joint de grain. Les résultats sont présentés en considérant a) le plan $(1\ 1\ 1)$, b) le plan $(1\ 1\ \bar{1})$, c) le plan $(\bar{1}\ 1\ 1)$ et d) le plan $(1\ \bar{1}\ 1)$ comme possibles plans de fissuration dans le grain 2. Les facteurs de Schmid maximums associés à chaque plan sont rappelés. La direction des hachures, lorsque celles-ci sont présentes, correspond à la direction de glissement du système le plus activé déterminé par DCT.

plus activé et le plan $(1\ \bar{1}\ 1)$ qui est celui pour lequel la plasticité est la moins activée. Il semble logique que l'un des plans fissuré du grain 2 dans cette zone soit le plan $(1\ 1\ 1)$. Par ailleurs, comme expliqué précédemment, la plasticité au sein de ce grain et pour ce plan avait déjà été activée par l'amorçage et la propagation de la fissure au niveau du défaut, ce qui peut expliquer pourquoi la fissure a franchit cette barrière microstructurale alors que la valeur de l'angle de *twist* semble élevée (jusqu'à 47°).

Pour comprendre pourquoi le plan de fissuration secondaire dans le grain 2 est le plan $(1\ 1\ \bar{1})$ plutôt que le plan $(\bar{1}\ 1\ 1)$ a priori plus activé, les potentiels angles de *tilt* ξ que doit effectuer

la fissure pour traverser le joint entre les grains 18 et 2 ont été tracés en figure 3.22⁷. On peut remarquer que les plans $(1\ 1\ 1)$ et $(1\ 1\ \bar{1})$ semblent compatibles en angle de *tilt* ξ dans la zone de franchissement corrugué, ce qui n'est pas le cas des plans $(1\ 1\ 1)$ et $(\bar{1}\ 1\ 1)$. La formation d'une facette parallèle au plan $(1\ 1\ \bar{1})$ semble donc pouvoir s'expliquer par une minimisation de la surface à fracturer pour relier les plans $(1\ 1\ 1)$ et assurer une continuité de la fissure.

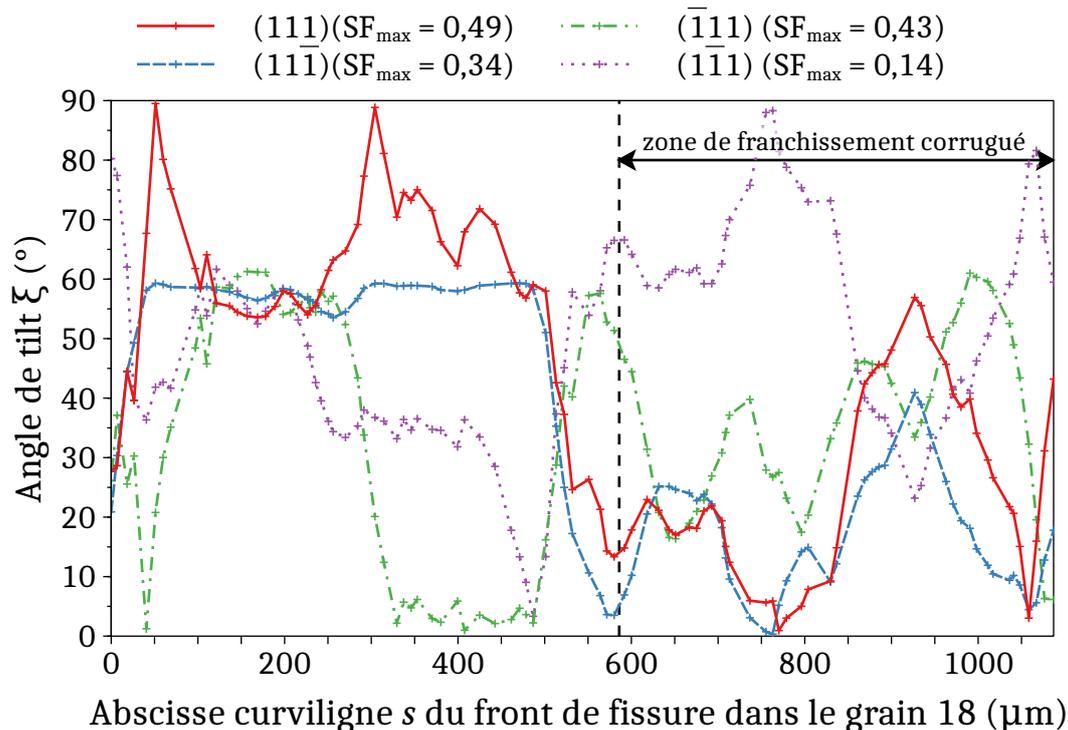


Figure 3.22. Angle de *tilt* ξ pour le franchissement du joint entre les grains 18 et 2 selon l'abscisse curviligne le long de la ligne représentant l'intersection entre le plan de fissuration $(1\ \bar{1}\ 1)$ et la surface du joint de grain 18 - 2. Les quatre plans denses de fissuration possibles dans le grain 2 sont pris en compte.

Nous pouvons observer de plus sur la figure 3.19 a) que la direction de glissement du système $(1\ 1\ \bar{1})[0\ \bar{1}\ 1]$ permet de relier les plans de fissuration principaux $(1\ 1\ 1)$ entre eux, ce qui permet d'expliquer une fois de plus le choix du second plan de fissuration.

Analyse du franchissement du joint de grain 4 - 14

Une analyse similaire a été menée pour le franchissement du joint entre les grains 4 et 14. Compte tenu de la géométrie de la fissure, le passage de cette barrière microstructurale s'est opéré depuis le grain 4 vers le grain 14. Dans cette étude, le plan de fissuration du grain 4 a donc été pris comme variable d'entrée du modèle de Zhai. De même que pour l'étude précédente, l'angle de *twist* η s'est avéré être un bon indicateur du choix du plan dense de fissuration dans

7. Ces données sont tracées en fonction de l'abscisse curviligne s du front de fissure le long du joint de grain (ce qui forme une ligne en 3D).

le grain 14 (voir figure 3.23). En effet, le plan principal fissuré pour ce grain correspond au plan $(\bar{1}\bar{1}1)$ pour lequel un angle de twist faible doit être associé au franchissement du joint de grain. Ce plan dense correspond également à celui pour lequel un système de glissement est très activé au sens de Schmid ($SF = 0,44$). La direction de glissement pour ce système n'est que très peu déviée par rapport à celle activée dans le grain 4.

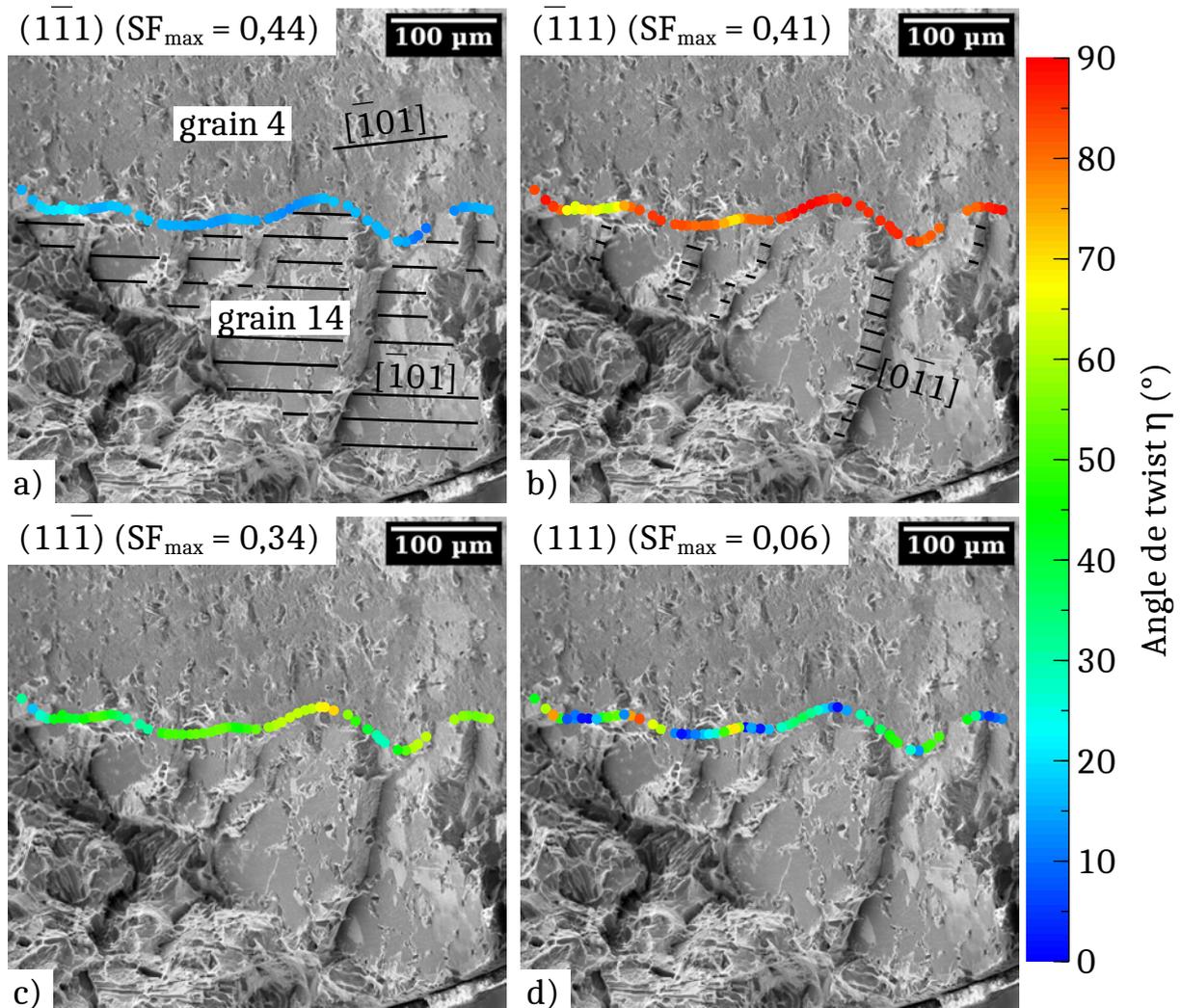


Figure 3.23. Analyse de l'angle de *twist* η pour le franchissement du joint entre les grains 4 et 14. Les calculs sont réalisés en admettant que la fissure passe du grain 4 vers le grain 14. Les facteurs de Schmid maximums associés à chaque plan sont rappelés. La direction des hachures, lorsque celles-ci sont présentes, correspond à la direction de glissement du système le plus activé déterminé par DCT.

Lors du franchissement du joint de grain, la fissure a également effectué des marches visibles sur le faciès de rupture qui correspondent au plan $(\bar{1}\bar{1}1)$. Afin de comprendre finement pourquoi ces plans ont été choisis par la fissure, l'angle de *tilt* ξ le long de l'abscisse curviligne représentant le front de fissure au niveau du joint de grain 4 - 14 est tracé en figure 3.24.

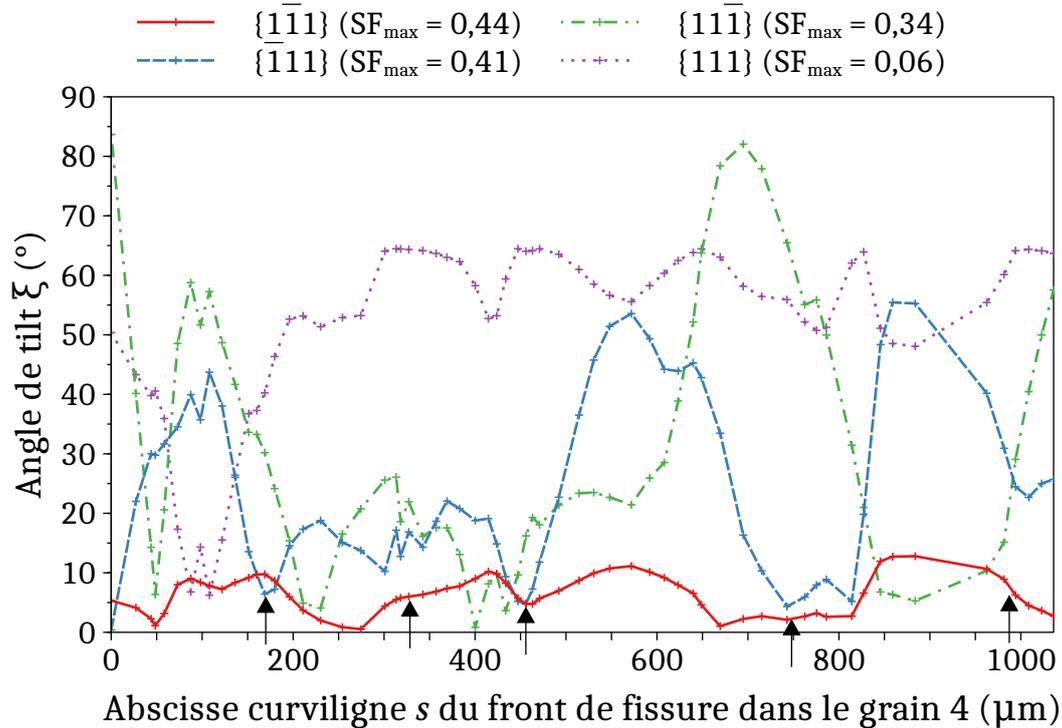


Figure 3.24. Analyse de l'angle de *tilt* ξ pour le franchissement du joint entre les grains 4 et 14. Angle de tilt selon l'abscisse curviligne le long de la ligne correspondant à l'intersection entre le plan de fissuration et la surface du joint de grain 4 - 14. Les quatre plans denses de fissuration possibles dans le grain 14 sont pris en compte. Des flèches correspondant aux localisations des marches observées sur le faciès de rupture sont tracées.

Sur celle-ci on constate, tout d'abord, que le plan permettant d'effectuer les "marches" contient cette fois un système de glissement fortement activé ($SF = 0,41$). On peut remarquer dans ce cas que l'angle de *tilt* ξ ne suit pas la même évolution que pour le plan $(1 \bar{1} 1)$. Cependant, les marches observées sur le faciès de rupture, au nombre de cinq, correspondent à des lieux où les angles ξ des plans $(1 \bar{1} 1)$ et $(\bar{1} 1 1)$ sont les plus proches (voir flèches sur la figure 3.24). Nous pouvons donc conclure encore une fois que l'angle de *tilt* semble avoir une influence notable sur le franchissement corrugué d'un joint de grain et notamment sur le lieu où les marches se forment.

Comme pour le cas des marches apparues lors du franchissement du joint de grain 18 - 2, la direction de glissement au sein des "marches" permet de relier les plans principaux de fissuration du grain 14 (voir figure 3.23 b)).

Une remarque peut par ailleurs être faite sur l'angle de *tilt* du plan principal $(1 \bar{1} 1)$. Celui-ci est très faible tout le long du joint de grain ($< 13^\circ$). Associé au fait que l'angle de *twist* est également très faible ($< 17^\circ$), les conditions de passage de la fissure au niveau de ce joint de grain ont été très favorables. Ceci peut expliquer que la fissure ne se soit pas arrêtée.

D'autres franchissements de joint de grain pourraient être étudiés, par exemple le franchissement du joint de grain 18 - 9. Cependant la fermeture de la fissure n'a pas permis de la détecter

avec suffisamment de précision à cet endroit. Or, nous avons montré que les phénomènes mis en jeu semblent être fortement locaux notamment du fait de la forme complexe des joints de grains, une bonne description de la position de la fissure est alors nécessaire. Une analyse similaire à celle réalisée pour les joints 18 - 2 et 4 - 14 s'est donc révélée impossible.

Discussion : franchissement d'un joint de grain

Les résultats présentés précédemment sur le passage de la fissure pour les joints de grains 18 - 2 et 4 - 14 semblent confirmer que l'angle de *twist* est le paramètre d'ordre 1 qui pilote le comportement de la fissure. Lorsque cet angle de *twist* est faible, mais non nul, le franchissement d'un joint de grain peut se faire de manière corruguée et le plan secondaire choisi est celui qui minimise l'écart entre les angles de *tilt* entre les deux plans corrugués. De nouveau, la fissure semble tenter de minimiser la surface à rompre.

Jusqu'à présent, très peu d'études quantitatives ont été menées sur le franchissement d'un joint de grain en trois dimensions par une fissure courte [ZHA 00, ZHA 05, HOL 07, SCH 11, KIN 11, HER 11b]. D'après nos connaissances, aucune étude ne porte sur cet aspect pour des fissures internes, les données expérimentales étant très difficiles à obtenir. Cependant, des mécanismes de fissuration similaires à ceux rapportés dans cette étude ont été obtenus par *Schaefer et al.* [SCH 11]. Dans ces travaux, déjà présentés au § 3.3.3, les auteurs ont effectué de manière reproductible des essais de propagation de fissures courtes cristallographiques dans un super-alliage base Nickel. L'étude montre également que lorsque les traces des plans de glissement situés de part et d'autre d'un joint de grain ne sont pas superposées (angle de *twist* $\neq 0$), le franchissement de la barrière microstructurale se fait par une propagation corruguée dans le second grain, les deux plans de propagation étant également des plans $\{1\ 1\ 1\}$. Un exemple d'un tel franchissement est présenté en figure 3.25. Les vitesses de propagation, calculées par un suivi surfacique de la fissure, ont montré que le franchissement de la barrière microstructurale présentée a contraint la fissure à un arrêt pendant 2000 cycles. *King et al.* ont également observé des diminutions de vitesse de propagation de fissures associées à des angles de *tilt* et de *twist* élevés dans un alliage de magnésium Elektron 21 (maille hexagonale) [KIN 11]. Enfin, *Michael Herbig* a étudié la propagation d'une fissure courte dans un alliage de titane β de structure cubique centrée (voir figure 3.5). Il a également observé l'apparition de plans de fissuration corrugués lors de l'entrée de la fissure au sein d'un grain [HER 11a]. Il a été avancé que cette propagation corruguée permettait à la fissure de diminuer son énergie de surface, sans toutefois avoir effectué d'étude quantitative. Cependant les marches effectuées par la fissure "rainurée" ne semblent pas forcément correspondre à la direction de propagation de la fissure, tout comme les directions de glissement. Les expériences menées lors de nos travaux ne permettent pas d'établir un lien entre les plans corrugués et la direction de propagation locale de la fissure. En effet un échantillonnage du suivi de la fissure n'a pas pu être réalisé de manière fine compte tenu de la fréquence de cyclage⁸.

À notre connaissance, la littérature ne fait état d'aucune étude sur le choix des plans de fissuration lorsque la fissure propage de manière corruguée, ainsi que sur la direction de glissement des plans secondaires de corrugation, ce qui ne nous permet pas d'avoir de point de comparaison.

8. pour rappel, à 20 kHz, 5 secondes correspondent à 100 000 cycles.

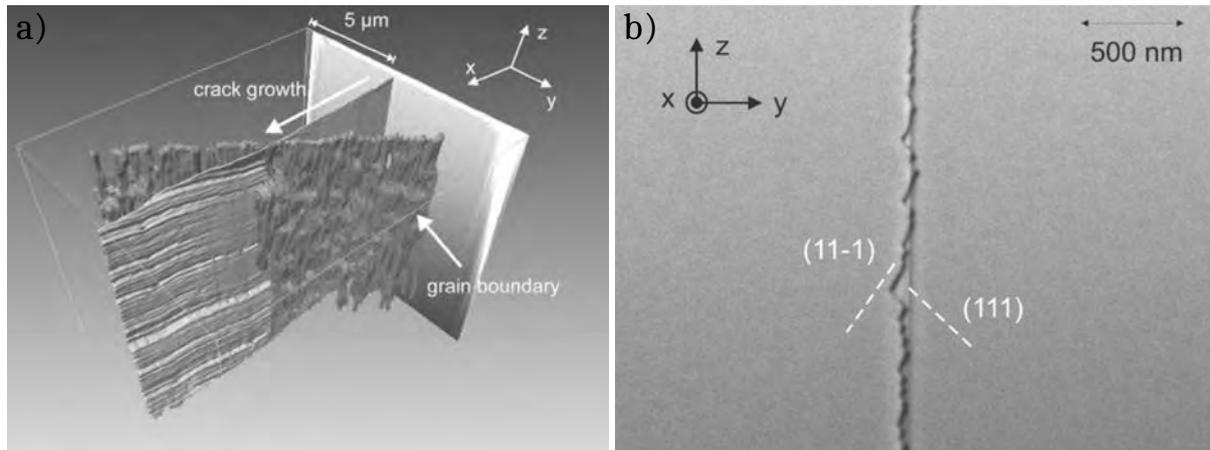


Figure 3.25. Franchissement d'un joint de grain lors de l'étude de la propagation tridimensionnelle d'une fissure de fatigue courte dans un superalliage base Nickel [SCH 11]. a) Rendu 3D du passage du joint de grain montrant que le plan de fissuration global semble inchangé. Cependant la surface fissurée présente des "rainures" dues à une alternance de plans de propagation, montrés sur une coupe MEB en b). La passage du joint de grain s'est traduit par un blocage de la fissure pendant plusieurs milliers de cycles. D'après [SCH 11].

Synthèse : franchissement d'un joint de grain par une fissure interne

Les paragraphes précédents ont permis, au travers de deux cas d'étude, d'analyser le franchissement d'une barrière microstructurale par une fissure interne c'est-à-dire en l'absence d'air. Le franchissement d'un joint de grain par une fissure de fatigue courte interne semble piloté par :

1. **l'activation de la plasticité dans le grain en avant du front de fissure**, la fissure ayant suivi dans les deux cas analysés le **système de glissement le plus activé** ;
2. **la minimisation de l'énergie de surface** par deux mécanismes différents :
 - a **le passage de la fissure** ne peut se faire que lorsque **l'angle de twist η** entre le plan de fissuration entrant et le plan le plus activé dans le grain en avant du front de fissure **est faible** ;
 - b lorsque la condition précédente est remplie mais que l'angle de *twist* n'est pas nul, un second plan de propagation est choisi et permet de minimiser la surface de rupture par la minimisation de la différence d'angles de *tilt* ξ entre les deux plans de propagation.

3.4.3 Analyse du blocage des fissures

3.4.3.1 Au niveau des joints de grains

Lors de la présentation de l'éprouvette 119, nous avons vu que celle-ci contenait une fissure qui est restée bloquée pendant plusieurs milliards de cycles à des amplitudes de contrainte allant de 60 à 90 MPa (voir figure 3.9). Les joints de grains étant considérés comme la barrière microstructurale la plus forte dans la littérature [LAN 85, MIL 93, ZHA 94, ZHA 00, ZHA 05], une comparaison entre les différents états capturés de la fissure et les grains traversés par celle-ci est présenté sur la figure 3.26. Sur cette figure, il est possible de remarquer que sur la plus grande partie du front, la fissure est bloquée à un joint de grain (par exemple pour les grains 18, 2, 96).

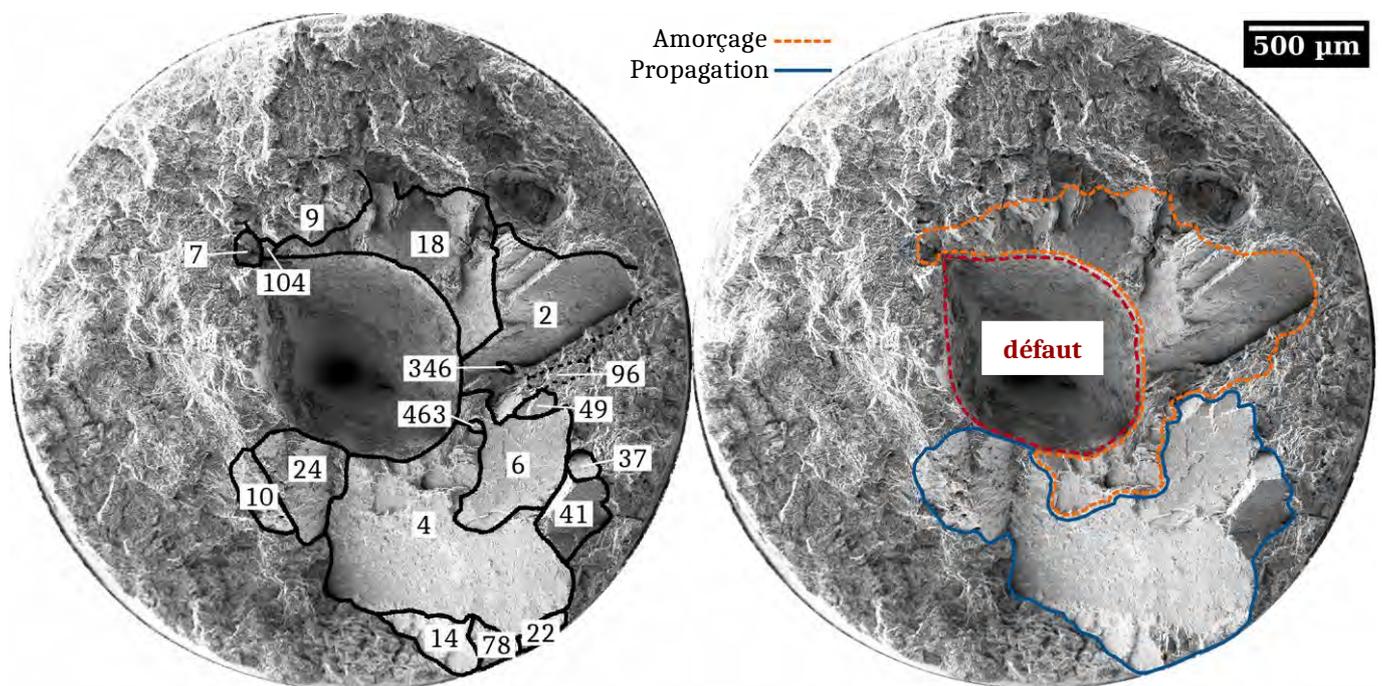


Figure 3.26. Comparaison pour l'éprouvette 119 des grains traversés par la fissure avec les deux états capturés de celle-ci : amorcée (pointillés orange) et propagée (trait bleu). Les lignes noires représentent les joints de grains obtenus par DCT. Le front de la fissure bloquée suit pour l'essentiel des joints de grains.

Ce constat a pu être confirmé pour l'éprouvette 49. Après les essais de fissuration *in situ*, celle-ci a été mouillée au gallium afin de révéler les joints de grains [LUD 00, LUD 03, FER 05]. Le fût de l'éprouvette a été légèrement poli à l'aide d'un papier SiC (grade 1200) afin d'enlever la couche d'oxyde en surface. Une goutte de gallium liquide a immédiatement été posée sur la surface polie afin de mouiller la surface fraîchement polie de l'éprouvette au niveau de sa section de diamètre 3 mm. Ce gallium a été étalé de manière homogène sur la partie centrale de l'éprouvette avant d'appliquer un traitement thermique permettant la diffusion de cette espèce dans les joints de grains du matériau (maintien à une température de 80° pendant 4h). Ensuite, un scan de tomographie de laboratoire a été effectué. Le contraste d'absorption a permis de visualiser les joints de grains et la fissure, visibles en figure 3.27. Sur celle-ci nous pouvons

constater que l'endroit où la fissure est restée bloquée coïncide avec la présence d'un joint de grain. Ce blocage est aussi observé dans le reste du volume 3D (non montré).

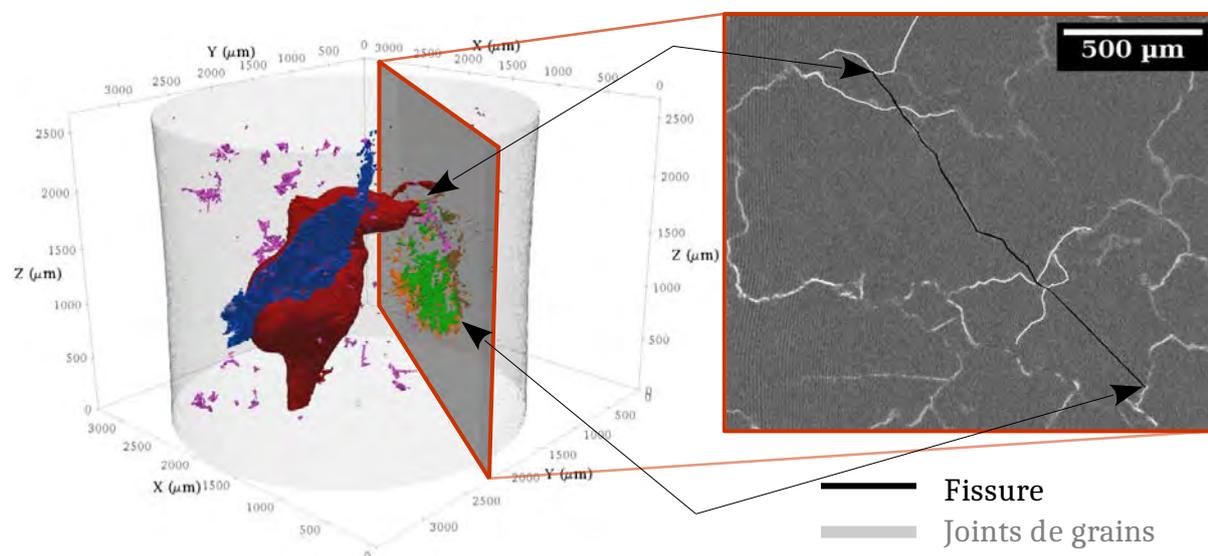


Figure 3.27. Comparaison de la fissure bloquée de l'éprouvette 49 avec les joints de grains sur une coupe tomographique. La fissure s'est bloquée au niveau des joints de grains. Par souci de clarté, la fissure a été surlignée en noir. Le scan de tomographie a été opéré au laboratoire à 80 kV, 280 mA. 1200 radiographies ont été acquises pour une taille de voxel de $10\ \mu\text{m}$.

Les barrières microstructurales affectant la propagation des fissures courtes sont donc considérées comme étant les joints de grains. Une étude de l'angle de *twist* η semble être pertinente pour évoquer les possibles raisons du blocage. Dans les paragraphes qui suivent, une analyse de l'angle de *twist* sur les fronts de fissures bloqués aux joints de grains et pour lesquels des systèmes semblent activés (au sens du facteur de Schmid) en aval du front de fissure a été menée. Les directions de glissement des systèmes activés sont également prises en compte, du fait que le mode II a été observé comme mécanisme de fissuration prépondérant.

Analyse du blocage au niveau du joint de grain 2 - 12

Dans le cas de la fissure bloquée au niveau du joint de grain 2 - 12, l'angle de *twist* a été calculé pour un des systèmes de glissement les plus activé du grain 12. Les résultats, présentés en figure 3.28, montrent que la fissure a été bloquée alors que, pour un système de glissement activé, l'angle de *twist* calculé est faible. Il est à noter que la direction de glissement $[0\ 1\ 1]$ du système activé du grain 12 est presque tangente au front de fissure.

Analyse du blocage au niveau du joint de grain 4 - 6

Une étude semblable a été menée au niveau du grain 4 où la fissure est restée bloquée à la frontière avec le grain 6 qui est très proche du défaut. Alors que la plasticité dans le grain 6 semble activée (deux facteurs de Schmid de 0,40 et 0,46 pour le plan $(1\ \bar{1}\ 1)$) la fissure est

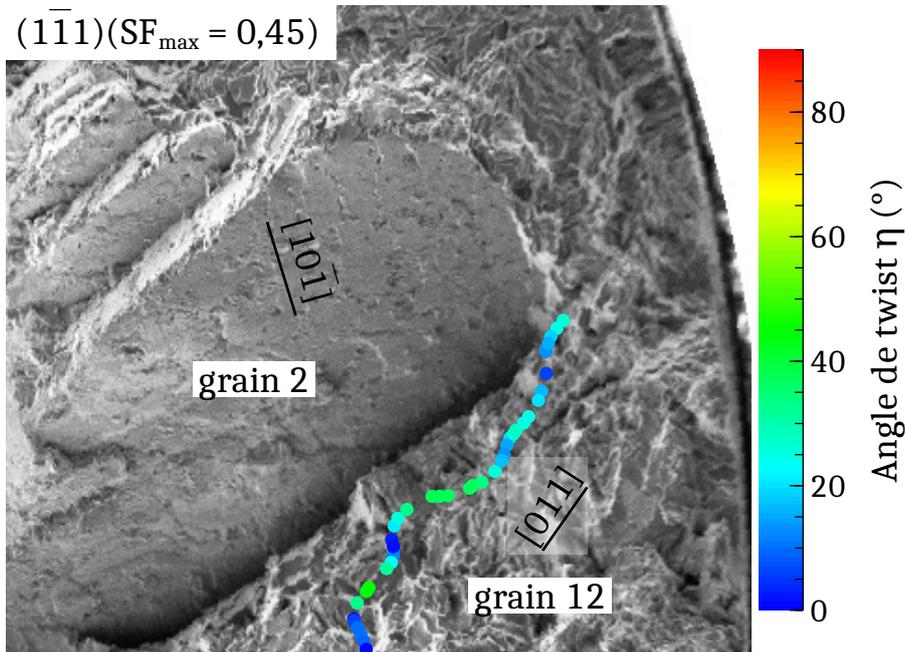


Figure 3.28. Angle de twist que doit faire la fissure pour passer le joint de grain 2 - 12 pour le cas d'un des deux systèmes de glissement les plus activés (tous deux à $SF = 0,45$). Les directions de glissement dans les deux grains sont montrées. Malgré une valeur η faible, la fissure n'a pas franchi cette barrière microstructurale.

restée bloquée du fait d'un angle de twist relativement élevé ($\sim 40^\circ$) comme en témoigne la figure 3.29. Cette fois-ci la direction de glissement $[0\ 1\ 1]$ du système le plus activé du grain 6 semble perpendiculaire au front de fissure.

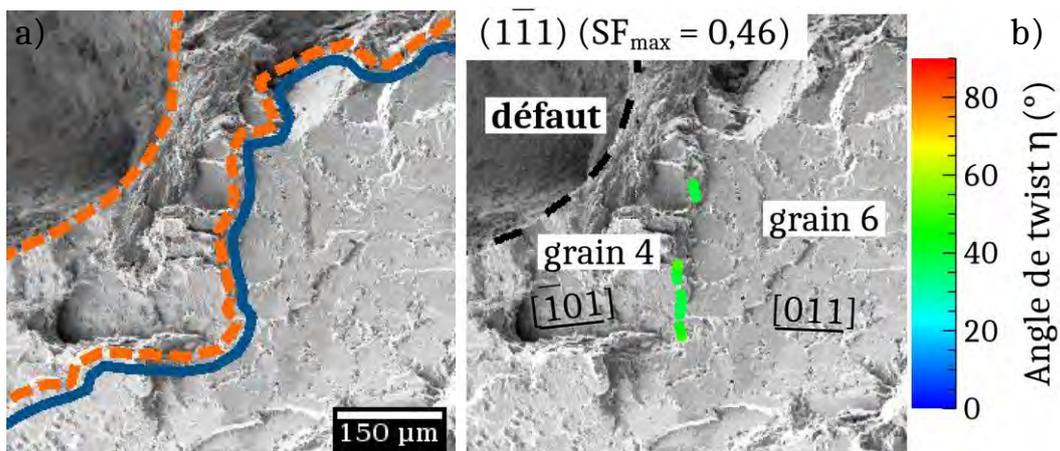


Figure 3.29. Analyse de l'angle de twist lors du blocage de la fissure au niveau du joint de grain 4 - 6. a) Rappel de la partie bloquée de la fissure (pointillés orange). b) Angle de twist que doit faire la fissure pour franchir le joint de grain et fissurer le système de glissement le plus activé.

Les deux études précédentes montrent que l'approche présentée ne suffit pas pour rendre compte du blocage des fissures. Même si un angle de *twist* élevé semble expliquer le blocage de la fissure dans le grain 4, cet angle n'explique pas le blocage de la fissure dans le grain 2. Une des raisons qui pourrait expliquer ce dernier résultat est que la direction de glissement du système activé dans le grain 12 est tangente au front de fissure. La propagation des fissures se faisant en mode II, cette direction de glissement semble donc incompatible avec l'avancée de la fissure. La seconde raison qui pourrait expliquer ce résultat est la manière dont est évaluée la plasticité. Même si un fort facteur de Schmid semble nécessaire pour que la plasticité soit activée, cette condition ne semble pas être suffisante comme d'ores et déjà évoqué au § 3.4.2.1.

Pour conclure, nous avons montré dans ce paragraphe que les joints de grains sont des barrières fortes à la propagation de fissures internes courtes. Un des paramètres influent est l'angle de *twist* entre le plan de fissuration dans le grain franchi et le plans le plus activé dans le grain à franchir, même si celui-ci doit être complété avec d'autres critères (direction de glissement favorable à la propagation, activation de la plasticité dans le grain aval). Une des limites de l'approche présentée ci-dessus est de considérer un "simple" chargement uniaxial en bout de fissure pour estimer l'activation de la plasticité dans le grain rencontré. Une simulation par plasticité cristalline basée sur les données expérimentales permettrait une approche plus fine du problème mais elle n'a pas pu être réalisée pendant cette thèse, faute de temps.

3.4.3.2 Au sein d'un grain

Dans certains cas, la fissure s'est arrêtée au milieu des grains, sans barrière microstructurale apparente (par exemple dans les grains 4 et 9, voir figure 3.26). Dans les paragraphes qui suivent, des pistes pour comprendre ces phénomènes seront exposées.

Nous avons montré dans le § 3.4.2.1 que la fissure dans l'éprouvette 119 propageait selon les directions de glissement des systèmes les plus activés. Dans le cas de la fissure amorcée dans l'éprouvette 119, ces directions de glissements ont été tracées pour chaque plan de fissuration en figure 3.30. Les flèches bleues, qui représentent les directions de glissement pour les plans où la fissure a atteint le joint de grain, montrent que les directions de glissement de certains grains correspondent effectivement à une propagation "macroscopique" de la fissure, depuis le défaut vers les joints de grains. Le cas particulier de la fissure dans le grain 2 a déjà été exposé précédemment (voir § 3.4.2.2) et sera discuté par la suite. En revanche, les endroits où la fissure est bloquée dans un grain correspondent à des lieux où la direction de glissement du système le plus activé est perpendiculaire à celle que devrait emprunter la fissure pour propager "radialement" depuis le défaut (voir lignes pointillées rouges sur la figure 3.30). Ces observations expérimentales semblent montrer que lors de nos essais, c'est le mode II local qui détermine principalement l'avancée de la fissure et que le mode III semble peu actif.

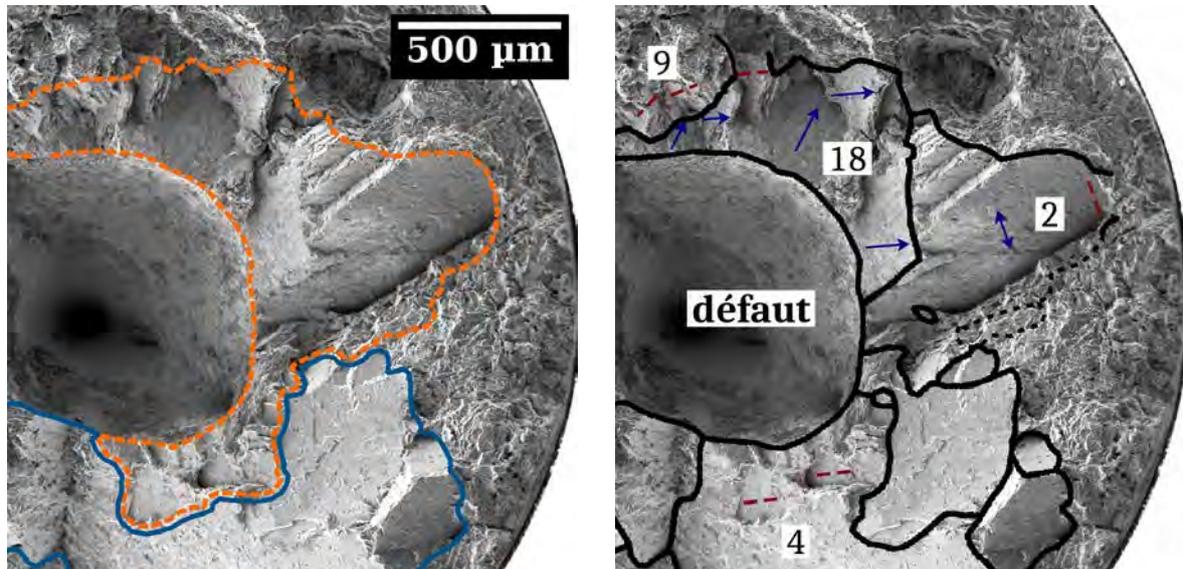


Figure 3.30. Explication possible du blocage de la fissure de l'éprouvette 119. Un rappel des états bloqué et propagé de la fissure est donné à gauche (traits pointillés orange = amorçage; traits pleins bleu = propagation). Sur la droite sont représentées les directions des systèmes de glissement les plus actifs par des flèches bleues dans le cas où il y a eu propagation et par des pointillés rouge dans le cas où il y a eu blocage. Les grains impliqués sont rappelés.

3.4.4 Discussion

3.4.4.1 Mécanismes de propagation de fissures courtes

Les résultats présentés de l'éprouvette 119 ont montré que le mode II est le principal mode d'avancée des fissures internes courtes pour différentes raisons. D'une part, l'interaction de la fissure avec les particules eutectiques forme des marches indicatrices de la direction de propagation des fissures qui sont parallèles aux directions de glissement des systèmes les plus actifs. D'autre part, des arrêts de la fissure ont été constatés lorsque celle-ci devait propager dans une direction perpendiculaire à la direction de glissement.

Pour étayer nos propos, l'état de surface du plan fissuré dans le grain 2 a été analysé finement. En effet les mécanismes de fissuration dans ce grain semblent de prime abord atypiques, puisque la fissure a propagé dans une direction quasi perpendiculaire à celle du système de glissement le plus activé dans ce grain, ce qui est contraire aux tendances globales décrites précédemment (voir figure 3.31 a)).

Deux agrandissements du faciès de rupture dans le grain 2 en début et en fin de propagation dans ce grain⁹ sont montrés en figures 3.31 b) et c). L'observation de ces deux zones montre que l'aspect de surface n'est pas le même en début et en fin de propagation. La surface semble en effet très matée au début (figure 3.31 b)) et beaucoup moins à loin de celui-ci (figures 3.31c)). La résolution des scans de tomographie ne permettant pas une bonne visualisation de la fissure

9. Nous faisons l'hypothèse que la fissure a propagé depuis le défaut vers la surface libre de l'échantillon.

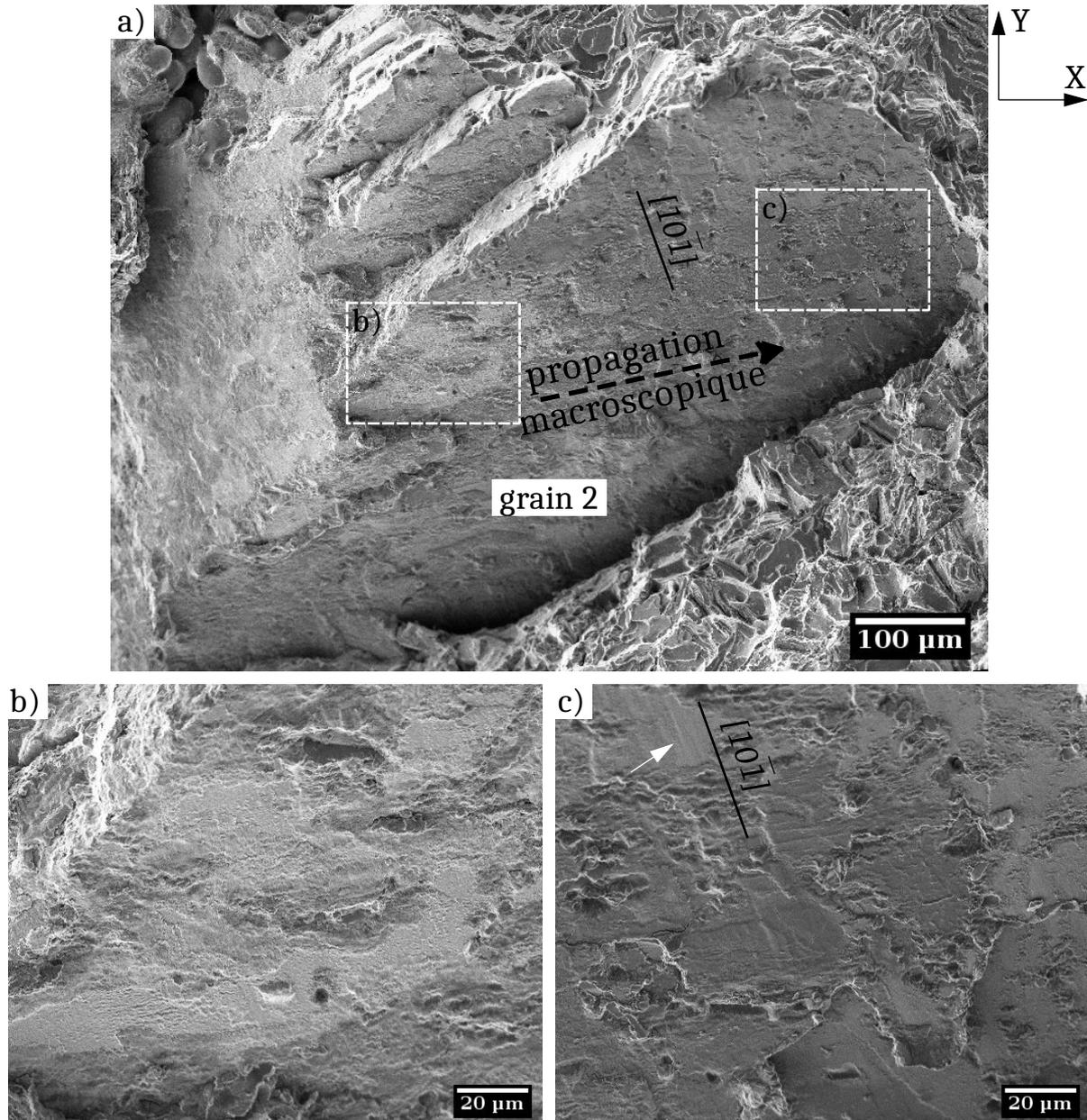


Figure 3.31. Analyse fine de l'état de surface du plan de fissuration du grain 2 de l'éprouvette 119. a) Vue d'ensemble. b) Vue agrandie de l'état de surface en début de propagation. c) Vue agrandie de l'état de surface en fin de propagation. La direction du système de glissement le plus activé est indiquée (ligne noire) ainsi que le sens et la direction de la propagation "macroscopique" de la fissure (flèche pointillée noire). La flèche blanche montre un lieu où des traces parallèles à la direction de glissement sont visibles.

pendant les essais *in situ* (taille de voxel de $2,2 \mu\text{m}$), il se pourrait que l'état amorcé de la fissure dans le grain 2 soit en réalité moins avancé que pensé (voir figure 3.26). Nous n'aurions donc pas capté la propagation de la fissure dans ce grain du fait d'une résolution limitée et d'une fermeture

accrue de la fissure. Par ailleurs, la fissure ne s’est pas arrêtée au joint de grain mais une centaine de μm avant comme en atteste la figure 3.30. Tout porte à croire, donc, que **la propagation de la fissure perpendiculairement à la direction de glissement du système le plus activé du grain 2 ait été très lente**, la fissure étant sollicitée localement en mode III.

Cette observation semble être en accord avec les données de la littérature qui indiquent que la contribution à la propagation du mode III est beaucoup plus faible que celle du mode II pour une fissure chargée en mode mixte [DOQ 10]. *Pokluda et al.* ont ainsi étudié les mécanismes contrôlant la propagation d’une fissure chargée macroscopiquement dans les modes II et III [POK 08]. Leurs observations montrent que les vitesses de propagation en mode II sont bien supérieures à celles du mode III. De plus, les mécanismes physiques observés pour des chargements en mode II et en mode III sont une combinaison microscopique de modes I et II. Autrement dit, aucun signe d’un mécanisme physique associé à du pur mode III n’a été identifié par ces auteurs selon lesquels il n’existe pas de mécanisme physique de propagation associé au mode III [POK 05].

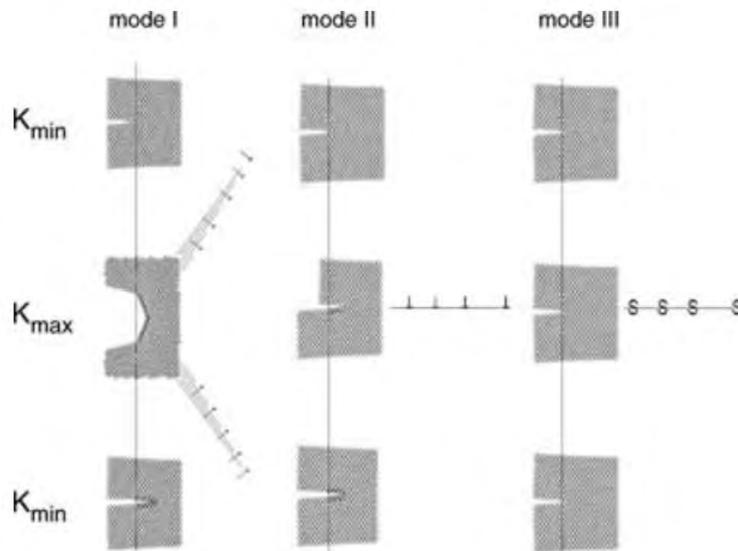


Figure 3.32. Mécanismes à l’échelle atomique des différents modes de chargement d’une fissure. D’après [POK 05].

Ainsi, à l’échelle atomique, une fissure chargée en pur mode II peut émettre des dislocations coins qui créent une marche au niveau du front de fissure proportionnelle au vecteur de Burgers comme en témoigne la figure 3.32. Au contraire, une fissure chargée en pur mode III émet des dislocations vis, dont le vecteur de Burgers est tangent au front de fissure. Ce mode de chargement ne crée donc pas de surface additionnelle, et donc d’avancée de fissure. Dans le cas d’une fissure traversante, le mécanisme associé à son avancée est le suivant : les dislocations coin, en atteignant la surface libre de l’échantillon, vont former des marches au niveau du front de fissure, créant ainsi une nouvelle surface de rupture. Dans les cycles qui suivent, ces marches vont elles être localement chargées en mode II, ce qui va permettre la propagation de la fissure selon ce mode au niveau des marches.

Dans notre cas, le mécanisme présenté précédemment semble effectivement avoir eu lieu. En

effet des lignes parallèles à la direction de glissement sont visibles en figure 3.31 c) où le front de fissure a localement été chargé en mode III.

3.4.4.2 Evaluation de la microplasticité en présence d'une fissure de fatigue

Dans l'étude présentée, l'évaluation de l'activité plastique au sein des systèmes de glissement a été effectuée à l'aide du facteur de Schmid. Même si pour les résultats présentés, il semble y avoir une forte corrélation entre ce facteur et le chemin de fissuration, ce calcul ne permet d'avoir qu'un ordre de grandeur de l'activité plastique au sein d'un système de glissement. En effet, *Schaef et al.* ont par exemple remarqué que les fissures peuvent choisir un plan dense pour lequel le facteur de Schmid n'est pas très élevé afin de minimiser l'énergie requise pour assurer une continuité de la fissure au niveau de joint de grain [SCH 11]. Pour la fissure étudiée ici, outre les endroits de propagation selon deux plans corrugués, un autre cas de ce type a effectivement été observé. Pour finir de fissurer une petite surface au niveau du grain 2, la fissure, initialement présente dans le grain 6, a choisi de franchir le joint de grain en passant ensuite par le plan dense $(1\ 1\ \bar{1})$ pour lequel $FS = 0,34$ plutôt que par le plan $(1\ 1\ 1)$ ($FS = 0,49$). En plus d'un angle de *twist* faible ($< 30^\circ$), ce plan de fissuration choisi a permis de rejoindre une autre partie fissurée par un chemin court.

Afin de prendre en compte le champ de contrainte local permettant l'activité microplastique dans les grains en avant du front de fissure, des simulations numériques pourraient être conduites à deux échelles. D'une part une étude en plasticité cristalline avec la présence de la fissure peut être menée [PRO 17, ROV 18, WIL 19b]. D'autre part, une étude à plus faible échelle par dynamique des dislocations pourrait éclaircir certains points, et notamment l'effet de la présence de la fissure sur l'émission et le mouvement des dislocations [PRA 13, Dé 14].

3.4.5 Conclusion : propagation tridimensionnelle d'une fissure interne courte

Dans ce chapitre, des essais de fatigue *in situ* dans le régime gigacyclique ont été effectués sur des éprouvettes en alliage d'aluminium de moulage A357-T6 contenant un défaut artificiel interne contrôlé. Une machine de fatigue ultrasonique dédiée a pour cela été développée par *Alexandre Messenger* dans le cadre de sa thèse [MES 20]. Les résultats obtenus pour trois éprouvettes testées à 20 kHz, $R=-1$ et à très faible amplitude de contrainte ($\sigma_a \sim 70$ MPa) ont été présentés. L'amorçage d'une fissure interne au niveau du défaut artificiel interne a été systématiquement observé, contrairement au projet précédent IDEFFAAR (voir comparaison en figure 3.33). L'abaissement du niveau de contrainte permet probablement d'expliquer le passage d'un amorçage en surface à un amorçage à cœur. La taille des fissures étant faible (~ 1 mm) devant celle de la microstructure (taille de grain de $500\ \mu\text{m}$), celles-ci ont montré un fort aspect cristallographique, accentué par un environnement sous vide.

Au sein d'un grain, les fissures internes courtes étudiées ont propagé avec les caractéristiques suivantes :

- les plans de propagation correspondent aux plans denses $\{111\}$ de la maille cristalline ;
- les plans correspondant sont ceux où l'activité plastique est la plus élevée au sens du facteur de Schmid ;

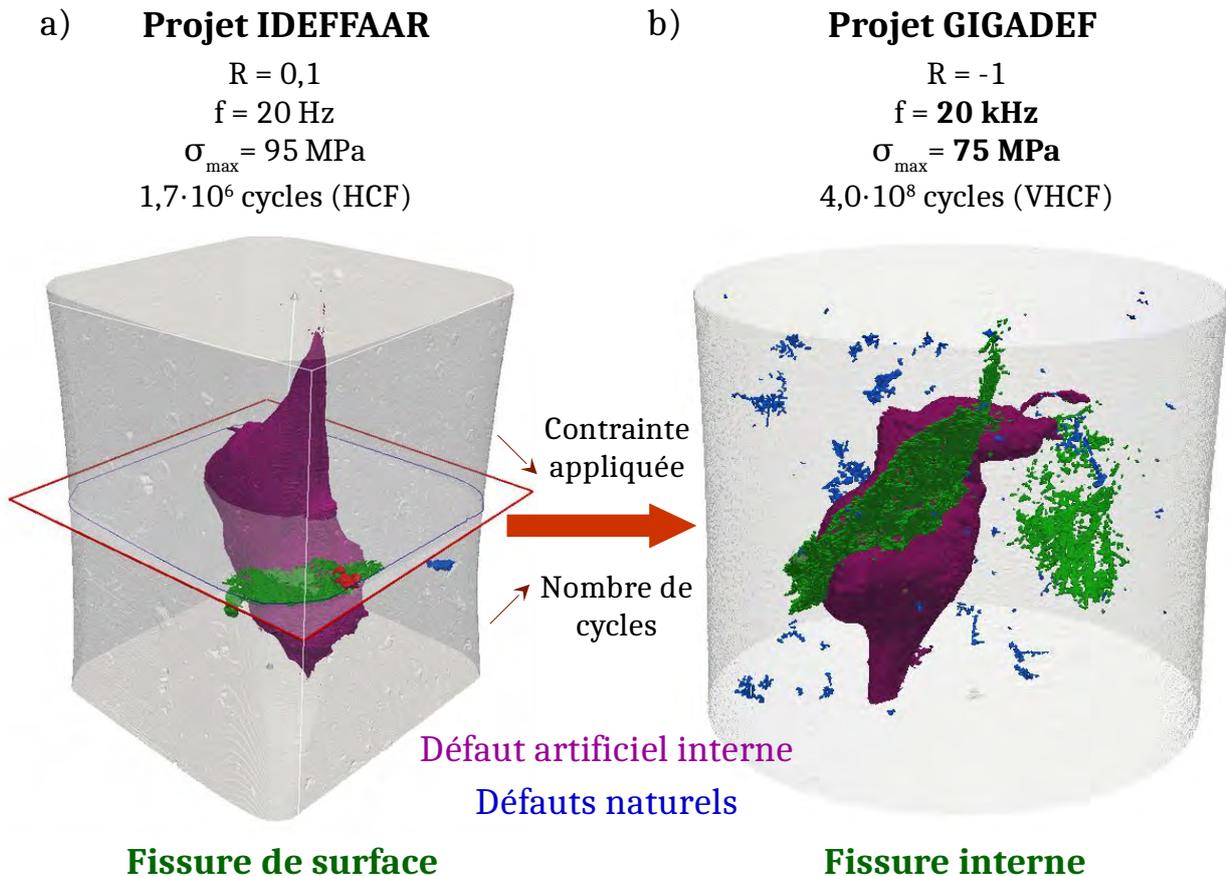


Figure 3.33. Comparaison des observations expérimentales effectuées lors des projets IDEFFAAR et GIGADEF. a) amorçage sur une retassure de faible taille (à relativement forte contrainte). b) Amorçage sur le défaut interne à plus faible contrainte.

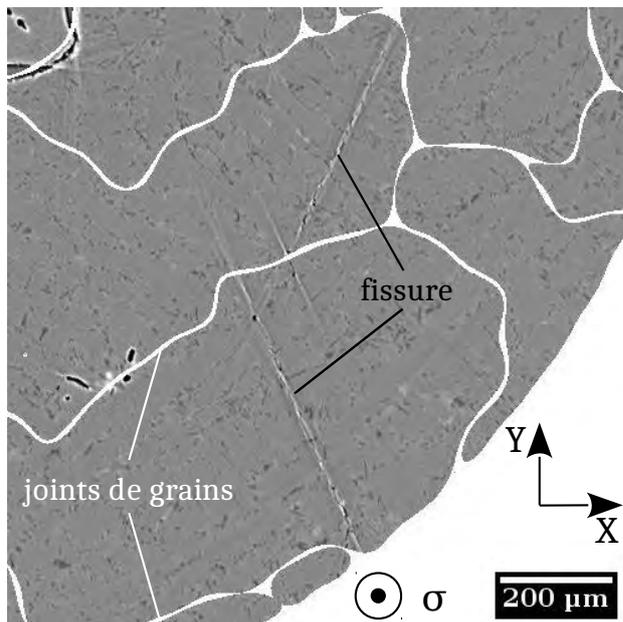
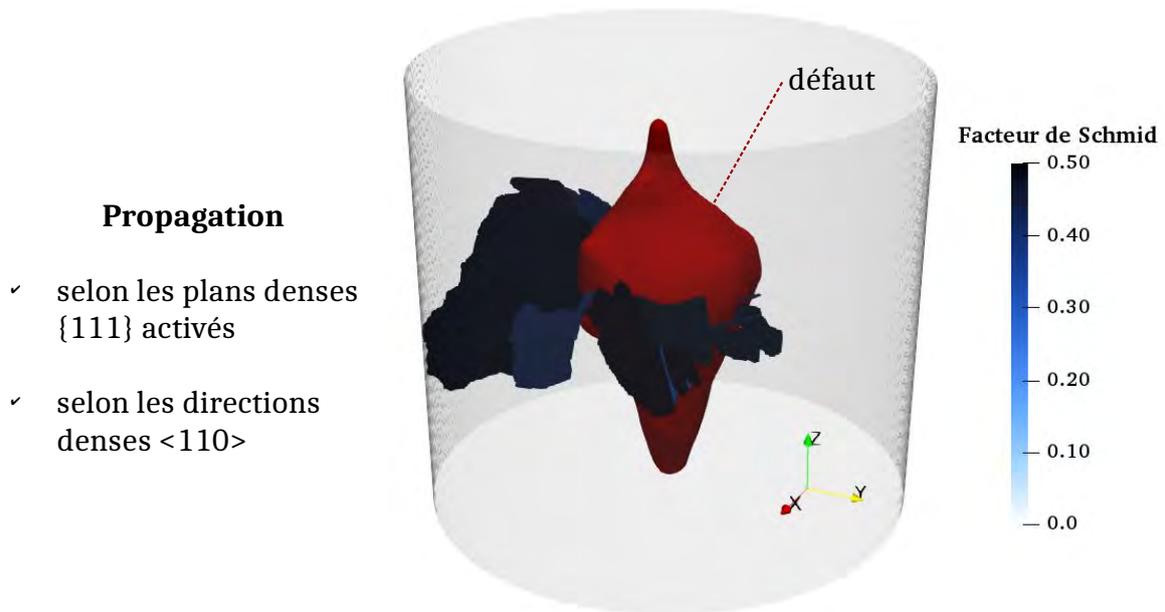
- les directions de propagation des fissures internes coïncident avec les directions de glissement des systèmes les plus activés ;
- un arrêt des fissures a pu être observé dans le cas où celles-ci devaient propager macroscopiquement selon une direction perpendiculaire aux directions de glissement des systèmes les plus activés ;
- compte-tenu des deux précédents points, il a été montré que le mécanisme de propagation local prépondérant correspondait à un chargement en mode II.

L'étude a également permis d'étudier le rôle crucial des barrières microstructurales (joint de grains) en trois dimensions. Plus particulièrement, le critère de Zhai, basé sur les angles de *tilt* et de *twist*, a été analysé. Il ressort de cette étude les points suivants :

- l'angle de *twist* semble être un paramètre d'ordre 1 permettant d'expliquer la force d'un joint de grain. Un angle de *twist* faible conduira à une force de la barrière faible ;
- l'angle de *tilt* permet d'expliquer le choix des plans lors d'un passage d'un joint de grain de manière corrugué, selon plusieurs plans.

Une analyse fine reliant l'activité plastique des systèmes de glissement et le critère de Zhai permet de décrire le comportement des fissures internes courtes. Cependant, l'évaluation de l'activité plastique via un calcul de facteur de Schmid a montré ses limites. Afin de comprendre plus en détails les mécanismes de fissuration interne, les données acquises durant cette étude constituent une base expérimentale inédite pour effectuer des modélisations 3D fines en plasticité cristalline.

3.5 Résumé graphique



**Forte interaction
entre la fissure et les
joints de grains**

Etude tridimensionnelle de la propagation de fissures microstructurellement courtes dans un aluminium de fonderie

Conclusion et perspectives

Conclusion

Les fissures de fatigue internes causent aujourd'hui la rupture de composants mécaniques conçus pour des durées de vie de l'ordre de 10^8 cycles et au-delà [KLI 13, BEA 20]. Du fait du caractère subsurfacique de ces fissures, il est très difficile de les détecter sur des pièces en service par les moyens de contrôle non destructif actuels. Afin de dimensionner de manière sûre les pièces critiques, il est donc impératif de prendre en compte le comportement des fissures de fatigue internes. Or, du fait des rares études expérimentales menées jusqu'à présent, les mécanismes d'amorçage et de propagation de ces fissures sont mal connus. Dans cette thèse, la propagation de telles fissures a été étudiée sur deux matériaux métalliques différents.

Cas des éprouvettes de Ti-6Al-4V testées à 20 Hz

Dans le but d'étudier le comportement des fissures internes de manière systématique et reproductible, une méthodologie a été développée. Des éprouvettes de fatigue en Ti-6Al-4V contenant un défaut interne contrôlé ont été fabriquées par usinage au laser femtoseconde [WEC 07] et soudage par *frittage flash*. Grâce à cette méthode, la propagation de fissures internes a été suivie *in situ* par tomographie aux rayons X synchrotron pour *six* éprouvettes. Au total *vingt* éprouvettes ont été testées dans des conditions différentes (environnement, position du défaut).

Lors des essais de fatigue *in situ*, un amorçage très rapide des fissures a été observé, permettant d'approximer la durée de vie des éprouvettes à la phase de propagation des fissures ($N_A \sim 10\%$ de N_R pour les niveaux de contrainte observés). Cette observation a permis de déterminer également les vitesses de propagation des fissures internes testées *ex situ* par intégration d'une loi de type Paris, en négligeant la phase d'amorçage.

L'amorçage s'est systématiquement produit dans la même zone sur le défaut artificiel introduit. Une analyse fine des faciès de rupture a montré que des mécanismes de clivage et de quasi-clivage avaient lieu (formation de facettes). La vitesse de propagation au sein d'une facette a été évaluée grâce à des marquages laissés par le front de fissure au sein de celles-ci. Il s'avère que les fissures se propagent environ *cent* fois plus vite au sein de ces facettes que dans un régime de fissuration stable sous air pour une force motrice équivalente.

La propagation des fissures internes a également été analysée. Dans un premier temps, l'effet de l'environnement en pointe de fissure a été étudié. Il a été montré par divers moyens (comparaison des vitesses de propagation avec des essais de fissuration sous environnement contrôlé et des données de la littérature, traitements thermiques des éprouvettes, étude approfondie de la

morphologie des faciès de rupture) que les fissures internes étudiées au travers de ces échantillons propageaient dans du vide. Une étude *directe* des effets de l'environnement en pointe de fissure a été menée en usinant un canal débouchant en surface depuis le défaut artificiel, permettant à l'air d'accéder à la pointe de fissure. Cette technique a permis de confirmer le rôle crucial de l'environnement sur la propagation des fissures internes, les cinétiques de propagation de ces fissures internes sous air étant les mêmes que celles de surface.

Une influence de la *texture cristallographique* sur la vitesse de propagation des fissures internes a également été identifiée, les deux tôles utilisées lors de la fabrication des éprouvettes ayant des *textures* différentes. Les fissures internes propagent en moyenne 1,35 fois plus vite dans une tôle dont les grains sont orientés avec leur plan basal perpendiculaire à l'axe de sollicitation que lorsque leur orientation est mieux distribuée par rapport à l'axe de sollicitation (rapport ~ 2 des acuités de *texture*).

Les fissures internes observées ont semblé propager selon deux régimes de propagation distincts : la *Rough Area* RA et le *Fish Eye* FiE. Les observations des faciès de rupture en microscopie optique ont permis d'évaluer la transition entre ces deux régimes pour un facteur d'intensité des contraintes constant $\Delta K_{trans.RA \rightarrow FiE} = 9,14 \pm 1,19 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. Il semble donc que la transition entre une fissure influencée par la microstructure (RA, pseudo stade I intrinsèque) et une fissure longue (FiE, stade II intrinsèque) se fait lorsque la taille de la zone plastique ($4,8 \mu\text{m}$) en pointe de fissure est équivalente à la taille de grain ($4,4 \mu\text{m}$).

Trois éprouvettes dont le défaut a été excentré ont été testées. Pour que la durée de vie d'un échantillon soit affectée par la position du défaut, il faut que la distance entre le point le plus proche du défaut et la surface de l'échantillon soit inférieure à son rayon équivalent. Dans le cas contraire, aucun effet sur la durée de vie n'est observé.

Enfin, il semblerait que le maintien sous charge des éprouvettes lors des scans de tomographie des essais *in situ* affecte la propagation des fissures internes. Afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu, des essais complémentaires doivent être réalisés.

Cas des éprouvettes de l'alliage A357-T6 cyclées à 20 kHz

Les résultats de *trois* éprouvettes d'A357-T6 à défaut artificiel centré - cyclées *in situ* à 20 kHz - ont été présentés et ont permis d'analyser les mécanismes de propagation des fissures internes microstructuralement courtes. Pour étudier les interactions tridimensionnelles de la fissure avec la microstructure, plusieurs techniques, couplées avec les résultats des essais *in situ* ont été utilisées. La distribution 3D des grains au sein de l'éprouvette 119 a été déterminée par tomographie en contraste de diffraction (DCT). Afin de consolider les résultats de cette éprouvette, des analyses complémentaires - étude fractographique au MEB, analyse EBSD d'une section polie en présence de la fissure et mouillage des joints de grains au gallium suivi d'un scan de tomographie de laboratoire - ont été mises en place sur les trois éprouvettes testées. Tous les résultats montrent que les fissures observées ont été *fortement* influencées par la microstructure en 3D.

Au sein d'un grain, la propagation des fissures s'est effectuée selon des plans très proches (écarts de 1 à 7°) de plans $\{111\}$ de la structure cubique à faces centrées de la matrice d'aluminium. Ces plans de propagation correspondent à ceux dont l'activité plastique, au sens de la loi

de Schmid, est la plus élevée. Bien que le nombre de stades de propagation étudiés soient relativement limités, du fait de la fréquence très élevée de cyclage, la direction de propagation locale a été estimée grâce à l'interaction de la fissure avec les particules de silicium, laissant apparaître des marches visibles sur le faciès de rupture observé au MEB (cas de l'éprouvette 119). La direction de propagation de la fissure s'effectue de manière générale *parallèlement à la direction de glissement du système le plus activé*. Plusieurs arrêts de fissure au sein d'un grain ont par ailleurs été observés lorsque celle-ci devait propager suivant des directions approximativement perpendiculaires à celles des systèmes de glissement les plus activés dans les grains considérés. D'après ces résultats, il a été proposé que, pour les conditions expérimentales investiguées, le mode II est celui qui gouverne la propagation des fissures microstructuralement courtes internes amorcées à partir d'un défaut.

Il a également été observé dans ces travaux des arrêts de fissures au niveau des joints de grains, qui apparaissent comme des barrières microstructurales très fortes. Dans un premier temps, une analyse du franchissement des joints de grains a été effectuée sur la base du modèle proposé par *Zhai et al.* [ZHA 00], adapté à un problème tridimensionnel comme suggéré par *King et al.* [KIN 11]. Bien que seulement deux passages d'un joint de grain aient été analysés dans cette étude, des tendances ont été mises en évidence.

La première condition pour qu'une fissure microstructuralement courte chargée à très faible contrainte ($\sigma_{max} \leq 1/3 \sigma_e$) franchisse un joint de grain est que la plasticité doit être activée dans le grain en avant du front de fissure. Ensuite, dans les cas rencontrés, un angle de *twist* relativement faible ($< 45^\circ$) a été déterminé et confirme les études effectuées par d'autres chercheurs [ZHA 00, KIN 11, SCH 11, WEI 14, PAN 18] précédemment. Une fissure "cherche" donc à minimiser la surface à rompre en propageant. Enfin, lorsque la fissure a franchi le joint de grains mais que l'angle de *twist* n'est pas nul, un second plan de fissuration permet de relier les plans principaux de fissuration en minimisant la différence d'angle de *tilt* entre ces deux plans de fissuration. En conséquence, le second plan de fissuration peut ne pas être très activé.

Si l'angle de *twist* semble être un paramètre d'ordre 1 permettant d'expliquer le blocage des fissures (il a été observé un angle de 40° pour une fissure bloquée), ce paramètre est à coupler avec l'activation de la plasticité dans le grain en avant du front de fissure. Bien que l'approche utilisant le Facteur de Schmid / un chargement uniaxial a le mérite de la simplicité pour évaluer la déformation plastique dans les grains en aval du front de fissure, il est clair qu'elle ne rend que très partiellement compte du champ de contrainte réel. Cet aspect sera évoqué dans les perspectives.

Perspectives

Analyses complémentaires des éprouvettes d'aluminium de fonderie

Afin d'évaluer le champ de contrainte en pointe de fissure, et donc l'activité plastique des systèmes de glissement en aval du front de fissure, il faut prendre en compte toutes les variables affectant celui-ci. Les fissures expérimentales étant microstructuralement courtes, il est nécessaire de bien décrire la forme ainsi que l'orientation 3D des grains. Par ailleurs les défauts présents dans les éprouvettes peuvent également affecter le champ de contrainte local. La présence de

quelques retassures au niveau du chemin de fissuration de l'éprouvette 119 (voir figure 3.34) montre que ces défauts seraient à prendre en considération, en plus du défaut artificiel, pour effectuer une étude approfondie.

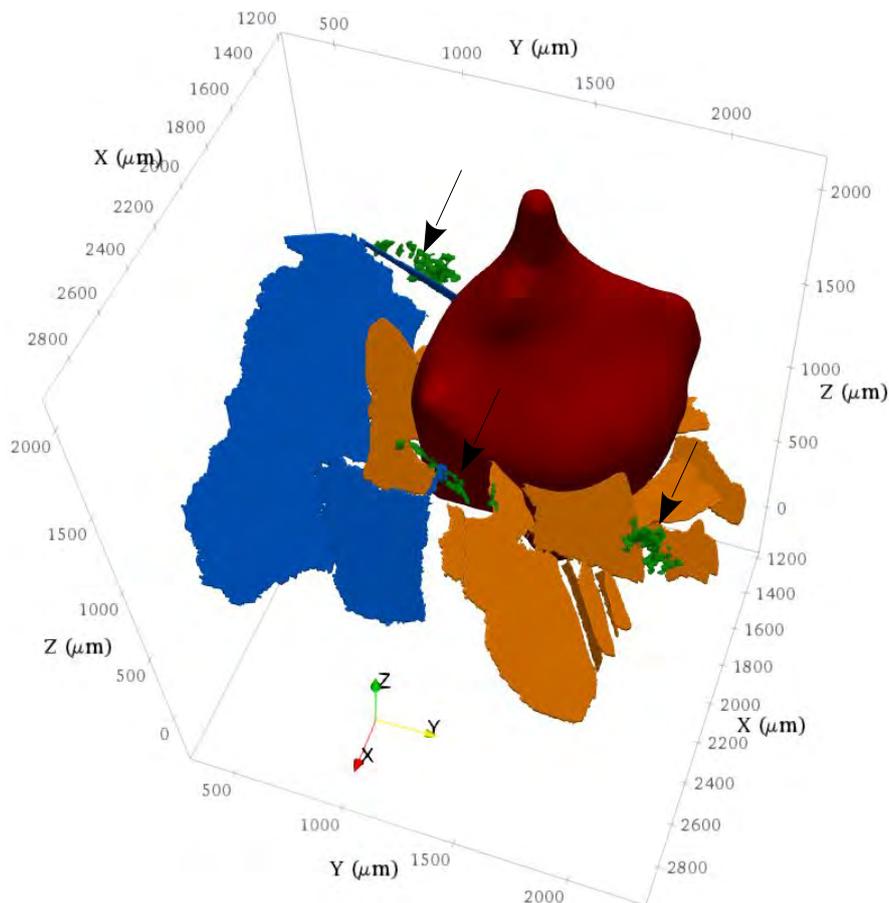


Figure 3.34. Interaction de la fissure avec les pores présents (en vert, marqués par des flèches) autour du défaut interne artificiel dans l'éprouvette 119.

Des calculs de plasticité cristalline par éléments finis (CPFEM) permettraient, avec la prise en compte de toutes les variables citées précédemment, d'essayer de trouver le lieu d'amorçage de la fissure finement et tenter d'établir le scénario de fissuration de l'éprouvette 119, en le comparant avec les données expérimentales à l'instar des travaux de *Rovinelli et al.* [ROV 18] à partir des données obtenues par *Herbig et al.* [HER 11b]. La confrontation de plusieurs critères, comme par exemple ceux mentionnés au § 3.3.1, pour expliquer le franchissement d'un joint de grain pourrait être menée. *Rovinelli et al.* ont par exemple trouvé que pour les données expérimentales obtenues dans [HER 11b] pour une microstructure cubique centrée, le critère proposé par *Lee et al.* [LEE 89] - stipulant que pour qu'un transfert de glissement ait lieu, le vecteur de Burgers résiduel au niveau du joint de grains doit être minime - correspondait le mieux avec les données expérimentales [ROV 18]. Un tel critère pourrait être testé à partir des observations expérimentales obtenues dans cette thèse.

Éprouvettes de Ti-6Al-4V à 20 Hz

Les résultats présentés au chapitre 2 sont prometteurs et enrichissent les données expérimentales sur la propagation interne des fissures de fatigue dans les alliages de titane. Afin d'étudier plus en détail la propagation dans la RA, des essais à plus basse contrainte pourraient être réalisés, en suivant la propagation d'une fissure dans une seule éprouvette lors d'une campagne d'essais *in situ*, par exemple. Une analyse couplée par FIB-EBSD pourrait également permettre de vérifier que les plans de fissuration des facettes, déterminés par analyse de leur morphologie sur la base d'études publiées dans la littérature, sont bien basaux dans la tôle contenant le défaut et prismatiques/basaux dans la tôle chapeau.

Pour faciliter cette étude un traitement thermique permettant de faire grossir les grains α , comme par exemple celui effectué par *Everaerts* [EVE 16b], à différentes tailles (10, 20, 50 μm par exemple), pourrait permettre de confirmer que la transition d'un régime de pseudo stade I intrinsèque (RA) à un régime de stade II intrinsèque (FiE) s'opère lorsque la taille de la zone plastique en pointe de fissure est équivalente à celle de la taille de grain. Cette étude peut éventuellement être conduite sur des échantillons macroscopiques afin de s'affranchir du problème de la taille des échantillons.

Une taille des grains α de 50 μm serait également idéale pour effectuer une étude complète des mécanismes de fissuration intrinsèque au sein d'une maille hexagonale. Les grains α pourraient en effet être caractérisés par tomographie en contraste de diffraction (DCT) pour une éprouvette de 1 mm de diamètre. La technique de fabrication permettrait d'amorcer et de suivre la propagation d'une fissure microstructuralement courte avec une bonne résolution spatiale (taille de voxel de 0,7 μm comme utilisé par [HER 11b]). De plus, la forme des grains serait plus favorable (forme moins complexe) que celle des grains présentés dans l'aluminium de fonderie. Un avantage de l'alliage de titane est que la présence de la phase β aux joints de grains pourrait permettre, en effectuant un scan de tomographie en contraste de phase comme il a été fait par *Ludwig et al.* [LUD 09] et *Hassanipour et al.* [HAS 18], d'avoir une estimation de la forme des grains indépendante de la DCT et d'évaluer ainsi l'incertitude de cette technique dans le cadre de l'éprouvette testée [LUD 09]. Grâce à de telles données expérimentales, il serait possible d'étudier en détail les mécanismes de fissuration. En plus d'une étude du passage des joints de grains, il pourrait être intéressant d'avoir des données de propagation lorsque la fissure se propage selon un plan prismatique par exemple. Une seule direction de glissement de type \vec{a} (voir figure 1.9) étant disponible sur ces plans, de telles données expérimentales permettraient de confirmer que les fissures microstructuralement courtes se propagent principalement en mode II, comme évoqué au chapitre 3. Enfin, obtenir une preuve directe de la vitesse d'une fissure se propageant selon un plan basal pourrait confirmer nos observations effectuées au § 2.4.2.3.

Ce dernier point est d'une importance cruciale pour le dimensionnement des pièces mécaniques. L'exemple de la rupture du moyeu de soufflante d'un moteur équipant les A380 présentée en introduction a révélé la dangerosité des fissures propageant selon les plans basaux. En effet le rapport du BEA [BEA 20] a montré qu'une fissure interne a amorcée au sein d'une macrozone dont les plans basaux étaient orientés perpendiculairement à la contrainte principale. La vitesse de propagation de la fissure évaluée dans la zone présentant des facettes de quasi-clivage est en effet du même ordre de grandeur que celle observée expérimentalement dans cette thèse (voir figure 2.19), à savoir de l'ordre de 10^{-6} m/cycle, ce qui est très rapide pour une fissure interne

courte.

Enfin, des données exhaustives de la propagation d'une fissure interne dans du Ti-6Al-4V permettraient d'effectuer des simulations CPFEM pour tenter de modéliser le comportement de telles fissures en 3D, les constantes élastiques et plastiques ayant déjà été évaluées pour ce matériau [WIL 19b].

Éprouvettes de Ti-6Al-4V à 20 kHz

Le dispositif d'essai de fatigue *in situ* à 20 kHz pourrait permettre d'étudier la propagation de fissures naturelles dans le Ti-6Al-4V (sans défaut), en testant par exemple une éprouvette dont les plans basaux sont orientés perpendiculairement à l'axe de sollicitation afin de maximiser les chances d'amorçage de fissures internes naturelles [BAC 10, HON 17] étudiées par seulement une équipe de chercheurs dans le monde [YOS 19].

Application de la méthode de fabrication d'éprouvette à défaut interne contrôlé à un autre matériau

Une des conditions du cahier des charges était de pouvoir appliquer la méthode de fabrication d'éprouvettes de fatigue à défaut interne contrôlé à plusieurs matériaux métalliques. Un test de faisabilité a été effectué sur une fonte à graphite sphéroïdale (GS) ferritique dont les caractéristiques sont les mêmes que celle étudiée dans [NAD 04]. La procédure de fabrication est similaire à celle décrite dans la figure 1.11. Deux tôles découpées par EDM (épaisseur $\sim 1,2$ mm) ont été soudées par diffusion au SPS sous vide primaire (~ 100 Pa). Un polissage allant jusqu'à une pâte diamantée de $1 \mu\text{m}$ a été réalisé pour éviter les effets de rugosité pouvant affecter la qualité des joints. Le cycle thermique permettant un bon soudage est présenté ci-après. Après application du vide primaire dans la chambre du SPS, une pression de 10 MPa pour maintenir un contact entre les tôles a été imposée. Une rampe de montée en température d'environ $50^\circ\text{C}/\text{min}$ a été appliquée pour atteindre un palier de 900°C maintenu pendant 20 min. Le soudage s'est donc déroulé dans le domaine austénitique. Afin de conserver une microstructure essentiellement ferritique composée d'une seule phase, un refroidissement lent, de l'ordre de $0,5^\circ\text{C}/\text{min}$ a été appliqué jusqu'à 450°C [ADR 04] avant de refroidir naturellement l'échantillon dans l'enceinte du SPS. Des images en microscopie optique et au MEB de l'interface de soudage sont montrées en figure 3.35. Si l'interface de soudage est clairement visible après attaque au Nital 4% (d'une épaisseur équivalente à celle observée pour un joint de grain, voir figure 3.35 a)), aucun vide ne semble présent à l'interface au centre des tôles, indiquant un relativement bon soudage des tôles (voir figure 3.35 b)).

Un essai de traction a été réalisé dans les mêmes conditions de chargement que pour les futures éprouvettes de fatigue (sollicitation parallèle à l'interface de soudage). Les propriétés quasi-statiques montrent une bonne cohérence avec celles du matériau initial ($\sigma_{e0,2} = 355$ MPa vs $\sigma_{e0,2} = 380$ MPa [NAD 04]). La fractographie de la figure 3.36 a) montre le caractère ductile de ce matériau. L'interface de soudage (orientée verticalement) n'est pas visible. Un premier essai de fatigue a été réalisé¹⁰ sur une éprouvette ayant un large défaut interne (cyclée à $R = 0,1$;

10. Cet essai a été effectué par *Ce Xiao* dans le cadre de sa thèse au laboratoire MATEIS qui poursuit l'étude présentée dans ce paragraphe.

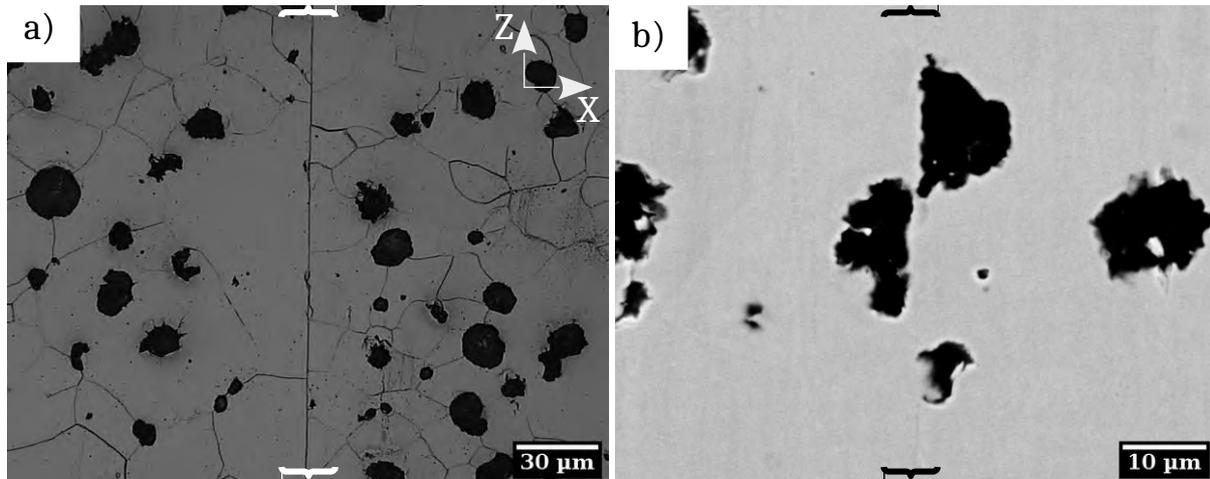


Figure 3.35. a) Image en microscopie optique de l'interface de soudage d'une fonte GS ferritique (taille de grain d'environ $50 \mu\text{m}$, la phase noire étant des nodules de graphite) après polissage mécanique (jusqu'à une pâte diamantée de $1 \mu\text{m}$) et attaque au Nital 4%. b) Image MEB SE de la même interface ne montrant aucune porosité détectée à un grandissement $\times 1500$ (après polissage au MasterMet2). L'interface est matérialisée par des accolades.

$\sigma_{e0,2} = 280 \text{ MPa}$). En effet ce matériau possède une très faible sensibilité à l'entaille, exacerbée lorsque le défaut est interne [NAD 04]. Le faciès de rupture correspondant (figure 3.36 b)) montre qu'une fissure a amorcé au niveau de l'entaille, menant à la rupture de l'éprouvette. On remarque cependant une décohésion de l'interface au niveau de la rupture ductile de l'éprouvette. Des essais complémentaires sont à mener pour vérifier si cette décohésion se produit lors de la fatigue ou en fin de vie de l'éprouvette.

En utilisant une fonte GS, un mouchetis naturel est présent dans le matériau (nodules de graphite), il est alors possible de mettre en place des essais de suivi en tomographie *in situ* par corrélation d'images volumiques [LAC 15] qui pourraient permettre i) de suivre en tomographie de laboratoire des fissures internes et ii) d'obtenir le champ de déplacement en pointe de fissure lors des phases de charge et de décharge d'un cycle de fatigue afin de quantifier la fermeture. La taille de grain du matériau (environ $50 \mu\text{m}$) offre la possibilité d'étudier la propagation de fissures internes courtes d'une taille intermédiaire à celles étudiées lors de cette thèse.

La méthode présentée au chapitre 1 semble applicable à différents matériaux pour lesquels un soudage par diffusion est possible aisément. Les alliages d'aluminium "faciles" à observer en tomographie du fait de leur faible atténuation des rayons X posent cependant problème lors du soudage à cause du film d'alumine en surface qui empêche une bonne cohésion de l'interface. Des travaux supplémentaires dans cette direction pourraient également être envisagés.

Enfin, la méthode de fabrication d'éprouvette à défaut interne contrôlé pourrait être employée pour étudier la propagation d'une fissure interne dans un échantillon composé de deux matériaux différents. Cette différence peut être de l'ordre de la microstructure pour une même composition chimique (tailles de grains, textures, phases présentes) ou alors des matériaux dont la composition est différente [TUP 05].

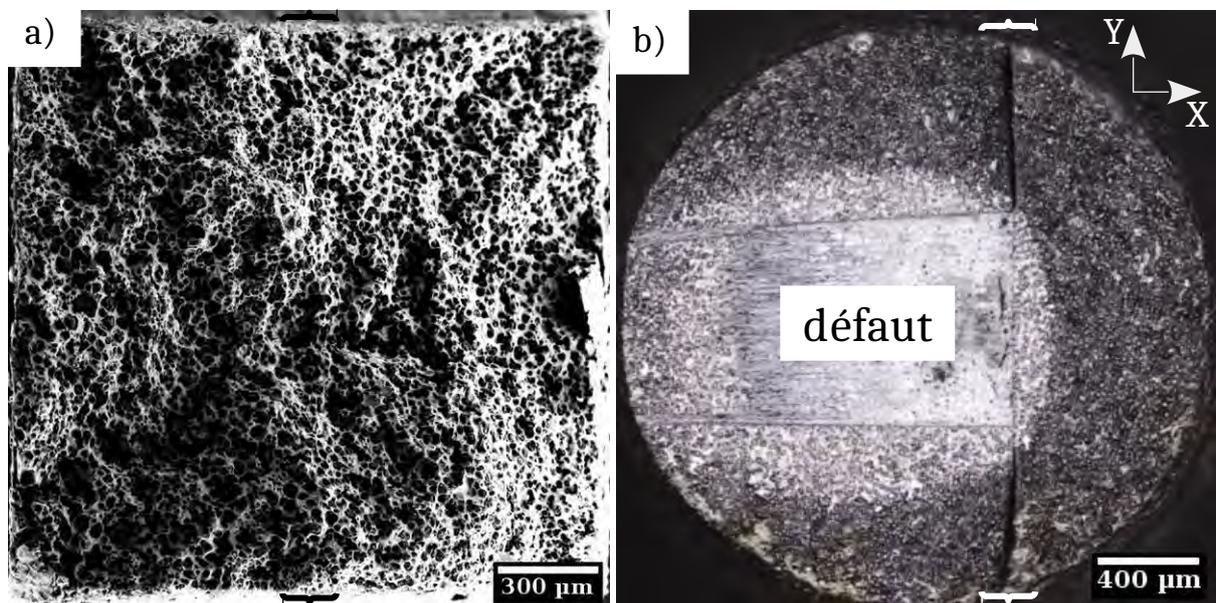


Figure 3.36. a) Fractographie MEB de la surface de rupture de tôles soudées après essai de traction à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-4} s^{-1}$. b) Essai de fatigue ($R = 0,1$; $f = 10$ Hz ; $\sigma_{max} = 280$ MPa) d'une éprouvette de fonte à défaut interne. Les accolades représentent la position approximative de l'interface de soudage.

Traitement des données 3D de tomographie - cas des éprouvettes à défaut interne contrôlé

La quantité de données tomographiques obtenues lors de cette thèse imposent une méthodologie de traitement pour effectuer les analyses requises. Les fissures étudiées dans le chapitre 2 ont montré une propagation macroscopique en mode I. Pour éviter des temps de traitement longs, les données ont été traitées à l'aide du logiciel libre Fiji de la manière suivante :

1. Projection du volume tomographique contenant la fissure selon l'axe de sollicitation \vec{z} (figure A.1 a)). La valeur minimale de chaque colonne de voxels (c'est-à-dire de tous les couples (x_i, y_i) avec i allant de 1 à h , h étant le nombre de tranches de tomographie) est retenue. Une image projetée du volume est ainsi obtenue.
2. Alignement de toutes les images projetées obtenues pour une éprouvette. Toutes les images sont empilées chronologiquement pour permettre un traitement rapide.
3. Segmentation de la fissure et de la section de l'éprouvette à chaque instant capturé. Pour chaque jeu de données, une méthode de segmentation locale est utilisée, celle-ci pouvant varier entre les données des différentes campagne d'essais. Un nettoyage manuel est ensuite effectué (figure A.1 b)).
4. Le volume de la fissure peut alors être traité. Il est donc possible d'obtenir l'aire occupée par la fissure, sa vitesse de propagation globale et locale, la distance locale du front de fissure à la surface de l'échantillon, etc. Un rendu de tous les fronts de fissure de l'éprouvette A3 est donné en figure A.1 c)).

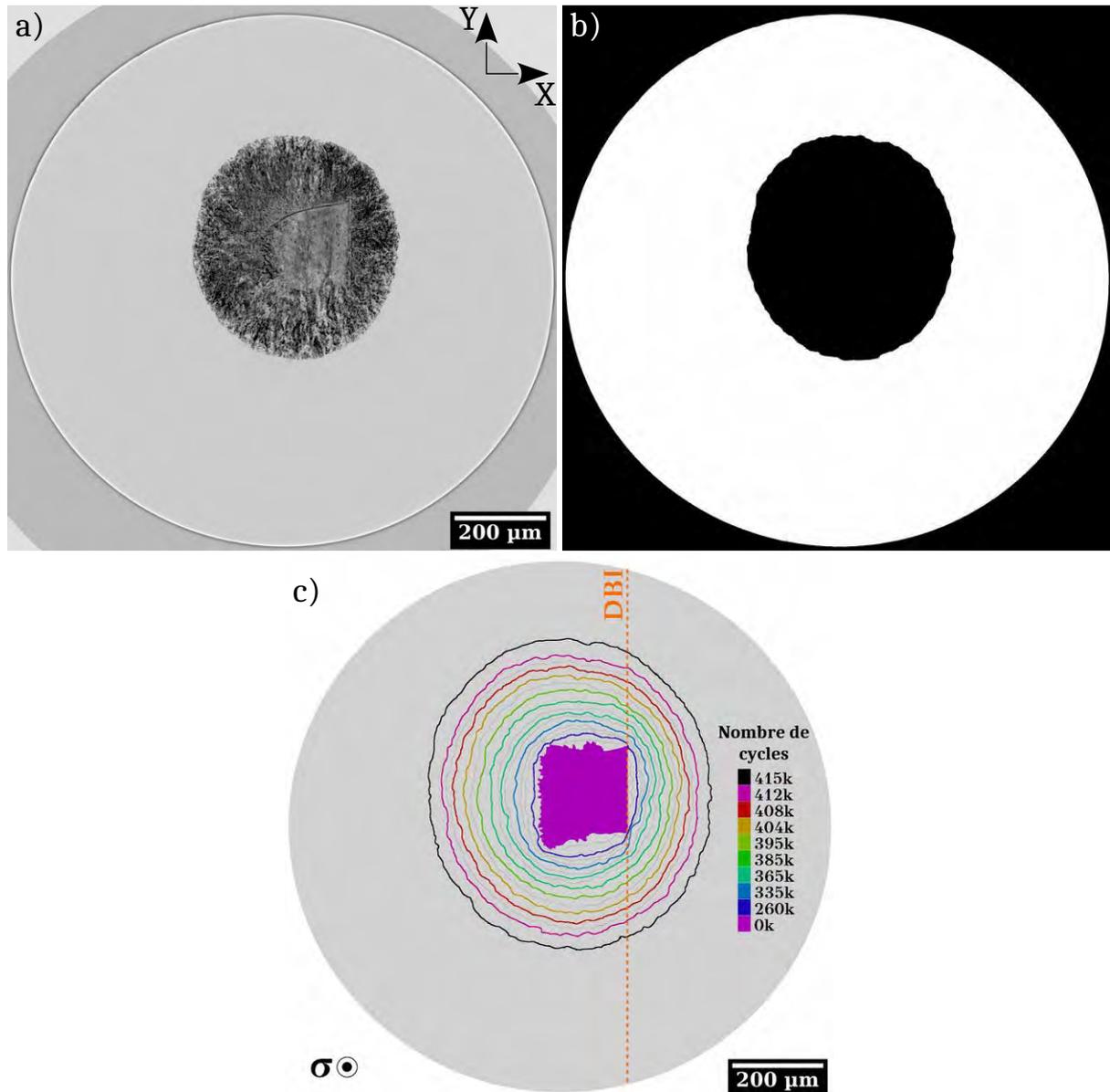


Figure A.1. Procédure de traitement des images tomographiques. a) Image projetée de la fissure de l'éprouvette A3 à 400 kcycles. b) Segmentation correspondante. c) Superposition de tous les fronts de fissures observés pour l'éprouvette A3.

Annexe B

Evaluation des incertitudes sur les données de propagation des essais *in situ*

Des incertitudes dans les chaînes d'acquisition sont inévitables. Afin de vérifier que celles-ci n'affectent pas l'interprétation des données, il est nécessaire de les évaluer. Les principaux résultats du chapitre 2 de cette thèse reposent sur l'évaluation des données de propagation des fissures internes. Un calcul d'incertitudes a donc été réalisé pour les données de l'éprouvette A3.

Dans ce qui suit, les incertitudes des vitesses de propagation $\Delta a/\Delta N$ et du facteur d'intensité des contraintes ΔK sont évaluées. On considère ici que la longueur de fissure a est égale à a_{eq} (voir équation 2.4). La vitesse de propagation au scan n est déterminée par :

$$\left. \frac{\Delta a}{\Delta N} \right|_n = \frac{a_{n+1} - a_{n-1}}{N_{n+1} - N_{n-1}} \quad (\text{B.1})$$

Dans le cas d'une fissure interne, dont l'aire projetée est égale à l'aire du disque de rayon a , le facteur d'intensité des contraintes s'écrit :

$$\Delta K = 0,5 \frac{F_{max} - F_{min}}{S_{\text{éprouvette}}} \sqrt{\pi \sqrt{\pi a^2}} \quad (\text{B.2})$$

Dans les deux équations précédentes, les variables mesurées avec une incertitude sont la longueur de fissure a , les efforts F_{max} et F_{min} pour chaque cycle et la section de l'éprouvette $S_{\text{éprouvette}}$. Les incertitudes associées à ces variables sont données dans le tableau B.1.

Un calcul de propagation des incertitudes pour les deux variables calculées ($\Delta a/\Delta N$ et ΔK) a été effectué selon la formule suivante :

$$\Delta f(x_j) = \sqrt{\sum_j \left[\left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right)^2 \Delta x_j^2 \right]} \quad (\text{B.3})$$

avec f la variable calculée ($\Delta a/\Delta N$ ou ΔK) et x_j toutes les variables permettant de calculer f et ayant une incertitude de mesure.

Les courbes de propagation avec prise en compte des incertitudes pour l'éprouvette A3 sont présentées à la figure B.1. Au regard de ces courbes, nous pouvons conclure que les incertitudes ne viennent pas perturber les analyses effectuées sur ces jeux de données.

Δa	ΔF_{max}	ΔF_{min}	$\Delta S_{\text{épreuvette}}$
3 pixels (2,16 μm)	20 N	20 N	0,04 mm^2

Tableau B.1. Incertitudes de mesures prises en compte pour les calculs. L'erreur sur les efforts a été évalué à deux fois l'erreur indiquée par le fabricant du capteur utilisé. Les erreurs liées à la surface de la section de l'éprouvette et de la longueur de fissure sont plus subjectives. Les valeurs prises en compte ont été considérés comme erreurs maximales.

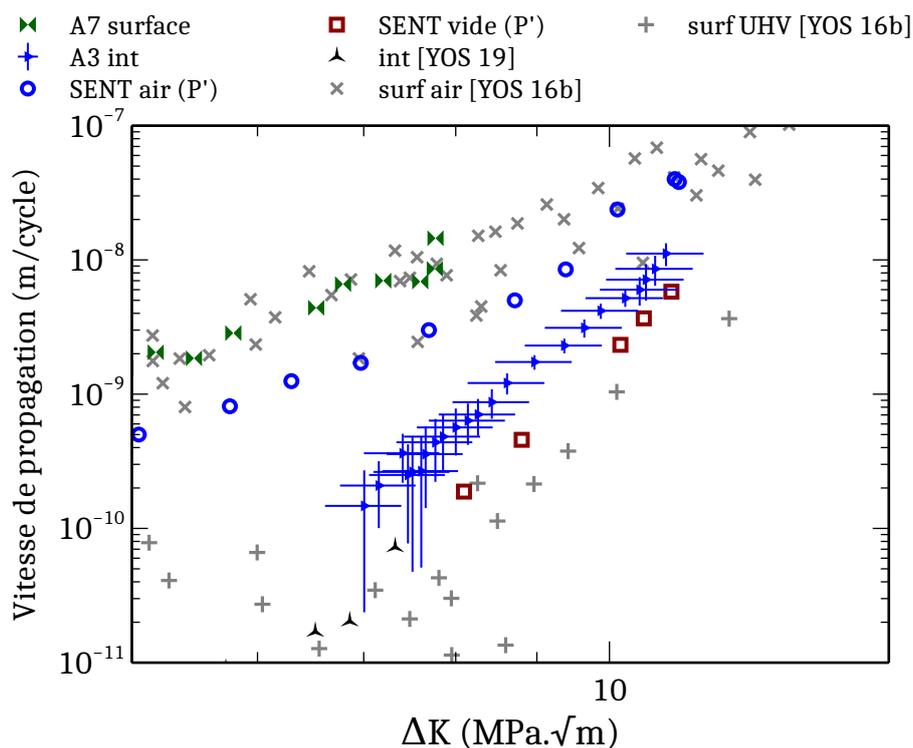


Figure B.1. Incertitudes des données de propagation de l'éprouvette A3. Ces données sont comparées avec celles de fissuration obtenues à l'Institut P' et les données de la littérature.

Références bibliographiques

- [ADR 04] ADRIEN J.
Optimisation des cycles thermiques appliqués aux fontes G. S. Ferritiques vis à vis des propriétés de fatigue. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2004.
- [AND 19] ANDREAU O.
Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive. Thèse de doctorat, HESAM Université, 2019.
- [ANK 06] ANKEM S., MARGOLIN H., GREENE C. A., NEUBERGER B. W., OBERSON P. G.
Mechanical properties of alloys consisting of two ductile phases. *Progress in Materials Science*, vol. 51, n° 5, 2006, p. 632–709.
- [AST 20] ASTM
Standard Reference Radiographs for Inspection of Aluminum and Magnesium Castings. Rapport technique n° ASTM E155 - 20, 2020, ASTM International.
- [ATR 83] ATRENS A., HOFFELNER W., DUERIG T. W., ALLISON J. E.
Subsurface crack initiation in high cycle fatigue in Ti6Al4V and in a typical martensitic stainless steel. *Scripta Metallurgica*, vol. 17, n° 5, 1983, p. 601–606.
- [BAC 97a] BACHE M. R., COPE M., DAVIES H. M., EVANS W. J., HARRISON G.
Dwell sensitive fatigue in a near alpha titanium alloy at ambient temperature. *International Journal of Fatigue*, vol. 19, n° 93, 1997, p. 83–88.
- [BAC 97b] BACHE M. R., EVANS W. J., DAVIES H. M.
Electron back scattered diffraction (EBSD) analysis of quasi-cleavage and hydrogen induced fractures under cyclic and dwell loading in titanium alloys. *Journal of Materials Science*, vol. 32, n° 13, 1997, p. 3435–3442.
- [BAC 97c] BACHE M. R., EVANS W. J., MCELHONE M.
The effects of environment and internal oxygen on fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 234-236, 1997, p. 918–922.
- [BAC 01] BACHE M. R., EVANS W. J., SUDDLELL B., HERROUIN F. R. M.
The effects of texture in titanium alloys for engineering components under fatigue. *International Journal of Fatigue*, vol. 23, 2001, p. 153–159.
- [BAC 03] BACHE M. R.
A review of dwell sensitive fatigue in titanium alloys : the role of microstructure, texture and operating conditions. *International Journal of Fatigue*, vol. 25, n° 9, 2003, p. 1079–1087.

- [BAC 10] BACHE M. R., DUNNE F. P. E., MADRIGAL C.
 Experimental and crystal plasticity studies of deformation and crack nucleation in a titanium alloy. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 45, n° 5, 2010, p. 391–399.
- [BAN 78] BANIA P. J., EYLON D.
 Fatigue crack propagation of titanium alloys under dwell-time conditions. *Metallurgical Transactions A*, vol. 9, n° 6, 1978, p. 847–855.
- [BAN 07] BANTOUNAS I., LINDLEY T. C., RUGG D., DYE D.
 Effect of microtexture on fatigue cracking in Ti–6Al–4V. *Acta Materialia*, vol. 55, n° 16, 2007, p. 5655–5665.
- [BAN 09] BANTOUNAS I., DYE D., LINDLEY T. C.
 The effect of grain orientation on fracture morphology during high-cycle fatigue of Ti–6Al–4V. *Acta Materialia*, vol. 57, n° 12, 2009, p. 3584–3595.
- [Bat 99] BATHIAS
 There is no infinite fatigue life in metallic materials. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 22, n° 7, 1999, p. 559–565.
- [BAT 04] BATHIAS C., PARIS P. C.
Gigacycle Fatigue in Mechanical Practice. CRC Press, 2004.
- [BEA 72] BEACHEM C. D.
 A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen “embrittlement”). *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 3, n° 2, 1972, p. 441–455.
- [BEA 20] BEA
 Accident to the AIRBUS A380-861 registered F-HPJE and operated by Air France on 30/09/2017 en route over Greenland [Investigation delegated to BEA by the authorities of Denmark]. Rapport d’enquête, 2020, Bureau d’Enquêtes et d’Analyse pour la Sécurité de l’Aviation civile.
- [BEE 77] BEEVERS C. J.
 Fatigue crack growth characteristics at low stress intensities of metals and alloys. *Metal Science*, vol. 11, n° 8-9, 1977, p. 362–367.
- [BIA 02] BIAVANT K. L., POMMIER S., PRIOUL C.
 Local texture and fatigue crack initiation in a Ti-6Al-4V titanium alloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 25, n° 6, 2002, p. 527–545.
- [BIR 94] BIRNBAUM H. K., SOFRONIS P.
 Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 176, n° 1, 1994, p. 191–202.
- [BIR 11] BIROSCA S., BUFFIERE J. Y., KARADGE M., PREUSS M.
 3-D observations of short fatigue crack interaction with lamellar and duplex microstructures in a two-phase titanium alloy. *Acta Materialia*, vol. 59, n° 4, 2011, p. 1510–1522.
- [BON 20] BONNERIC M., BRUGGER C., SAINTIER N.
 Investigation of the sensitivity of the fatigue resistance to defect position in aluminium alloys obtained by Selective laser melting using artificial defects. *International Journal of Fatigue*, vol. 134, 2020, page 105505.

- [BOU 14] BOUQUET N.
Etude de la formation des joints soudés par diffusion : application aux échangeurs de chaleur compacts. Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 2014.
- [BRA 69] BRADSHAW F., WHEELER C.
The influence of gaseous environment and fatigue frequency on the growth of fatigue cracks in some aluminum alloys. *International Journal of Fracture Mechanics*, vol. 5, n° 4, 1969.
- [BRI 05] BRIDIER F., VILLECHAISE P., MENDEZ J.
Analysis of the different slip systems activated by tension in a α/β titanium alloy in relation with local crystallographic orientation. *Acta Materialia*, vol. 53, n° 3, 2005, p. 555–567.
- [BRI 08] BRIDIER F., VILLECHAISE P., MENDEZ J.
Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales. *Acta Materialia*, vol. 56, n° 15, 2008, p. 3951–3962.
- [BRO 10] BROCHU M., VERREMAN Y., AJERSCH F., BOUCHARD D.
High cycle fatigue strength of permanent mold and rheocast aluminum 357 alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 32, n° 8, 2010, p. 1233–1242.
- [BRO 12] BROCHU M., VERREMAN Y., AJERSCH F., BOUCHARD D.
Propagation of short fatigue cracks in permanent and semi-solid mold 357 aluminum alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 36, n° 1, 2012, p. 120–129.
- [BUF 01] BUFFIÈRE J.-Y., SAVELLI S., JOUNEAU P. H., MAIRE E., FOUGÈRES R.
Experimental study of porosity and its relation to fatigue mechanisms of model Al–Si7–Mg0.3 cast Al alloys. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 316, n° 1, 2001, p. 115–126.
- [BUF 06] BUFFIERE J. Y., FERRIE E., PROUDHON H., LUDWIG W.
Three-dimensional visualisation of fatigue cracks in metals using high resolution synchrotron X-ray micro-tomography. *Materials Science and Technology*, vol. 22, n° 9, 2006, p. 1019–1024.
- [BUF 10] BUFFIERE J.-Y., MAIRE E., ADRIEN J., MASSE J.-P., BOLLER E.
In Situ Experiments with X ray Tomography : an Attractive Tool for Experimental Mechanics. *Experimental Mechanics*, vol. 50, n° 3, 2010, p. 289–305.
- [CAM 00] CAMPBELL J. P., RITCHIE R. O.
Mixed-mode, high-cycle fatigue-crack growth thresholds in Ti-6Al-4V : I. A comparison of large- and short-crack behavior. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 67, n° 3, 2000, p. 209–227.
- [CAO 16] CAO F., RAVI CHANDRAN K. S., KUMAR P., SUN P., ZAK FANG Z., KOOPMAN M.
New Powder Metallurgical Approach to Achieve High Fatigue Strength in Ti-6Al-4V Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, n° 5, 2016, p. 2335–2345.
- [CAO 17] CAO F., RAVI CHANDRAN K. S.
The role of crack origin size and early stage crack growth on high cycle fatigue of powder metallurgy Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 102, 2017, p. 48–58.
- [CHA 15] CHAPMAN T. P., KAREH K. M., KNOP M., CONNOLLEY T., LEE P. D., AZEEM M. A., RUGG D., LINDLEY T. C., DYE D.
Characterisation of short fatigue cracks in titanium alloy IMI 834 using X-ray microtomography. *Acta Materialia*, vol. 99, 2015, p. 49–62.

- [CHI 96] CHICHKOV B. N., MOMMA C., NOLTE S., VON ALVENSLEBEN F., TÜNNERMANN A.
Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids. *Applied Physics A*, vol. 63, n° 2, 1996, p. 109–115.
- [CLO 97] CLOETENS P., PATEYRON-SALOMÉ M., BUFFIÈRE J. Y., PEIX G., BARUCHEL J., PEYRIN F., SCHLENKER M.
Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, vol. 81, n° 9, 1997, p. 5878–5886.
- [COM 13] COMBRES Y.
Traitements thermiques des alliages de titane. *Ref : TIP553WEB - "Traitements des métaux"*, vol. Matériaux | Traitements des métaux, n° M1335 V3, 2013.
- [DEB 99] DE BARROS M. I., RATS D., VANDENBULCKE L., FARGES G.
Influence of internal diffusion barriers on carbon diffusion in pure titanium and Ti-6Al-4V during diamond deposition. *Diamond and Related Materials*, vol. 8, n° 6, 1999, p. 1022–1032.
- [DEN 18] DENG Y.-H., GUAN Q., TAO J.
Effect of heating time on bonding interface, atom diffusion and mechanical properties of dissimilar titanium joints produced by thermal self-compressing bonding. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 28, n° 4, 2018, p. 662–668.
- [DEZ 16] DEZECOT S.
Caractérisation et modélisation du rôle des défauts microstructuraux dans la fatigue oligocyclique des alliages d'aluminium de fonderie : Application au procédé à modèle perdu. These de doctorat, INSA de Lyon, 2016.
- [DON 18] DONG Y., HE X., LI Y.
Effect of interface region on fatigue crack growth in diffusion-bonded laminate of Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue*, vol. 117, 2018, p. 63–74.
- [DOQ 10] DOQUET V., BUI Q. H., BERTOLINO G., MERHY E., ALVES L.
3D shear-mode fatigue crack growth in maraging steel and Ti-6Al-4V. *International Journal of Fracture*, vol. 165, n° 1, 2010, p. 61–76.
- [DOQ 12] DOQUET V., DE GREEF V.
Dwell-fatigue of a titanium alloy at room temperature under uniaxial or biaxial tension. *International Journal of Fatigue*, vol. 38, 2012, p. 118–129.
- [DUN 91] DUNFORD D. V., PARTRIDGE P. G., GILMORE C. J.
Diffusion Bonding of Al-Li 8090 Alloy. STEPHENSON D. J., Ed., *Diffusion Bonding 2*, p. 130–143 Springer Netherlands, Dordrecht, 1991.
- [DUN 93] DUNFORD D. V., WISBEY A.
Diffusion Bonding of Advanced Aerospace Metallics. *MRS Online Proceedings Library Archive*, vol. 314, 1993.
- [DUN 08] DUNNE F. P. E., RUGG D.
On the mechanisms of fatigue facet nucleation in titanium alloys. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 31, n° 11, 2008, p. 949–958.
- [DUQ 71] DUQUETTE D. J., GELL M.
The effect of environment on the mechanism of Stage I fatigue fracture. *Metallurgical Transactions*, vol. 2, n° 5, 1971, p. 1325–1331.

- [Dé 14] DÉPRÉS C., REDDY G. V. P., ROBERTSON C., FIVEL M.
An extensive 3D dislocation dynamics investigation of stage-I fatigue crack propagation. *Philosophical Magazine*, vol. 94, n° 36, 2014, p. 4115–4137.
- [ELK 19] EL KHOUKHI D., MOREL F., SAINTIER N., BELLETT D., OSMOND P., LE V.-D., ADRIEN J.
Experimental investigation of the size effect in high cycle fatigue : Role of the defect population in cast aluminium alloys. *International Journal of Fatigue*, vol. 129, 2019, page 105222.
- [ENJ 80] ENJO T., IKEUCHI K., AKIKAWA N., ITO M.
Effect of superplasticity on the diffusion welding of Ti-6Al-4V alloys. *Proc. Conf. Titanium'80 Science and Technology*, , 1980, p. 1097–1108.
- [EVA 79] EVANS W. J., GOSTELOW C. R.
The effect of hold time on the fatigue properties of a β -processed titanium alloy. *Metallurgical Transactions A*, vol. 10, n° 12, 1979, p. 1837–1846.
- [EVA 94] EVANS W. J., BACHE M. R.
Dwell-sensitive fatigue under biaxial loads in the near-alpha titanium alloy IMI685. *International Journal of Fatigue*, vol. 16, n° 7, 1994, p. 443–452.
- [EVA 95] EVANS W. J., BACHE M. R.
Hydrogen and fatigue behaviour in a near alpha titanium alloy. *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, n° 7, 1995, p. 1019–1024.
- [EVA 97] EVANS W. J., BACHE M. R., McELHONE M., GRABOWSKI L.
Environmental interactions with fatigue crack growth in alpha/beta titanium alloys. *International Journal of Fatigue*, vol. 19, n° 93, 1997, p. 177–182.
- [EVA 04] EVANS W. J.
Time dependent effects in fatigue of titanium and nickel alloys. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 27, n° 7, 2004, p. 543–557.
- [EVA 05] EVANS W. J., JONES J. P., WHITTAKER M. T.
Texture effects under tension and torsion loading conditions in titanium alloys. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 10, 2005, p. 1244–1250.
- [EVE 16a] EVERAERTS J., VERLINDEN B., WEVERS M.
Internal fatigue crack initiation in drawn Ti-6Al-4V wires. *Materials Science and Technology*, vol. 32, n° 16, 2016, p. 1639–1645.
- [EVE 16b] EVERAERTS J., VERLINDEN B., WEVERS M.
The influence of the alpha grain size on internal fatigue crack initiation in drawn Ti-6Al-4V wires. *Procedia Structural Integrity*, vol. 2, 2016, p. 1055–1062.
- [EVE 17a] EVERAERTS J.
Fatigue crack initiation and facet formation in Ti-6Al-4V wires. Thèse de doctorat, KU LEUVEN, 2017.
- [EVE 17b] EVERAERTS J., GONTCHAROV D., VERLINDEN B., WEVERS M.
The influence of load holds on the fatigue behaviour of drawn Ti-6Al-4V wires. *International Journal of Fatigue*, vol. 98, 2017, p. 203–211.

- [FAN 01] FAN J., MCDOWELL D. L., HORSTEMEYER M. F., GALL K.
 Computational micromechanics analysis of cyclic crack-tip behavior for microstructurally small cracks in dual-phase Al–Si alloys. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 68, n° 15, 2001, p. 1687–1706.
- [FER 05] FERRIÉ E., BUFFIÈRE J. Y., LUDWIG W.
 3D characterisation of the nucleation of a short fatigue crack at a pore in a cast Al alloy using high resolution synchrotron microtomography. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 10, 2005, p. 1215–1220.
- [FER 06a] FERRIÉ E.
 Caractérisation et modélisation tridimensionnelles de la propagation de fissures de fatigue dans les alliages d'aluminium modèles. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2006.
- [FER 06b] FERRIÉ E., BUFFIÈRE J.-Y., LUDWIG W., GRAVOUIL A., EDWARDS L.
 Fatigue crack propagation : In situ visualization using X-ray microtomography and 3D simulation using the extended finite element method. *Acta Materialia*, vol. 54, n° 4, 2006, p. 1111–1122.
- [FIT 88] FITZPATRICK G. A., BROUGHTON T.
 Diffusion Bonding Aero engine Components. *Def Sci J*, vol. 38, 1988, p. 477–486.
- [FRA 14] FRAZIER W. E.
 Metal Additive Manufacturing : A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 23, n° 6, 2014, p. 1917–1928.
- [FUR 14] FURUYA Y., TAKEUCHI E.
 Gigacycle fatigue properties of Ti–6Al–4V alloy under tensile mean stress. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 598, 2014, p. 135–140.
- [GAL 99] GALL K., YANG N., HORSTEMEYER M., MCDOWELL D. L., FAN J.
 The debonding and fracture of Si particles during the fatigue of a cast Al–Si alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, n° 12, 1999, p. 3079–3088.
- [GAO 84] GAO S. J., SIMMONS G. W., WEI R. P.
 Fatigue crack growth surface reactions for titanium alloys exposed to water vapor. *Materials Science and Engineering*, vol. 62, n° 1, 1984, p. 65–78.
- [GIL 93] GILBERT J. L., PIEHLER H. R.
 On the nature and crystallographic orientation of subsurface cracks in high cycle fatigue of Ti–6Al–4V. *Metallurgical Transactions A*, vol. 24, n° 3, 1993, p. 669–680.
- [GON 13] GONG H.
 Generation and detection of defects in metallic parts fabricated by selective laser melting and electron beam melting and their effects on mechanical properties. Thèse de doctorat, University of Louisville, 2013.
- [GRA 17] GRAD P., KERSCHER E.
 Reason for the transition of fatigue crack initiation site from surface to subsurface inclusions in high-strength steels. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 40, n° 11, 2017, p. 1718–1730.

- [GUL 09] GULERYUZ H., CIMENOGLU H.
Oxidation of Ti-6Al-4V alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 472, n° 1, 2009, p. 241–246.
- [HAN 02] HAN S.-W., KUMAI S., SATO A.
Effects of solidification structure on short fatigue crack growth in Al-7%Si-0.4%Mg alloy castings. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 332, n° 1, 2002, p. 56–63.
- [HAS 18] HASSANIPOUR M., WATANABE S., HIRAYAMA K., TODA H., UESUGI K., TAKEUCHI A.
Short crack growth behavior and its transitional interaction with 3D microstructure in Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 738, 2018, p. 229–237.
- [HE 12] HE D., FU Z., WANG W., ZHANG J., MUNIR Z. A., LIU P.
Temperature-gradient joining of Ti-6Al-4V alloys by pulsed electric current sintering. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 535, n° Supplement C, 2012, p. 182–188.
- [HEI 13] HEINZ S., BALLE F., WAGNER G., EIFLER D.
Analysis of fatigue properties and failure mechanisms of Ti6Al4V in the very high cycle fatigue regime using ultrasonic technology and 3D laser scanning vibrometry. *Ultrasonics*, vol. 53, n° 8, 2013, p. 1433–1440.
- [HEI 16] HEINZ S., EIFLER D.
Crack initiation mechanisms of Ti6Al4V in the very high cycle fatigue regime. *International Journal of Fatigue*, vol. 93, 2016, p. 301–308.
- [HEN 95] HENAFF G., MARCHAL K., PETIT J.
On fatigue crack propagation enhancement by a gaseous atmosphere : Experimental and theoretical aspects. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, n° 8, 1995, p. 2931–2942.
- [HER 11a] HERBIG M.
3D short fatigue crack investigation in beta titanium alloys using phase and diffraction contrast tomography. These de doctorat, Lyon, INSA, 2011.
- [HER 11b] HERBIG M., KING A., REISCHIG P., PROUDHON H., LAURIDSEN E. M., MARROW J., BUFFIÈRE J.-Y., LUDWIG W.
3-D growth of a short fatigue crack within a polycrystalline microstructure studied using combined diffraction and phase-contrast X-ray tomography. *Acta Materialia*, vol. 59, n° 2, 2011, p. 590–601.
- [HOL 07] HOLZAPFEL C., SCHÄF W., MARX M., VEHOFF H., MÜCKLICH F.
Interaction of cracks with precipitates and grain boundaries : Understanding crack growth mechanisms through focused ion beam tomography. *Scripta Materialia*, vol. 56, n° 8, 2007, p. 697–700.
- [HON 17] HONG Y., SUN C.
The nature and the mechanism of crack initiation and early growth for very-high-cycle fatigue of metallic materials – An overview. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 92, 2017, p. 331–350.
- [Hé 07] HÉNAFF G., ODEMER G., TONNEAU-MOREL A.
Environmentally-assisted fatigue crack growth mechanisms in advanced materials for aerospace applications. *International Journal of Fatigue*, vol. 29, n° 9, 2007, p. 1927–1940.

- [IKE 17] IKEDA T., UMETANI T., KAI N., ENDO M., MATSUO T., OGI K.
 Influence of internal shrinkage cavities on High Cycle Fatigue strength of spheroidal graphite cast iron. *Journal of Japan Foundry Engineering Society*, vol. 89, n° 9, 2017, p. 570–576.
- [IRV 74] IRVING P. E., BEEVERS C. J.
 The effect of air and vacuum environments on fatigue crack growth rates in Ti-6Al-4V. *Metallurgical Transactions*, vol. 5, n° 2, 1974, p. 391–398.
- [JAN 10] JANA S., MISHRA R. S., BAUMANN J. B., GRANT G.
 Effect of friction stir processing on fatigue behavior of an investment cast Al-7Si-0.6 Mg alloy. *Acta Materialia*, vol. 58, n° 3, 2010, p. 989–1003.
- [JOH 08] JOHNSON G., KING A., HONNICKE M. G., MARROW J., LUDWIG W.
 X-ray diffraction contrast tomography : a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals. II. The combined case. *Journal of Applied Crystallography*, vol. 41, n° 2, 2008, p. 310–318.
- [JON 81] JONES I. P., HUTCHINSON W. B.
 Stress-state dependence of slip in Titanium-6Al-4V and other H.C.P. metals. *Acta Metallurgica*, vol. 29, n° 6, 1981, p. 951–968.
- [KAM 08a] KAMAYA M.
 Growth evaluation of multiple interacting surface cracks. Part I : Experiments and simulation of coalesced crack. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, n° 6, 2008, p. 1336–1349.
- [KAM 08b] KAMAYA M.
 Growth evaluation of multiple interacting surface cracks. Part II : Growth evaluation of parallel cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 75, n° 6, 2008, p. 1350–1366.
- [KIK 65] KIKUKAWA M., OHJI K., OGURA K.
 Push-Pull Fatigue Strength of Mild Steel at Very High Frequencies of Stress Up to 100 kc/s. *Journal of Basic Engineering*, vol. 87, n° 4, 1965, p. 857–864.
- [KIN 11] KING A., LUDWIG W., HERBIG M., BUFFIÈRE J. Y., KHAN A. A., STEVENS N., MARROW T. J.
 Three-dimensional in situ observations of short fatigue crack growth in magnesium. *Acta Materialia*, vol. 59, n° 17, 2011, p. 6761–6771.
- [KIT 76] KITAGAWA H.
 Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. *Proc. of 2nd ICM, Cleveland, 1976*, , 1976, p. 627–631.
- [KLI 13] KLINGER C., BETTGE D.
 Axle fracture of an ICE3 high speed train. *Engineering Failure Analysis*, vol. 35, 2013, p. 66–81.
- [KRU 07] KRUPP U.
Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys : Microstructural Aspects and Modelling Concepts. John Wiley & Sons, 2007.
- [KUM 09] KUMAR A., TORBET C. J., JONES J. W., POLLOCK T. M.
 Nonlinear ultrasonics for in situ damage detection during high frequency fatigue. *Journal of Applied Physics*, vol. 106, n° 2, 2009, page 024904.

- [LAC 13] LACHAMBRE J., WECK A., RÉTHORÉ J., BUFFIÈRE J.-Y., ADRIEN J.
3D Analysis of a Fatigue Crack in Cast Iron Using Digital Volume Correlation of X-ray Tomographic Images. JIN H., SCIAMMARELLA C., FURLONG C., YOSHIDA S., Eds., *Imaging Methods for Novel Materials and Challenging Applications, Volume 3*, Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series, New York, NY, 2013 Springer, p. 203–209.
- [LAC 14] LACHAMBRE J.
Développement d'une méthode de caractérisation 3D des fissures de fatigue à l'aide de la corrélation d'images numériques obtenues par tomographie X. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2014.
- [LAC 15] LACHAMBRE J., RÉTHORÉ J., WECK A., BUFFIÈRE J.-Y.
Extraction of stress intensity factors for 3D small fatigue cracks using digital volume correlation and X-ray tomography. *International Journal of Fatigue*, vol. 71, 2015, p. 3–10.
- [LAD 06] LADOS D. A., APELIAN D., DONALD J. K.
Fatigue crack growth mechanisms at the microstructure scale in Al–Si–Mg cast alloys : Mechanisms in the near-threshold regime. *Acta Materialia*, vol. 54, n° 6, 2006, p. 1475–1486.
- [LAN 85] LANKFORD J.
The Influence of Microstructure on the Growth of Small Fatigue Cracks. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 8, n° 2, 1985, p. 161–175.
- [LAV 20] LAVOGIEZ C., HÉMERY S., VILLECHAISE P.
Analysis of deformation mechanisms operating under fatigue and dwell-fatigue loadings in an α/β titanium alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 131, n° 105341, 2020.
- [LEE 89] LEE T. C., ROBERTSON I. M., BIRNBAUM H. K.
Prediction of slip transfer mechanisms across grain boundaries. *Scripta Metallurgica*, vol. 23, n° 5, 1989, p. 799–803.
- [LEE 05] LEE E. U., VASUDEVAN A. K., SADANANDA K.
Effects of various environments on fatigue crack growth in Laser formed and IM Ti–6Al–4V alloys. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 10, 2005, p. 1597–1607.
- [LEE 12] LEE H. S.
10 - Diffusion bonding of metal alloys in aerospace and other applications. CHATURVEDI M. C., Ed., *Welding and Joining of Aerospace Materials*, Woodhead Publishing Series in Welding and Other Joining Technologies, p. 320–344 Woodhead Publishing, 2012.
- [LEF 09] LEFRANC P., SARRAZIN-BAUDOIX C., DOQUET V., PETIT J.
Investigation of the dwell period's influence on the fatigue crack growth of a titanium alloy. *Scripta Materialia*, vol. 60, n° 5, 2009, p. 281–284.
- [LEH 02] LE HARZIC R., HUOT N., AUDOUARD E., JONIN C., LAPORTE P., VALETTE S., FRACZKIEWICZ A., FORTUNIER R.
Comparison of heat-affected zones due to nanosecond and femtosecond laser pulses using transmission electronic microscopy. *Applied Physics Letters*, vol. 80, n° 21, 2002, p. 3886–3888. Publisher : American Institute of Physics.
- [LI 17] LI W., ZHAO H., NEHILA A., ZHANG Z., SAKAI T.
Very high cycle fatigue of TC4 titanium alloy under variable stress ratio : Failure mechanism and life prediction. *International Journal of Fatigue*, vol. 104, 2017, p. 342–354.

- [LIU 15] LIU X., SUN C., HONG Y.
Effects of stress ratio on high-cycle and very-high-cycle fatigue behavior of a Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 622, 2015, p. 228–235.
- [LIU 16a] LIU X., CHENGQI S., YANTIAN Z., YOUSHI H.
Effects of microstructure and stress ratio on high-cycle and very-high-cycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy. *Acta Metallurgica Sinica*, vol. 52, n° 8, 2016, p. 923–930.
- [LIU 16b] LIU X., SUN C., HONG Y.
Faceted crack initiation characteristics for high-cycle and very-high-cycle fatigue of a titanium alloy under different stress ratios. *International Journal of Fatigue*, vol. 92, 2016, p. 434–441.
- [LIU 19] LIU S., SHIN Y. C.
Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy : A review. *Materials & Design*, vol. 164, 2019, page 107552.
- [LUD 00] LUDWIG W., BELLET D.
Penetration of liquid gallium into the grain boundaries of aluminium : a synchrotron radiation microtomographic investigation. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 281, n° 1, 2000, p. 198–203.
- [LUD 03] LUDWIG W., BUFFIÈRE J.-Y., SAVELLI S., CLOETENS P.
Study of the interaction of a short fatigue crack with grain boundaries in a cast Al alloy using X-ray microtomography. *Acta Materialia*, vol. 51, n° 3, 2003, p. 585–598.
- [LUD 08] LUDWIG W., SCHMIDT S., LAURIDSEN E. M., POULSEN H. F.
X-ray diffraction contrast tomography : a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals. I. Direct beam case. *Journal of Applied Crystallography*, vol. 41, n° 2, 2008, p. 302–309.
- [LUD 09] LUDWIG W., REISCHIG P., KING A., HERBIG M., LAURIDSEN E. M., JOHNSON G., MARROW T. J., BUFFIÈRE J. Y.
Three-dimensional grain mapping by x-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis. *Review of Scientific Instruments*, vol. 80, n° 3, 2009, page 033905.
- [LUS 95] LUSTER J., MORRIS M. A.
Compatibility of deformation in two-phase Ti-Al alloys : Dependence on microstructure and orientation relationships. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 26A, 1995, p. 1745–1756.
- [LYN 88] LYNCH S. P.
Environmentally assisted cracking : Overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process. *Acta Metallurgica*, vol. 36, n° 10, 1988, p. 2639–2661.
- [Lü 07] LÜTJERING G., WILLIAMS J. C.
Titanium. Springer Science & Business Media, 2007.
- [MAY 13] MAYER H., SCHULLER R., FITZKA M.
Fatigue of 2024-T351 aluminium alloy at different load ratios up to 1010 cycles. *International Journal of Fatigue*, vol. 57, 2013, p. 113–119.

- [MCC 99] McCLUNG R. C., LAWLESS B. H., GORELIK M., DATE C., GILL Y., PIASCIK R. S. Fatigue Crack Growth of Titanium Rotor Alloys in Vacuum and Air. *Fatigue Behavior of Titanium Alloys*, Warrendale, 1999 R.R. Boyer, D. Eylon, and G. Lütjering, eds., p. 211–218.
- [MCE 08] McEVILY A. J., NAKAMURA T., OGUMA H., YAMASHITA K., MATSUNAGA H., ENDO M.
On the mechanism of very high cycle fatigue in Ti–6Al–4V. *Scripta Materialia*, vol. 59, n° 11, 2008, p. 1207–1209.
- [MES 20] MESSENGER A.
Étude de l’amorçage et de la propagation de fissures de fatigue internes courtes en régime gigacyclique dans un alliage d’aluminium de fonderie. Thèse de doctorat, Bordeaux, ENSAM, 2020.
- [MIL 82] MILLER K. J.
The Short Crack Problem. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 5, n° 3, 1982, p. 223–232.
- [MIL 93] MILLER K. J.
Materials science perspective of metal fatigue resistance. *Materials Science and Technology*, vol. 9, n° 6, 1993, p. 453–462.
- [MUG 02] MUGHRABI H.
On ‘multi-stage’ fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 25, n° 8-9, 2002, p. 755–764.
- [MUN 06] MUNIR Z. A., ANSEMI-TAMBURINI U., OHYANAGI M.
The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials : A review of the spark plasma sintering method. *Journal of Materials Science*, vol. 41, n° 3, 2006, p. 763–777.
- [MUR 89] MURAKAMI Y., KODAMA S., KONUMA S.
Quantitative evaluation of effects of non-metallic inclusions on fatigue strength of high strength steels. I : Basic fatigue mechanism and evaluation of correlation between the fatigue fracture stress and the size and location of non-metallic inclusions. *International Journal of Fatigue*, vol. 11, n° 5, 1989, p. 291–298.
- [MUR 02] MURAKAMI Y.
Metal Fatigue : Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions. Elsevier, 2002.
- [NAD 04] NADOT Y., MENDEZ J., RANGANATHAN N.
Influence of casting defects on the fatigue limit of nodular cast iron. *International Journal of Fatigue*, vol. 26, n° 3, 2004, p. 311–319.
- [NAI 15] NAI S. M. L., SARANGAPANI M., YEUNG J.
Solid State Microjoining Processes in Manufacturing. NEE A. Y. C., Ed., *Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*, p. 641–683 Springer, London, 2015.
- [NAR 17] NARAGANI D., SANGID M. D., SHADE P. A., SCHUREN J. C., SHARMA H., PARK J.-S., KENESEI P., BERNIER J. V., TURNER T. J., PARR I.
Investigation of fatigue crack initiation from a non-metallic inclusion via high energy x-ray diffraction microscopy. *Acta Materialia*, vol. 137, 2017, p. 71–84.

- [NEA 76] NEAL D. F., BLENKINSOP P. A.
Internal fatigue origins in alpha-beta titanium alloys. *Acta Metallurgica*, vol. 24, n° 1, 1976, p. 59–63.
- [NIC 02] NICHOLAS T.
Step loading for very high cycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 25, n° 8-9, 2002, p. 861–869.
- [OGU 13] OGUMA H., NAKAMURA T.
Fatigue crack propagation properties of Ti–6Al–4V in vacuum environments. *International Journal of Fatigue*, vol. 50, 2013, p. 89–93.
- [PAD 87] PADKIN A. J., BRERETON M. F., PLUMBRIDGE W. J.
Fatigue crack growth in two-phase alloys. *Materials Science and Technology*, vol. 3, n° 3, 1987, p. 217–223.
- [PAN 18] PANWAR S., ADAMS J. F., ALLISON J. E., JONES J. W., SUNDARARAGHAVAN V.
A grain boundary interaction model for microstructurally short fatigue cracks. *International Journal of Fatigue*, vol. 113, 2018, p. 401–406.
- [PAR 61] PARIS P. C., GOMEZ M., ANDERSON W. E.
A rational analytic theory of fatigue. *The Trend in Engineering*, vol. 13, 1961, page 9.
- [PAR 95] PARTRIDGE P. G., WISBEY A.
Joining advanced materials by diffusion bonding. FLOWER H. M., Ed., *High Performance Materials in Aerospace*, p. 283–317 Springer Netherlands, Dordrecht, 1995.
- [PER 19a] PERSENOT T., BURR A., MARTIN G., BUFFIERE J.-Y., DENDIEVEL R., MAIRE E.
Effect of build orientation on the fatigue properties of as-built Electron Beam Melted Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 118, 2019, p. 65–76.
- [PER 19b] PERSENOT T., BURR A., PLANCHER E., BUFFIÈRE J.-Y., DENDIEVEL R., MARTIN G.
Effect of ultrasonic shot peening on the surface defects of thin struts built by electron beam melting : Consequences on fatigue resistance. *Additive Manufacturing*, vol. 28, 2019, p. 821–830.
- [PER 20] PERSENOT T., BURR A., DENDIEVEL R., BUFFIÈRE J.-Y., MAIRE E., LACHAMBRE J., MARTIN G.
Fatigue performances of chemically etched thin struts built by selective electron beam melting : Experiments and predictions. *Materialia*, vol. 9, 2020, page 100589.
- [PET 84] PETERS M., GYSLER A., LÜTJERING G.
Influence of texture on fatigue properties of Ti-6Al-4V. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 15, n° 8, 1984, p. 1597–1605.
- [PET 91] PETIT J., HENAFF G.
Stage II intrinsic fatigue crack propagation. *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 25, n° 12, 1991, p. 2683–2687.
- [PET 99] PETIT J.
Influence of environment on small fatigue crack growth. *Small fatigue cracks : mechanics and mechanisms*, vol. 167, 1999.

- [PET 00] PETIT J., HENAFF G., SARRAZIN-BAUDOUX C.
Mechanisms and Modeling of Near-Threshold Fatigue Crack Propagation. *Fatigue Crack Growth Thresholds, Endurance Limits, and Design*, , 2000. Publisher : ASTM International.
- [PET 06] PETIT J., SARRAZIN-BAUDOUX C.
An overview on the influence of the atmosphere environment on ultra-high-cycle fatigue and ultra-slow fatigue crack propagation. *International Journal of Fatigue*, vol. 28, n° 11, 2006, p. 1471–1478.
- [PET 10] PETIT J., SARRAZIN-BAUDOUX C.
Some critical aspects of low rate fatigue crack propagation in metallic materials. *International Journal of Fatigue*, vol. 32, n° 6, 2010, p. 962–970.
- [PHU 15] PHUNG N. L., FAVIER V., RANC N.
Evaluating Schmid criterion for predicting preferential locations of persistent slip markings obtained after very high cycle fatigue for polycrystalline pure copper. *International Journal of Fatigue*, vol. 77, 2015, p. 115–127.
- [PIL 09] PILCHAK A. L., BHATTACHARJEE A., ROSENBERGER A. H., WILLIAMS J. C.
Low ΔK faceted crack growth in titanium alloys. *International Journal of Fatigue*, vol. 31, n° 5, 2009, p. 989–994.
- [PIL 11] PILCHAK A. L., WILLIAMS J. C.
Observations of Facet Formation in Near- α Titanium and Comments on the Role of Hydrogen. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 42, n° 4, 2011, p. 1000–1027.
- [PIL 13] PILCHAK A. L.
Fatigue crack growth rates in alpha titanium : Faceted vs. striation growth. *Scripta Materialia*, vol. 68, n° 5, 2013, p. 277–280.
- [PIN 15] PINEAU A.
Crossing grain boundaries in metals by slip bands, cleavage and fatigue cracks. *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 373, n° 2038, 2015.
- [PIP 17] PIPPAN R., HOHENWARTER A.
Fatigue crack closure : a review of the physical phenomena. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 40, n° 4, 2017, p. 471–495.
- [POK 05] POKLUDA J., PIPPAN R.
Can pure mode III fatigue loading contribute to crack propagation in metallic materials? *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 28, n° 1-2, 2005, p. 179–185.
_eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1460-2695.2004.00843.x>.
- [POK 08] POKLUDA J., TRATTNIG G., MARTINSCHITZ C., PIPPAN R.
Straightforward comparison of fatigue crack growth under modes II and III. *International Journal of Fatigue*, vol. 30, n° 8, 2008, p. 1498–1506.
- [PRA 13] PRASAD REDDY G. V., ROBERTSON C., DÉPRÉS C., FIVEL M.
Effect of grain disorientation on early fatigue crack propagation in face-centred-cubic polycrystals : A three-dimensional dislocation dynamics investigation. *Acta Materialia*, vol. 61, n° 14, 2013, p. 5300–5310.

- [PRO 17] PROUDHON H., LI J., LUDWIG W., ROOS A., FOREST S.
Simulation of Short Fatigue Crack Propagation in a 3D Experimental Microstructure. *Advanced Engineering Materials*, vol. 19, n° 8, 2017, page 1600721.
- [RAN 08] RANC N., WAGNER D., PARIS P. C.
Study of thermal effects associated with crack propagation during very high cycle fatigue tests. *Acta Materialia*, vol. 56, n° 15, 2008, p. 4012–4021.
- [RIT 86] RITCHIE R. O., LANKFORD J.
Small fatigue cracks : A statement of the problem and potential solutions. *Materials Science and Engineering*, vol. 84, 1986, p. 11–16.
- [RIT 99] RITCHIE, DAVIDSON, BOYCE, CAMPBELL, RODER
High-cycle fatigue of Ti-6Al-4V : High-cycle fatigue of Ti-6Al-4V. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 22, n° 7, 1999, p. 621–631.
- [ROB 69] ROBINSON J. L., WARREN M. R., BEEVERS C. J.
The influence of internal defects on the fatigue behaviour of α -titanium. *Journal of the Less Common Metals*, vol. 19, n° 2, 1969, p. 73–82.
- [ROV 18] ROVINELLI A., SANGID M. D., PROUDHON H., GUILHEM Y., LEBENSOHN R. A., LUDWIG W.
Predicting the 3D fatigue crack growth rate of small cracks using multimodal data via Bayesian networks : In-situ experiments and crystal plasticity simulations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 115, 2018, p. 208–229.
- [SAN 20] SANTOS L. M. S., CAPELA C., ANTUNES F. V., FERREIRA J. A. M., COSTA J. D., BRANCO R.
A Novel Specimen Geometry for Fatigue Crack Growth in Vacuum. ALMEIDA H. A., VASCO J. C., Eds., *Progress in Digital and Physical Manufacturing*, Lecture Notes in Mechanical Engineering, Cham, 2020 Springer International Publishing, p. 213–218.
- [SAR 97] SARRAZIN-BAUDOIX C., LESTERLIN S., PETIT J.
Atmospheric Influence on Fatigue Crack Propagation in Titanium Alloys at Elevated Temperature. *Elevated Temperature Effects on Fatigue and Fracture*, , 1997, p. 117–139. ASTM International.
- [SCH 35] SCHMID E., BOAS W.
Kristallplastizität : Mit Besonderer Berücksichtigung der Metalle. Springer-Verlag, 1935.
- [SCH 78] SCHIJVE J.
Internal fatigue cracks are growing in vacuum. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 10, n° 2, 1978, p. 359–370.
- [SCH 09] SCHIJVE J.
Fatigue of Structures and Materials. Springer, Dordrecht, 2nd edition édition, 2009.
- [SCH 11] SCHAEF W., MARX M., VEHOFF H., HECKL A., RANDELZHOFFER P.
A 3-D view on the mechanisms of short fatigue cracks interacting with grain boundaries. *Acta Materialia*, vol. 59, n° 5, 2011, p. 1849–1861.
- [SCH 12] SCHAEF W., MARX M.
A numerical description of short fatigue cracks interacting with grain boundaries. *Acta Materialia*, vol. 60, n° 5, 2012, p. 2425–2436.

- [sch01] Fatigue Crack Growth. Analysis and Prediction. SCHIJVE J., Ed., *Fatigue of Structures and Materials*, p. 174–214 Springer Netherlands, Dordrecht, springer netherlands édition, 2001.
- [SER 14] SERRANO MUNOZ I.
Influence of casting defects on the fatigue behaviour of an A357-T6 aerospace alloy. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2014.
- [SER 16] SERRANO-MUNOZ I., BUFFIERE J. Y., VERDU C., GAILLARD Y., MU P., NADOT Y.
Influence of surface and internal casting defects on the fatigue behaviour of A357-T6 cast aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*, vol. 82, 2016, p. 361–370.
- [SER 17] SERRANO-MUNOZ I., BUFFIERE J.-Y., MOKSO R., VERDU C., NADOT Y.
Location, location & size : defects close to surfaces dominate fatigue crack initiation. *Scientific Reports*, vol. 7, 2017.
- [SER 18] SERRANO-MUNOZ I., BUFFIERE J. Y., VERDU C.
Casting defects in structural components : Are they all dangerous ? A 3D study. *International Journal of Fatigue*, vol. 117, 2018, p. 471–484.
- [SER 20] SERRANO-MUNOZ I., DANCETTE S., VERDU C., BUFFIERE J.-Y.
Influence of Pore Size and Crystallography on the Small Crack HCF Behavior of an A357-T6 Cast Aluminum Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, n° 3, 2020, p. 1416–1427.
- [SIB 20] SIBISI P. N., POPOOLA A. P. I., ARTHUR N. K. K., PITYANA S. L.
Review on direct metal laser deposition manufacturing technology for the Ti-6Al-4V alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 107, n° 3, 2020, p. 1163–1178.
- [SIN 04] SINHA V., MILLS M. J., WILLIAMS J. C.
Understanding the contributions of normal-fatigue and static loading to the dwell fatigue in a near-alpha titanium alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, n° 10, 2004, p. 3141–3148.
- [SIN 06] SINHA V., MILLS M. J., WILLIAMS J. C.
Crystallography of fracture facets in a near-alpha titanium alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37, n° 6, 2006, p. 2015–2026.
- [SIN 12] SINHA V., LARSEN J. M.
Vacuum Levels Needed to Simulate Internal Fatigue Crack Growth in Titanium Alloys and Nickel-Base Superalloys : Thermodynamic Considerations. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, n° 10, 2012, p. 3433–3441.
- [SIN 18] SINHA V., SCHWARZ R. B., MILLS M. J., WILLIAMS J. C.
Effects of hydrogen on fatigue behavior of near-alpha titanium alloys. *Scripta Materialia*, vol. 153, 2018, p. 81–85.
- [SOM 83] SOMMER A. W., EYLON D.
On fatigue crack propagation of titanium alloys under dwell time conditions. *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, n° 10, 1983, p. 2178–2181.

- [STE 76] STEELE R. K., MCEVILY A. J.
The high-cycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 8, n° 1, 1976, p. 31–37.
- [STO 19] STOCK S. R.
MicroComputed Tomography : Methodology and Applications, Second Edition. CRC Press, 2019.
- [STR 57] STROH A. N.
A theory of the fracture of metals. *Advances in Physics*, vol. 6, n° 24, 1957, p. 418–465.
- [STU 78] STUBBINGTON C. A., PEARSON S.
Effect of dwell on the growth of fatigue cracks in Ti-6Al-4V alloy bar. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 10, n° 4, 1978, p. 723–756.
- [SU 17] SU H., LIU X., SUN C., HONG Y.
Nanograin layer formation at crack initiation region for very-high-cycle fatigue of a Ti-6Al-4V alloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 40, n° 6, 2017, p. 979–993.
- [SUG 89] SUGANO M., KANNO S., SATAKE T.
Fatigue behavior of titanium in vacuum. *Acta Metallurgica*, vol. 37, n° 7, 1989, p. 1811–1820.
- [SUG 14] SUGIOKA K., CHENG Y.
Ultrafast lasers—reliable tools for advanced materials processing. *Light : Science & Applications*, vol. 3, n° 4, 2014, p. e149–e149.
- [TAD 00] TADA H., PARIS P. C., IRWIN G. R.
The Stress Analysis of Cracks Handbook, Third Edition. ASME Press, 2000.
- [TAK 08] TAKEUCHI E., FURUYA Y., NAGASHIMA N., MATSUOKA S.
The effect of frequency on the giga-cycle fatigue properties of a Ti-6Al-4V alloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 31, n° 7, 2008, p. 599–605.
- [TUP 05] TUPPEN S. J., BACHE M. R., VOICE W. E.
A fatigue assessment of dissimilar titanium alloy diffusion bonds. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 6, 2005, p. 651–658.
- [TYM 16] TYMPEL P.
Mechanics and micro-mechanisms of LCF and dwell fatigue in Ti-6Al-4V. Thèse de doctorat, University of London, Imperial College, 2016.
- [UTA 09] UTA E., GEY N., BOCHER P., HUMBERT M., GILGERT J.
Texture heterogeneities in α_p/α_s titanium forging analysed by EBSD-Relation to fatigue crack propagation. *Journal of Microscopy*, vol. 233, n° 3, 2009, p. 451–459.
- [VAS 05] VASUDEVAN A. K., SADANANDA K., HOLTZ R. L.
Analysis of vacuum fatigue crack growth results and its implications. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 10, 2005, p. 1519–1529.
- [VIG 14] VIGANÒ N., LUDWIG W., BATENBURG K. J.
Reconstruction of local orientation in grains using a discrete representation of orientation space. *Journal of Applied Crystallography*, vol. 47, n° 6, 2014, p. 1826–1840.

- [VIG 16] VIGANÒ N., TANGUY A., HALLAIS S., DIMANOV A., BORNERT M., BATENBURG K. J., LUDWIG W.
Three-dimensional full-field X-ray orientation microscopy. *Scientific Reports*, vol. 6, n° 1, 2016, p. 1–9.
- [WAN 76] WANHILL R. J. H.
Environmental fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V sheet. *Metallurgical Transactions A*, vol. 7, n° 9, 1976, p. 1365–1373.
- [WAN 01] WANG Q. G., APELIAN D., LADOS D. A.
Fatigue behavior of A356/357 aluminum cast alloys. Part II – Effect of microstructural constituents. *Journal of Light Metals*, vol. 1, n° 1, 2001, p. 85–97.
- [WEC 07] WECK A., CRAWFORD T., BOROWIEC A., WILKINSON D., PRESTON J.
Femtosecond laser-based fabrication of a new model material to study fracture. *Applied Physics A*, vol. 86, n° 1, 2007, p. 55–61.
- [WEC 08] WECK A., WILKINSON D. S., MAIRE E., TODA H.
Visualization by X-ray tomography of void growth and coalescence leading to fracture in model materials. *Acta Materialia*, vol. 56, n° 12, 2008, p. 2919–2928.
- [WEI 81] WEI R. P., SIMMONS G. W.
Recent progress in understanding environment assisted fatigue crack growth. *International Journal of Fracture*, vol. 17, n° 2, 1981, p. 235–247.
- [WEI 14] WEI L., PAN Q., HUANG H., FENG L., WANG Y.
Influence of grain structure and crystallographic orientation on fatigue crack propagation behavior of 7050 alloy thick plate. *International Journal of Fatigue*, vol. 66, 2014, p. 55–64.
- [WEL 93] WELSCH G., BOYER R., COLLINGS E. W.
Materials Properties Handbook : Titanium Alloys. ASM International, 1993.
- [WEN 12] WEN W., ZHAI T.
Quantification of Resistance of Grain Boundaries to Short-Fatigue Crack Growth in Three Dimensions in High-Strength Al Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, n° 8, 2012, p. 2743–2752.
- [WIL 01] WILKINSON A. J.
Modelling the effects of texture on the statistics of stage I fatigue crack growth. *Philosophical Magazine A*, vol. 81, n° 4, 2001, p. 841–855.
- [WIL 02] WILLIAMS J. C., BAGGERLY R. G., PATON N. E.
Deformation behavior of HCP Ti-Al alloy single crystals. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, n° 3, 2002, p. 837–850.
- [WIL 19a] WILLMOTT P.
An Introduction to Synchrotron Radiation : Techniques and Applications. John Wiley & Sons, 2nd edition édition, 2019.
- [WIL 19b] WILSON D., WAN W., DUNNE F. P. E.
Microstructurally-sensitive fatigue crack growth in HCP, BCC and FCC polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 126, 2019, p. 204–225.

- [YOS 16a] YOSHINAKA F., NAKAMURA T., NAKAYAMA S., SHIOZAWA D., NAKAI Y., UESUGI K.
 Non-destructive observation of internal fatigue crack growth in Ti-6Al-4V by using synchrotron radiation μ CT imaging. *International Journal of Fatigue*, vol. 93, n° Part 2, 2016, p. 397–405.
- [YOS 16b] YOSHINAKA F., NAKAMURA T., TAKAKU K.
 Effects of vacuum environment on small fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue*, vol. 91, 2016, p. 29–38.
- [YOS 19] YOSHINAKA F., NAKAMURA T., TAKEUCHI A., UESUGI M., UESUGI K.
 Initiation and growth behaviour of small internal fatigue cracks in Ti-6Al-4V via synchrotron radiation microcomputed tomography. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 0, n° 0, 2019, p. 1–13.
- [ZAR 70] ZARKADES A., LARSON F. R.
 Elasticity of titanium sheet alloys. JAFFEE R. I., PROMISEL N. E., Eds., *The Science, Technology and Application of Titanium*, p. 933–941 Pergamon, 1970.
- [ZEN 14] ZENG L., SAKAMOTO J., FUJII A., NOGUCHI H.
 Role of eutectic silicon particles in fatigue crack initiation and propagation and fatigue strength characteristics of cast aluminum alloy A356. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 115, 2014, p. 1–12.
- [ZHA 92] ZHANG Y. H., EDWARDS L.
 The effect of grain boundaries on the development of plastic deformation ahead of small fatigue cracks. *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 26, n° 12, 1992, p. 1901–1906.
- [ZHA 94] ZHANG Y. H., EDWARDS L.
 On the blocking effect of grain boundaries on small crystallographic fatigue crack growth. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 188, n° 1-2, 1994, p. 121–132.
- [ZHA 00] ZHAI T., WILKINSON A. J., MARTIN J. W.
 A crystallographic mechanism for fatigue crack propagation through grain boundaries. *Acta Materialia*, vol. 48, n° 20, 2000, p. 4917–4927.
- [ZHA 05] ZHAI T., JIANG X. P., LI J. X., GARRATT M. D., BRAY G. H.
 The grain boundary geometry for optimum resistance to growth of short fatigue cracks in high strength Al-alloys. *International Journal of Fatigue*, vol. 27, n° 10, 2005, p. 1202–1209.
- [ZHA 16] ZHAO K., LIU Y., HUANG L., LIU B., HE Y.
 Diffusion bonding of Ti-45Al-7Nb-0.3W alloy by spark plasma sintering. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 230, n° Supplement C, 2016, p. 272–279.
- [ZHU 99] ZHU X., VILLENEUVE D. M., NAUMOV A. Y., NIKUMB S., CORKUM P. B.
 Experimental study of drilling sub-10 μ m holes in thin metal foils with femtosecond laser pulses. *Applied Surface Science*, vol. 152, n° 3, 1999, p. 138–148.
- [ZHU 06] ZHU X., SHYAM A., JONES J. W., MAYER H., LASECKI J. V., ALLISON J. E.
 Effects of microstructure and temperature on fatigue behavior of E319-T7 cast aluminum alloy in very long life cycles. *International Journal of Fatigue*, vol. 28, n° 11, 2006, p. 1566–1571.

[ZUO 08] ZUO J. H., WANG Z. G., HAN E. H.

Effect of microstructure on ultra-high cycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 473, n° 1, 2008, p. 147–152.



FOLIO ADMINISTRATIF

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

NOM : JUNET

DATE de SOUTENANCE : 11 janvier 2021

Prénoms : Arnaud

TITRE : Etude tridimensionnelle de la propagation en fatigue de fissures internes dans les matériaux métalliques

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2021LYSEI006

Ecole doctorale : ED 34 Matériaux de Lyon

Spécialité : Matériaux

RESUME :

La fatigue est le principal phénomène causant la rupture de structures mécaniques. Pour les très grandes durées de vie, l'amorçage des fissures menant à la rupture des pièces en service passe de la surface au volume. Du fait des difficultés expérimentales, la propagation des fissures internes n'a que très peu été étudiée *in situ* et en 3D. Il est cependant crucial du point de vue du dimensionnement de connaître le comportement de telles fissures. Dans ces travaux, le suivi *in situ* de l'amorçage et de la propagation de fissures internes a été réalisé par tomographie aux rayons X (source synchrotron).

Premièrement, une méthode de fabrication d'éprouvettes a été élaborée pour permettre de visualiser de manière systématique, non destructive et en 3D la propagation à 20 Hz de fissures internes dans un alliage de titane (Ti-6Al-4V). Un défaut artificiel a pour cela été usiné à la surface d'une tôle laminée de ce matériau. Une seconde tôle, placée sur la première, a été soudée par diffusion au frittage flash, permettant ainsi de rendre le défaut volumique. Des essais de fatigue *in situ* ont permis de montrer le rôle crucial de l'environnement (*vide*) ainsi que, dans une moindre mesure, celui de la texture cristallographique sur les vitesses de propagation des fissures internes.

Deuxièmement, une machine de fatigue ultrasonique (fréquence de cyclage de 20 kHz) permettant de réaliser des essais *in situ* au synchrotron a été utilisée pour étudier la propagation 3D de fissures internes dans des éprouvettes d'alliage d'aluminium A357-T6 contenant un défaut interne artificiel. L'obtention préalable de la distribution 3D des grains par tomographie en contraste de diffraction (DCT) a permis d'étudier les mécanismes d'interaction entre la microstructure et le chemin de fissuration en 3D.

MOTS-CLÉS : Fissure de fatigue interne, Défaut artificiel, Fissure courte, Propagation, Tomographie aux rayons X *in situ*, 3D.

Laboratoire (s) de recherche : MATEIS – UMR 5510
INSA de Lyon
25 avenue Jean Capelle
69621 Villeurbanne CEDEX

Directeurs de thèse: BUFFIERE Jean-Yves (Professeur) et BOULNAT Xavier (Maître de Conférences)

Président de jury :

Composition du jury : FAVIER Véronique	(Professeur)
HENAFF Gilbert	(Professeur)
MOREL Franck	(Professeur)
BUFFIERE Jean-Yves	(Professeur)
BOULNAT Xavier	(Maître de Conférences)