



Open Archive Toulouse Archive Ouverte (OATAO)

OATAO is an open access repository that collects the work of Toulouse researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <http://oatao.univ-toulouse.fr/>
Eprints ID: 8023

To cite this document: Mabru, Catherine *Etats de surface - Matériaux de surface : Résistance à l'endommagement*. (2012) [HDR]

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository administrator: staff-oatao@inp-toulouse.fr



Mémoire
En vue de l'obtention de l'
Habilitation à Diriger des Recherches
Délivrée par l'Institut National Polytechnique de Toulouse (INP-Toulouse)

Présenté par
Catherine MABRU

Titre :
**Etats de surface – Matériaux de surface :
Résistance à l'endommagement**

Soutenue le 25 septembre 2012 devant le jury composé de :

C. SARRAZIN-BAUDOUX	Directrice de Recherche	Institut P' Poitiers	Rapporteur
R. FORTUNIER	Professeur	ENISE Saint Etienne	Rapporteur
T.C. LINDLEY	Professeur	Imperial College	Rapporteur
E. ANDRIEU	Professeur	ENSIACET	Examineur
J.-Y. GUEDOU	Docteur	SNECMA	Examineur
J. PETIT	Directeur de Recherche	Institut P' Poitiers	Examineur
A. PINEAU	Professeur	ENSMP	Examineur
F. REZAI-ARIA	Professeur	Mines Albi	Examineur

Unité de Recherche : Institut Clément Ader (EA 814)

Etablissement de Rattachement : Institut Supérieur de l'Aéronautique de l'Espace

A mon père

qui aurait sans aucun doute été très touché de
voir sa fille accéder à ce diplôme...

TABLE DES MATIERES

Remerciements	1
Avant-propos	3
INTRODUCTION.....	5
<u>PARTIE I : Génération de surface par usinage : influence sur le comportement en fatigue</u>	7
1. Introduction/Contexte	9
2. Problématique.....	9
2.1. Position du problème/ Intérêt	9
2.2. Etat de l'art	10
2.3 Conclusion – Démarche adoptée.....	10
3. Matériau et génération de surface.....	11
3.1. Matériau.....	11
3.2. Eprouvettes et génération de surface	12
3.3. Mesures de surface	14
4. Identification des paramètres de surface influents	14
4.1. Caractérisation des états de surface.....	14
4.2. Essais de fatigue	14
4.3. Conclusion.....	16
5. Modélisation de l'effet de la rugosité sur le comportement en fatigue	16
5.1. Etat de l'art	16
5.1.1. Paramètres de rugosité	16
5.1.2. La rugosité : concentration de contrainte et effet d'entaille.....	17
5.1.3. La rugosité : concentration de contrainte et mécanique de la rupture	18
5.1.4. La rugosité : des fissures.....	19
5.1.5. Théorie de la distance critique	19
5.1.6. Conclusion – Approche adoptée	20
5.2. Définition et calcul d'un K_t local	21
5.2.1. Choix d'un calcul par éléments finis.....	21
5.2.2. Définition de la surface « utile » : longueur critique et filtre.....	21
5.2.3. Calcul du K_t local par éléments finis.....	24
5.3. Prédiction de durée de vie en fatigue.....	25
5.3.1. Limite de fatigue.....	25
5.3.2. Durées de vie limitées	25
5.3.3. Synthèse	26
5.4. Résultats.....	27
5.4.1. Eprouvettes « laboratoire ».....	28
5.4.2. Eprouvettes « industrielles » - Validation.....	29
5.5. Conclusion.....	30
6. De la gamme d'usinage à la résistance en fatigue	30
6.1. Modélisation de la génération de surface	31
6.1.1. Modélisation SPH 2D.....	31

6.1.2. Coefficients de coupe	31
6.1.3. Modélisation de l'intersection outil/pièce	32
6.1.4. Efforts de coupe	32
6.1.5. Synthèse	33
6.2. Prédiction de la durée de vie en fatigue à partir des gammes d'usinage.....	34
6.2.1. Démarche.....	34
6.2.2. Validation du modèle numérique complet en application UGV.....	34
6.3. Vers l'optimisation de l'usinage grande vitesse par rapport à la durée de vie en fatigue	36
6.3.1. Prédiction des paramètres optimaux par rapport à la durée de vie en fatigue.	36
6.3.2. Validation expérimentale	38
6.4. Conclusion.....	39
7. Conclusion générale.....	40
Références.....	41

PARTIE II : Endommagement d'origine thermique d'un traitement de surface ... 47

1. Introduction/Contexte	49
2. Problématique étudiée.....	49
2.1. Contraintes liées à l'environnement spatial	49
2.2. Procédé d'oxydation anodique sur l'aluminium et ses alliages	50
2.3. Anomalies observées	53
2.4. Conclusion.....	54
3. Matériau et procédé d'anodisation noire utilisés.....	55
3.1. Généralités.....	55
3.2. L'anodisation	56
3.3. La coloration	57
3.4. Le colmatage	58
3.5. Conclusion.....	59
4. Détermination des propriétés thermomécaniques des films anodiques	60
4.1. Introduction	60
4.2. Module de Young.....	61
4.2.1. Technique expérimentale utilisée.....	61
4.2.2. Résultats.....	61
4.3. Coefficient de dilatation thermique.....	65
4.3.1. Technique expérimentale utilisée.....	65
4.3.2. Relations entre courbure de l'échantillon et contraintes dans le film	66
4.3.3. Relations entre température et contraintes dans le film	67
4.3.4. Coefficients de dilatation thermiques des films anodiques, non colorés, non colmatés	68
4.3.5. Coefficients de dilatation thermiques des films anodiques, colorés, non colmatés	69
4.3.6. Coefficients de dilatation thermiques des films anodiques, colorés, colmatés..	70
4.4. Contraintes internes.....	71
4.5. Contrainte à rupture	72
4.5.1. Méthode expérimentale	72
4.5.2. Résultats.....	73
4.6. Conclusion.....	74

5. Conditions de faïençage des films	74
5.1. Faïençage des films anodiques non colorés, non colmatés	74
5.2. Faïençage durant l'étape de coloration	76
5.3. Faïençage durant l'étape de colmatage	78
6. Vieillessement et écaillage des films anodiques	79
6.1. Effets de l'environnement spatial simulé sur l'adhérence.....	79
6.1.1. Caractérisation de l'adhérence.....	79
6.1.2. Environnement spatial simulé	81
6.1.3. Influence de l'atmosphère sur l'adhérence des films	81
6.1.4. Influence du nombre de cycles sur l'adhérence des films	84
6.1.5. Influence de l'amplitude de température sur l'adhérence des films.....	85
6.1.6. Dissociation des effets des parties chaudes et froides des cycles de température	86
6.1.7. Influence de la porosité initiale sur l'adhérence des films.....	87
6.1.8. Analyse de l'écaillage.....	87
6.2. Simulation par éléments finis des mécanismes de propagation de fissure	88
6.2.1. Propagation de fissure à travers l'épaisseur du film	88
6.2.2. Bifurcation des fissures.....	89
6.2.3. Propagation parallèle à l'interface film/substrat	91
6.3. Bilan sur les mécanismes d'écaillage	93
7. Conclusion.....	93
Références.....	95

PARTIE III : Etude de la propagation de fissure en fatigue dans du X38CrMoV5

<u>sur des éprouvettes fines</u>	101
1. Introduction/Contexte	103
2. Problématique	103
2.1. Position du problème/ Intérêt.....	103
2.2. Démarche adoptée.....	105
2.3. Conclusion	107
3. Moyens expérimentaux	107
3.1. Matériau.....	107
3.2. Eproutettes	109
3.3. Banc d'essais.....	110
3.4. Procédure expérimentale	111
4. Simulation numérique de la force motrice de propagation	113
4.1. Problématique.....	113
4.2. Simulation numérique	113
4.2.1. Méthode de calcul de la force motrice de propagation.....	113
4.2.2. Géométries étudiées	114
4.2.3. Maillage.....	114
4.2.4. Propriétés matériau	115
4.2.5. Conditions aux limites	115
4.2.6. Stratégie de calcul	116
4.3. Résultats.....	117
4.3.1. Eproutettes rectangulaires.....	117

4.3.2. Eprouvettes d'essais	118
4.4. Conclusion.....	120
5. Essais de propagation de fissure de fatigue	120
5.1. Influence du rapport de charge	120
5.2. Influence de l'épaisseur	127
5.3. Influence de la température	133
6. Proposition d'une nouvelle force motrice de propagation.....	135
6.1. Relation entre intégrale J et ouverture en fond de fissure (CTOD).....	136
6.2. Force motrice de propagation.....	137
6.3. Détermination de l'amplitude d'ouverture en fond de fissure $\Delta\delta$	137
6.4. Détermination de d_n pour l'alliage X38CrMoV5	140
6.5. Analyse des essais à l'aide de ΔJ^{δ_i}	141
6.6. Conclusion.....	144
7. Conclusion.....	145
Références.....	147
PERSPECTIVES DE RECHERCHE.....	151
1. Interactions entre surfaces générées par usinage et fatigue	151
2. Interactions entre surfaces générées par anodisation et fatigue	153
3. Interactions entre autres traitements de surface et fatigue.....	157
4. Isoler la surface : comportement en fissuration par fatigue d'éprouvettes fines	157
5. Et la fatigue thermomécanique.....	159
CONCLUSION	165
ANNEXE 1 : Organigramme Institut Clément Ader	167
ANNEXE 2 : Notice personnelle	169
ANNEXE 3 : Liste des publications	179

Remerciements

Mes premiers remerciements vont tout d'abord aux personnes qui m'ont fait découvrir et apprécier la recherche, en DEA puis en thèse au LMPM à Poitiers. Merci donc à Annette ROY, et Jean-Louis GACOUGNOLLE pour ma première et unique expérience de la recherche dans le domaine des composites. Merci également à Jean PETIT, Paul BOWEN et surtout Gilbert HENAFF, qui m'ont encadrée pendant ma thèse ainsi qu'à toute l'équipe soudée de doctorants de l'époque (cette époque où l'on se partageait un ordinateur à 3 ou 4...) qui sont restés pour la plupart des amis.

Je tiens à remercier particulièrement Eric ANDRIEU qui a accepté d'être mon « correspondant » INP pour cette Habilitation à Diriger les Recherches. J'ai été très honorée de la confiance qu'il m'a ainsi accordée alors que notre dernière rencontre datait de plus de 10 ans... Un grand merci également à tous les membres du jury. Merci à André PINEAU qui m'a fait l'honneur de présider ce jury et que je ne manquerai pas de nommer conseiller spécial dès que je serai ministre de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche (!). Merci à Christine BAUDOUX, Trevor LINDLEY et Roland FORTUNIER pour avoir accepté la charge supplémentaire d'écrire un rapport sur le présent mémoire. Merci enfin à Jean-Yves GUEDOU, Jean PETIT et Farhad REZAI-ARIA pour leur participation à ce jury.

Je remercie chaleureusement tous les collègues de l'Université de Technologie de Troyes et du LMGC à Montpellier (trop nombreux pour être cités ici) que j'ai côtoyés lors de mes pérégrinations avant d'atteindre Toulouse et qui m'ont tous apporté un enrichissement par leur conception de la recherche, de l'enseignement ou de la vie...

Merci également aux collègues avec qui j'ai collaboré ces dernières années notamment (mais pas seulement) pour les travaux exposés dans ce manuscrit : Laurent ARURAUULT, Pascale GUIGUE, Claire TONON, Farhad REZAI-ARIA, Luc PENAZZI, François RONDE-OUSTAU, Christine ESPINOSA, Michel SALAUN et bien sûr, les FAMEU(x) Rémy CHIERAGATTI et Michel CHAUSSUMIER, fondateurs des très irrégulières mais très fructueuses RCC (Réunion Café Crêpes), compagnons de la profondeur du superficiel et de la fatigue (*sic*).

Je tiens à remercier également tous les autres collègues du quotidien de DMSM : Jacques HUET, Frédéric LACHAUD, Laurent MICHEL, Robert PIQUET, Xavier DUFRESNE. Merci à notre super secrétaire Marie-Odile MONSU, à toute l'équipe technique qui permet de faire tourner les expérimentations : Michel LABARRERE, Daniel GAGNEUX, Thierry MARTIN, Daniel BOITEL, Marc CHARTRON, Pierre ERIZE et « les gars de l'atelier ». Merci à tous les doctorants actuels croisés quotidiennement qui assurent notamment l'animation du département !

Enfin, je remercie très sincèrement tous les étudiants, stagiaires, doctorants, post-doctorants qui ont croisé ma route. Merci en particulier à Jihad RISHMANY (dont les travaux ne sont pas évoqués ici), Monchaï SURARATCHAI, Jérôme LIMIDO, Yann GOUEFFON, Masood SHAH, Khalil BEN SLIMA, Manel BACCAR et Eric VERMESSE.

Avant - propos

Bien qu'assez répandue, la rédaction d'un mémoire d'Habilitation à Diriger les Recherches n'est pas un exercice classique au sens où il n'existe pas de règles, écrites ou non, permettant de guider les auteurs. D'autant plus que cette rédaction intervient à différents stades de carrière... Ainsi, certains favorisent la présentation des démarches de recherche, sans rentrer dans les détails, d'autres au contraire présentent des résultats exhaustifs... La première étape de rédaction est donc d'effectuer un choix sur l'organisation du mémoire. Pour effectuer ce choix, il s'agit avant tout de savoir pour qui ce manuscrit est rédigé.

Une première catégorie incontournable est bien évidemment celle des membres du jury. Le mémoire est donc un moyen, pour les rapporteurs et examinateurs, de juger de la qualité du travail effectué selon des critères relatifs au niveau du candidat, au caractère original de sa démarche, de son aptitude à maîtriser une stratégie de recherche ainsi que de sa capacité à encadrer de jeunes chercheurs. C'est donc principalement pour eux que ce manuscrit est rédigé.

En ce qui me concerne, une deuxième catégorie de lecteurs visée est celle des collègues chercheurs qui désirent acquérir des connaissances sur les sujets évoqués sans rentrer dans le détail des thèses qui ont contribué aux développements de ces connaissances. Il s'agit donc pour cette catégorie de lire un document intermédiaire, entre mémoires de thèses et publications, donnant une vision globale du thème et détaillant les principaux résultats mais sans rentrer en détail dans toutes les étapes de la recherche...

Enfin, il serait hypocrite de ne pas mentionner le rédacteur lui-même ! La rédaction s'oriente également d'elle-même selon le plaisir que l'on a à rédiger certains points. Plaisir d'écrire noir sur blanc un ensemble de résultats, une démarche, voire parfois plaisir d'insister sur des points qui avaient résisté jusque là...

Ces trois catégories étant a priori disjointes (!), le lecteur pourra donc parfois s'interroger sur la pertinence de la présence ou de la taille, de telle ou telle partie... J'ose espérer que sa projection dans une des deux autres catégories lui permettra de comprendre mon parti pris et d'ainsi pardonner les passages lui paraissant trop ou trop peu détaillés.

Afin de concilier dans la mesure du possible l'ensemble des attentes (et de ne pas faire un manuscrit de 500 pages), j'ai choisi de n'exposer dans le mémoire qu'un seul des thèmes de recherche que j'ai développés depuis que je suis maître de conférences. Mon choix s'est porté sur le thème concernant les interactions entre caractéristiques de surface et endommagement. Il a été dicté d'une part par son actualité dans le groupe de recherche (différentes thèses en cours et fortes perspectives) et d'autre part par la diversité des degrés et domaines d'application.

INTRODUCTION

La surface d'un objet, qui peut être définie dans le langage courant comme sa partie extérieure, sa limite, présente l'inconvénient d'être soumise en priorité aux agressions extérieures de l'environnement puisque c'est la partie qui rentre en contact avec d'autres éléments pouvant provoquer des modifications de cette surface. Ces modifications peuvent concerner différentes caractéristiques de cette surface (par exemple, une mise en contact dynamique avec un objet de surface plus dure provoquera des rayures et altèrera par exemple sa rugosité, une mise en contact avec un milieu agressif chimiquement altèrera sa composition chimique (oxydation, corrosion),...). La définition « courante » de la surface se doit donc d'être précisée puisque tout en restant la partie extérieure ou la limite de l'objet, elle peut être différente selon les agressions qu'elle a subies. Réciproquement, selon les caractéristiques de la surface, l'effet des agressions extérieures sera plus ou moins prononcé. Il existe donc bien une interaction entre l'endommagement pouvant être créé par des sollicitations extérieures et certaines caractéristiques de surface.

En sciences et mécanique des matériaux, l'étude de ces interactions est essentielle car elles peuvent provoquer une altération des fonctions de l'objet, voire tout simplement leur rupture. Il s'agit donc dans un premier temps d'être capable de prédire l'effet d'une sollicitation extérieure sur une surface donnée (c'est-à-dire dont les caractéristiques interagissant avec l'endommagement sont fixées) pour aider au dimensionnement des pièces. La connaissance approfondie des phénomènes entrant en jeu amène également à être capable de guider la génération de la surface par les divers processus de fabrication pour l'optimiser par rapport aux endommagements que l'on cherche à limiter.

La démarche adoptée ici pour étudier ces interactions est, pour un matériau donné, de définir dans une première étape quelles sont les caractéristiques de la surface concernées par l'endommagement, d'origine mécanique ou thermique. L'identification de ces paramètres permet ensuite de modéliser d'une part les interactions surface/endommagement et d'autre part la génération de la surface du point de vue de ses caractéristiques « actives ». La caractérisation des surfaces et de leur création ainsi que l'identification des caractéristiques influentes demandent une forte implication expérimentale tandis que les modélisations s'appuient sur des modèles numériques principalement éléments finis.

La fabrication des pièces industrielles est un processus complexe pouvant faire intervenir des étapes multiples et variées selon la forme et la taille de la pièce, le matériau et l'usage auquel elle est destinée. Le présent manuscrit s'intéresse donc à la dernière étape de ce processus de fabrication, celle qui génère la surface définitive de la pièce avant sa mise en service, et ce pour des matériaux métalliques. Cette étape a comme objectif d'une part de donner ses dimensions définitives à la pièce (par exemple l'usinage) et/ou d'autre part de lui conférer des propriétés superficielles particulières pour assurer par exemple des fonctions supplémentaires (par exemple traitement de surface pour modifier la résistance à l'abrasion ou les propriétés thermo-optiques). Elle peut en outre être mécanique (usinage, grenailage,...) ou chimique (polissage électrolytique, anodisation,...) Ces deux cas seront traités dans le mémoire à travers une première étude concernant la création de surface par usinage et une seconde étude relative à un traitement d'anodisation noire.

La **première partie** de ce mémoire présente donc l'étude des interactions entre surface générée par usinage et endommagement d'origine mécanique dû à des sollicitations de fatigue pour un alliage d'aluminium. L'objectif est d'établir le lien entre paramètres

d'usinage (créant la surface) et durée de vie en fatigue. Après la présentation du matériau et des procédés de génération de surface des premiers chapitres, le quatrième chapitre est donc consacré à l'identification des caractéristiques de surface interagissant avec l'endommagement de fatigue. La rugosité (ou plus précisément la géométrie du profil de la surface) ayant été ainsi identifiée comme le paramètre prépondérant pour le matériau et la gamme de durée de vie étudiés, le chapitre suivant propose, en regard des différentes approches existant dans le domaine, une modélisation de l'effet de la rugosité (de cette géométrie de profil) sur le comportement en fatigue. Enfin, cette modélisation ayant été validée, un dernier chapitre présente la modélisation de la génération de surface du point de vue de cette caractéristique pour permettre de relier directement paramètres d'usinage et durée de vie en fatigue sans caractérisation expérimentale des surfaces générées.

La **deuxième partie** concerne quant à elle l'étude des interactions entre surface générée par anodisation et endommagement d'origine thermique pour un alliage d'aluminium. Après la présentation du matériau et du procédé d'anodisation utilisé, le quatrième chapitre est dédié à la caractérisation des propriétés thermomécaniques des surfaces ainsi créées, nécessitant le développement de techniques expérimentales adaptées. La porosité des films anodiques est ici la caractéristique de la surface influant sur la plupart de ces propriétés. Ces propriétés thermomécaniques sont ensuite utilisées dans les chapitres suivants pour modéliser d'une part le faïencage des films anodiques durant leur élaboration et d'autre part leur vieillissement et écaillage lors des sollicitations thermiques auxquels ils sont soumis. Ainsi, à des conditions d'élaboration de surface sont associées des gammes d'utilisation et réciproquement.

Dans cette deuxième partie, il apparaît clairement que la caractérisation d'une surface n'est pas uniquement bidimensionnelle ! La détermination des propriétés thermomécaniques a bien concerné un volume (aussi petit soit il par rapport au reste de la pièce) et c'est bien un volume qui est également considéré dans les modèles éléments finis utilisés. De même, dans la première partie, la modélisation de l'effet de la rugosité a nécessité de tenir compte du volume sous la surface. Si un autre paramètre que la rugosité avait été le paramètre influent, comme par exemple la modification de microstructure ou les contraintes résiduelles, il aurait également fallu donner de la « profondeur » à la surface...

C'est donc l'objet de la **troisième partie** que d'essayer « d'isoler la surface » en tant que volume, souvent négligeable comparé au volume total des pièces mais souvent essentiel, comme nous l'avons vu dans les deux parties précédentes pour garantir l'intégrité du fonctionnement des pièces soumises à différents endommagements. Il s'agit ici en particulier d'étudier la possibilité de caractériser le comportement en fissuration par fatigue d'éprouvettes de très faibles épaisseurs afin de se rapprocher au plus près de la « surface » endommagée. L'idée est de caractériser le comportement de cette « surface » pour mieux modéliser ultérieurement celui des pièces volumiques dans le cas d'un acier pour outillage à chaud. L'important développement expérimental nécessaire ainsi que les développements numériques l'accompagnant font l'objet des deux premiers chapitres. Les résultats de propagation de fissure de fatigue sont présentés dans un troisième chapitre en soulignant les effets du rapport de charge, de la température et de l'épaisseur des éprouvettes. Enfin, le dernier chapitre propose l'utilisation d'une nouvelle force motrice de propagation basée sur des mesures optiques d'ouverture de fissure pour l'exploitation et l'analyse de ces résultats.

Pour conclure ce mémoire, la dernière partie est consacrée aux différentes perspectives de recherche, à court ou long terme que je souhaite développer.

Partie I

**Génération de surface par usinage : influence sur le
comportement en fatigue**

Génération de surface par usinage : influence sur le comportement en fatigue

1. Introduction/Contexte

Ce sujet de recherche, concernant l'influence des gammes d'usinage sur la tenue en fatigue, a été initié dès 1995 par Rémy CHIERAGATTI au Département Génie Mécanique de l'ENSICA [Alam 1998]. En 2003, une collaboration avec Airbus permet de poursuivre ces études sur un alliage d'aluminium aéronautique en les étendant à la modélisation de la génération de surface par usinage grâce à deux thèses : celle de Monchaï SURARATCHAI [Suraratchai 2006], centrée sur le lien entre état de surface et comportement en fatigue et celle de Jérôme LIMIDO [Limido 2008] ayant pour objet principal la modélisation de la génération de surface en intégrant et développant les résultats de la thèse précédente. La première thèse était en charge de l'équipe Fatigue des matériaux et structures métalliques (Rémy Chieragatti et moi-même) tandis que la deuxième était principalement encadrée par l'équipe Méthodes numériques avancées pour la mécanique (Christine Espinosa et Michel Salaün). Néanmoins, le sujet de cette dernière thèse s'étendant jusqu'à la tenue en fatigue, une forte implication du doctorant dans les deux équipes s'est avérée nécessaire et j'ai donc participé au soutien dans le domaine de la fatigue.

2. Problématique

2.1. Position du problème/ Intérêt

Dans la chaîne de vie d'une pièce, le choix du matériau qui la constitue est associé à un procédé de transformation et à des traitements réputés assurer à la pièce finale la durée de vie souhaitée. Dans le secteur aéronautique, l'usinage, et en particulier l'Usinage Grande Vitesse (UGV), est un des principaux procédés de fabrication utilisés. Ce procédé transforme une pièce appelée « brut » en pièce « finie » ou « semi-finie » en générant des surfaces par enlèvement de matière. L'état des surfaces ainsi générées peut varier considérablement en fonction des gammes d'usinage. Or la tenue en fatigue, qui est une des caractéristiques les plus dimensionnantes d'une pièce en aéronautique est généralement très sensible à cet état de surface.

Afin d'assurer une durée de vie conforme aux requêtes de la certification aéronautique, les industriels ont recours à des techniques onéreuses : marges fortes en conception pour les pièces pour lesquelles une longue durée de vie est exigée, verrouillage de certains paramètres d'usinage (par exemple avance à la dent en UGV) associé à de strictes consignes sur la rugosité des surfaces obtenues (en terme de R_a , R_t ou R_z) par exemple... Ainsi, les gammes de fabrication et les indicateurs de suivi garantissant la durée de vie demandée sont ils souvent figés pour un matériau donné et résultent de campagnes d'essais plutôt que de la compréhension des phénomènes reliant paramètres d'usinage et durée de vie. La conséquence de cette « optimisation » du procédé est donc la difficulté voire l'impossibilité d'intégrer rapidement en production les progrès réalisés soit dans le domaine des matériaux, soit dans le domaine de l'usinage (changement d'outils, vitesse des machines accrue, ...) puisque une modification de l'un ou de l'autre nécessite d'être validée ou recalibrée par de nouvelles campagnes d'essais longues et onéreuses.

Le gain qui serait obtenu par la compréhension du lien entre usinage et durée de vie en fatigue et la réalisation d'un outil prédictif permettant de s'affranchir de longues campagnes

d'essais est donc évident et permettrait de répondre aux deux objectifs primordiaux associés à cette problématique : d'une part un objectif économique via la réduction des durées d'usinage et l'optimisation du couple matériau/procédé d'usinage pour un usage de fatigue, d'autre part un objectif lié à la sécurité par l'élévation du niveau de maîtrise de la tenue en fatigue des pièces aéronautiques.

2.2. Etat de l'art

Pour répondre à la problématique présentée précédemment et être capable de prédire la durée de vie en fatigue d'une surface usinée à partir des paramètres d'usinage, différents verrous scientifiques doivent être levés pour d'une part modéliser l'état de surface de la pièce usinée à partir des conditions réelles de coupe et d'autre part modéliser la durée de vie en fatigue à partir de la connaissance de l'état de surface, et ceci, indépendamment des conditions de fabrication. De nombreuses activités de recherche se sont concentrées sur ces verrous. Ces projets peuvent être classés en deux catégories (si l'on exclut les travaux concernant le seul développement de moyens et d'outils de calcul numériques spécifiques).

Une première catégorie de projets s'intéresse à la compréhension et à la modélisation de la coupe en régime permanent. L'échelle géométrique caractéristique de ces approches est celle du copeau (mm) et des processus dans les matériaux (μm) : bandes de cisaillement dans les matériaux métalliques, rupture de fibres ou de nappes pour les composites. Ces études multi-physiques et multi-échelles visent la compréhension et la reproduction numérique des mécanismes locaux pendant la coupe et de l'effet de certains paramètres sur les caractéristiques de contraintes résiduelles et de changement de phase dans la surface. Ces modèles analytiques et/ou numériques se basent sur le comportement thermomécanique des matériaux, des modèles de contact avec frottement, ... et cherchent à déterminer les efforts de coupe, la forme du copeau, l'usure de l'outil... (cf. par exemple, et sans être exhaustif, [Liu 00] [Moufki 2000] [Lestriez 2004] [Ozel 05] [Karpas 06] [Ozel 06] [Outeiro 2006] [Su 06] [Batalha 2007] [Liang 2007] [Ulutan 2007] [Valiorgue 2007] [Cherouat 2008] [De Micheli 2008] [Molinari 2008] [Guo 2009] ...).

Une deuxième catégorie de travaux de recherche concerne l'optimisation de l'usage. La physique étudiée est ici celle de la pièce in fine et les recherches traitent de l'effet de l'état de la surface sur la durée de vie en fatigue. Les modèles multi-échelles et multi-physiques développés sont des modèles de durabilité traitant essentiellement du couple matière-usage indépendamment du procédé de fabrication. Ainsi, de nombreuses études concernant l'effet des contraintes résiduelles sur la fatigue (par exemple [Starker 1979] [Flavenot 1983] [Webster 2001] [James 2007] [LaRue 2007], [Jablonski 2008]) ou de la rugosité sur la fatigue (cf. § 5.1.) ont été et sont encore menées. D'autres types de travaux se concentrent également sur la caractérisation de la durabilité d'un matériau, pour un type de procédé figé, en se basant sur des campagnes d'essais (par exemple, [Ghanem 2002] [Yang 2002] [Sasahara 2005] [Williams 2007] [Ben Fathallah 2008] [Geng 2008] [Javidi 2008]).

Ainsi, ces deux grandes familles d'études s'orientent soit sur les couples procédé-matière, soit matériau-usage, éventuellement pour un procédé figé. L'optimisation du triangle matériau-procédé-usage n'est donc pas réellement réalisée.

2.3. Conclusion- Démarche adoptée

Une étude concernant l'optimisation de l'ensemble matériau-procédé-usage dépassant largement le champ d'une seule thèse (de trois ans), il a donc été nécessaire de découper le sujet en centrant l'étude sur la surface. Ainsi, la thèse de M. Suraratchai [Suraratchai 2006]

s'est-elle focalisée sur le lien entre état de surface générée par usinage et fatigue tandis que la seconde [Limido 2008], débutée plus tard, devait profiter de la première pour modéliser de manière pertinente le lien procédé - état de surface dans l'optique d'un dimensionnement en fatigue. L'étude peut donc se décomposer de la manière suivante. Dans un premier temps, il s'agit d'identifier les paramètres de surface contrôlant le comportement en fatigue du matériau étudié. M. Suraratchai a ainsi montré que dans les conditions explorées et pour l'alliage en question, la rugosité (et plus précisément, le profil géométrique de la surface) constituait le principal facteur influençant les durées de vie en fatigue. L'identification de ce paramètre influent permet d'une part de modéliser de manière pertinente dans ce cas les interactions surface - fatigue et d'autre part d'orienter la modélisation du lien usinage - surface en lui donnant pour objectif principal d'obtenir en sortie une surface modélisée comparable à la surface réelle sur ce critère de profil géométrique. La première modélisation vise à être capable de prédire la durée de vie en fatigue d'une pièce par la simple mesure de profil de surface. La deuxième a pour objectif de fournir, à partir des paramètres d'usinage, une surface 3D. L'idée est ensuite d'intégrer ces deux modélisations et d'utiliser la surface modélisée comme une surface réelle pour prédire directement la durée de vie en fatigue à partir des paramètres d'usinage. La maîtrise de la chaîne complète de la production de surface à la résistance à la fatigue peut alors ouvrir la voie vers l'optimisation du triangle usinage - matériau - fatigue.

Ne seront présentés avec détail dans la suite que les résultats sur éprouvettes de flexion plane s'intégrant dans la chaîne complète allant des paramètres d'usinage à la durée de vie en fatigue.

3. Matériau et génération de surface

3.1. Matériau

Le matériau étudié est l'alliage d'aluminium 7010-T7451 dont la composition est présentée Tableau 1.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ni	Zr	Ti	Al
Min	-	-	1.5	-	2.1	-	5.7	-	0.10	-	Balance
Max	0.12	0.15	2	0.10	2.6	0.05	6.7	0.05	0.16	0.06	Balance

Tableau 1 : Composition de l'alliage d'aluminium 7010 (% massique)

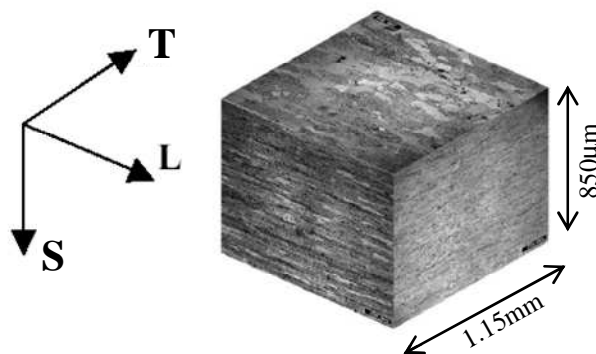


Figure 1 : Microstructure de l'alliage d'aluminium 7010-T74511 étudié

Il a été fourni par Airbus sous la forme d'une plaque laminée d'épaisseur 70mm. Sa microstructure est composée de grains fortement allongés dans le sens du laminage, l'orientant ainsi selon trois axes schématisés en Figure 1. La taille des grains est d'environ 350 μm dans la direction de laminage, L, et d'environ 150 μm et 60 μm dans les directions T et S respectivement. Des particules intermétalliques Al₇Cu₂Fe et Mg₂Si de 8-10 μm se trouvent régulièrement dans la microstructure et sont localisées dans des grains recristallisés. Ces grains sont plus petits : 80, 60 and 40 μm dans les directions L, T et S respectivement.

3.2. Eprouvettes et génération de surface

Les résultats présentés dans la suite sont issus d'essais de fatigue de flexion 4-points réalisés à température ambiante à une fréquence de 10Hz et avec un rapport de charge R=0,1. Les éprouvettes utilisées correspondent aux éprouvettes standards d'Airbus [Suraratchai 2006]. Elles sont prélevées dans la plaque de telle sorte que la contrainte induite par la flexion soit parallèle à la direction T, comme montré sur la Figure 2.

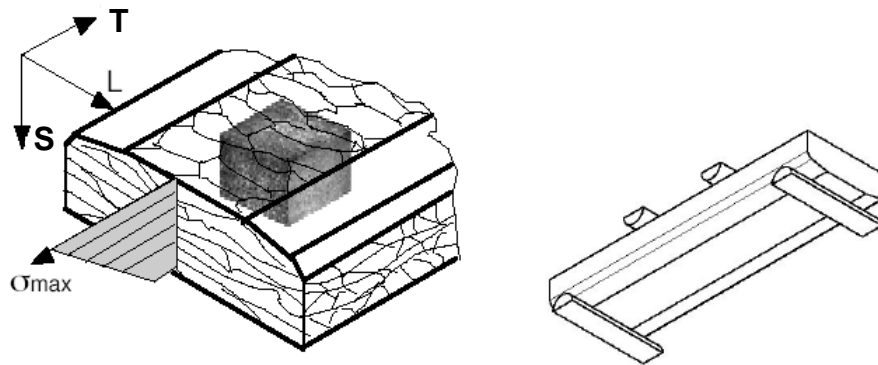


Figure 2 : Orientation de la microstructure de l'éprouvette par rapport au chargement

L'ensemble des éprouvettes de flexion 4-points dont les essais seront exploités ici peut se décomposer en deux catégories : des éprouvettes de laboratoire et des éprouvettes « industrielles ». Pour la première catégorie, les surfaces sollicitées en traction ont été usinées en utilisant un étai-limeur. Bien qu'archaïque et non utilisé en usinage industriel de nos jours, l'étai-limeur présente l'avantage d'un procédé de coupe orthogonale, similaire à celui d'un tour. De plus, son processus de coupe rectiligne, menant à des stries d'usinage droites et parallèles, permet de maîtriser et de prendre en compte la direction des stries dans une première analyse des phénomènes liant l'état de surface à la tenue en fatigue. Les conditions et paramètres d'usinage ont été choisis après un plan d'expérience réalisé en étude préliminaire [Suraratchai 2006] qui a permis de dégager des surfaces bien distinctes indispensables à une première compréhension de l'influence des paramètres de surface sur le comportement en fatigue. Nous distinguerons dans la suite les éprouvettes UT et UL dont les stries sont respectivement parallèles et perpendiculaires à la direction de chargement, les éprouvettes de forte rugosité (référéncées 21 et 22) et de faible rugosité (11 et 12), les vitesses de coupe étant également variables dans l'idée de modifier les contraintes résiduelles [Tsuchida 1975, Jang 1990, M'Saoubi 1999, Capello 2005, Denkena 2008, Belgasim 2010] (références 11 et 21 pour une faible vitesse, références 12 et 22 pour une vitesse plus élevée). Le Tableau 2 résume les différentes générations de surface effectuées. Pour plus de détails sur l'ensemble des paramètres d'usinage, voir [Suraratchai 2006]. Ce lot d'éprouvettes a été

utilisé pour identifier les paramètres de surface influant sur le comportement en fatigue et établir la modélisation de leurs effets sur la durée de vie.

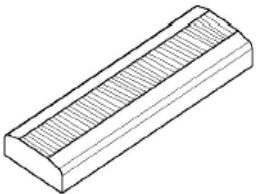
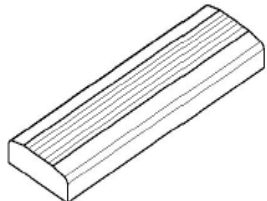
Specimen reference	Ra T direction (μm)	Ra L direction (μm)	Cutting speed (m/mn)	Residual stress T direction (MPa)	Groove direction
UL11	0.5	n.a.	12	-137	
UL12	0.5	n.a.	50	-45	
UL21	7	n.a.	12	-54	
UL22	7	n.a.	50	-21	
UT11	0.25	0.5	12	-172	
UT21	0.35	7	12	-152	
UT22	0.3	7	50	-29	

Tableau 2 : Génération de surfaces des éprouvettes à l'étau-limeur

Ref Fraise	Nombre de dents	Diamètre D (mm)	Rayon outil R (mm)
FR01	2	20	4
FR02	2	32	4

Tableau 3 : Références des fraises UGV

Ref Eprouvette	Différents types d'usinage UGV (24000tr/mn)	Fraise	Sens fraise/epv	Avance table (m/mn)	Vitesse de coupe (m/mn)	Ap (mm)	Ae (mm)
FIN FOND 4 CM AVAL	Finition fond Avalant	FR01	long	9600	1507	3,5	11
FIN FOND 4 CM OPPO	Finition fond Opposition	FR01	long	9600	1507	3,5	11
BALAY 3 CM	Balayage à 30%	FR01	travers	12000	1507	0,8	1
SUR 1 CM AVAL	Surfaçage Avalant	FR01	travers	12000	1507	0,5	10
SUR 1 CM OPPO	Surfaçage Opposition	FR01	travers	12000	1507	0,5	10
FIN FOND 4 PC AVAL	Finition fond Avalant	FR02	long	12000	2412	3	22
FIN FOND 4 PC OPPO	Finition fond Opposition	FR02	long	12000	2412	3	22
SU3	Usinage Classique	FR02		2000	500	1	18
SUR 1 PC AVAL	Surfaçage Avalant	FR02	travers	9600	2412	4	18
SUR 1 PC OPPO	Surfaçage Opposition	FR02	travers	9600	2415	4	18

Tableau 4 : Définitions des cas UGV de référence

La deuxième catégorie d'éprouvettes est constituée d'éprouvettes « industrielles », c'est-à-dire dont les surfaces sollicitées en traction ont été réalisées par Airbus selon des procédés de fraisage industriels, tout en utilisant des paramètres d'usinage dans une gamme très large afin d'obtenir des surfaces « différentes ». Ainsi, des procédés de balayage, surfaçage, détournage, finition flan, finition fond ont été utilisés, en avalant ou en opposition, avec des paramètres d'usinages différents (tels que l'avance ou la vitesse de coupe) et éventuellement

des formes d'outils différentes. Dix types de surfaces différents ont ainsi été générés par usinage grande vitesse. Ces éprouvettes ont pour la plupart été sollicitées en fatigue par Airbus et les résultats ont été utilisés pour l'étape de validation du modèle proposé. Les Tableau 3 et Tableau 4 présentent respectivement les deux fraises utilisées et les conditions de coupe étudiées. Ces conditions sont représentatives de configurations d'usinage utilisées en production de pièces avion.

3.3. Mesures de surface

Les contraintes résiduelles ont été mesurées par la technique de diffraction des rayons X avec un équipement ASTX2001. Les valeurs ainsi obtenues sont données à +/- 30Mpa vue la difficulté de telles mesures sur les alliages d'aluminium [Hauk 1987 ; Lu 1996]. Concernant la caractérisation géométrique des surfaces usinées, un rugosimètre de contact Mahr (Perthometer PKG-120) a été utilisé. C'est un instrument à pointe de diamant qui peut fournir les paramètres de rugosité habituels (R_a , R_t , $R_q...$) ainsi que la topographie de surface grâce à une table mobile. La résolution horizontale est de 0.5 μ m tandis que la précision en hauteur de profil est de 0.1 μ m. Les mesures de profils 2D utilisés lors de l'analyse par éléments finis ont une longueur de 17.5mm dans la direction T pour chaque éprouvette. Cette longueur a été choisie afin d'avoir suffisamment d'informations topographiques quelles que soient les surfaces étudiées. Les valeurs de R_a relevées dans la direction L ne sont a priori pas pertinentes car cette rugosité n'est pas supposée avoir d'effet sur le chargement mécanique local (dans la direction T). Pour les éprouvettes référencées UT, ces valeurs sont données à titre d'information pour comparer les états de surface des deux types d'orientation d'éprouvettes.

4. Identification des paramètres de surface influents

4.1. Caractérisation des états de surface

Le paramètre de rugosité R_a et les valeurs de contraintes résiduelles transverses sont présentés dans le Tableau 2 pour les éprouvettes dont les surfaces ont été réalisées à l'étau-limeur. Pour les éprouvettes dites industrielles réalisées par usinage grande vitesse, les valeurs de rugosité R_a s'étendent de 0.1 à 11 μ m ; les contraintes résiduelles n'ont pas été mesurées.

Les contraintes résiduelles données dans le Tableau 2 sont des contraintes de compression allant de -20 à -175 MPa. Comme prévu [Tsuchida 1975 ; Jang 1990 ; Denkena 2008 ; Belgasim 2010], ces contraintes sont liées à la vitesse de coupe : pour un jeu de paramètres d'usinage donné, ces contraintes de compression sont plus élevées quand la vitesse de coupe est plus faible.

En ce qui concerne le paramètre « microstructure » caractérisant habituellement les états de surface au même titre que la rugosité et les contraintes résiduelles, il est important de noter que, avec les moyens d'investigations à notre disposition (observations microscopiques et mesures de micro-dureté), aucune modification n'a été détectée quels que soient le procédé de génération de surface et les paramètres d'usinage utilisés. En particulier, aucun écrouissage n'a été relevé.

4.2. Essais de fatigue

Les résultats des essais de fatigue des éprouvettes usinées à l'étau-limeur sont présentées Figure 3. L'influence de l'état de surface sur la durée de vie en fatigue est plus prononcée pour les durées de vie élevées ($N_f > 3.10^5$ cycles). La rugosité a une influence prédominante sur la

tenue en fatigue. Pour les éprouvettes UL, par exemple, celles qui présentent une rugosité faible (UL12) ont une meilleure résistance à la fatigue que celles à forte rugosité (UL21) alors que les contraintes résiduelles sont sensiblement identiques. De plus, pour une rugosité donnée, les contraintes résiduelles semblent n'avoir qu'une faible influence sur la durée de vie en fatigue : les éprouvettes UL11 et UL12 présentent le même comportement en fatigue pour des contraintes résiduelles différentes (respectivement -137 et -45 Mpa). Les mêmes remarques s'appliquent pour les couples UT11 / UT21 et UT21 / UT22. Cependant, le paramètre géométrique de rugosité R_a n'est pas capable de décrire complètement les différences de tenue à la fatigue de tous les échantillons comme cela apparaît dans la Figure 4 où sont comparés les résultats des éprouvettes UL, d'éprouvettes usinées par fraisage classique avec une gamme de référence Airbus et de surfaces générées par balayage UGV avec une fraise boule. Cette dernière catégorie présente une bien meilleure résistance à la fatigue que les éprouvettes UL22 et UL21 alors que sa rugosité R_a est plus élevée : $11\mu\text{m}$ comparé à $7\mu\text{m}$ pour les UL2X.

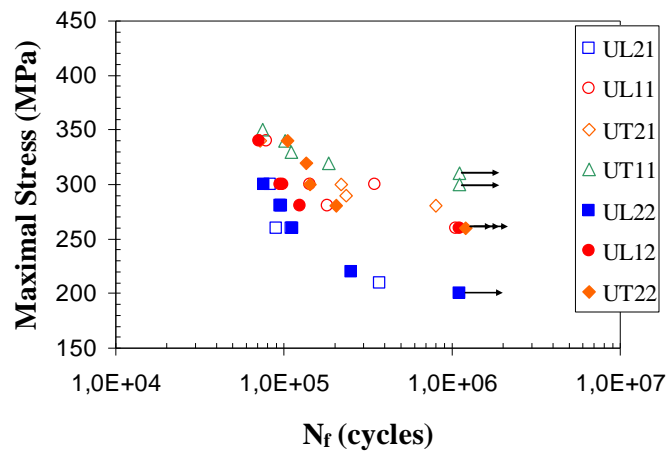


Figure 3 : Durées de vie en fatigue des surfaces usinées par étou-limeur

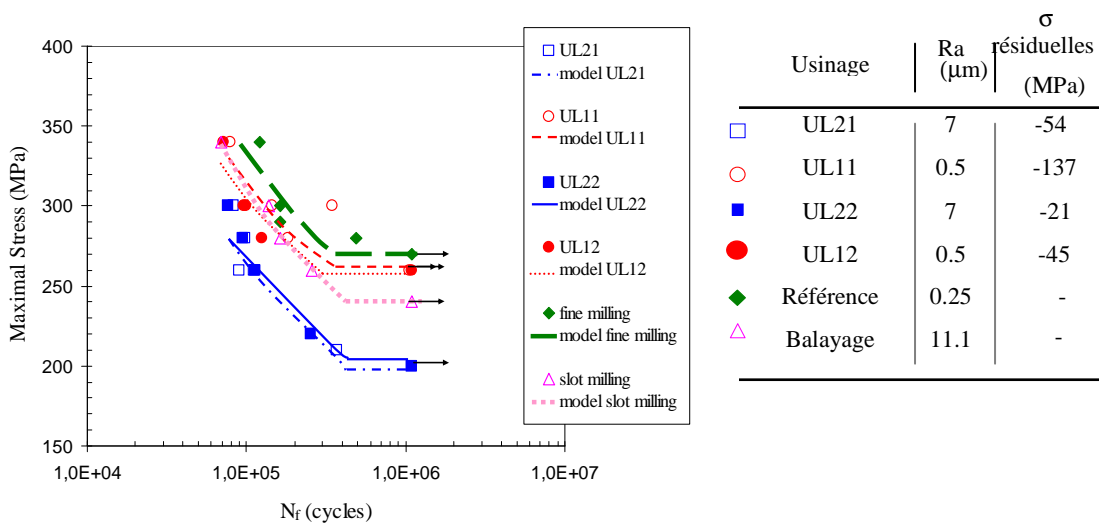


Figure 4 : Durées de vie en fatigue des éprouvettes UL et d'éprouvettes réalisées par UGV

L'observation des surfaces de rupture (Figure 5) a révélé que quels que soient les éprouvettes et les niveaux de chargement, l'amorçage des fissures de fatigue a eu lieu sur des défauts microstructuraux (essentiellement des inclusions intermétalliques incluses dans des grains recristallisés) localisés sur la surface plane chargée (à moins de 20µm sous la surface) et au fond de stries d'usinage (quand perpendiculaires au chargement). Cet amorçage sur inclusions est cohérent avec les résultats de la littérature [Patton 1998].

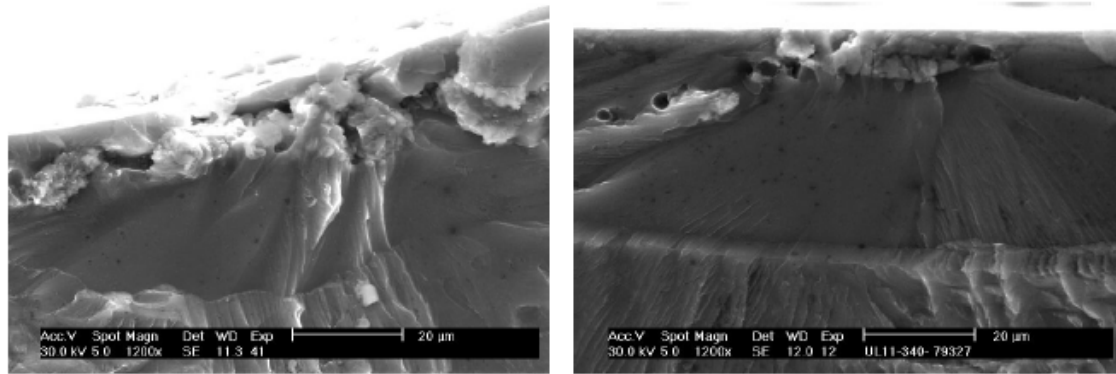


Figure 5 : Surfaces de rupture d'éprouvettes UT (à gauche) et UL (à droite)

Il convient de noter que le rôle prédominant de la rugosité des surfaces générées par usinage sur la durée de vie en fatigue des éprouvettes a également été noté pour des éprouvettes cylindriques sollicitées en flexion rotative et en traction-compression avec des rapports de charge 0.1 et -1 [Suraratchai 2005] [Suraratchai 2006]. De même que pour les éprouvettes prismatiques, les contraintes résiduelles ne semblent que très peu influencer la tenue en fatigue et aucune modification microstructurale des surfaces n'a pu être distinguée selon les gammes d'usinage. Les mécanismes d'amorçage sur inclusions sont également identiques dans tout le domaine exploré.

4.3. Conclusion

Parmi les trois paramètres généralement retenus pour caractériser les états de surface, l'ensemble des résultats précédents montre clairement que le plus influent sur la tenue en fatigue de cet alliage, dans la gamme de durée de vie balayée et pour les gammes d'usinage étudiées, est le paramètre géométrique, c'est-à-dire la rugosité. Le paramètre mécanique quantifié par les contraintes résiduelles ne semble avoir qu'un rôle secondaire tandis qu'une variation du paramètre métallurgique par l'intermédiaire de la microstructure ou de la micro-dureté n'a pu être identifiée. C'est donc sur le rôle de la rugosité lors des essais de fatigue que les efforts se sont concentrés en tenant compte du fait que le paramètre de rugosité standard purement géométrique R_a semble insuffisant pour décrire complètement ce rôle.

5. Modélisation de l'effet de la rugosité sur le comportement en fatigue

5.1. Etat de l'art

5.1.1. Paramètres de rugosité

La rugosité de surface est habituellement caractérisée à l'aide de paramètres géométriques moyens tels que R_a (moyenne arithmétique), R_q (moyenne quadratique), R_p (hauteur maximale pic), R_t (hauteur maximale pic-vallée) ou R_z (rugosité sur 10 points) pour

ne citer que les plus couramment utilisés parmi les très nombreux indicateurs de rugosité. Ces paramètres sont définis en termes de distribution de hauteurs de profil (z) par rapport à une ligne moyenne sur une longueur de mesure (L) selon les relations suivantes :

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |z(x)| dx \quad (1)$$

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l z^2(x) dx} \quad (2)$$

$$R_p = z_{\max} \quad (3)$$

$$R_t = |z_{\max} - z_{\min}| \quad (4)$$

$$R_z = \frac{1}{5} \left[\sum_{i=1}^5 (z_i)_{\max} + \sum_{j=1}^5 |(z_j)_{\min}| \right] \quad (5)$$

où $(z_i)_{\max}$ et $(z_j)_{\min}$ sont respectivement les 5 plus hauts maxima locaux et plus bas minima locaux de la distribution des hauteurs de profil (z).

Ces paramètres de rugosité standards constituent une manière simple et pratique de quantifier les irrégularités de hauteur mais ne sont pas capables de représenter complètement toutes les caractéristiques géométriques d'une surface. Notamment, dans le cadre de la fatigue, leur principale limite d'utilisation réside dans leur incapacité à discriminer certains profils. Par exemple, les profils de la Figure 6 sont caractérisés par un même R_a , R_p , R_t mais les concentrations de contraintes sous chargement mécanique dues aux irrégularités géométriques seront très différentes, ce qui influe notamment sur leur comportement en fatigue.

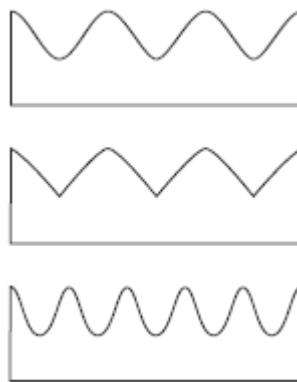


Figure 6 : Profils de surface de même R_a , R_p , R_t ... [Limido 2008]

5.1.2. La rugosité : concentration de contrainte et effet d'entaille

Au delà des premières études [Maiya 1975a] [Maiya 1975b] [Wiesner 1991] conduisant essentiellement à des conclusions empiriques, de nombreuses approches visant à modéliser les effets de la rugosité de surface sur la tenue en fatigue des pièces ont été proposées. La plupart considèrent la rugosité en termes d'effet de concentrations de contraintes lié à un effet d'entaille. Cet effet de concentration de contraintes peut être décrit grâce à un coefficient de concentration de contrainte de fatigue K_f défini comme le rapport de la limite

de fatigue d'une éprouvette non entaillée (ou polie) et de la limite de fatigue d'une éprouvette entaillée (ou d'une certaine rugosité).

$$K_f = \frac{\sigma_D(\text{polie})}{\sigma_D(\text{rugueuse})} \quad (6)$$

K_f peut être relié au coefficient de concentration de contraintes K_t selon [Peterson 1974] :

$$K_f = 1 + q(K_t - 1) \quad (7)$$

où q est l'indice de sensibilité à l'entaille dépendant du matériau et de la géométrie de l'irrégularité.

Dans ce cadre, Arola et Ramulu [Arola 1999] ont proposé d'estimer le coefficient de concentration de contraintes selon la relation suivante :

$$K_t = 1 + n \left(\frac{R_a}{\rho} \right) \left(\frac{R_t}{R_z} \right) \quad (8)$$

où ρ est le rayon d'entaille effectif de la rugosité de surface et n représente l'état de contrainte ($n=1$ pour du cisaillement et $n=2$ pour de la traction). Dans le cas de l'acier AISI 4130 CR, cette expression donne une meilleure estimation de (K_f) que l'expression initiale proposée par Neuber [Arola 2002] pour lequel :

$$K_t = 1 + n \sqrt{\lambda \frac{R_z}{\rho}} \quad (9)$$

où λ représente le rapport entre l'espacement et la profondeur des aspérités et est assez difficile à déterminer pour des surfaces usinées.

As et al. [As 2005] ont proposé quant à eux de calculer K_t à partir d'une analyse Eléments Finis (EF) d'une topographie de surface mesurée de manière optique par un microscope interférométrique. Ils ont montré que, dans le cas d'un alliage d'aluminium, l'utilisation de K_f , développé à l'origine pour les limites de fatigue, donne des résultats satisfaisants dans un domaine de durée de vie étroit mais ne peut être appliqué pour toutes les durées de vie.

5.1.3. La rugosité : concentration de contrainte et mécanique de la rupture

Un autre type d'approche considère que les concentrations de contraintes générées par les irrégularités géométriques de surfaces affectent la propagation ou non-propagation des fissures et est basée sur la mécanique de la rupture [El Haddad 1980]. Comparant cette approche à l'approche effet d'entaille (K_f), Taylor and Clancy [Taylor 1991] ont conclu que pour les fortes rugosité de surface, l'approche basée sur l'effet d'entaille est plus satisfaisante tandis que pour les faibles rugosités, l'approche par la mécanique de la rupture donne de meilleurs résultats. Andrews et Sehitoglu [Andrews 2000] ont proposé un modèle numérique de propagation de fissure à partir d'une surface rugueuse basé sur la loi de Paris et utilisant l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte effectif ΔK_{eff} afin de tenir compte de l'effet de fermeture de fissure. L'influence de la rugosité est directement prise en compte par le coefficient de concentration de contraintes K_t pour les fissures courtes tandis qu'elle est traduite par la longueur effective pour les fissures longues. Les auteurs calculent K_t par la modification de l'expression établie par Peterson [Peterson 1974] pour l'appliquer à des entailles multiples non-équidistantes. En comparant les résultats ainsi obtenus avec des résultats expérimentaux pour des éprouvettes d'acier 4340 grossièrement fraisées ou abrasées, ils concluent à une bonne corrélation malgré la forte dispersion des durées de vie expérimentales. Néanmoins, dans le cas d'éprouvettes polies ou fraisées plus finement et

présentant une plus faible rugosité de surface, le modèle n'est plus applicable du fait d'un amorçage de fissure sur des inclusions.

5.1.4. La rugosité : des fissures

Enfin, Murakami [Murakami 2002] considère la rugosité de surface comme un défaut de surface et définit un paramètre relié à l'aire des défauts périodiques. La limite de fatigue est alors calculée par une relation empirique utilisant ce paramètre et la dureté du matériau (H_v). Les limitations de cette modélisation, mises en évidence dans [Suraratchai 2006] réside dans l'hypothèse principale d'assimilation de la rugosité à une fissure. Dès lors que le rayon de fond de rugosité augmente, le modèle ne s'applique plus. De même, pour les rugosités de surfaces polies, en raison de la disparition du défaut géométrique, les résultats sont erronés.

5.1.5. Théorie de la distance critique

Sans rentrer dans les multiples théories traitant des problèmes de fatigue d'éprouvettes ou de composants entaillés, il peut être intéressant d'aborder ici la théorie de la distance critique. Cette théorie, telle qu'elle est présentée actuellement par Taylor et ses collègues, [Taylor 1999] a en effet pour avantage de proposer une approche unifiée pour déterminer les effets « géométriques » (qu'il s'agisse d'entaille, de fissures, d'effets d'échelle,...) sur les limites de fatigue de composants ou d'éprouvettes. Bien qu'elle n'ait pas été utilisée, à notre connaissance, pour analyser quantitativement les effets de la rugosité, Taylor évoque très brièvement cette possibilité [Taylor 1999].

Cette théorie est apparue, selon les revues effectuées récemment par Susmel [Susmel 2008] et Taylor [Taylor 2008], dans les travaux de Neuber et de Peterson. Plus particulièrement, Neuber suggère qu'un composant présentant une concentration de contrainte est à sa limite de fatigue quand la contrainte moyennée sur une ligne ayant pour origine cette concentration de contrainte et de longueur liée à une taille caractéristique du matériau est égale à la limite de fatigue du matériau. Peterson, quant à lui, propose de comparer plus simplement la contrainte à une certaine distance du point chaud à la limite conventionnelle de fatigue. Ces deux approches ont été formalisées dans les équations qui font référence en termes d'effet d'entaille :

$$K_f = 1 + \frac{(K_t - 1)}{1 + \sqrt{\frac{a_N}{r_n}}} \quad (10)$$

$$K_f = 1 + \frac{(K_t - 1)}{1 + \frac{a_P}{r_n}} \quad (11)$$

Où r_n est le rayon d'entaille, a_N et a_P sont les distances critiques respectivement de Neuber et Peterson. De nombreux auteurs ont redécouvert ou se sont approprié ce concept par la suite, chacun le déclinant légèrement différemment comme par exemple Tanaka [Tanaka 1983], Pluvinage et al. [Boukharouba 1995], Lazzarin [Lazzarin 1997], Taylor [Taylor 1999], [Lanning 2005]. Certains de ces auteurs convergent vers l'utilisation de la mécanique linéaire de la rupture pour définir la distance critique comme étant la grandeur définie par El Haddad et al. [El Haddad 1980] en considérant que l'amplitude du facteur d'intensité de

contrainte sera à sa valeur seuil quand l'amplitude de contrainte est égale à la limite de fatigue :

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th}}{\Delta \sigma_0} \right)^2 \quad (12)$$

Où ΔK_{th} est la valeur seuil de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte et $\Delta \sigma_0$ est la limite de fatigue. L'approche développée ensuite par Taylor et al. est d'effectuer un calcul par éléments finis afin de déterminer le champ de contrainte élastique d'une éprouvette ou d'un composant présentant, pour des raisons géométriques, une concentration de contrainte. Différentes méthodes peuvent alors être déclinées. La « méthode point » consiste à se placer à la distance $a_0/2$ du point chaud de concentration de contrainte et à comparer la valeur de la contrainte en ce point à la limite de fatigue. Si $\Delta \sigma(\theta=0, r=a_0/2) > \Delta \sigma_0$ il y aura rupture en fatigue. La « méthode ligne » préconise de comparer la limite de fatigue à la contrainte moyennée sur une ligne ayant pour origine le point chaud et de longueur $2a_0$. De manière similaire, la « méthode aire » amène quant à elle à utiliser la contrainte moyennée sur une aire semi-circulaire de rayon a_0 centrée sur le point chaud comme contrainte de référence par rapport à la limite de fatigue $\Delta \sigma_0$.

Si ces méthodes trouvent une justification théorique dans le cas d'une fissure longue, leur validité dans le cas de fissures courtes, d'entailles ou de toute autre source géométrique de concentration de contrainte n'est jamais clairement établie scientifiquement même si leur confrontation aux résultats expérimentaux semble satisfaisante [Taylor 1999]. Au dire même des défenseurs de cette approche, les raisons pour lesquelles ce type de méthode « fonctionne » sont difficiles à démêler [Taylor 2008] [Susmel 2008]. Elle permet néanmoins de prédire les résultats en fatigue concernant les fissures courtes et petits défauts, les entailles aigües ou émoussées, l'effet d'échelle, les composants présentant des concentrations de contraintes ne correspondant pas à des entailles standards, ainsi que la différence de comportement en traction et en flexion. Elle implique par ailleurs qu'il n'existe pas de différence fondamentale entre la limite de fatigue d'un corps non fissuré – pour lequel l'amorçage d'une fissure est nécessaire – et celle d'un corps qui contient déjà une fissure, unifiant ainsi l'analyse des problèmes d'entaille et de fissure ...

Cette approche est maintenant étendue à des analyses tridimensionnelles [Bellet 2006] et dans le cas de fatigue multiaxiale [Susmel 2003] [Susmel 2006a]. Une tentative d'extension de la théorie de la distance critique pour prédire les durées de vie en fatigue limitées a même récemment été menée par cette même équipe [Susmel 2005] [Susmel 2006b] [Susmel 2007].

5.1.6. Conclusion – Approche adoptée

Ce dernier point, ainsi que la large gamme d'utilisation de la théorie de la distance critique, pourraient naturellement mener à son application dans le cas de la rugosité pour des durées de vie en fatigue limitées. Néanmoins, l'hypothèse initiale du développement de la théorie dans ce dernier cadre est que la distance critique, tout en restant une caractéristique matériau (c'est-à-dire indépendante de la géométrie d'entaille), dépend alors du nombre de cycles à rupture [Susmel 2005] [Susmel 2006b] [Susmel 2007]. Il s'agit alors d'identifier une loi de type

$$L(N_f) = A \cdot N_f^B \quad (13)$$

Où L est la distance critique à employer dans les méthodes décrites précédemment, N_f est le nombre de cycles à rupture et A et B sont des constantes liées au matériau. Même en excluant la question de la légitimité d'une telle hypothèse et de la signification physique de cette distance critique, la nécessité de déterminer la loi (13) enlève beaucoup d'attrait à la méthode.

En conséquence l'approche retenue, si elle garde l'idée, vérifiée expérimentalement dans de nombreuses applications de fatigue, qu'il existe une longueur critique, telle que déterminée par El Haddad (eq. 12), est plutôt de considérer la rugosité comme un concentrateur de contrainte qui pourra être décrit par l'intermédiaire d'un coefficient de concentration de contraintes K_t ainsi que le considèrent les modèles à effet d'entaille ou ceux basés sur la mécanique de la rupture. Le problème consiste alors à définir et à déterminer ce coefficient de concentration de contrainte.

5.2. Définition et calcul d'un K_t local

5.2.1. Choix d'un calcul par éléments finis

Dans la plupart des approches présentées précédemment [Arola 1999] [Arola 2002] [Andrews 2000], le coefficient de concentration de contraintes est calculé à partir de paramètres géométriques de surface moyennés. L'idée développée dans cette étude est au contraire d'estimer K_t directement à partir de la topographie complète de surface sans utiliser ces paramètres de rugosité. K_t est estimé par une analyse éléments finis de la topographie de surface mesurée et ainsi supposé conduire à un état de contrainte qui est plus représentatif de ce que subit réellement l'échantillon. Cette manière de caractériser la topographie de surface d'un point de vue mécanique sans utiliser les paramètres géométriques de rugosité a donné lieu à un dépôt de brevet [Chieragatti 2006].

Une approche similaire a été proposée en parallèle par As et al. [As 2005]. Après une mesure de topographie de surface par un microscope interférométrique à lumière blanche et une interpolation de type Bézier des données obtenues, les auteurs établissent un modèle éléments finis 2D dont la densité de maillage est contrôlée en rendant la taille d'éléments dépendante de la courbure de la surface. La taille de maille en fond d'entaille est ainsi très fine (0.1 μ m), garantissant la convergence du calcul. Ils montrent ainsi que les sites expérimentaux d'amorçage en fatigue d'éprouvettes d'alliage d'aluminium 6082 ne correspondent pas aux endroits où les K_t de surface sont maximum mais aux zones où les contraintes axiales sont maximales à une distance d'environ 10 μ m de la surface [As 2008]. Ces résultats devraient sans aucun doute être confrontés aux méthodes de types distance critique. Néanmoins, cette approche ne pose pas correctement une définition de l'échelle de modélisation. Une taille de maille de 0.1 μ m permet de décrire très finement la géométrie et assure la convergence numérique mais n'est pas cohérente avec les hypothèses de la mécanique des milieux continus, d'isotropie et d'homogénéité utilisées dans la méthode des éléments finis car l'échelle des gradients obtenus est inférieure à la taille d'un grain.

La méthode présentée dans la suite est la synthèse des travaux de Suraratchai [Suraratchai 2006] complétés par Limido [Limido 2008].

5.2.2. Définition de la surface « utile » : longueur critique et filtre

Comme illustré précédemment dans la description des travaux de As et al. [As 2005] [As 2008], la détermination par éléments finis d'un coefficient de concentration de contraintes local (K_t) associé à la texture de surface nécessite de définir une échelle de modélisation. En effet, pour une représentation d'une grande précision de la surface et un calcul convergent,

le maillage doit être extrêmement raffiné en pointe d'aspérité. Cela engendre deux problèmes : d'une part, des rugosités, même peu profondes (par exemple de l'ordre du nanomètre), mènent, si elles sont aigües, à des (K_t) très élevés, voire infinis, peu significatifs ; d'autre part, la question de la validité des hypothèses d'homogénéité et d'isotropie dans ce cas, reste posée. En outre, d'un point de vue physique, même sans évoquer les problèmes expérimentaux liés à l'échelle de mesures des surfaces, il est légitime de se demander s'il est nécessaire de représenter la surface avec la plus grande précision possible pour caractériser l'effet des concentrations de contraintes dues à la rugosité sur la durée de vie en fatigue. Autrement dit, est-ce que toutes les aspérités de la surface affectent la sollicitation de fatigue ou au contraire, peut-on considérer que certaines aspérités, que l'on pourrait qualifier de secondaires, comme par exemple celles se trouvant sur la surface d'autres aspérités plus importantes, n'ont qu'un effet négligeable en termes de fatigue ?

Le choix que nous avons effectué, est donc, contrairement à As et al., de supposer que seule une partie des aspérités de surface participent effectivement à une modification conséquente de l'état de contrainte local pouvant avoir une influence sur la durée de vie en fatigue. L'idée est donc de définir une surface « utile » au calcul de (K_t) en s'appuyant sur une échelle d'étude permettant un filtrage robuste des données de la surface. Afin de fixer cette échelle d'étude, la longueur critique, telle que définie par El Haddad [El Haddad 1980] (eq. 12) a été utilisée.

Cette hypothèse est supportée par les observations faites sur le comportement en fatigue d'éprouvettes entaillées comme illustrées dans les travaux de Taylor et Wang [Taylor 2000] : pour une entaille de longueur fixée il existe en effet un rayon critique de fond d'entaille au dessous duquel la limite de fatigue n'est plus affectée et reste identique (Figure 7). Et ce rayon critique est égal à la longueur critique a_0 définie par l'équation (12). Ainsi, une « petite » entaille ne peut concurrencer une « grande » entaille en terme d'effet sur la limite de fatigue, même avec un rayon de fond d'entaille plus petit puisque il existe une saturation de l'effet du rayon en dessous d'une valeur critique.

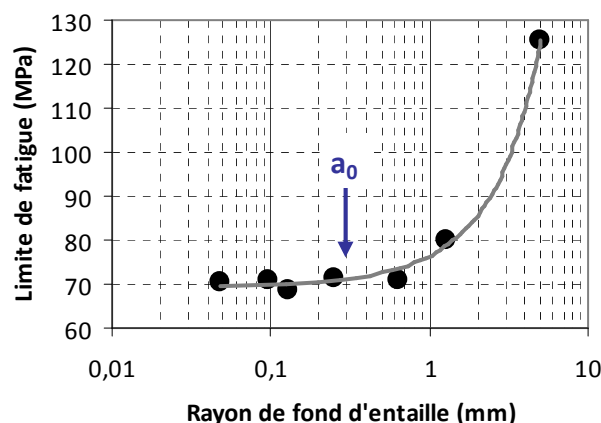


Figure 7 : Résultats expérimentaux de l'influence du rayon de fond d'entaille sur la limite de fatigue d'un acier [Taylor 2000]

On peut donc considérer que seules les longueurs d'onde supérieures à la longueur caractéristique a_0 contenues dans la texture (au sens géométrique) d'une surface sont utiles pour évaluer la modification de comportement en fatigue de la pièce « texturée » par rapport à une pièce polie. La séparation des données du profil de surface en une partie utile au

calcul de K_t et une partie inutile au calcul de K_t peut ensuite s'effectuer en utilisant le principe de séparation des profils classiquement utilisé pour la détermination des profils de rugosité en utilisant par exemple la norme [ISO 4288 1996].

Le principe est d'utiliser un filtre gaussien qui a les propriétés de ne pas produire de distorsion et de ne pas créer de déphasage. La fonction de pondération de ce filtre est définie par l'équation (14). Elle est fonction de la longueur de coupure (L_c).

$$s(x) = \frac{1}{L_c \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}}} e^{-\pi \left(\frac{x}{L_c \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}}} \right)^2} \quad (14)$$

s : fonction de pondération
 x : abscisse du profil
 L_c : longueur de coupure

Dans notre cas, la longueur de coupure de ce filtre est choisie égale à la longueur critique a_0 dont la valeur pour l'alliage étudié est calculée dans le Tableau 5.

ΔK_{th} (MPa \sqrt{m})	$\Delta \sigma_0$ (MPa)	a_0 (μm)
3,1	250	50

Tableau 5 : Longueur critique AA 7010-T7451 (R=0,1)

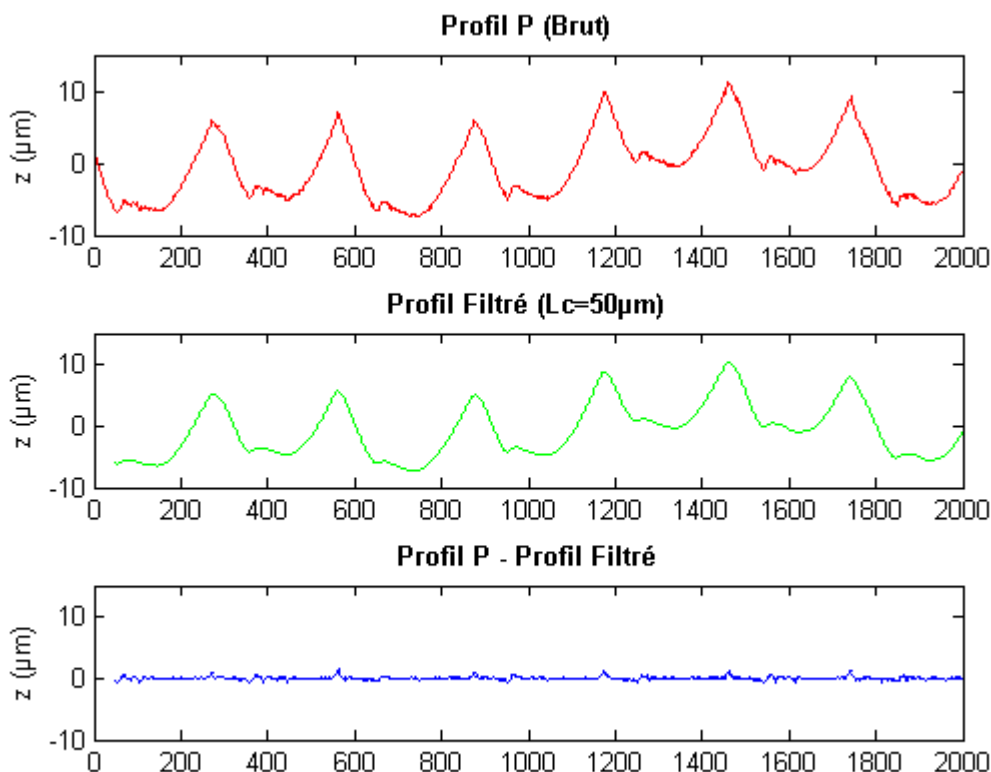


Figure 8 : Exemple de séparation de profils de surface pour le calcul de K_t [Limido 2008]

Un exemple d'utilisation de cette méthode est donné en Figure 8 [Limido 2008]. Le profil brut (en rouge) a été obtenu par mesure (rugosimètre Mahr) d'une surface réalisée par étou

limeur. L'application de la méthode de séparation permet d'obtenir, à partir du profil P, le profil filtré (en vert). Nous pouvons observer que le profil filtré est moins perturbé que le profil brut : les minuscules aspérités ont été éliminées et les rayons en fond de vallées sont moins aigus ce qui autorise à penser que les informations nécessaires à l'évaluation de la modification de la limite de fatigue seront conservées tout en facilitant la modélisation par éléments finis. La différence entre profil brut et profil filtré (en bleu) permet d'illustrer l'information qui n'est pas prise en compte dans notre définition de K_t .

5.2.3. Calcul du K_t local par éléments finis

Le profil filtré ainsi obtenu est ensuite utilisé pour générer la géométrie du modèle éléments finis. Un calcul 2D (hypothèse de déformation plane) linéaire élastique est réalisé en imposant une charge uniforme. Les éléments finis utilisés sont des triangles à interpolation quadratique. La convergence est soit assurée par remaillage adaptatif basé sur un critère a posteriori en énergie [Limido 2008] soit vérifiée a posteriori [Suraratchai 2006] pour une taille de maille de 20 à 30 μm . De manière classique, le coefficient de concentration de contrainte local K_t est déterminé en effectuant le rapport entre la contrainte maximale et la contrainte nominale. Du fait de la régularité des stries d'usinage, cette valeur de K_t est généralement trouvée en différentes vallées de la surface mesurée. Le principe de détermination de K_t est illustré Figure 9.

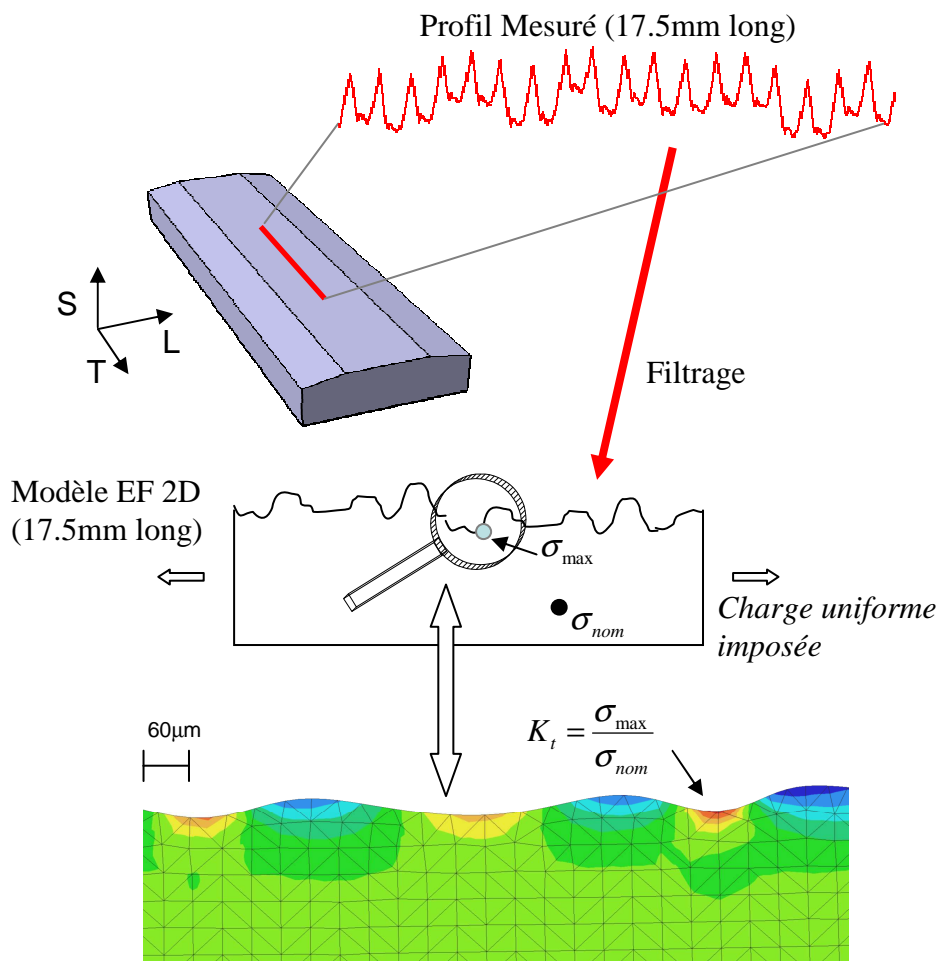


Figure 9 : Principe de détermination du coefficient de concentration de contrainte local K_t par calcul éléments finis

5.3. Prédiction de durée de vie en fatigue

5.3.1. Limite de fatigue

Ce K_t local peut ensuite être intégré dans différents modèles pour prédire la limite de fatigue des éprouvettes usinées. L'un des modèles, tel que nous l'avons décrit dans différents articles, [Limido 2007] [Suraratchai 2008] repose sur la non propagation d'un défaut (ou fissure) initial(e). L'idée proposée ici est plutôt d'utiliser ce K_t local directement à travers une approche type effet d'entaille par la relation suivante :

$$K_{t \text{ local}} = \frac{\sigma_D(\text{polie})}{\sigma_D(\text{rugueuse})} \quad (15)$$

Cette relation peut apparaître, à première vue, comme contraire aux principales approches habituellement développées pour décrire l'effet d'entaille en fatigue et traduites comme nous l'avons vu au §5.1.2. par les équations (6) et (7). Néanmoins, il convient de garder en mémoire que le K_t local de notre étude « contient » déjà l'information « matériau » de par la manière dont il est calculé, en utilisant la longueur caractéristique a_0 comme longueur de coupure du filtre des profils géométriques de surface. L'indice de sensibilité des matériaux à l'effet d'entaille, q , de l'équation (7), qui peut s'exprimer comme nous l'avons vu au §5.1.5 (équations (10) et (11)) par l'intermédiaire de longueurs caractéristiques, est donc directement intégré dans le calcul de K_t utilisé dans la relation (15).

5.3.2. Durées de vie limitées

Pour les durées de vie limitées, l'effet de la rugosité est différent. Il est attribué à la phase de propagation qui représente la plus grande partie de la durée de vie. La rugosité influence la propagation seulement en surface. Ainsi, les propagations de fissure en surface (selon la direction L) et en profondeur (selon la direction S) sont traitées différemment. Dans le cas de fissures semi-elliptiques le facteur d'intensité de contrainte peut être exprimé, selon Newman et Raju [Newman 1984] :

$$K_{I\phi} = f(a, c, \phi, W, t) \sigma \sqrt{\pi a} \quad (16)$$

f : facteur de correction de front de fissure

a : longueur du demi axe court

c : longueur du demi axe long

a : longueur de la fissure initiale

ϕ est l'angle par rapport à l'axe long suivant lequel le calcul de K est effectué

W : largeur de l'éprouvette

t : épaisseur de l'éprouvette

σ : contrainte appliquée

L'expression détaillée de f peut être trouvée dans [Newman 1984]. Il est alors supposé qu'une fissure se propage en surface (c croissant) et en profondeur (a croissant) selon la loi de Paris :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K_{90^\circ})^m \quad \frac{dc}{dN} = C(\Delta K_{0^\circ})^m \quad (17)$$

Où C et m sont des constantes matériaux ($m=3.6$, $C=1.53 \cdot 10^{-11}$ (m/cycle)/(MPa \sqrt{m}) m pour l'alliage considéré dans la présente étude).

La principale hypothèse est alors que la rugosité de surface génère des concentrations de contraintes qui n'affectent que la propagation en surface et les lois de Paris deviennent donc :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K_{90^\circ})^m \quad \frac{dc}{dN} = C(K_t \Delta K_{0^\circ})^m \quad (18)$$

Un calcul itératif est ensuite réalisé et, pour chaque cycle, a et c sont calculés et leur nouvelle valeur sont utilisées pour déterminer ΔK_{90° et ΔK_{0° . La taille de la fissure initiale est choisie égale à la taille d'un grain recristallisé avec un rapport de forme elliptique $a/c=0.5$, en accord avec les observations des surfaces de rupture. Le calcul est interrompu lorsque $a=t$ ou $c=W$ ou $K\phi = K_{IC}$, c'est-à-dire lorsque soit la fissure a propagé selon toute l'épaisseur ou la largeur soit lorsqu'elle est instable. Le nombre d'itérations est alors retenu comme durée de vie en propagation (N_p).

La durée de vie à l'amorçage (N_i) est déduite en effectuant la différence entre la durée de vie totale et la durée de vie en propagation (N_p) en utilisant une courbe de référence (même forme d'éprouvette et même chargement), comme par exemple celle d'une éprouvette polie ayant un K_t égal à 1. Pour chaque niveau de chargement, (N_p) est calculé en utilisant le calcul itératif exposé précédemment avec le coefficient de concentration de contrainte local approprié ($K_t=1$). En supposant que la durée de vie à l'amorçage suit une loi puissance :

$$N_i = \beta(K_t \sigma)^\alpha \quad (19)$$

α et β peuvent être ensuite facilement déterminés ($\beta=8.08$ et $\alpha=9.02E24$) et appliqués à n'importe quelle autre éprouvette (Figure 10).

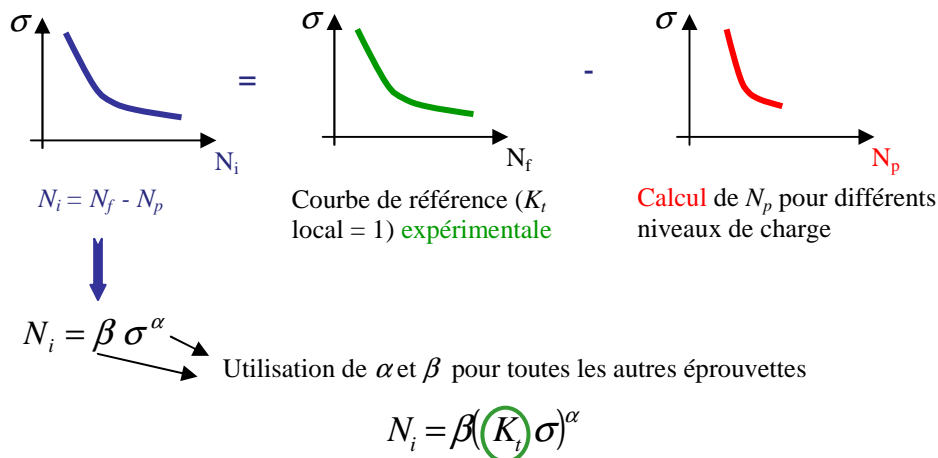


Figure 10 : Principe de détermination de la durée de vie à l'amorçage

Cette méthode de détermination de la durée de vie, que ce soit dans le domaine des grandes ou des faibles durées de vie, fait intervenir de manière forte le coefficient de concentration de contraintes local que nous avons défini.

5.3.3. Synthèse

Le schéma récapitulatif du principe du calcul des prédictions en fatigue est présenté en Figure 11. Notons que les entrées du modèle sont encadrées en jaunes (de part et d'autre de l'encadré central). Nous pouvons ainsi remarquer que K_t intervient dans toutes les phases du calcul de la durée de vie. De plus, précisons que cette méthode a été développée dans le

cadre de l'alliage d'aluminium 7010-T7451 et que sa transposition à d'autres métaux nécessiterait des études spécifiques.

Les données d'entrée du modèle de fatigue pour l'alliage d'aluminium 7010-T7451 sont rassemblées dans le Tableau 6.

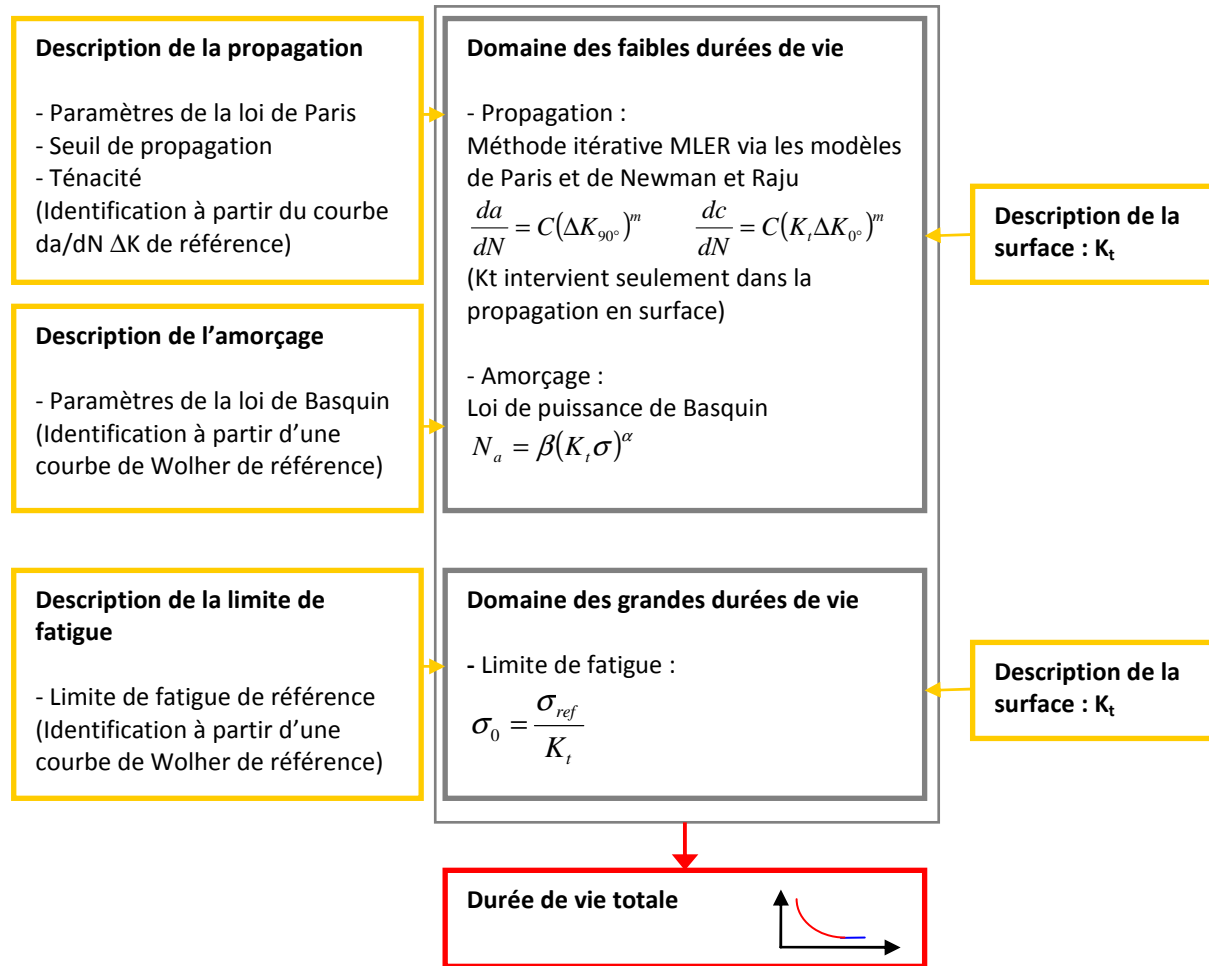


Figure 11 : Principe du calcul des prédictions de fatigue [Limido 2008]

Loi de Paris	Ténacité	Seuil de propagation	Loi de Basquin	Limite de fatigue de référence
C - m	K_{IC}	ΔK_{th}	$\alpha - \beta$	σ_{ref}
1,53E-11 - 3,6	30 MPaVm	3,1 MPaVm	9,02E+24 - 8,08	250 MPaVm

Tableau 6 : Données d'entrée pour le 7010-T7451

5.4. Résultats

Pour chaque éprouvette, le coefficient de concentration de contraintes local K_t caractérisant l'état de surface a été calculé à partir de relevés de profils comme décrit au § 5.2.3. Les valeurs obtenues ont alors été utilisées dans l'équation (15) pour déterminer la limite de fatigue de chaque type d'éprouvette. Pour les durées de vie limitées, le nombre de cycles à rupture est calculé par

$$N_f = N_i + N_p \quad (20)$$

Où N_i est déterminé via Eq. (19) et N_p est estimé par le calcul itératif en utilisant les équations (18).

5.4.1. Eprouvettes « laboratoire »

Pour le premier lot d'éprouvettes (cf.3.2.) constitué essentiellement d'éprouvettes dont les surfaces ont été réalisées à l'étau-limeur, les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux sur la Figure 4. Nous pouvons constater que la modélisation permet de décrire correctement l'ensemble de la courbe de Wolher pour des états de surface aux rugosités très différentes. En particulier, la prédiction est tout à fait cohérente avec les résultats expérimentaux pour les éprouvettes générées par balayage UGV avec une fraise boule. La modélisation choisie est donc capable de rendre compte du fait que cette dernière catégorie d'éprouvette présente une bien meilleure résistance à la fatigue que les éprouvettes UL22 et UL21 alors que sa rugosité R_a est plus élevée (11 μ m comparé à 7 μ m pour les UL2X).

Les résultats de limite de fatigue et de durée de vie limitée concernant les éprouvettes UT sont présentés Figure 12. L'erreur la plus importante est observée pour les éprouvettes UT11 et provient principalement de la limite de fatigue (environ 10%). Dans ce cas, les limites de la modélisation sont peut-être atteintes. En effet, pour de telles éprouvettes dont la direction des stries d'usinage est parallèle à l'axe de chargement, K_t est très faible. De plus, pour ces éprouvettes UT11, les contraintes résiduelles de compression sont particulièrement élevées (cf. Tableau 2). L'hypothèse considérant que l'effet de la texture de surface (au sens de la rugosité) est prédominant comparé aux effets des autres paramètres de surface, peut ne pas être valide dans ce cas et peut conduire à sous estimer la limite de fatigue.

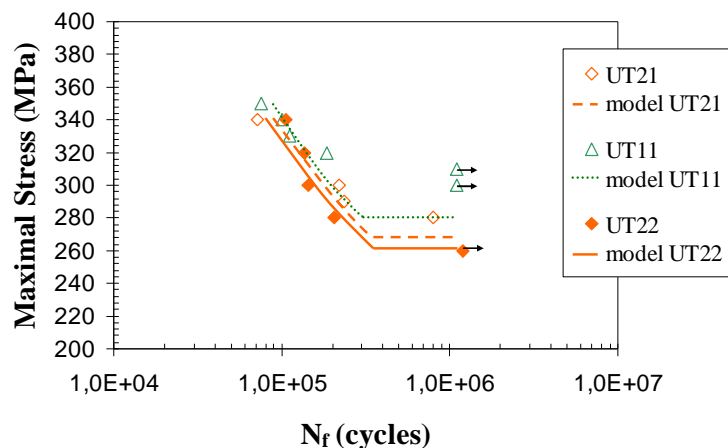


Figure 12 : Durées de vie en fatigue calculées et expérimentales pour les éprouvettes UT

Il convient de noter pour finir que la qualité des prédictions de limite de fatigue par la modélisation proposée dans cette étude se retrouve également dans le cas d'éprouvettes de flexion rotative et de traction compression [Suraratchai 2006]. En outre, la comparaison avec les autres approches présentées dans la littérature (de type Peterson, Neuber ou Murakami, cf §5.1.) montre que les prédictions associées à notre modèle donnent toujours des estimations de limite de fatigue plus proches des résultats expérimentaux [Suraratchai 2006].

5.4.2. Eprouvettes « industrielles » - Validation

Si les résultats du modèle basé sur l'utilisation d'un K_t local calculé par analyse éléments finis d'une topographie de surface mesurée puis filtrée rend bien compte des résultats expérimentaux pour des éprouvettes dont la surface est générée par étiau-limeur et pour deux cas d'usinage grande vitesse (« balayage » et « référence » de la Figure 4), il est nécessaire d'établir la validité de cette approche dans un plus grand nombre de cas plus « industriels » pour lesquels la génération de surface ne conduit pas à un schéma aussi simplifié de stries parallèles. Dans ce but, la méthode a été appliquée à un grand nombre d'éprouvettes et de données de fatigue fourni par Airbus, tout en restant dans le cadre d'essais de flexion quatre points (réalisés directement par Airbus). La surface en tension des éprouvettes a été réalisée par fraisage en bout à grande vitesse selon les conditions présentées au §3.2. (cf. Tableau 3 et Tableau 4) représentatives de configurations d'usinage utilisées en production.

Les essais de fatigue ont été réalisés pour deux cas de chargement correspondant à une sollicitation maximale de 320MPa et 300MPa, pour un rapport de charge 0,1. Après les essais, le profil de surface d'une éprouvette de chaque catégorie a été relevé et le K_t local a ensuite été calculé. Cette valeur de K_t a ensuite été considérée identique pour chaque éprouvette d'une même catégorie. Les Figure 13 et Figure 14 présentent les durées de vie en fatigue prédites et expérimentales respectivement pour des essais avec une contrainte maximale de 320 et 300 MPa. Le modèle donne manifestement des résultats satisfaisants pour les différents types d'éprouvette. La dispersion observée pour les faibles valeurs de K_t peut résulter d'une part, du plus grand nombre d'éprouvettes ayant un faible K_t testées, conduisant ainsi à une dispersion des résultats expérimentaux plus importante, d'autre part du fait que la mesure du K_t n'ayant pas été effectuée sur chaque éprouvette mais une seule, la valeur utilisée dans le modèle n'est pas forcément représentative pour l'ensemble du lot. Ainsi, des modifications de la topographie de surface, même pour des éprouvettes réputées identiques, par exemple dues à l'usure d'outil, ne sont pas prises en compte ou au contraire le sont à mauvais escient.

En conclusion, l'approche développée sur des cas simples d'usinage par étiau-limeur, apparaît également pertinente dans le cas de fraisage industriel UGV.

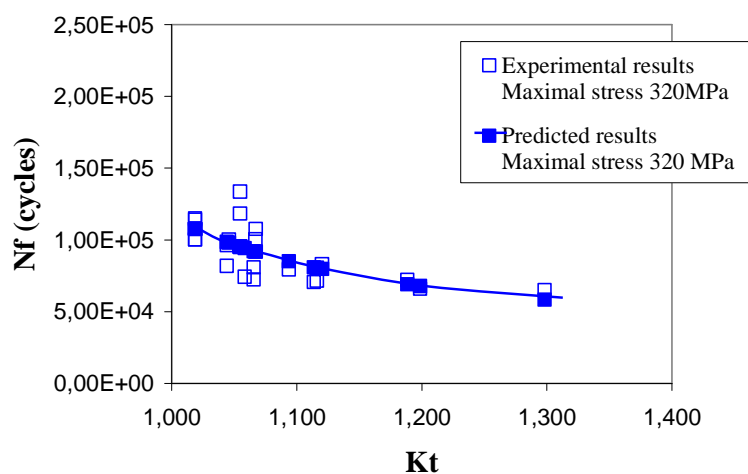


Figure 13 : Durées de vie en fatigue prédites et expérimentales en fonction du K_t local – Contrainte maximale 320MPa

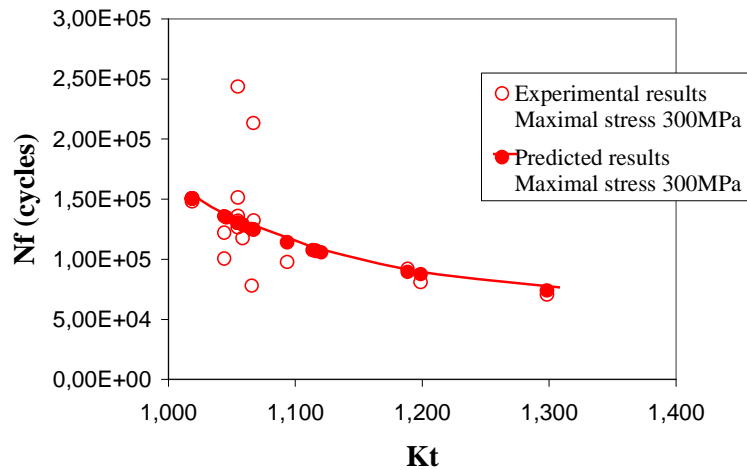


Figure 14 : Durées de vie en fatigue prédites et expérimentales en fonction du K_t local – Contrainte maximale 300MPa

5.5. Conclusion

Pour l'alliage d'aluminium étudié et pour les procédés d'usinage qui ont été investigués, l'influence de l'état de surface usinée sur le comportement en fatigue est due principalement à l'effet de la rugosité. Pour modéliser cet effet, l'approche choisie est de caractériser la topographie de surface d'un point de vue mécanique sans employer les paramètres de rugosité géométriques habituellement utilisés pour la décrire : un coefficient de concentration de contraintes local K_t est calculé par éléments finis à partir de mesures de profils de surface filtrées. Ce coefficient de concentration de contraintes local est ensuite intégré dans deux modèles de fatigue différents pour prédire la limite de fatigue et la durée de vie en fatigue. Outre ce K_t local, ces modèles de fatigue ne requièrent que des données de base sur la propagation en fatigue et une courbe de Wöhler de référence. L'approche complète (mesure de la topographie de surface, détermination de K_t , prédiction de fatigue) fournit un moyen fiable de prédire la résistance en fatigue dans un contexte industriel lorsque les paramètres d'usinage sont modifiés, sans qu'il soit nécessaire de refaire des essais pour qualifier ces nouveaux paramètres d'usinage. Ainsi, la méthode développée peut très facilement être utilisée en tant qu'outil de contrôle permettant de vérifier qu'une surface produite est en accord avec les objectifs de fatigue : il suffit de mesurer des profils de surface à l'aide de rugosimètres classiques (comme cela est déjà fait actuellement pour caractériser les habituels R_a , R_t ,...) et d'y associer un filtrage et un calcul éléments finis (quasiment instantané) qui fournit le K_t . Un calcul itératif de quelques minutes permet ensuite d'y associer une courbe de Wöhler.

6. De la gamme d'usinage à la résistance en fatigue

L'étape suivante, afin d'obtenir un outil prédictif complet liant directement les paramètres d'usinage à la résistance en fatigue, est d'être capable de prédire la surface en termes de topographie à partir de paramètres d'usinage. Une fois cette surface prédite, l'application de la méthode précédente non plus à une surface réelle mais à une surface virtuelle permettra d'obtenir les informations quant au comportement en fatigue.

6.1. Modélisation de la génération de surface

Cette partie du travail a été réalisée par Jérôme Limido lors de sa thèse [Limido 2008]. Bien que n'étant pas intervenue dans l'encadrement de ce travail, j'en présente ici rapidement le principe pour la compréhension et l'intérêt global du modèle complet.

Le principe sur lequel repose l'approche développée est présenté Figure 15 et se base sur le modèle développé par Altintas et al. [Lee 1996]. Ce modèle relie l'épaisseur du copeau aux efforts de coupe par l'intermédiaire de coefficients de coupe qui sont obtenus expérimentalement par des séries d'essais de coupe orthogonale. Dans la présente étude, il a été choisi de remplacer ces essais de coupe par des essais numériques 2D utilisant un modèle SPH (Smoothed Particle Hydrodynamics). De plus, l'épaisseur de copeau est calculée au moyen d'un algorithme d'intersection Z-Map. Enfin, l'interaction entre le calcul des efforts de coupe et la construction de la surface est introduite. La flexion de l'outil, qui peut fortement influencer la topographie de surface, est donc prise en compte.

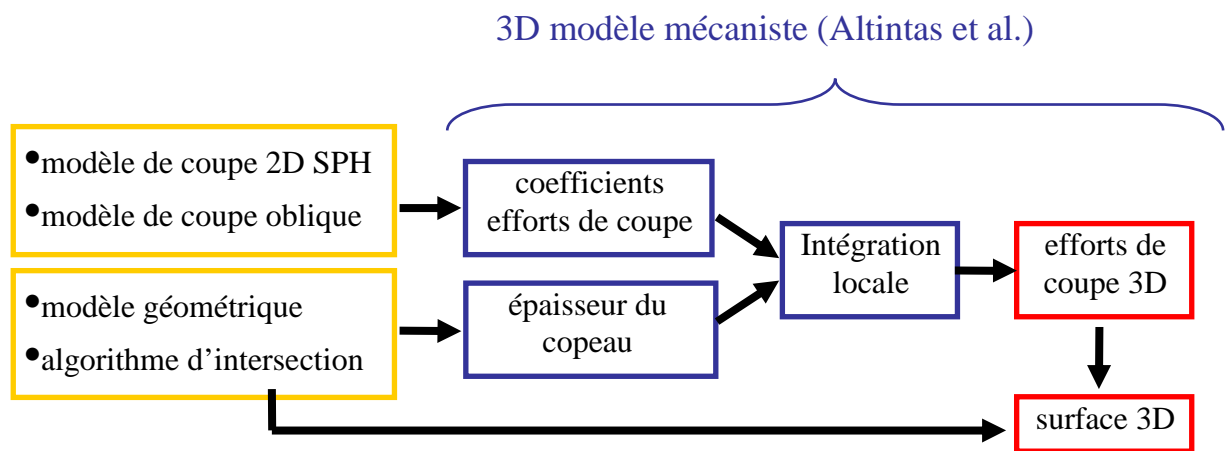


Figure 15 : Principe de modélisation d'une surface usinée

6.1.1. Modélisation SPH 2D

Les calculs ont été effectués par une méthode SPH (Smoothed Particle Hydrodynamics) dans le code LS-Dyna. La méthode SPH est une méthode sans maillage qui propose la discrétisation spatiale suivante : les points ou particules sont caractérisés par une masse et une sphère d'influence dans laquelle les interactions avec les particules voisines sont pondérées par des fonctions. L'utilisation de cette méthode pour simuler la coupe offre de nombreux avantages : les grandes déformations sont facilement gérées (pas besoin de remaillage), la séparation copeau/pièce est « naturelle » et le frottement est implicitement pris en compte par l'interaction des particules. Le coefficient de frottement n'est donc pas utilisé comme paramètre d'ajustement, comme c'est généralement le cas dans les modèles éléments finis plus classiques. La validation de cette approche a été menée pour des coupes orthogonales 2D en comparant les résultats numériques aux résultats expérimentaux en termes de morphologie de copeau et d'efforts de coupe [Limido 2007b].

6.1.2. Coefficients de coupe

Afin de déterminer les coefficients de coupe qui sont nécessaires au modèle d'Altintas, l'influence de l'avance sur les efforts de coupe et d'avance a été étudiée avec le modèle SPH précédent. Un exemple des résultats obtenus pour un alliage de titane est présenté Figure 16. Les quatre coefficients de coupe orthogonale sont ainsi déduits de ces deux courbes. Dans le

cas du fraisage, les conditions de coupe ne sont pas orthogonales mais obliques. Une transformation empirique classique [Shaw 2002] permet ensuite de passer aux six coefficients de coupe oblique. Ces coefficients sont fonction de l'angle entre la vitesse de l'outil et l'arête de coupe. Il est ainsi possible de calculer les efforts en fonction des conditions locales de coupe 3D.

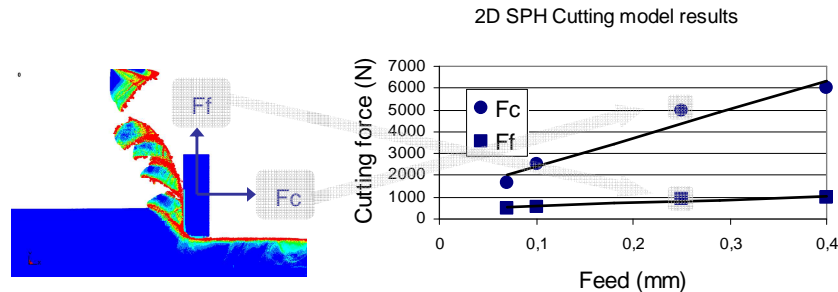


Figure 16 : Résultats SPH : influence de l'avance sur les efforts de coupe

6.1.3. Modélisation de l'intersection outil/pièce

La dernière donnée à déterminer pour utiliser le modèle d'Altintas est l'épaisseur locale du copeau. Une approche Z-Map a été choisie car elle s'applique à une grande diversité de types de fraisage. Cette méthode est basée sur une représentation vectorielle de la pièce. A chaque étape de rotation, le passage de l'arête de l'outil coupe un certain nombre de vecteurs à une certaine hauteur. De cette manière, il est possible de déterminer la texture 3D de la surface usinée ainsi que les conditions locales de coupe. Ce modèle a été développé dans le cadre d'une avance d'outil statique et idéale. Néanmoins, la prise en compte des défauts caractéristiques de l'outil est nécessaire. En effet, ces défauts, s'ils ont un faible impact sur le procédé (efforts de coupe), sont beaucoup plus influents du point de vue de la texture de la surface usinée. Le modèle implémenté tient donc compte des défauts axiaux, radiaux et d'excentricité de la fraise.

La validation de ce modèle a été réalisée dans des cas de fraisages hémisphériques. La Figure 17 montre le bon accord entre surface numérique et surface expérimentale mesurée. Il convient de noter qu'avec ce modèle, il est possible de reconstruire des surfaces générées avec des fraises de formes différentes.

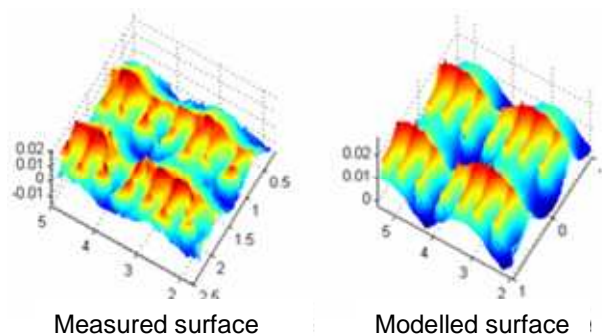


Figure 17 : Modélisation de la génération de surface : comparaison surface modélisée/surface réelle

6.1.4. Efforts de coupe

Le modèle d'Altintas propose de discrétiser l'arête de coupe en une série d'arêtes élémentaires. L'effort de coupe total est alors la somme de tous les efforts de coupe de ces

arêtes élémentaires. Ces efforts de coupe élémentaires sont obtenus en multipliant l'épaisseur de copeau élémentaire (fournie par la modélisation du paragraphe précédent) par les coefficients de coupe obtenus à partir des simulations 2D SPH (§ 6.1.2.). Un exemple de la validité des résultats ainsi obtenus est présenté Figure 18 qui compare des résultats expérimentaux issus de la littérature [Lee 1996] aux résultats du présent modèle dans le cas de fraisage hémisphérique d'un alliage de titane.

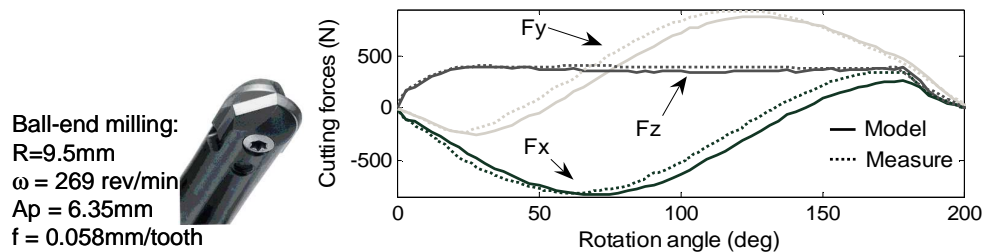


Figure 18 : Comparaison des efforts de coupe expérimentaux et calculés (fraisage hémisphérique)

6.1.5. Synthèse

La modélisation de la génération de surface à partir de la gamme d'usinage réalisée par Jérôme Limido lors de sa thèse [Limido 2008] est récapitulée Figure 19.

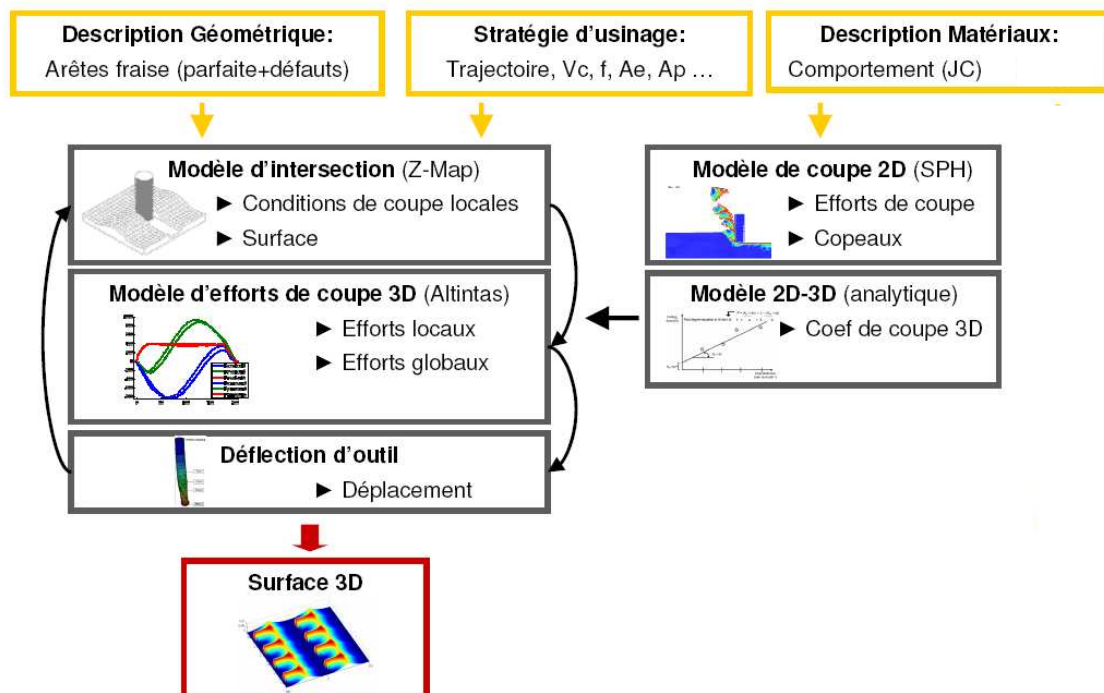


Figure 19 : Récapitulatif de la modélisation de génération de surface par Limido [Limido 2008]

Les entrées, encadrées en jaune, sont constituées de la stratégie d'usinage, de la description géométrique de l'outil (tenant éventuellement compte de ses défauts) et d'une loi de comportement matériau (ici, de type Johnson-Cook). L'intérêt de l'approche mise en œuvre réside dans une limitation très importante du nombre d'essais à réaliser pour obtenir

des efforts de fraisage. En effet, l'utilisation du modèle SPH 2D peut même permettre de supprimer toutes les phases expérimentales si les paramètres du modèle Johnson-Cook sont connus pour le matériau considéré. Les principales limites de l'approche proposée sont liées à la précision du modèle et aux hypothèses simplificatrices faites : pièce rigide, usure nulle pendant la coupe, épaisseur de copeau minimum nulle, arête rapportée nulle, coupe stable macroscopiquement et parfaite.

La surface 3D « numérique » obtenue en sortie peut ensuite être utilisée comme l'était la surface réelle d'une éprouvette pour permettre le calcul de la durée de vie en fatigue, tel que développé au §5.3.

6.2. Prédiction de la durée de vie en fatigue à partir des gammes d'usinage

6.2.1. Démarche

Grâce aux deux outils présentés précédemment, qui permettent d'une part de prédire la durée de vie en fatigue à partir d'une surface usinée et d'autre part, de prédire une topologie de surface à partir des paramètres d'usinage, il est possible de prédire directement la durée de vie en fatigue d'une éprouvette usinée à partir de la gamme d'usinage utilisée pour la réaliser. Il s'agit « simplement » de remplacer la mesure du profil de la surface réelle par celle de la surface virtuelle en enchainant les calculs comme présenté dans le schéma présentant la démarche complète sur la Figure 20.

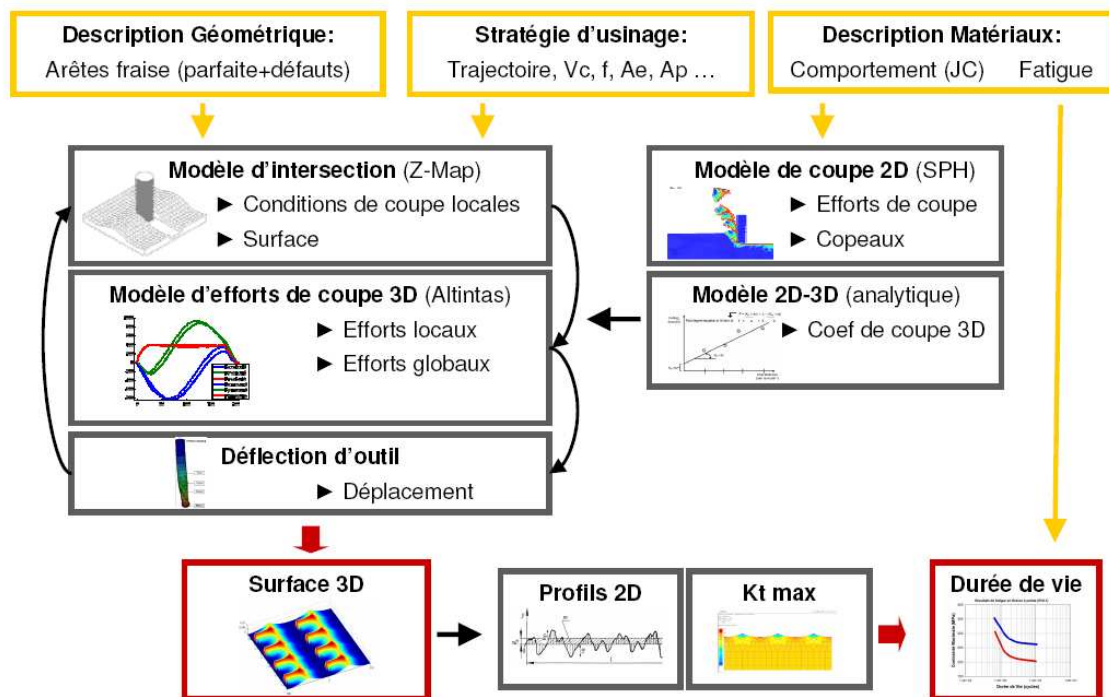


Figure 20 : Démarche complète du modèle de prédiction de durée de vie à partir des gammes d'usinage [Limido 2008]

6.2.2. Validation du modèle numérique complet en application UGV

Les cas de validation utilisés pour vérifier la validité de la modélisation du calcul des durées de vie de surfaces fraisées (§5.4.2.) ont été repris en utilisant le modèle numérique complet de la Figure 20. La texture de surface devient donc une inconnue à déterminer par la modélisation précédente (§6.1.).

Les cas de références sont donc ceux définis Tableau 3 et Tableau 4. Deux fraises de la famille des fraises à rayon ou à bout torique sont étudiées (Tableau 3). Le relevé précis par rugosimètre 3D de la géométrie des arêtes de coupe a montré que le bout de ces fraises ne peut pas être décrit par un arc de cercle. Ces fraises ne sont donc pas parfaitement toriques mais leur géométrie étant strictement confidentielle, les détails ne seront pas exposés ici. Il convient de noter cependant que les défauts géométriques et les défauts de montage de ces fraises correspondant exactement aux cas étudiés n'ont pas pu être mesurés. Des valeurs moyennes ont donc été utilisées pour réaliser les calculs.

Les résultats du modèle complet sont présentés Figure 21 où ils sont comparés aux durées de vie en fatigue obtenues par Airbus lors d'essais à une contrainte maximale de 320 MPa. Les durées de vie obtenues directement à partir des paramètres d'usinage sont correctement prédites avec une erreur maximale de 15% par rapport aux essais. L'erreur est donc du même ordre de grandeur que celle obtenue dans la prédiction des durées de vie à partir de surfaces réelles mesurées. Le modèle de prédiction de la surface développé par J. Limido [Limido 2008] permet donc d'obtenir des données suffisamment précises pour la prédiction de la durée de vie. C'est un aspect intéressant car les résultats du modèle complet ont été obtenus pour des valeurs moyennes de défauts d'outil (géométriques et de montage) et non pas pour des valeurs mesurées. Cela signifie que les tolérances actuelles concernant la géométrie des fraises et leur montage permettent de garantir de bons résultats de prédiction du modèle complet utilisant des valeurs moyennes de défauts.

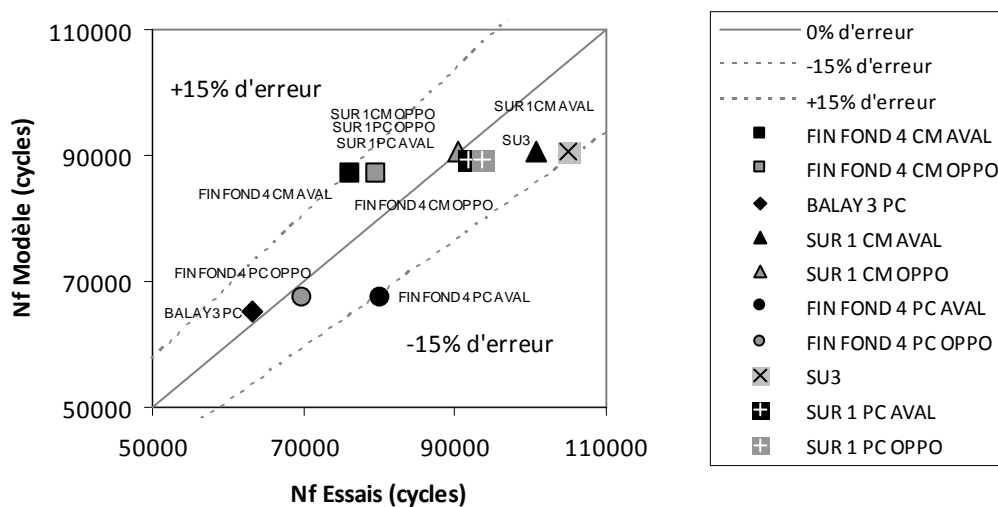


Figure 21 : Comparaison des durées de vie en fatigue expérimentales et des durées de vie issues du modèle numérique complet (contrainte maximale 320MPa) [Limido 2008]

Il apparaît sur la Figure 21 que sept cas présentent des durées de vie très proches de 90000 cycles. Cela est principalement dû aux conditions de coupe qui dans ces cas génèrent des surfaces idéales très semblables, dont les rugosités sont très faibles ($Ra < 0,8 \mu m$). Tous ces calculs ont été effectués avec les mêmes paramètres de défauts moyens alors qu'expérimentalement les défauts changent pour chaque série d'éprouvettes réalisées. Or, ces changements peuvent influencer sur la texture de surface et donc sur la durée de vie. J. Limido [Limido 2008] a évalué numériquement l'influence des paramètres de défaut sur la durée de vie : dans certains cas, une variation de la durée de vie d'environ 15% est observée entre le cas défauts minimums et le cas défauts maximums. Notons qu'il est aussi possible

que pour ces textures très lisses les contraintes résiduelles jouent un rôle moins négligeable. Il faudrait sûrement considérer cet aspect dans le cas où une prédiction plus fine est nécessaire.

6.3. Vers l'optimisation de l'usinage grande vitesse par rapport à la durée de vie en fatigue

Le modèle numérique complet permet donc, dans le cas du fraisage grande vitesse en bout de l'alliage d'aluminium 7010, d'obtenir correctement les tendances de l'influence des conditions de coupe sur la durée de vie de la pièce usinée. Dans cette nouvelle partie, il est proposé d'exploiter le caractère prédictif du modèle complet pour faire un premier pas vers l'optimisation des paramètres de coupe par rapport à la durée de vie en fatigue.

6.3.1. Prédiction des paramètres optimaux par rapport à la durée de vie en fatigue

Les cas d'études choisis concernent le fraisage par une fraise hémisphérique d'un modèle classique (marque Sandvik) utilisé pour des applications UGV dans le cas d'alliages d'aluminium. La référence du corps de l'outil est : R216F-16A16S-032 et celle de la plaquette est : R216F-1640E-L. La plaquette est en carbure de tungstène et constitue en une seule pièce les deux arêtes de coupe de la fraise. En ce qui concerne les conditions de coupe, le choix s'est porté sur l'étude de l'influence de l'avance à la dent et du décalage par passe sur la « rugosité » de la surface ainsi que sur la tenue en fatigue. La stratégie d'usinage et les plages de conditions de coupe analysées sont présentées

Figure 22.

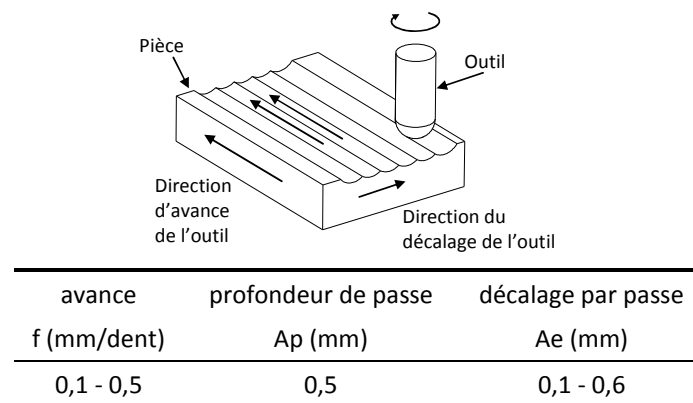


Figure 22 : Stratégies d'usinage étudiées [Limido 2008]

Le cas de charge en fatigue étudié correspond à une charge maximale de 300MPa avec un rapport de charge $R=0,1$.

Le modèle complet présenté ci-dessus (§ 6.2.) a été mis en œuvre. Trois informations principales peuvent être exploitées en sortie : la texture 3D de la surface, les efforts de coupe et la durée de vie.

La Figure 23 présente l'influence des paramètres de coupe sur la texture de surface par l'intermédiaire des hauteurs maximales de crêtes. La Figure 24 montre quant à elle les résultats de durées de vie en fatigue en fonction des paramètres de coupe.

En comparant ces deux figures, il apparaît que les hauteurs de crête maximales suivent la même évolution que les durées de vie si le décalage par passe est inférieur à 0,3mm. Par contre dès lors que le décalage par passe choisi est supérieur à 0,3mm, la texture de surface

n'est plus un indicateur de l'évolution de la durée vie. Cela permet de retrouver numériquement un résultat intéressant déjà évoqué : les paramètres classiques purement géométriques (R_a , hauteur maximale de crête, ...) ne sont pas des indicateurs fiables de la durée de vie.

Concernant l'influence du décalage par passe (A_e) sur la durée de vie en fatigue, il semble que passé un certain seuil (qui dépend de l'avance), l'augmentation de A_e n'induit pas une diminution de la durée de vie. Par exemple, pour une avance de 0,3mm/dent, au delà d'une valeur de décalage par passe d'environ 0,3mm, la durée de vie n'évolue pratiquement plus. Notons que J. Limido a montré que ceci était encore vérifié pour un décalage par passe supérieur à 0,6mm ($f=0,3\text{mm/dent}$ et $A_e=0,8\text{mm}$) [Limido 2008]. C'est un aspect intéressant car l'augmentation du décalage par passe permet de réduire la durée de l'usinage. De plus, notons que les règles d'usinage Airbus actuelles considèrent les conditions de coupe $f=0,3\text{mm/dent}$ $A_p=0,5\text{mm}$ $A_e>0,5\text{mm}$ invalides.

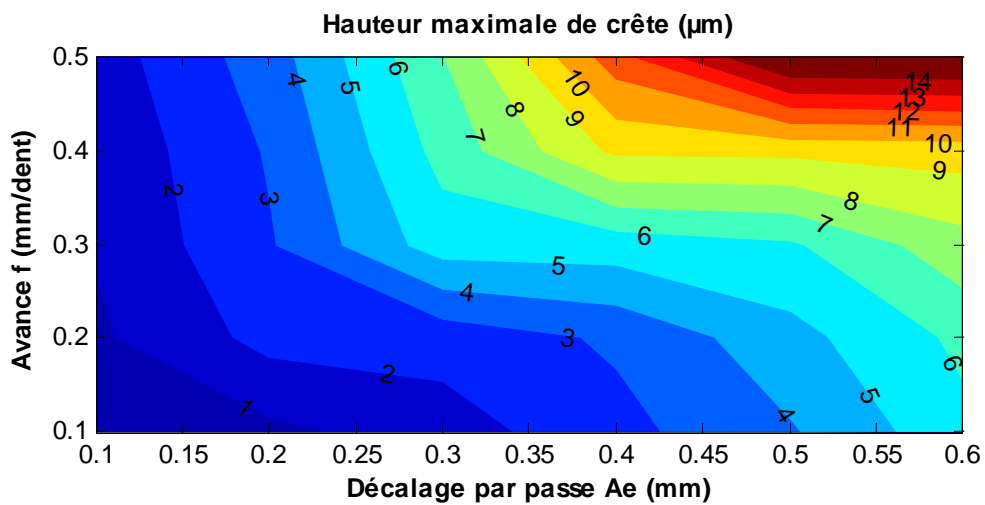


Figure 23 : Résultat du modèle numérique complet : hauteur maximale de crête [Limido 2008]

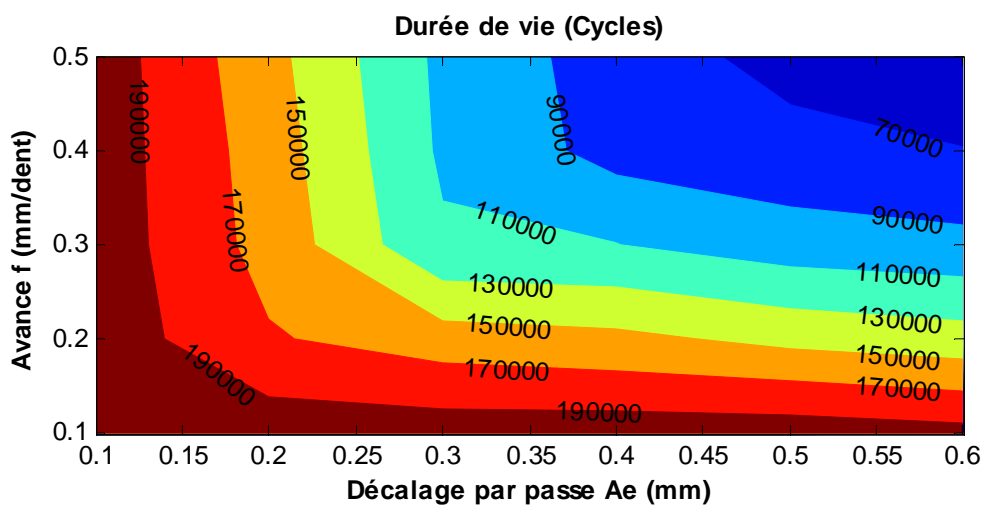


Figure 24 : Résultat du modèle numérique complet : durée de vie en fatigue [Limido 2008]

Sur la base de ces résultats il est donc possible de déterminer les paramètres de coupe optimaux qui permettent d'obtenir par exemple une durée de vie d'environ 100000 cycles. Il existe de nombreuses solutions possibles. Parmi ces solutions, deux conditions ont été choisies, en dehors des règles d'usinage Airbus, afin de valider ces résultats numériques : $f=0,3\text{mm/dent}$, $A_e=0,35\text{mm}$ et $f=0,3\text{mm/dent}$, $A_e=0,8\text{mm}$.

6.3.2. Validation expérimentale

La validation expérimentale s'est effectuée en deux phases : la réalisation des éprouvettes et les essais de flexion quatre points.

L'usinage de la surface en tension des éprouvettes a été réalisé en collaboration avec le LAMEFIP de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers (ENSAM) de Bordeaux et en particulier avec Daniel Géhin et Mohammed Nouari.

Les essais de fatigue associés aux conditions de coupe $f=0,3\text{mm/dent}$ $A_p=0,5\text{mm}$ $A_e=0,5\text{mm}$ et $f=0,3\text{mm/dent}$ $A_p=0,5\text{mm}$ $A_e=0,8\text{mm}$, ont été réalisés afin de vérifier que d'une part les solutions « optimales » déterminées permettent bien d'obtenir une durée de vie d'environ 100000 cycles et que d'autre part, l'augmentation du décalage par passe (au-delà d'un certain seuil) n'induit pas une chute importante de la durée de vie. Pour chaque condition de coupe, cinq éprouvettes ont été réalisées et cyclées en flexion 4 point, à une fréquence de 20 Hz, un rapport de charge $R=0,1$ et une charge maximale de 300MPa.

Les résultats d'essais sont comparés en Figure 25 et Figure 26 aux résultats numériques issus du modèle complet. Les résultats expérimentaux présentés sont la valeur moyenne des cinq éprouvettes identiques associées à chaque condition de coupe. Les tendances expérimentales sont correctement représentées par le modèle. Ainsi, les principaux résultats obtenus initialement à partir du modèle sont vérifiés expérimentalement : l'augmentation du décalage par passe de 0,5 à 0,8 mm (dans le cas étudié), n'induit pas de variation importante de la durée de vie alors que la hauteur maximale de crête est quasiment multipliée par deux.

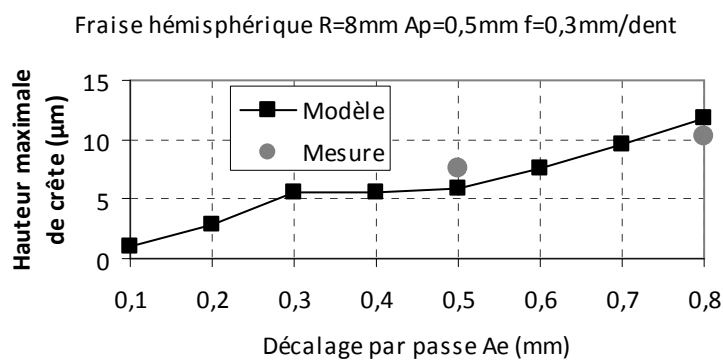


Figure 25 : Comparaison essais/modèle de la hauteur maximale de crête [Limido 2008]

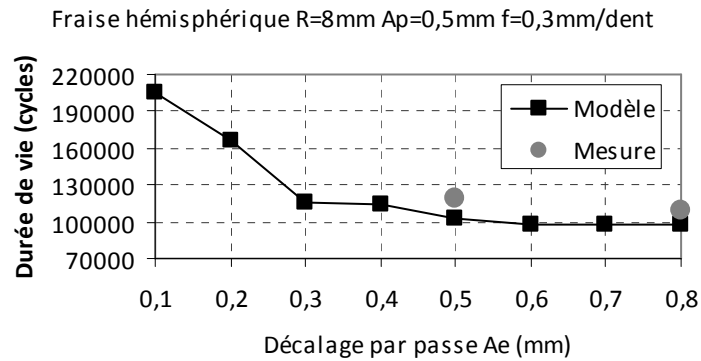


Figure 26 : Comparaison essais/modèle de la durée de vie [Limido 2008]

L'exploitation du modèle numérique complet dans le cadre d'un problème d'optimisation donne donc des résultats intéressants en donnant une bonne estimation des tendances. Ce n'est encore qu'un premier pas vers l'optimisation des paramètres de coupe par rapport à la durée de vie. Pour envisager une application industrielle, il serait nécessaire de prendre en compte dans l'optimisation des aspects comme par exemple l'usure de l'outil ou la stabilité de la coupe. Ce sont des voies possibles pour de futurs travaux.

6.4. Conclusion

La modélisation de la génération de surface par usinage réalisée par J. Limido permet, à partir des paramètres d'usinage, de prédire la topologie 3D de surfaces usinées. La liaison entre le modèle de génération de surface et le modèle d'influence de la rugosité sur la fatigue (§ 5) s'effectue très simplement puisque les profils extraits de la texture 3D prédite par le modèle de génération de surface deviennent des entrées du modèle de fatigue. Cette étape importante permet de s'affranchir d'un grand nombre de phases expérimentales.

La validation du modèle complet a été réalisée sur des cas d'usinage grande vitesse de type fraisage en bout. Des cas représentatifs des conditions d'usinage actuellement utilisées par Airbus ont été choisis comme référence. L'écart maximal entre durées de vie en fatigue expérimentales et déterminées par le modèle complet (ie sans « mesure » expérimentale de topographie) est de 15%. Ces résultats satisfaisants, couplés aux peu nombreuses et peu coûteuses phases expérimentales nécessaires à l'identification des paramètres constituant les entrées du modèle numérique complet, permettent d'envisager l'exploitation de cette approche dans le cadre d'optimisation de coupe par rapport à la durée de vie. Un premier pas vers cette optimisation a été réalisé : une soixantaine d'essais numériques ont ainsi été effectués afin de déterminer les conditions de coupe optimales pour atteindre une durée de vie donnée avec un outil donné. Des essais associés à ces conditions de coupe ont validé cette approche en confirmant les durées de vie prédites, pour des conditions de coupe en dehors des conditions considérées comme « admissibles » par Airbus.

Par cette première étude sur l'optimisation, il a donc été montré qu'il est possible d'utiliser le modèle complet afin de déterminer numériquement les configurations d'usinage les plus judicieuses par rapport à la durée de vie en fatigue. Cela représente une réelle avancée par rapport aux méthodes actuelles entièrement basées sur l'expérience. En effet, l'utilisation du modèle numérique rend envisageable une évolution plus souple des gammes d'usinage par rapport à la fatigue. Néanmoins, il est évident que pour réaliser une réelle optimisation, d'autres critères tels que la durée de vie de l'outil ou la stabilité de la coupe seraient à prendre en compte.

7. Conclusion générale

L'objectif principal de cette étude était de créer un lien entre les paramètres d'usinage et la durée de vie des pièces usinées en alliage d'aluminium 7010-T7451. Dans ce but, l'approche choisie a été de décomposer le problème en deux grandes parties : une première partie permettant d'identifier le ou les paramètres des surfaces usinées gouvernant le comportement en fatigue et modélisant son (leurs) effet (s) ; une deuxième partie menant à la prédiction de la surface usinée au travers de ce(s) paramètre(s) prépondérant(s) à partir des gammes d'usinage. Ces deux parties ont été développées grâce aux travaux de thèse de M. Suraratchai et J. Limido et ont été validées de manière indépendante pour ensuite être intégrées afin de répondre à l'objectif principal.

La première partie a ainsi montré que dans les conditions explorées et pour l'alliage en question, le rôle de la rugosité (et plus précisément, du profil géométrique de la surface) était prépondérant dans les interactions surface/fatigue. En regard des différentes approches de la littérature pour rendre compte de ce phénomène, une modélisation de l'effet de la rugosité sur le comportement en fatigue a donc été proposée dans la première thèse puis enrichie dans la deuxième thèse. Ainsi, un coefficient de concentration de contraintes local (K_t local) a été défini et utilisé pour prédire la durée de vie de l'alliage étudié à partir d'une simple mesure de profil de surface.

Connaissant le paramètre de surface influent du point de vue fatigue, l'objectif de modélisation de la génération de surface s'est donc orienté vers ce paramètre. A partir des données matériaux, de la stratégie d'usinage et de la géométrie de l'outil de coupe, la modélisation s'est focalisée sur l'obtention d'une surface 3D. Enfin, en utilisant cette surface modélisée comme une surface réelle, l'application du modèle reliant le profil géométrique de surface à la durée de vie en fatigue a permis d'étudier directement l'influence des paramètres d'usinage sur la durée de vie en fatigue, sans campagne d'essais de fatigue supplémentaire, ouvrant la voie vers une optimisation du triangle usinage – matériau – fatigue.

Références

- [Alam 1998] Alam A.M., Influence de gammes de tournage sur l'état de surface et la fatigue en endurance limitée d'un acier de construction; Thèse de Doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, France, (1998)
- [Andrews 2000] Andrews S, Sehitoglu H. A computer model for fatigue crack growth from rough surfaces. *Int Jnl Fatigue*; 22; pp. 619-630, (2000).
- [Arola 1999] Arola D, Ramulu M. An examination of the effects from surface texture on the strength of fiber-reinforced plastics. *J. Compos Mater*; 33(2); pp.101-86 (1999)
- [Arola 2002] Arola D, Williams CL. Estimating the fatigue stress concentration factor of machined surfaces. *Int Jnl Fatigue*; 24; pp. 923-930 (2002)
- [As 2005] As SK, Skallerud B, Tveiten BW, Holme B. Fatigue life prediction of machined components using finite element analysis of surface topography. *Int Jnl Fatigue*; 27; pp.1590-1596 (2005)
- [As 2008] As SK, Skallerud B, Tveiten BW. Surface roughness characterization for fatigue life predictions using finite element analysis. *Int Jnl Fatigue*; 30; pp.2200-2209 (2008)
- [Batalha 2007] Batalha G.F., Delijaicov S., Aguiar J.B., Bordinassi E.C., Stipkovic Filho M., Residual stresses modelling in hard turning and its correlation with the cutting forces. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*; 24 (1); pp.350-356 (2007)
- [Belgasim 2010] Belgasim O., El-Axir M.H., Modeling of residual stresses induced in machining aluminum magnesium alloy (Al-3Mg), *Proceedings of the World Congress on Engineering 2010, Vol. II, June 30 – July 2, London, UK, (2010)*
- [Bellet 2006] Bellet D., Taylor D., The effect of crack shape on the fatigue limit of three-dimensionnal stress concentrations. *Int Jnl Fatigue*; 28 (2); pp.114-123 (2006)
- [Ben Fathallah 2008], Ben Fathallah B., Ben Fredi N., Braham C., Sidhom H., Rôle du type de meule et du mode de lubrification dans l'intégrité en fatigue flexion des surfaces rectifiées en acier à outil EN X160CrMoV12. *JSTMM'08, Monastir, Tunisie, November 14-15, pp.13-20 (2008)*
- [Boukharouba 1995] Boukharouba T., Tamine T., Niu L., Chehimi C., Pluvinage G., The use of notch stress intensity factor as a fatigue crack initiation parameter. *Eng. Fract. Mech.*, 52 (3), pp.503-512, (1995)
- [Capello 2005] Capello E., Residual stresses in turning PartI : influence of process parameters. *Journal of Materials Processing Technology*; 160; pp.221-228 (2005)

[Cherouat 2008] Cherouat A., Borouchaki H., Laug P., Remaillage adaptatif pour la simulation de la formation et de la segmentation de copeaux en usinage de structures massives, JSTMM'08, Monastir, Tunisie, November 14-15, pp. 181-189 (2008)

[Chieragatti 2006] Chieragatti R, Surarachai M, Mabru C, Espinosa C, Vergnes V. Procédés de caractérisation de la tenue en fatigue d'une pièce à partir de son profil de surface. French Patent n°0650793, (2006).

[De Micheli 2008] De Micheli P.O., Mocellin K., High speed machining simulations using a new explicit formulation with linear tetrahedral elements, JSTMM'08, Monastir, Tunisie, November 14-15, pp. 123-130 (2008)

[Denkena 2008] Denkena B., Boehnke D., de Leon L., Machining induced residual stress in structural aluminium parts. *Prod. Eng. Res. Devel.*; 2 (3); pp.247-253 (2008)

[El Haddad 1980] El Haddad MH, Dowling NF, Topper TH, Smith KN. J integral applications for short fatigue cracks at notches. *Int J Frac*; 16(1); pp.15-24 (1980).

[Flavenot 1983] Flavenot J.F., Skalli N., Fatigue strength estimation incorporating residual stresses, *Annals of the CIRP*; 32 (1); pp.475-479 (1983)

[Geng 2008] Geng G.S., Xu J.H., Surface integrity and fatigue property of a high speed milled titanium alloy. *Advanced Materials Research*; 53-54; pp. 305-310 (2008)

[Ghanem 2002] Ghanem F., Braham C., Fitzpatrick M.E., Sidhom H., Effect of near-surface residual stress and microstructure modification from machining on the fatigue endurance of a tool steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*; 11(6); pp. 631-639 (2002)

[Guo 2009] Guo Y.B., Li W., Jawahir I.S., Surface integrity characterization and prediction in machining of hardened and difficult-to-machine alloys : a state-of-art research review and an analysis. *Machining Science and Technology*; 13; pp. 437-470 (2009)

[Hauk 1987] Hauk V., Non-destructive methods of measurement of residual stresses. *Adv. Surface Treatments Technol. Appl. Effects*; 4; pp. 251-302 (1987),.

[ISO 4288 1996] Spécification géométrique des produits (GPS) - Etat de surface : méthode du profil – Règles et procédure pour l'évaluation de l'état de surface, (1996)

[Jablonski 2008] Jablonski F., Varvarikes J., Prediction of fatigue limits of surface-hardened steel with regard to mean stresses and residual stresses – A comparison. *Materials Science and Engineering A*; 483-484, pp. 440-443 (2008)

[James 2007] James M.N., Hughes D.J., Chen Z., Lombard H., Hattingh D.G., Asquith D., Yates J.R., Webster P.J., Residual stresses and fatigue performance. *Engineering Failure Analysis*; 14; pp.384-395, (2007)

- [Jang 1990] Jang D.Y., Seireg A.A., A model for predicting residual stresses in metal cutting. Proceedings of Japan Int Tribology Conf. Nagoya. pp. 439-444, (1990)
- [Javidi 2008] Javidi A., Rieger U., Eichlseder W., The effect of machining on the surface integrity and fatigue life. International Journal of Fatigue; 30; pp.2050-2055 (2008)
- [Karpat 06] Karpat Y., Ozel T., An integrated analytical thermal model for orthogonal cutting with chamfered tools, Transactions of North American Manufacturing Research Institute; 34; pp. 9-16, (2006)
- [Lanning 2005] Lanning DB., Nicholas T., Palazatto A., The effect of notch geometry on critical distance high cycle fatigue predictions. Int. J. Fatigue, 27, pp.1623-1627, (2005)
- [LaRue 2007] LaRue J.E., Daniewicz S.R., Predicting the effect of residual stress on fatigue crack growth. International Journal of Fatigue, 29 (3); pp. 508-515 (2007)
- [Lazzarin 1997], Lazzarin P., Tovo R., Meneghetti G., Fatigue crack initiation and propagation phases near notches in metals with low notch sensitivity. Int. J. Fatigue; 19; pp. 647-657, (1997)
- [Lee 1996] P. Lee, Y. Altintas, Prediction of ball-end milling forces from orthogonal cutting data, International Journal of Machine Tool Manufacture ; 36; pp.1059-1072, (1996)
- [Lestriez 2004] Lestriez P. , Cherouat A., Saanouni K., Mariage J.F., Orthogonal metal cutting simulation by thermo-elasto-visco-plastic constitutive equations fully coupled with ductile damage. 8th international Numiform Conference on Numerical Methods in Industrial forming processes, Columbus, Ohio, June 2004 (2004).
- [Liang 2007] Liang S.Y., Su J.C., Residual stress modelling in orthogonal machining. Annals of the CIRP; 56 (1); pp.65-68 (2007)
- [Limido 2007] Limido J., Suraratchai M., Mabru C., Espinosa C., Salaun M., Chieragatti R., "Machining parameters effects on fatigue life of aluminium alloy aeronautical parts", Proceedings of FatigueDesign 2007, Senlis, France, November 21-22 (2007)
- [Limido 2007b] Limido J., Espinosa C., Salaun M., Lacombe J.L, SPH method applied to high speed cutting modelling, Int. J. Mech. Sci.; 49; pp. 898-908 (2007).
- [Limido 2008] Limido J., Etude de l'effet de l'usinage grande vitesse sur la tenue en fatigue de pièces aéronautiques. Thèse de Doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, France, (2008).
- [Liu 00] Liu C.R., Guo Y.B., Finite element analysis of the effect of sequential cuts and tool chip friction on residual stresses in a machined layer, International Journal of Mechanical Sciences; 42; pp.1069-1086 (2000)

- [Lu 1996] Handbook on Techniques of Residual Stresses Measurement, SEM (Society for Experimental Mechanics), éd. J. Lu, (1996).
- [M'Saoubi 1999] M'Saoubi R., Outeiro J.C., Changeux B., Lebrun J.L., Morao Dias A., Residual stress analysis in orthogonal machining of standard and resulfurized AISI 316L steels. *Journal of Materials Processing Technology*; 96; pp. 225-233 (1999)
- [Maiya 1975a] Maiya PS. Geometrical characterization of surface roughness and its application to fatigue crack initiation. *Material Science and Engineering*; 21; pp.57-62 (1975)
- [Maiya 1975b] Maiya PS. Effects of surface roughness and strain range on the low-cycle fatigue behavior of type 304 stainless steel. *Scripta Metallurgica*; 9; pp.1277-1282 (1975)
- [Molinari 2008] Molinari A., Moufki A., The Merchant's model of orthogonal cutting revisited: A new insight into the modeling of chip formation. *International Journal of Mechanical Sciences*; 50 (2); pp. 124-131 (2008)
- [Moufki 2000] Moufki A., Dudzinski D., Molinari A., Rausch M., Thermoviscoplastic modelling of oblique cutting: forces and chip flow predictions. *International Journal of Mechanical Sciences*; 42 (6); pp. 1205-1232 (2000)
- [Murakami 2002] Murakami Y. *Metal fatigue : effects of small defects and non-metallic inclusions*. Elsevier Science;2002.
- [Newman 1984] Newman J.C., Raju I.S., Stress intensity factor equations for cracks in three dimensional finite bodies subjected to tension and bending loads, *NASA Technical Memorandum* (1984)
- [Ozel 05] Ozel T., Karpuz Y., Predictive Modeling of Surface Roughness and Tool Wear in Hard Turning Using Regression and Neural Networks, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*; 45; pp.467-479 (2005)
- [Ozel 06] Ozel T., The influence of friction models on finite element simulations of machining, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*; 46; pp.518-530 (2006)
- [Outeiro 2006] Outeiro J.C., Umbrello D., M'Saoubi R., Experimental and numerical modelling of the residual stresses induced in orthogonal cutting of AISI 316L steel. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*; 46; pp.1786-1794 (2006)
- [Patton 1998] Patton G, Rinaldi C, Bréchet Y, Lormand G, Fougères R. Study of fatigue damage in 7010 aluminium alloy. *Mat Sci Eng A*; 254 ; pp. 207-218, (1998).
- [Peterson 1974] Peterson RE. *Stress concentration factors*. New York : John Wiley and Sons, (1974)

[Sasahara 2005] Sasahara H., The effect on fatigue life of residual stress and surface hardness resulting from different cutting conditions of 0.45%C steel. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*; 45; pp.131-136 (2005)

[Shaw 2002] Shaw M.C., *Metal cutting principles*, Oxford University press (2002)

[Starker 1979] Starker P, Wohlfahrt H., Macherauch E., Subsurface crack initiation during fatigue as a result of residual stresses. *Fatigue of Engineering Materials and Structures*; 1; pp.319-327 (1979)

[Su 06] J.C. Su, *Residual stress modelling in machining processes*, Thèse de doctorat Georgia Institute of Technology (2006)

[Suraratchai 2005] Suraratchai M., Mabru C., Chieragatti R., Rezaï Aria F., Influences de gammes d'usinage sur la tenue en fatigue d'un alliage léger aéronautique, In : CFM 2005 : 17^{ème} Congrès Français de Mécanique, 29 août-2 sept 2005, Troyes, France (2005)

[Suraratchai 2006] Suraratchai M., *Influence de l'état de surface sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7010*. Thèse de Doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, France, (2006).

[Suraratchai 2008] Suraratchai M., Limido J., Mabru C., Chieragatti R., " Modelling the influence of machined surface roughness on the fatigue life of aluminium alloy", *International Journal of Fatigue*, Vol. 30 (12), pp. 2119-2126 (2008)

[Susmel 2003] Susmel L., Taylor D., Two methods for predicting the multiaxial fatigue limits of sharp notches. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 26; pp. 821-833, (2003)

[Susmel 2005] Susmel L., Taylor D., The theory of critical distances to predict fatigue lifetime of notched components, in *Proceeding of FDM 2005*, Majorca, Spain, pp. 411-416, (2005)

[Susmel 2006a] Susmel L., Taylor D., A simplified approach to apply the theory of critical distances to notched components under torsional fatigue loading. *Int. J. Fatigue*, 28 (4), pp.417-430, (2006)

[Susmel 2006b] Susmel L., Taylor D., On the use of the theory of critical distances to estimate fatigue strength of notched components in the medium-cycle fatigue regime, in *Proceedings of Fatigue 2006*, Atlanta, USA, (2006)

[Susmel 2007] Susmel L., Taylor D., A novel formulation of the theory of critical distances to estimate lifetime of notched components in the medium-cycle fatigue regime, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 30, pp. 567-581, (2007)

[Susmel 2008] Susmel L., The theory of critical distances : a review of its applications in fatigue. *Eng. Fract. Mech.*, 75, pp.1706-1724, (2008)

- [Tanaka 1983] Tanaka K., Engineering formulae for fatigue strength reduction due to crack-like notches. *Int. J. Fracture*, 22 (2), pp.R39-46, (1983)
- [Taylor 1991] Taylor D, Clancy OM. The fatigue performance of machined surfaces. *Fat Fract Eng Mater*; 14(2/3); pp. 329-336, (1991).
- [Taylor 1999] Taylor D, Geometrical effects in fatigue : a unifying theoretical model. *Int Jnl Fatigue*; 21; pp.413-420, (1999)
- [Taylor 2000] Taylor D., Wang G., The validation of some methods of notch fatigue analysis, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 23, pp. 387-394, (2000)
- [Taylor 2008] Taylor D, The theory of critical distances, *Eng. Fract. Mech.*, 75, pp.1696-1705, (2008)
- [Tsuchida 1975] Tsuchida K., Kawada Y., Kodama S. A study on the residual stress distributions by turning. *Bulletin of the JSME*; 18(116), pp.123-130 (1975).
- [Ulutan 2007] Ulutan D., Erdem Alaca B., Lazoglu I., Analytical modelling of residual stresses in machining. *Journal of Materials Processing Technology*; 183 ; pp. 77-87 (2007)
- [Valiorgue 2007] Valiorgue F., Rech J., Hamdi H., Gilles P., Bergheau J.M., A new approach for the modelling of residual stresses induced by turning of 316L, *Journal of Materials Processing Technology*, 191 (1-3); pp. 270-273 (2007)
- [Yang 2002] Yang X., Liu C.R., Grandt A.F., An experimental study on fatigue life variance, residual stress variance and their correlation of face-turned and ground Ti-6Al-4V samples. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 124; pp. 809-819 (2002)
- [Webster 2001] Webster G. A., Ezeilo A. N., Residual stress distributions and their influence on fatigue lifetimes. *International Journal of Fatigue*, 23, Supplement 1; pp. 375-383 (2001)
- [Wiesner 1991] Wiesner C, Kunzi HU, Ilschner B. Characterization of the topography of turned surfaces and its influence on the fatigue life of AL-7075. *Material Science and Engineering A*; 145; pp.151-158 (1991)
- [Williams 2007] Williams J.J., Deng X., Chawla N., Effect of residual stress on the fatigue behaviour of a low-alloy powder metallurgy steel. *International Journal of Fatigue*; 29; pp.1978-1984 (2007)

Partie II

Endommagement d'origine thermique d'un traitement de surface

Endommagement d'origine thermique d'un traitement de surface

1. Introduction / Contexte industriel

Les travaux présentés dans cette partie illustrent les interactions entre température et surface bien particulière, ayant subi un traitement d'anodisation. L'étude a pour origine des problèmes rencontrés dans des applications industrielles spatiales. Dans l'espace, les échanges thermiques avec l'environnement ne se font que par rayonnement, étant donné l'absence d'échange convectif dû au vide. Les températures des satellites sont donc essentiellement contrôlées de manière passive grâce à des surfaces ayant des propriétés thermo-optiques adaptées. Ainsi, les surfaces « noires », c'est-à-dire ayant une absorptivité solaire et une émissivité élevées, sont très souvent utilisées. Les films anodiques noirs ($\alpha > 0.93$ et $\varepsilon > 0.9$) comprenant des pigments inorganiques sont principalement utilisés car ils sont peu coûteux, montrent une bonne résistance à l'abrasion et à la corrosion durant le stockage des pièces et présentent un faible risque de contamination des instruments du satellite, notamment par dégazage. Cependant, une alerte émanant de l'Agence Spatiale Européenne (ESA) en 2005 fait part de nombreux cas de détachement de particules de films anodiques noirs sur alliages d'aluminium de la série 2000 et 7000. Un tel écaillage de particules durant une mission peut s'avérer catastrophique et altérer le fonctionnement des mécanismes optiques ou mécaniques des instruments embarqués. Dans ce contexte, le CNES et EADS-Astrium se sont associés pour financer la thèse de Yann GOUÉFFON dont l'objectif global était donc d'une part d'approfondir le rôle des différents paramètres lors du procédé d'anodisation inorganique noire et d'autre part d'analyser leurs effets sur les propriétés du film anodique, notamment en termes d'adhérence sur le substrat d'origine. La première partie, faisant essentiellement appel à des compétences en électrochimie, a été pilotée par Laurent Arurault du CIRIMAT ; la seconde partie, plus mécanique était à la charge du DMSM de l'ISAE, sous ma responsabilité. Néanmoins de fortes interactions entre ces deux domaines ont été nécessaires afin de tenir compte de la complexité des phénomènes entrant en jeu.

2. Problématique étudiée

2.1. Contraintes liées à l'environnement spatial

L'environnement spatial présente de fortes particularités, bien différentes de celles rencontrées sur Terre. Deux types de contraintes sont distingués [CNES]. D'une part, il existe des contraintes indépendantes de la mission telles que la micro gravité, le vide, le dégazage associé à la contamination et les décharges électrostatiques et électromagnétiques. D'autre part, il apparaît des contraintes variables suivant la mission telles que la présence de l'homme (inflammabilité, toxicité, biocontamination), les rayonnements (U.V., infrarouge, visible, X et Gamma, d'électrons et de protons...), la température et le cyclage thermique, la présence d'oxygène atomique et de micrométéorites. Parmi toutes ces contraintes, deux sont particulièrement importantes pour notre étude : le vide et le cyclage thermique.

Les pressions rencontrées dans l'espace sont de l'ordre de 10^{-9} à 10^{-10} Pa sur orbite basse et descendent jusqu'à 10^{-14} Pa dans l'espace lointain. Comme nous l'avons déjà abordé en introduction, la première conséquence est que la faible présence de gaz rend négligeable

l'impact de la convection sur l'équilibre thermique. Il s'établit donc grâce à la conduction dans les structures et par les échanges radiatifs entre les surfaces ou avec l'environnement. De plus, lorsque la pression ambiante est inférieure à la pression de vapeur d'un matériau, ce dernier s'évapore ou se sublime lentement. Quant aux matériaux organiques ils sont hygroscopiques. Lorsqu'ils sont exposés au vide spatial, l'eau est désorbée et cet assèchement s'accompagne d'un retrait du matériau et/ou d'un changement de ses propriétés. Par la suite, ces vapeurs peuvent se condenser ou se déposer sur les parties plus froides du satellite comme les radiateurs thermiques ou les optiques, créant par conséquent un problème de contamination.

La disparition de la convection naturelle implique que l'équilibre thermique d'un satellite est fonction de la somme des énergies provenant du rayonnement solaire (constante solaire moyenne de l'ordre de 1.353 W/m²), du rayonnement des planètes voisines (par exemple l'albédo terrestre pour les satellites orbite basse égal à 0,3 constante solaire) et de la dissipation propre du satellite. Comme les flux externes varient rapidement en fonction de la position sur orbite et de l'orientation du satellite, les fluctuations thermiques peuvent être très importantes et rapides. Le nombre de cycles thermiques annuels est de l'ordre de 500 à 1000 pour un satellite géostationnaire, de l'ordre de 5000 pour un satellite en orbite basse. Cette contrainte peut donc s'avérer très sévère, en particulier pour les assemblages de matériaux ayant des coefficients de dilatation différents (soudages, brasages, collages, peintures....) ainsi que pour les ajustements de mécanismes. Les gradients thermiques induits par la conductivité thermique des matériaux peuvent également être à l'origine de contraintes thermomécaniques importantes. Les plages de températures et le nombre de cycles vus par le matériau sont variables selon les missions et sa position dans le satellite. Par exemple, un satellite type géostationnaire peut voir des températures extérieures variant de -180°C à +150°C.

L'ensemble des contraintes spatiales associées aux contraintes terrestres (notamment durant le stockage et le décollage) implique de nombreux essais de qualification des matériaux et structures. Dans le cas des traitements de surface, il s'agit principalement, selon les missions, d'essais de radiation, d'essais de dégazage, de vieillissement sous chaleur humide et de cyclage thermique sous environnement contrôlé. La « qualité » du traitement est caractérisée à chaque fois par des mesures des propriétés thermo-optiques et parfois, par des tests contrôlant l'adhérence de type tests au scotch ou pelage.

2.2. Procédé d'oxydation anodique sur l'aluminium et ses alliages

L'anodisation consiste à réaliser par électrolyse une oxydation forcée et contrôlée afin d'obtenir une couche d'oxyde protectrice à la surface d'un métal. Ce procédé est applicable sur divers métaux (aluminium, titane,...). De par leur légèreté, leurs propriétés mécaniques et leur faible coût (comparé au titane par exemple), l'aluminium et ses alliages sont très utilisés dans le domaine spatial. Les traitements d'anodisation permettent d'y ajouter des propriétés surfaciques très spécifiques comme une amélioration de la tenue à la corrosion (lors du stockage), une amélioration de la dureté et de la résistance à l'abrasion et, en vue de participation au contrôle thermique, des propriétés thermo-optiques particulières. Selon l'action dissolvante du milieu d'anodisation, les couches anodiques obtenues sont denses ou poreuses.

Dans le cas qui nous concerne d'anodisation en acide sulfurique, l'électrolyte choisi possède une action dissolvante sur l'oxyde ; le processus d'évolution de la couche anodique relève alors d'une compétition entre deux phénomènes : l'élaboration de l'oxyde sous

l'action du courant électrique d'une part et la dissolution chimique de la couche d'autre part. La couche obtenue est constituée (cf. Figure 1) d'une couche barrière qui fait l'interface avec le métal et à travers laquelle transite le courant et d'une partie poreuse qui, dans le cas d'aluminium pur et de certains alliages d'aluminium (série 3000 et 5000 [Alwitt et al. 1992]) présente des pores à structure hexagonale alignés perpendiculairement à la surface comme représenté schématiquement sur la Figure 2 (modèle de Keller).

Selon leurs éléments d'addition, les alliages d'aluminium sont plus ou moins aptes à l'oxydation anodique [Safrany 2001]. En particulier les alliages contenant une quantité significative de cuivre, tels que ceux de la série 2000 et certains alliages de la série 7000, sont peu recommandés pour l'anodisation sulfurique. En effet, le cuivre se dissout dans l'électrolyte, ce qui conduit à la formation de couche poreuse d'une épaisseur limitée et moins organisée que dans le cas des autres alliages. La couche d'alumine présente en effet une structure spongieuse (orientation latérale des pores en plus de l'orientation normale au substrat). Malgré une importante activité de recherche sur le sujet, les mécanismes altérant la formation des pores restent à déterminer plus précisément [Iglesias-Rubianes 2007]. Les conséquences de cette altération de morphologie et de composition du film anodique et du substrat à proximité immédiate ne sont à ce jour pas entièrement définies.

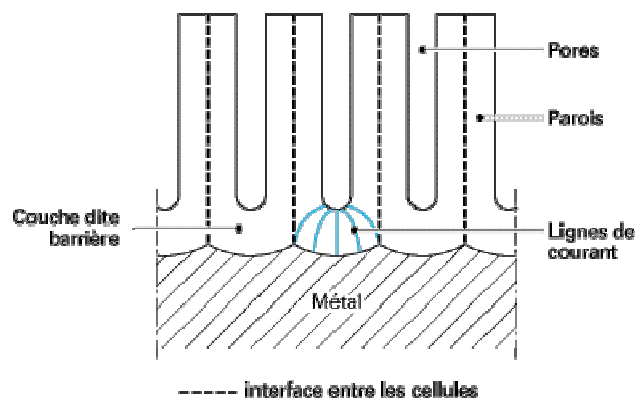


Figure 1 : Coupe schématique de la structure poreuse d'une couche d'oxyde [Safrany 2001]

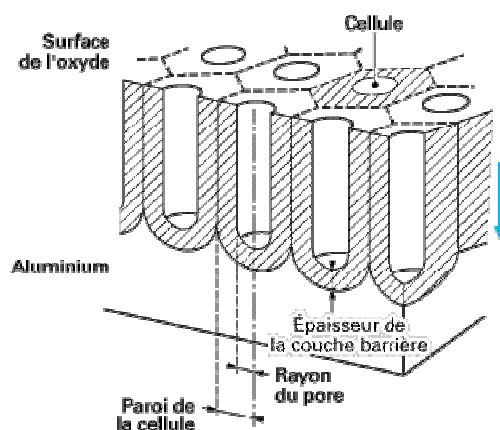


Figure 2 : Modèle de Keller de la morphologie d'un film anodique poreux [Safrany 2001]

De par leur porosité, les couches anodiques sont susceptibles d'absorber des colorants qui leur confèrent des propriétés thermo-optiques particulières. Dans le cas d'une coloration chimique, les colorants peuvent être organiques ou inorganiques. Dans le domaine spatial,

ces derniers sont préférés pour s'affranchir des phénomènes de dégazage. La coloration inorganique est en général obtenue par précipitation de composés métalliques à l'intérieur des pores de la couche anodique. Les colorants étant absorbés par capillarité, la coloration n'affecte que la partie supérieure de la couche (cf. Figure 3). Dans le cas de notre étude, la coloration noire est recherchée. Elle est obtenue par précipitation de sulfure de cobalt à partir d'acétate de cobalt et d'hydrosulfure d'ammonium selon la réaction suivante [Sharma 1997] :

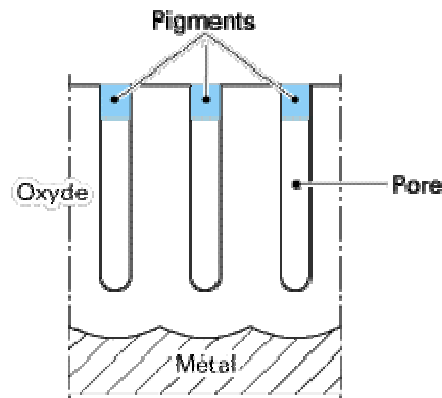
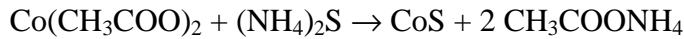


Figure 3 : Principe de la coloration chimique [Safrany 2001]

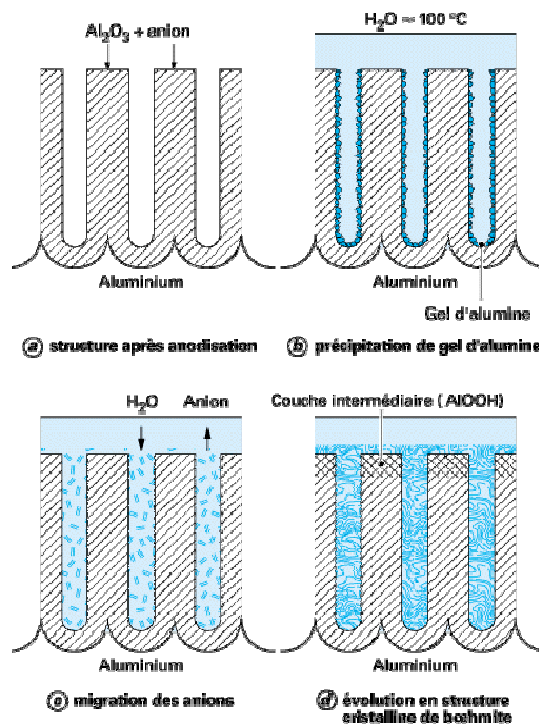


Figure 4 : Mécanisme de colmatage à l'eau bouillante d'une couche anodique [Safrany 2001]

L'opération finale du processus d'anodisation est le colmatage lorsque l'oxyde n'est pas destiné à recevoir un autre revêtement. L'obturation des pores est en effet nécessaire pour garantir au métal traité de bonnes propriétés de tenue à la corrosion et permettre l'emprisonnement des colorants. Le principe consiste à transformer l'alumine formée lors de l'anodisation en alumine monohydratée, opération qui s'accompagne d'un gonflement de la

couche et par conséquent de la fermeture des pores (cf. Figure 4). Le colmatage se fait le plus souvent par immersion dans de l'eau déminéralisée bouillante ou proche de l'ébullition. Des additifs tels que des sels de nickel sont également souvent employés car ils permettent d'accélérer la cinétique de réaction. La précipitation d'hydroxyde de nickel à l'intérieur des pores améliore leur fermeture.

2.3. Anomalies observées

Comme expliqué précédemment, le procédé d'anodisation est une conversion électrochimique d'une surface métallique et, même si le terme « revêtement » est parfois employé à tort pour décrire la couche anodique noire, il ne s'agit pas d'un apport extérieur de matière sur un substrat. La notion d'adhérence est donc considérée comme peu adaptée aux cas des films anodiques pour lesquels le décollement de la couche d'oxyde du métal sous-jacent ne s'observe en effet que très rarement [Safrany 2001]. Cependant, en 2005, l'ESA (European Space Agency) émet une alerte mettant en évidence une problématique d'adhérence des couches d'anodisation noire sur les alliages d'aluminium des séries 7000 et 2000 [ESA 2005]. La perte d'adhérence a d'abord été révélée en retirant des rubans adhésifs utilisés pour fixer des thermocouples lors des cyclages thermiques requis pour les essais de qualification (cf. Figure 5). Des essais de pelage ont alors été régulièrement utilisés pour contrôler la qualité des traitements de surface. D'autres cas de détachements de particules ont ainsi été révélés, toujours sur des pièces ayant été cyclées thermiquement. Quelques rares cas d'écaillage spontané (sans utilisation de ruban adhésifs) ont également été rapportés. Ces anomalies ont été notées sur différentes pièces dont le traitement de surface avait été réalisé par différents sous-traitants de différents pays, écartant de ce fait un problème lié à un écart accidentel de la procédure d'anodisation.



Figure 5 : Anomalie révélée par le retrait d'un ruban adhésif

Quelques études alors lancées par l'ESA [Corocher 2005, Pambaguian 2005] utilisant les méthodes de pelage et de rayure n'ont permis que de dégager les limitations de ces méthodes sans obtenir de réelles informations sur les phénomènes liés aux anomalies [Goueffon 2007]. Une étude plus récente a montré cependant, de manière très qualitative, l'influence du cyclage thermique et plus particulièrement de son amplitude sur des résultats de pelage [Goueffon 2009a]. En particulier, la Figure 6 montre que plus l'amplitude des cycles thermiques est grande, plus l'écaillage est important. Néanmoins, les résultats dépendent de la force référence de pelage de l'adhésif utilisé, comme illustré Figure 7.

Un tel phénomène d'écaillage en orbite est à éviter absolument car il peut conduire, dans le pire des cas, à l'échec de la mission : outre la perte des propriétés thermo-optiques de surface initialement souhaitées, les particules ainsi libérées peuvent en effet provoquer des courts-circuits ou des décharges électriques en se déposant sur des circuits électroniques et/ou provoquer des baisses de performances en se déposant sur des mécanismes ou des optiques.

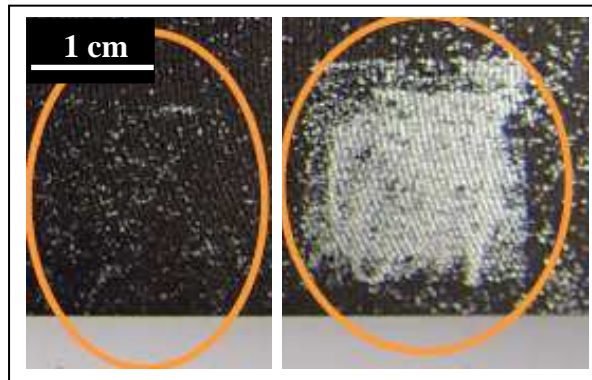


Figure 6 : Ecaillage d'un film OAN après pelage adhésif (500g/cm) après 10 cycles thermiques sous azote (à gauche : entre -70°C et +100°C ; à droite : entre -140°C et +140°C)

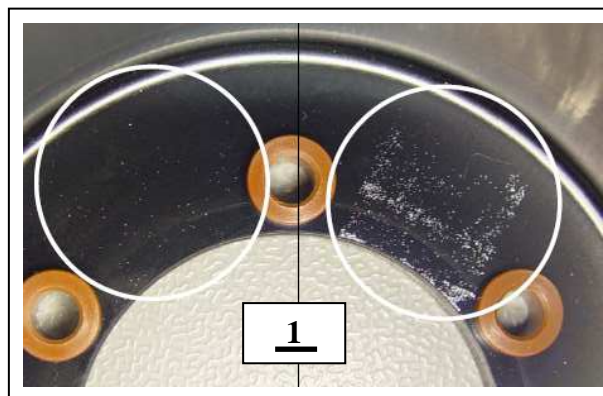


Figure 7 : Ecaillage d'un film OAN révélé par pelage d'adhésif après 10 cycles entre -70°C et +100°C (à gauche : adhésif 250g/cm ; à droite : adhésif 500g/cm)

2.4. Conclusion

Au vu de l'ensemble des éléments présentés précédemment, un enjeu majeur, d'un point de vue mécanique, se dégage pour cette étude. Il concerne la compréhension des mécanismes de fissuration et d'écaillage au cours de l'élaboration et des essais de cyclage thermique sous différents environnements. Il s'agit dans un premier temps d'établir l'effet mécanique (modifications de propriétés, contraintes induites...) de la formation de la couche poreuse sur les alliages des séries 2000 et 7000, de la coloration et du colmatage, ainsi que de la température (dilatation différentielle) lors des différentes étapes électrochimiques. Dans un deuxième temps, l'objectif est de déterminer précisément les mécanismes qui mènent à l'écaillage lors des essais de cycles thermiques.

D'un point de vue plus applicatif, les enjeux industriels sont de pouvoir, à l'issue de cette étude :

- établir les conditions d'élaboration optimales pour limiter les risques d'anomalies
- connaître les conditions d'utilisation admissibles pour un film anodique tout en minimisant le risque d'écaillage.
- identifier un moyen industriel de contrôle de la « qualité » de la couche anodique en termes d'adhérence

Pour répondre à ces objectifs, trois axes d'étude principaux ont été dégagés. Dans un premier temps, le procédé OAN et l'influence de ses paramètres sur les caractéristiques des films obtenus (épaisseur, porosité) ont été particulièrement étudiés. Ensuite, les propriétés mécaniques des films colorés (contraintes résiduelles, module de Young, etc.) ont été évaluées afin de prévoir les conditions favorables à l'initiation de fissures et d'un réseau de faïençage. Enfin, les mécanismes d'écaillage durant les cyclages thermiques ont été étudiés en utilisant une simulation numérique en appui de la partie expérimentale.

3. Matériau et procédé d'anodisation noire utilisés

3.1. Généralités

Le matériau choisi pour l'étude est un alliage d'aluminium 7175 T7351 pour lequel des anomalies ont été rapportées. Sa composition est présentée dans le Tableau 1.

Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Zn	Ti	Cr	Al
1.62	0.12	2.42	0.01	0.06	5.75	0.041	0.21	Bal.

Tableau 1 : composition chimique de l'alliage 7175 (% massique)

Le procédé d'élaboration du film anodique noir suit les recommandations de la norme définie par l'ESA [ESA 2006]. Il est présenté en détail dans [Goueffon 2009a] [Goueffon 2009c]. La Figure 8 en résume les différentes étapes. Le temps, l'intensité du courant et la température d'anodisation (généralement réglée autour de la température ambiante) sont à choisir afin d'obtenir des épaisseurs de film anodique entre 10 et 35 μm .

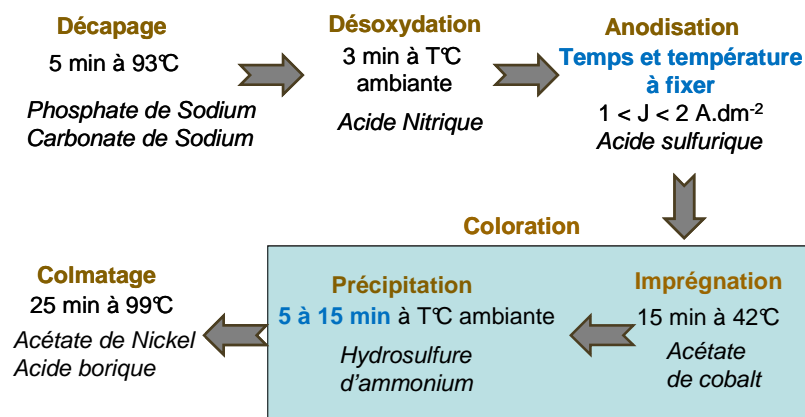


Figure 8 : Procédé d'anodisation défini par la norme ESA

L'étude des prétraitements ne présentant pas un intérêt marqué pour la suite de l'étude, elle ne sera pas abordée dans ce manuscrit. De même tous les résultats ayant un intérêt purement chimique ou électrochimique ne seront pas présentés ici. Pour plus d'information sur le sujet, se référer à [Goueffon 2009c].

3.2. L'anodisation

Le principe de l'anodisation sulfurique sur alliage d'aluminium a été exposé dans le paragraphe 2.2. Différents paramètres sont à choisir : la concentration du bain d'acide sulfurique est de 150g/L, comme préconisé par la norme ESA [ESA 2006], la densité de courant, qui doit être comprise entre 1 et 2 A/dm² a été fixée à 1,25 A/dm², la température et le temps d'anodisation ont été ensuite fixés à différentes valeurs afin d'atteindre une épaisseur de film anodique de 20µm. Une température de 20°C (fixée à l'aide d'un bain thermostaté) et un temps d'anodisation d'une heure ont permis d'obtenir l'épaisseur désirée (Figure 9).

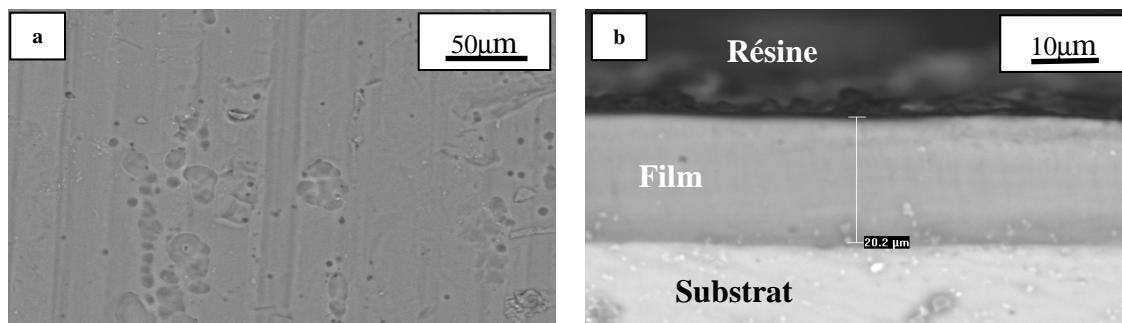


Figure 9 : Observation au microscope électronique à balayage d'un film anodique sur AA7175 T7351 (a : surfacique X500; b : en coupe transversale X1500).

L'influence de chacun de ces paramètres sur les caractéristiques physiques et chimiques (notamment la microstructure et la porosité) du film obtenu a ensuite été étudiée en faisant varier leur valeur autour des valeurs choisies initialement. Notons que, comme signalé dans la littérature, la couche anodique présente une porosité irrégulière et spongieuse attendue pour un alliage d'aluminium contenant du cuivre. Il a en outre été montré en particulier une forte influence de la température sur la porosité de la couche anodique : pour une température comprise entre 5°C et 27°C, l'épaisseur du film obtenu est constante (20 µm) alors que la porosité augmente linéairement de 10% à 50% (Figure 10). Dans cette gamme de température, la dissolution acide n'induit pas de variation d'épaisseur mais influe significativement sur la porosité, ce qui est en accord avec de récents travaux sur l'influence de la température d'anodisation [Aerts 2007] [Liu 2008]. Au-delà de 27°C l'épaisseur mesurée chute brutalement à 5 micromètres. Dans ce cas, la morphologie du film très dégradée ne permet pas d'effectuer de mesure de porosité. La dissolution devient suffisamment importante pour diminuer l'épaisseur de paroi entre deux pores au point de dissoudre une grande partie du film anodique formé [Franke 1987]. Ce phénomène a été décrit dans le cas de films ayant une morphologie proche de celle du modèle de Keller [Patermarakis 1995].

Ce résultat est d'autant plus important que non seulement, la norme ESA ne préconise pas de température d'anodisation mais que de plus les industriels en charge des traitements

de surface de ce type « laissent » généralement le bain à température ambiante... Or un écart de quelques degrés autour de la température ambiante peut conduire à de grandes variations de porosité.

La température d'anodisation a donc été le paramètre choisi dans la suite de l'étude pour faire varier la porosité initiale (avant coloration et colmatage) des films anodiques.

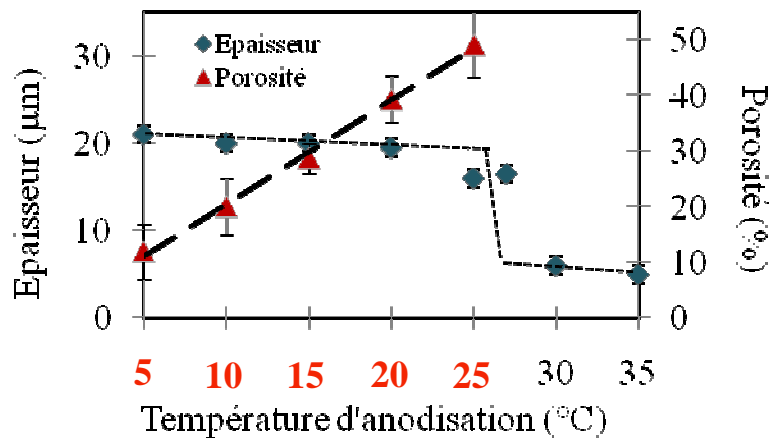


Figure 10 : Epaisseur et porosité du film en fonction de la température de l'électrolyte ($j=1,25 \text{ A/dm}^2$; $t = 60\text{min}$; $C= 150\text{g/L}$)

3.3. La coloration

La coloration, dont le principe est déjà décrit au §2.2., est réalisée dès la fin de l'anodisation, après rinçage. La norme ESA [ESA 2006] propose d'utiliser les pigments à base de cobalt et de nickel. Ceux à base de cobalt ont été choisis pour cette étude, ce qui permet notamment de distinguer le pigment du nickel contenu dans la solution de colmatage. La porosité est dans un premier temps imprégnée d'acétate de cobalt par immersion pendant 15 minutes dans une solution mauve à 200 g/L, maintenue à $43\pm 2^\circ\text{C}$ et dont le pH est de 6,5. Un rinçage léger à l'eau distillée permet d'éliminer l'excédent de solution à la surface de l'échantillon. Ce dernier est ensuite immergé 5 minutes dans une solution jaune de sulfure d'ammonium à 30 g/L, à température ambiante et de pH 9,6 dans laquelle la réaction de précipitation intervient. La Figure 11 illustre le procédé de coloration.

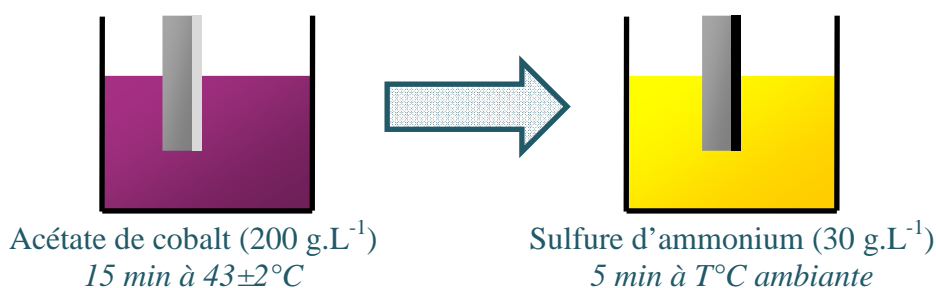


Figure 11 : Procédé de coloration noire utilisé

Les principaux résultats de l'analyse de l'étape de coloration pour des films anodiques de différentes porosités initiales sont les suivants :

- l'augmentation de la porosité du film anodique induit une augmentation de la quantité d'acétate de cobalt et de soufre insérés ainsi que l'augmentation de la profondeur de pénétration des pigments (cf. Figure 12 et Figure 13)
- les films ayant des porosités initiales de 40 et 50% sont fissurés après cette étape de coloration

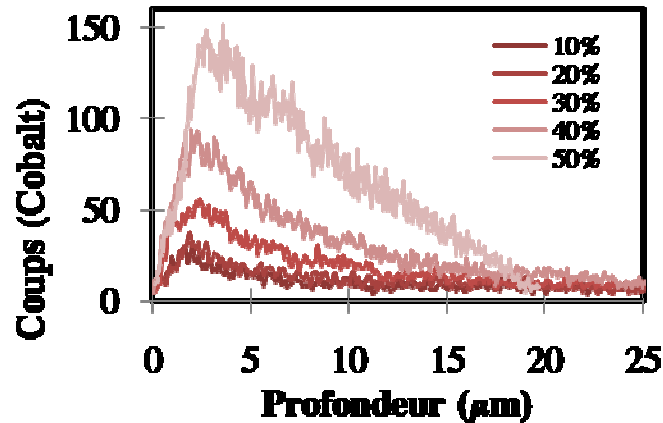


Figure 12 : Distribution du cobalt en fonction de la profondeur pour des films de différentes porosités initiales (10 à 50%) obtenue par EDX

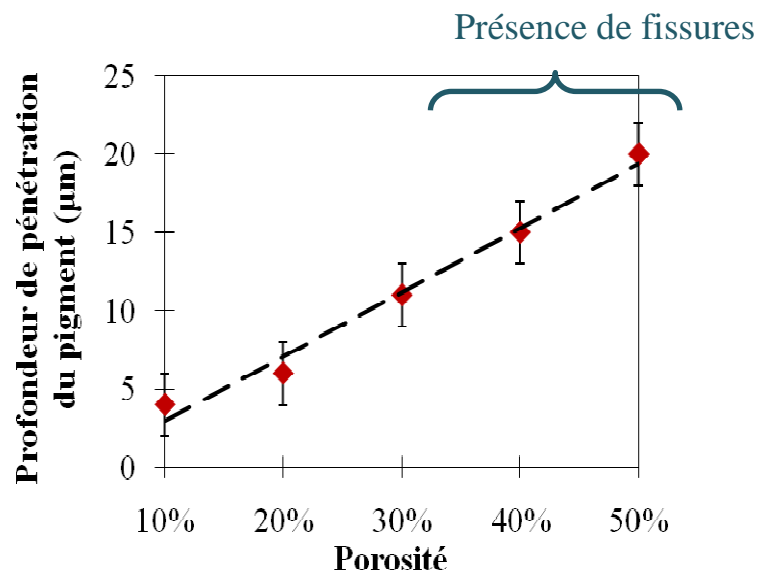


Figure 13 : Profondeur de pénétration du pigment CoS en fonction de la porosité initiale du film anodique

3.4. Le colmatage

Les échantillons colorés ont été rincés avant d'être plongés dans la solution de colmatage à $(98 \pm 2)^\circ\text{C}$ pendant 25mn, comme préconisé par la norme [ESA 2006]. La solution aqueuse est composée d'acétate de nickel (5g/L) et d'acide borique (5g/L) afin de maintenir le pH à 6. L'eau utilisée est déionisée et le bain constamment agité pendant le traitement.

Le résultat essentiel de l'étude de cette étape de colmatage provient des observations surfaciques réalisées au microscope électronique à balayage des films anodiques colorés et colmatés qui sont présentées Figure 14. Les films ayant une porosité initiale inférieure à 20% ne sont pas fissurés après l'étape de colmatage. A partir de 30% de porosité initiale, des

microfissures sont visibles dans le film et forment un réseau de faïençage dès 40%. Des observations au microscope optique ont été réalisées et confirment le fait que les fissures sont présentes dès la fin du colmatage et ne sont pas engendrées par le vide du microscope électronique. La présence de fissures directement liée au procédé a également été observée par Liu *et al.* [Liu 2008] sur un alliage riche en cuivre (ZL201).

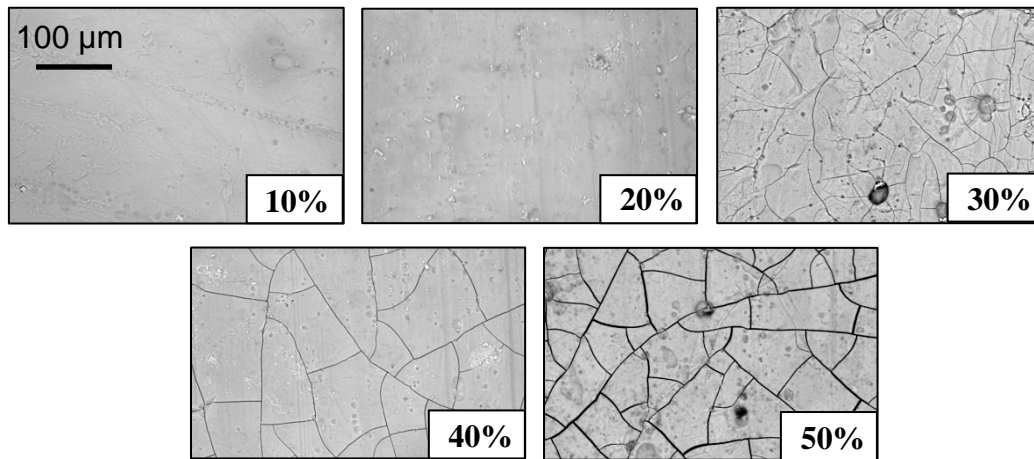


Figure 14 : Observations surfaciques au microscope électronique à balayage de films anodiques colorés et colmatés pour différentes porosités initiales

Des analyses EDX de la composition des films anodiques montrent en outre que la quantité d'hydroxyde de nickel intégrée au film anodique durant le colmatage ainsi que la profondeur de pénétration augmentent avec la porosité initiale. La présence de nickel reste néanmoins superficielle puisqu'elle atteint une profondeur maximum de 5 micromètres pour une porosité initiale de 50%. Pour des porosités inférieures à 30%, le profil d'oxygène montre que l'hydratation de l'oxyde d'aluminium se fait également uniquement en surface du film anodique, la présence de pigments empêchant le remplissage des pores par la solution de colmatage. La profondeur d'hydratation est alors d'environ de 4 μm quelle que soit la porosité. En revanche, pour les porosités de 40% et 50%, le film d'oxyde d'aluminium est hydraté sur toute son épaisseur. Ces films se faïencent durant le colmatage, ce qui permet à la solution de colmatage de pénétrer en profondeur au sein du film via les fissures et en particulier sous les pigments.

3.5. Conclusion

Les films anodiques obtenus en bain sulfurique sur l'alliage d'aluminium 7175 T7351 sont composés d'oxyde d'aluminium amorphe et présentent une porosité à forte tortuosité, dite spongieuse. Le contrôle de la température de l'électrolyte permet de modifier la cinétique de cette dissolution et donc la porosité du film obtenu dans une gamme comprise entre 10% et 50%.

La coloration inorganique se fait par précipitation de sulfure de cobalt au sein de la porosité et mène, pour des porosités initiales supérieures à 30% à une fissuration de la couche anodique. La profondeur de pénétration des pigments est directement dépendante de la porosité initiale du film. Toutefois, les pigments combler les pores ce qui bloque la pénétration ultérieure de la solution de colmatage au sein du film. L'hydratation est en conséquence uniquement superficielle, sauf dans les cas où la porosité est élevée (40% et

50%). Dans ces deux cas, la présence de fissures permet à la solution de colmatage de pénétrer sous les pigments et d'hydrater le film dans toute son épaisseur.

Du point de vue de l'application industrielle, la norme ECSS-Q-70-03A [ESA 2006] ne spécifie pas de température d'anodisation précise. Celle-ci est généralement réalisée à température ambiante, c'est-à-dire à une température comprise entre 20 et 25°C et le plus souvent non régulée. Cette étude a montré sans ambiguïté qu'une variation de la température du bain de 5 degrés modifie la porosité des films d'environ 10%. Une telle modification peut engendrer après coloration et colmatage l'apparition des fissures au sein du film anodique, ce façonnage paraissant être la première étape menant à l'écaillage. En effet, la taille des îlots délimités par ces fissures correspond approximativement à la taille des particules ultérieurement arrachées par rubans adhésifs sur les anomalies observées (entre 30 et 100 μm). Le maintien et le contrôle précis des bains d'anodisation à des températures inférieures à 15°C pourraient permettre d'obtenir des films OAN non fissurés après l'étape de colmatage.

Connaissant la structure et la composition des films anodiques colorés et colmatés, il est maintenant nécessaire de les caractériser mécaniquement. La connaissance de leurs propriétés mécaniques permettra de déterminer notamment la cause des fissures observées sur les échantillons les plus poreux. De manière plus générale, ces grandeurs permettront également de mieux comprendre et de simuler le comportement des films anodiques en environnement spatial ainsi que d'étudier les mécanismes menant à l'écaillage.

4. Détermination des propriétés thermomécaniques des films anodiques

4.1. Introduction

Si les propriétés mécaniques de l'alliage 7175 T7351 sont bien connues [Davis 1993], celles des films anodiques le sont en revanche beaucoup moins. Les études sur le comportement de ces films portent en effet principalement sur les propriétés de résistance à l'abrasion, à la corrosion ou de dureté.

En ce qui concerne le module de Young, les quelques études portant sur la détermination du module ou de la microdureté de films anodiques non colorés, colmatés ou non colmatés, de différents substrats (aluminium pur ou allié) montrent une forte dépendance de ces grandeurs à la porosité du film [Ko 2006] [Aerts 2007] [Liu 2008]. Cette grandeur doit donc être déterminée spécifiquement pour les films anodiques de la présente étude.

Pour le coefficient de Poisson, les variations semblent en revanche moins importantes. Asmani *et al.* [Asmani 2001] ont mis en évidence que le coefficient de Poisson de l'alumine α cristallisée variait peu, malgré l'évolution vers une porosité interconnectée. Il passe en effet de 0,24 à 0,22 lorsque la porosité augmente de 2 à 25%. Différentes valeurs de coefficient de Poisson ont été utilisées dans le cadre des films anodiques : par exemple 0,24 pour Zhou *et al.* [Zhou 1999], ou encore 0,25 pour Nelson et Oriani [Nelson 1993]. Dans cette étude, le coefficient de Poisson du film est considéré constant quelle que soit la porosité et sa valeur est $\nu_f = 0,28$ [Alwitt 1993a]. Il sera montré par la suite que le choix de cette valeur a une influence minime sur les grandeurs calculées.

Le coefficient de dilatation thermique de l'alumine anodique est évalué à 5.10^{-6} K^{-1} [Wernick 1972] depuis de nombreuses années. Les études thermomécaniques des films anodiques utilisent généralement cette valeur [Alwitt 1993b] [McClung 1994] [Zhao 2009], considérant donc que le rapport entre les coefficients de dilatations thermiques du film et du substrat est de 5. Néanmoins, Zhou *et al.* [Zhou 1999] ont utilisé plus récemment la

diffraction de rayons X sur des poudres d'oxyde d'aluminium anodique hydraté et ont déterminé un coefficient de dilatation thermique de $14,13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Il s'agira donc pour la présente étude de déterminer ce coefficient de dilatation thermique, et en particulier de déterminer si la coloration, le colmatage et la porosité ont une influence sur cette valeur.

Le Tableau 2 récapitule les propriétés du substrat et celles du film anodique en soulignant les caractéristiques manquantes ou incertaines, qui sont à déterminer.

	Substrat (AA7175 T7351)	Film anodique
Module de Young	72 GPa	Variable
Coefficient de Poisson	0,33	0,28 [Alwitt 1993a]
Coefficient de dilatation thermique	$23,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (entre 0°C et 200°C)	$\sim 5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [Wernick, 1972] $14,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [Zhou, 1999]
Limite à rupture	550 MPa	Inconnue

Tableau 2 : Récapitulatif des propriétés thermomécaniques connues et à déterminer

4.2. Module de Young

4.2.1. Technique expérimentale utilisée

Des essais de nanoindentation ont été réalisés sur un appareil XP (Agilent Technology) afin de déterminer le module de Young des films anodiques. Une pointe en diamant de type Berkovich a été utilisée. Afin d'obtenir une mesure de rigidité continue en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe, le module "Continuous Stiffness Measurement" (CSM) a été utilisé. Il permet de faire vibrer la pointe pendant la pénétration et ainsi d'obtenir une valeur de module à chaque pas de pénétration dans le matériau. La fréquence utilisée est de 45 Hz avec un taux de déformation de $0,05 \text{ s}^{-1}$. La profondeur maximale d'indentation était de $2 \mu\text{m}$, c'est-à-dire inférieure ou égale à 10% de l'épaisseur totale du film afin d'éviter les effets dus au substrat. Une série de 20 indents a été réalisée et moyennée sur chaque échantillon. La Figure 15 présente le principe des essais. Pour plus de détails sur l'obtention des valeurs du module à partir d'essais de nanoindentation, se référer à [Goueffon 2009c].

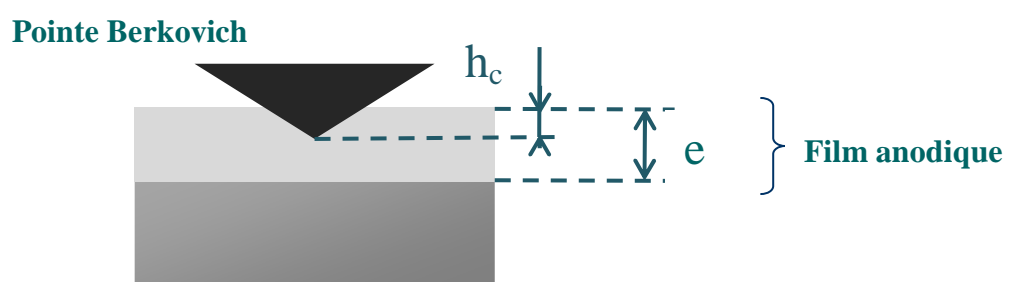


Figure 15 : Principe des essais de nanoindentation

La porosité des films étant spongieuse (et non orientée comme dans le modèle de Keller de la Figure 2), les films anodiques seront considérés comme isotropes et le module mesuré par nanoindentation pourra donc être utilisé quelles que soient les directions de sollicitations.

4.2.2. Résultats

La Figure 16 présente l'évolution du module de Young de films anodiques de différentes porosités, avant coloration et colmatage, en fonction du rapport h_c/e . Les barres d'erreur

représentent la dispersion sur les vingt indentations réalisées sur chaque film. Pour les films ayant une porosité inférieure à 30%, le module mesuré ne dépend pas de h_c/e (pour $h_c/e > 0,01$). Le module du film étant voisin de celui du substrat (72 GPa), on n'observe pas d'influence de ce dernier sur la mesure. Les films anodiques ont un module homogène dans l'épaisseur du film. L'allure des courbes pour $h_c/e < 0,01$, avec un écart type élevé peut être attribuée aux rugosités de l'échantillon et de la pointe [Qasmi 2006]. Une valeur de module moyenne a été déterminée pour h_c compris entre 800 et 1000 nm ($0,04 < h_c/e < 0,05$), correspondant au maximum de précision de l'appareil. Le module du film mesuré est alors de 81 ± 4 GPa, 77 ± 4 GPa et 65 ± 4 GPa pour une porosité de 10%, 20% et 30% respectivement.

Pour les films ayant une porosité plus élevée (40% et 50%), la valeur du module augmente avec la profondeur de pénétration de l'indenteur. Cela s'explique par une contribution du substrat dont le module est nettement supérieur. Il est néanmoins possible que la mesure par nanoindentation sur les films trop poreux ait été faussée par des phénomènes de rupture sous la pointe, sous-estimant alors le module du film. Ces valeurs sont donc à considérer avec précautions. L'utilisation d'un modèle permettant de séparer la contribution du film de celle du substrat dans la mesure de module [Le Bourhis 2008] permet d'obtenir les valeurs de 27 ± 5 GPa ($\beta = 9,0$) à 40% de porosité et 4 ± 1 GPa ($\beta = 11,5$) à 50% de porosité.

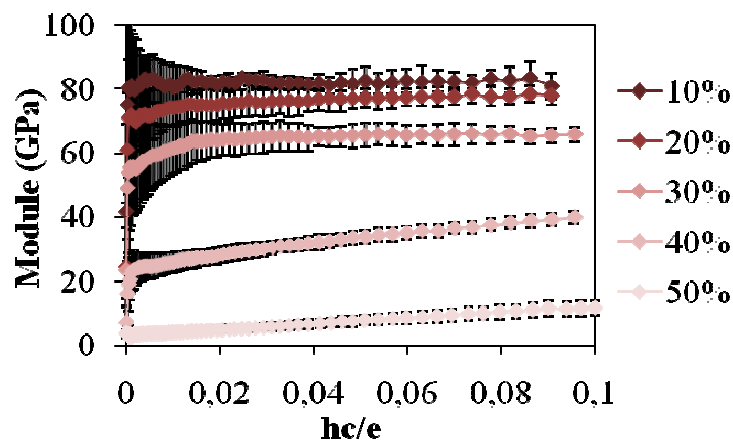


Figure 16 : Evolution du module de Young en fonction du ratio h_c/e pour des films anodiques de différentes porosités (de 10 à 50%)

Les variations du module de Young en fonction de la porosité des films anodiques sont présentées Figure 17. Spriggs [Spriggs 1961], qui étudiait des céramiques, a proposé un modèle décrivant l'évolution du module E en fonction de la porosité p et de coefficients positifs b et E_0 (Eq. 1).

$$E(p) = E_0 \exp(-bp) \quad (\text{Eq. 1})$$

Cependant, Wang [Wang 1984] a montré que ce modèle n'était valable que pour les faibles porosités ($p < 30\%$). Il a proposé de le modifier pour en améliorer la précision à faibles porosités et étendre sa gamme de validité (Eq. 2).

$$E(p) = E_0 \exp(-(b_1p + b_2p^2 + \dots + b_n p^n)) \quad (\text{Eq. 2})$$

Le modèle de Spriggs est convenable uniquement pour les faibles porosités ($E_0 = 86$ GPa ; $b = 0,79$). En revanche, les mesures expérimentales sont bien décrites sur l'ensemble du domaine

d'étude par le modèle de Wang. Dans le cas des céramiques étudiées par Wang, la chute de module était associée à la transition entre porosité isolée et porosité interconnectée.

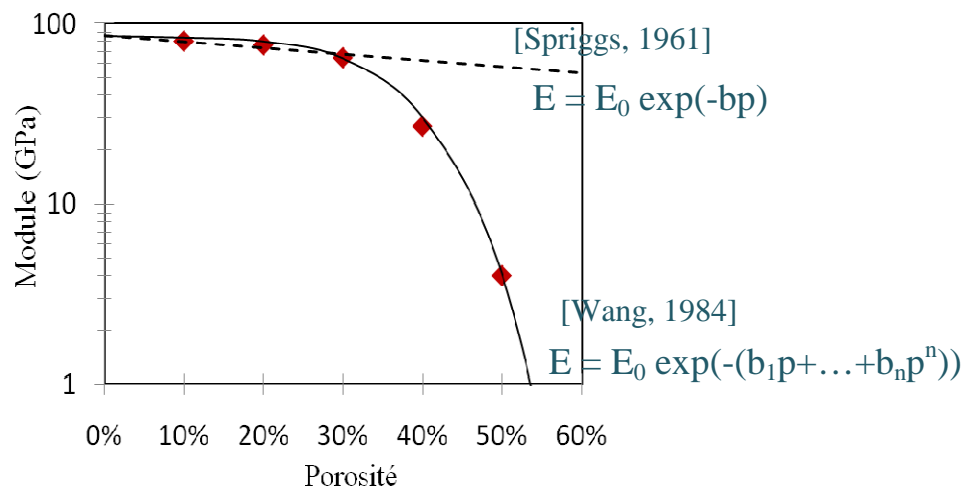


Figure 17 : Variation du module de Young des films anodiques en fonction de la porosité
 Spriggs : ($E_0=86$ GPa ; $b=0,79$)
 Wang : ($E_0=86$ GPa ; $n=5$; $b_1=0,33$; $b_2=b_3=0$; $b_4=2,89$ et $b_5=87,0$)

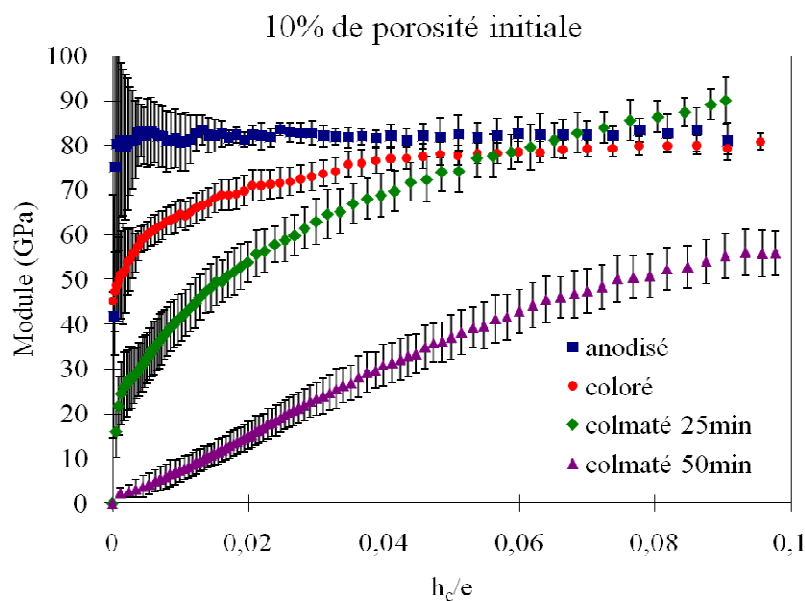


Figure 18 : Variation du module de Young d'un film à 10% de porosité initiale à différentes étapes du procédé OAN

La Figure 18 illustre, pour le cas particulier d'un film anodique de porosité initiale 10%, l'influence de la coloration et du colmatage sur les valeurs du module de Young en fonction du rapport h_c/e . Un colmatage de 50 minutes (contre 25 minutes en conditions standard) a également été réalisé après coloration afin de confirmer la tendance observée. Après coloration, le module mesuré n'est plus constant en fonction de h_c/e . Pour de faibles valeurs de h_c/e , le module est abaissé par la coloration. Il tend progressivement vers la valeur de

module avant coloration lorsque h_c/e augmente, ce qui montre que le module du film anodique n'est pas affecté en profondeur par la coloration. Cette observation est cohérente avec le fait que les pigments se situent dans la partie supérieure du film anodique (cf. §3.3). L'incorporation de colorants se traduit donc par l'apparition d'un gradient de module au sein du film.

Après colmatage, la baisse de module en surface s'accroît. Durant le colmatage, en plus de la précipitation d'hydroxyde de nickel en surface du film, une partie de l'oxyde d'aluminium est transformée en pseudo-boehmite ($Al_2O_3 \cdot H_2O$), gel dont le module est moindre. Plus le temps de colmatage est important, plus la baisse de module est amplifiée.

Une étude systématique, détaillée dans [Goueffon 2009c] et [Goueffon 2010], a permis de proposer des profils de module dans l'épaisseur des films anodiques de différentes porosités présentés dans la Figure 19. Les variations du module sont supposées linéaires avec la profondeur, comme la quantité de pigments dans le film (cf. §3.3). Pour les porosités inférieures ou égales à 30%, la valeur en surface du module est choisie pour un ratio h_c/e significatif minimum (0,01). La profondeur du gradient est donnée par la profondeur de pénétration des pigments et dépend donc de la porosité. La valeur du module plus en profondeur est donnée par les mesures effectuées sur les films non colorés et non colmatés. Pour les films à 40% ou 50% de porosité initiale qui sont hydratés dans toute l'épaisseur, le module est alors supposé homogène dans l'épaisseur et de l'ordre de quelques GPa comme on le voit pour $h_c/e = 0,01$ (2 GPa et 1 GPa respectivement).

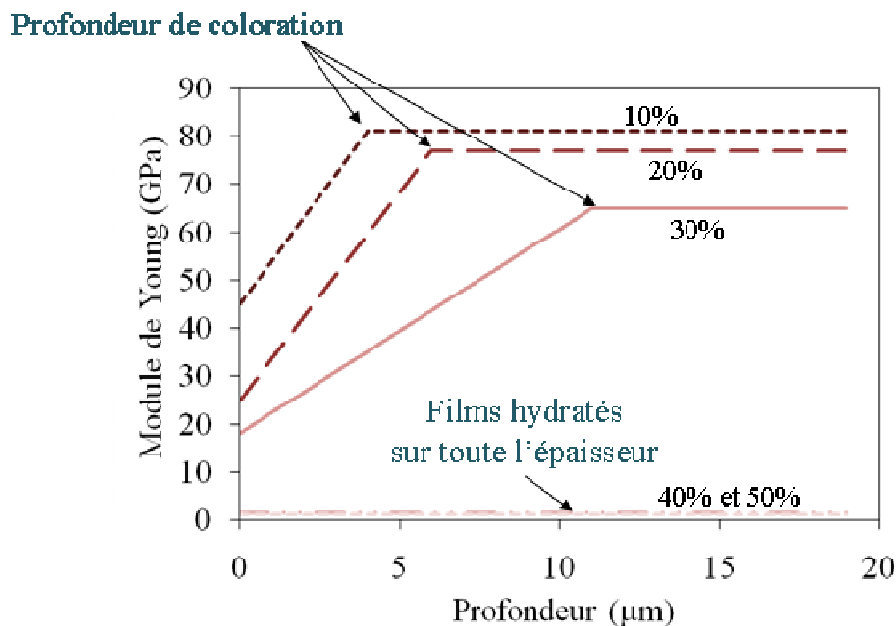


Figure 19 : Modèle de l'évolution du module de Young dans l'épaisseur des films anodiques colorés et colmatés pour différentes porosités initiales

Dans la suite de l'étude, un module uniforme équivalent (E_{eq}) sera parfois utilisé par commodité. Il est obtenu en moyennant le profil réel sur l'épaisseur e comme défini par l'équation (Eq. 3). Ses valeurs sont données dans le Tableau 3.

$$E_{eq} = \frac{1}{e} \int_0^e E(z) dz \quad (\text{Eq. 3})$$

Porosité initiale	10 %	20 %	30 %	40 %	50 %
E_{eq} (GPa)	75	66	54	2	1

Tableau 3 : Module équivalent des films OAN en fonction de leur porosité initiale

4.3. Coefficient de dilatation thermique

4.3.1. Technique expérimentale utilisée

Comme vu en introduction § 4.1., il existe très peu d'études concernant la détermination du coefficient de dilatation thermique des films anodiques d'alumine étant données les difficultés expérimentales rencontrées. La technique développée par Yann GOUEFFON au sein du laboratoire consiste à étudier l'évolution des contraintes dans le film en fonction de la température. Il s'agit donc d'évaluer les contraintes thermiques liées aux dilatations différentielles de l'ensemble film + substrat pour déterminer le coefficient de dilatation inconnu, à savoir celui du film. Dans ce but, les films sont réalisés sur une face d'un substrat mince d'une épaisseur d'environ 200 μ m, obtenue par polissage mécanique de tôles d'aluminium initialement de 7mm. La planéité des échantillons a été soigneusement contrôlée après chaque polissage. Lorsque ces échantillons sont montés en température, des contraintes thermiques induites par les dilatations différentielles apparaissent et provoquent la courbure de l'échantillon. Cette courbure est directement liée au niveau des contraintes dans le film. La Figure 20 illustre le montage utilisé.

L'échantillon est chauffé jusqu'à 100°C à l'aide d'une plaque chauffante avec une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10°C/mn, la température du film étant contrôlée à l'aide d'un thermocouple. La courbure de l'échantillon est mesurée à différentes températures sur une longueur de 17,5mm à l'aide d'un profilomètre Mahr Perthometer. Les mesures sont effectuées sur la surface polie, durant le refroidissement, afin de limiter les effets liés à la déshydratation. Il a été vérifié que le contact du palpeur avait une influence négligeable sur la courbure mesurée.

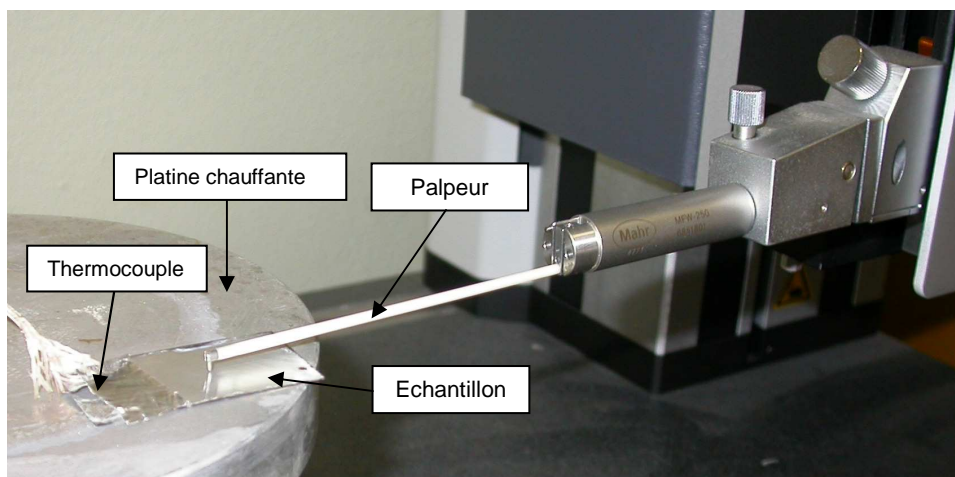


Figure 20 : Photo de mesures de courbure de l'échantillon en température

Ces mesures permettent donc d'obtenir une relation expérimentale entre les contraintes dans le film (σ_f) et la température appliquée (θ). Le coefficient de dilatation thermique du

film est alors évalué par identification de la relation expérimentale obtenue à la relation théorique $\sigma_f = f(\Delta\theta)$.

4.3.2. Relations entre courbure de l'échantillon et contraintes dans le film

Lorsque le rapport entre l'épaisseur du substrat (e_s) et l'épaisseur du film (e_f) est suffisamment faible, la présence de contraintes dans le film génère une courbure de l'échantillon. Stoney [Stoney 1909] a proposé la relation (Eq. 4) reliant les contraintes dans le film σ_f et le rayon de courbure R.

$$\sigma_f = \frac{E_s e_s^2}{6R e_f} \quad (\text{Eq. 4})$$

La relation fait intervenir le module du substrat E_s . Campbell [Campbell 1970] a ensuite proposé une relation faisant intervenir le coefficient de Poisson du substrat ν_s (Eq. 5).

$$\sigma_f = \frac{E_s e_s^2}{6R(1-\nu_s) e_f} \quad (\text{Eq. 5})$$

La contrainte est supposée homogène dans le film et l'épaisseur du film (e_s), négligeable devant celle du substrat (e_f). Afin notamment de prendre en compte la différence de module de Young entre film et substrat, Yan [Yan 1999] a proposé la relation (Eq. 6):

$$\sigma_f = \frac{E_f e_f}{6R(1-\nu_f)} \frac{1 + 4\gamma\beta + 6\gamma^2\beta + 4\gamma^3\beta + \gamma^4\beta^2}{(1+\gamma)(1+\gamma\beta)} \quad \gamma = \frac{e_s}{e_f} \quad \beta = \frac{E_s(1-\nu_f)}{E_f(1-\nu_s)} \quad (\text{Eq. 6})$$

Pour ces trois relations, l'épaisseur du film est supposée petite devant celle du substrat. On peut noter que des formules plus générales ont également été développées, notamment par Jou et Hsu [Jou 1994], afin de prendre en compte une éventuelle anisotropie du film, ce qui, étant donné le caractère spongieux du film, ne sera pas considéré ici.

Modèle éléments finis 2D

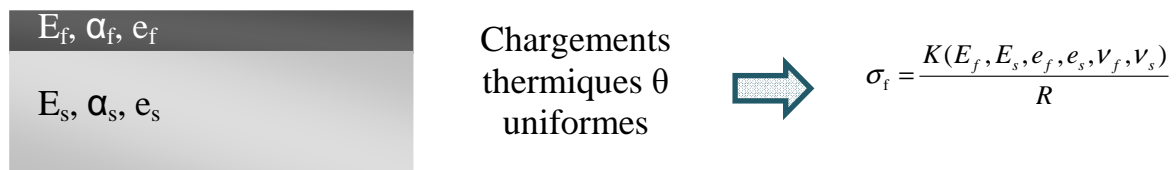


Figure 21 : Modèle éléments finis 2D utilisé pour obtenir une relation courbure/contrainte dans le film

Quelle que soit la relation, la contrainte dans le film évolue en $1/R$. Une relation supplémentaire entre la contrainte dans le film et le rayon de courbure a pu être obtenue à l'aide d'un modèle numérique (Figure 21). Ce modèle, décrit en détail dans [Goueffon 2009c], est composé simplement d'un film mince sur son substrat. Les caractéristiques mécaniques du substrat sont celles du Tableau 2 et concernant le film, le module de Young est ajusté selon la porosité suivant les résultats du §4.2. tandis que différentes valeurs du coefficient de dilatation ont été choisies. Ces valeurs n'ont a priori pas d'influence sur la relation $\sigma_f = f(R)$, celle-ci étant indépendante du chargement. La géométrie (en termes d'épaisseur) a été

adaptée pour correspondre à chaque échantillon testé. Le code SAMCEF a été utilisé pour effectuer des calculs thermoélastiques isotropes en déformation plane. Un chargement thermique (température imposée) uniforme et constant a été appliqué.

Les deux relations « Campbell » et « Yan » sont comparées aux résultats obtenus à l'aide du modèle éléments finis (EF) sur la Figure 22. Les droites $\sigma_f = f(1/R)$ ont été tracées dans le cas d'un film de 20 μm sur un substrat de 200 μm d'épaisseur (ordre de grandeur des dimensions des éprouvettes utilisées expérimentalement). Le film est ici non coloré, non colmaté et a 30% de porosité ($E_f = 65$ GPa quelle que soit la température).

Pour une éprouvette avec de telles dimensions, les relations "Campbell", "Yan" et "EF" donnent des résultats différents. En effet, le rapport des épaisseurs est faible ($e_s/e_f \approx 10$) et s'éloigne des hypothèses formulées par Campbell et Yan. La relation $\sigma_f = f(1/R)$ obtenue par le modèle éléments finis ne dépend pas du coefficient de dilatation thermique du film. Le modèle numérique permet donc d'obtenir une relation supplémentaire adaptée à la géométrie de l'échantillon utilisé, indépendamment du mode de chargement du film, mais qui dépend de son module (c'est-à-dire de la porosité) (Eq. 7).

$$\sigma_f = \frac{K(E_f, E_s, e_f, e_s, \nu_f, \nu_s)}{R} \quad (\text{Eq. 7})$$

L'erreur due à l'estimation de ν_f reste faible. En effet, une variation du coefficient de Poisson de 0,2 à 0,3 pour le film entraîne une modification de la contrainte calculée de l'ordre de 2%.

Ce sont donc ces relations reliant la courbure à la contrainte dans le film, déterminées numériquement pour chaque éprouvette (le rapport e_s/e_f pouvant varier légèrement d'une éprouvette à l'autre), qui seront utilisées dans la suite pour déterminer la contrainte à partir des mesures de courbures.

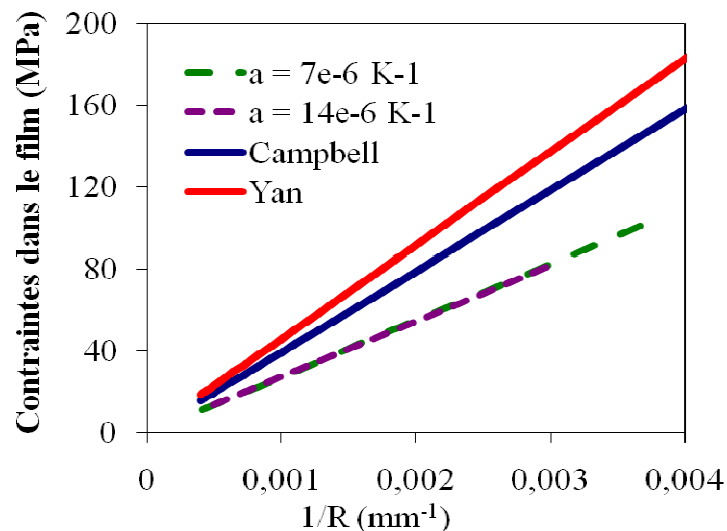


Figure 22 : Evolution de la contrainte dans un film anodique non coloré, non colmaté de porosité 30% en fonction de la courbure de l'échantillon ($e_s/e_f = 10$) : relation de Campbell, Yan et modèle éléments finis (deux coefficients de dilatation différents)

4.3.3. Relations entre température et contraintes dans le film

L'équation Eq.8 [Barnes 1989] [McClung 1994] permet d'évaluer les contraintes dans le film en fonction de la température. Elle fait notamment intervenir la différence entre les

coefficients de dilatations thermiques du substrat et du film ainsi que le ratio de leurs épaisseurs. Néanmoins, l'épaisseur du substrat est supposée grande devant celle du film. On suppose en effet que les contraintes sont homogènes dans l'épaisseur du film.

$$\Delta\sigma_f = \frac{E_s}{(1-\nu_s)} \frac{(\alpha_s - \alpha_f)}{m + \frac{1}{n}} \Delta\theta \quad \text{avec} \quad m = \frac{e_f}{e_s} \quad \text{et} \quad n = \frac{\frac{E_f}{1-\nu_f}}{E_s} \quad (\text{Eq. 8})$$

où α_s et α_f sont les coefficients de dilatation thermique, E_s et E_f les modules de Young, e_s et e_f les épaisseurs et ν_s et ν_f les coefficients de Poisson du substrat et du film respectivement. Cette hypothèse s'étant avérée source d'erreur pour l'expression des contraintes dans le film en fonction de la courbure dans le cas d'un rapport e_s/e_f égal à 10, une vérification a également été effectuée à l'aide du modèle éléments finis développé précédemment. Le chargement étant une température imposée, il est en effet possible, avec le même modèle de relever les contraintes dans le film en fonction de la température pour un coefficient de dilatation du film donné. Les résultats de Eq.8 sont comparés aux résultats obtenus à l'aide du modèle éléments finis des échantillons (cf. § 4.3.1.). L'erreur entre ces contraintes et celles déterminées numériquement est inférieure à 7% pour un rapport e_s/e_f supérieur ou égal à dix, ce qui permet de confirmer la validité de la relation Eq. 8 qui sera utilisée dans la suite. En comparant la pente de la courbe expérimentale $\sigma_f = f(\Delta\theta)$ et la pente théorique donnée par la relation (Eq.8), il est alors possible d'identifier le coefficient de dilatation du film.

$$\text{Erreur} = \frac{\sigma_{\text{Analytique}} - \sigma_{\text{élémentsfinis}}}{\sigma_{\text{élémentsfinis}}}$$

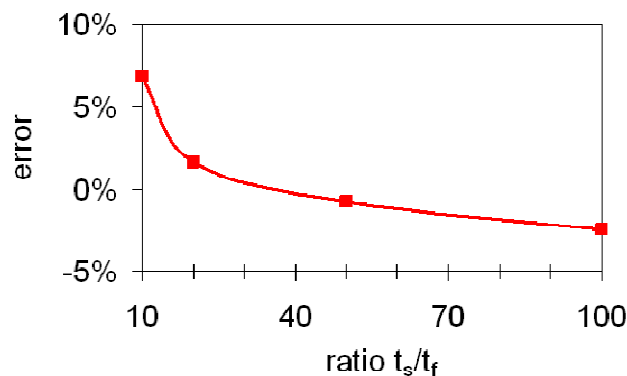


Figure 23 : Evolution de l'erreur sur la contrainte du film en fonction du rapport épaisseur substrat/épaisseur film ($E_f = 50$ GPa, $T = 80^\circ\text{C}$ and $\alpha_f = 5.10^{-6}\text{K}^{-1}$)

4.3.4. Coefficients de dilatation thermique des films anodiques, non colorés, non colmatés

La Figure 24 illustre l'évolution des contraintes, déterminées à partir des mesures de courbure à l'aide du modèle éléments finis (Eq. 7), en fonction de la température pour un film anodique à 30% de porosité. La pente de la courbe permet d'identifier la valeur du coefficient de dilatation thermique en utilisant l'équation Eq. 8.

Sa valeur est d'environ 13.10^{-6}K^{-1} .

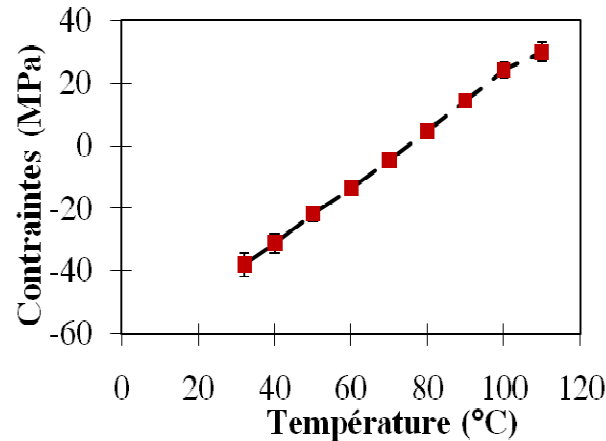


Figure 24 : Variation de la contrainte dans un film non coloré et non colmaté à 30% de porosité en fonction de la température

Le Tableau 4 résume les valeurs des coefficients de dilatation thermique des films anodiques avant coloration et colmatage ainsi déterminées. Pour chaque calcul, un modèle éléments finis avec les épaisseurs et les modules correspondants aux échantillons testés a été utilisé. Le coefficient de dilatation thermique du film anodique ne dépend donc pas de sa porosité et a une valeur moyenne de $13 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Cette valeur est proche de celle déterminée par Zhou et al. [Zhou 1999] ($14,1 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$).

Porosité initiale	10 %	20 %	30 %	40 %
$\alpha_f (10^{-6} \text{K}^{-1})$	$13,4 \pm 1$	$12,9 \pm 1$	$13,0 \pm 1$	$12,2 \pm 1$

Tableau 4 : Coefficients de dilatation thermique des films anodiques, non colorés et non colmatés en fonction de leur porosité initiale

4.3.5. Coefficients de dilatation thermique des films anodiques, colorés, non colmatés

Le même type de mesures et de calculs a été effectué pour des films anodiques de différentes porosités après coloration et avant colmatage. Le modèle éléments finis a été modifié afin de tenir compte du gradient de module de la couche anodique dû à la répartition de pigment (cf. §4.2.2.). Les résultats ont montré que l'utilisation du gradient de module ou du module équivalent ne modifiait pas la valeur de la contrainte [Goueffon 2009c]. C'est donc le module équivalent qui sera utilisé dans la suite. Les valeurs des coefficients de dilatation thermique des films anodiques colorés mais non colmatés sont présentées Figure 25.

La coloration n'a pas d'influence significative sur le coefficient de dilatation thermique du film. L'augmentation de l'incertitude sur ces échantillons est liée à leur géométrie. En effet, lorsque l'épaisseur du substrat est supérieure, la courbure induite par l'élévation de température est inférieure ; l'incertitude sur la mesure de rayon de courbure se répercute donc d'avantage sur le calcul de la contrainte dans le film et sur le coefficient de dilatation.

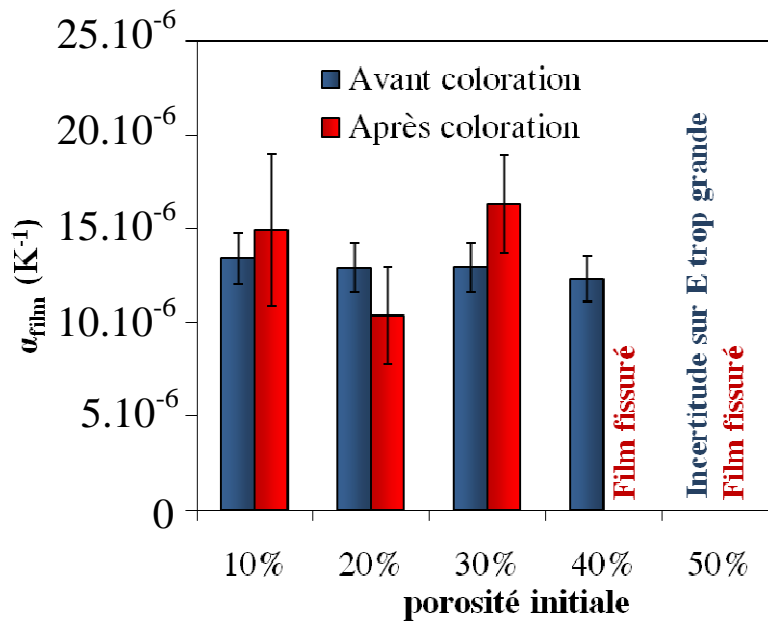


Figure 25 : Influence de la coloration sur le coefficient de dilatation thermique des films anodiques de différentes porosités initiales

4.3.6. Coefficients de dilatation thermique des films anodiques, colorés, colmatés

Dans le cas des essais effectués sur les échantillons après anodisation et après coloration, la courbure finale (c'est-à-dire après refroidissement), est identique à la courbure initiale (avant chauffage). Dans ces cas, l'essai n'a pas d'effet sur l'état de contrainte du film à température ambiante. Au contraire, dans le cas des échantillons colorés et colmatés, la contrainte initiale est compressive alors que la contrainte finale est légèrement en traction comme on peut le voir sur l'exemple d'un film à 10% de porosité initiale présenté sur la Figure 26.

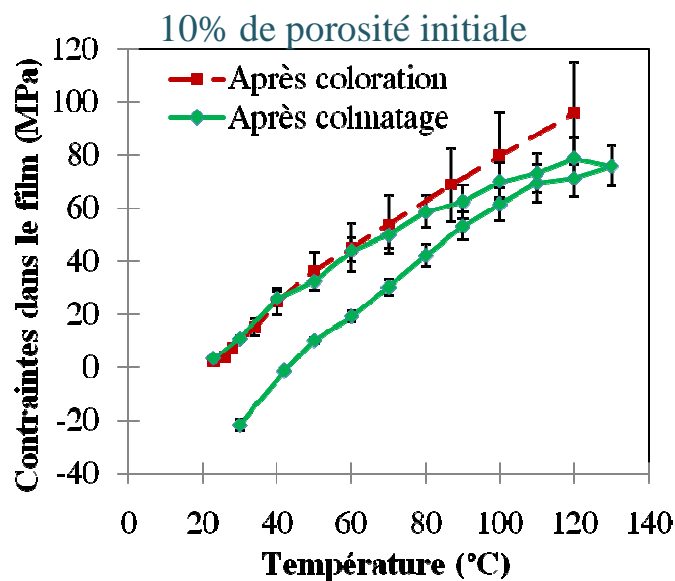


Figure 26 : Evolution de la contrainte dans un film anodique à 10% de porosité en fonction de la température

Cette variation est liée à la déshydratation du film qui se produit pour des températures autour de 100°C. En effet, on peut voir que lors du refroidissement, le comportement du film colmaté et déshydraté devient comparable à celui du film coloré mais non colmaté. La pente durant la montée en température est comparable à celle obtenue pendant le refroidissement pour des températures inférieures à 80°C. Le coefficient de dilatation thermique n'est alors pas significativement modifié par le colmatage.

Dans toute la suite de l'étude, le coefficient de dilatation thermique des films anodiques sera fixé à $13.10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Cette valeur est proche des résultats obtenus par Zhou *et al.* par diffraction de rayons X sur des films anodiques colmatés présentant alors une phase cristalline ($14,1.10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [Zhou 1999] et en contradiction avec la valeur 5.10^{-6} K^{-1} généralement utilisée.

4.4. Contraintes internes

Les contraintes résiduelles dans les films minces peuvent être évaluées par différentes méthodes. La diffraction de rayons X est couramment utilisée dans le cas de films cristallisés [Zhao 2002], ce qui n'est pas le cas ici. La méthode du trou incrémentale [Vangi 1994] [Santana 2006] peut être utilisée pour évaluer les contraintes internes d'un film et mettre en évidence un gradient. Cependant, cette technique, délicate à mettre en œuvre, se révèle inadaptée face aux faibles épaisseurs des films OAN.

La mesure de courbure des échantillons minces à température ambiante permet de déterminer le niveau de contraintes résiduelles [Nie 2006] [Brown 2007]. La relation Eq. 7, déterminée à l'aide du modèle éléments finis et reliant la contrainte dans le film à la variation de courbure, a été utilisée. Des mesures ont été effectuées à chaque étape du procédé et ce, pour différentes porosités initiales. Deux films réalisés dans les mêmes conditions ont été utilisés afin de confirmer les observations et trois mesures ont été faites par échantillon. Les résultats sont présentés Figure 27.

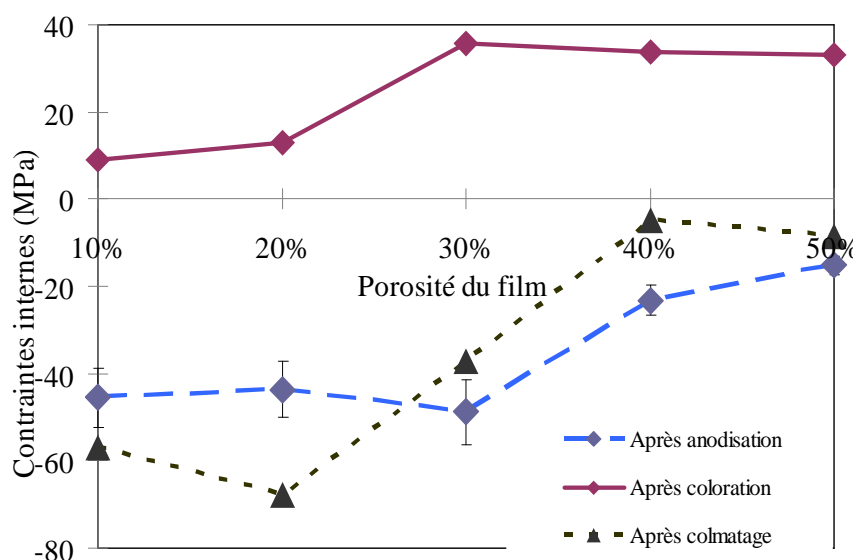


Figure 27 : Contraintes internes au sein des films anodiques après les différentes étapes de l'OAN en fonction de leur porosité initiale

Les contraintes résiduelles générées au sein d'un film anodique durant le procédé d'anodisation proviennent de deux mécanismes différents : une composante thermique et une composante de Pilling-Bedworth. La première est directement liée à la température de l'électrolyte. En effet, les dilatations différentielles subies par le film et le substrat lors du retour à température ambiante génèrent des contraintes dans le film anodique. La deuxième est due à la différence entre le volume molaire du métal consommé et celui du film d'oxyde produit. L'analyse des contraintes internes à l'issue de l'anodisation est détaillée dans [Goueffon 2009c].

Quelle que soit la porosité du film, la coloration a pour effet de modifier les contraintes internes de compression en contraintes de traction. Ce phénomène est probablement dû à la contraction des pigments engendrée par le séchage à la sortie du bain de précipitation. Plus la porosité augmente, plus la quantité de pigments introduite est importante et plus la surface de contact entre pigments et oxyde est grande. Ainsi, la variation de contraintes due à la coloration augmente également avec la porosité. Néanmoins, au-delà de 30% de porosité, la présence de fissures dans le film limite l'augmentation de contraintes.

Lors du colmatage, l'expansion de volume générée par l'hydratation de l'oxyde d'aluminium entraîne des contraintes de compression qui sont réversibles (cf. Figure 26) comme noté également par [McClung 1994]. Cependant, le faïençage présent sur les films de porosité supérieure ou égale à 30% explique également la relaxation de ces contraintes.

4.5. Contrainte à rupture

Connaissant l'état de contrainte des films OAN et étant capable, grâce à la détermination du coefficient de dilatation thermique, de calculer les contraintes thermiques lors du procédé ou d'un chauffage ultérieur, il s'agit maintenant de déterminer le critère de rupture menant au faïençage. Un essai de flexion 4-points a été utilisé pour déterminer la contrainte à rupture des films. A noter que Wiklund et al. [Wiklund 1997], par exemple, ont également utilisé cette technique pour déterminer la résistance à fissuration de films minces.

4.5.1. Méthode expérimentale

Le principe de l'essai utilisé est présenté Figure 28 et détaillé dans [Goueffon 2009c]. Il s'agit de soumettre le film anodique à une traction uniforme par l'intermédiaire d'un essai de flexion 4-points. La fissuration du film sous l'effet de la charge est alors détectée à l'aide de capteurs d'émissions acoustiques. Le procédé étant une conversion chimique de surface, on considère qu'aucun glissement ne survient entre le film et le substrat. Les déformations dans le film sont donc supposées imposées par le substrat au niveau de l'interface. Tant que le substrat est en déformation élastique, la théorie des poutres permet alors de déterminer ces déformations imposées en fonction de la charge appliquée. Enfin, le film étant supposé isotrope et fragile, les contraintes de traction dans le film sont alors elles-mêmes directement liées à la charge imposée suivant l'équation Eq. 9.

$$\sigma_f = E_{Eq}^f \frac{Fah}{4E_s I_s} + \sigma_{Résiduelles} \quad (\text{Eq. 9})$$

Où F est la charge appliquée, h est la hauteur de l'échantillon, a la distance entre appui supérieur et inférieur, I_s le moment quadratique de l'échantillon, E_s , le module de Young du substrat et E_{Eq}^f le module équivalent du film.

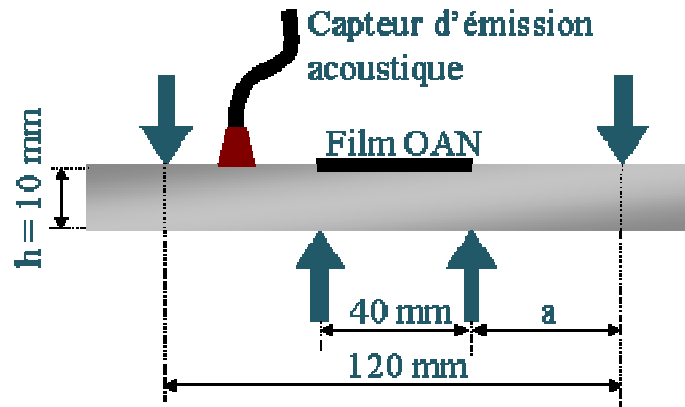


Figure 28 : Principe de l'essai de flexion quatre points utilisé pour déterminer les contraintes à rupture des films

La détermination de la charge critique correspondant à la fissuration du film, repérée grâce à l'émission acoustique, permet ensuite de déterminer la contrainte à rupture des films. Chaque valeur de contrainte à rupture donnée est une moyenne pour trois échantillons testés et les barres d'erreur données par la suite correspondent à la dispersion des résultats.

4.5.2. Résultats

Les contraintes à rupture des films anodiques après chaque étape du procédé OAN sont données en fonction de la porosité initiale sur la Figure 29. La variation de ces valeurs en fonction de la porosité des couches anodiques non colorées, non colmatées correspond à un modèle de Knudsen [Knudsen 1959] modifié par Goueffon en intégrant la concentration en soufre [S] (cf. [Goueffon 2009c] pour plus de détails) :

$$\sigma_{rupt} = \sigma_0 \exp(-(b_1p+b_2p^2+\dots+b_n p^n)) - (c_1[S] + c_2) \quad (\text{Eq. 10})$$

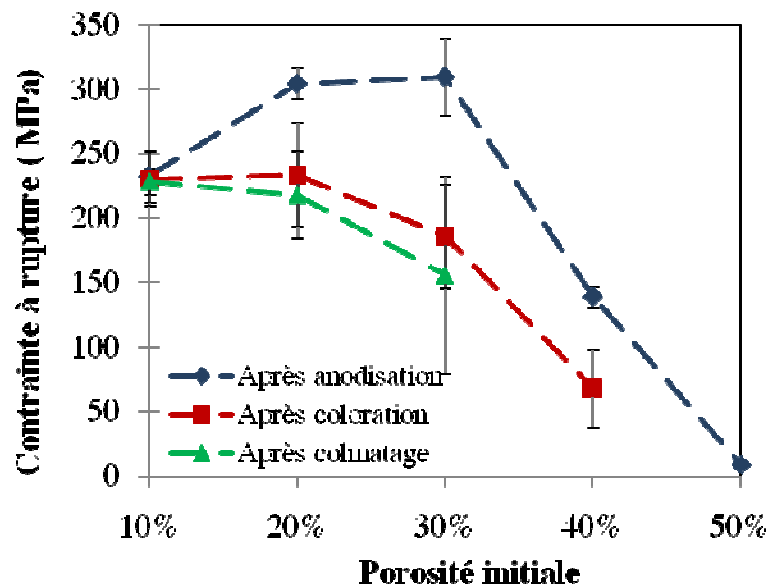


Figure 29 : Contraintes à rupture des films anodiques pour différentes porosités initiales à chaque étape du procédé OAN

L'étape de coloration cause une chute de la contrainte à rupture. La modification engendrée au niveau des parois des pores lors de la réaction de coloration peut justifier cette diminution qui est d'autant plus importante que la surface de contact entre l'oxyde et la solution de coloration est importante, c'est-à-dire que la porosité est élevée. Le colmatage semble également induire une baisse de contrainte à rupture, beaucoup moins significative. L'hydratation de la couche anodique modifie ses propriétés mais la profondeur de colmatage étant limitée par la présence des pigments (cf. §4.2.2), la contrainte à rupture est faiblement altérée.

4.6. Conclusion

Le Tableau 5 récapitule les propriétés thermomécaniques déterminées au cours de cette étude pour les films anodiques. Afin de déterminer les conditions qui mènent au faïençage de ces films, lors du procédé ou pendant un chauffage ultérieur, il suffit donc de comparer la contrainte à rupture d'un film d'une porosité donnée à la somme des contraintes internes auxquelles il est sujet et des contraintes thermiques auxquelles il est soumis (Figure 30).

	Substrat (AA7175 T7351)	Film anodique
Module de Young	72 GPa	Modèle de Wang + gradient
Coefficient de Poisson	0,33	0,28 [Alwitt 1993a]
Coefficient de dilatation thermique	$23,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (entre 0°C et 200°C)	$13,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
Limite à rupture	550 MPa	Modèle de Knudsen modifié

Tableau 5 : Résumé des propriétés thermo-mécaniques du substrat et des films anodiques

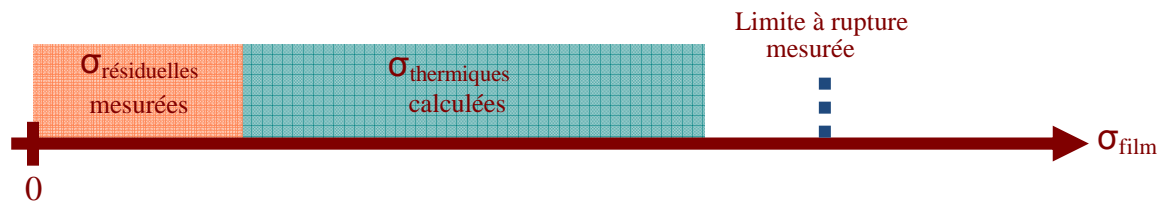


Figure 30 : Principe de détermination du faïençage : comparaison de la somme des contraintes résiduelles et contraintes thermiques à la contrainte à rupture

5. Conditions de faïençage des films

5.1. Faïençage des films anodiques non colorés, non colmatés

La température théorique de faïençage des films anodiques peut être calculée à partir des mesures des essais de flexion. La contrainte thermique à appliquer pour provoquer la fissuration est en effet équivalente à la contrainte appliquée mécaniquement durant l'essai qui a conduit à la rupture :

$$\sigma_{\text{critique-appliquée}} = \sigma_{\text{rupture}} - \sigma_{\text{résiduelle}} = E_{\text{Eq}}^f \frac{F_{\text{critique}} ah}{4E_s I_s} = \frac{E_s}{1-\nu_s} \frac{(\alpha_s - \alpha_f)}{m + \frac{1}{n}} (\theta_{\text{critique}} - \theta_{\text{ambiante}}) \quad (\text{Eq. 11})$$

On retrouve alors la température théorique de fissuration qui est dépendante du coefficient de dilatation du film (Eq. 12).

$$\theta_{critique}^{théorique} = \frac{\sigma_{rupture} - \sigma_{résiduelle}}{E_s (\alpha_s - \alpha_f)} + \theta_{ambiante} = \frac{E_{Eq}^f \frac{F_{critique} ah}{4E_s I_s}}{E_s (\alpha_s - \alpha_f)} + \theta_{ambiante} \quad (Eq. 12)$$

$$1 - \nu_s \quad m + \frac{1}{n} \quad 1 - \nu_s \quad m + \frac{1}{n}$$

Des essais de montée en température des films anodiques non colorés et non colmatés (environ 10°C/min) ont été réalisés dans l'enceinte du microscope électronique à balayage en mode environnemental. La température d'apparition des premières fissures a été relevée pour différentes porosités. La Figure 31 présente le cas d'un film à 20% de porosité qui se fissure au-delà de 260°C. Dans tous les cas, les températures atteintes sont supérieures à 200°C, trop élevées pour utiliser les capteurs acoustiques. Pour les films anodiques non colorés et non colmatés nous négligeons d'éventuels effets de déshydratation causés par la mise sous vide et la montée en température dans le microscope. Les températures de fissuration expérimentales ainsi obtenues sont comparées aux températures théoriques sur la Figure 32.

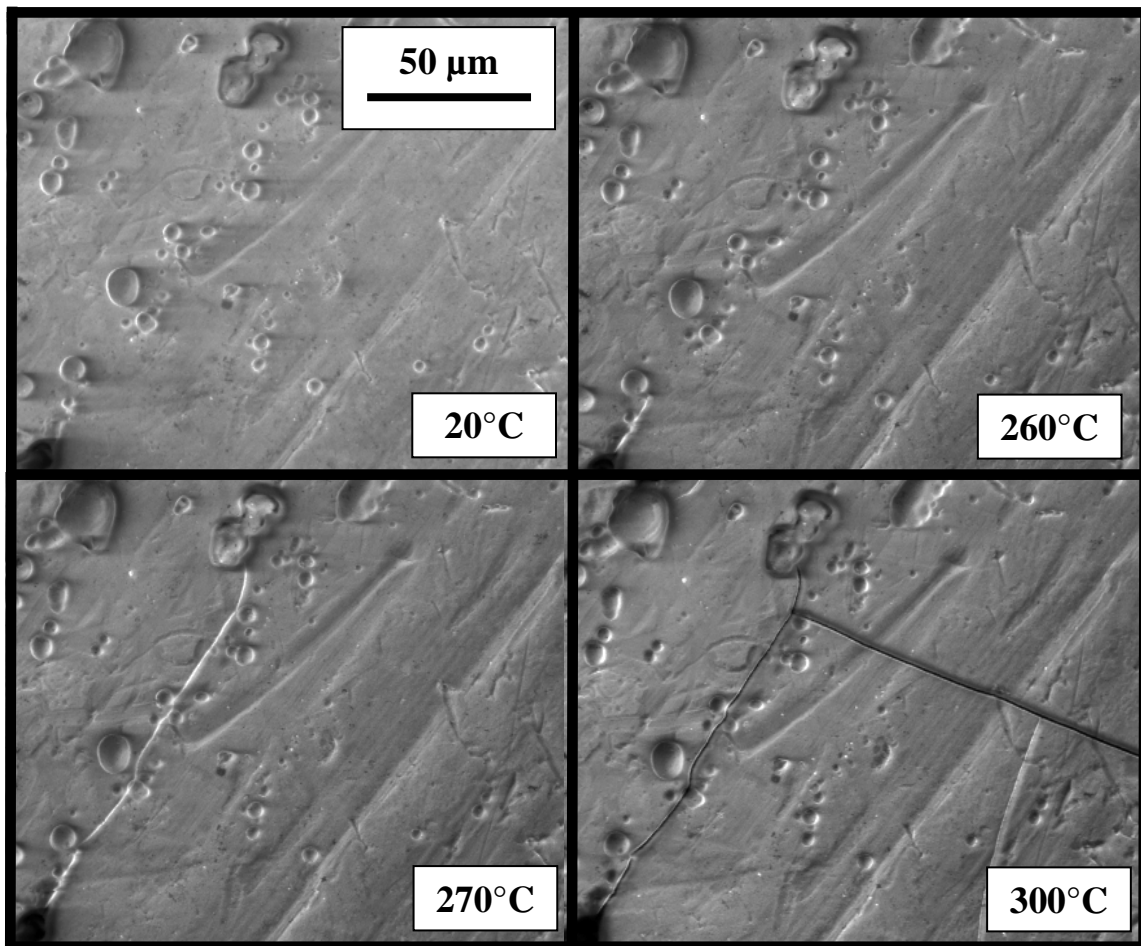


Figure 31 : Observations surfaciques au microscope électronique à balayage d'un film anodique non coloré et non colmaté à 20% de porosité à différentes températures

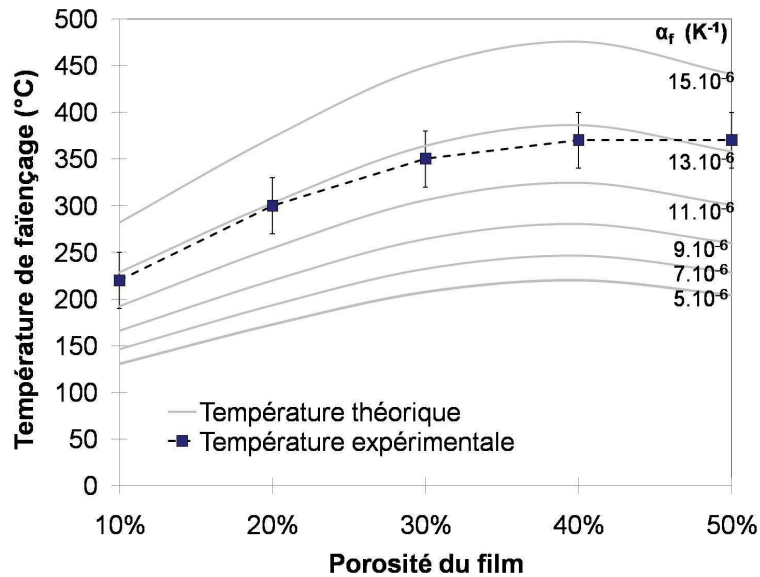


Figure 32 : Evolution de la température de faïençage théorique et expérimentale des films non colorés et non colmatés en fonction de leur porosité

La température de faïençage des films augmente avec la porosité malgré la chute de la contrainte à rupture qui est en fait compensée par l'augmentation de l'élasticité. Les valeurs de température de faïençage correspondent à celles attendues pour un coefficient de dilatation du film de $13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Ces résultats confirment les mesures de coefficient de dilatation thermique du film effectuées précédemment et contredisent le fait que ce coefficient puisse être d'environ $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ comme en fait état la littérature.

5.2. Faïençage durant l'étape de coloration

La Figure 33 présente l'état de contrainte dans les films calculé lorsque l'échantillon est dans le premier bain de coloration, en fin d'imprégnation. Nous admettons ici plusieurs hypothèses :

- les contraintes résiduelles ne sont pas modifiées durant l'imprégnation. La modification n'est effective qu'après précipitation et séchage. Les valeurs retenues ici sont donc celles après anodisation (cf. Figure 27).
- la température du premier bain de coloration (Acétate de cobalt) est de $43 \pm 2^\circ \text{C}$. Les dilatations thermiques différentielles induisent alors des contraintes de traction au sein du film anodique. Celles-ci peuvent être calculées à l'aide de la relation (Eq. 8). La contrainte dans le film est alors la somme de la contrainte résiduelle et de la contrainte thermique.
- la chute de contrainte à rupture durant la coloration est due à la réaction entre le film et les ions acétate de ce bain et est donc ici prise en compte. Les contraintes à rupture sont donc celles après coloration (cf. Figure 29). Celle de l'échantillon à 50% de porosité initiale a été ici considérée comme quasiment nulle.

Quelle que soit la porosité, la contrainte thermique n'est pas assez importante pour compenser les contraintes résiduelles de compression présentes après anodisation. Malgré la baisse de contrainte à rupture, le faïençage ne se produit pas durant l'étape d'imprégnation confirmant ainsi les observations expérimentales.

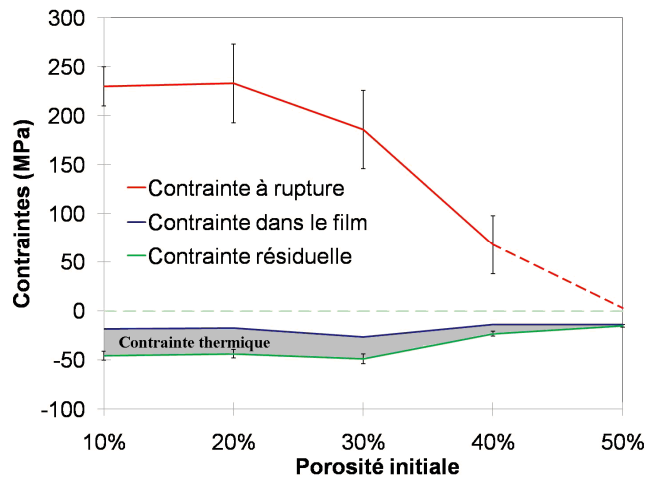


Figure 33 : Etat de contrainte dans le film anodique dans le bain d'imprégnation (après 15 min) et comparaison avec la contrainte à rupture

Le second bain de coloration est à température ambiante et n'induit donc pas de contrainte thermique dans le film. En revanche, lors du séchage après précipitation, les contraintes résiduelles augmentent et deviennent positives. La Figure 34 présente alors l'état de contrainte dans les films à ce moment. Après cette étape de précipitation, les observations au microscope électronique à balayage montrent que les films à 40% et 50% sont faïencés (cf. §3.3.). La relaxation des contraintes résiduelles engendrée explique les faibles valeurs de contraintes internes mesurées. Les valeurs de contraintes résiduelles non relaxées supposées deviennent effectivement supérieures à la contrainte à rupture, justifiant ainsi le faïencage observé.

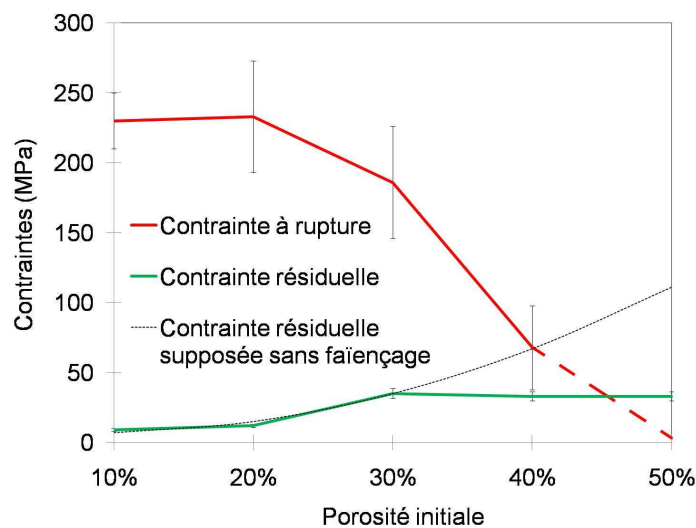


Figure 34 : Etat de contrainte dans le film anodique après précipitation des pigments et comparaison à la contrainte à rupture

Le faïençage intervenant durant la coloration est donc principalement lié à la variation des contraintes résiduelles couplée à la baisse de contrainte à rupture. Les contraintes thermiques ne semblent pas être mises en cause. A cette étape, les observations MEB permettent d'affirmer que les films ayant une porosité initiale inférieure ou égale à 30% ne sont pas fissurés.

5.3. Faïençage durant l'étape de colmatage

Le colmatage à 98°C induit de nouveau des contraintes thermiques dans les films anodiques. Il induit également d'importantes contraintes résiduelles de compression qui s'opposent au faïençage. La Figure 35 présente l'état de contrainte dans les films lors du colmatage. Les contraintes résiduelles sont celles mesurées après l'étape de coloration. Les contraintes à rupture avant et après colmatage sont également indiquées.

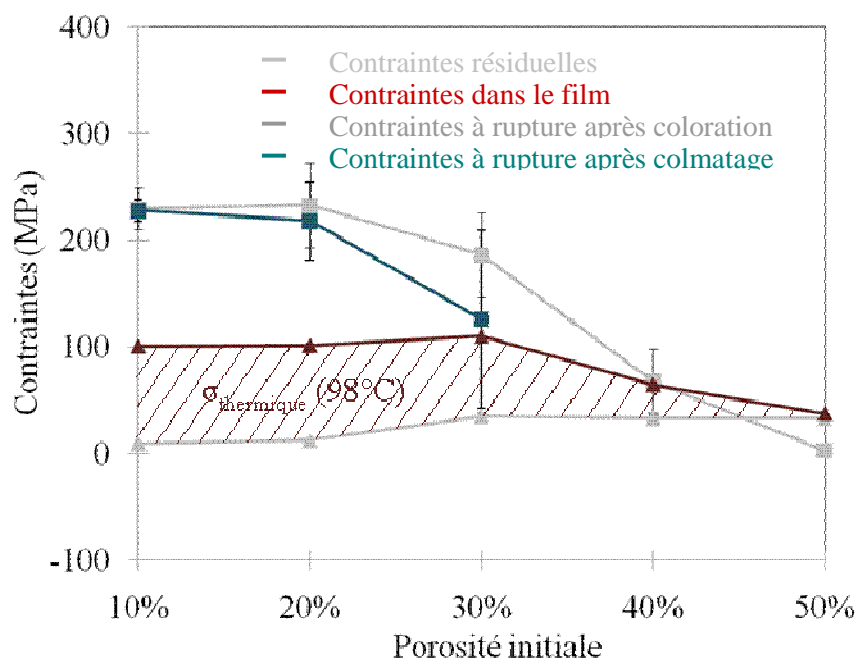


Figure 35 : Etat de contrainte dans le film anodique lors du colmatage (98°C)

La diminution de contrainte thermique lorsque la porosité augmente est due à la baisse de module de Young des films. Les contraintes dans les films ayant une porosité inférieure ou égale à 30% sont inférieures à la contrainte à rupture après coloration au moment de l'introduction dans le bain de colmatage. Cependant, comme indiqué dans §3.4. (Figure 14), les films de porosité initiale égale à 30% sont fissurés suite au colmatage. Plus précisément, la fissuration n'est pas générée à l'introduction du film dans le bain (cohérent avec le fait que la contrainte de rupture en début de colmatage est supérieure à l'état de contrainte du film) mais durant le colmatage, au bout de quelques minutes. Or le colmatage induit des contraintes de compression dans le film (cf. Figure 27) qui s'oppose alors à la fissuration mais est également à l'origine d'une baisse de la contrainte à rupture (cf. Figure 29). Si l'on considère ce dernier phénomène, la contrainte interne dans le film (contrainte résiduelle + contrainte thermique) est sensiblement égale à la contrainte à rupture (cf. Figure 35), expliquant de ce fait la fissuration des films à 30% de porosité initiale.

En bain d'acétate de nickel, le colmatage se produit dès 80°C environ [Hao 2000]. L'hydratation du film serait catalysée par la présence de sels de nickel dans le bain. Il est donc envisageable de réduire la température du bain afin de réduire la contrainte thermique correspondante et ainsi éviter la fissuration. Les films ayant une porosité initiale de 10% ou 20% ont une contrainte à rupture suffisamment élevée pour ne pas fissurer lors de l'élaboration.

6. Vieillessement et écaillage des films anodiques

Les différents cas d'écaillage observés jusqu'alors ont été mis en évidence après cyclages thermiques, par l'arrachage de rubans adhésifs utilisés pour fixer des thermocouples ou au travers de contrôles. Cependant, l'anomalie ne semble a priori pas reproductible. En effet, pour des conditions de vieillissement similaires, certains films OAN ont présenté le défaut d'adhérence alors que d'autres non. Nous nous sommes donc intéressés de plus près dans ce chapitre aux échantillons anodisés noirs réalisés dans des conditions industrielles. En effet, la norme ECSS-Q-70-03 [ESA 2006] recommande de réaliser l'étape d'anodisation à température ambiante. Nous avons donc ciblé cette étude sur les films OAN anodisés à 20°C et 25°C, c'est-à-dire ayant une porosité initiale de 40% et 50% respectivement. Ces films sont ceux présentant un faïençage dès la fin du procédé OAN.

6.1. Effets de l'environnement spatial simulé sur l'adhérence

6.1.1. Caractérisation de l'adhérence

Préalablement à sa caractérisation, il peut être nécessaire de définir l'adhérence comparée à l'adhésion pour sortir de la confusion entretenue par nos collègues anglo-saxons qui n'utilisent qu'un seul mot (adhesion) pour qualifier ces deux termes distincts en français. L'adhérence est l'état d'une chose qui colle (adhère) à une autre. Plus scientifiquement, l'adhérence manifeste la difficulté de séparer deux corps : la force d'adhérence est la force nécessaire à la rupture de l'assemblage. L'adhésion est le phénomène qui crée l'adhérence. La définition scientifique de l'adhésion diffère selon les chercheurs. Nous pouvons citer par exemple la définition proposée par Darque-Ceretti et Felder [Darque-Ceretti 2003] : tout phénomène d'attraction entre deux corps, qui ne met en jeu que les interactions électromagnétiques. C'est donc bien l'adhérence du film anodique qu'il s'agit ici d'évaluer par des essais mécaniques.

La première difficulté pour caractériser l'adhérence est, comme mentionné en §2.3., que l'anodisation ne se fait pas par apport de matière et que la notion d'adhérence n'est pas définie pour un matériau ayant subi une conversion électrochimique de sa surface. Il n'existe donc pas dans la littérature d'essais typiques permettant de caractériser l'adhérence dans ce cas. En revanche, de nombreuses méthodes existent pour caractériser l'adhérence de film mince (déposé, projeté,...) sur un substrat massif. On peut citer par exemple les essais suivants [Darque-Ceretti 2003]: le pelage, la coupure (et ablation) du film, le gonflement, le clivage, le flambage en compression, les arrachements par adhésifs, la traction ou flexion du substrat, l'indentation normale ou interfaciale et la rayure. La réalisation et/ou l'analyse de ces essais est cependant souvent délicate et mène difficilement à une valeur de ténacité interfaciale ou une énergie de rupture interfaciale intrinsèque. En outre, les autres paramètres ou indicateurs des différents essais (par exemple l'émission acoustique lors des essais de rayure, de flexion ou de compression) donnent parfois des informations contradictoires pour évaluer l'adhérence du film [Ollendorf 1999]. Enfin, en ce qui nous concerne, même si les méthodes habituellement utilisées peuvent aider à la quantification de

l'adhérence [Ren 2006] [Chan 2006] [Mougin 2003] [Marot 2006], une des principales difficultés réside dans le fait que le film est initialement faïencé, nous limitant dans l'utilisation des modèles mécaniques associés aux différents essais.

Le choix des méthodes utilisées dans la présente étude pour caractériser l'adhérence a été effectué sur un critère de simplicité de mise en œuvre lié au caractère industriel du projet tout en tenant compte des caractéristiques de l'ensemble substrat/couche (notamment en terme d'épaisseur de la couche et du substrat). Ces techniques sont décrites précisément dans [Goueffon 2009c].

La première technique, plutôt imposée que vraiment choisie, est le test de pelage au ruban adhésif. Cet essai, non quantitatif et fortement dépendant des conditions d'essais et de la nature du ruban adhésif utilisé, a le mérite d'être déjà utilisé chez Astrium pour le contrôle des pièces anodisées. Il permet, à condition de conserver les mêmes paramètres et conditions d'essais, de comparer par exemple le nombre de particules arrachées et de classer les différents films anodiques sur ce critère [Corocher 2005]. L'idée est de pouvoir comparer les résultats ainsi obtenus avec les résultats d'autres types d'essais plus quantitatifs.

L'essai de rayure est la deuxième technique retenue. Il est couramment utilisé pour évaluer quantitativement l'adhérence des revêtements [Holmberg 2003] [Liu 2004] [Bull 2006]. L'essai consiste à rayer le revêtement à l'aide d'un stylet en appliquant une charge normale linéairement croissante. Une charge critique peut alors être définie comme la charge à laquelle l'endommagement choisi se produit. Dans le cas de la présente étude, la charge critique (L_c) sera définie comme étant la charge provoquant l'écaillage du film en bord de rayure (cf. Figure 36). Cette charge sera déterminée par observation au microscope.

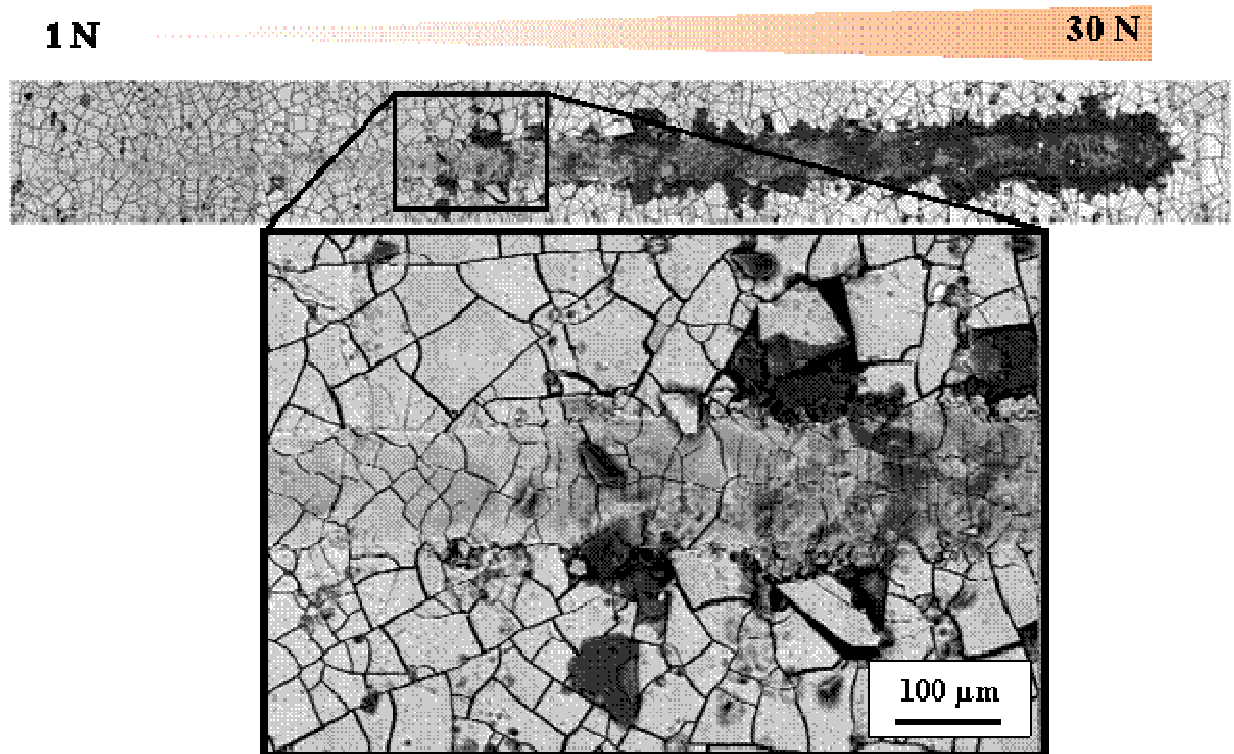


Figure 36 : Observation MEB d'une rayure sur un film OAN à 40% de porosité initiale avec agrandissement de la zone de début d'écaillage

Enfin, la flexion 4-points suivie par émission acoustique a également été utilisée pour mesurer l'adhérence des films minces sur leur substrat [Richard 1996] [Ollendorf 1999] [Delmas 2001]. La géométrie du montage de flexion est la même que celle présentée Figure 28. La face anodisée est celle qui est soumise aux contraintes de compression. La charge critique à partir de laquelle le film est endommagé est repérée par mesures d'émissions acoustiques complétées par des observations au microscope électronique à balayage.

6.1.2. Environnement spatial simulé

Pour simuler l'environnement spatial, la norme ESA [ESA 1999] recommande d'effectuer 100 cycles entre -100°C et 100°C, sous vide, avec des paliers de 5mn et des vitesses de chauffage et de refroidissement de 10°C/mn. Ces conditions ont été définies dans un cas général, pour tous types de matériaux et d'équipement. Dans la pratique, la plage de température peut varier selon l'application de la pièce, les 100 cycles sont rarement respectés et l'environnement ne correspond pas toujours à un vide secondaire. Dans cette étude, seront donc étudiés différentes gammes de température, différentes atmosphères ainsi que différents nombres de cycles. Les vitesses de chauffage et de refroidissement seront de 10°C/mn sous atmosphère d'azote à pression ambiante mais seulement de 1°C/mn sous vide du fait de la limitation de l'équipement utilisé.

6.1.3. Influence de l'atmosphère sur l'adhérence des films

Des échantillons ayant des films OAN de 40 et 50% de porosité initiale ont été cyclés 10 fois entre -80°C et 80°C sous azote et sous vide. La Figure 37 présente les résultats de l'essai de rayure en termes de charge critique après ces vieillissements. Après les cycles réalisés sous azote, la charge critique mesurée est seulement affectée pour les films à 50% de porosité (de 20 à 5N). Cependant, les cycles réalisés sous vide sont néfastes pour les deux types de film, l'effet étant similaire à celui de cycles sous azote pour les plus fortes porosités tandis que seule une légère diminution est observée pour les films à 40% de porosité initiale.

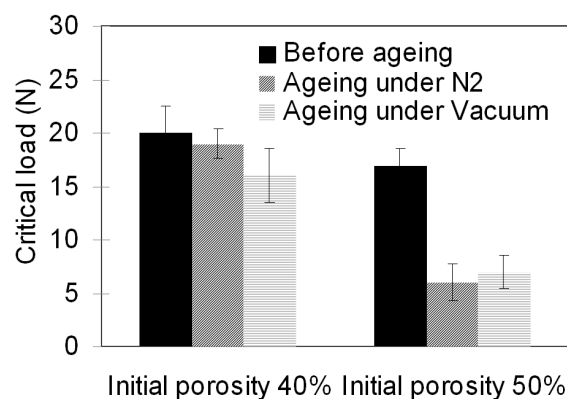


Figure 37 : Charge critique de l'essai de rayure après 10 cycles entre -80°C et +80°C sous azote et sous vide

Des essais de flexion 4-points ont aussi été réalisés après le même vieillissement. Les résultats sont présentés Figure 38. Avant tout vieillissement, aucun signal acoustique n'est détecté avant une charge critique dépendant de la porosité initiale du film et correspondant à des déformations plastiques du substrat. Ces événements acoustiques sont associés à la dégradation complète du film sous compression. Après vieillissement thermique sous vide,

les deux types d'échantillons présentent, lors de la flexion, des évènements acoustiques à de faibles charges : ces évènements acoustiques peuvent être attribués à la propagation des fissures déjà présentes dans les films. Cependant, après vieillissement sous azote, seuls de très rares évènements acoustiques sont détectés pour les films à 50% de porosité à faible charge.

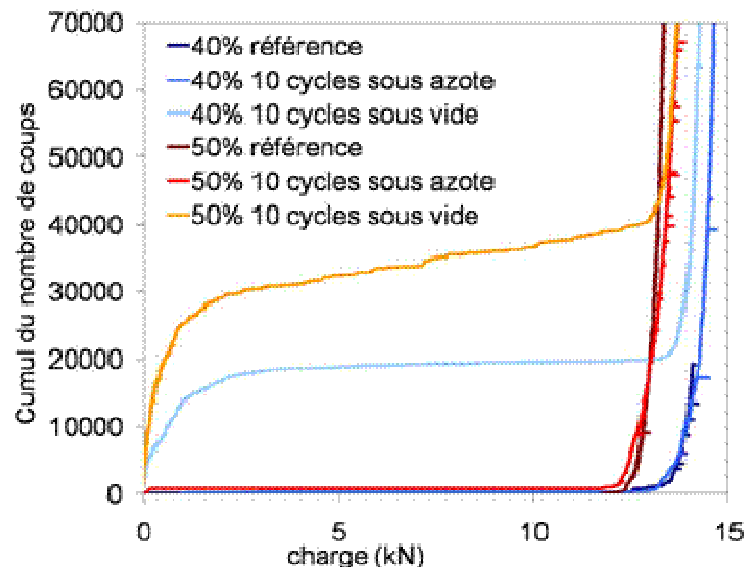


Figure 38 : Evolution du nombre d'évènements acoustiques détectés en fonction de la charge appliquée durant l'essai de flexion quatre points

Ces résultats sont cohérents avec les résultats des essais de pelage. Après les cycles sous azote des films à 40% de porosité, aucune particule n'est arrachée du substrat, quel que soit le scotch utilisé. Après vieillissement sous vide, quelques particules sont détachées avec le scotch de 250g/cm tandis que l'écaillage est très important avec le scotch à 670g/cm (Figure 39). Pour les films à 50% de porosité, les cycles sous vide et sous azote conduisent à l'arrachement d'un grand nombre de particules.

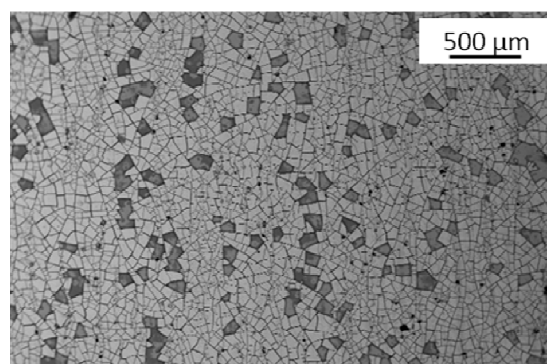


Figure 39 : Observation MEB de la surface d'un film OAN de 40% de porosité initiale après 10 cycles sous vide entre -80°C et 80°C après test de pelage (670g/cm)

La chute de la charge critique des essais de rayure, de flexion 4-points et de pelage observée après vieillissement thermique est attribuée à la propagation des fissures déjà présentes. En effet, les dilatations thermiques différentielles survenant durant les cycles de température résultent en des contraintes de compression ou de traction qui peuvent

provoquer cette propagation de fissure. Cependant, comme cela est observé pour les films à 40% de porosité, l'amplitude de température n'est pas le seul paramètre affectant l'adhérence des films : des cycles de $\pm 80^\circ\text{C}$ sous azote ne modifient pas l'adhérence tandis que des cycles à la même température sous vide ont un effet néfaste.

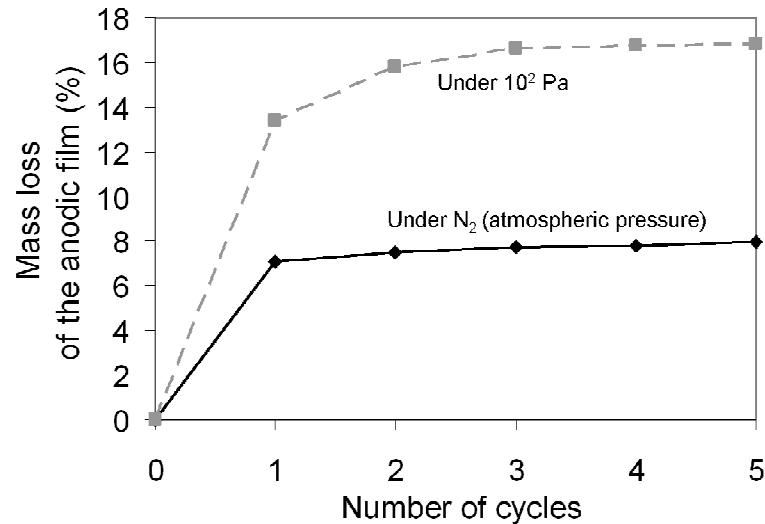


Figure 40 : Perte de masse d'un film OAN de 40% de porosité initiale au cours de cycles thermiques de $\pm 80^\circ\text{C}$

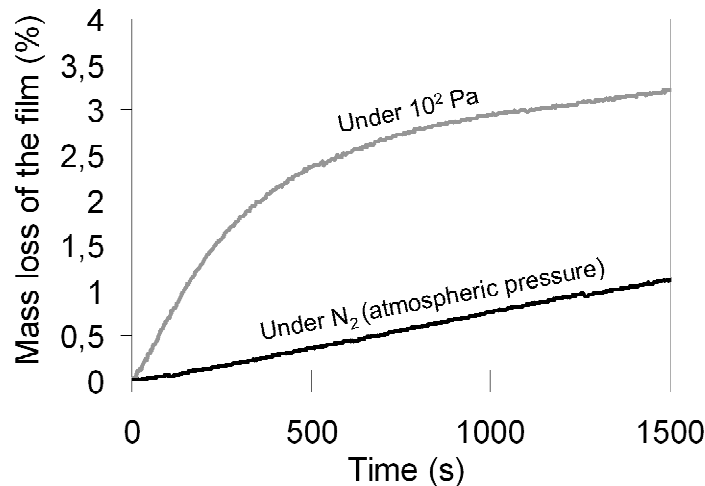


Figure 41 : Perte de masse d'un film anodique à 40% de porosité initiale à température ambiante

La perte de masse d'un film anodique à 40% de porosité au cours des cycles thermiques de $\pm 80^\circ\text{C}$ sous azote et sous faible pression est présentée Figure 40. La perte de masse est plus importante sous faible pression qu'à pression atmosphérique sous azote. Ces observations sont même confirmées à température ambiante comme montré sur la Figure 41. Ainsi, la déshydratation des films anodiques qui survient pendant les cycles en température est amplifiée par le vide. Ce phénomène provoque des contraintes de traction supplémentaires (cf. § 4.3. et 4.4.) qui favorisent la propagation des fissures. Après quelques jours passés sous vide secondaire à température ambiante, un élargissement des fissures sur un film OAN de

40% de porosité est observé comme conséquence de la déshydratation (cf. Figure 42), phénomène également noté dans la littérature [Rayhani 2008]. Néanmoins, des mesures d'adhérence réalisées sur ces films stockés sous vide à température ambiante ne montrent aucune modification de l'adhérence [Monjauze 2008]. C'est donc l'effet combiné des contraintes thermiques et de déshydratation qui sont à l'origine des pertes d'adhérence notées après les cycles thermiques.

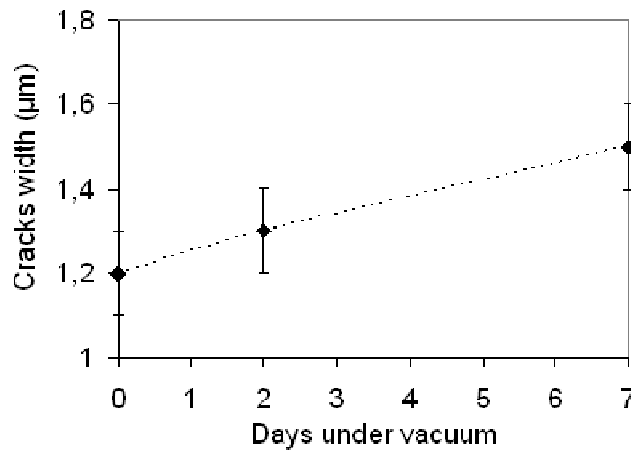


Figure 42 : Evolution de la largeur de fissures sur un film anodique à 40% de porosité initiale en fonction du temps de stockage sous vide (10^{-6} Pa) à température ambiante

6.1.4. Influence du nombre de cycles sur l'adhérence des films

La Figure 43 présente l'évolution de la charge critique déterminée par essai de rayure en fonction du nombre de cycles réalisés entre -80°C et $+80^{\circ}\text{C}$ sous azote. Les films de 40% de porosité initiale ne sont pas fragilisés, même après un grand nombre de cycles. Ces résultats ont été confirmés par les essais de flexion 4-points et les essais de pelage. En fait, quand elle survient, la dégradation se produit dès le premier cycle en température, comme cela apparaît clairement pour les films à 50% de porosité. Cette observation est confirmée pour des cycles sous vide, quelle que soit la porosité, comme montré Figure 44.

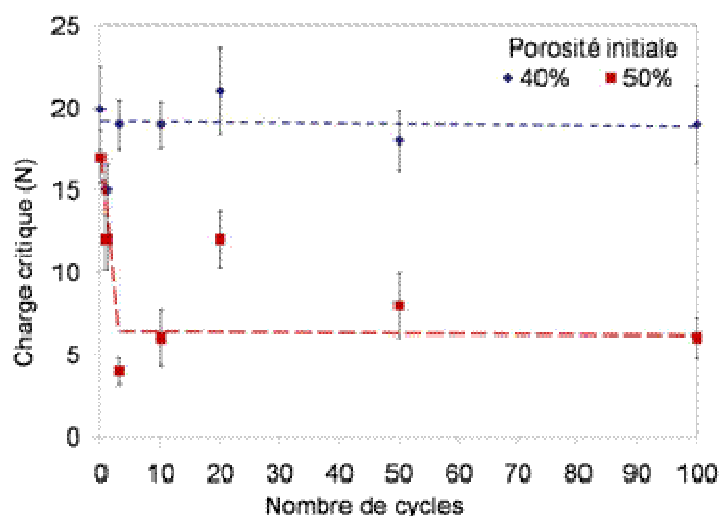


Figure 43 : Evolution de la charge critique (essai de rayure) en fonction du nombre de cycles entre -80°C et $+80^{\circ}\text{C}$ sous azote

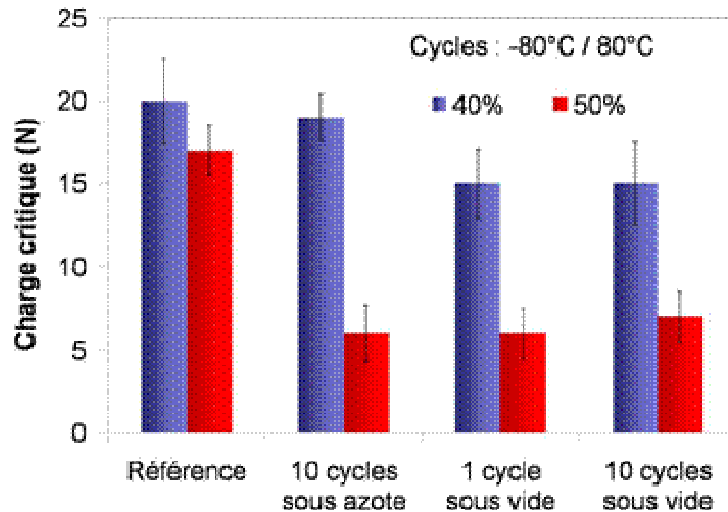


Figure 44 : Charge critique déterminée par essai de rayure après cyclages entre -80°C et 80°C sous atmosphère neutre (azote) et sous vide (10^{-6} Pa)

Ces résultats sont à rapprocher de la rapide déshydratation qui survient dès les premiers cycles (Figure 40). De plus, ils sont cohérents avec le caractère fragile des films anodiques : le mécanisme de dégradation n'est pas dû à un chargement cyclique mais résulte de l'effet combiné de la température et de la déshydratation qui génère des contraintes endommageant le film quasiment immédiatement.

6.1.5. Influence de l'amplitude de température sur l'adhérence des films

L'influence de l'amplitude de température des cycles sur l'adhérence des films a été étudiée pour les deux types de films (40 et 50% de porosité initiale) après 10 cycles réalisés sous azote. La Figure 45 présente les résultats obtenus en termes de charge critique déterminée par essai de rayure. L'adhérence des films à 50% de porosité était déjà fortement altérée par des cycles de $\pm 80^{\circ}\text{C}$ comme nous l'avons vu dans les résultats précédents. L'augmentation de l'amplitude des cycles n'aggrave pas la situation et la valeur de la charge critique est identique, quelle que soit la gamme de température du vieillissement. En revanche, si l'adhérence des films anodiques à 40% de porosité n'était pas affectée par des cycles de $\pm 80^{\circ}\text{C}$ sous azote, une augmentation de l'amplitude ($\pm 110^{\circ}\text{C}$ et $\pm 140^{\circ}\text{C}$) conduit à une diminution progressive de la charge critique.

Les essais de flexion 4-points n'ont donné aucun résultat significatif. Cela peut être attribué au fait que la déshydratation n'est pas complète sous atmosphère d'azote. Une rupture ou propagation de fissure dans les films hydratés avec une porosité de 50% peut alors conduire à des événements acoustiques dont l'amplitude est inférieure au seuil de détection (50dB). Les essais de pelage mènent quant à eux à des détachements de particules quelle que soit l'amplitude de température pour les films à 50% de porosité. Les films à 40% de porosité restent intacts après vieillissement à $\pm 80^{\circ}\text{C}$ tandis que quelques particules sont arrachées avec les deux types de scotch après les cycles d'amplitude de température plus large.

L'effet néfaste de l'augmentation de l'amplitude de température des cycles est dû à deux phénomènes. Premièrement, l'augmentation des températures entraîne des contraintes thermiques dans le film plus importantes puisque ces contraintes induites par les dilatations différentielles sont proportionnelles à l'écart de température (cf. Eq. 8). De plus, la

déshydratation et donc les contraintes de traction associées sont amplifiées quand la température maximale atteinte lors des cycles augmente, comme montré dans la Figure 46. Les fissures sont donc plus sollicitées et propagent d'autant plus dans les films que l'amplitude de température est importante.

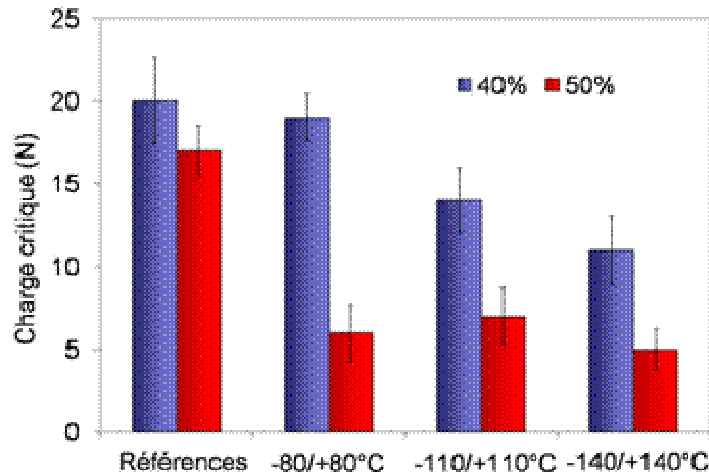


Figure 45 : Charge critique déterminée par essai de rayure en fonction de l'amplitude de température après 10 cycles sous azote

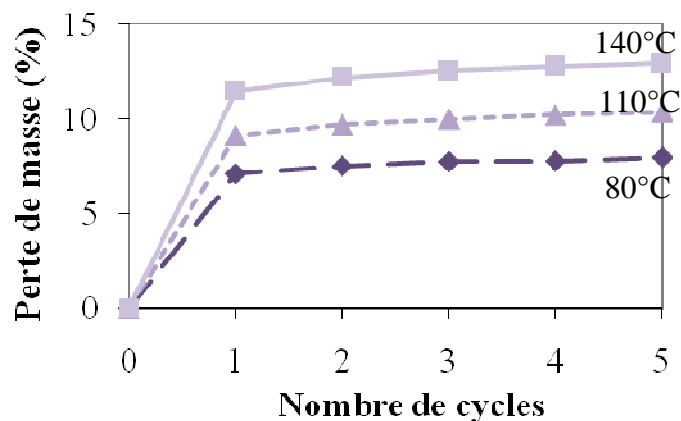


Figure 46 : Perte de masse de films anodiques à 40% de porosité en fonction du nombre de cycles sous azote à différentes températures

6.1.6. Dissociation des effets des parties chaudes et froides des cycles de température

Pour comprendre les mécanismes qui conduisent à la chute d'adhérence dans les films, il est maintenant nécessaire de dissocier l'influence respective des parties chaudes et froides des cycles. Dans ce but, la contribution de chaque partie à la perte d'adhérence des films anodiques a été étudiée après 10 cycles réalisés sous azote. Pendant les cycles entre -140°C et 20°C, aucune déshydratation ne survient. Les films anodiques sont alors sollicités en compression du fait des dilatations différentielles. Au contraire, entre 20 et 140°C, les contraintes dues à la déshydratation et aux dilatations différentielles sont équivalentes à celles des cycles complets entre -140 et 140°C. Cependant, les résultats en terme de charge critique déterminée par essai de rayure de la Figure 47 montrent que la chute d'adhérence

pour des films à 40% de porosité est moins importante pour des cycles d'amplitude 20°C/140°C et -140°C/20°C que pour les cycles complets -140°C/140°C.

Les contraintes de compression et de traction induites par les cycles thermiques sont donc séparément responsables d'une baisse de l'adhérence des films. La succession des parties chaudes et froides des cycles est plus endommageante pour les films.

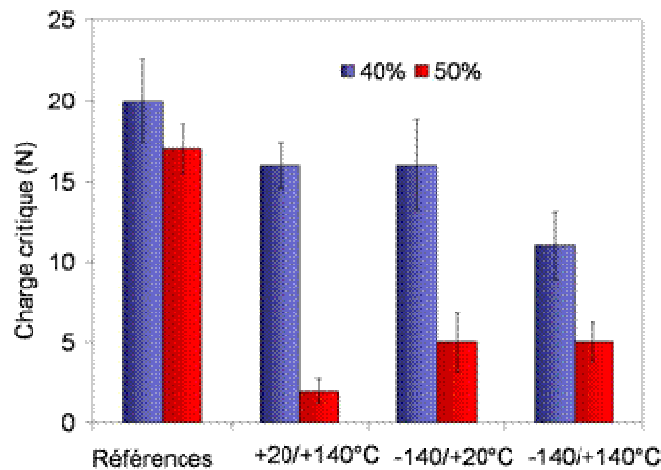


Figure 47 : Charge critique déterminée par essai de rayure après 10 cycles sous azote dissociant partie chaude et partie froide

6.1.7. Influence de la porosité initiale sur l'adhérence des films

Comme vus dans les paragraphes précédents, la perte d'adhérence due au vieillissement par cycles thermiques est différente pour les films à 40 et 50% de porosité initiale. En particulier, certaines conditions n'affectent que les films à plus forte porosité. De plus, quand les deux sont affectés, pour une condition donnée, la perte d'adhésion (voir les résultats quantitatifs obtenus par essais de rayure) est plus importante pour les films à 50% de porosité. Ainsi, ces derniers semblent plus sensibles au vieillissement thermique. Or, comme nous l'avons vu au § 3.2., la différence de température d'anodisation entre ces deux films est seulement de 5°C. Ainsi, un contrôle insuffisant de la température du bain peut expliquer l'apparente non reproductibilité des mesures d'adhérence rencontrée par nos partenaires après vieillissement des films anodiques noirs.

6.1.8. Analyse de l'écaillage

Les films anodiques noirs ont été observés par microscope électronique à balayage après vieillissement et essais d'adhérence (Figure 48). Des analyses par EDX ont également été réalisées au fond des empreintes laissés par les particules détachées, montrant la présence de cobalt dans les zones sombres (et donc la présence de pigment) ainsi que de soufre et d'oxygène dans les zones claires. La rupture est donc cohésive et les fissures ne se propagent que dans le film, bifurquant avant l'interface film/substrat, comme montré dans la Figure 48.

Un modèle éléments finis a donc été développé afin de mieux comprendre les sollicitations conduisant à ces propagation et bifurcation des fissures.

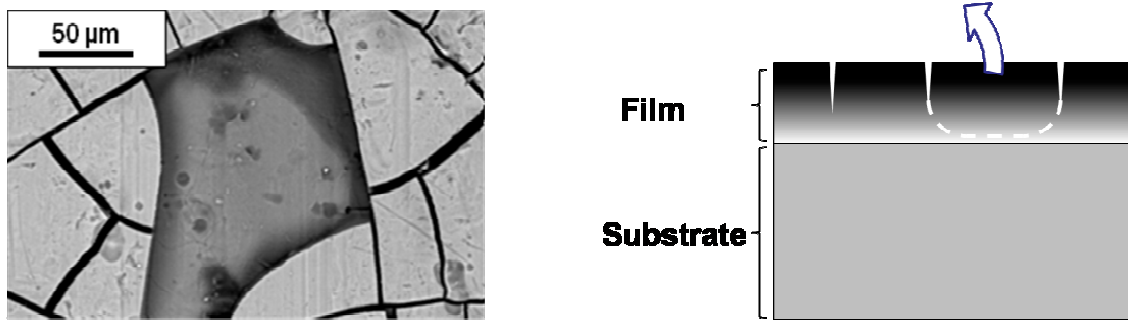


Figure 48 : Observation MEB d'une surface après écaillage et schéma du mécanisme associé

6.2. Simulation par éléments finis des mécanismes de propagation de fissure

L'étude par éléments finis des mécanismes de propagation de fissures intervenant lors des cycles de température a fait l'objet de deux stages qui se sont déroulés au DMSM de l'ISAE en 2008 et en 2009. Le premier stage réalisé par Rafal Pijewski a permis de mettre en place le modèle et d'effectuer les premières validations de maillage et de calcul. Le second, réalisé par Grégory Aldebert a confirmé ces premiers résultats et permis de développer des modèles à géométries plus complexes se rapprochant des observations expérimentales afin d'établir des tendances sur l'évolution des fissures lors des cycles de température. Le détail des modèles et en particulier les étapes de validation ne seront pas exposés ici mais se trouvent dans [Goueffon 2009c] et [Aldebert 2009].

Le code de calcul SAMCEF a été utilisé pour effectuer des calculs thermoélastiques isotropes en 2D avec l'hypothèse des déformations planes. La géométrie consiste en un substrat de 3mm d'épaisseur surmonté d'un film de 20μm. Les propriétés thermomécaniques du substrat et du film sont celles du § 4. Des fissures de différentes géométries ont été introduites dans le film. La charge appliquée était une température constante et uniforme imposée, choisie entre -140 et 140°C. Les seules contraintes du modèle sont donc d'origine thermique. En particulier, les contraintes dues à la déshydratation ne sont donc pas simulées. La propagation en elle-même n'a pas été modélisée : seuls les facteurs d'intensité de contrainte ont été calculés par la méthode EDI (Equivalent Domain Integral). La ténacité (K_{Ic}) des films n'ayant pas été déterminée, la prédiction quantitative de la propagation des fissures n'a pas été faite. Néanmoins, la comparaison des facteurs d'intensité de contrainte calculés dans différentes conditions (de température, de géométrie, de propriétés des films) a permis d'établir des tendances sur les cas les plus néfastes, les plus susceptibles de favoriser la propagation des fissures.

6.2.1. Propagation de fissure à travers l'épaisseur du film

La première analyse numérique effectuée concerne l'état de contrainte d'une fissure perpendiculaire à la surface lors d'un chargement thermique. Les facteurs d'intensité de contrainte K_I d'une fissure de 17μm sont présentés pour différentes températures imposées et différents module de Young sur la Figure 49. Si une concentration de contrainte apparaît en pointe de fissure, les contraintes thermiques sont relaxées à la surface de chaque côté de la fissure. Quel que soit le module de Young du film (et donc sa porosité), la fissure n'est sollicitée qu'en mode I et seulement pour des températures supérieures à la température ambiante. A froid, la fissure est fermée par des contraintes thermiques de compression et la pointe de fissure n'est pas sollicitée. Ces résultats confirment que le facteur d'intensité de

contrainte K_I augmente linéairement avec la température. Pour une température donnée et une longueur de fissure donnée, K_I augmente avec la valeur du module de Young.

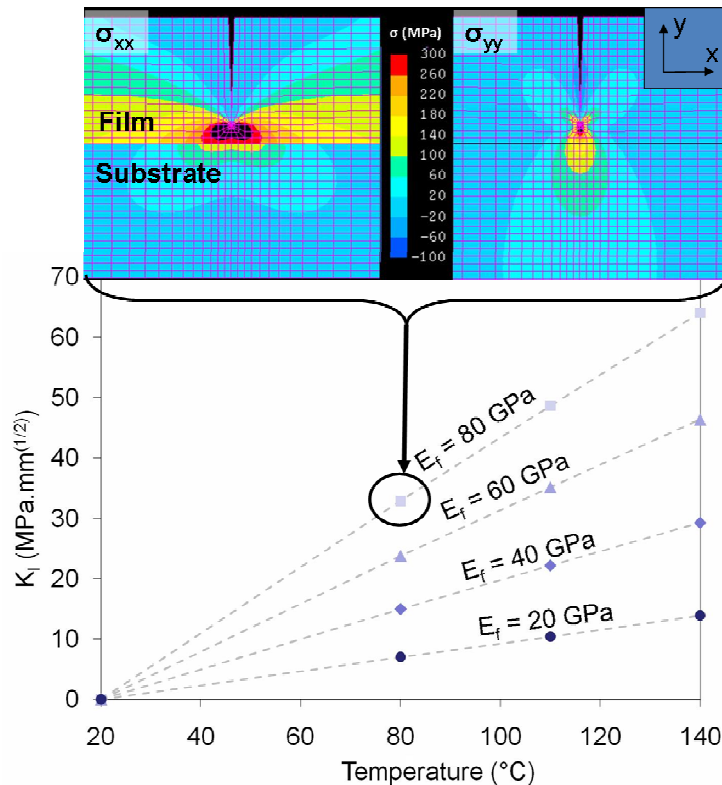


Figure 49 : Facteur d'intensité de contrainte K_I d'une fissure de 17µm en fonction de la température et pour différents modules de Young du film. L'état de contrainte d'une condition est représenté dans la partie supérieure à titre d'exemple.

6.2.2. Bifurcation des fissures

Dans les conditions précédentes, il y a symétrie de la géométrie et du chargement : l'angle de propagation est toujours nul. Il est donc nécessaire de briser cette symétrie afin de provoquer la bifurcation des fissures.

La première possibilité est une déviation initiale de la fissure. En fait, sur les échantillons, les fissures ne sont effectivement pas toujours exactement perpendiculaires à la surface. Un modèle éléments finis avec une fissure déviée (dont l'angle ψ peut varier entre 0 et 10 deg.) a donc été développé. La Figure 50 présente le modèle et une observation MEB réalisée sur un échantillon en coupe. Les résultats en termes de facteur d'intensité de contrainte et d'angle de bifurcation de la fissure en fonction de l'angle initial de la fissure sont présentés pour des températures positives et négatives sur la Figure 51. A -80°C ou 120°C , K_{II} n'est pas significativement modifié par la présence d'un angle initial. En revanche, une sollicitation en mode II de cisaillement apparaît lorsque l'angle initial de déviation augmente. A chaud, ce mode reste très faible et la fissure a tendance à revenir perpendiculaire à l'interface. A froid, les sollicitations sont en pur mode II, ce qui entraîne alors une bifurcation de la fissure d'environ 70deg. Néanmoins, les valeurs de K_{II} sont faibles, et la température devra être suffisamment froide pour générer une propagation bifurquée de fissure.

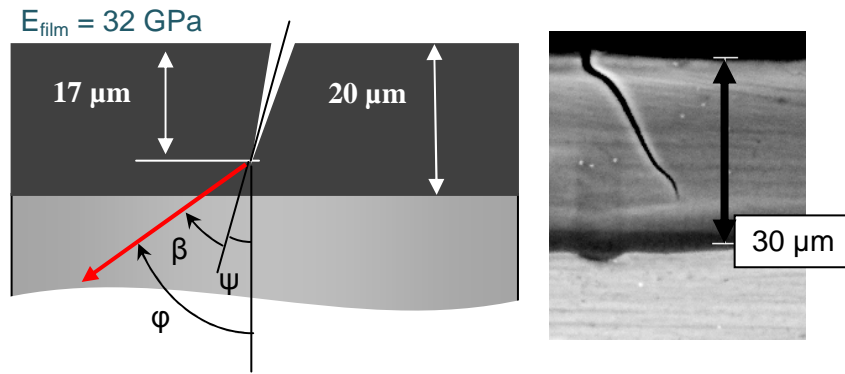


Figure 50 : Schéma représentant la géométrie du modèle avec fissure déviée initiale (à gauche) et observation MEB en coupe d'une fissure déviée (à droite)

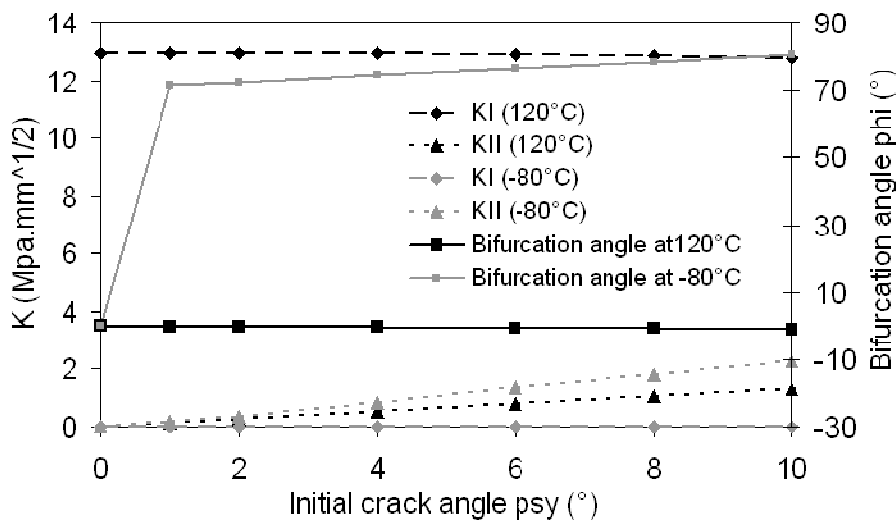


Figure 51 : Facteurs d'intensité de contrainte et angle de bifurcation de la fissure en fonction de l'angle initial de la fissure ($E_f = 32\text{GPa}$)

Une deuxième possibilité pour rompre la symétrie est d'insérer des fissures voisines dans le modèle. Deux fissures de $17\mu\text{m}$ ont donc été ajoutées au modèle initial à une distance de $100\mu\text{m}$ autour de la première. Cela correspond à la taille maximale des îlots de faïençage observés sur les échantillons. La dissymétrie est alors créée par excentration de la fissure centrale d'une distance variable notée e (cf. Figure 52). Lorsque e augmente, la fissure centrale rentre dans la zone relaxée par la fissure voisine la plus proche. La Figure 53 montre que cela induit une chute de K_I et l'apparition d'un mode II. L'apparition d'un mode mixte génère alors une bifurcation de la fissure (angle β) d'autant plus important que la fissure centrale est proche de sa voisine. Cet angle est faiblement dépendant de la longueur de la fissure centrale. La fissure a donc tendance à se diriger vers sa voisine. De manière analogue, un défaut dans le film (telle qu'une cavité) peut provoquer la déviation d'une fissure.

En résumé, deux causes majeures de bifurcation de fissures ont été mises en évidence. Tout d'abord, une légère déviation initiale de la fissure peut conduire à une sollicitation en mode II pur de la fissure lors de la partie froide des cycles de température, induisant une bifurcation brutale d'un angle d'environ 70deg . A chaud, une fissure proche ou un défaut déséquilibre le champ de contrainte autour de la fissure qui est alors sollicitée en mode mixte

(I +II). L'angle de bifurcation est alors fortement dépendant du rapport K_I/K_{II} et donc de la distance à la fissure ou défaut voisin(e).

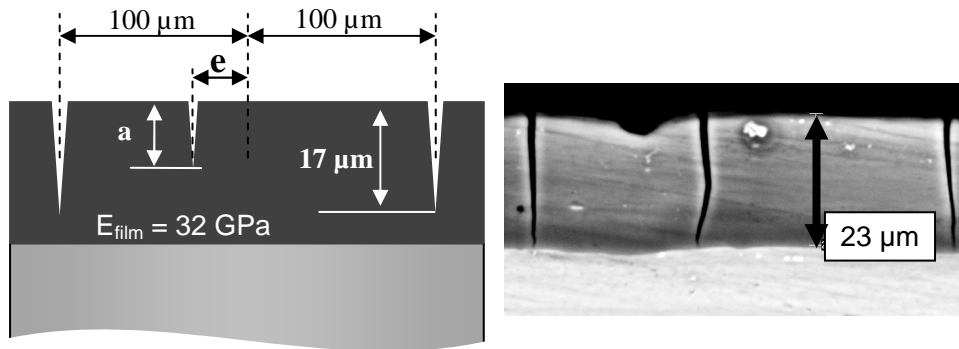


Figure 52 : Schéma représentant la géométrie du modèle avec plusieurs fissures (à gauche) et observation MEB en coupe correspondante (à droite)

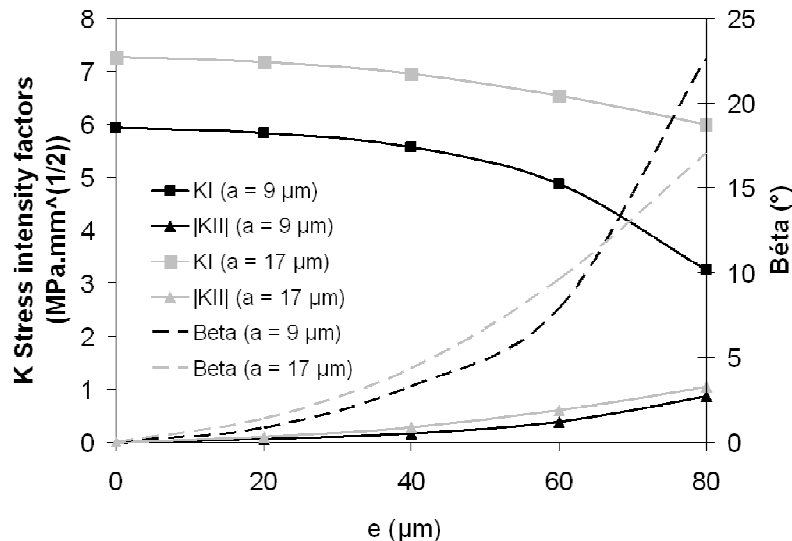


Figure 53 : Facteurs d'intensité de contrainte et angle de bifurcation de la fissure centrale en fonction de son excentricité pour deux longueurs de fissure ($T^\circ = 120^\circ\text{C}$, $E_f = 32\text{GPa}$)

6.2.3. Propagation parallèle à l'interface film/substrat

Pour finir, le modèle a été modifié pour étudier la propagation parallèlement à l'interface. Une fissure courbée a donc été modélisée, sur une largeur W , avec une profondeur a et un rayon de courbure r , comme montré sur la Figure 54. A chaud, les dilatations différentielles génèrent des contraintes de traction dans le film. Une concentration de contrainte est alors observée entre la fissure et l'interface. En revanche, les déformations imposées par le substrat ne sont pas transmises à la partie supérieure du film (au dessus de la fissure) : il existe donc une zone de relaxation et même des contraintes compressives localement, proches de la pointe de fissure. La pointe de fissure est donc soumise à du cisaillement. Comme le montre la Figure 55, la fissure est donc sollicitée en mode mixte à chaud. A froid, la fissure est sollicitée en pur mode II. Dans tous les cas, l'intensité de la sollicitation est proportionnelle à la température imposée. Il a été montré par ailleurs que la valeur du rayon r n'a pas d'influence notable sur l'état de contraintes en pointe de fissure, ni

sur le calcul des facteurs d'intensité de contrainte. En revanche, plus la pointe de fissure est proche de l'interface, plus les facteurs d'intensité de contraintes sont élevés (cf. Figure 56). La propagation d'une fissure le long de l'interface sera favorisée si elle est suffisamment profonde.

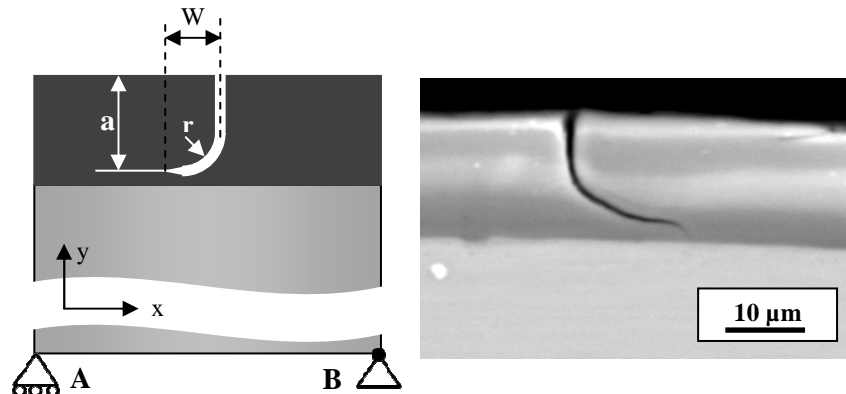


Figure 54 : Schéma représentant la géométrie du modèle avec fissure initialement courbée (à gauche) et observation MEB en coupe correspondante (à droite)

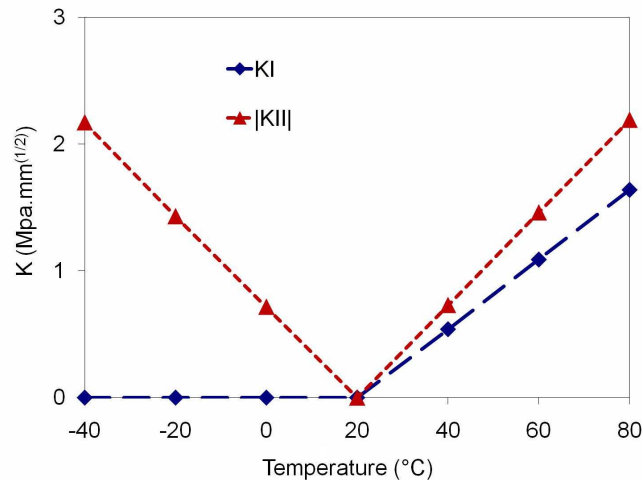


Figure 55 : Facteurs d'intensité de contrainte en fonction de la température imposée ($r=5\mu\text{m}$, $W=10\mu\text{m}$, $a=9\mu\text{m}$, $E_f = 32\text{GPa}$)

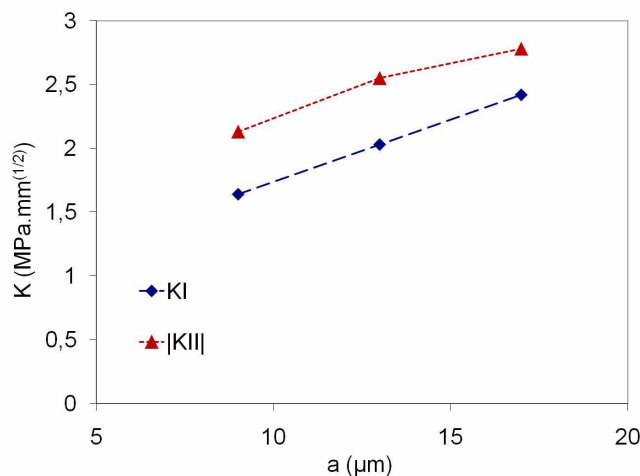


Figure 56 : Facteurs d'intensité de contraintes pour une température imposée de 80°C pour différentes profondeurs de fissure ($r=5\mu\text{m}$, $W=10\mu\text{m}$, $E_f = 32\text{GPa}$)

6.3. Bilan sur les mécanismes d'écaillage

La baisse d'adhérence détectée expérimentalement après vieillissement a été attribuée à la propagation des fissures, apparues au cours du procédé d'oxydation anodique noire, intervenant dès le premier cycle thermique.

Les mesures d'adhérence ont montré une importante différence de comportement entre les films à 40 et 50% de porosité. L'écaillage survient plus facilement sur les films ayant la plus grande porosité. Pourtant, le module de Young de ces films est légèrement plus faible que celui des films à 40% de porosité (cf. §4.2.2., Tableau 3). D'après les résultats numériques de la Figure 49, les facteurs d'intensité de contrainte en pointe de fissure seront donc légèrement plus faibles dans les films à 50% de porosité. Ce n'est donc pas la faible variation de module entre les deux films qui est responsable de la plus grande sensibilité des films à 50% au vieillissement. Deux hypothèses peuvent alors expliquer ce phénomène. Premièrement, il peut être attribué au fait que les fissures engendrées par les étapes de coloration et de colmatage sont plus larges (cf. Figure 14) et donc probablement plus profondes [Liu 2008] dans les films à 50% de porosité. Ainsi, selon les résultats numériques (voir par exemple Figure 53 et Figure 56), les facteurs d'intensité de contrainte en pointe de fissure sont plus élevés dans les films à 50% que dans les films à 40% pour une température donnée. Deuxièmement, cela peut être dû à une diminution de la ténacité avec la porosité, comme l'a observé Hashimoto et al. [Hashimoto 2007] sur des céramiques. Ainsi, avec ces deux hypothèses, on peut comprendre qu'après certaines conditions de cycles thermiques (entre $\pm 80^\circ\text{C}$ notamment cf. Figure 37), les contraintes puissent être suffisamment importantes pour provoquer la propagation des fissures dans les films à 50% de porosité et donc entraîner une chute de l'adhérence, sans toutefois être suffisamment élevées pour provoquer la propagation de fissures moins profondes dans un film à 40% de porosité ayant une ténacité plus élevée.

L'augmentation de l'amplitude de température des cycles induit une augmentation des facteurs d'intensité de contrainte en pointe de fissure (Figure 49, Figure 55), ce qui peut favoriser la propagation des fissures et expliquer la chute d'adhérence progressive notée sur les films à 40% de porosité (Figure 45). En outre, le vide amplifie les contraintes de traction dans les films surtout à haute température du fait de la déshydratation, favorisant donc la propagation des fissures et expliquant ainsi la diminution plus importante de l'adhérence après les cycles sous vide.

Le modèle éléments finis a montré que la bifurcation des fissures peut être due à la présence de fissures voisines, de défauts ou des températures froides. Les fissures peuvent alors se propager le long de l'interface soit en mode mixte à haute température, soit en mode II pour des températures négatives. Les effets néfastes respectifs des seules parties chaudes et froides des cycles sur l'adhérence notés expérimentalement (cf. Figure 47) sont ainsi justifiés.

7. Conclusion

A l'issue de ce travail, les mécanismes de dégradation des films anodiques noirs sur alliage d'aluminium sont clairement identifiés. L'étude, combinant aspects électrochimiques et mécaniques, de l'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés des films a mis en évidence que si l'ensemble des paramètres d'anodisation a un impact sur la porosité des films obtenus, la température de l'électrolyte est un paramètre très sensible entre 5 et 25 °C. Une légère augmentation de la température peut causer un accroissement significatif de la

porosité qui s'accompagne, dès que la porosité devient interconnectée (> 30%) d'une chute drastique des propriétés mécaniques (module d'Young, contrainte à rupture). Il a ainsi été montré que les contraintes subies lors des étapes de coloration ou de colmatage (les modules d'élasticité, contraintes à rupture, contraintes résiduelles et contraintes thermiques ayant été caractérisés à chaque étape) sont alors suffisantes pour initier des fissures dans le film anodique.

La caractérisation systématique des couches anodiques à chaque étape du procédé a également permis de déterminer le coefficient de dilatation thermique des films, environ deux fois moins élevé que celui du substrat. Cette évaluation a permis de trancher entre différentes valeurs trouvées dans la littérature.

Les mécanismes menant à l'anomalie d'adhérence se décomposent en deux phases :

1. le faïencage du film (lors du procédé ou ultérieurement lors d'un cycle thermique)
2. la propagation des fissures déjà existantes lors des cycles thermiques.

Durant le premier cycle thermique, les dilatations différentielles entre le film et le substrat ainsi que la déshydratation des films introduisent des contraintes dans les films, qui peuvent être suffisamment importantes pour initier et surtout propager des fissures. L'utilisation d'une analyse numérique par éléments finis a montré que les températures froides ($T < 20^\circ\text{C}$) rencontrées typiquement lors des passages successifs d'un satellite dans l'ombre de la Terre, peuvent générer une bifurcation de ces fissures, tout comme la présence de défauts au sein du film. Après bifurcation, le facteur d'intensité de contrainte est alors faible, à chaud comme à froid, mais parfois suffisant pour propager les fissures parallèlement à l'interface. L'adhérence des films sur leur substrat peut alors devenir critique et mener à l'écaillage.

En réponse à la problématique industrielle, cette étude permet en premier lieu d'établir des conditions d'élaboration optimales pour limiter les risques d'anomalies. Le contrôle de la porosité initiale apparaît comme essentiel afin que les pores restent isolés les uns des autres. Abaisser la température d'anodisation et la maintenir inférieure à 15°C est une solution, même s'il est délicat de la contrôler de manière précise au niveau industriel. Il est également envisageable de diminuer la concentration de l'électrolyte ou encore d'abaisser le temps d'anodisation pour aboutir à des porosités inférieures et non-interconnectées. Cependant, l'épaisseur du film doit être supérieure à $6\ \mu\text{m}$ pour permettre l'insertion de pigments et l'obtention des propriétés thermo-optiques désirées.

Les films alors préparés ne sont pas faïencés durant les étapes de coloration et de colmatage. Nous avons pu voir que des cycles thermiques ne dépassant pas les 100°C ne sont pas suffisants pour initier des fissures au sein de ces films. Cette observation permet alors de garantir l'utilisation de films OAN pour une majorité des applications spatiales qui n'atteignent pas cette température.

En ce qui concerne l'identification d'un moyen industriel de contrôle de la qualité de la couche anodique en termes d'adhérence, l'essai de pelage au ruban adhésif permet, la plupart du temps, de mettre en évidence les anomalies. Cependant, des essais de rayure permettraient de suivre quantitativement l'évolution de l'adhérence durant le vieillissement.

Pour améliorer la prédiction des mécanismes d'écaillage, il serait intéressant d'obtenir des mesures expérimentales de ténacité des films. L'utilisation d'une pointe de nanoindentation plus adaptée pourrait mener à de tels résultats même si l'influence du substrat, ainsi que la présence du gradient de propriétés, rendent l'interprétation des mesures délicate. Il serait alors envisageable d'implémenter un critère de propagation de fissure au sein du modèle numérique. Cela permettrait alors d'observer dynamiquement la propagation de fissures dans le film durant un ou plusieurs cycles thermiques.

Références

- [Aerts 2007] Aerts T., Dimogerontakis T., De Graeve I., Fransaeer J., Terryn H., Influence of the anodizing temperature on the porosity and the mechanical properties of the porous anodic oxide film, *Surface and Coatings Technology.*, 201, pp.7310-7317, (2007).
- [Aldebert 2009] Aldebert G., Modélisation numérique du comportement thermomécanique des revêtements anodiques noirs sur alliage d'aluminium, rapport de stage de fin d'études ESTACA, (2009).
- [Alwitt 1992] Alwitt R.S., McClung R.C., Jacobs S., Anodized aluminium coatings for thermal control, Part I: Coating process and stresses, *AIAA-922158-CP*, pp.39-45, (1992).
- [Alwitt 1993a] Alwitt R.S., Xu J., McClung R.C., Stresses in sulphuric acid anodized coatings on aluminium, *J. Electrochem. Soc.* 140, 5, pp.1241-1246, (1993).
- [Alwitt 1993b] Alwitt R.S., McClung R.C., Cracking of anodized coatings on aluminum, *Plat. Surf. Finish.*, 80, pp. 48-51, (1993).
- [Asmani 2001] Asmani M., Kermel C., Leriche A., Ourak M., Influence of porosity on Young's modulus and Poisson's ratio in alumina ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 21, pp. 1081-1086, (2001).
- [Barnes 1989] Barnes J.J., Goedjen J.G., Shores D.A., A Model for stress generation and relief in oxide - Metal systems during a temperature change, *Oxid. Met.*, 32, 5-6, pp. 449-459, (1989).
- [Brown 2007] Brown M.A., Rosakis A.J., Feng X., Huang Y., Ustundag E., Thin film/substrate systems featuring arbitrary film thickness and misfit strain distributions. Part II: Experimental validation of the non-local stress/curvature relations, *Int. J. Sol. Struct.*, 44, pp. 1755-1767, (2007).
- [Bull 2006] Bull S.J., Berasetegui E.G., Overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing, *Tribol. Int.*, 39, 99-114, (2006).
- [Campbell 1970] Campbell D. S., *Mechanical Properties of Thin Films*, chapter 12. McGraw-Hill, New York, (1970).
- [CNES] *Techniques & Technologies des Véhicules Spatiaux, Cours de technologie spatiale*, CNES, Cepaduès Edition
- [Corocher 2005] Corocher G. and Pambaguian L., Tape adhesive testing according to ECSS-Q-70-13A of 4 black anodised aluminium parts (encoder covers and in process-sample), *ESA-QM-report-4375*, October 3rd 2005.

[Chan 2006] Chan K.S., Ji H., Wang X., Hudak S.J., Lanning B.R., Mechanical properties and interface toughness of FeCo thin films on Ti-6Al-4V, *Materials Sciences and Engineering A*, 442, pp.298-308, (2006)

[Darque-Ceretti 2003] Darque-Ceretti E. et Felder E., Adhésion et adhérence, CNRS Editions, Paris, (2003).

[Davis 1993] Davis J. R., ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys, Ed. ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 1993, 73-75.

[Delmas 2001] Delmas D., Benmedakhene S., Richard C., Abdelouahed L., Béranger G., Grégoire T., Characterization of adherence and cracking within coated materials by an acoustic emission method : application to a WC-Co coating on a steel substrate, *Surf. Chem. Catal.*, 4, pp. 345-350, (2001).

[ESA 1999] ESA ECSS-Q-70-04A, Thermal cycling test for the screening of space materials and processes, <http://www.ecss.nl>, (1999).

[ESA 2005] ESA Alert, EA-2005-MEP-02-B. PSS-01-703 Inadequate for 2XXX and 7XXX alloys, February 2005.

[ESA 2006] ESA ECSS-Q-70-03A, Black-anodizing of metals with inorganic dyes, <http://www.ecss.nl>, (Update of the PSS-01-703), April 2006.

[Franke 1987] Franke M.D., Ernst W.R., Myerson A.S., Kinetics of dissolution of alumina in acidic solution, *AIChE Journal*. 33, 2, 267-273 (1987).

[Goueffon 2007] Goueffon Y., Mabru C., Arurault L., Guigue P., Tonon C., Problématique d'adhérence des revêtements inorganiques noirs pour applications spatiales, Prix ICARE 2007 du meilleur poster, *14^{ème} journées d'études sur l'adhésion*, Biarritz, 24-28 septembre (2007)

[Goueffon 2009a] Goueffon Y., Arurault L., Mabru C., Tonon C., Guigue P., Black anodic coatings for space applications: study of the process parameters, characteristics and mechanical properties, *Journal of Materials Processing Technology*, 209, pp. 5145-5151 (2009).

[Goueffon 2009b] Goueffon Y., Mabru C., Labarrère M., Arurault L., Tonon C., Guigue P., Mechanical behaviour of black anodic films on 7175 aluminium alloy for space applications, *Surface and Coatings Technology*, 204, pp.1013-1017 (2009)

[Goueffon 2009c] Goueffon Y., Etude et simulation des mécanismes de dégradation de revêtements anodiques noirs sur alliage d'aluminium pour applications en environnement spatial, Thèse de Doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, France, (2009).

[Goueffon 2010] Y. Goueffon, L. Arurault, S. Fontorbes, C. Mabru, C. Tonon, P. Guigue, Chemical characteristics, mechanical and thermo-optical properties of black anodic films

prepared on 7175 aluminium alloy for space applications, *Materials Chemistry and Physics*, 120, pp.636-642 (2010)

[Hao 2000] Hao L., Cheng B.R., Sealing processes of anodic coatings – past, present, and future. *Metal Finishing*, 98, 12, pp. 8-10, (2000).

[Hashimoto 2007] Hashimoto R., Murakami A., Miyata H., Katagari K., Effetc of Dy211 content on fracture toughness of Dy123 bulks, *Physica C.*, 463, pp. 357-361, (2007).

[Holmberg 2003] Holmberg K., Laukkanen A., Ronkainen H., Wallin K., Varjus S., A mode I for stresses, crack generation and fracture toughness calculation in scratched TiN-coated steel surfaces, *Wear*, 254, pp. 278-291, (2003).

[Iglesias-Rubianes 2007] Iglesias-Rubianes L., Garcia-Vergara S.J., Skeldon, P., Thompson G.E., Ferguson J., Beneke M., Cyclic oxidation processes during anodizing of Al-Cu alloys, *Electrochimica Acta*, 52, pp.7148-7157, (2007)

[Jou 1994] Jou J.H., Hsu L., Stress analysis of elastically anisotropic bilayer structures, *J. Appl. Phys.*, 76, 1, pp. 584-586, (1994).

[Knudsen 1959] Knudsen F., Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens on porosity and grain size, *J. am. Ceram. Soc*, 42, 8, pp. 376-387, (1959).

[Ko 2006] Ko S., Lee D., Jee S., Park H., Lee K., Hwang W., Mechanical properties and residual stress in porous anodic alumina structures, *Thin Solid Films*, 515, pp.1932-1937, (2006).

[Le Bourhis 2008] Le Bourhis E., Indentation mechanics and its application to film characterization, *Vacuum*, 82, pp.1353-1359, (2008).

[Liu 2008] Liu W., Zuo Y., Tang Y., Zhao X., The cracking behavior of anodic films on cast aluminum alloy after heating in the temperature range up to 300°C, *Surface and Coatings Technology*, 202, 4183-4188 , (2008).

[Liu 2004] Liu Z., Sun J., Wu J.D., Wang P.N., Shen W., Determination of adhesion energy of CNx thin film on silicon from micro-scratch testing, *Tribol. Trans.*, 47, pp.130-137, (2004).

[McClung 1994] McClung R.C., Alwitt R.S., Thermal fracture and fatigue of anodized aluminum coatings for space applications, cyclic deformation, fracture, and nondestructive evaluation of advanced materials: second volume, ASTM STP 1184, American society for Testing, Materials, Philadelphia, pp.156-177, (1994).

[Marot 2006] Marot G., Lesage J., Démarécaux P. Hadad M., Siegmann S., Staia M.H., Interfacial indentation and shear tests to determine the adhesion of thermal spray coatings, *Surface and Coatings Technology*, 201, pp.2080-2085, (2006)

[Monjauze 2008] Monjauze M., Etude du vieillissement de l'oxydation anodique noire en environnement spatial, Rapport de stage ingénieur, Institut des Sciences de l'Ingénieur de Toulon et du Var, Université du Sud Toulon-Var, (2008)

[Mougin 2003] Mougin J., Dupeux M., Antoni L., Galerie A., Adhesion of thermal oxide scales grown on ferritic stainless steels measured using the inverted blister test, *Materials Science & Engineering A*, 359, pp.44-51, (2003)

[Nelson 1993] Nelson J.C., Oriani R.A., Stress generation during anodic oxidation of titanium and aluminum, *Corros. Sci.*, 34, pp.307-326, (1993).

[Nie 2006] Nie M., Huang Q.A, Li W., Measurement of residual stress in multilayered thin films by a full-field optical method, *Sensors and Actuators*, 126, pp. 93–97, (2006).

[Ollendorf 1999] Ollendorf H. et Schneider D., A comparative study of adhesion test methods for hard coatings, *Surface and Coatings Technology*, 113, pp.86-102, (1999)

[Pambaguian 2005] Pambaguian L., Scratch testing of black anodised AA 7075 samples after thermal vacuum cycling, ESA-QM-Report-4349, August 25th 2005.

[Patermarakis 1995] Patermarakis G., Karayannis H. S., The mechanism of growth of porous anodic films on aluminium at high film thicknesses, *Electrochimica Acta*, 40, 16, 2641-2656, (1995).

[Qasmi 2006] Qasmi M., Delobelle P., Influence of the average roughness R_{ms} on the precision of the Young's modulus and hardness determination using nanoindentation technique with a Berkovitch indenter, *Surf. Coat. Tech.*, 201, pp. 1191-1199, (2006).

[Rayhani 2008] Rayhani M.H.T., Yanful E.K., Fakher A., Physical modeling of desiccation cracking in plastic soils, *Engineering Geology*, 97, pp. 25–31, (2008).

[Ren 2006] Ren F.Z., Liu P., Jia S.G., Tian B.H., Su J.H., Adhesion strength of Ni film on Ti substrate characterized by three-point bend test, peel test and theoretic calculation, *Materials Science & Engineering A*, 419, pp. 233-237, (2006)

[Richard 1996] Richard C.S, Béranger G., Lu J., Flavenot J.F., Grégoire T., Four-point bending tests of thermally produced Wc-Co coatings. *Surf. Coat. Technol.*, 78, pp.284-294, (1996).

[Safrany 2001] Safrany J.S., Anodisation de l'aluminium et de ses alliages, *Techniques de l'ingénieur M1630*, (2001)

[Santana 2006] Santana Y.Y., La Barbera-Sosa J.G., Staia M.H., Lesage J., Puchi-Cabrera E.S., Chicot D., Bemporad E., Measurement of residual stress in thermal spray coatings by the incremental hole drilling method, *Surf. Coat. Tech.*, 201, pp. 2092–2098, (2006).

[Sharma 1997] Sharma A.K., Bhojraj H., Kaila V.K., Narayanamurthy H., Anodizing and inorganic black coloring of aluminium alloys for space applications, *Metal Finishing*, 95, 12, pp.14-20, (1997).

[Spriggs 1961] Spriggs R., Expression for effect of porosity on elastic modulus of polycrystalline refractory materials, particularly aluminium oxide, *J. Am. Ceram. Soc.*, 44, pp. 628-629, (1961).

[Stoney 1909] Stoney G.G., The tension of metallic films deposited by electrolysis, *Proc. R. Soc. London*, 82, pp. 172-175, (1909).

[Vangi 1994] Vangi D., Data measurement for the evaluation of residual stress by the hole drilling method, *J. Eng. Mat. Tech.*, 116, pp. 561-566, (1994).

[Wang 1984] Wang J.C., Young's modulus of porous materials, *J. Mat. Sci.*, 19, pp. 801-808, (1984).

[Wernick 1972] Wernick S., Pinner R., *The Surface Treatment and Finishing of aluminium and its alloys*, 5th Ed, Teddington, UK, vol. 2, 973, (1972).

[Wiklund 1997] Wiklund U., Bromark M., Larsson M., Hedenqvist P., Hogmark S., Cracking resistance of thin hard coatings estimated by four-point bending, *Surf. Coat. Tech.*, 91, 1-2, pp. 57-63, (1997).

[Yan 1999] Yan G., White J.R., Residual stresses in marine coatings under simulated service conditions, *Polym. Eng. Sci.*, 39, p.1866-1879, (1999).

[Zhao 2009] Zhao X., Liu W., Zuo Y., Yang L., The cracking behaviours of anodic films on 1050 and 2024 aluminum alloys after heating up to 300°C, *J. Alloy Comp.*, 479, pp. 473-479, (2009).

[Zhao 2002] Zhao Z. B., Herschberger J., Yalisove S. M., Bilello J. C., Determination of Residual Stress in Thin Films: A Comparative Study of X-ray Topography versus Laser Curvature Method, *Thin Solid Films*, 415, pp. 21-31, (2002).

[Zhou 1999] J. Zhou, J. Wu, Y. Yang, Research on the thermal expansion behavior of anodic films on aluminium, *Thin Solid Films*, 346, pp. 280-283, (1999).

Partie III

**Etude de la propagation de fissure en fatigue dans du
X38CrMoV5 sur des éprouvettes fines**

Etude de la propagation de fissure en fatigue dans du X38CrMoV5 sur des éprouvettes fines

1. Introduction/Contexte

Les travaux présentés dans cette partie constituent une première approche visant à isoler le comportement de la surface sous sollicitation de fatigue. L'application en est l'étude de l'endommagement de surface d'un acier utilisé pour les outillages de mise en forme à chaud telle que le forgeage ou la fonderie sous pression. Ces outillages sont en effet soumis à des chargements thermiques et thermomécaniques très sévères. Ce domaine de recherche est une activité importante d'une partie de l'équipe SUMO de l'Institut Clément Ader, issue de l'ex-CROMEP des Mines d'Albi. L'intérêt de cette thèse est donc double : d'une part compléter les connaissances et données sur la fatigue de l'acier X38CrMoV5, largement étudié auparavant au CROMEP, et d'autre part étudier les possibilités de réduire la taille des éprouvettes pour se rapprocher au plus près de la « surface » endommagée. Avant même la création formelle de l'équipe SUMO dans l'Institut Clément Ader, Farhad REZAI-ARIA et moi-même avons donc décidé en 2007 de mettre en commun nos compétences sur le matériau et sur la propagation de fissures de fatigue à chaud pour encadrer le travail de thèse de Masood SHAH portant sur l'étude de la propagation de fissure de fatigue dans l'acier X38CrMoV5 dans des éprouvettes de faible épaisseur.

2. Problématique

2.1. Position du problème/ Intérêt

Le forgeage est un processus de fabrication des pièces métalliques par déformation. Le métal est comprimé entre les deux parties du moule pour prendre la forme désirée. Dans le cas du forgeage à chaud, le matériau est chauffé. L'interface entre l'outil et la pièce est alors le siège d'importants transferts thermiques et de chargements thermomécaniques. Des phénomènes activés thermiquement comme l'oxydation et l'évolution de la microstructure sont provoqués par l'élévation de la température du moule. L'écoulement du métal lors de la déformation peut par ailleurs entraîner l'usure de la surface du moule. La fonderie sous pression est quant à elle souvent utilisée dans la fabrication des pièces en alliage léger comme l'aluminium ou le magnésium. Elle consiste à refouler le métal liquide sous une forte pression dans l'empreinte d'un moule refroidi en permanence. Comme dans le cas du forgeage, la surface du moule en fonderie sous pression est soumise à des chargements thermiques et thermomécaniques sévères. Elle est également exposée à l'oxydation et la corrosion (par exemple l'aluminisation) lorsque sa protection est défaillante. Le métal injecté à grande vitesse peut éventuellement entraîner l'érosion de l'outil lors du choc.

Les mécanismes d'endommagement de ces outillages de mise en forme à chaud sont donc généralement : choc thermique, fatigue thermomécanique, usure à chaud, fluage, oxydation et corrosion. La Figure 1 présente des micrographies de moules de forgeage à chaud usés et met en évidence l'importante déformation de microstructure au niveau de la surface de l'outil. La

fissuration par fatigue thermique est illustrée Figure 2 dans le congé d'une broche d'un moule de fonderie sous pression d'aluminium.

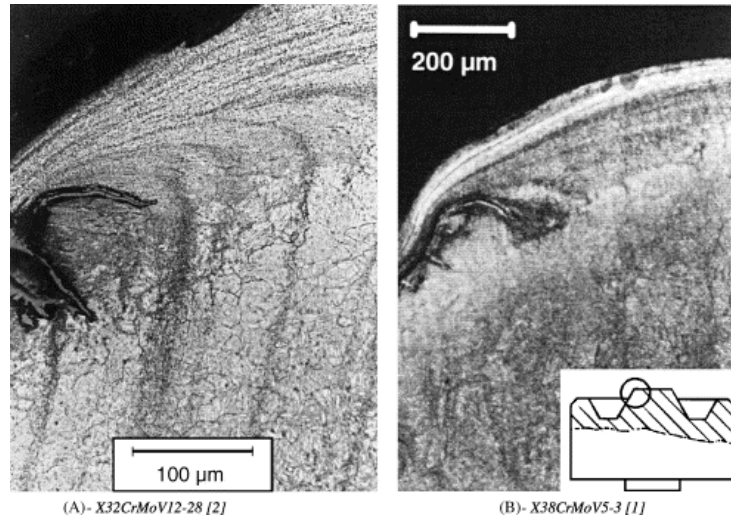


Figure 1 : Usure dans des moules de forgeage à chaud (déformation de la microstructure initiale) [Barrau 2003]

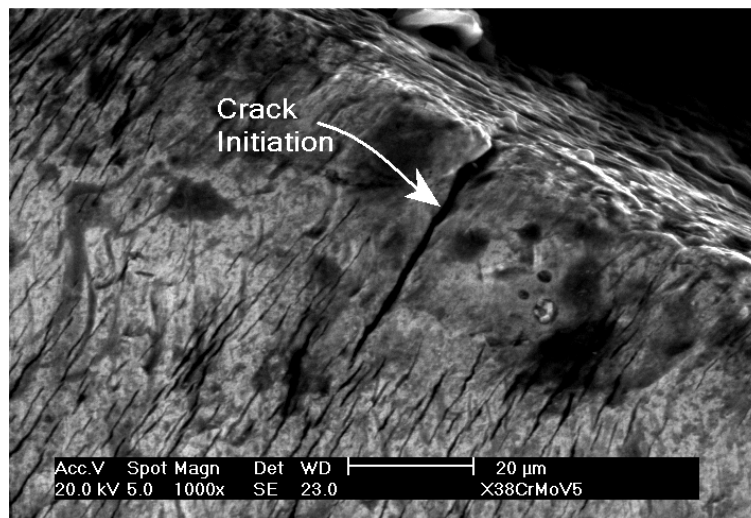


Figure 2 : Fissuration dans une zone de concentration de contrainte (broche d'un moule de fonderie sous pression d'aluminium) [Salem 2009]

Les aciers d'outillage à chaud ont été très largement étudiés au CROMEP des Mines d'Albi. La plupart des travaux ont été réalisés sur l'acier X38CrMoV5 ou AISI H11. Les précédentes thèses relatives à la fatigue se sont concentrées sur la durée de vie en fatigue isotherme ([Delagnes 1998, Velay 2003, Daffos 2004], Ahmer (en cours), Suki (en cours)), la fatigue thermomécanique [Oudin 2001] et la fatigue thermique [Jean 1999, Medjedoub 2004, Salem 2009]. L'interaction entre fatigue et oxydation a été étudiée par [Oudin 2001] et [Daffos 2004]. Jean [Jean 1999] et particulièrement Salem [Salem 2009] ont travaillé sur la vitesse de corrosion et d'oxydation durant la fatigue thermique tandis que Bruckel [Bruckel 2003] a étudié les mécanismes

d'oxydation isotherme en l'absence de contrainte. Usure et frottement ont quant à eux faits l'objet de la thèse de Barrau [Barrau 2004]. Parallèlement à la fatigue, la stabilité de la microstructure et les relations entre composition, microstructure, précipitations, dislocations, et leurs effets sur le comportement ont été analysés par [Mebarki 2003, Michaud 2006, Mauriès 2008] et Bellot (en cours). Les lois de comportement thermomécaniques ont été étudiées par [Velay 2003] et Ahmer (en cours).

Ainsi, la propagation de fissures de fatigue a été peu étudiée en tant que telle dans les travaux précédents. Les approches de type durée de vie ont permis d'extraire dans le cas de la fatigue oligocyclique isotherme ou anisotherme les proportions relatives de la phase de propagation et d'amorçage [Delagnes 1998, Oudin 2001, Salem 2009, Daffos 2004] et de proposer des lois de propagation dans les différentes conditions d'essais. Medjedoub [Medjedoub 2004] a étudié de manière systématique la propagation de fissure de fatigue thermique sur des éprouvettes tubulaires conduisant naturellement à un chargement multi-axial. Salem [Salem 2009] a, de même, travaillé sur la propagation de fissure de fatigue thermique, mais sur des éprouvettes menant à un chargement uniaxial (disques).

Cependant, aucun de ces nombreux travaux ne présentent des résultats sur la propagation « simple » d'une fissure de fatigue à différentes températures. De même, la littérature à ce sujet reste à notre connaissance inexistante. Ainsi, il semble manquer, pour cet alliage, d'études permettant de servir de référence en termes de propagation de fissures de fatigue.

2.2. Démarche adoptée

Comme nous l'avons vu précédemment, le dommage des outils de forgeage à chaud et de fonderie sous pression est essentiellement surfacique. De nombreux autres procédés industriels sont également concernés par un endommagement de surface : usinage, extrusion... Dans tous les cas, seule une fine couche de la pièce proche de la surface est affectée, par exemple par la fissuration et/ou par la déformation ou la modification de la microstructure. Le comportement de cette fine couche exposée à l'endommagement peut être ainsi différent de celui du reste du volume de matière. Afin d'étudier le comportement de cette couche, la démarche adoptée est de l'isoler du reste du matériau et d'en étudier son comportement avec des éprouvettes de très faible épaisseur, comme illustré sur la Figure 3.

Ainsi, l'idée générale est d'usiner de fines éprouvettes de matériau endommagé/modifié en surface de moules et d'en caractériser expérimentalement le comportement, notamment en fatigue thermo-mécanique. Un modèle de comportement de « surface » pourrait de cette façon être dégagé et finalement être couplé au modèle correspondant au matériau volumique afin de permettre une modélisation complète de la pièce (surface + volume).

Ce programme ambitieux constitue le cadre général de la thèse qui a été menée. Celle-ci devait se concentrer sur la faisabilité de la première étape, à savoir la caractérisation expérimentale de la « surface » par l'intermédiaire d'éprouvettes de faible épaisseur et cela en fatigue isotherme. Ainsi, les éprouvettes ont été usinées dans le volume de matière et n'ont pas subi de procédés provoquant des modifications microstructurales ou un endommagement.

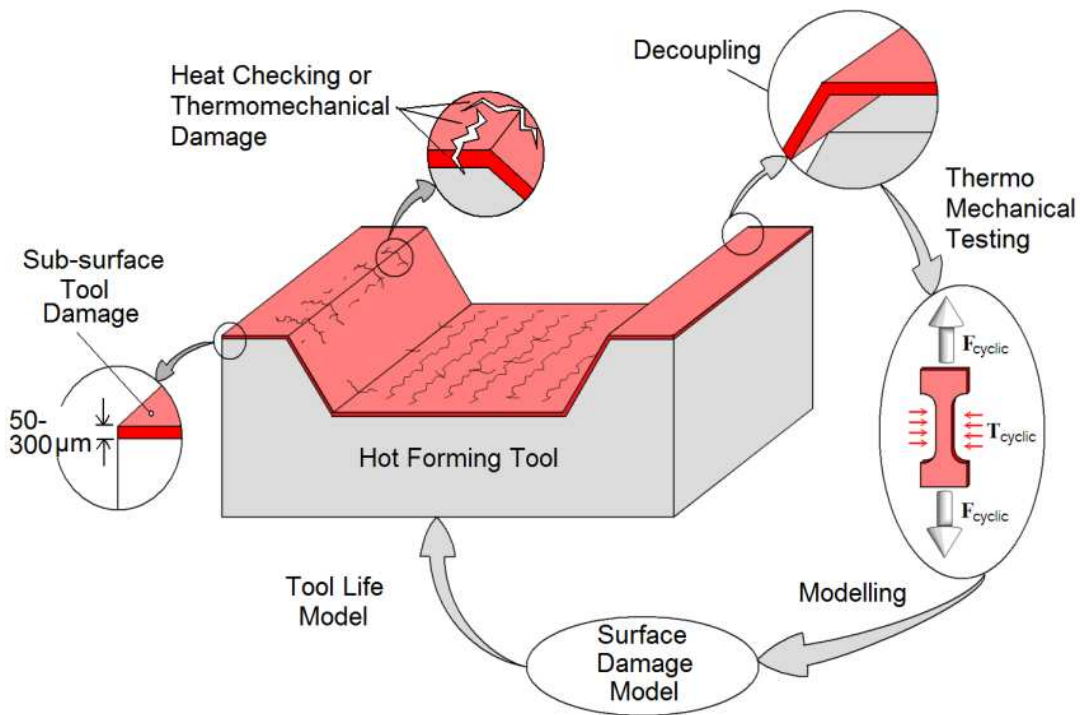


Figure 3 : Stratégie d'étude de l'endommagement de surface des outillages [Shah 2009]

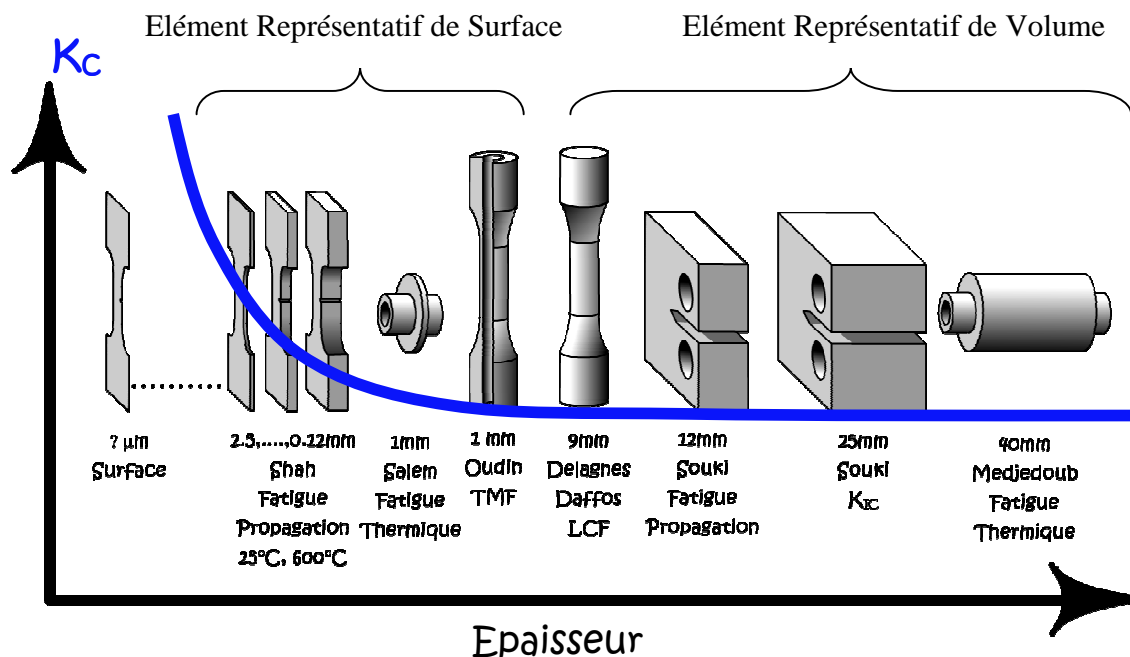


Figure 4 : Les différentes éprouvettes utilisées pour la caractérisation de l'alliage X38CrMoV5

La caractérisation a porté sur la fissuration par fatigue à température ambiante et à chaud. En effet, comme cela a été évoqué au paragraphe précédent, cette caractérisation est une

continuité logique des nombreux travaux menés au CROMEP sur cet alliage. Généralement les essais de fissuration par fatigue sont conduits sur des éprouvettes C(T) d'épaisseurs rarement inférieures à 5mm. Ici, pour se rapprocher de la « surface », les essais seront menés sur des éprouvettes SENT d'épaisseur variant de 2.5mm à 0.1mm. En termes d'épaisseur, ce choix constitue également une continuité avec les éprouvettes utilisées précédemment dans la caractérisation de cet alliage (cf. Figure 4).

2.3. Conclusion

Les objectifs de la présente étude peuvent donc se décliner en trois volets. Dans un premier temps, il s'agit de mettre en place le banc d'essais de fissuration en fatigue à température ambiante et à chaud avec des éprouvettes aussi fines. Cette mise en place doit s'accompagner d'une réflexion sur la force motrice de propagation de fissure, l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte (ΔK) habituellement utilisée étant définie pour des conditions d'essais correspondant à des éprouvettes caractérisant des éléments de volume plutôt que des éléments de surface (cf. Figure 4). Ainsi, le passage à des éprouvettes de faible épaisseur et/ou à des températures élevées peut invalider les hypothèses de plasticité confinée nécessaires à la définition de ΔK .

Dans un deuxième temps, les essais de fissuration en fatigue à température ambiante et à 600°C donneront des résultats sur la propagation de fissure de fatigue sur l'alliage X38CrMoV5 à ces deux températures et permettront de dégager l'influence de l'épaisseur de l'éprouvette, du rapport de charge et de la température sur cette propagation. Ainsi des données supplémentaires sur cet alliage seront obtenues tout en étudiant l'effet des dimensions particulières de ces éprouvettes.

Enfin, dans le cadre de ces essais hors normes, une analyse de ces données sera effectuée et une nouvelle force motrice de propagation sera proposée pour exploiter ces essais.

3. Moyens expérimentaux

3.1. Matériau

Le matériau choisi pour cette étude est l'acier d'outillage à chaud « X38CrMoV5 », aussi désigné « AISI H11 ». Comme dit précédemment, les familles des aciers AISI H11 et H13 ont fait l'objet de nombreuses études dans le laboratoire à Albi, notamment dans le cadre du forgeage et de la fonderie sous pression d'aluminium (cf. § 2.1.). La nuance utilisée est fournie en bloc par l'aciériste Aubert et Duval – France et contient 5% de Chrome et 0,36% de carbone (Tableau 1). Elle présente une teneur très faible en particules non métalliques.

Eléments	C	Cr	Mo	V	Ni	Si	Mn	Fe
Wt %	0.35	5.11	1.21	0.47	0.06	0.28	0.35	bal

Tableau 1 : Composition de l'acier X38CrMoV5 (% massique)

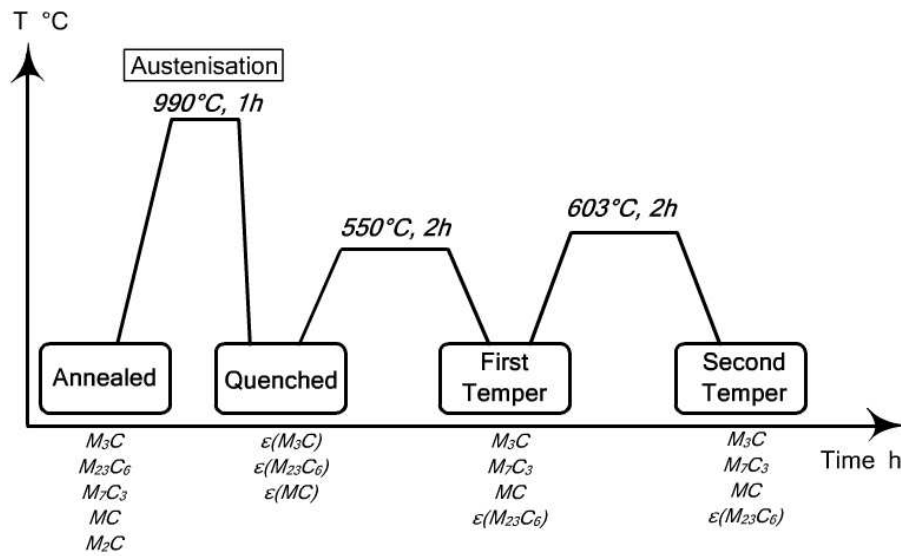


Figure 5 : Traitement thermique de l'alliage X38CrMoV5 avec les carbures formés à chaque étape

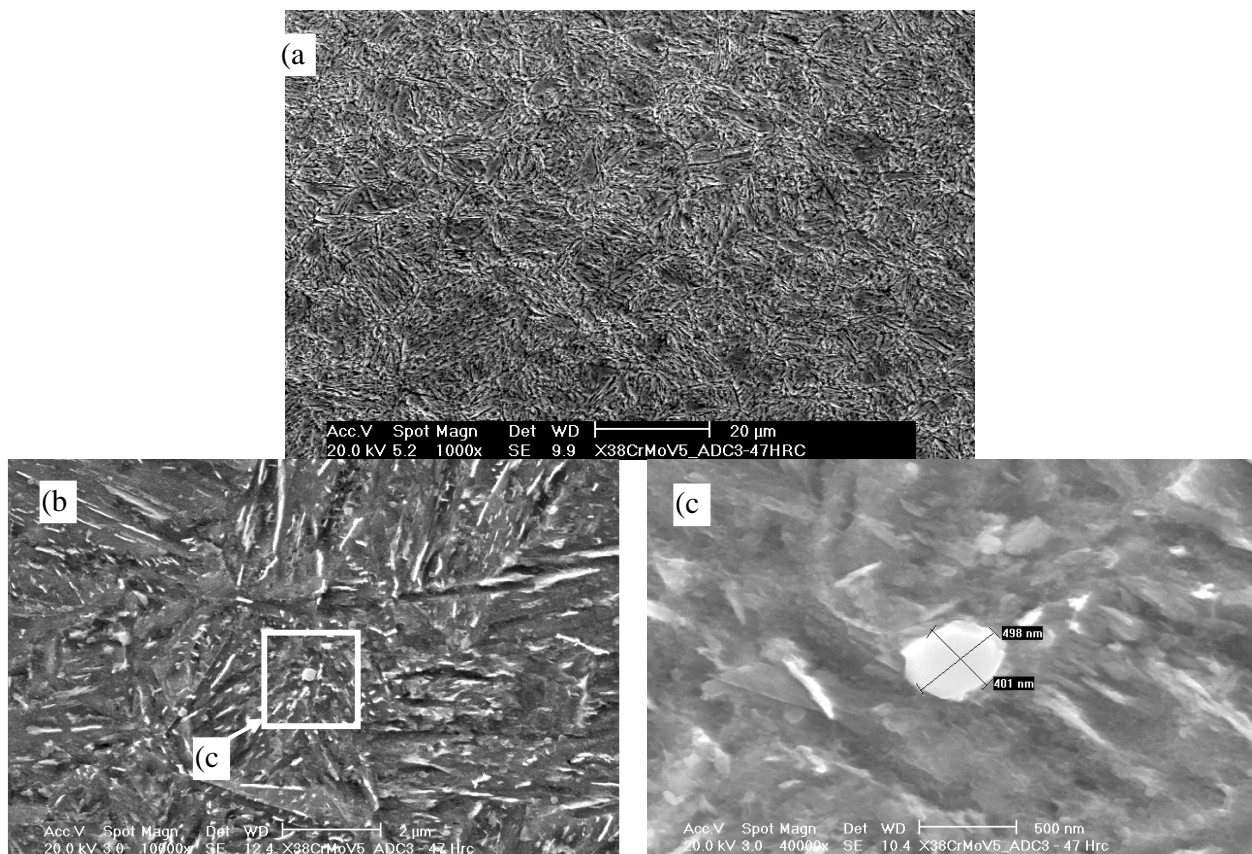


Figure 6 : Microstructure de l'alliage X38CrMoV5 trempé et revenu : a) Structure martensitique (révélée par Nital 3% pendant 20s) ; b) Carbures inter-lattes allongés (révélés par réactif Vilella) ; c) Carbure globulaire [Salem 2009]

Le traitement typique de cet acier pour l'obtention d'une dureté égale à 47 HRC est schématisé Figure 5 et comprend un recuit à 750°C suivi par une austénitisation à 990°C pendant 1h, une trempe à l'air et un double revenu. Le premier et le deuxième revenu sont effectués pendant 2h, respectivement à 550°C et 603°C. Ce traitement thermique confère à l'acier une microstructure martensitique revenu présentée Figure 6.

Les propriétés mécaniques de cet alliage, obtenues par des essais de traction monotone à différentes températures, sont présentées Figure 7. Comme attendu pour un matériau d'utilisation à chaud, la diminution de sa résistance, de sa limite d'élasticité et de son module d'Young n'est pas excessive jusqu'à 400°C, température à partir de laquelle la chute de ces valeurs est plus importante. Néanmoins, les utilisateurs de cet alliage considèrent habituellement que la température d'utilisation de ce matériau peut s'élever en toute sécurité jusqu'à 550°C (température du premier revenu). Au-delà de 550°C, la chute de la résistance mécanique de l'alliage X38CrMoV5 est très marquée.

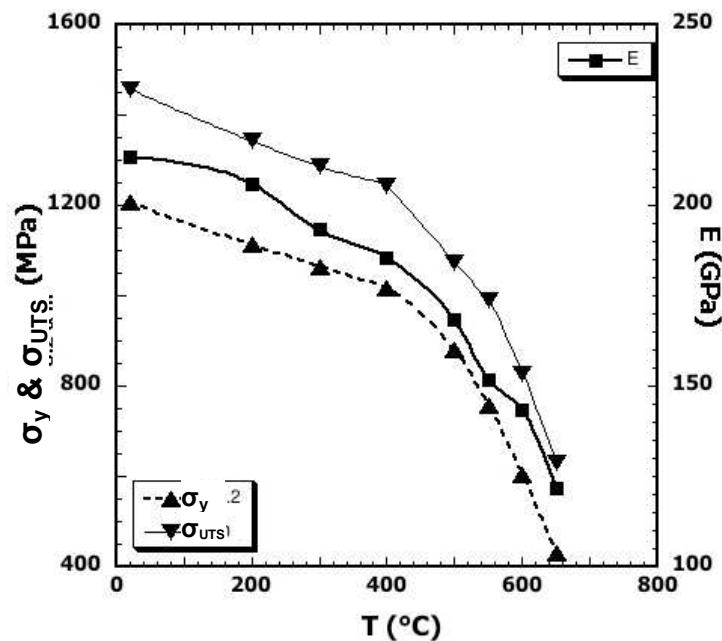


Figure 7 : Propriétés mécaniques de l'alliage X38CrMoV5 obtenues à partir d'essais de traction monotone à différentes températures : résistance maximale (σ_{UTS}), limite élastique (σ_y) et Module d'Young (E) [Salem 2009]

3.2. Eprouvettes

Comme présenté dans l'introduction, des éprouvettes ont été spécifiquement conçues et dimensionnées pour ce travail dans le but d'étudier la « surface ». Ce sont des éprouvettes de type SENT dont les dimensions s'inspirent des normes ASTM E647-00, E606 et E399-90 (cf. Figure 8). Cependant, quelques modifications se sont avérées nécessaires afin de les adapter à nos essais spécifiques concernant des éprouvettes minces. Notamment, le rapport entre la largeur et la longueur a été modifié afin d'éviter les problèmes de flambage. De même, le rayon

de congé est inférieur aux recommandations des normes : cela crée une légère concentration de contraintes qui n'altère cependant pas la propagation de fissure car la charge maximale appliquée ne dépasse jamais 25% de la limite élastique. Le détail de la conception et de la réalisation est présenté dans [Shah 2010]. Toutes les éprouvettes ont été extraites par électroérosion du bloc de métal dans la même direction (longitudinale) pour la cohérence des essais. Les différentes épaisseurs choisies sont : 0.12, 0.25, 0.4, 0.6, 1 et 2,5 mm.

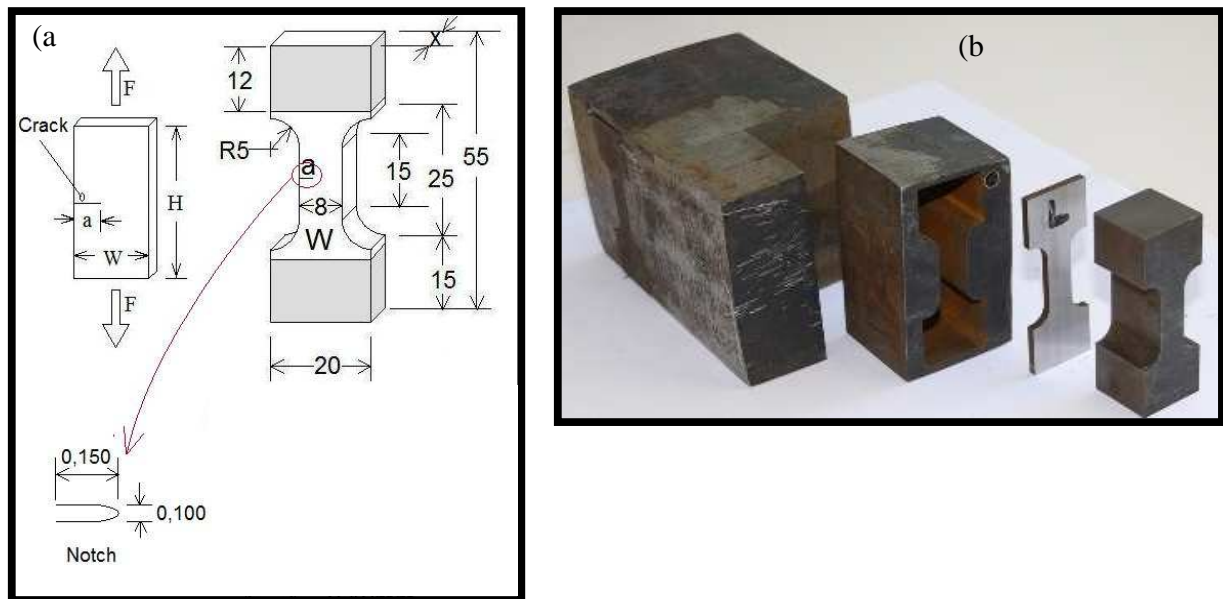


Figure 8 : Eprouvettes : (a) dimensions; (b) différentes étapes de leur réalisation [Shah 2010]

3.3. Banc d'essais

Un banc d'essais de fatigue a été spécialement développé par M. Shah pour tester ces éprouvettes très minces. Il est décrit très précisément dans [Shah 2010]. Le système permet de réaliser des essais de fatigue LCF et HCF à différentes températures. Le système de chauffage a été conçu de manière à rendre accessible l'observation de la surface de l'éprouvette pendant le test permettant ainsi de poursuivre la propagation des fissures. Un microscope à longue portée a été utilisé pour cet effet. La machine d'essai de fatigue, Walter et Bai (Suisse), travaille à une charge maximale de 40 kN avec une fréquence d'essai allant jusqu'à 20 Hz. Elle a été adaptée pour réaliser des essais avec un signal de force stable à faible charge. Une cellule de charge de 2 kN et une servo-vanne de 4 l/min (au lieu de 40 l/min) ont été installées. Le système est actuellement capable d'effectuer des essais de fatigue à des fréquences allant de 0,2 Hz à 20 Hz avec une charge de 0,05 kN de façon stable.

Le système de chauffage choisi utilise l'induction électromagnétique. L'induction est un moyen de chauffage rapide et sans contact. La surface de l'éprouvette demeure visible pendant le test. La température maximale de système est de 750 °C. Les mors de la machine d'essai ont été conçus dans le laboratoire et ont été fabriqués avec les superalliages IN 718 et IN 100 pour pouvoir résister à haute température. La température de l'éprouvette est contrôlée pendant les essais à l'aide de trois thermocouples.

Un microscope à longue portée QUESTAR de 1,1 μm de résolution optique maximale a été utilisé pour observer la propagation de fissure. Il est équipé d'une caméra analogique reliée à un système d'enregistrement (magnétoscope) permettant l'enregistrement de l'évolution de la longueur de fissure.

L'ensemble du dispositif expérimental est présenté Figure 9.

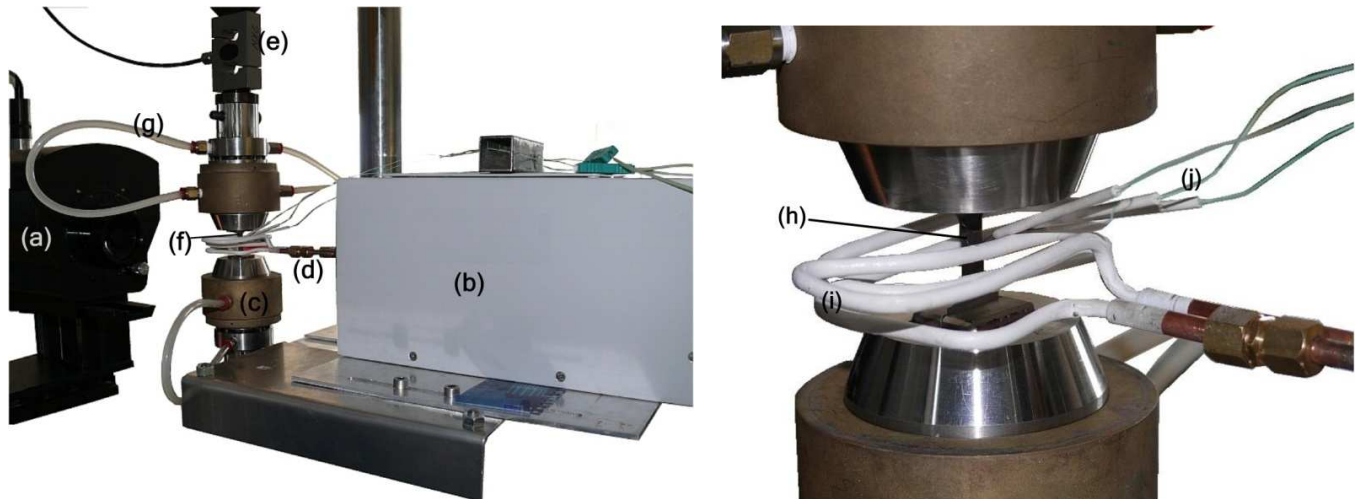


Figure 9 : Vue détaillée du dispositif expérimental : (a) microscope, (b) générateur de l'inducteur, (c) mors, (d) connexion inducteur – générateur, (e) cellule de charge 2kN, (f) éprouvette, (g) système de refroidissement des mors par circulation d'eau, (h) éprouvette, (i) inducteur, (j) thermocouples [Shah 2010]

3.4. Procédure expérimentale

Les essais ont été réalisés dans différentes conditions afin d'étudier la propagation de fissure et les phénomènes suivants :

- 1) effet du rapport de charge (R),
- 2) effet de l'épaisseur de l'éprouvette,
- 3) effet de la température (20 °C et 600°C),

Les essais conduits à 20 et 600 °C sont réalisés respectivement à 10 et 2 Hz. Afin de mesurer l'ouverture de la fissure in situ, des essais à 0,2 Hz ont été réalisés.

L'ouverture de fissure est habituellement mesurée à l'embouchure de la fissure. Le système optique utilisé pour cette étude permet de mesurer cette ouverture près de la pointe de fissure pour différentes longueurs de fissure. L'ouverture de fissure est ici déterminée par corrélation d'images issues des séquences enregistrées par le magnétoscope. Les films enregistrés sont en effet convertis en images avec le logiciel iMovie HD®. Ces images sont ensuite traitées avec un logiciel de corrélation d'images VIC 2D®. Généralement cinq extensomètres virtuels espacés de 200 μm et placés sur l'image de référence utilisée pour la corrélation sont utilisés, comme illustré en Figure 10. Un exemple de résultats de mesures d'ouverture de fissure au cours des cycles à l'aide de ces 5 extensomètres virtuels est présenté Figure 11. Il est important de noter que, pour des raisons liées à l'exploitation des résultats et à la minimisation des imprécisions, la

grandeur tracée sur ce graphe et utilisée dans la suite est la variation d'ouverture de fissure ΔCOD ou $\Delta \delta$ qui correspond à la différence entre l'ouverture à charge courante et l'ouverture à charge minimale. Ainsi, toutes les courbes de ce type de graphique présentent une valeur minimale à 0, même si la valeur de l'ouverture à charge minimale n'est pas nulle.

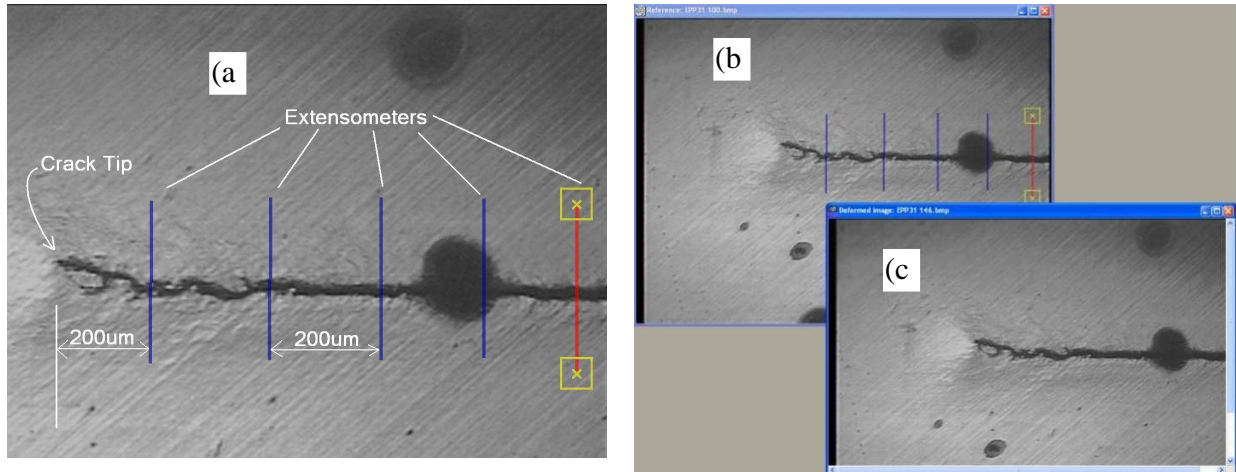


Figure 10 : Corrélation d'images pour mesure d'ouverture de fissure : (a) position des 5 extensomètres virtuels derrière la pointe de fissure, (b) image de référence (P_{min}), (c) image de la déformée (P_{max}) pour la corrélation [Shah 2010]

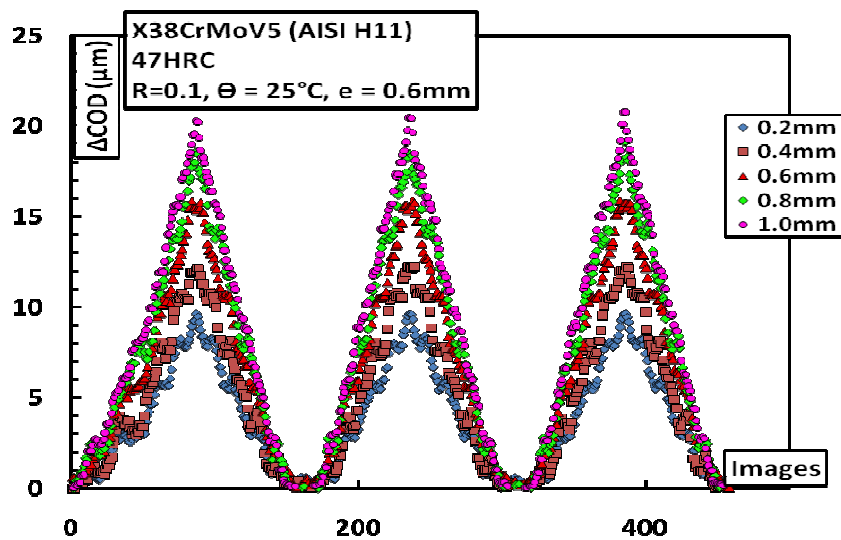


Figure 11 : Exemple d'ouvertures de fissure pour chaque extensomètre virtuel (repérés par leur position par rapport à la pointe de fissure) en fonction du numéro d'image (force triangle à 0.2 Hz à raison de 25 images par seconde : 125 images par cycle)

4. Simulation numérique de la force motrice de propagation

4.1. Problématique

La validité de la caractérisation de l'endommagement du matériau dépend de la détermination précise des paramètres utilisés pour décrire l'endommagement. Or comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, les conditions expérimentales de cette étude imposent un dimensionnement spécifique des éprouvettes. En particulier, l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte (ΔK) utilisée habituellement pour décrire la propagation de fissure en fatigue est définie pour des conditions d'essais correspondant à des éprouvettes caractérisant des éléments de volume plutôt que des éléments de surface (cf. Figure 4). Ainsi, le passage à des éprouvettes de faible épaisseur et/ou à des températures élevées peut invalider les hypothèses de plasticité confinée nécessaires à la définition de ΔK . Ce paragraphe est donc consacré à l'analyse numérique qui a permis de calculer les facteurs d'intensité de contrainte en mode I (FIC) ou K_I , ainsi que les valeurs d'intégrale J élasto-plastique à différentes longueurs de fissure. Ne seront présentés ici que les principales étapes de la démarche ainsi que les principaux résultats : pour une description plus détaillée, se référer à [Shah 2009] et [Shah 2010].

4.2. Simulation numérique

4.2.1. Méthode de calcul de la force motrice de propagation

La méthode de calcul employée repose sur l'approche énergétique déterminant l'intégrale J d'un corps fissuré. L'intégrale J introduite par Rice [Rice 1968] est montrée schématiquement Figure 12. Un matériau fissuré est chargé de manière statique par une charge F dans la direction perpendiculaire au plan de fissuration. En considérant le vecteur contrainte T sur un contour Γ autour de la pointe de fissure et en supposant que les bords de fissure ne sont pas chargés, l'intégrale J, indépendante du contour choisi, est donnée par l'expression suivante :

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - T \frac{\partial v^*}{\partial x} ds \right) \quad (1)$$

Où,
 W = densité d'énergie de déformation
 dy = déplacement perpendiculaire au plan de fissure
 T = vecteur contrainte
 ds = abscisse de contour
 v* = vecteur déplacement

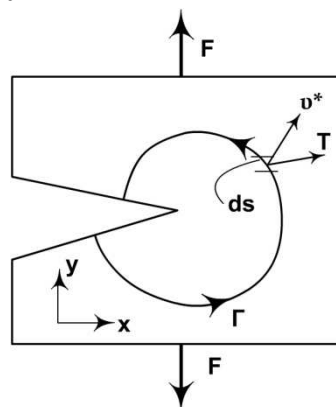


Figure 12 : Schéma d'un corps fissuré chargé pour le calcul de l'intégrale J

En élasticité (ou plasticité confinée), l'intégrale J est ensuite reliée au facteur d'intensité de contrainte en mode I par la relation :

$$J = \frac{K_I^2}{E'} \quad (2)$$

Où $E' = E$ dans le cas des contraintes planes et $E' = E/(1-\nu^2)$ dans le cas des déformations planes.

Par définition, l'intégrale J est indépendante du contour sur lequel l'intégrale est calculée. La simulation numérique peut donc être menée sur des modèles ne présentant pas un maillage particulièrement fin [Courtin 2005].

Les calculs ont été conduits sur le logiciel de calcul par éléments finis ABAQUS/Standard™.

4.2.2. Géométries étudiées

Trois géométries différentes ont été analysées. Elles sont présentées Figure 13. Le calcul sur les éprouvettes rectangulaires a été réalisé afin d'étudier l'effet du rapport hauteur d'éprouvette, largeur (H/W) sur la valeur de K_I et de valider la modélisation avec les résultats de la littérature qui existent sur cette géométrie purement rectangulaire. Les valeurs H/W de 2 et 3 ont été choisies en relation avec l'éprouvette d'essais qui, selon les paramètres de hauteur et largeur choisis présentent un rapport de 1.875 (15/8) ou 3.125 (25/8). La largeur des éprouvettes a été fixée à 2.5mm pour la plupart des calculs. Pour toutes les éprouvettes, les calculs ont été menés pour cinq longueurs de fissure différentes ($a/W = 0.125, 0.250, 0.375, 0.5, 0.625$). Cela correspond à des longueurs de fissure variant de 1mm à 5mm pour une largeur d'éprouvette de 8mm.

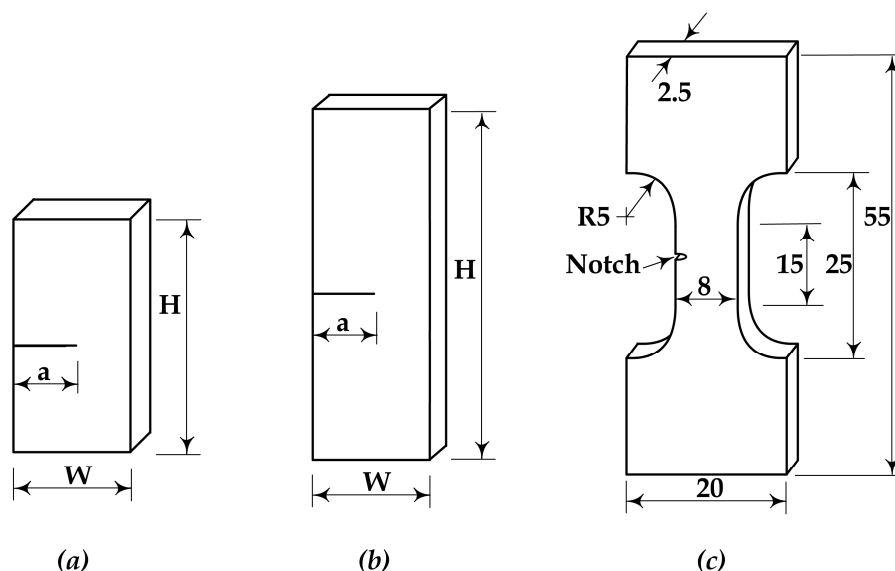


Figure 13 : Schéma des trois géométries d'éprouvette SENT utilisées pour le calcul par éléments finis : (a) rectangulaire H/W = 2, (b) rectangulaire H/W = 3, (c) éprouvettes d'essais

4.2.3. Maillage

Un maillage conventionnel avec des éléments volumiques a été généré dans ABAQUS. Autour de la pointe de fissure, des éléments quadratiques prismatiques triangulaires ont été

utilisés. Autour de ce premier cylindre, 5 anneaux de briques quadratiques permettent le calcul de l'intégrale J, comme montré sur la Figure 14. La singularité que constitue la fissure et la pointe de fissure est construite de manière automatique dans ABAQUS/Standard™ en utilisant les types d'éléments appropriés [Shah 2010].

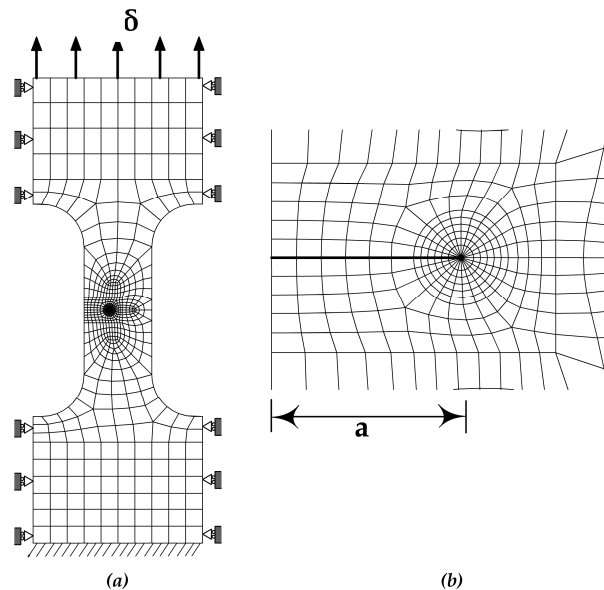


Figure 14 : Modèle éléments finis de l'éprouvette d'essais :(a) éprouvette complète, (b) pointe de fissure [Shah 2010]

4.2.4. Propriétés matériau

Deux types de modèles de comportement ont été utilisés pour les analyses: un modèle élastique linéaire et un modèle de plasticité incrémentale avec écrouissage isotrope dont les valeurs pour l'alliage X38CrMoV5-47HRC sont présentées dans le Tableau 2. Ces deux lots de données correspondent au comportement élasto-plastique de l'alliage à température ambiante et 600°C.

Temperature	R_{p0} (MPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	E (MPa)	n	ν
20°C	913	1100	208000	12	0.3
600°C	213	600	147000	5.3	0.3

Tableau 2 : Valeurs de la loi de comportement de l'alliage X38CrMoV5-47HRC utilisées dans l'analyse par éléments finis

Le chargement pendant les essais n'excède jamais 250MPa permettant de considérer à température ambiante l'hypothèse d'une plasticité confinée en pointe de fissure et de réaliser une analyse élastique linéaire. En revanche, à 600°C, les propriétés du matériau sont telles que la zone plastique peut s'étendre autour de la pointe de fissure. Pour les deux températures, des calculs ont donc été réalisés avec les deux comportements matériau (élastique linéaire et élasto-plastique) afin de confirmer ou d'infirmer l'hypothèse de plasticité confinée dans le cas de l'éprouvette d'essais.

4.2.5. Conditions aux limites

Les conditions aux limites appliquées aux trois géométries d'éprouvettes sont illustrées dans le cas de l'éprouvette d'essais Figure 15. Dans tous les cas, une extrémité est encastree tandis qu'un déplacement uniforme est imposé sur la seconde. Pour l'éprouvette d'essais, les

faces latérales de cette extrémité (faces « xy » physiquement en contact avec les mors) sont également contraintes de manière à n'autoriser qu'un déplacement axial. La valeur du déplacement imposé est ajustée de telle manière que la contrainte nominale dans la partie utile de l'éprouvette soit de 250MPa.

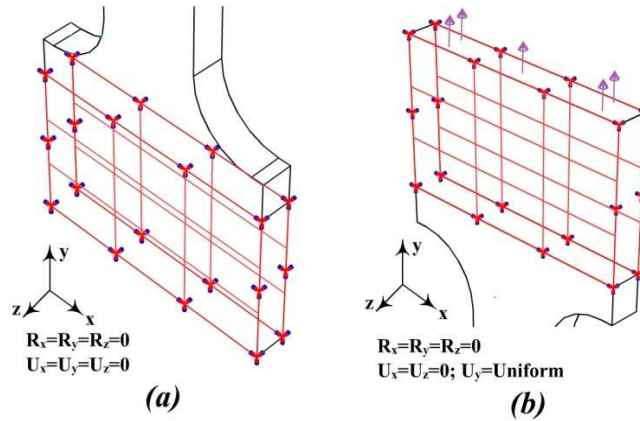


Figure 15 : Conditions aux limites sur l'éprouvette d'essais : (a) encastrement à une extrémité, (b) déplacement imposé à l'autre extrémité

4.2.6. Stratégie de calcul

Les calculs ont donc été réalisés avec le code ABAQUS/Standard™ dans l'hypothèse des déformations planes. Pour de telles épaisseurs, cette hypothèse peut être remise en question. Néanmoins, le code ne permet pas d'effectuer un calcul en contrainte plane avec des éléments volumiques. Or pour tenir compte des variations d'épaisseur, il est nécessaire de travailler avec de tels éléments. Néanmoins, les résultats (en termes de valeur d'intégrale J) d'un calcul en contraintes planes ont été comparés à ceux réalisés en déformations planes et n'ont montré aucune différence.

Les tout premiers calculs ont permis de montrer la convergence des valeurs d'intégrale J prises sur les différents contours dans l'épaisseur des éprouvettes. Ces résultats ne sont pas détaillés dans la suite mais ont permis de choisir la procédure pour déterminer la valeur d'intégrale J utilisée dans les analyses : cette valeur est la moyenne des résultats de chaque nœud du dernier contour sur toute l'épaisseur de l'éprouvette [Shah 2010].

Dans le cas des calculs avec une loi de comportement élastique, la valeur de l'intégrale J est utilisée de manière à déterminer, pour chaque longueur de fissure étudiée, la valeur de K_I , d'après la relation (2). La fonction de forme $f(a/W)$ est ensuite identifiée grâce à la relation :

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} f(a/W) \quad (3)$$

Pour les calculs effectués avec une loi de comportement élastoplastique, c'est la fonction $g(a/W)$ qui est déterminée, grâce à l'équation :

$$\sqrt{J_{el,pl}} E' = g(a/W) \sigma \sqrt{\pi a} \quad (4)$$

L'amplitude $\Delta \sqrt{J_{el,pl}} E'$ est une force motrice de propagation qui a été proposée et discutée par Wüthrich [Wüthrich 1982] et Chow et Lu [Chow 1991] pour caractériser la propagation de fissure de fatigue. Le terme $J_{el,pl}$ est l'intégrale J calculée par le modèle

éléments finis en utilisant la loi de comportement élasto-plastique. Cette force motrice de propagation est donc issue d'un paramètre monotone (déterminé par des simulations d'essais de traction monotone) et ne doit pas être confondue avec l'intégrale J cyclique de Dowling [Dowling 1976]. Elle présente néanmoins l'avantage de donner, à température ambiante, les mêmes valeurs que lors d'une analyse élastique puisque dans ce cas, la plasticité en pointe de fissure reste confinée. Cependant, à haute température, elle peut tenir compte des effets d'une plasticité plus étendue, tout en présentant les mêmes unités que K_I , permettant ainsi les comparaisons entre courbes de propagation de fatigue à différentes températures.

4.3. Résultats

4.3.1. Eprouvettes rectangulaires

Les résultats obtenus pour les éprouvettes rectangulaires sont présentés Figure 16. Ils sont comparés aux résultats de [John 1998] et [Chiodo 2006] obtenus pour des conditions aux limites identiques. John et al. [John 1998] ont utilisé la méthode des éléments singuliers, basée sur le déplacement des nœuds proches de la pointe de fissure pour calculer K_I . Le code utilisé a été ADINATM. Chiodo et al. [Chiodo 2006] [Cravero 2007] ont quant à eux travaillé, comme dans la présente étude, avec une approche énergétique basée sur le calcul de l'intégrale J. Les calculs ont été réalisés avec le code WARP3DTM.

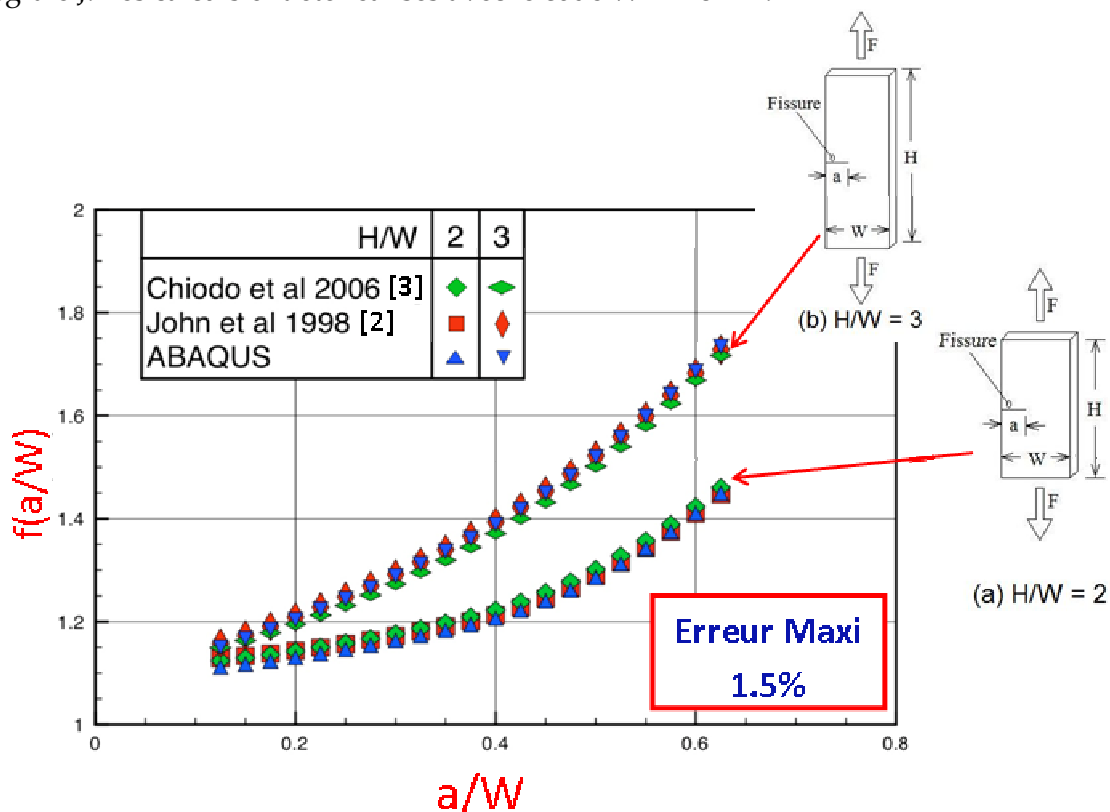


Figure 16 : Fonction $f(a/W)$ vs (a/W) pour les éprouvettes rectangulaires de rapport hauteur/largeur égal à 2 et 3 obtenue dans la présente étude (label ABAQUS) . Comparaison avec les résultats de [John 1998] et [Chiodo 2006].

Une très bonne corrélation est obtenue entre ces résultats pour deux rapports hauteur/largeur d'éprouvette différents : l'erreur se situe entre 0.25% pour la plus courte

fissure et 1.5% pour la longueur de fissure la plus importante. Le modèle utilisé pour les simulations numérique est donc ainsi validé.

4.3.2. Eprouvettes d'essais

Pour les éprouvettes d'essais, les simulations numériques ont été réalisées avec un modèle de matériau élastique et un modèle de matériau élastoplastique (cf. Tableau 2).

Les résultats à température ambiante sont présentés Figure 17. Les valeurs des intégrales J et donc de la fonction correctrice $f(a/W)$ sont identiques quel que soit le modèle de comportement utilisé. L'hypothèse de plasticité confinée est donc, pour cette éprouvette, et dans ces conditions, justifiée. La relation utilisée dans la suite pour l'exploitation des essais expérimentaux réalisés à température ambiante est donc la suivante :

$$f(a/W) = 1.0869 + 0.2383(a/W) + 1.9830(a/W)^2 - 2.8373(a/W)^3 + 2.5771(a/W)^4 \quad (5)$$

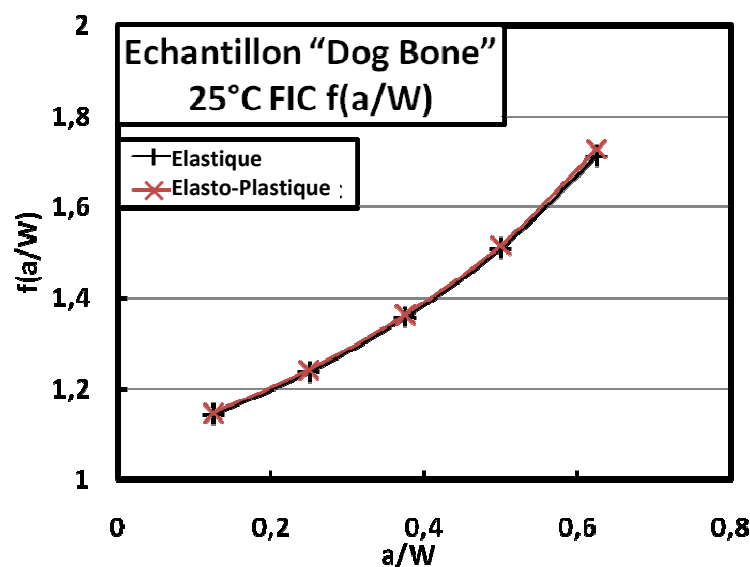


Figure 17 : Comparaison de la fonction de forme $f(a/W)$ pour l'éprouvette d'essais à 25°C avec un modèle de comportement du matériau élastique et élasto-plastique

Sur la Figure 18, sont comparées les fonctions correctives $f(a/W)$ obtenues à température ambiante pour l'éprouvette rectangulaire avec un rapport hauteur/largeur égal à 3 et l'éprouvette d'essais. Les résultats sont très proches, indiquant que le rapport influant sur le calcul de K_I est celui se rapportant à la hauteur sous tête de l'éprouvette d'essais ($H/W = 25/8 = 3.125$), et non celui désignant exclusivement la longueur utile de l'éprouvette ($H/W = 15/8 = 1.875$), la présence des congés n'altérant que très peu le calcul.

Les résultats des simulations numériques pour la température de 600°C sont présentés Figure 19. Dans ce cas, le modèle de comportement matériau utilisé a une forte influence sur le calcul de l'intégrale J. Les fonctions correctives de forme identifiées pour des analyses purement élastiques à 20°C et 600°C coïncident parfaitement. Ainsi, même si le module d'Young change, les valeurs calculées de l'intégrale J sont telles que pour une même charge appliquée et une même longueur de fissure, le facteur d'intensité de contrainte est identique. De la sorte, une nouvelle vérification de la procédure de calcul est apportée. Cependant, à 600°C, les valeurs de la fonction correctrice augmentent considérablement lorsque le modèle

de comportement du matériau tient compte de la plasticité: l'effet de cette plasticité, qui n'est plus confinée en pointe de fissure, ne peut plus être négligé à cette température.

La fonction de forme corrective $g(a/W)$ qui sera donc utilisée dans la suite pour l'exploitation des essais expérimentaux à haute température a l'expression suivante :

$$g(a/W) = 1.1321 + 0.0151(a/W) + 3.9899(a/W)^2 - 5.6491(a/W)^3 + 4.9493(a/W)^4 \quad (6)$$

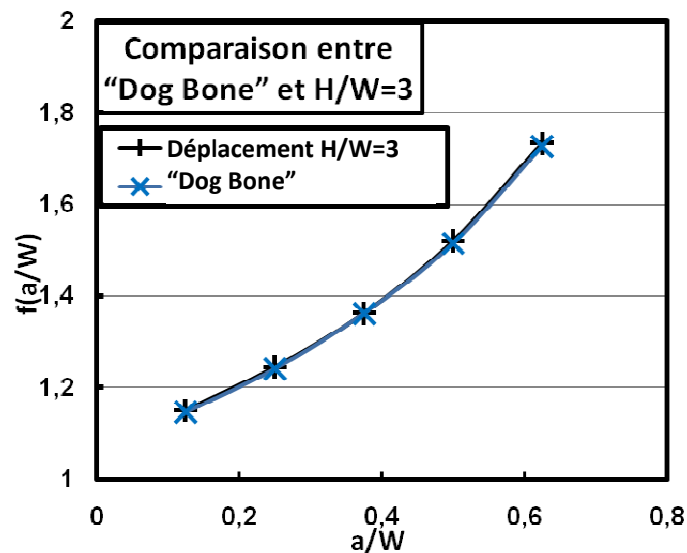


Figure 18 : Comparaison de la fonction $f(a/W)$ pour l'éprouvette d'essais (label « Dog Bone ») et l'éprouvette rectangulaire avec le rapport hauteur/largeur égal à 3

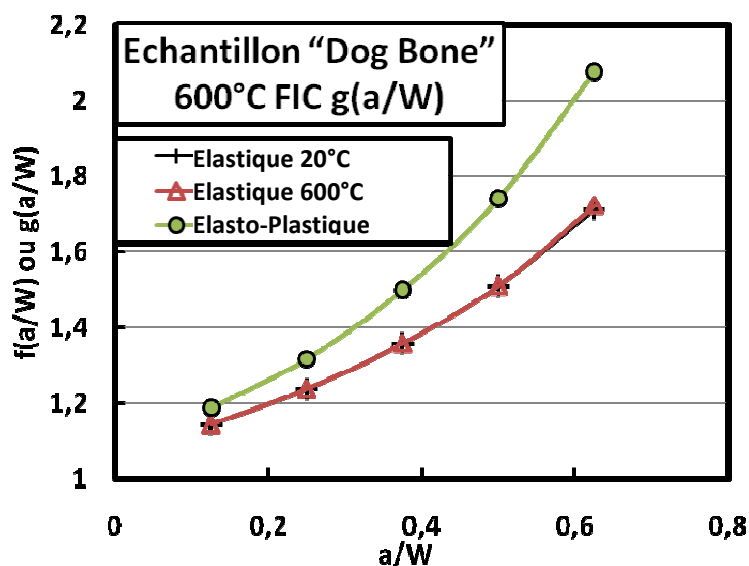


Figure 19 : Comparaison des fonctions $f(a/W)$ obtenues pour l'éprouvette d'essais avec un modèle de comportement matériau élastique et élasto-plastique à 20°C et 600°C

4.4. Conclusion

Une modélisation par éléments finis a été effectuée afin de calculer les forces motrices de propagation de fissure pour les éprouvettes SENT spécifiques utilisées dans cette étude. La méthode de calcul choisie est basée sur l'approche énergétique reposant sur la détermination de l'intégrale J par le code ABAQUS/Standard™. La modélisation ainsi effectuée a été validée par comparaison avec des résultats de la littérature concernant des éprouvettes rectangulaires. L'analyse a ensuite portée sur la géométrie d'éprouvette utilisée pour les essais expérimentaux en employant deux modèles de comportement pour le matériau : un modèle élastique et un modèle élasto-plastique. Les simulations ont été réalisées pour deux températures différentes correspondant aux températures d'essais de fatigue : la température ambiante et 600°C. Il a ainsi été montré qu'à température ambiante, il y a peu d'effet de la plasticité et que l'utilisation de K_I comme force motrice de propagation est justifiée. La fonction correctrice de forme permettant de calculer K_I en fonction de la charge appliquée et de la longueur de fissure a été explicitée pour cette géométrie d'éprouvette (relation (5)). A 600°C, il est apparu que l'effet de la plasticité ne peut plus être négligé, les valeurs de l'intégrale J étant fortement dépendante du modèle de comportement du matériau. Le facteur d'intensité de contrainte n'apparaît donc plus comme étant le paramètre pertinent pour caractériser la force motrice de propagation de fissure à haute température. Un autre paramètre, $\sqrt{J_{el,pl} E'}$, sera donc utilisé dans la suite pour exploiter les essais expérimentaux. La fonction correctrice de forme permettant de calculer ce paramètre en fonction de la charge appliquée et de la longueur de fissure a été explicitée pour cette géométrie d'éprouvette (relation (6)).

5. Essais de propagation de fissure de fatigue

Ce paragraphe présente, sans être exhaustif, une grande partie des résultats d'essais de propagation de fissure en fatigue de la thèse de M. Shah [Shah 2010]. Comme signalé à la fin de l'introduction (cf. § 2.3.), ces essais ont pour but de dégager l'influence de l'épaisseur de l'éprouvette, du rapport de charge et de la température sur cette propagation. Ainsi des données supplémentaires sur cet alliage seront obtenues tout en étudiant l'effet des dimensions particulières de ces éprouvettes.

5.1. Influence du rapport de charge

Le Tableau 3 indique les différents essais réalisés à température ambiante et à 600°C afin de dégager l'influence du rapport de charge sur la propagation des fissures de fatigue.

25°C, 10Hz		600°C, 2Hz	
Epaisseur « e »mm	R	Epaisseur « e »mm	R
2.50	0.1, 0.7	2.50	0.1, 0.5
0.60	0.1, 0.7	0.60	0.1, 0.3, 0.7
0.12	0.1, 0.6		

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des différents essais réalisés à 25°C et 600°C à des rapports de charge R différents

L'effet du rapport de charge sur la propagation de fissure de fatigue à température ambiante est montré Figure 20, Figure 21 et Figure 22 pour des éprouvettes d'épaisseur

2.5mm, 0.6mm et 0.12mm respectivement. Il apparaît très clairement que pour des rapports de charge élevés (0.7 ou 0.6), les vitesses de propagation sont plus importantes que pour un rapport de charge égal à 0.1, à une amplitude de facteur d'intensité de contrainte donné. Les pentes des droites de Paris ne semblent pas tellement affectées.

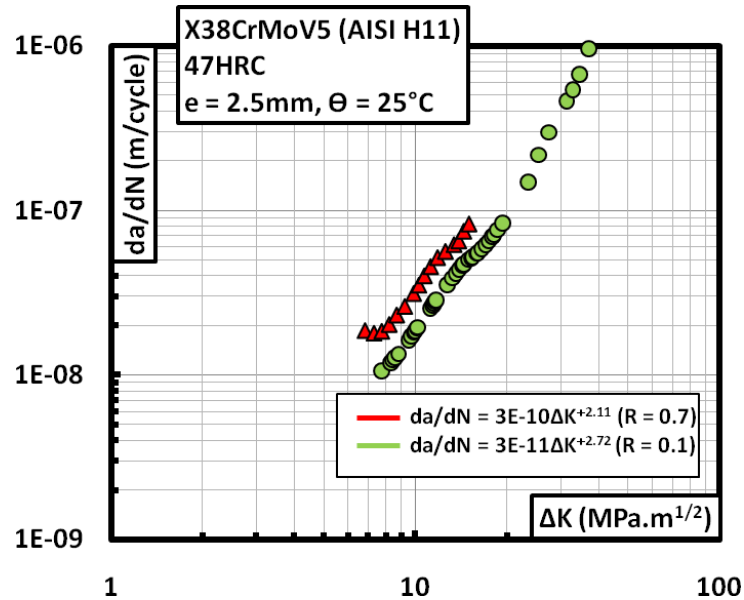


Figure 20 : Effet du rapport de charge R à température ambiante : éprouvette d'épaisseur 2.5mm [Shah 2010]

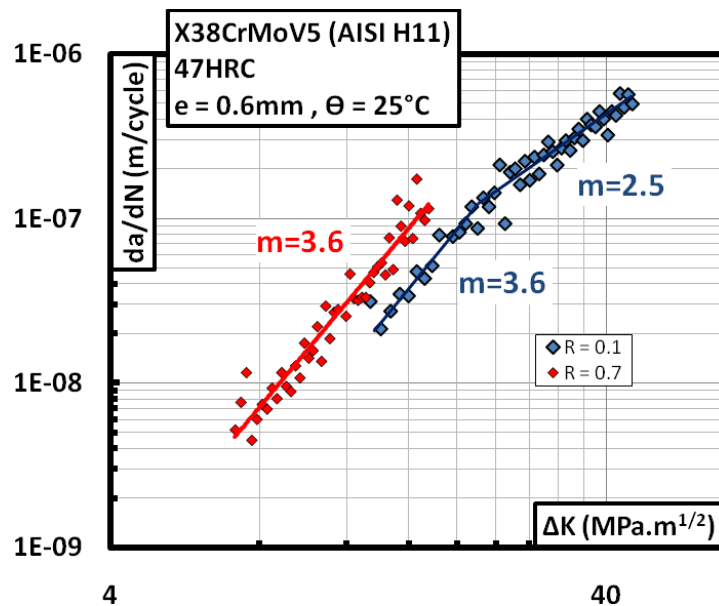


Figure 21 : Effet du rapport de charge R à température ambiante : éprouvette d'épaisseur 0.6mm [Shah 2010]

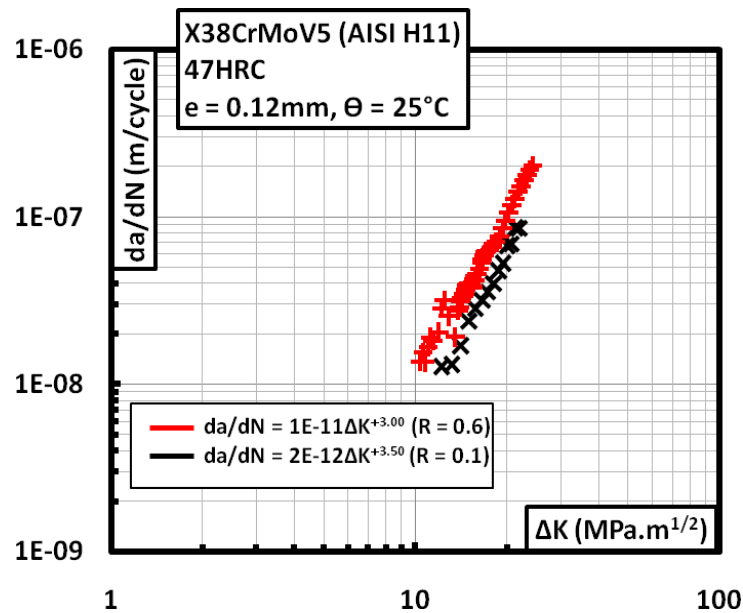


Figure 22 : Effet du rapport de charge R à température ambiante : éprouvette d'épaisseur 0.12mm [Shah 2010]

Cet effet du rapport de charge est communément observé sur les essais plus classiques réalisés avec des éprouvettes C(T) et est généralement attribué à un effet de fermeture de fissure présent pour les faibles rapports de charge. L'idée est de considérer qu'en dessous d'une certaine charge (K_{op}), la fissure n'est pas complètement ouverte : l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte effectivement vue par la pointe de fissure lors d'un cycle et participant de ce fait à la propagation est donc inférieure à celle supposée appliquée. Ainsi, une amplitude de facteur d'intensité de contrainte effectif est-il défini par la relation suivante :

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{op} \quad (7)$$

Cette force motrice de propagation est ensuite utilisée, comme \sqrt{K} , afin de tracer les courbes de Paris. La difficulté consiste donc en la détermination de la charge à l'ouverture. Différentes méthodes ont été développées dans ce but, parmi lesquelles on peut citer la mesure de l'ouverture de fissure à l'aide de jauges de déformation collées en pointe de fissure ou sur la face arrière de l'éprouvette, ou par l'intermédiaire d'un capteur de déplacement positionné à l'embouchure de la fissure [Suresh 1998]. Dans tous les cas, il s'agit de repérer la charge à partir de laquelle l'ouverture de fissure n'est plus linéaire en fonction de la charge appliquée, comme illustré sur la Figure 23.

Dans la présente étude, une méthode de mesure optique basée sur la corrélation d'images (cf. § 3.4.) a été utilisée pour déterminer l'ouverture de fissure et donc son évolution au cours des cycles. Un exemple de résultat est montré Figure 24 pour un extensomètre virtuel placé à 600 μ m de la pointe de fissure, dans le cas d'une éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à température ambiante pour un rapport de charge R=0.1. Sur les points expérimentaux, des droites ont été tracées pour mettre en relief la perte de linéarité que présente l'évolution de l'ouverture de fissure en fonction de la charge (c'est-à-dire ici du numéro d'image) pour les charges les plus faibles. Cette perte de linéarité annonce donc une fermeture de fissure. L'exploitation de ce graphe peut également se présenter sous une forme plus traditionnelle en termes de mesure de charge à l'ouverture, telle qu'illustré en Figure 25. Ces deux figures présentent les mêmes résultats : le numéro d'image est juste remplacé par la

charge appliquée, sur une portion de cycle correspondant à la décharge. La droite A-B-C représente l'évolution que présenterait l'ouverture de fissure s'il n'y avait pas de fermeture de fissure. Le point B correspondant à la perte de linéarité indique donc la charge ($\sigma_{op} = 75$ MPa) en dessous de laquelle la fissure n'est plus complètement ouverte. L'amplitude de facteur d'intensité de contrainte effectif peut donc être calculée comme indiqué par la relation (7).

Ces mesures ont été effectuées tout au long de la propagation de fissure (c'est-à-dire pour différentes valeurs de longueur de fissure) et les cinq extensomètres virtuels ont été utilisés pour vérifier qu'il n'y avait pas d'influence de la position de l'extensomètre virtuel sur la détermination de la charge à l'ouverture : ces résultats sont présentés en détail dans [Shah 2010].

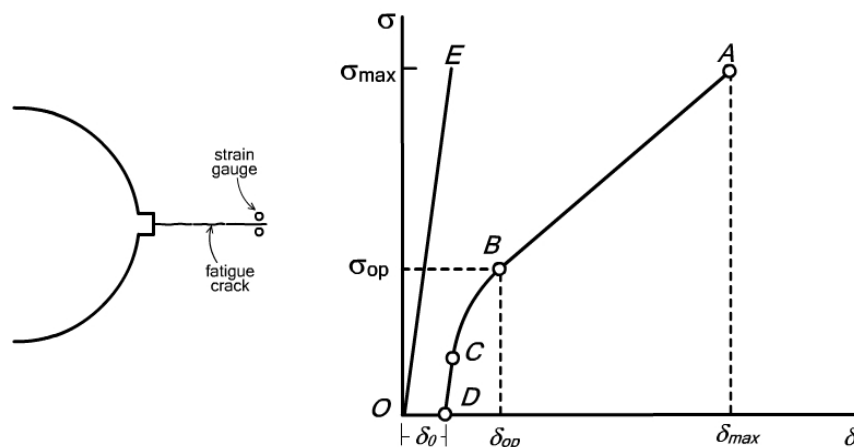


Figure 23 : Relation entre contrainte appliquée et ouverture de fissure mesurée par jauge de déformation [Elber 1970] [Suresh 1998]

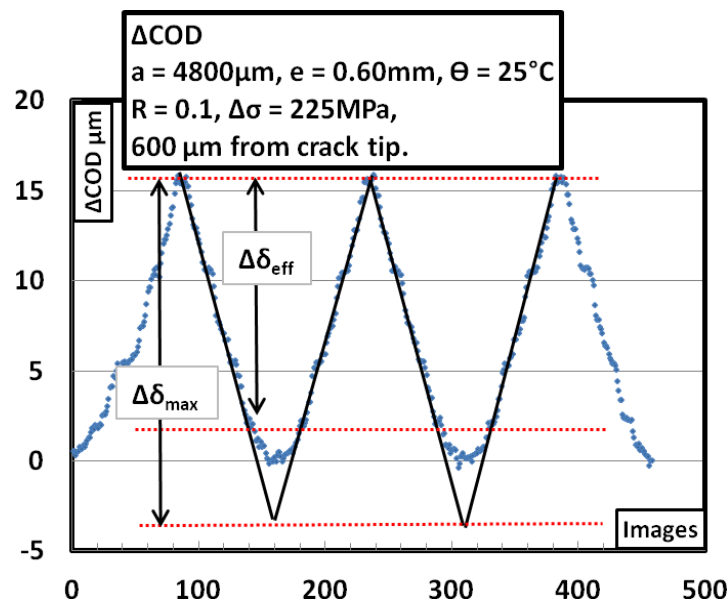


Figure 24 : Variation de l'ouverture de fissure δ (COD) en fonction du numéro d'image pendant les cycles de fatigue pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à température ambiante à $R=0.1$ (longueur de fissure 4.8mm, extensomètre virtuel placé à 600 μm de la pointe de fissure) [Shah 2010]

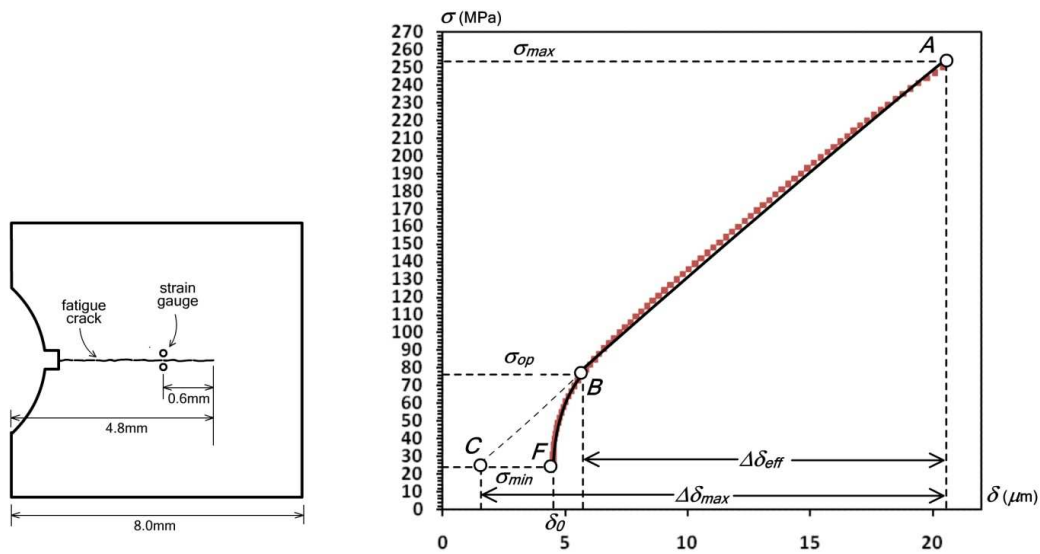


Figure 25 : Relation entre contrainte appliquée et ouverture de fissure mesurée par extensomètre virtuel (mêmes conditions que Figure 24) [Shah 2010]

Pour l'éprouvette de même épaisseur (0.6mm) testée à un rapport de charge $R=0.7$ à température ambiante, l'évolution de l'ouverture de fissure en fonction de la charge (ou du numéro d'image) ne présente jamais de perte de linéarité, comme illustré sur la Figure 26. Il n'y a donc pas de phénomène de fermeture de fissure pour de telles conditions d'essais et l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte effectif est l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte appliquée.

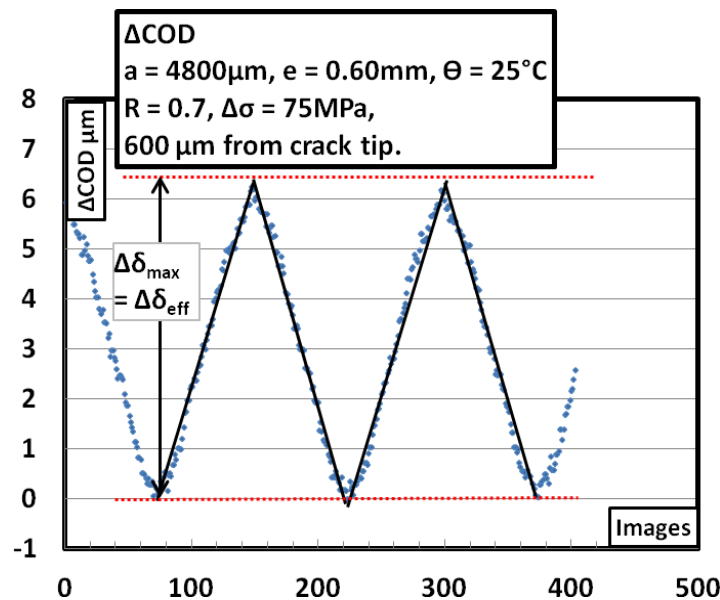


Figure 26 : Variation de l'ouverture de fissure δ (COD) en fonction du numéro d'image pendant les cycles de fatigue pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à température ambiante à $R=0.7$ (longueur de fissure 4.8mm, extensomètre virtuel placé à 600 μm de la pointe de fissure) [Shah 2010]

La Figure 27 présente les vitesses de propagation d'une fissure de fatigue dans les éprouvettes d'épaisseur 0.6mm testé aux deux rapports de charge (0.1 et 0.7) en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte effectif. Les courbes sont superposées, indiquant donc que l'effet du rapport de charge est bien ici à relier au phénomène de fermeture de fissure.

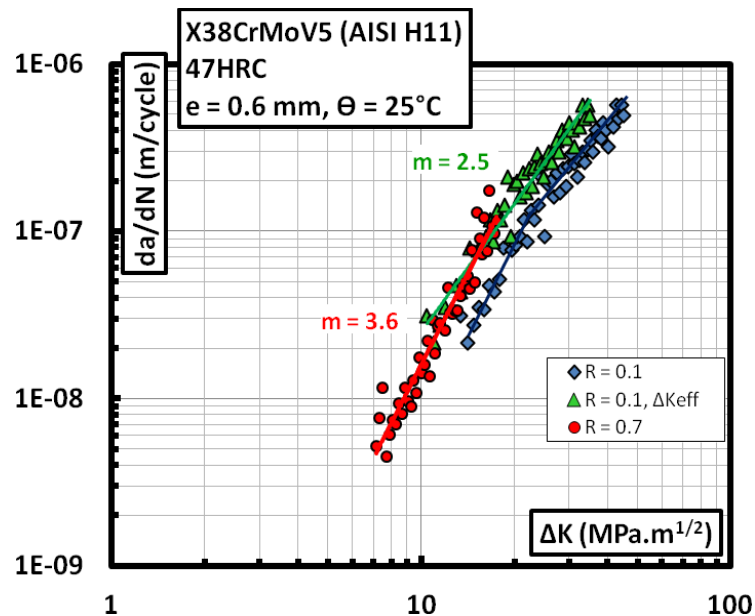


Figure 27 : Vitesses de propagation en fonction de ΔK et ΔK_{eff} pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à température ambiante ($R=0.1$ et $R=0.7$) [Shah 2010]

L'effet du rapport de charge sur la propagation de fissure de fatigue à $600^\circ C$ est montré Figure 28 et Figure 29 pour des éprouvettes d'épaisseur 2.5mm et 0.6mm respectivement. Un changement du rapport de charge ne semble pas avoir d'effet sur les vitesses de propagation dans le régime de Paris pour les deux types d'éprouvettes. En revanche, pour les faibles vitesses de propagation, l'effet semble plus marqué. Il est cependant difficile de conclure sur un effet potentiel du rapport de charge sur les valeurs seuil de la force motrice de propagation. La superposition des courbes de propagation obtenues pour des rapports de charge différents semble indiquer que, contrairement à la température ambiante, il n'y a pas de phénomène de fermeture de fissure. Cela peut sembler très surprenant étant donnée la couche d'oxyde qui se forme sur les surfaces de rupture à $600^\circ C$ (cf. Figure 41) et la plasticité importante à une telle température. Ces deux phénomènes (présence d'oxyde et plasticité) sont en effet connus pour être à l'origine de fermeture de fissure [Suresh 1998]. Cependant, les mesures d'ouverture de fissure réalisées lors d'un essai à $R=0.1$ sur une éprouvette d'épaisseur 0.6mm confirme ce point. Il apparaît en effet clairement sur la Figure 30 qu'il n'y a pas de perte de linéarité dans l'évolution de l'ouverture de fissure en fonction de la charge appliquée : il n'y a pas de fermeture de fissure pour les faibles charges du cycle. Ces mesures d'ouverture de fissure n'ayant malheureusement pas été effectuées pour les essais pendant lesquels de faibles vitesses de fissuration ont été enregistrées ($R=0.1$ pour une éprouvette d'épaisseur 2.5mm et $R=0.3$ pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm), aucune information supplémentaire concernant l'effet potentiel du rapport de charge à ces niveaux de sollicitations n'est apportée...

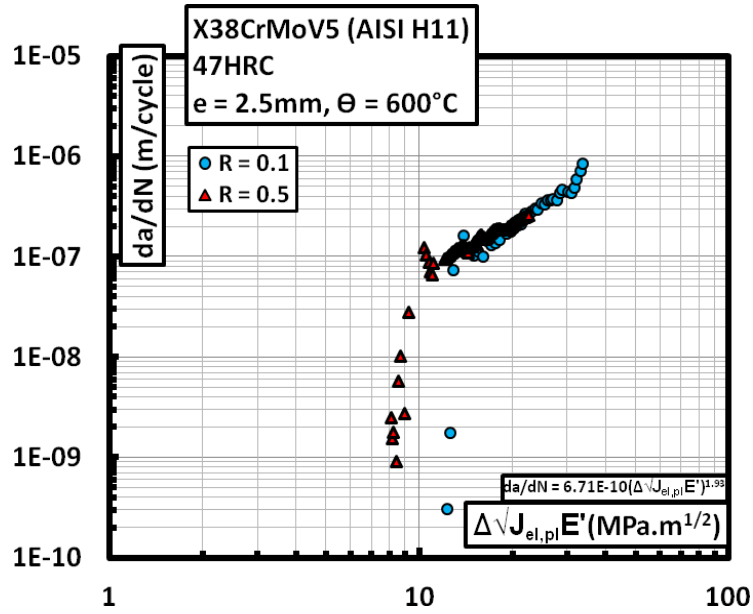


Figure 28 : Effet du rapport de charge R à 600°C : éprouvette d'épaisseur 2.5mm [Shah 2010]

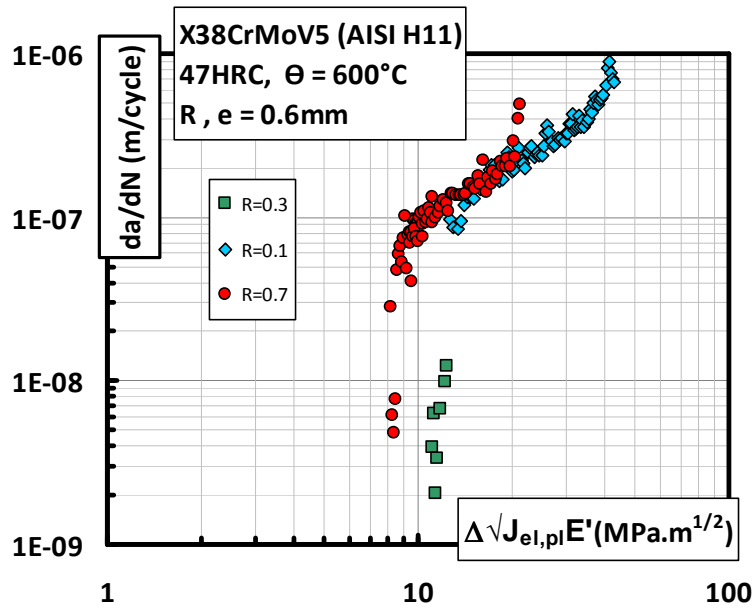


Figure 29 : Effet du rapport de charge R à 600°C : éprouvette d'épaisseur 0.6mm

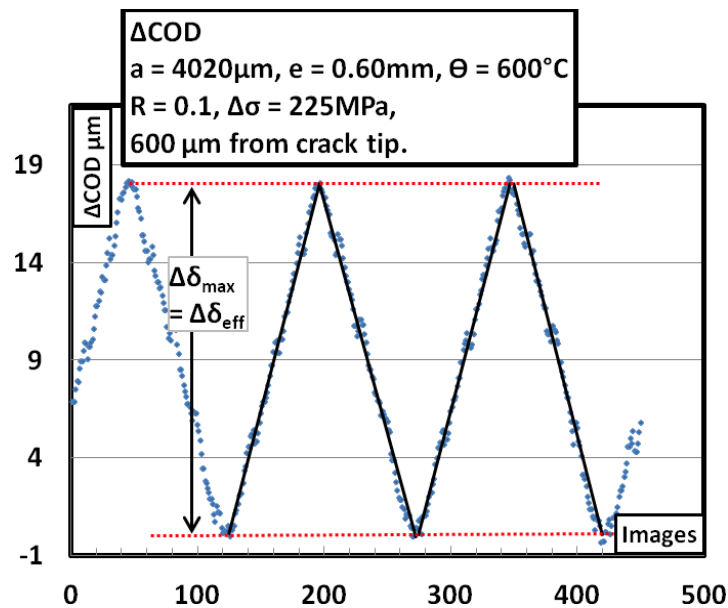


Figure 30 : Variation de l'ouverture de fissure δ (COD) en fonction du numéro d'image pendant les cycles de fatigue pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à 600°C à R=0.1 (longueur de fissure 4mm, extensomètre virtuel placé à 600 μ m de la pointe de fissure) [Shah 2010]

5.2. Influence de l'épaisseur

Les Tableau 4 et Tableau 5 indiquent les différentes épaisseurs des éprouvettes testées à température ambiante et à 600°C afin de dégager l'influence de cette épaisseur sur la propagation des fissures de fatigue.

25°C, 10Hz, R=0.1	600°C, 2Hz, R=0.1
Epaisseur « e »mm	Epaisseur « e »mm
2.50	2.50
0.60	1.00
0.25	0.60
0.12	0.40

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des différentes épaisseurs d'éprouvettes testées à 25°C et 600°C à un rapport de charge R=0.1

25°C, 10Hz, R=0.6 ou 0.7	600°C, 2Hz, R=0.5 ou 0.7
Epaisseur « e »mm	Epaisseur « e »mm
2.50	2.50
0.60	0.6
0.12	

Tableau 5 : Tableau récapitulatif des différentes épaisseurs d'éprouvettes testées à 25°C et 600°C à un rapport de charge élevé

Les courbes de Paris obtenues à température ambiante pour les différentes épaisseurs testées à $R=0.1$ sont présentées Figure 31 et Figure 32 pour une meilleure lisibilité.

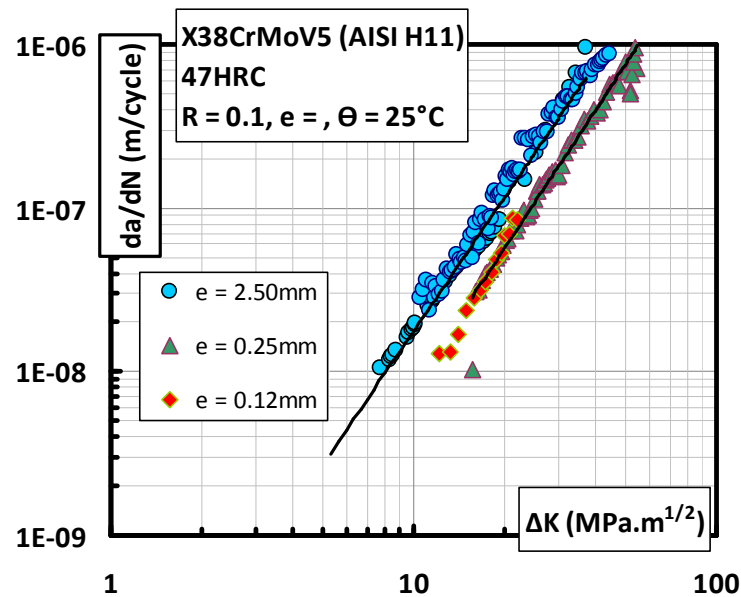


Figure 31 : Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes à température ambiante pour un rapport de charge 0.1 pour les épaisseurs d'éprouvettes suivantes : 0.12mm, 0.25mm, 2.5mm

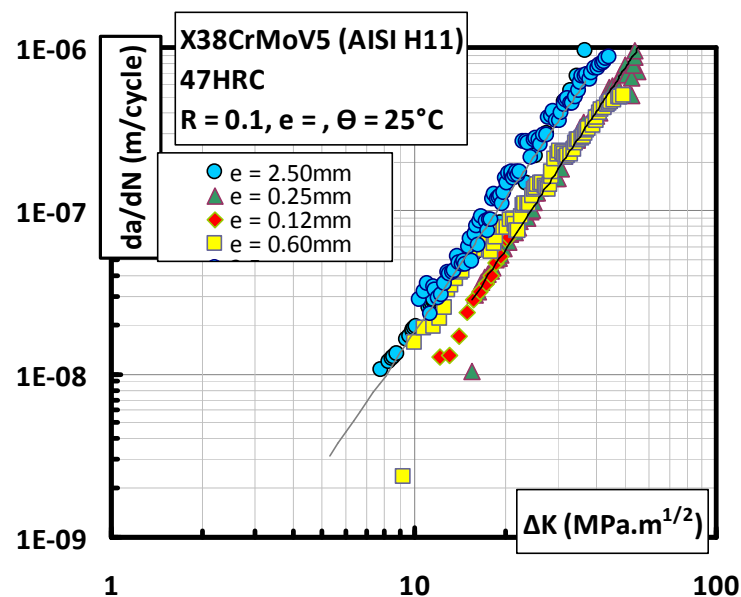


Figure 32 : Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes à température ambiante pour un rapport de charge 0.1 pour les épaisseurs d'éprouvettes suivantes : 0.12mm, 0.25mm, 0.6mm et 2.5mm

Lorsque l'épaisseur de l'éprouvette diminue, la vitesse de propagation de fissure diminue également pour une même amplitude de facteur d'intensité de contrainte. Il existe néanmoins un « seuil » en dessous duquel la propagation n'est plus modifiée par l'épaisseur : comme le montre la Figure 31, les courbes de Paris sont identiques pour les

éprouvettes d'épaisseur 0.25 et 0.12mm. De même il semble que la modification de la résistance à la propagation d'une fissure de fatigue n'est pas brusque mais présente une transition, d'un comportement à un autre, pour des épaisseurs intermédiaires : ainsi, comme montré en Figure 32, les vitesses de propagation pour une épaisseur de 0.6mm sont identiques à celles d'une éprouvette « épaisse » (2.5mm) pour de faibles ΔK puis rejoignent progressivement celles des éprouvettes « fines » (0.25 et 0.12mm) lorsque ΔK augmente.

Comme cela a été montré au paragraphe précédent, il existe manifestement à $R=0.1$ un phénomène de fermeture de fissure pour les éprouvettes testées à température ambiante. Cet effet de l'épaisseur observé à température ambiante peut donc trouver son origine dans ce phénomène qui pourrait être plus ou moins marqué selon l'épaisseur de l'éprouvette. Les mesures d'ouverture de fissure ayant été effectuées pour les seules éprouvettes d'épaisseur 0.6mm, il n'est pas possible de présenter les vitesses de propagation de fissure en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte effectif pour toutes les épaisseurs. Néanmoins, en supposant que lors des essais à fort rapport de charge, le phénomène de fermeture de fissure n'existe pas, quelle que soit l'épaisseur, comme montré pour 0.6mm, il peut être intéressant de comparer les courbes de propagation à de tels rapports de charge. Cette comparaison est présentée Figure 33.

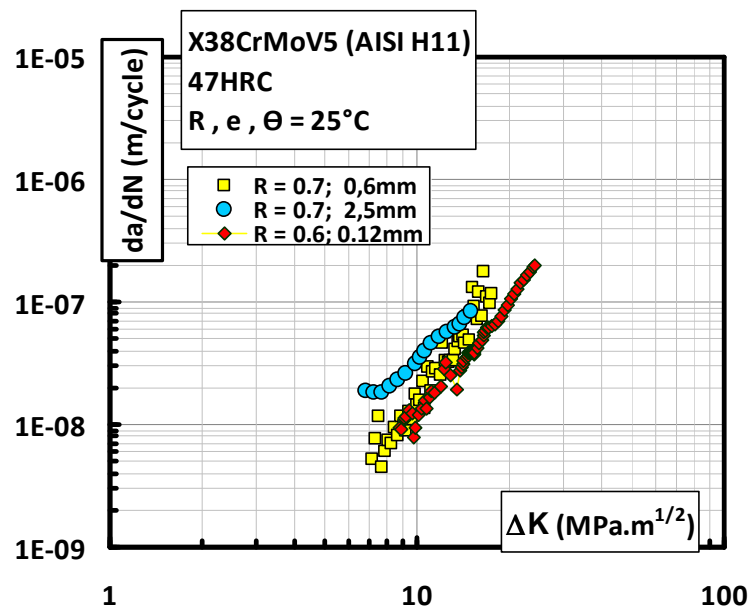


Figure 33 : Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes à température ambiante pour un rapport de charge élevé pour les épaisseurs d'éprouvettes suivantes : 0.12mm, 0.6mm et 2.5mm

L'effet de l'épaisseur reste présent et ne semble donc pas pouvoir s'expliquer par le phénomène de fermeture de fissure. Cet effet peut sans doute être attribué au phénomène de plasticité qui, même si peu important à température ambiante, prend d'autant plus d'importance relative que l'éprouvette est fine. Cette hypothèse est supportée par les observations effectuées sur les éprouvettes rompues. Il apparaît en effet que pour les éprouvettes de 2.5mm d'épaisseur, la surface de rupture est plane pour les faibles ΔK . Lorsque la fissure augmente, la surface commence à se bomber. Cette forme s'initie sur les bords de l'éprouvette pour recouvrir ensuite progressivement toute la largeur, comme montré schématiquement sur la Figure 34. Une observation plus détaillée montre que cette

forme convexe est composée de plans horizontaux et de plans inclinés à 45 degrés, comme illustré sur la Figure 35. Ce type de transition de rupture a déjà été rapporté dans le cas de fatigue de pièces métalliques fines [Schijve 2003]. La présence de ces plans à 45 degrés est à relier à la valeur de K_{max} . Pour les éprouvettes d'épaisseur 2.5mm, ils apparaissent pour des valeurs de K_{max} autour de $38 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Ces plans inclinés semblent se former en lien avec les bandes de glissements apparaissant sur les surfaces des éprouvettes et indiquer ainsi une plasticité croissante.

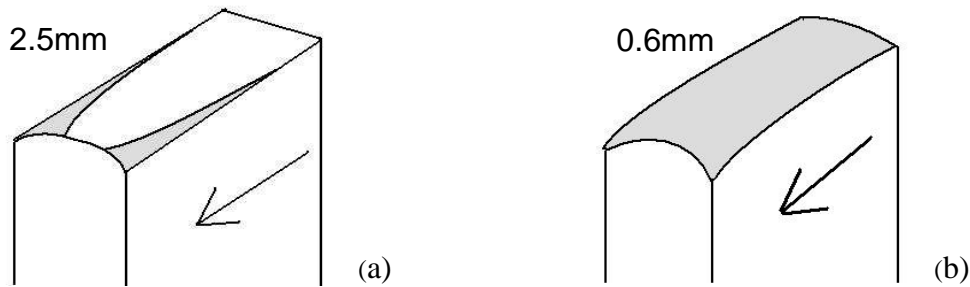


Figure 34 : Schéma représentant la forme des surfaces de rupture pour les éprouvettes d'épaisseur 2.5mm (a) et 0.6mm (b)

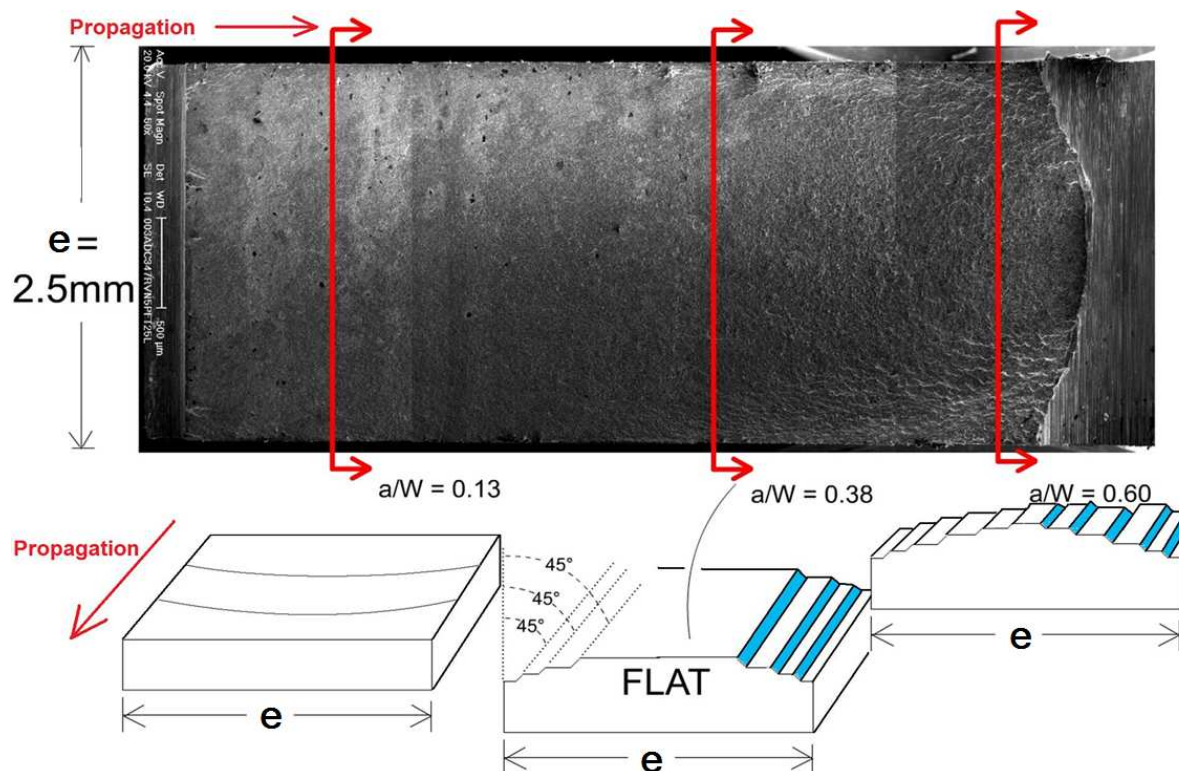


Figure 35 : Apparition de plans inclinés à 45 degrés sur la surface de rupture d'une éprouvette d'épaisseur 2.5mm à partir d'une certaine longueur de fissure [Shah 2010]

Pour les éprouvettes d'épaisseur inférieure ou égale à 0.6mm, la zone plate est absente de la surface de rupture et les plans inclinés sont présents dès le début de la propagation de fissure de fatigue (cf. Figure 34 et Figure 36). Ces plans sont plus fins et en plus grand nombre pour les faibles longueurs de fissure et deviennent plus larges et moins nombreux lorsque la fissure progresse. Le lien entre ces plans inclinés et les bandes de glissement formées pendant la propagation est clairement observé sur les éprouvettes fines, comme l'illustre la Figure 37.

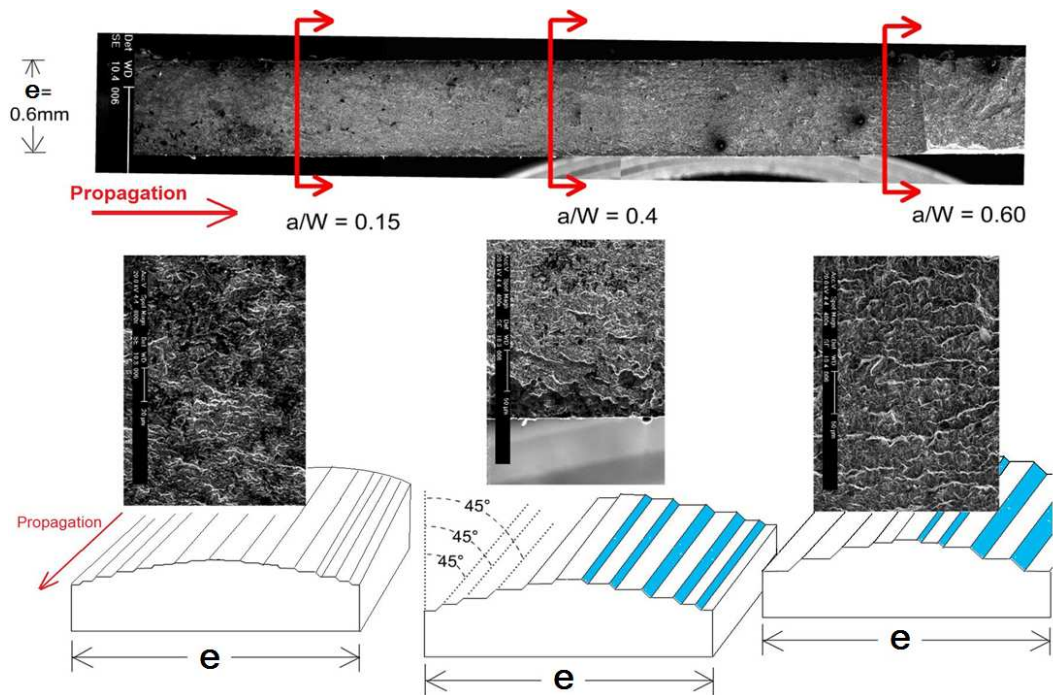


Figure 36 : Présence de plans inclinés à 45 degrés sur la surface de rupture d'une éprouvette d'épaisseur 0.6 mm [Shah 2010]

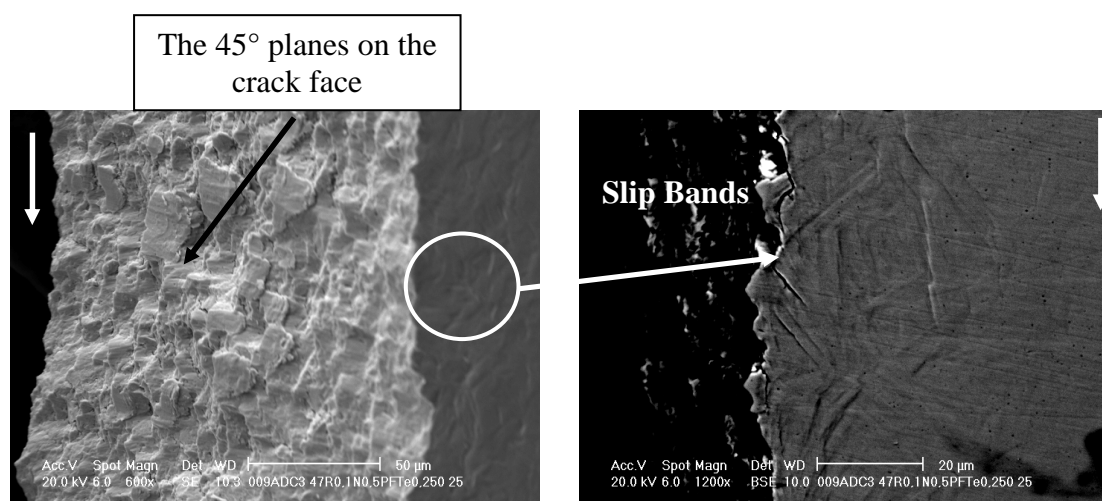


Figure 37 : Création des plans inclinés à 45 degrés en lien avec les bandes de glissement (éprouvette d'épaisseur 0.25mm) [Shah 2010]

L'influence de l'épaisseur des éprouvettes sur la propagation d'une fissure de fatigue à 600°C pour un rapport de charge 0.1 est présentée sur les Figure 38 et Figure 39. Si l'on considère les épaisseurs extrêmes étudiées, à savoir 2.5mm et 0.4mm, (Figure 38) il semble qu'il existe, comme à température ambiante mais en beaucoup plus réduit, un effet de l'épaisseur d'éprouvette qui tend à améliorer la résistance à la propagation lorsque l'éprouvette est plus fine. Il est néanmoins difficile, au vu de l'ensemble des résultats (Figure 39) de déterminer plus précisément s'il existe des épaisseurs présentant des transitions de comportement. La comparaison des courbes de propagation obtenues à fort rapport de charge pour deux épaisseurs différentes présentée Figure 40 n'apporte pas d'informations supplémentaires.

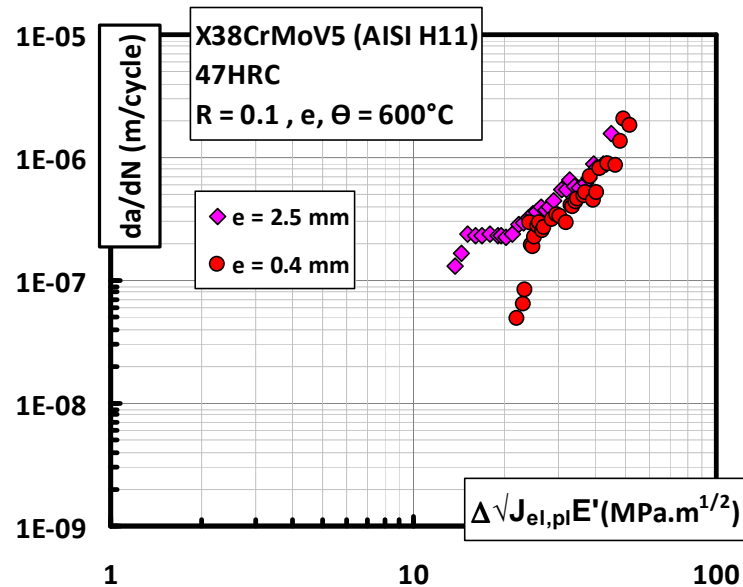


Figure 38 : Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur ($\sqrt{J_{el,pl} E'}$) à 600°C pour R=0.1 pour les épaisseurs d'éprouvettes suivantes : 0.4mm et 2.5mm

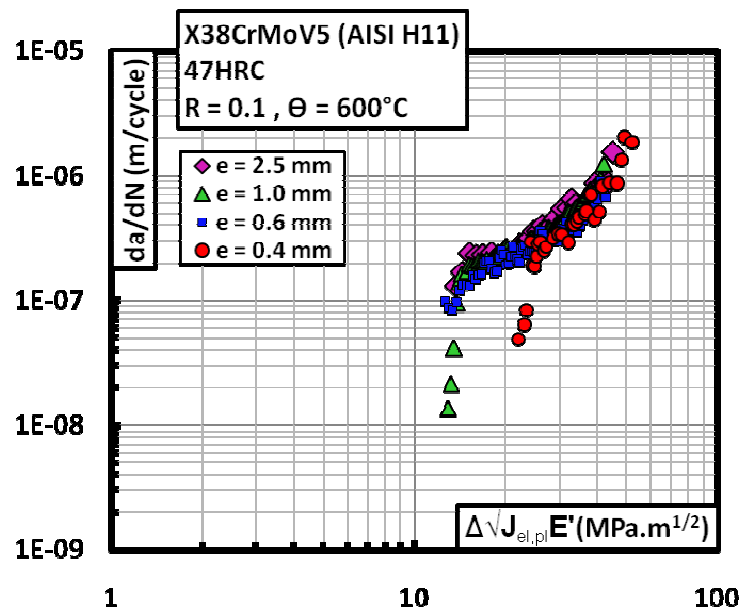


Figure 39 : Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur ($\sqrt{J_{el,pl} E'}$) à 600°C pour R=0.1 pour les épaisseurs d'éprouvettes suivantes : 0.4mm, 0.6mm, 1mm et 2.5mm

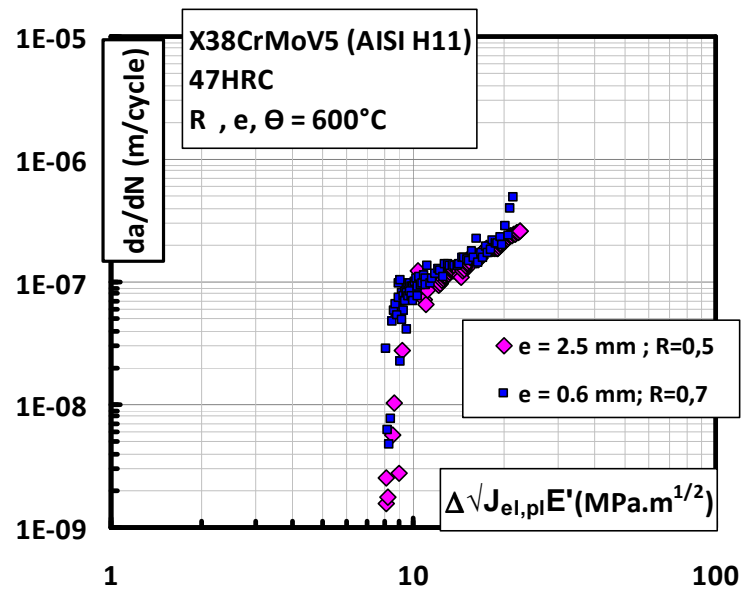


Figure 40 : Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur ($\sqrt{J_{el,pl} E'}$) à 600°C pour R élevé pour les épaisseurs d'éprouvettes suivantes : 0.6mm et 2.5mm

L'observation des surfaces de rupture est rendu plus difficile du fait de la présence d'oxyde. Néanmoins, comme pour les éprouvettes testées à température ambiante, il apparaît des zones bombées constituées de plans horizontaux et de plans inclinés à 45 degrés comme montré Figure 41.

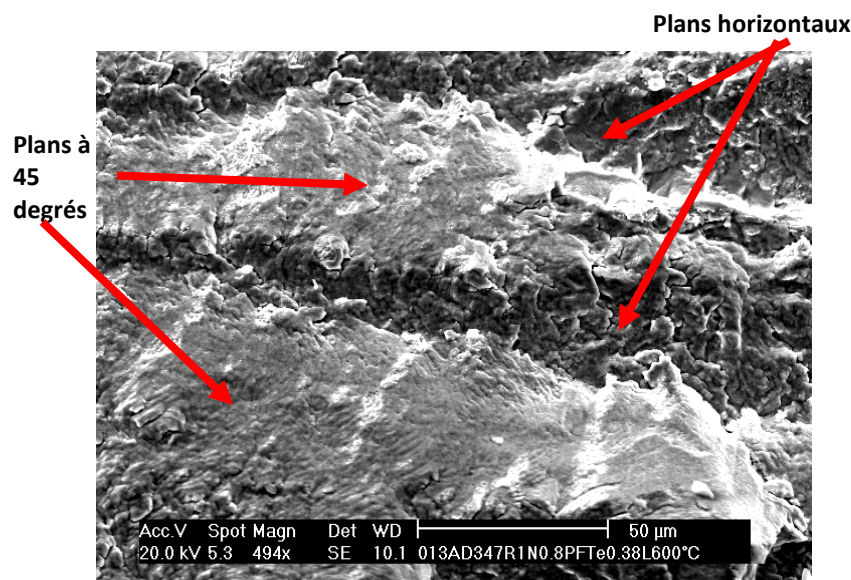


Figure 41 : Plans horizontaux et inclinés formant la surface de rupture d'une éprouvette d'épaisseur 0.4mm testée à 600°C

5.3. Influence de la température

L'influence de la température sur la propagation d'une fissure de fatigue dans l'alliage X38CrMoV5 est présentée, pour un rapport de charge $R=0.1$, sur les Figure 42 et Figure 43 pour des éprouvettes d'épaisseur 2.5mm et 0.6mm respectivement. Les vitesses de propagation à 600°C sont généralement plus élevées qu'à température ambiante mais

tendent à se rejoindre pour des valeurs de $\sqrt{\Delta J_{el,pl}E}$ élevées, et ce quelle que soit l'épaisseur de l'éprouvette.

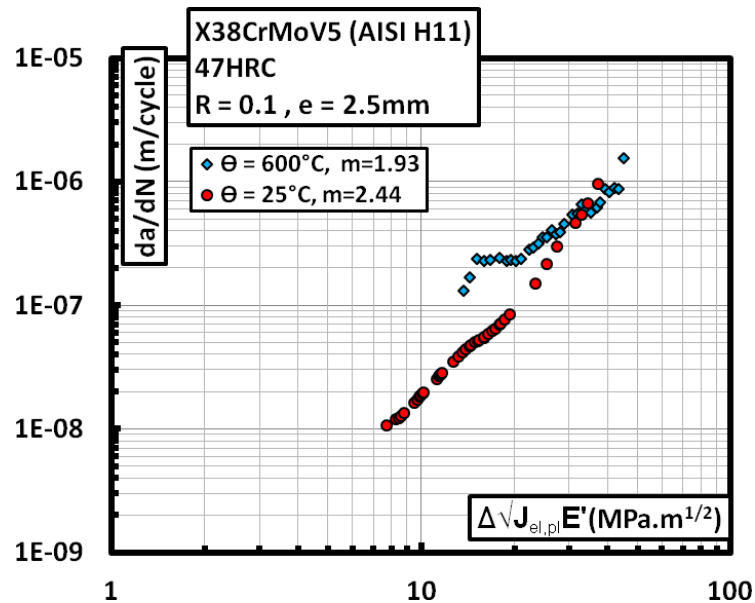


Figure 42 : Effet de la température sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à $R=0.1$ pour une éprouvette d'épaisseur 2.5mm [Shah 2010]

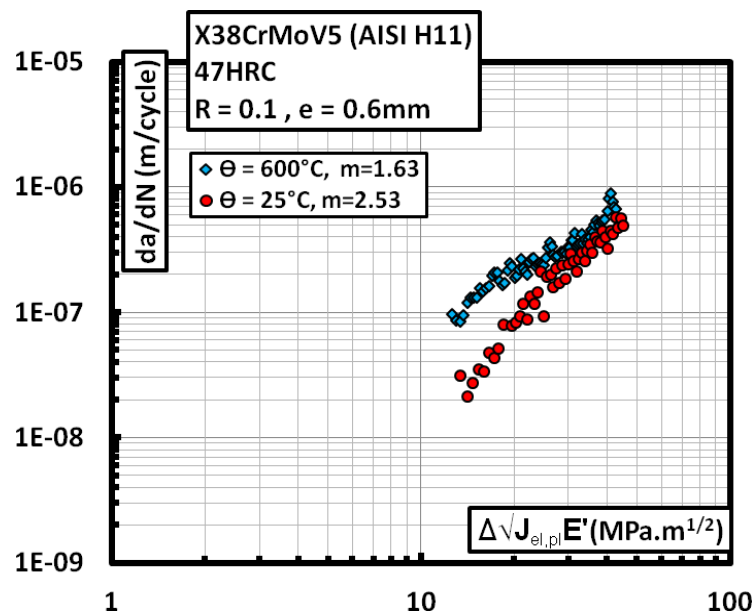


Figure 43 : Effet de la température sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à $R=0.1$ pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm [Shah 2010]

Afin de s'affranchir de tout effet de fermeture de fissure qui peut survenir pour de faibles rapports de charge à température ambiante, la comparaison des courbes de propagation à chaud et à température ambiante est également effectuée pour des essais conduits à rapports de charge élevés sur les Figure 44 et Figure 45 pour des épaisseurs d'éprouvettes de 2.5mm et 0.6mm respectivement. Les vitesses de propagation à 600°C semblent toujours plus élevées qu'à température ambiante.

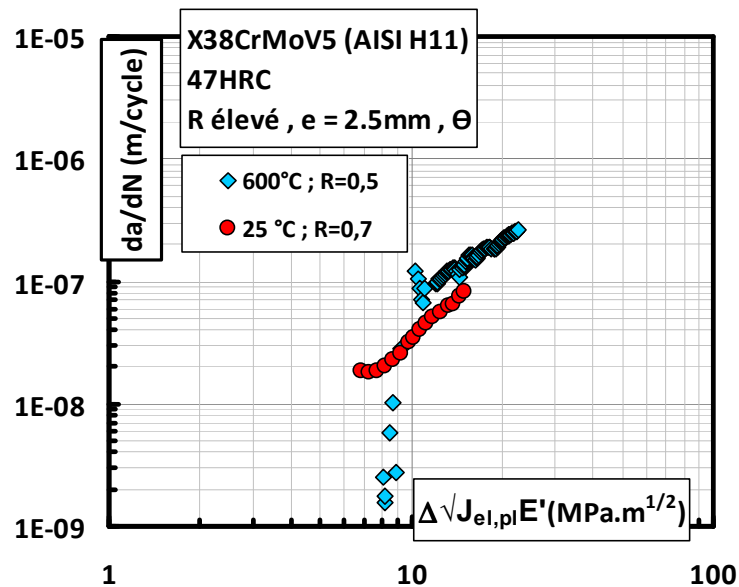


Figure 44 : Effet de la température sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à rapport de charge élevé pour une éprouvette d'épaisseur 2.5mm

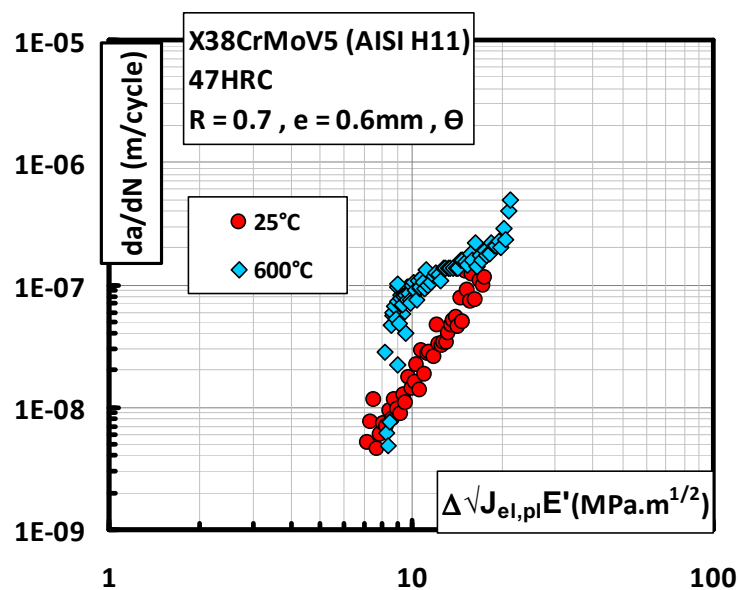


Figure 45 : Effet de la température sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à rapport de charge élevé pour une éprouvette d'épaisseur 0.6mm

6. Proposition d'une nouvelle force motrice de propagation

Dans le cadre de ces essais hors norme, il a été nécessaire d'effectuer une analyse numérique par éléments finis qui a permis de calculer les facteurs d'intensité de contrainte en mode I (FIC) ou K_I , ainsi que les valeurs d'intégrale J élasto-plastique pour exploiter les résultats des essais de fatigue. L'intérêt de l'utilisation du paramètre $J_{el,pl}$ a été montré à haute température. Néanmoins, il semble, au vu des résultats de propagation de fatigue à température ambiante pour différentes épaisseurs et des observations fractographiques correspondantes, que certains phénomènes de plasticité locale interviennent et influent sur la

résistance à la fissuration en fatigue, même à cette température. L'analyse numérique semble donc limitée dans ce cas puisque ne permettant pas de les considérer (cf. §4.3.2. Figure 17). L'idée est donc de se rapprocher des conditions réelles de propagation de fissure pour déterminer une force motrice de propagation, par l'intermédiaire d'un paramètre qui serait mesuré au cours de l'essai.

6.1. Relation entre intégrale J et ouverture en fond de fissure (CTOD)

L'intégrale J constitue un paramètre incontournable pour caractériser l'état de contrainte en pointe d'une fissure en mécanique de la rupture. Il s'agit donc de mesurer un ou plusieurs paramètres qui permettent de la calculer, sans passer comme auparavant par des simulations numériques. L'approche choisie est d'utiliser la relation entre l'ouverture en fond de fissure (Crack Tip Opening Displacement CTOD) et l'intégrale J, proposée initialement par Rice [Rice 1968b], revue et traitée extensivement entre autres par Hutchinson [Hutchinson 1968], McClintock [McClintock 1971], Tracey [Tracey 1976], McMeeking [McMeeking 1977] et Shih [Shih 1981]. C'est ce dernier modèle [Shih 1981] qui est essentiellement exploité ici. Dans ce modèle, la relation entre J et le CTOD s'exprime de la manière suivante :

$$J = \frac{\delta_t \sigma_0}{d_n} \quad (8)$$

Où δ est l'ouverture en fond de fissure, définie comme illustré sur la Figure 46

σ_0 est la contrainte d'écoulement

d_n est un paramètre matériau dépendant de σ_0/E et de n , le coefficient d'écroissage (loi puissance).

Ce dernier paramètre évolue peu avec σ_0/E mais est fortement dépendant du coefficient d'écroissage n . Les valeurs de d_n en fonction de n et de σ_0/E pour un état de contrainte plane, telles que proposées par Shih [Shih 1981] sont présentées Figure 47.

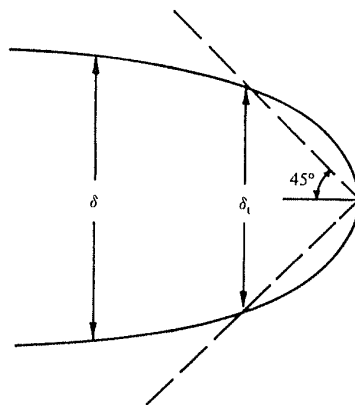


Figure 46 : Définition de l'ouverture en fond de fissure δ (CTOD) [Suresh 1998]

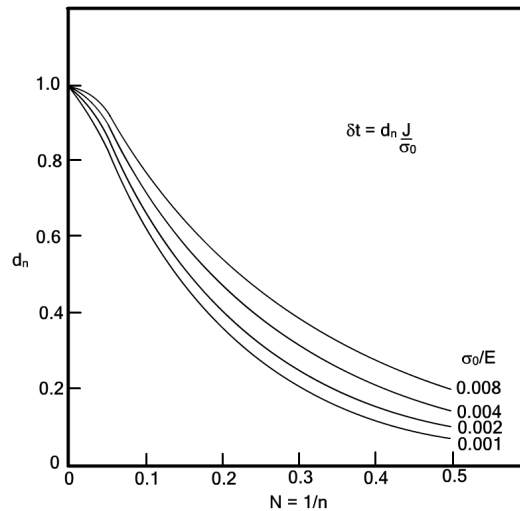


Figure 47 : Variation du paramètre d_n en fonction de n et de σ_0/E pour un état de contrainte plane [Shih 1981]

6.2. Force motrice de propagation

Dans le cas des essais de fatigue, c'est le paramètre $\Delta J = J_{\max} - J_{\min}$ qui sera utilisé comme force motrice de propagation. Avec l'expression de la relation (8) comme définition de J , ce paramètre s'exprime donc de la manière suivante :

$$\Delta J = \frac{\sigma_0}{d_n} (\delta_i^{\max} - \delta_i^{\min}) = \frac{\sigma_0}{d_n} \Delta \delta_i \quad (9)$$

Ainsi deux types d'exploitation des essais seront effectués. Les courbes de fissuration par fatigue seront tracées soit en utilisant directement ce paramètre ΔJ^{δ} et la loi de propagation pourra donc prendre la forme de la relation (10) comme initialement proposé par Dowling [Dowling 1976] [Dowling 1976b]. Soit, pour garder une cohérence en termes d'unités par rapport à l'utilisation habituelle du facteur d'intensité de contrainte ΔK , c'est le paramètre $\sqrt{\Delta J^{\delta_i} E}$ qui sera utilisé dans une loi de la forme exprimée par la relation (11), comme préconisé par Sadananda [Sadananda 1979] [Sadananda 1980] pour des propagations de fissure de fatigue à haute température.

$$\frac{da}{dN} = C_1 (\Delta J^{\delta_i})^{m_1} \quad (10)$$

$$\frac{da}{dN} = C_2 \left(\sqrt{\Delta J^{\delta_i} E} \right)^{m_2} \quad (11)$$

6.3. Détermination de l'amplitude d'ouverture en fond de fissure $\Delta \delta$

La méthode de corrélation d'images employée dans cette étude au cours de quelques essais permet de mesurer la variation d'ouverture de fissure au cours d'un cycle de charge (cf. § 3.4.) pour une longueur de fissure donnée en différents points situés tous les 200 μm de la pointe de fissure (en chaque extensomètre virtuel). A titre d'exemple, la Figure 48 montre la mesure de l'amplitude d'ouverture de fissure ($\Delta \delta$) effectuée à 600 μm de la pointe de fissure pour une longueur de fissure donnée (4.8mm) dans le cas d'une éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à température ambiante à fort rapport de charge. Pour le même essai, et pour la même longueur de fissure, l'évolution de $\Delta \delta$ peut être mesurée à différentes distances de la pointe de fissure grâce aux quatre autres extensomètres virtuels. L'extrapolation de la courbe

donnant $\Delta\delta$ en fonction de la distance à la pointe de fissure (appelée ici λ) permet alors de définir une estimation de l'amplitude de l'ouverture en pointe de fissure $\Delta\delta_i$ en considérant la valeur de $\Delta\delta$ pour λ nul [Broek 1982] [Liu 1983] [Lankford 1984]. L'estimation de $\Delta\delta_i$ ainsi effectuée est illustrée Figure 49 pour trois longueurs de fissures différentes.

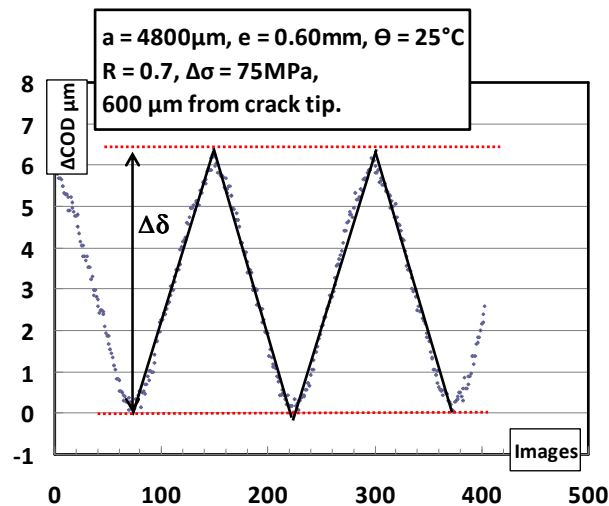


Figure 48 : Evolution de l'ouverture d'une fissure de 4.8mm au cours des cycles de chargement (éprouvette d'épaisseur 0.6mm, testée à 25°C à R=0.7) relevée à 600μm de la pointe de fissure.

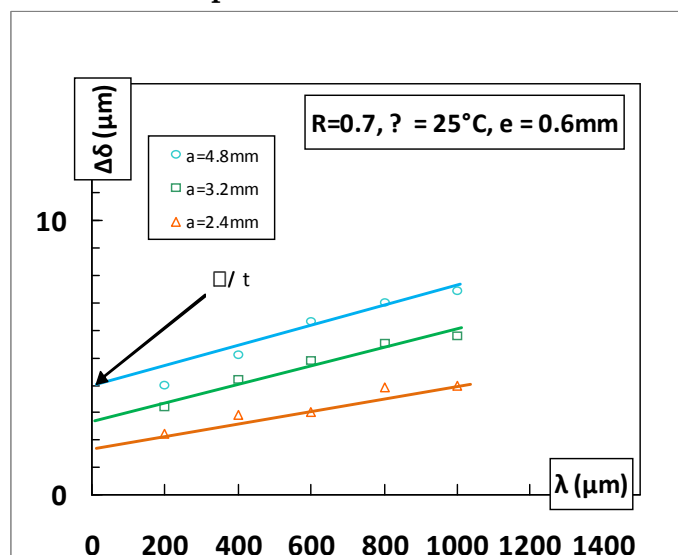


Figure 49 : Estimation de l'amplitude d'ouverture en pointe de fissure ($\Delta\delta_i$) au cours d'un cycle de charge pour différentes longueurs de fissure lors d'un essai d'une éprouvette d'épaisseur 0.6mm à 25°C et R=0.7

Enfin, il est alors possible d'avoir accès à l'amplitude d'ouverture en pointe de fissure $\Delta\delta_i$ tout au long de l'essai, quelle que soit la longueur de fissure, en interpolant les points de mesure, comme montré sur la Figure 50.

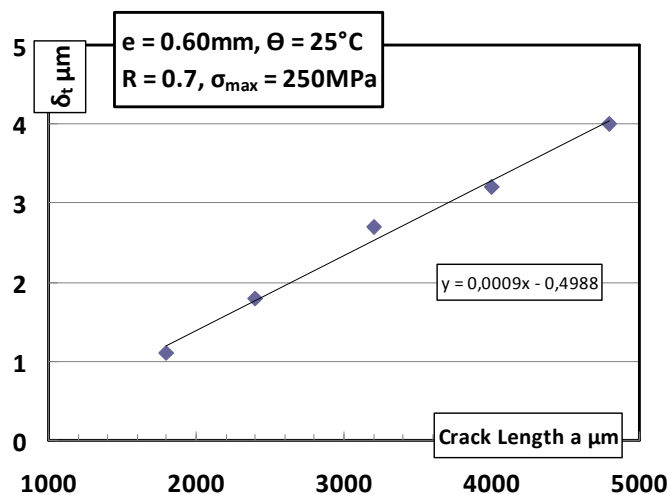


Figure 50 : Amplitude d'ouverture en pointe de fissure ($\Delta\delta_t$) en fonction de la longueur de fissure (éprouvette d'épaisseur 0.6mm testée à 25°C et R=0.7) [Shah 2010]

Cette méthode a donc été appliquée pour estimer $\Delta\delta_t$ dans le cas des essais sans fermeture de fissure, c'est-à-dire pour les essais sur éprouvettes d'épaisseur 0.6mm, testées à température ambiante à fort rapport de charge et à 600°C à R=0.1.

Pour l'essai avec fermeture de fissure, ie sur éprouvette d'épaisseur 0.6mm à température ambiante à R=0.1, la méthode a nécessité une adaptation et l'estimation de $\Delta\delta_t$ a été effectuée de la manière suivante. En effet, comme nous l'avons vu dans ces conditions d'essais Figure 24, la variation d'ouverture de fissure est altérée par le phénomène de fermeture de fissure à faible charge et présente notamment une perte de linéarité qui a déjà permis de définir une charge à l'ouverture (K_{op}) conduisant à une estimation de ΔK_{eff} . La grandeur recherchée maintenant est l'amplitude d'ouverture de fissure permettant d'estimer l'amplitude d'ouverture en pointe de fissure dans le but de calculer la variation d'intégrale J. La fissure étant manifestement fermée pour les plus faibles charges ($K < K_{op}$), la valeur de l'ouverture en pointe de fissure δ_{min} peut être considérée comme nulle pour la charge minimale. Or dû au phénomène de plasticité, l'érousement est important et donc la valeur de δ_{min} mesurée à une certaine distance de la pointe de fissure est plus importante que s'il n'y avait pas de fermeture (dû à la perte de linéarité) et la variation d'ouverture de fissure mesurée $\Delta\delta_{\text{eff}}$ est donc plus faible, comme le montre la Figure 24. L'extrapolation linéaire de ces valeurs en fonction de la distance de mesure à la pointe de fissure λ , telle que pratiquée pour les essais sans fermeture de fissure, donnera donc des valeurs de $\Delta\delta_t$ sous-estimées par rapport à la valeur réelle pour laquelle $\delta_{\text{min}} = 0$. L'idée est donc ici d'utiliser les valeurs de la variation d'ouverture de fissure extrapolées, ie sans tenir compte de la perte de linéarité pour s'affranchir du fait que la fissure fermée en pointe affecte l'ouverture de fissure mesurée à faible charge à une certaine distance de la pointe de fissure. Ainsi, c'est la grandeur $\Delta\delta_{\text{max}}$, définie sur la Figure 24 qui est utilisée pour estimer un $\Delta\delta_{\text{th}}$ comme montré sur la Figure 51 qui servira au calcul de ΔJ .

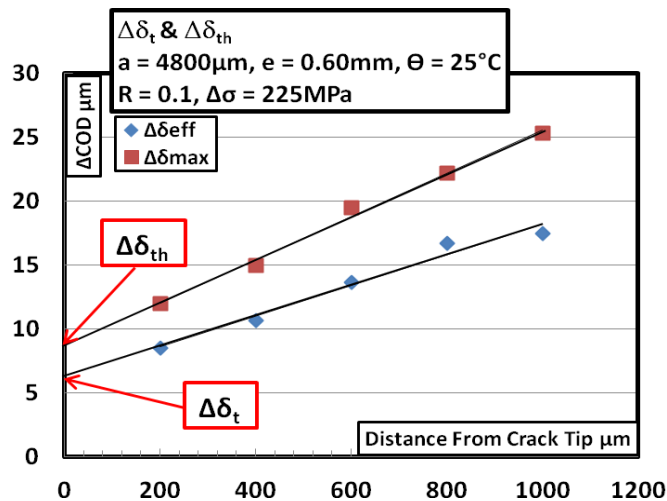


Figure 51 : Estimation de $\Delta\delta_t$ et $\Delta\delta_{th}$ à l'aide respectivement de $\Delta\delta_{\text{eff}}$ et $\Delta\delta_{\text{max}}$. Fissure de longueur 4.8mm. Epreuve d'épaisseur 0.6mm testée à 25°C et R=0.1 [Shah 2010]

Il est important de noter que la méthode adoptée cherche à se rapprocher d'une mesure d'amplitude d'ouverture en pointe de fissure pour laquelle l'ouverture en pointe de fissure est nulle à charge minimum, du fait du phénomène de fermeture de fissure. Le fait de ne pas tenir compte de la perte de linéarité pour la mesure de la variation d'ouverture de fissure ne traduit pas le fait que l'on ne considère pas ce phénomène de fermeture puisqu'il agit sans doute sur l'ouverture du reste de la fissure et donc sur les mesures d'ouverture faites dans le sillage de la fissure à quelques centaines de microns de la pointe ainsi que sur l'ouverture pendant le reste du cycle. C'est en tous cas ce paramètre $\Delta\delta_{th}$ qui sera utilisé par la suite pour calculer ΔJ pour cet essai avec fermeture de fissure.

6.4. Détermination de d_n pour l'alliage X38CrMoV5

Plusieurs hypothèses et simplifications ont été émises afin de déterminer d_n :

- Le modèle de l'équation (8) est appliqué sur des éprouvettes d'épaisseur 0.6mm pour lesquelles les mesures d'ouverture de fissure par corrélation d'images ont été réalisées. Dans ce cas, un état de contrainte plane a été considéré à température ambiante comme à 600°C.
- Pour déterminer d_n , les propriétés de traction monotone de l'alliage ont été utilisées, même si sous chargement cyclique, les propriétés peuvent être différentes.
- A 600°C, les propriétés du matériau sont considérées comme constantes. Cependant, cette température est très proche de la température de revenu de l'alliage, ce qui peut entraîner des modifications des propriétés mécaniques...

Avec toutes ces hypothèses, les courbes en traction monotone de l'alliage (Figure 52) donnant accès à E , $R_{p0.2}=\sigma_0$ et le coefficient d'érouissage n , associées aux courbes de la Figure 47, permettent de déterminer d_n à température ambiante et à 600°C. Toutes les valeurs sont récapitulées dans le Tableau 6.

Température	R_{p0} (MPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	E (MPa)	n	d_n
20°C	913	1200	208000	12	0.8
600°C	213	600	147000	5.3	0.5

Tableau 6 : Propriétés mécaniques et valeurs de d_n pour l'alliage X38CrMoV5 à 20°C et 600°C [Shah 2010]

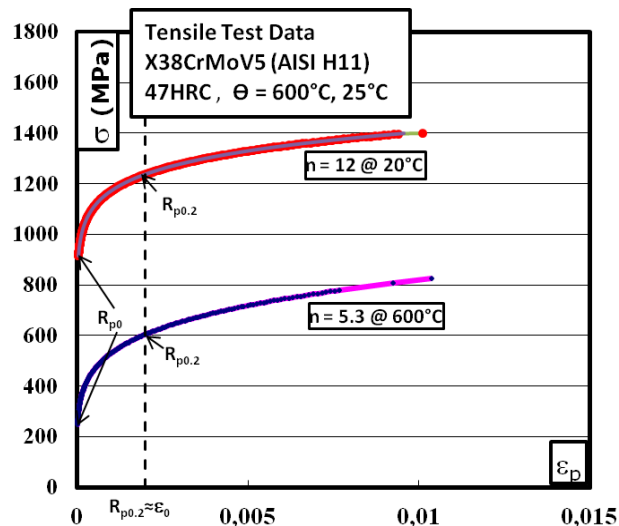


Figure 52 : Courbes de traction monotone de l'alliage X38CrMoV5-47 HRC à température ambiante et à 600°C [Shah 2010]

6.5. Analyse des essais à l'aide de $\Delta J^{\delta t}$

Influence du rapport de charge à température ambiante

Les Figure 53 et Figure 54 présentent l'influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation de fissure de fatigue pour des éprouvettes d'épaisseur 0.6mm testées à température ambiante en utilisant respectivement $\sqrt{\Delta J^{\delta t} E}$ et $\Delta J^{\delta t}$ en tant que forces motrices de propagation. Dans les deux cas, les courbes obtenues à $R=0.1$ et $R=0.7$ sont superposées indiquant que le paramètre $\Delta J^{\delta t}$ tel qu'il a été défini et déterminé dans cette étude tient compte des phénomènes de fermeture de fissure éventuels et permet d'obtenir une courbe unique de propagation de fissure à température ambiante quel que soit le rapport de charge.

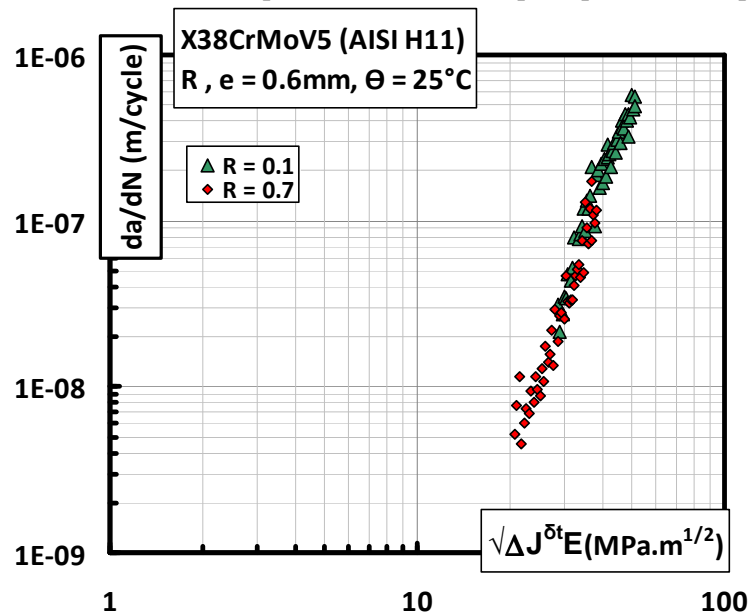


Figure 53 : Effet du rapport de charge R à température ambiante avec $\sqrt{\Delta J^{\delta t} E}$ comme force motrice de propagation : éprouvette d'épaisseur 0.6mm

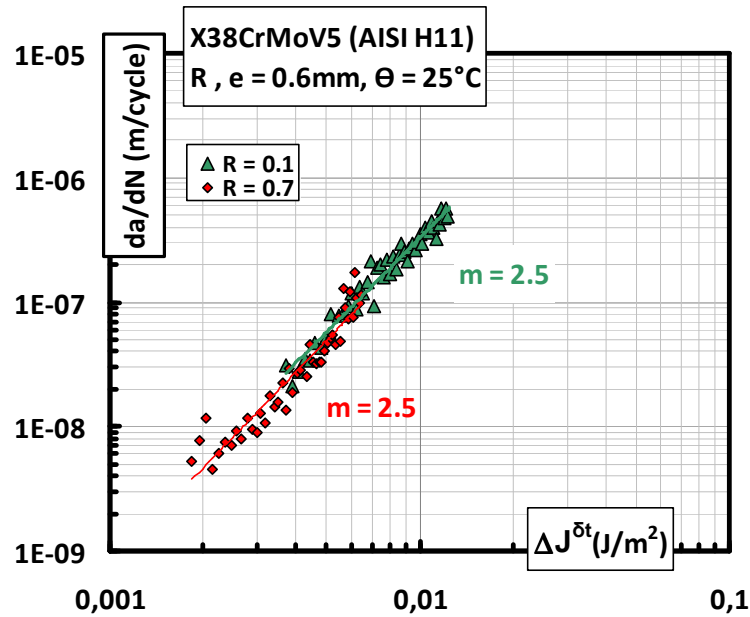


Figure 54 : Effet du rapport de charge R à température ambiante avec $\Delta J^{\delta t}$ comme force motrice de propagation : éprouvette d'épaisseur 0.6mm

Influence de la température

L'influence de la température sur les vitesses de fissuration pour des éprouvettes d'épaisseur 0.6mm testées à R=0.1 est présentée sur les Figure 55 et Figure 56 en utilisant respectivement $\sqrt{\Delta J^{\delta t} E}$ et $\Delta J^{\delta t}$ comme force motrice de propagation. Contrairement aux comparaisons précédentes, la position relative des courbes à 25°C et 600°C est modifiée selon la force motrice de propagation choisie, le module d'Young variant selon la température d'essai. Néanmoins, comme dans le cas d'une force motrice de propagation calculée (cf. Figure 44 et Figure 45) par éléments finis, les vitesses de propagation à 600°C semblent toujours plus élevées qu'à température ambiante.

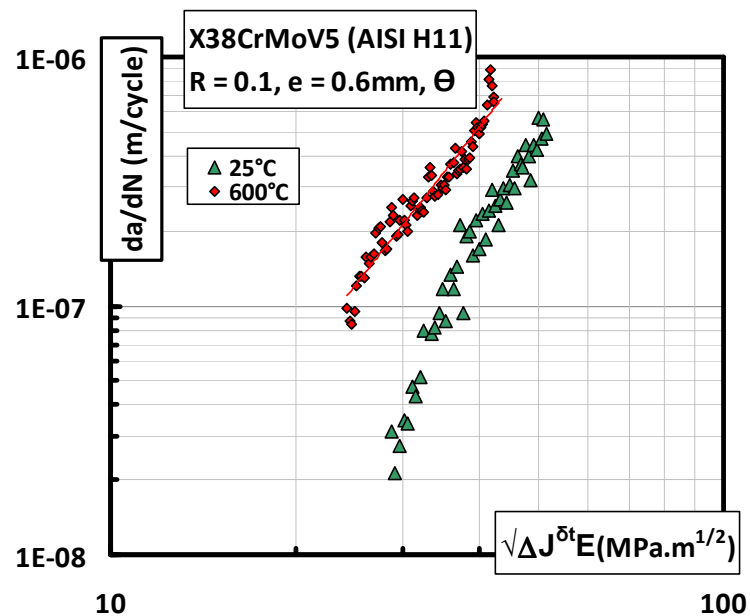


Figure 55 : Effet de la température avec $\sqrt{\Delta J^{\delta t} E}$ comme force motrice de propagation : éprouvette d'épaisseur 0.6mm

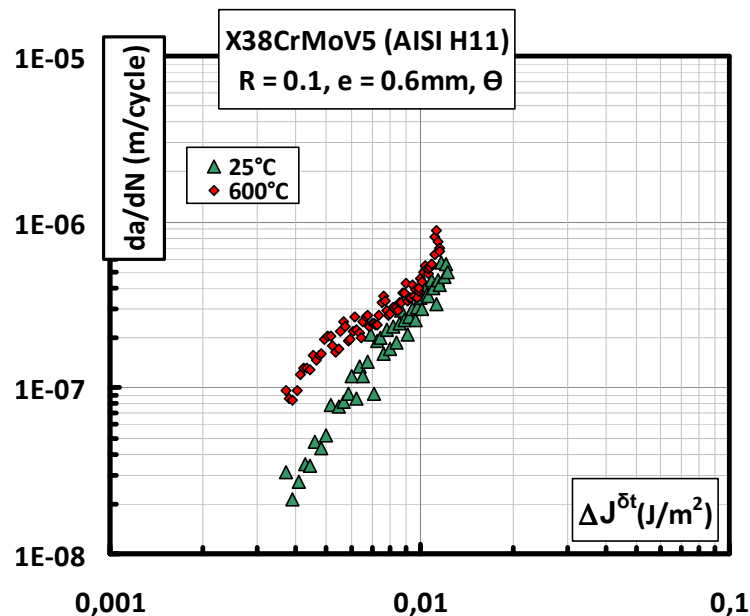


Figure 56 : Effet de la température avec $\Delta J^{\delta t}$ comme force motrice de propagation : éprouvette d'épaisseur 0.6mm

Les hypothèses de détermination de d_n telles que présentées dans le §6.4. montrent que de fortes approximations ont été réalisées pour déterminer $J^{\delta t}$ à 600°C, température élevée pour laquelle un fort adoucissement cyclique est repéré lors d'essais de fatigue oligo-cyclique [Shah 2010]. Pour s'affranchir de cette incertitude, les vitesses de propagation ont été tracées directement en fonction de $\Delta \delta_i$ sur la Figure 57. Dans ce cas, la différence de comportement à température ambiante et à haute température s'estompe, les courbes étant superposées. L'utilisation de l'ouverture en pointe de fissure comme force motrice de propagation a été proposée très tôt, comme par exemple par [Laird 1962] [Pelloux 1970] [Neumann 1973], associée à des mécanismes de propagation. Cette approche est d'ailleurs encore utilisée de nos jours comme base de certains modèles de fissuration par fatigue, comme par exemple dans [Hamam 2006] ou [Schweizer 2011]. L'idée est de considérer que la vitesse de propagation de fissure est liée directement à l'ouverture en pointe de fissure par une relation du type :

$$\frac{da}{dN} = \beta \Delta \delta_i \quad (12)$$

Chaque auteur développe ensuite son propre modèle selon l'application visée en utilisant différentes définitions de l'ouverture en pointe de fissure. Sans rentrer dans les détails d'une telle modélisation dans le cas de la présente étude, il est cependant intéressant de constater que les résultats des essais de fatigue en termes de vitesses de propagation de fissure et de mesures de $\Delta \delta_i$ permettent de retrouver une loi telle que celle de l'équation (12), la droite de la Figure 57 illustrant la linéarité entre vitesses de propagation et amplitude d'ouverture en pointe de fissure.

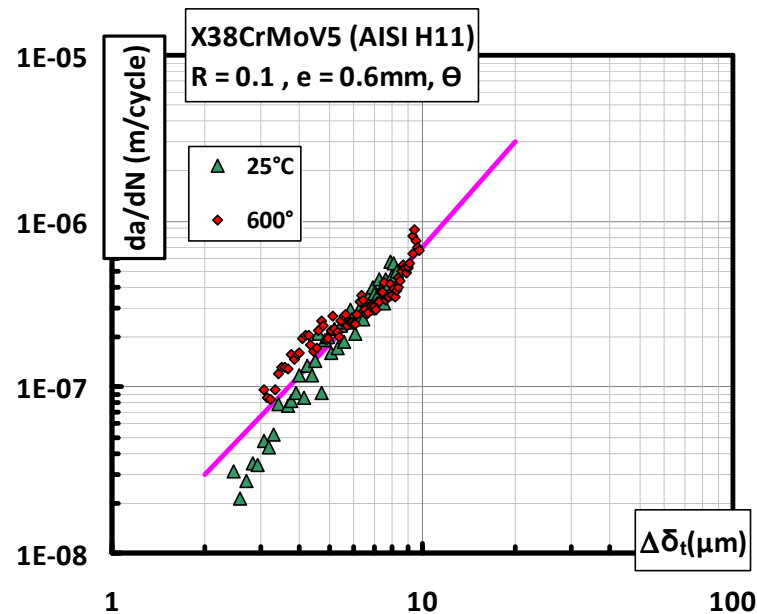


Figure 57 : Effet de la température avec $\Delta\delta_t$ comme force motrice de propagation : éprouvette d'épaisseur 0.6mm

6.6. Conclusion

Dans cette partie, une analyse des résultats d'essais de fatigue a été proposée en utilisant un paramètre basé sur une mesure in-situ de l'ouverture de fissure. Cette mesure a été utilisée pour déterminer une amplitude d'intégrale J pouvant être adoptée comme force motrice de propagation. Il est nécessaire de rappeler que l'emploi de l'intégrale J dans le domaine de la fatigue et a fortiori dans des conditions où la plasticité n'est peut-être plus confinée doit être considérée avec beaucoup de précautions. Si la définition et l'identification de l'intégrale J dans l'étude d'une fissuration monotone quasi-statique dans des conditions particulières de plasticité localisée ne prête plus trop à controverse, l'extension à des sollicitations cycliques et à des déformations plastiques étendues est en revanche la source d'une innombrable littérature. Concernant l'utilisation de J dans le cas de plasticité généralisée en pointe de fissure, les différents auteurs déterminent des domaines de validité dépendant de la géométrie de l'éprouvette et du comportement plastique du matériau (on peut citer par exemple les travaux de Shih et al. et de McMeeking, [Shih 1979], [Shih 1981], [Shih 1981b], [Shih 1985], [McMeeking 1979]). Il est donc difficile de dégager une règle générale. Dans le domaine des sollicitations cycliques, la définition d'une intégrale J cyclique est d'emblée problématique et ambiguë puisque les conditions de chargement et les décharges élastiques violent les hypothèses fondamentales d'application de l'intégrale J aux problèmes de rupture. Dowling et al. [Dowling 1976] [Dowling 1976b] ont cependant proposé une définition d'une intégrale J cyclique utilisée comme force motrice de propagation dans les problèmes de fissuration par fatigue. A leur suite, de nombreux auteurs ont ensuite employé ou révisé cette définition, différentes méthodes de déterminations étant également proposées, chaque auteur s'appuyant sur des résultats expérimentaux et/ou des développements mathématiques pour prouver l'intérêt et la validité de leur propre interprétation. Sans rentrer dans le détail de la littérature à ce sujet, les travaux de Sadananda et Shahinian [Sadananda 1979] [Sadananda 1980], ainsi que ceux de Chow et Lu [Chow 1991] illustrent bien ce processus. Malgré les contradictions et paradoxes de ces études sur

l'intégrale J cyclique, il n'en reste pas moins que de nombreux auteurs utilisent ce paramètre pour caractériser la fissuration par fatigue [Suresh 1998].

Dans cette étude, la relation entre J et l'ouverture en pointe de fissure résulte d'une définition proposée dans le cas d'un chargement monotone (équation 8). Néanmoins, la détermination de ΔJ repose sur la mesure de $\Delta\delta$ cyclique. C'est donc la combinaison d'une approche monotone et cyclique qui est ainsi proposée. Le paramètre ainsi défini, même s'il peut donc être sujet à controverse (comme toute définition d'un J cyclique), permet en tous cas de s'affranchir de l'effet du rapport de charge à température ambiante et semble donc prometteur pour prendre en compte différents phénomènes comme la fermeture de fissure. Pour les essais à haute température, il est difficile de trancher sur l'intérêt de ce paramètre. Sa validité dans le cas d'une plasticité sans doute généralisée reste en effet à établir. En outre, comme nous l'avons rappelé dans le paragraphe précédent (§ 6.5) la détermination des propriétés mécaniques reliant ΔJ à $\Delta\delta$ provient de chargement monotone ne traduisant pas l'adoucissement cyclique à haute température. L'utilisation directe de $\Delta\delta$ peut peut-être fournir une alternative, comme suggéré au §6.5. Cette piste reste à explorer.

Enfin, il serait intéressant d'analyser l'influence de l'épaisseur à l'aide de cette force motrice de propagation. Cela permettrait de trancher sur son intérêt par rapport à l'amplitude effective du facteur d'intensité contrainte et voir si ce paramètre est capable non seulement de prendre en compte la fermeture de fissure mais également les phénomènes menant à des courbes de propagation différentes en dessous d'une certaine épaisseur à température ambiante.

7. Conclusion

Les trois objectifs de la présente étude ont donc été atteints. Dans un premier temps, un banc et un protocole d'essais de fissuration en fatigue à température ambiante et à chaud pour des éprouvettes fines ont été développés dans le cadre de cette thèse. Cette mise au point s'est accompagnée d'une analyse éléments finis permettant de calculer les forces motrices de propagation (K et J) dans le cas de cette géométrie d'éprouvette particulière.

Dans un deuxième temps, des essais de fissuration par fatigue ont été menés à température ambiante et à 600°C afin, d'une part d'obtenir des données supplémentaires sur l'alliage X38CrMoV5 étudié et d'autre part de dégager l'influence du rapport de charge, de l'épaisseur de l'éprouvette et de la température sur la résistance à la fissuration du matériau. Il est ainsi apparu qu'il existe un effet du rapport de charge à température ambiante et que cet effet peut être attribué au phénomène de fermeture de fissure. A 600°C, aucun effet du rapport de charge n'a été observé et aucune fermeture de fissure non plus. L'influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur les courbes de propagation de fatigue est surtout présente à température ambiante, indépendamment du rapport de charge, et semble, d'après les observations fractographiques, être lié à des phénomènes de plasticité. L'augmentation de la température d'essai mène quant à elle à une diminution de la résistance à la fissuration par fatigue, tout au moins avec les forces motrices de propagation utilisées pour analyser les résultats.

Enfin, une méthode de mesure de l'ouverture de fissure basée sur la corrélation d'images a été développée. L'amplitude d'ouverture en pointe de fissure ($\Delta\delta$) a ensuite été utilisée pour déterminer une force motrice de propagation reliée à l'intégrale J et analyser les résultats d'essais de fatigue. Il s'avère que ce paramètre, tout comme l'amplitude effective du facteur d'intensité contrainte, permet de tenir compte du phénomène de fermeture de fissure. Son

intérêt pour étudier l'effet de l'épaisseur d'éprouvette et de la température reste encore à établir par la réalisation d'essais intégrant cette mesure d'ouverture de fissure.

Références

- [Barrau 2003] Barrau, O., Boher C., Gras R., Rezaï-Aria F., Analysis of the friction and wear behaviour of hot work tool steel for forging, *Wear*, 255(7-12), pp. 1444-1454, (2003).
- [Broek 1982] Broek D., Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4th edition, Kluwer Academic Publishers, (1982).
- [Bruckel 2003] Bruckel P., Oxydation de l'acier à outils X38CrMoV5 à 600-700°C et en présence de vapeur d'eau, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (2003).
- [Chiodo 2006] Chiodo M.S., Cravero S., Ruggieri, C., Stress Intensity Factors for SE (T) Specimens, Technical Report BT-PNV-68, Faculty of Engineering, University of Sao Paulo (2006).
- [Chow 1991] Chow C.L., Lu T.J., Cyclic J-integral in relation to fatigue crack initiation and propagation. *Engineering Fracture Mechanics*, 39(1), pp. 1-20, (1991).
- [Courtin 2005] Courtin, S., Gardin C., Bezine G., Ben Hadj Hamouda H., Advantages of the J-integral approach for calculating stress intensity factors when using the commercial finite element software ABAQUS, *Engineering Fracture Mechanics*, 72(14), pp. 2174-2185, (2005).
- [Cravero 2007], Cravero S., Ruggieri C., Estimation procedure of J-resistance curves for SE (T) fracture specimens using unloading compliance. *Engineering Fracture Mechanics*, 74(17), pp. 2735-2757, (2007).
- [Daffos 2004] Daffos C., Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration : étude et modélisation, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, (2004).
- [Delagnes 1998] Delagnes D., Comportement et tenue en fatigue isotherme d'aciers à outils Z38CrMoV5 autour de la transition oligocyclique-endurance, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (1998).
- [Dowling 1976] Dowling N.E., Geometry effects and J integral approach to elastic-plastic fatigue crack growth, *ASTM International* (1976).
- [Dowling 1976b] Dowling N.E., Begley J.A., Fatigue crack growth during gross plasticity and the J-integral, in *Mechanics of crack growth*, Special Technical Publication 590, Philadelphia: ASTM, pp. 82-103, (1976).
- [Elber 1970] Elber, W., Fatigue crack closure under cyclic tension, *Engineering Fracture Mechanics*, 2(1), pp. 37-45, (1970).

[Hamam 2006] Hamam R., Simulation de la propagation des fissures par fatigue dans les toiles des roues de train sous chargement à amplitude variable, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Cachan, (2006)

[Hutchinson 1968] Hutchinson, J.W., Plastic stress and strain fields at a crack tip, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 16(5), pp. 337-342, (1968).

[Jean 1999] Jean, S., Méthodology d'exploitation mécanique et microstructurale d'un essai de fatigue thermique: Application à l'étude du faïençage d'un acier d'outil de forge à chaud, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (1999).

[John 1998] John R., Rigling B., Effect of height to width ratio on K and CMOD solutions for a single edge cracked geometry with clamped ends, *Engineering Fracture Mechanics*, 60(2), pp. 147-156, (1998).

[Laird 1962] Laird C., Smith G.C., Crack propagation in high stress fatigue. *Philosophical Magazine*, 7, pp.847-857, (1962).

[Lankford 1984] Lankford J., Davidson D.L., Chan K.S., The influence of crack tip plasticity in the growth of small fatigue cracks, *Metallurgical Transaction A*, 15A, pp. 1579-1588, (1984)

[Liu 1983] Liu H.W., Hu W.L., Kuo A.S., Thickness effects on the choice of fracture criteria, in *Elastic Plastic Fracture : Second Symposium Vol. 2, Fracture Resistance Curves and Engineering Applications*, ASTM International STP 803, Shih/Gudas editors, pp. 632-656, (1983).

[Mauriès 2008] Mauriès S., Caractérisation et modélisation de la séquence de précipitation des carbures au cours du traitement thermique d'aciers martensitiques alliés, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (2008).

[McClintock 1971] McClintock F.A., *Fracture: An Advanced Treatise*. In: H. Liebowitz, Editor, *Engineering Fundamentals and Environmental Effects Vol. III*, Academic Press, New York, pp. 47-225, (1971).

[McMeeking 1977] McMeeking R.M., Finite deformation analysis of crack-tip opening in elastic-plastic materials and implications for fracture, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25(5), pp. 357-381, (1977).

[McMeeking 1979] McMeeking R.M., Parks D.M., *Elastic-Plastic Fracture*. ASTM STP, 668, pp. 175-194, (1979).

[Mebarki 2003] Mebarki N, Relation microstructure - propriétés mécaniques d'aciers martensitiques revenus destinés aux outillages de mise en forme d'alliages légers, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (2003).

[Medjedoub 2004] Medjedoub, F., Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (2004).

[Michaud 2006] Michaud P., Influence des éléments d'alliages sur la relation entre la précipitation et les propriétés mécaniques usuelles d'aciers à outils à 5% de chrome, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (2006).

[Neumann 1973] Neumann P. New experiments concerning the slip processes at propagating fatigue cracks. *Acta Metallurgica*, 22, pp.1155–1165, (1973).

[Oudin 2001] Oudin, A., Fatigue thermo-mécanique d'aciers pour outils de travail à chaud, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, (2001).

[Pelloux 1970] Pelloux R.M.N., Crack extension by alternating shear. *Engineering Fracture Mechanics*, 1, pp. 697–704, (1970).

[Rice 1968] Rice J.R., A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks, *Journal of applied mechanics*, 35(2), pp. 379-386, (1968).

[Rice 1968b] Rice, J.R., Rosengren G.F., Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 16(1), pp. 1-12, (1968).

[Sadananda 1979] Sadananda K., Shahinian P., A fracture mechanics approach to high temperature fatigue crack growth in Udimet 700, *Engineering Fracture Mechanics*, 11(1), pp. 73-86 (1979).

[Sadananda 1980] Sadananda K., Shahinian P., Elastic-plastic fracture mechanics for high temperature fatigue crack growth, in *Fracture Mechanics: Twelfth Conference, ASTM STP 700*, pp. 152-163 (1980).

[Salem 2009] Salem, M., Etude d'endommagement par fatigue thermique des moules de fonderie sous pression d'aluminium: effet de l'interaction avec l'aluminisation et l'oxydation, Thèse de Doctorat, Université Toulouse, (2009)

[Schijve 2003] Schijve, J., Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art, *Materials Science*, 39(3), pp. 307-333, (2003).

[Shah 2009] Shah M., Mabru C., Boher C., Le Roux S., Rezai-Aria F., Crack propagation in tool steel X38CrMoV5 (AISI H11) in SET specimens, *Advanced Engineering Materials*, 11 (9), pp.746-749, (2009)

[Shah 2010] Shah M., Investigation of crack propagation in X38CrMoV5 tool steel at room temperature and 600°C on small scale specimens, Thèse de Doctorat, Université Toulouse, (2010)

[Shih 1979] Shih, C.F., de Lorenzi H.G., Andrews W.R., Elastic-plastic fracture. ASTM STP, 668, pp. 65-120, (1979).

[Shih 1981] Shih C.F., Relationships between the J-integral and the crack opening displacement for stationary and extending cracks, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 29(4), pp. 305-326, (1981).

[Shih 1981b] Shih, C.F., German M.D., Requirements for a one parameter characterization of crack tip fields by the HRR singularity. *International Journal of Fracture*, 17(1), pp. 27-43, (1981).

[Shih 1985] Shih, C.F., J-dominance under plane strain fully plastic conditions: the edge crack panel subject to combined tension and bending. *International Journal of Fracture*, 29(2), pp. 73-84, (1985).

[Suresh 1998] Suresh, S., *Fatigue of Materials*, Cambridge University Press, (1998)

[Schweizer 2011] Schweizer C., Seifert T., Nieweg B., von Hartrott P., Riedel H., Mechanisms and modelling of fatigue crack growth under combined low and high cycle fatigue loading, *International Journal of Fatigue*, 33 (2), pp.194-202, (2011).

[Tracey 1976] Tracey D.M., Finite element solutions for crack-tip behavior in small-scale yielding, ASME, Transactions, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 98 (2), pp. 146-151 (1976).

[Velay 2003] Velay V., *Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques*, Thèse de Doctorat, Mines-ParisTech, (2003).

[Wüthrich 1982] Wüthrich C., The extension of the J-Integral concept to fatigue cracks, *International Journal of Fracture*, 20, pp.35-37, (1982).

PERSPECTIVES

Cette dernière partie synthétise les perspectives de recherches à court et long terme concernant les thématiques exposées dans les chapitres précédents. Ces projets, parfois déjà initiés, s'intègrent dans les activités de l'axe FAMEU du groupe SUMO de l'ICA, en collaboration étroite avec mes collègues Rémy CHIERAGATTI et Michel CHAUSSUMIER.

L'avantage d'un thème de recherche centré sur les interactions caractéristiques de surface / endommagement est d'offrir une infinité de perspectives de développement : varier le type de génération de surface, le matériau et le type d'endommagement suffirait à remplir la carrière (et sûrement plus) d'un chercheur espérant modéliser de manière globale ces interactions ! L'inconvénient est donc de choisir dans toutes ces possibilités... L'idée principale qui a orienté les choix présentés dans la suite est de construire petit à petit cette modélisation en étendant progressivement son domaine de validité tout en se concentrant sur un endommagement de fatigue (et encore, dans un premier temps, fatigue uni-axiale isotherme...). Ils s'inscrivent de plus dans des préoccupations industrielles très actuelles du domaine aéronautique.

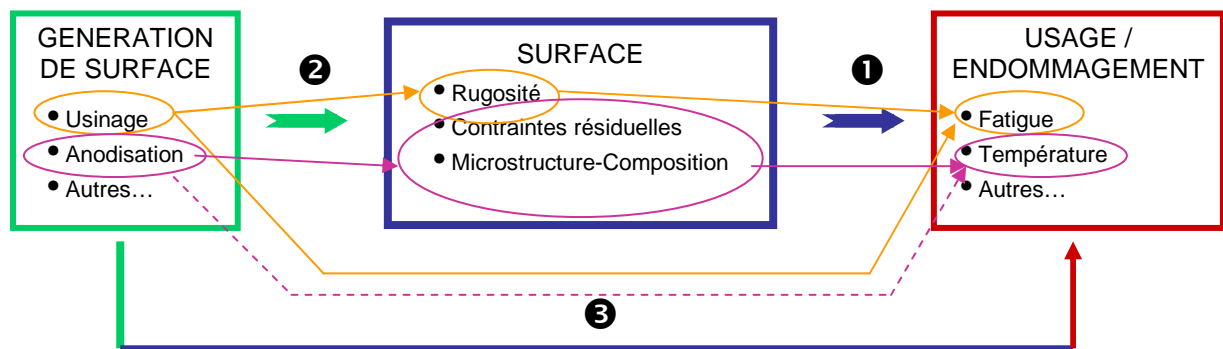


Figure 1 : Cadre global des perspectives de recherche

Le schéma de la Figure 1 présente le cadre global de ces perspectives de recherche ainsi que les liens déjà établis lors des études précédentes. Les projets permettant l'extension du domaine de validité de ces précédentes modélisations concernent différents niveaux. Le premier niveau, représenté par la flèche ①, s'attache directement aux relations entre caractéristiques de surface et endommagement. Les perspectives qui lui sont associées peuvent se développer directement au sein de l'axe FAMEU. Le deuxième et le troisième niveau, représentés par les flèches ② et ③, font intervenir la caractérisation, voire la modélisation de la génération de surface, et nécessitent une collaboration avec les équipes de recherche compétentes sur le sujet, comme cela a été le cas dans les deux études déjà réalisées. Les perspectives de développement de ces relations génération de surface / caractéristiques de surface d'une part et relations génération de surface / endommagement d'autre part requièrent donc des projets s'inscrivant dans un cadre plus étendu que l'axe FAMEU, au sein de l'ICA voire avec d'autres laboratoires en ce qui concerne l'anodisation.

1. Interactions entre surfaces générées par usinage et fatigue

La réussite de la modélisation de l'influence des paramètres d'usinage sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7010, tient essentiellement au fait qu'une seule

caractéristique de surface s’est avérée suffisante pour décrire et modéliser l’effet des paramètres d’usinage sur le comportement en fatigue dans le domaine exploré. Cette modélisation est valable dans le cas de cet alliage dont les interactions entre rugosité de surface et mécanismes de rupture en fatigue sur inclusion gouvernent le comportement en fatigue par l’intermédiaire de concentrations de contraintes locales. Il est évident que ce modèle peut donc présenter des limites pour d’autres alliages. Même si la rugosité reste la caractéristique dominante, la description de son influence par l’intermédiaire du K_t local, tel que nous l’avons défini, peut être insuffisante dans le cas d’un autre mécanisme de rupture. La prise en compte du gradient de contrainte ou du volume affecté par la concentration de contrainte locale, qui avait déjà été envisagée mais était apparue superflue dans le cas de l’alliage 7010, pourrait alors s’avérer nécessaire. De même, l’usinage affectant d’autres caractéristiques de surface telle que les contraintes résiduelles ou la microstructure, la rugosité pourrait ne plus constituer le paramètre principal influent sur le comportement en fatigue mais présenter un effet négligeable ou combiné avec celui d’un autre paramètre. Dans l’optique (idéale) de connaître parfaitement les liens entre paramètres d’usinage et tenue en fatigue afin de pouvoir considérer l’usinage comme un traitement de surface à part entière dont les paramètres sont choisis voire optimisés en tenant compte de la durée de vie souhaitée de la pièce en service, il est donc indispensable de changer de matériau dans le but d’étouffer cette première modélisation. Le choix s’est porté sur un alliage de titane « classique » (Ta6V), d’une part du fait de l’intérêt du secteur industriel aéronautique pour ce matériau et notamment les problématiques liées à l’usinage (partenariat Airbus), d’autre part pour son comportement en fatigue différent des alliages d’aluminium de la série 7000, susceptible d’être plus sensible aux contraintes résiduelles. Le schéma de la Figure 2 récapitule les perspectives d’extension de la modélisation entre les paramètres d’usinage et la tenue en fatigue.

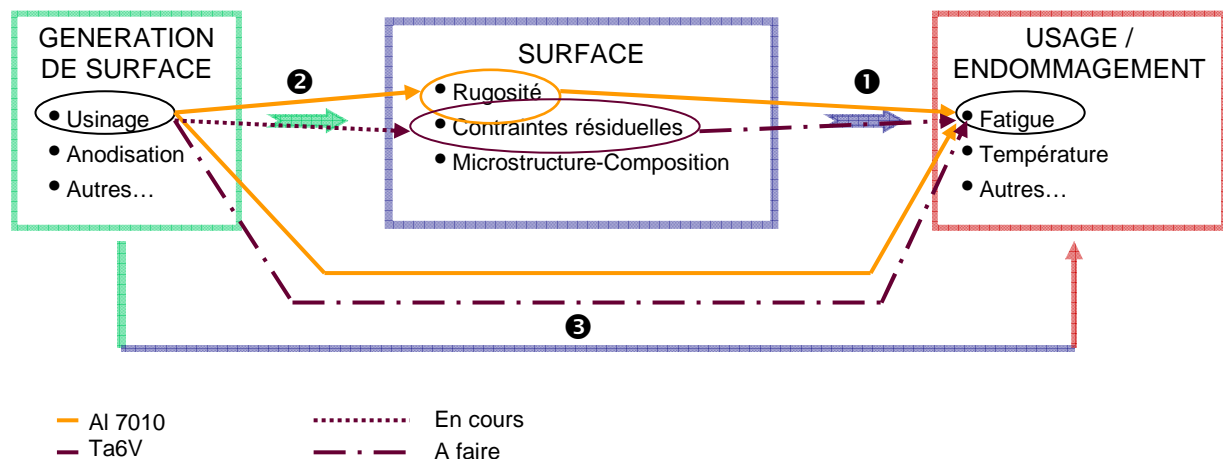


Figure 2 : Perspectives d’extension de la modélisation paramètres d’usinage / tenue en fatigue (hypothèse du rôle prépondérant des contraintes résiduelles)

Le projet s’est donc initié dans l’idée d’une démarche très semblable à la précédente étude, c’est-à-dire découplant d’une part l’identification et la modélisation de l’effet des caractéristiques de surface sur la tenue en fatigue (niveau ❶ Figure 2) et d’autre part la modélisation de l’effet des paramètres d’usinage sur les caractéristiques de surface (niveau ❷ Figure 2). Cette deuxième partie fait d’ores et déjà l’objet de travaux de thèse (Kamel

MOUSSAOUI) menés conjointement par les axes USIMEF et FAMEU au sein du groupe SUMO de l'ICA, co-dirigée par Pierre LAGARRIGUE et Michel MOUSSEIGNE et co-encadrée par Rémy CHIERAGATTI. La Figure 3 présente un exemple des premiers résultats concernant la caractérisation de l'effet de l'usinage sur une caractéristique de la surface, à savoir les contraintes résiduelles. La première partie et le lien final (niveau ④) restent pour l'instant à développer (même si des résultats préliminaires semblent confirmer que la modélisation valable dans le cas de l'alliage 7010 présente effectivement des limites dans le cas du Ta6V) et constituent des perspectives prioritaires !

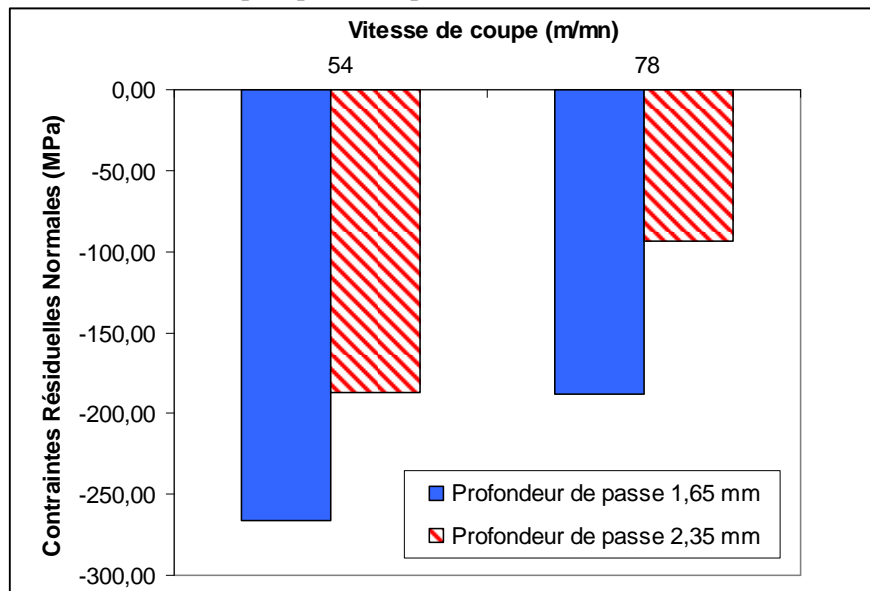


Figure 3 : Exemple de résultats concernant l'effet de la vitesse de coupe et de la profondeur de passe sur les contraintes résiduelles (Ta6V, usinage à sec, avance 0.133mm/tr, rayon de bec 2.5mm, contraintes mesurées par diffraction X)

2. Interactions entre surfaces générées par anodisation et fatigue

L'usinage n'est souvent pas la dernière étape affectant la surface des pièces avant leur mise en service. D'autres traitements de surface tel que l'anodisation sont souvent requis pour garantir une fonction supplémentaire (comme par exemple des propriétés thermo-optiques particulières, comme évoqué dans la deuxième partie de ce manuscrit) et/ou une résistance suffisante à différents types d'endommagement (corrosion, oxydation, usure...). Or l'obtention de ces performances se fait souvent au détriment de la tenue en fatigue. Ainsi, il apparaît intéressant de prolonger l'étude des interactions entre surface générée par anodisation et endommagement en se concentrant sur des endommagements de fatigue (Figure 4).

C'est en partie ce qui a été initié avec la thèse de Majid SHAHZAD, encadrée principalement par Michel CHAUSSUMIER et dont l'objet était d'étudier l'influence conjointe de la rugosité d'usinage et de l'anodisation sur la tenue en fatigue de deux alliages d'aluminium aéronautiques 2214 et 7050. Cette étude a été réalisée en collaboration avec Airbus et Messier-Bugatti qui cherchaient à mieux comprendre les forts abattements de durée de vie associés aux traitements d'anodisation. Chacun des partenaires a fourni un alliage et assuré le traitement de surface de sa matière, les procédés d'anodisation étant différents chez Airbus et Messier-Bugatti.

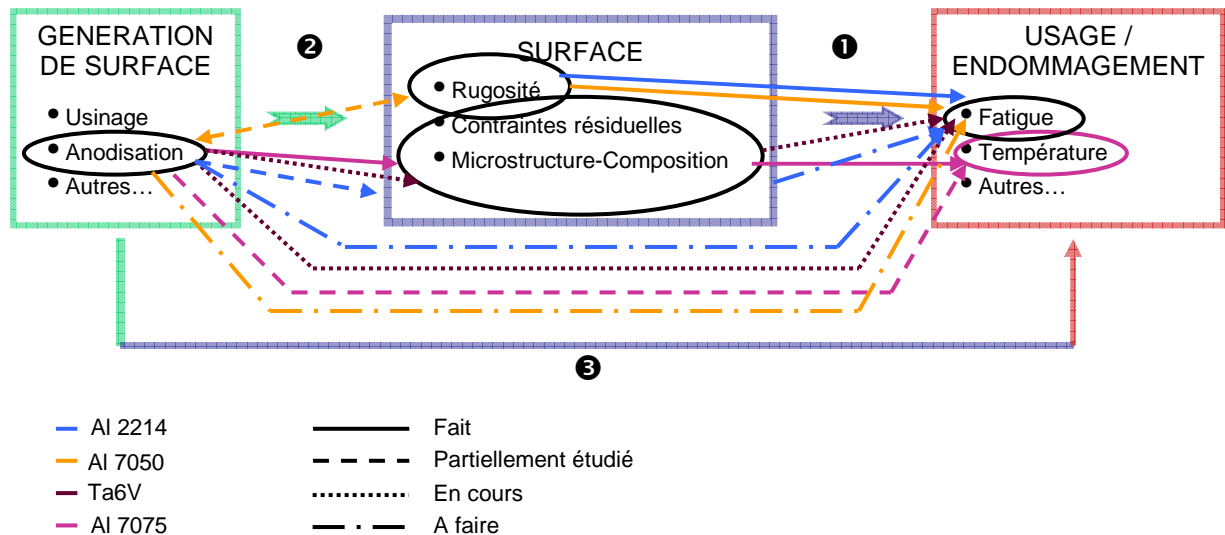


Figure 4 : Perspectives d'extension de la modélisation des interactions entre anodisation et tenue en fatigue au regard des études déjà réalisées

Cette étude a montré dans un premier temps que les mécanismes d'abatement pouvaient être très différents et apparaître à des stades du processus de fabrication également différents (décapage pour l'un, anodisation pour l'autre). Elle a permis en outre de montrer la validité du modèle développé pour l'alliage 7010 dans des cas proches où le mécanisme de rupture est semblable. En revanche elle a également mis en relief les limites d'une telle modélisation lorsque la surface était fortement altérée par les étapes du procédé d'anodisation (dès le décapage pour le 7050, après anodisation-colmatage pour le 2214), le mécanisme de ruine par fatigue étant alors différent (amorçages multiples sur des micro-fissures du film anodique pour le 2214, sur des cavités dues au décapage pour le 7050). Quatre causes ont été identifiées pour expliquer les limites de la modélisation initiale :

- i) la mauvaise caractérisation de la géométrie des cavités dues au décapage,
- ii) la non-prise en compte de la présence de multiples sites d'amorçage,
- iii) la non-prise en compte d'un régime de propagation de fissures courtes émanant des défauts,
- iv) la non-prise en compte de la coalescence possible de fissures voisines au cours de leur propagation.

Le modèle initial, reposant toujours sur le rôle prépondérant de concentrations de contraintes locales engendrées par les accidents géométriques de la surface, a donc été amélioré en intégrant ces quatre aspects. L'application de ce nouveau modèle a donné des résultats satisfaisants (cf. Figure 5) pour les différentes étapes d'anodisation dans le cas de l'alliage 7050 tout en restant simple d'utilisation puisque, comme pour le modèle initial, les données d'entrée restent une mesure topographique de surface, une courbe de fatigue de référence et une courbe de propagation. L'application au cas de l'alliage 2214 anodisé-colmaté n'a par contre pas permis de prévoir correctement la durée de vie des éprouvettes traitées : ce modèle n'est donc toujours pas adapté lorsque l'origine de la rupture par fatigue est la micro-fissuration d'une couche en surface à comportement fragile sans altération de la géométrie de l'interface. Par cette étude, une étape pour étoffer la modélisation des interactions topographie de surface / fatigue a ainsi été franchie tout en ouvrant à une nouvelle perspective d'amélioration...

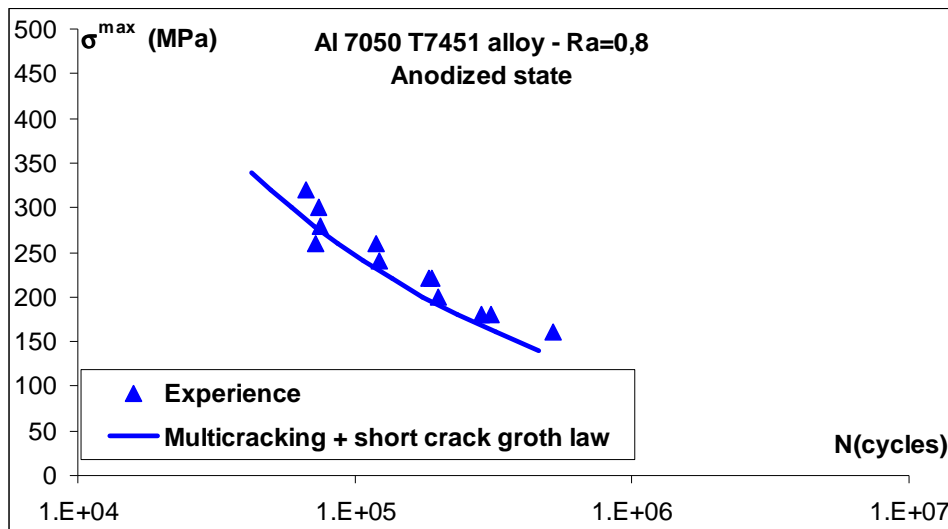


Figure 5 : Comparaison des durées de vie expérimentales et prédites par le modèle amélioré pour l'alliage 7050 après anodisation

Cette perspective d'extension du modèle pour prendre en compte le réseau de microfissures du film anodique dans la prédiction du comportement en fatigue (niveau ① Figure 4) doit reposer sur différentes approches. D'une part, il serait nécessaire de se pencher sur la théorie à l'origine du modèle initial, qui a délibérément écarté l'approche consistant à considérer la rugosité comme des microfissures (cf. Partie I §5.). Ici, il ne s'agit plus uniquement de rugosité mais bien de microfissures. Pour l'alliage 2214, la rugosité initiale n'est d'ailleurs pas altérée par l'étape de décapage, contrairement au cas de l'alliage 7050. Il faut donc travailler activement à la modélisation de ces microfissures d'un point de vue mécanique de la rupture. D'autre part, et en complément, il serait également nécessaire de caractériser plus précisément le film anodique et ses microfissures. La détermination des propriétés mécaniques de ce film (en s'inspirant par exemple de l'étude déjà réalisée (cf. Partie II) même si l'épaisseur du film est ici beaucoup moins importante), sa caractérisation morphologique et chimique (cf. Partie II), son interaction avec la microstructure du substrat, devraient permettre de mieux décrire la formation du réseau de microfissures et son évolution avec l'endommagement de fatigue. La levée de ces verrous scientifiques passe par l'usage intensif et le développement de moyens expérimentaux (nano-indentation, suivi du réseau de fissures (video, essais interrompus ou utilisant des moyens artificiels pour marquer le front des fissures par exemple), caractérisation du régime de propagation des fissures courtes, ...) et permettra d'avancer dans la modélisation. L'utilisation de modèles numériques, par exemple éléments finis, constituerait sans aucun doute une aide à la compréhension des mécanismes entrant en jeu voire à la modélisation finale.

Dans le cas de la thèse de M. SHAHZAD, la génération de surface par anodisation n'a pas été maîtrisée (puisque'elle a été réalisée en dehors de l'équipe de recherche). Or la thèse de Yann GOUEFFON (cf. Partie II) a montré l'intérêt d'en contrôler les différentes étapes afin, si ce n'est de modéliser complètement la génération de surface du point de vue des caractéristiques influentes, de donner au moins des outils de contrôle et de prédiction de la production vis-à-vis de l'utilisation des pièces en service. La thèse de Majid SHAHZAD ayant montré que deux procédés différents menaient à des mécanismes d'abatement de

tenue en fatigue différents, il serait intéressant d'étudier plus profondément les phénomènes entrant en jeu dans les diverses étapes du procédé afin de les optimiser non plus par rapport uniquement à leur fonction première, à savoir améliorer la résistance à la corrosion, mais en tenant compte des sollicitations en service des pièces et en particulier de la fatigue (niveau ② et ③ Figure 4). Cette perspective de recherche, qui en reste une pour le cas des alliages d'aluminium, commence à se concrétiser dans le cas d'un alliage de titane avec la thèse en cours d'Eric VERMESSE. La maîtrise du procédé d'anodisation requiert de s'associer avec des chercheurs compétents dans le domaine. Cette thèse est donc co-encadrée avec Laurent ARURALT du CIRIMAT, avec qui j'avais déjà collaboré ainsi de façon transverse pour la thèse de Yann GOUEFFON. Le choix de l'alliage de titane (Ta6V) est bien évidemment à mettre en rapport non seulement avec l'intérêt industriel déjà évoqué mais également avec les perspectives concernant l'usinage.

Les premiers résultats de cette thèse tendent à montrer que la caractéristique de surface principalement modifiée par le procédé d'anodisation à chaque étape est la contrainte résiduelle, comme présenté sur la Figure 6. La rugosité ou profil géométrique de la surface ainsi que la microstructure et la composition après le décapage ne sont pas altérées. Les contraintes résiduelles de compression initialement présentes tendent à diminuer à chaque étape sans cependant être affectées par la tension d'anodisation. Dans le cas du décapage, cela pourrait être dû à la dissolution de la matière en surface (qui peut concerner plusieurs microns). En ce qui concerne l'étape d'anodisation, la création d'oxyde présentant un volume molaire plus important que le métal initial pourrait être à l'origine de cette modification de contrainte interne en surface. Ces résultats et hypothèses sont encore à confirmer.

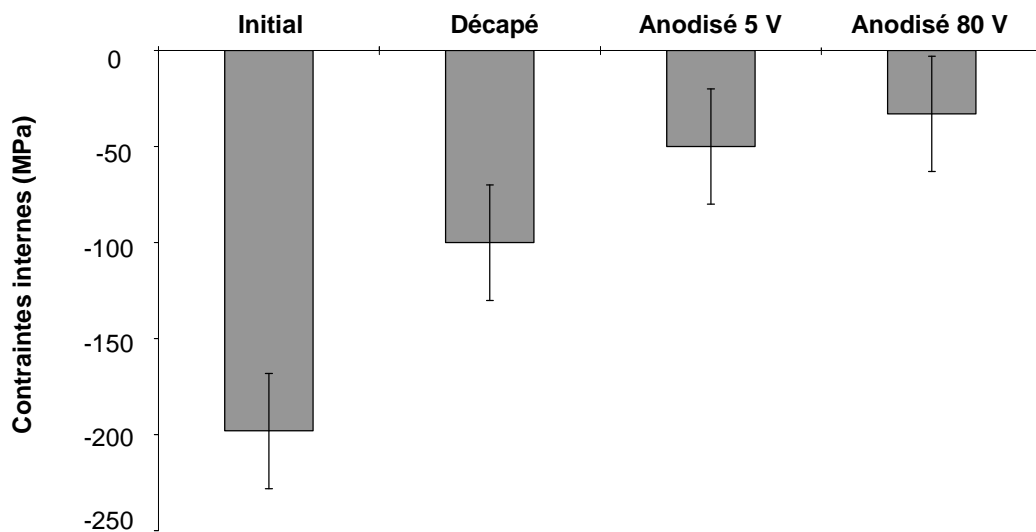


Figure 6 : Contraintes résiduelles mesurées par diffraction X sur Ta6V pour l'état initial, après décapage et pour deux anodisations barrières à différentes tensions

Néanmoins, il peut être intéressant de comparer ces premiers résultats sur la caractérisation des effets du processus d'anodisation sur les caractéristiques de surface à ceux obtenus concernant les durées de vie en fatigue, présentés Figure 7. Les résultats préliminaires semblent en effet montrer que le décapage a une influence néfaste sur la tenue en fatigue, ce qui paraît cohérent avec la diminution des contraintes résiduelles de compression. Des essais supplémentaires et des analyses sont encore à réaliser pour

confirmer ces tendances et le lien existant entre ces deux aspects avant de proposer une modélisation des phénomènes entrant en jeu.

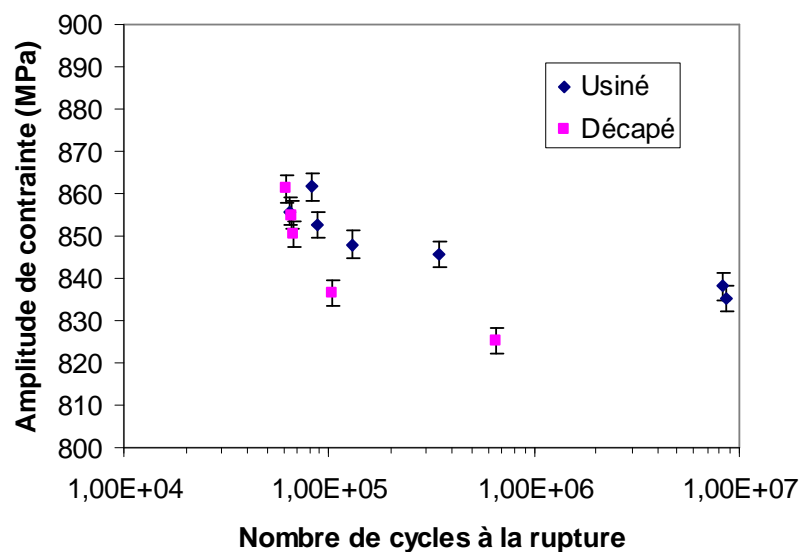


Figure 7 : Résultats préliminaires sur la durée de vie en fatigue du Ta6V (éprouvettes cylindriques, rapport de charge 0,1) pour les états brut d'usinage et décapé

Si les contraintes résiduelles s'avèrent être prépondérantes sur le comportement en fatigue de l'alliage Ta6V, il faudra alors associer l'approche par la concentration de contrainte local à un critère de fatigue multiaxial basé sur une approche locale. Ceci permettra de faire un pas de plus vers la mise au point d'un outil prédictif de la tenue en fatigue global, capable de prendre en compte les effets relatifs des trois « caractéristiques » de surface : la géométrie, la microstructure et l'état mécanique ; la plupart des matériaux ayant sans doute une tenue en fatigue dépendant de ces trois caractéristiques.

3. Interactions entre autres traitements de surface et fatigue

Dans la même optique, mais à plus long terme, l'idée serait de généraliser la démarche cherchant à relier les paramètres de génération de surface à la tenue en fatigue à d'autres traitements de surface. Dans la plupart des cas, les traitements de surface sont élaborés et optimisés indépendamment de leur effet sur la tenue en fatigue. Une fois le traitement optimal mis au point sur des critères propres à leur fonction première, son effet est évalué en fatigue pure. Ce découpage des tâches, en plus de reposer sur un découplage de la fatigue et de l'autre endommagement que l'on cherche à limiter (ce qui est peut-être pertinent), n'autorise pas l'optimisation sur l'abattement en fatigue du traitement. Ainsi, il est possible d'obtenir par exemple une sur-qualité de la protection à la corrosion au détriment d'un fort abattement en fatigue aggravé par un doute sur la tenue en fatigue-corrosion. La perspective ici (proposée d'ailleurs dans le cadre de l'IRT) n'est donc pas de s'ajouter à la somme parfois importante d'études sur l'influence de tel revêtement sur la résistance à la fatigue, mais d'apporter une plus-value par l'intégration du critère résistance en fatigue dès l'élaboration de la surface dans l'optimisation du procédé utilisé. Pour ce faire, une forte interaction avec les chercheurs élaborant les traitements de surface est bien sûr nécessaire. Il s'agit donc, pour

réaliser cette perspective, de concrétiser les discussions jusqu'ici informelles avec les collègues du CIRIMAT et de s'associer à des projets en cours (tel l'IRT) ou d'en créer dans un contexte industriel afin d'obtenir à la fois un cadre d'application et les moyens de mener à bien ces travaux...

4. Isoler la surface : comportement en fissuration par fatigue d'éprouvettes fines

Etre capable de caractériser le comportement de la surface, cette interface entre matériau volumique constituant la pièce mécanique et environnement parfois agressif reste un objectif majeur de mes recherches. La thèse de Masood SHAH a permis de montrer la faisabilité d'une telle étude de la « surface » en utilisant des éprouvettes fines pour étudier le comportement en fissuration par fatigue. Une analyse des essais en employant une force motrice de propagation basée sur des mesures in situ donnant accès à l'ouverture en pointe de fissure a également été proposée. Les perspectives concernant le développement de cette approche peuvent se décliner à différents niveaux.

Dans un premier temps, il s'agit de confirmer ces premiers résultats et de poursuivre dans cette direction afin de renforcer la robustesse de la technique expérimentale développée et du modèle d'analyse proposé ainsi que de souligner l'intérêt d'une telle analyse dans ce cadre. C'est un des objectifs de la thèse de Manel BACCAR, que je co-encadre avec Vincent VELAY, sous la direction de Farhad REZAI-ARIA. Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un projet industriel international (projet Taylor Tool) dédié au développement d'une nouvelle génération de matériaux d'outil à gradient de propriétés fonctionnelles pour le constructeur automobile Volkswagen VW. L'objectif global du projet Taylor Tool est d'optimiser les procédés de mise en forme (forgeage à chaud, emboutissage à chaud et fonderie sous pression) en augmentant la durée de vie des outillages et en améliorant les propriétés des produits finis pour chaque procédé. Pour cela, il est nécessaire d'optimiser les propriétés thermiques et mécaniques des matériaux d'outillages en fonction des sollicitations thermiques et mécaniques appliquées. L'objectif de la thèse en elle-même est d'étudier l'endommagement des aciers à outils de travail à chaud développés par la société Rovalma pour les différents procédés de mise en forme cités précédemment. Un des moyens utilisés pour arriver à ces fins, en plus d'essais de caractérisation de comportement cyclique à chaud classiques, est d'effectuer des essais de propagation de fissures à différentes températures (20, 300 et 600 °C) sur des éprouvettes SENT fines en utilisant le protocole établi dans l'étude de M. SHAH. Des résultats préliminaires relatifs à l'effet de l'épaisseur d'éprouvette sont montrés Figure 8 à titre d'exemple. L'idée est d'en profiter également pour renforcer la technique expérimentale de mesure d'ouverture de fissure par corrélation d'images (utilisant seulement des extensomètres virtuels) en y associant l'exploitation du champ de déformation. Le développement en parallèle d'une modélisation numérique par éléments finis tenant compte de la loi de comportement cyclique et donc capable de rendre compte des phénomènes d'adoucissement cyclique (phénomènes non pris en compte jusqu'à présent) devrait permettre d'améliorer l'analyse proposée et de procurer in fine une modélisation du comportement en fissuration de fatigue de la « surface » des matériaux étudiés. Cette modélisation pourrait être associée au modèle de comportement volumique du matériau pour permettre une modélisation complète de la pièce...

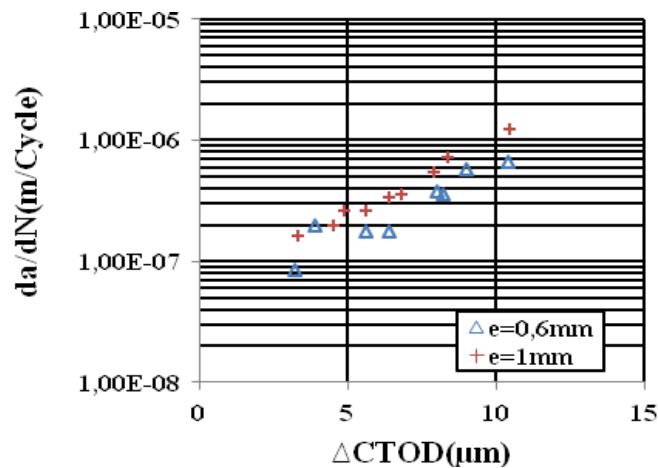


Figure 8 : Influence de l'épaisseur d'éprouvette sur les vitesses de propagation en fonction de l'amplitude d'ouverture en pointe de fissure pour l'alliage X38CrMoV5 à 600°C

Un deuxième niveau de perspectives serait de poursuivre ce type d'analyse pour des « surfaces » ayant subies des endommagements. Comme évoqué dans la présentation de la problématique de l'étude de la Partie III, de nombreux types d'endommagement autres que la fissuration apparaissent, notamment dans les outils de forgeage à chaud ou de fonderie sous pression. La déformation ou la modification de la microstructure peut par exemple survenir suite à des endommagements d'usure à chaud, de fluage, de corrosion... lors du fonctionnement. L'idée serait donc de réaliser des études similaires aux précédentes en prenant des éprouvettes fines, non plus directement extraites du volume (et donc sans endommagement particulier) mais présentant ces modifications de microstructures par exemple. Il s'agirait donc ici de caractériser le comportement des « surfaces » endommagées en exploitant (et en le complétant éventuellement) le développement expérimental, théorique et numérique précédent.

5. Et la fatigue thermo-mécanique...

Les perspectives évoquées ici sont à développer à plus long terme et résultent de la convergence d'une envie, de mon historique de recherche sur ce thème, de la présence d'un banc de fatigue thermomécanique spécifique au laboratoire, des perspectives précédentes et enfin du cadre général des recherches au sein du groupe SUMO de l'ICA.

La fatigue thermomécanique est en effet une préoccupation importante du groupe SUMO qui se retrouve dans les différents axes de recherche (cf. Annexe 1). Les perspectives précédentes concernent en outre l'extension de modèles d'interactions caractéristiques de surface - endommagement (niveau ❶) ou reliant globalement génération de surface (usinage §1., anodisation §2., autres traitements §3.) - endommagement (niveau ❷) dans le cas d'un endommagement de fatigue à température ambiante. La perspective relative à la caractérisation du comportement de la « surface » isolée (§ 4.), concerne quant à elle un endommagement de fatigue parfois à température élevée mais toujours isotherme. Etendre les démarches proposées dans les perspectives précédentes à un endommagement de fatigue thermomécanique peut donc présenter un intérêt certain pour certaines applications.

Ce développement est de plus rendu relativement accessible grâce à la présence dans le laboratoire d'un banc de fatigue thermomécanique original et innovant développé par Rémy

CHIERAGATTI. Ce banc de fatigue est présenté sur la Figure 9. Ce banc est un dispositif dans lequel des éprouvettes tubulaires en rotation sont d'un côté chauffées par induction, de l'autre refroidies par air comprimé, en leur milieu. Un gradient thermique longitudinal (chauffage et refroidissement concentrés au milieu de l'éprouvette) et tangentiel (températures évoluant sur chaque circonférence de l'éprouvette) est donc ainsi créé, générant un état de contraintes thermiques bi-axiales. Il est de plus possible d'imposer une flèche à une extrémité de l'éprouvette et d'ajouter ainsi un chargement purement mécanique. Le déphasage entre chargement thermique et mécanique peut être réglé de manière à imposer un déphasage spécifique au cycle thermomécanique réalisé (en phase, en opposition de phase ou tout autre déphasage). La modification de la géométrie des éprouvettes peut aussi apporter une variation du chargement en modifiant les gradients thermiques (éprouvettes coniques par exemple). Il présente l'avantage, par rapport à d'autres bancs existants d'une fréquence de cyclage un peu plus élevée et d'une plus grande souplesse dans l'application des chargements. L'exploitation de ce banc nécessite en revanche le calcul du champ de déformation et de contrainte en introduisant un modèle de comportement du matériau. Ce calcul est réalisé à l'aide d'un modèle numérique éléments finis (cf. Figure 10). Un premier calcul thermique permet d'obtenir le champ de température. La modélisation effectuée tient compte des différents échanges thermiques : puissance volumique due au chauffage par induction, rayonnement, convection forcée et libre. La carte de température ainsi obtenue est validée en confrontant les résultats sur plusieurs cycles aux valeurs données par les différents thermocouples. Un calcul thermo - mécanique (couplage faible où seule la température influe sur les caractéristiques mécaniques et non l'inverse) permet ensuite de connaître le champ de contraintes et de déformation. Cette dernière simulation nécessite d'introduire une loi de comportement du (des) matériau(x). Jusqu'à présent, des lois de comportement thermo-élastiques isotrope et anisotropes (alliage monocristallin) ont été utilisées. Un développement pour tenir compte de la plasticité a également été initié. En revanche, ces lois sont toujours issues de données provenant d'essais monotones, l'évolution cyclique n'ayant donc pas été prise en compte.

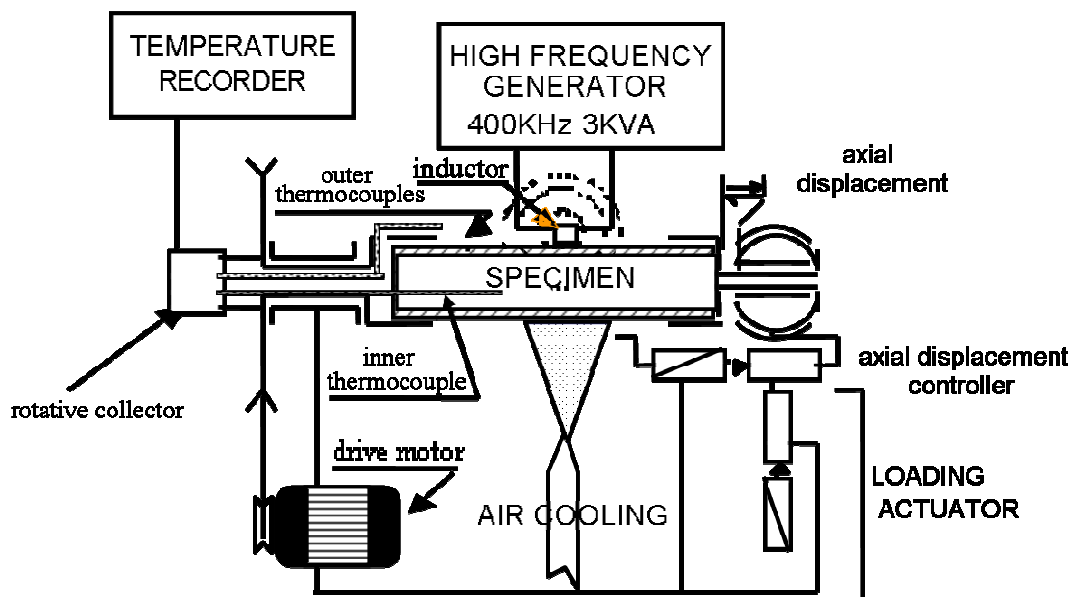


Figure 9 : Schéma du banc de fatigue thermomécanique

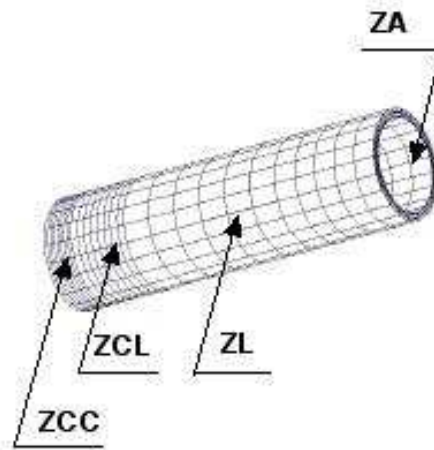


Figure 10 : Schéma du modèle éléments finis avec définition des zones d'échanges thermiques (demi-éprouvette). ZA = Adiabatique, ZL = Convection libre, ZCC = Convection forcée / Puissance volumique, ZCL = Zone intermédiaire.

Lors de mes premiers travaux de recherche au sein de l'équipe que j'ai intégrée à mon arrivée à l'ENSICA, j'ai eu la chance d'utiliser ce banc et de développer l'accompagnement numérique spécifique à deux études. La première étude concernait l'influence d'un revêtement sur la durée de vie en fatigue thermomécanique d'un superalliage (cf. Annexe 3, référence [9]) et la deuxième la caractérisation du comportement en fatigue thermomécanique du X38CrMoV5 (ce même alliage dont la « surface » a été étudiée Partie III...). Les Figure 11, Figure 12 et Figure 13 présentent un exemple du type de résultats obtenus pour la première étude. Ces résultats montrent clairement qu'il est ainsi possible de mettre en regard des évolutions de caractéristiques de surface (double évolution de la microstructure ici, dépendant du cycle thermomécanique : déplétion des précipités γ sur les deux surfaces, coalescence de ces précipités différentes selon les surfaces, fissuration dans le cas du revêtement) et les sollicitations subies. Même si dans ce cas, une modélisation formelle des interactions surface (voire traitement de surface) – fatigue thermomécanique n'a pas été réalisée, le potentiel de ce banc est évident.

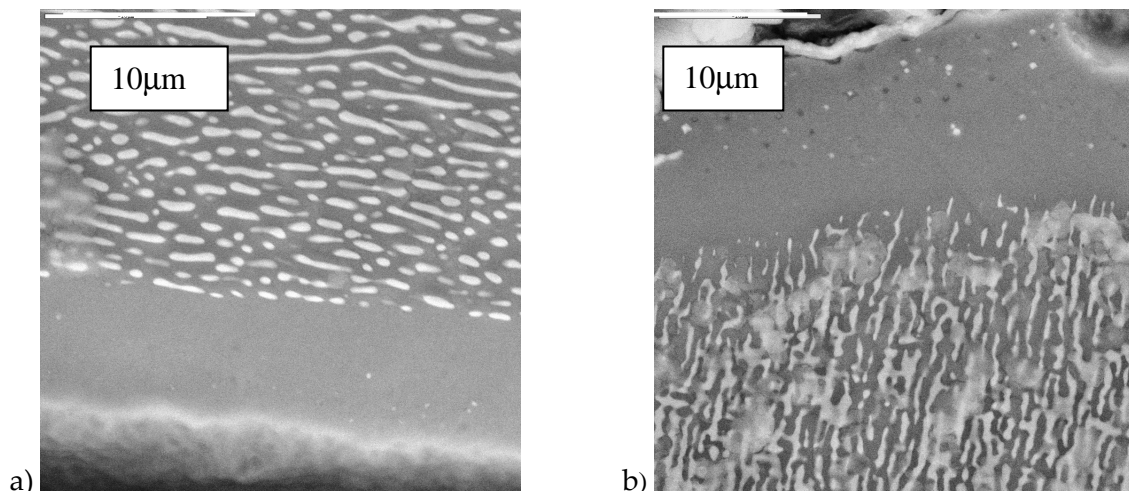


Figure 11 : Epreuve sans revêtement – Section longitudinale dans la partie centrale – a) Surface Interne b) Surface externe

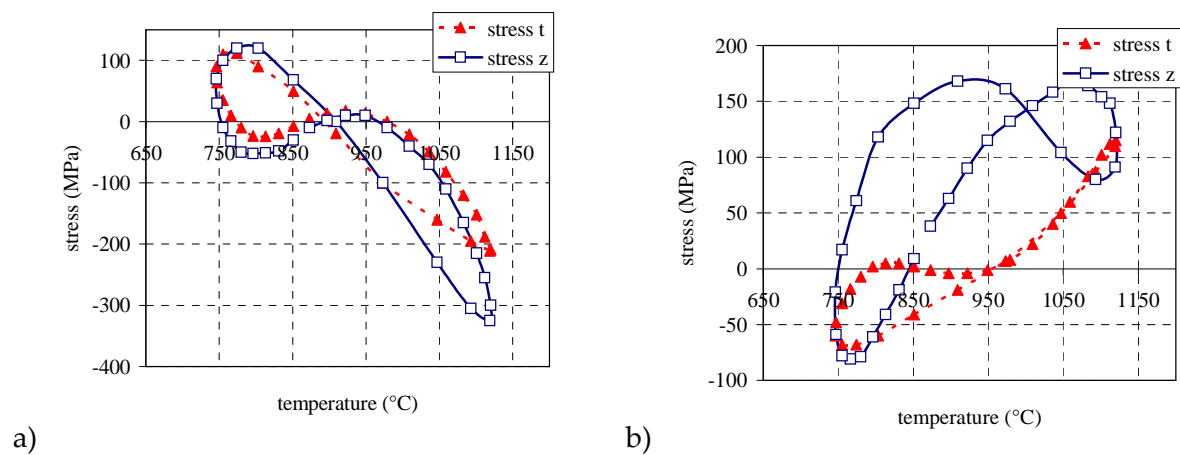


Figure 12: Cycles thermomécaniques (contraintes longitudinale (z) et tangentielles (t)) – Eprouvette sans revêtement – a) Surface interne b) Surface externe

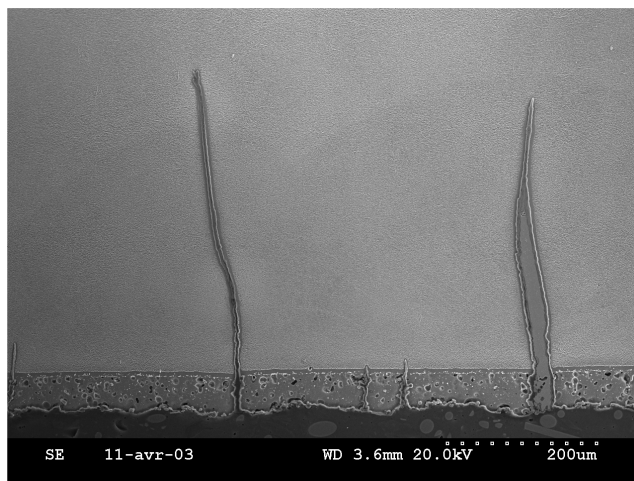


Figure 13: Fissures principales – Partie centrale – Surface interne – Eprouvette revêtue

Tous ces éléments convergent donc pour montrer l'intérêt d'une perspective de recherche concernant le développement des modélisations des interactions surface – fatigue thermomécanique (niveau ①) dans un premier temps, à étendre ensuite à la modélisation du lien génération de surface – fatigue thermomécanique (niveau ③).

Un premier axe de développement concerne le modèle numérique thermomécanique. Il est à mon sens indispensable d'être capable de prendre en compte (comme cela a déjà été évoqué dans les perspectives du §4) le comportement cyclique du matériau. Il s'agirait également d'être capable de prendre en considération les altérations du comportement de la surface et les gradients de propriétés liés par exemple aux modifications de la microstructure et de la composition dues aux effets combinés de la température, du chargement et de l'oxydation. Ces deux points impliquent une forte interaction avec des développements expérimentaux et théoriques. La caractérisation du comportement cyclique en fatigue thermomécanique (et non pas seulement en fatigue isotherme à haute température) nécessiterait pas exemple de coupler les essais sur le banc de fatigue thermomécanique avec d'autres types d'essais (fatigue isotherme, fatigue thermomécanique uniaxiale,...), de développer des moyens de mesures de champs in situ (optiques par exemple) et de

s'intéresser aux modélisations théoriques de l'évolution de ce comportement. De même, la caractérisation du comportement des « surfaces » (donc du volume qui les constitue) altérées doit reposer sur des essais spécifiques (comme par exemple, mais pas exclusivement, ceux du §4) et sur des modèles ou analyses reliant modifications de microstructure et endommagement.

L'ensemble permettrait à terme de pouvoir proposer des modèles de durée de vie prédictifs ou de vérifier la validité de modèles proposés par ailleurs. Un objectif consiste également à pouvoir proposer des méthodes de contrôle de production et/ou d'évolution de surface sur le critère de la résistance à la fatigue thermomécanique qui soient facilement applicables de manière industrielle, comme cela a par exemple été proposé lors de l'étude des effets des paramètres d'usinage sur la tenue en fatigue (relevé de profil de surface associé au calcul d'un K_t local cf. Partie I). Il serait alors possible d'intégrer « facilement » ce critère dans l'optimisation des traitements de surface par exemple.

Enfin, les caractérisations et modélisations numériques des interactions microstructure / endommagement (oxydation, fluage, fatigue thermique,...) sont par ailleurs déjà étudiées dans des laboratoires de la place toulousaine (ICA-PUMMA, CIRIMAT, CEMES...) notamment à des échelles très inférieures à celles que nous pratiquons dans l'axe FAMEU. Le banc de fatigue thermomécanique et le développement de l'étude du comportement en fissuration par fatigue de la surface (à l'échelle de la centaine de microns cf. §4 et partie III) sont donc complémentaires à ces travaux et peuvent y trouver leur place à travers des collaborations.

CONCLUSION

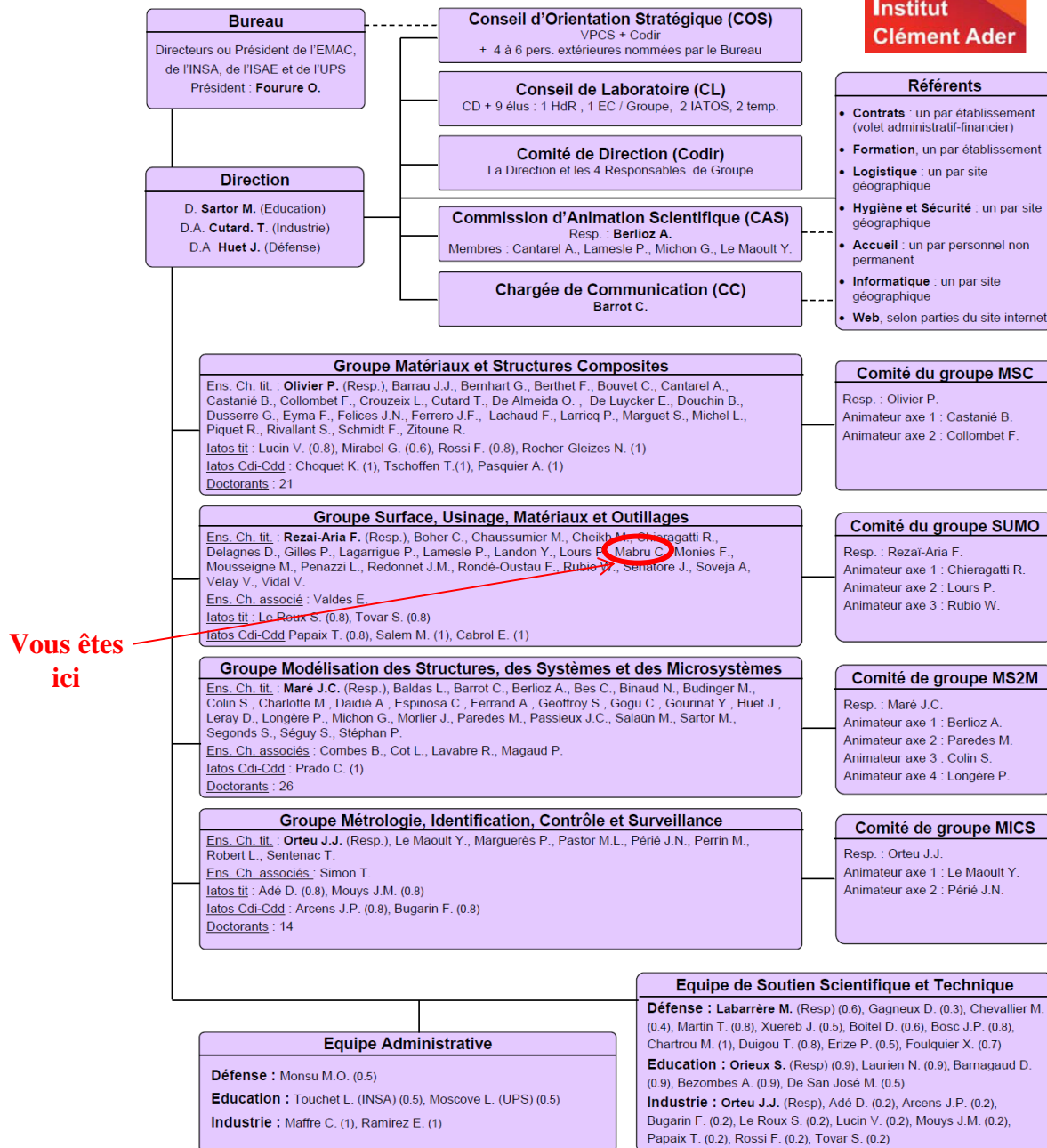
Ce mémoire décrit mes activités de recherche développées depuis une dizaine d'années sur l'étude des interactions entre surface et endommagement. L'ensemble de mes activités de recherche et des communications auxquelles elles ont données lieu est présenté succinctement en Annexes 2. et 3. La nécessité de se concentrer sur le rôle de la surface a émergé progressivement tout au long des diverses études menées pour se cristalliser définitivement dans les dernières thèses encadrées. D'une approche des mécanismes de fragilisation en pointe de fissure de fatigue sous air (via la surface donc) dans un alliage intermétallique TiAl abordée lors de ma thèse, jusqu'à l'étude de la fissuration par fatigue d'éprouvettes « fines » d'acier d'outillage pour travail à chaud afin d'augmenter le rapport surface/volume en passant par la caractérisation et la modélisation des interactions entre surfaces générées par usinage ou traitement électrochimique et endommagement, l'importance d'un tel thème de recherche s'est amplifiée et renforcée au travers de mon parcours scientifique.

Dans les travaux exposés dans ce manuscrit, les approches expérimentales couplées à des modélisations théoriques et numériques permettent de dégager deux points essentiels. Le premier est la nécessité et l'importance de maîtriser la chaîne complète de la génération de surface jusqu'à l'endommagement lors des études. Cette maîtrise est non seulement indispensable pour la compréhension et donc la modélisation des mécanismes entrant en jeu mais également pour effectuer un transfert technologique et donner des moyens accessibles aux industriels pour que ceux-ci contrôlent la qualité et/ou estiment la durée de vie des pièces produites vis-à-vis de leur fonctionnement ultérieur. Le deuxième point est la nécessité de définir un élément représentatif de surface associé à des caractéristiques de surface spécifiques qui certes ne peut être universel mais doit s'adapter au matériau et au type d'endommagement. L'enjeu consiste donc à déterminer l'échelle de cet élément et les propriétés associées pertinentes du point de vue de l'endommagement considéré.

C'est sur ces deux points que reposent les perspectives de recherche présentées à la fin de ce mémoire. Ces propositions visent toutes à combler les chainons manquants de l'ensemble génération de surface – fatigue ou à proposer des études complètes en élargissant à d'autres matériaux, d'autres types de génération de surface ou d'endommagement, tout en se centrant sur la définition et l'étude des éléments représentatifs de surface du point de vue de l'endommagement et du matériau considéré. Ces projets nécessiteront, comme cela est présenté en détail dans le dernier chapitre, un cadre collaboratif fort, non seulement en ce qui concerne les générations de surface et mais aussi éventuellement pour la caractérisation de l'élément représentatif de surface et de la mécanique qui lui est associée selon l'échelle qui apparaîtra pertinente. Ce contexte collaboratif est pour moi très important, et présente un intérêt aussi bien au niveau scientifique qu'au niveau personnel et j'espère pouvoir étendre les collaborations déjà développées non seulement au niveau local, mais aussi au niveau national voire international.

ANNEXE 1

ORGANIGRAMME ICA



10/2011

Surface, Usinage, Matériaux et Outillages (SUMO) : les recherches visent globalement à optimiser les techniques de fabrication par enlèvement de matière ou par mise en forme. L'objectif est de garantir la tenue de pièces faites de matériaux fonctionnels, travaillant sous sollicitations thermomécaniques et en environnement agressif. Les études portent sur la relation outil/matière, la fatigue et l'usure des matériaux usinés et des outillages, les barrières thermiques et la prédiction des durées de vie.

Catherine MABRU

SITUATION ACTUELLE (depuis 2001)

Maître de Conférences détachée à l'Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE) au Département Mécanique des Structures et des Matériaux (DMSM). Chercheur à l'Institut Clément Ader (ICA), groupe Surface Usinage Matériaux Outillages (SUMO), axe Fatigue, Modélisation, Endommagement Usure (FaMEU)

FORMATION

- 1994-1997 : **Doctorat** de l'Université de Poitiers en **Sciences des Matériaux - LMPM - Poitiers**
(*mention très honorable avec félicitations*) – **Label européen**
Doctor of Philosophy – The University of Birmingham – School of Metallurgy and Materials
Monitorat effectué à l'Université de Tours
- 1994 **DEA de Sciences des Matériaux** (*mention Bien*) – LMPM - Poitiers
- 1991-1994 : **Ingénieur** de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (**ENSMA**) – Poitiers

PARCOURS PROFESSIONNEL

- 1998-2001 : **Maître de Conférences** à l'Université Montpellier II (60^{ème} section)
Institut des Sciences de l'Ingénieur de Montpellier (ISIM) – Département Sciences et Technologies des Matériaux
Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil (UMR-CNRS 5508) – Equipe Thermomécanique des Matériaux
- 1997-1998 : **Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche** à l'Université de Technologie de Troyes (UTT). Département Génie des Systèmes Mécaniques (1/2 poste).

ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT

Depuis 2001 : MdC détachée depuis septembre 2001 à l'ENSICA puis ISAE

- Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs en Constructions Aéronautiques (ENSICA) : aucune charge d'enseignement (en termes de face à face pédagogique) n'est demandée. Les activités d'enseignement n'en prennent pas moins autant de temps que lorsque l'on est sur un poste classique : elles sont seulement légèrement différentes. Nous sommes en effet peu d'enseignants dans la formation comparé au nombre d'étudiants (taux d'encadrement par élève très faible en comparaison d'autres écoles d'ingénieurs) : cela signifie d'une part qu'il est nécessaire de faire appel à de nombreux vacataires extérieurs pour assurer tous les cours et d'autre part que nous sommes peu nombreux (comparé aux formations dans des établissements plus classiques) pour assurer « l'ingénierie pédagogique » (définition et mise en place des cours, recherche de vacataires adaptés, gestion de ces vacataires...) ainsi que le suivi des élèves lors de leurs projets dans l'école et de leurs stages à l'extérieur. Le temps consacré à ces activités est difficilement quantifiable (pas d'équivalence en hTD) mais loin d'être négligeable ! Un calcul au sein du département, non officiel, a cependant montré que toutes les activités d'enseignement (y compris le face à face pédagogique) occupent bien la moitié du temps de travail des enseignants-chercheurs du

département. Ne seront recensées ici que les heures de face à face pédagogique, donc bien inférieures à 192h TD/an.

Mécanique Générale (Cours - 15h/an ; TD – 30h/an pendant 1 an)

Mécanique des Milieux Continus (Cours – 7h/an ; TD – 9h/an pendant 9 ans)

Plaques (TD – 6h/an pendant 6 ans)

Plasticité (Cours – 5h/an ; TD – 2h/an pendant 4 ans)

Thermoélasticité (Cours - 4h ; TD – 8h/an pendant 8 ans) option du master recherche

- Ecole Nationale Supérieure de l’Aéronautique et de l’Espace (SUPAERO) : contactée avant la création de l’ISAE par mon homologue de SUPAERO en 2005 pour assurer des TD en Mécanique des Milieux Continus

Mécanique des Milieux Continus (TD – 7.5h/an pendant 6 ans)

- Université Toulouse III : participation initialement au DESS Calculs des Structures, option choix des Matériaux, devenu master professionnel

Corrosion-Fatigue (Cours – 3h/an pendant 2 ans)

Fractographie (Cours - 1h/an ; TP - 2h/an pendant 7 ans)

De 1998 à 2001 : MdC à l’Université Montpellier 2 avec une charge de 192h équivalent TD et plus...

- Université Montpellier 2 : j’étais prioritairement affectée à l’Institut des Sciences de l’Ingénieur de Montpellier (ISIM) : dans cette école d’ingénieurs de l’Université de Montpellier, rebaptisée depuis 2003 Polytech’ Montpellier, j’ai effectué des vacances en 1^{ère} et 2^{ème} année et également monté des TP. La dernière année de ce court passage à Montpellier, je me suis également vue confier des cours de DEA.

ISIM **Mécanique des Milieux Continus** (TD – 81h/an pendant 3 ans)

Plasticité (TD – 36h/an pendant 3 ans)

Méthodes de Calcul sur Ordinateur (TD – 24h/an pendant 2 ans)

Méthodes d’Essais Mécaniques (TP : définition, montage et enseignement – 27h/an 2 ans)

Matériaux (TP – 48h/an pendant 1an)

Encadrements de **stages ingénieur** (40h/an) et de **projets ingénieur** (40h/an) pendant 3 ans

DEA (Mécanique des Matériaux et des Milieux Complexes, des Structures et des Systèmes)

Endommagement, Rupture, Fatigue (Cours – 10h/an pendant 1 an)

Thermodynamique des Processus Irréversibles (Cours – 10h pendant 1 an)

- Ecole des Mines d’Alès : sur sollicitation de nos collègues des Mines d’Alès lorsque j’étais à Montpellier, j’ai monté, à destination des élèves ingénieurs, un cours de fractographie.

Fractographie (Cours – 12h/an pendant 2 ans)

De 1997 à 1998 : ½ poste d’ATER avec une charge de 96h équivalent TD

- Université de Technologie de Troyes (UTT) : En plus du face à face pédagogique de vacation déjà rencontré pendant le monitorat, cette année m’a permis d’accéder à une plus grande responsabilité en prenant la charge de la mise en place de TP, dans les tout récents locaux de l’UTT.

Résistance des Matériaux (TD – 68h ; TP : définition, montage et enseignement – 50h)

Propriétés des matériaux (TD – 10h)

De 1994 à 1997 : monitorat avec une charge de 64h équivalent TD

- Université de Tours : les activités enseignées étaient des TP (260h) et TD (24h) d’électricité et d’électronique en DEUG A et DEUG B.

Bilan des activités d'enseignements :

Le tableau ci-dessous résume les différentes matières enseignées associées à leur volume horaire et au niveau d'enseignement : le signe ✘ indique qu'elles font actuellement partie de mes activités de face à face pédagogique. J'assure, cette année, une charge d'environ 60h équivalent TD.

Matière	Niveau	Etablissement	Nature et Volume horaire par an	
Endommagement/Rupture/Fatigue	M2	Univ. Montp. 2	C 10h	
Thermodynamique Des Processus Irréversibles	M2	Univ. Montp. 2	C 10h	
Corrosion - Fatigue	M2	Univ. Toul. 3	C 3h	
Thermoélasticité	M2	ENSICA	C 4h – TD 8h	✘
Fractographie	M2	Mines d'Alès	C 12h	
	M1/M2	Univ. Toul. 3	C 1h – TP 2h	✘
Plasticité	M1	ISIM	TD 36h	
	M1/M2	ENSICA	C 5h – TD 2h	✘
Méthodes d'Essais Mécaniques	M1	ISIM	TP 27h	
Matériaux	M1	ISIM	TP 48h	
Résistance des Matériaux	L3	UTT	TD 68h – TP 50h	
Propriétés des Matériaux	L3	UTT	TD 10h	
Méthodes de Calcul sur Ordinateur	L3	ISIM	TD 24h	
Mécanique Générale	L3	ENSICA	C 15h – TD 30h	
Mécanique des Milieux Continus	L3	ISIM	TD 81h	
		SUPAERO	TD 7,5h	✘
		ENSICA	C 7h – TD 9h	✘
Plaques	L3	ENSICA	TD 6h	✘

Perspectives :

A très court terme, j'ai pour objectif de m'impliquer dans le module Fiabilité en Fatigue organisé par mon collègue Rémy Chieragatti et assuré pour l'instant par M. Bignonnet en aidant au développement de TP numérique dans la matière et en participant directement au face à face pédagogique.

A moyen terme, des réflexions sont actuellement menées au sein de la formation ENSICA pour restructurer les modules optionnels de 2^{ème} et 3^{ème} année. Je représente d'ailleurs l'Unité de Formation Génie Mécanique dans ce groupe de travail. Il apparaît intéressant de profiter de cette restructuration pour modifier les contenus de ces enseignements optionnels. Dans ce cadre, nous étudions la possibilité de créer des enseignements dédiés aux lois de comportement, mécanique de la rupture et de l'endommagement (plus approfondis qu'actuellement), pour arriver éventuellement jusqu'aux couplages multi-physiques, dans lesquels les enseignants-chercheurs du DMSM pourraient intervenir et illustrer les cours par leur travaux de recherche.

ACTIVITES DE RECHERCHE

Ma mission de recherche au sein du Département Génie Mécanique de l'ENSICA, telle qu'elle m'a été présentée lors de mon embauche, était de constituer une équipe avec Rémy CHIERAGATTI afin de renforcer le thème de recherche concernant la **fatigue thermomécanique des matériaux et des structures métalliques**. J'ai donc dans un premier temps participé aux développements expérimentaux de ce thème et développé l'accompagnement numérique en termes d'analyse thermomécanique pour différents projets. Ces différents projets ont concerné à la fois des aspects « matériaux » (comportement en fatigue d'un revêtement sur superalliage, d'un matériau donné comme l'acier ou le kovar voire le vieillissement de piezzos pour l'étude d'un capteur de pression,...), des aspects « technologiques » (développement d'un nouveau banc de fatigue thermomécanique avec un nouveau type d'éprouvette) et des aspects « structures » (caractérisation et modélisation d'un capteur de pression automobile).

En parallèle mais pas indépendamment (car la température et le comportement thermomécanique y joue parfois un rôle), mes travaux se sont orientés vers la caractérisation des **interactions entre caractéristiques de surface et endommagement** pour différentes applications. A température ambiante, cela concerne d'une part la modélisation du lien entre les paramètres d'usinage et le comportement en fatigue appliquée pour l'instant au cas d'un alliage d'aluminium et d'autre part la modélisation de l'influence d'un traitement de surface sur la résistance en fatigue pour des alliages d'aluminium et de titane. L'interaction surface – endommagement pour des alliages d'aluminium anodisés soumis à des sollicitations thermiques a également été modélisée. Enfin, l'idée « d'isoler » la surface grâce à des éprouvettes très fines afin de caractériser son comportement en fatigue à haute température fait l'objet du dernier projet lié à ce thème de recherche.

Le détail des thèmes de recherche développés depuis 2001 ainsi que des activités de recherche antérieures est présenté ci-dessous :

Activités de recherche depuis 2001 :

□ **Fatigue thermomécanique des matériaux et structures métalliques**

- Influence d'un revêtement sur la durée de vie en fatigue thermomécanique d'un superalliage

Encadrements : DEA Antoine Merval 2002, VHN Nicolas STEPHAN 2003-2004

Collaborations : Turboméca

Publications : [9] [38]

- Fatigue thermomécanique de l'acier XC38CrMoV5

Encadrements : DEA Idir BOUSEKSOU 2005

Collaborations : CROMEP - Ecole des Mines d'Albi

- Participation à la mise au point d'un nouveau banc de fatigue thermomécanique

Encadrements : Stage de fin d'étude Université de Glasgow Grace SMITH 2001-2002 « An improvement of thermomechanical fatigue testing based on a new specimen geometry »

Stage de fin d'étude Université de Aachen Roland NORDEIDE 2002 « Thermal study of a new thermomechanical fatigue test specimen geometry using the finite element method »

DEA Michel EID 2004 « Mise au point d'un essai de fatigue thermomécanique basé sur un nouveau type d'éprouvette »

Stage de fin d'étude Université de Aachen Ruth ROSENBOEM 2006 « Development of a thermomechanical fatigue test bench »

Projets élèves ENSICA 2007 «Validations d'essais sur banc de fatigue thermomécanique»

Publications : [36] [56]

- Caractérisation expérimentale et modélisation numérique d'un capteur de pression soumis à un chargement thermomécanique (structure + comportement du matériau et du piezzo)

Encadrements : Post-doctorant (24 mois) Christophe DAFFOS 2005-2006

Collaborations : Predit VPE ADEME-SIEMENS VDO

□ **Comportement dynamique de structures périodiques**

Encadrements : Co – direction de la thèse de Jihad RISHMANY (2003 – 2007) avec F. Rezai-Aria, intitulée « **Comportement statique et dynamique d'une structure périodique 3D d'un échangeur aéronautique : étude expérimentale, modélisation et simulations numériques** » soutenue le 17 avril 2007

Master Recherche Lionel RENAULT 2005 « Etude du comportement vibratoire d'un faisceau aéronautique »

Collaborations : Liebherr Aerospace (LTS), CEAT, DGA

Publications : [10] [39]

□ **Interaction caractéristiques de surface / endommagement**

- Fatigue et usinage

Encadrements : Participation (40%) à l'encadrement de la thèse de Monchai SURARATCHAI (2003 – 2006) avec Rémy Chieragatti et F. Rezai-Aria, intitulée « **Influence de l'état de surface sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7010** » soutenue le 06 octobre 2006

Participation à l'encadrement d'un post-doctorat (10 mois) Lama ALBACHI 2005-2006 « Définition d'un outil numérique de calcul de la concentration de contraintes à partir d'un profil topographique de rugosité »

Participation (10%) à l'encadrement de la thèse de Jérôme LIMIDO (2004-2008) dirigée par Michel Salaun, intitulée « **Etude de l'effet de l'usinage grande vitesse sur la tenue en fatigue de pièces aéronautiques** » soutenue le 04 mars 2008

Collaborations : Airbus

Publications : [11] [20][40] [42-44] [46] [58] [61] [71-72] [80-81] [89]

- Endommagement d'origine thermique d'un traitement de surface

Encadrements : Co-direction de la thèse de Yann GOUEFFON (2006 – 2009) avec Laurent Arurault (CIRIMAT), intitulée « **Etude et simulation des mécanismes de dégradation de revêtements anodiques noirs sur alliage d'aluminium pour applications en environnement spatial** » soutenue le 29 octobre 2009.

Cette thèse a remporté le prix Aerospace Valley en mai 2010 ainsi que le prix de thèse Pierre Maury (Catégorie "Ouvrage scientifique en rapport avec les activités aérospatiales") de l'Académie des Sciences Inscriptions et Belles Lettres de Toulouse en décembre 2010.

Stage de fin d'étude Warsaw University of Technology-Faculty of Power and Aeronautical Engineering Rafal PIJEWSKI 2008 « Finite element analysis of thermomechanical behaviour of cracked coating »

Stage de fin d'étude ESTACA Grégory ALDEBERT 2009 « Modélisation numérique du comportement thermomécanique des revêtements anodiques noirs sur alliage d'aluminium »

Co-encadrement stagiaire de fin d'étude de University of Bath Dominic GOODE 2010 « Numerical simulation of nanoindentation tests for determining material properties »

Collaborations : CIRIMAT, CNES, EADS Astrium Satellites, NOVAMEMS

Publications : [12] [15-17][19] [23][45] [48] [59] [73] [75-76] [90-91]

➤ Fatigue à échelle réduite

Encadrements : Co-direction de la thèse de Masood SHAH (2007 – 2010) avec Farhad Rezai-Aria, intitulée « **Investigation of crack propagation in X38CrMoV5 tool steel at room temperature and 600°C on small scale specimens** » soutenue le 10 octobre 2010.

Prix Jacques Pommey de la meilleure présentation, aux Journées Internationales de la SF2M (2008) [41]

Participation à l'encadrement de la thèse de Manel BACCAR dirigée par Farhad Rezai-Aria, débutée en octobre 2010 et intitulée « **Etude de l'endommagement et du comportement en fatigue des aciers à outils à gradient de propriétés fonctionnelles** »

Collaborations : Projet Taylor Tool pour la thèse de Manel Baccar

Publications : [13-14] [41][47] [50] [54] [74] [78]

➤ Fatigue et traitement de surface

Encadrements : Participation à l'encadrement (15%) de la thèse de Majid SHAHZAD (2007-2011) dirigée par Farhad Rezai-Aria, intitulée « **Influence de la rugosité et des traitements d'anodisation sur la tenue en fatigue des alliages d'aluminium aéronautiques 2214 et 7050** » soutenue le 18 mars 2011.

Encadrement d'un stage de 2^{ème} année de l'ENSCMu Maité HAUATA 2010 « Influence d'un traitement de décapage avant oxydation anodique sur la piquuration d'alliages d'aluminium » 2010

Co-encadrement master recherche Eric VERMESSE 2010 « Résistance en fatigue du titane après un pré-traitement de décapage »

Co-direction de la thèse de Eric VERMESSE avec Laurent Arurault, débutée en octobre 2010 intitulée « **Influence de traitement de surface sur la tenue en fatigue d'alliages de titane** »

Collaborations : Airbus, Messier-Bugatti pour la thèse de Majid Shahzad

CIRIMAT pour la thèse de Eric Vermesse

Publications : [18] [21-22] [49] [51] [60] [62] [77]

□ **Fatigue et optimisation du dimensionnement**

Encadrements : Co-direction de la thèse de Khalil BEN SLIMA avec François RONDE-OUSTAU débutée en octobre 2009 intitulée « **Optimisation géométrique des bâtis d'outil d'emboutissage avec prise en compte de la microstructure pour le dimensionnement en fatigue** »

Collaborations : Projet EMOA (Arcelor, PSA, CETIM, UBS, IRISA,...)

Publications : [52-53] [79]

Activités de recherche (1998 – 2001):

□ **Développement du thème 'fatigue' dans l'équipe thermomécanique des matériaux du LMGC.**

- Elaboration d'un dispositif expérimental (choix et achat) d'une caméra infrarouge et d'une machine de fatigue.
- Transposition des techniques d'analyse par thermographie infrarouge, jusqu'ici développées pour les essais quasi-statiques, aux essais dynamiques de fatigue.
- Etude des mécanismes d'endommagement de fatigue par le biais d'images de dissipation. Mise en place de critères de fatigue (limites d'endurance) fondés sur des observations énergétiques et une analyse thermodynamique du comportement des matériaux.

Encadrements : DEA Stéphane DI IORIO « Analyse multi-échelle de l'endommagement en fatigue »

Co – direction de la thèse de Thomas BOULANGER (2000 – 2004) avec A. Chrysochoos, intitulée « **Analyse par thermographie infrarouge des sources de chaleur induites par la fatigue des aciers** » soutenue le 26 novembre 2004

Collaborations : Contrats IRSID (puis ARCELOR) – Mise en place d'un programme PREDIT (Renault).

Publications : [8] [37] [55] [57] [68-69] [83]

□ **Etude du comportement thermo-hygro-mécanique de céramiques terre-cuite.**

Encadrements : Projet élèves ISIM niveau M2 « Influence de l'humidité sur les propriétés thermiques et mécaniques » 1999

Projet élèves ISIM niveau M2 « Etude des phénomènes de transport d'eau dans les terres cuites » 2000

Collaborations : Contrat Saverdun-Terre Cuite – Mise en place d'un programme européen CRAFT.

Publications : [88]

1ères activités de recherche (1994 – 1998):

- Caractérisation expérimentale de l'endommagement d'assemblages composites/composites collés. Proposition d'un mécanisme de fissuration. (DEA 1994)

Collaboration : Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique

Publications : [4] [63] [84]

□ **Comportement en fatigue d'alliages intermétalliques TiAl.**

- Analyse du rôle respectif et des interactions éventuelles des différents facteurs que sont la fermeture de fissure, la microstructure, la température et l'environnement, sur la fissuration par

fatigue d'un TiAl. (Thèse en cotutelle avec l'Université de Birmingham avec label européen, c'est-à-dire après plus de 6 mois passés en Angleterre et soutenue en anglais devant un jury composé pour moitié de chercheurs européens non français)

- Etude du mécanisme de fermeture de fissure induite par la rugosité pour les TiAl. (ATER)
- Etude de faisabilité de méthodes de grenailage pour améliorer la résistance à la fatigue des TiAl. (ATER)

Encadrements : Stagiaire de fin d'étude allemand (6 mois en 1996)

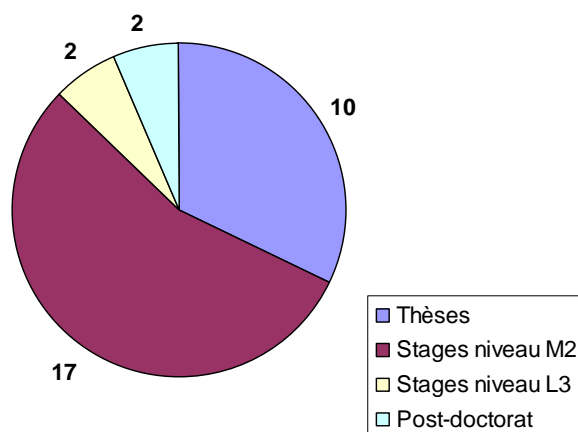
DEA en Sciences des Matériaux (1997)

Collaborations : ONERA Chatillon, LMS Orsay

Publications : [1-3] [5-7] [24-35] [64-67] [70] [82] [85-87]

- Définition de thématiques de recherche s'appuyant sur une plate-forme de fatigue multi-axiale (ATER).

Bilan des encadrements auxquels j'ai participé :



Bilans des thèses :

Thomas BOULANGER : « **Analyse par thermographie infrarouge des sources de chaleur induites par la fatigue des aciers** » 2000-2004

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
Ministériel /France	1 revue, 1 Congrès Int., 2 Congrès Nat.	Enseignement secondaire

Jihad RISHMANY : « **Comportement statique et dynamique d'une structure périodique 3D d'un échangeur aéronautique : étude expérimentale, modélisation et simulations numériques** » 2003-2007

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
Contrat SREA (DGA)	1 revue, 1 Congrès Int.	E/C Liban

Monchai SURARATCHAI : « **Influence de l'état de surface sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7010** » 2003-2006

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
Gouvernement Thaïlandais	1 revue, 2 Congrès Int., 2 Congrès Nat.	E/C Thaïlande

Jérôme LIMIDO : « **Etude de l'effet de l'usinage grande vitesse sur la tenue en fatigue de pièces aéronautiques** » 2004-2008

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
Contrat AIRBUS	2 revues, 4 Congrès Int., 2 Congrès Nat.	Ingénieur Recherche/Privé

Yann GOUEFFON : « **Etude et simulation des mécanismes de dégradation de revêtements anodiques noirs sur alliage d'aluminium pour applications en environnement spatial** » 2006-2009

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
CNES/EADS Astrium	6 revues, 2 Congrès Int., 1 Congrès Nat.	Ingénieur Recherche/Privé

Masood SHAH : « **Investigation of crack propagation in X38CrMoV5 tool steel at room temperature and 600°C on small scale specimens** » 2007-2010

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
Gouvernement Pakistanais	2 revues, 3 Congrès Int.	E/C Pakistan

Majid SHAHZAD : « **Influence de la rugosité et des traitements d'anodisation sur la tenue en fatigue des alliages d'aluminium aéronautiques 2214 et 7050** » 2007-2011

<i>Financement</i>	<i>Publications principales</i>	<i>Devenir</i>
Gouvernement Pakistanais	3 revues, 2 Congrès Int., 1 Congrès Nat.	E/C Pakistan

Khalil BEN SLIMA : « **Optimisation géométrique des bâtis d'outil d'emboutissage avec prise en compte de la microstructure pour le dimensionnement en fatigue** » 2009 -contrat projet EMOA

Eric VERMESSE : « **Influence de traitement de surface sur la tenue en fatigue d'alliages de titane** » 2010 - ... bourse MESR

Manel BACCAR : « **Etude de l'endommagement et du comportement en fatigue des aciers à outils à gradient de propriétés fonctionnelles** » 2010 - ... contrat projet Taylor Tool

RESPONSABILITES COLLECTIVES

Liées à l'enseignement :

- Responsable du recrutement étudiants du département STM à l'ISIM (1999-2001)
- Responsable du cours de Mécanique des Milieux Continus Solides en 1^{ère} année – Formation ENSICA
- Co-responsabilité du Module de Thermoélasticité – Formation ENSICA
- Représentante de l'Unité de Formation Génie Mécanique dans la Commission Module (ISAE-ENSICA) (2011-2012)
- Responsable de l'Unité de Formation Génie Mécanique de la formation ENSICA (depuis juin 2012)

Liées à la recherche :

- Co-organisatrice du colloque national MECAMAT-2001 à Aussois
- Correspondante locale de MECAMAT
- Membre du bureau de l'Ecole Doctorale Aéronautique-Astronautique (ED AA) sur la demande de son directeur (participation au fonctionnement, au jury du prix de thèse Aerospace Valley, correspondante « formation » des doctorants débutant leur thèse dans l'année scolaire 2008-2009,...) depuis 2008
- Expertise de communications pour revues internationales (7) et congrès international (1)
- Membre du GT7 « Dimensionnement en fatigue » de la SF2M (depuis 2011)

Responsabilités administratives :

- Membre administration du Comité Technique Paritaire de l'ENSICA (2004-2008)
- Membre élue au Conseil d'Administration de l'ENSICA puis de l'ISAE (2004-2011)
- Membre élue au Conseil de la Formation de l'ISAE (depuis avril 2012)

TRAVAUX ET PUBLICATIONS

- **23 publications** dans des **revues internationales** avec comité de lecture
- **1 brevet**
- **31 communications** dans des **congrès internationaux** avec actes
- 8 communications dans des colloques nationaux avec actes
- 18 communications sans acte ou à diffusion restreinte
- 1 conférence invitée
- 5 rapports de contrats
- 2 contributions à un ouvrage

LISTE DES PUBLICATIONS

Revues internationales avec comité de lecture:

1. G. HENAFF, S.A. COHEN, C. MABRU and J. PETIT, "The role of crack closure in fatigue crack propagation behaviour of a TiAl-based alloy", **Scripta Materialia**, Vol.34, N°9, pp. 1449-1454 (1996)
2. G. HENAFF, B. BITTAR, C. MABRU, J. PETIT and P. BOWEN, "Fatigue crack propagation resistance of a Ti-48Al-2Mn-2Nb alloy in the as-cast condition", **Materials Science & Engineering A**, Vol.219/1-2, pp.212-220 (1996)
3. G. HENAFF, C. MABRU and J. PETIT, "Fatigue crack propagation behaviour of a TiAl-based alloy", 38^{ème} colloque de métallurgie de l'INSTN, **Journal de Physique IV**, Vol.6 (Mars), pp.C2-247-252 (1996)
4. A. ROY, C. MABRU, J.L. GACOUGNOLLE, P. DAVIES, "Damage mechanisms of composite/composite bonded joints in tensile loading", **Applied Composite Materials**, Vol.4, pp.95-119 (1997)
5. C. MABRU, G. HENAFF, J. PETIT, "Environmental influence on fatigue crack propagation in TiAl alloys", **Intermetallics**, Vol.5, pp.355-360, (1997)
6. A. TONNEAU, G. HENAFF, C. MABRU, J. PETIT, "Environmentally-assisted fatigue crack propagation in aluminides at room temperature", **Scripta Materialia**, Vol.39, N°11, pp. 1503-1508 (1998)
7. C. MABRU, D. BERTHEAU, S. PAUTROT, J. PETIT, G. HENAFF, "Influence of temperature and environment on fatigue crack propagation in a TiAl-based alloy", **Engineering Fracture Mechanics**, Vol.64 (1), pp.23-47 (1999)
8. T. BOULANGER, A. CHRYSOCHOOS, C. MABRU, A. GALTIER, "Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels", **International Journal of Fatigue**, Vol.26 (3), pp. 221-229 (2004)
9. C. MABRU, N. STEPHAN, R. CHIERAGATTI, "Influence of coating on the thermal resistance of a Ni-Based superalloy", **International Journal of Damage Mechanics**, Vol.15 (4), pp. 375-391 (2006)
10. J. RISHMANY, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, F. REZAI-ARIA, "Simplified modelling of the behaviour of a 3D periodic structures such as aircraft heat exchanger", **International Journal of Mechanical Sciences**, Vol. 50 (6), pp.1114-1122 (2008)
11. M. SURARATCHAI, J. LIMIDO, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, "Modelling the influence of machined surface roughness on the fatigue life of aluminium alloy", **International Journal of Fatigue**, Vol. 30 (12), pp. 2119-2126 (2008)
12. Y. GOUEFFON, L. ARURAUULT, C. MABRU, C. TONON, P. GUIGUE, "Black anodic coatings for space applications: study of the process parameters, characteristics and mechanical properties", **Journal of Materials Processing Technology**, Vol. 209 (11), pp. 5145-5151 (2009).

13. M. SHAH, C. BOHER, S. LE ROUX, F. REZAI-ARIA, C. MABRU, "An investigation of the crack propagation in tool steel X38CrMoV5 (AISI H11) in SET specimens", **Revue de Métallurgie**, Vol. 106 (3), p. 140-145 (2009).
14. M. SHAH, C. MABRU , C. BOHER, S. LE ROUX, F. REZAI-ARIA, "Crack propagation in tool steel X38CrMoV5 (AISI H11) in SET specimens", **Advanced Engineering Materials**, Vol. 11 (9), p.746-749 (2009)
15. Y. GOUEFFON, C. MABRU, M. LABARRERE, L. ARURAUULT, C. TONON, P. GUIGUE, "Mechanical behaviour of black anodic films on 7175 aluminium alloy for space applications" **Surface and Coatings Technology**, Vol. 204, pp.1013-1017 (2009)
16. Y. GOUEFFON, L. ARURAUULT, S. FONTORBES, C. MABRU, C. TONON, P. GUIGUE, Chemical characteristics, mechanical and thermo-optical properties of black anodic films prepared on 7175 aluminium alloy for space applications, **Materials Chemistry and Physics**, Vol. 120, pp.636-642 (2010)
17. Y. GOUEFFON, C. MABRU, M. LABARRERE, L. ARURAUULT, C. TONON, P. GUIGUE, "Mechanical behaviour of black anodic films on 7175 aluminium alloy for space applications", **Metal Finishing**, Vol.108 (2), pp.22-27 (2010)
18. M. SHAHZAD, M. CHAUSSUMIER, R. CHIERAGATTI, C. MABRU, F. REZAI-ARIA, "Influence of surface treatments on fatigue life of Al 7010 alloy", **Journal of Materials Processing Technology**, Vol. 210 (13), pp. 1821-1826 (2010).
19. Y. GOUEFFON, C. MABRU, M. LABARRERE, L. ARURAUULT, C. TONON, P. GUIGUE, "Investigations into the coefficient of thermal expansion of porous films prepared on AA7175 T7351 by anodizing in sulphuric acid electrolyte", **Surface and Coatings Technology**, Vol. 205, pp.2643-2648 (2010)
20. J. LIMIDO, C. ESPINOSA, M. SALAUN, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, J.L. LACOME, "Metal cutting modelling SPH approach", **Int. J. Machining and Machinability of Material**, Vol. 9 (3/4), pp.177-196 (2011)
21. M. SHAHZAD, M. CHAUSSUMIER, R. CHIERAGATTI, C. MABRU, F. REZAI-ARIA, "Surface characterization and influence of anodizing process on fatigue life of Al 7050 alloy", **Materials and Design**, Vol. 32 (6), pp.3328-3335 (2011)
22. M. SHAHZAD, M. CHAUSSUMIER, R. CHIERAGATTI, C. MABRU, F. REZAI-ARIA, "Effect of sealed anodic film on fatigue performance of 2214-T6 aluminium alloy ", **Surface and Coatings Technology**, Vol. 206 (11-12), pp.2733-2739 (2012)
23. Y. GOUEFFON, G. ALDEBERT, C. MABRU, L. ARURAUULT, C. TONON, P. GUIGUE, "Flaking of black anodic films in space environment: Ageing and numerical simulation", **Mechanics of Materials**, Vol. 45, pp. 72-82 (2012)

Congrès internationaux avec actes :

24. G. HENAFF, B. BITTAR, C. MABRU, J. PETIT and P. BOWEN, "Fatigue crack resistance of a TiAl-based intermetallic compound", **ICM7**, La Haye, (Mai 1995)

25. G. HENAFF, C. MABRU and J. PETIT, "Environmental influence on fatigue crack propagation in TiAl-based alloys", **8th World Conference on Titanium, Titanium'95: Science and Technology**, Birmingham, UK, Editeurs P.A. Blenkinsop, W.J. Evans and H.M. Flower, The Institute of Materials, pp. 278-285 (Octobre 1995)
26. G. HENAFF, S.A. COHEN, C. MABRU and J. PETIT, "Fatigue crack propagation in TiAl-based intermetallic compounds", **Micromechanics of Advanced Materials**, Materials Week'95, TMS fall meeting, Cleveland, Ohio (October 29-November 2), Editeurs S.N.G. Chu, P.K. Liaw, R.J. Arsenault, K. Sadananda, K.S. Chan, W.W. Gerberich, C.C. Chau and T.M. Kung, TMS, pp. 385-391 (1995)
27. C. MABRU, G. HENAFF and J. PETIT, "Fatigue crack propagation behaviour of a lamellar TiAl alloy in air and in vacuum", **Fatigue'96**, Berlin, Germany, Editeurs G. Lutjering and H. Nowack Eds., Pergamon, Vol.III, pp.1749-1754 (1996)
28. C. MABRU, G. HENAFF and J. PETIT, " Fatigue crack propagation behaviour of a lamellar TiAl alloy", **ECF-11 Mechanisms and Mechanics of Damage and Failure of Engineering Materials and Structures**, Futuroscope, France, Editeurs J. Petit, J. de Fouquet, G. Hénaff, P. Villechaise and A. Dragon Eds., EMAS, Vol.II, pp.1187-1192 (1996)
29. C. MABRU, G. HENAFF and J. PETIT, "Fatigue crack growth mechanisms at room and elevated temperatures in a TiAl-based alloy", **Engineering Against Fatigue**, Sheffield, UK, 17-21 mars 1997, pp.141-149 (1999)
30. G. HENAFF, C. MABRU, A. TONNEAU, J.PETIT, "Influence of microstructure, environment and temperature on fatigue crack propagation in TiAl alloys", **Structural Intermetallics 1997**, Seven Spring, USA, M.V. Nathal, R. Darolia, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, R. Wagner, M. Yamaguchi Eds., The Minerals, Metals & Materials Society, pp.469-478 (1997)
31. G. HENAFF, C. MABRU, J. PETIT, "Influence of temperature on fatigue crack propagation in a TiAl-based alloy", **The Titanium Alloys, TMS Fall Meeting**, Rosemont, G. Lutjering, R. Boyer, Eds., The Minerals, Metals & Materials Society, Vol. pp. (1998)
32. A. TONNEAU, G. HENAFF, C. MABRU, J. PETIT, "Fatigue crack propagation in FeAl and TiAl alloys as influenced by environment and temperature", **ECF-12 Fracture from Defects**, Sheffield, U.K., M.K. Brown, E.R. de Los Rios, K.J. Miller Eds., EMAS, pp.103-108 (1998)
33. G. HENAFF, C. MABRU, A. TONNEAU, J. PETIT, "Mechanisms of fatigue crack propagation in gamma titanium aluminides", **Second International Symposium on Gamma Titanium Aluminides (ISGTA'99), TMS annual meeting**, San Diego (USA), Y.W. Kim, D.M. Dimiduk, M. Loretto Eds., The Minerals, Metals & Materials Society, pp.549-556 (1999).
34. G. HENAFF, C. MABRU, A. TONNEAU and J. PETIT, *Fatigue crack propagation mechanisms in Ti-Al alloys at room and elevated temperatures*, **EUROMAT' 99**, Munich, Germany, Sept. 99, Editeurs D. G. Morris, S. Naka and P. Caron, Vol. 10, pp. 294-299 (1999).
35. G. HENAFF, A. TONNEAU, C. MABRU, "Near Threshold Fatigue Crack Growth Mechanisms in TiAl Alloys", **ISSI (3rd Int. Symp. on Structural Intermetallics)**, Jackson Hole, USA, Kevin J. Hemker and Dennis M. Dimiduk, Eds., The Minerals, Metals & Materials Society, pp.305-314 (2002)

36. R. CHIERAGATTI, C. MABRU, C. ESPINOSA, F. REZAI-ARIA, " A new specimen for fatigue investigations", **High-Temperature Fatigue CAMP 2002**, Paderborn, Germany, Eds. G.Biallas & H.J.Maier & O.Hahn & K.Herman & F.Vollertsen, pp. 207-213 (2002)
37. T. BOULANGER, A. CHRYSOCHOOS, C. MABRU, A. GALTIER, " Analysis of heat sources induced by fatigue loading ", **First International Conference on Fatigue Damage of Materials**, Toronto, Canada, July 14-16, Eds. A. Varvani-Faharani, C.A. Brebbia, WIT Press, pp.255-262 (2003)
38. C. MABRU, N. STEPHAN, R. CHIERAGATTI, "Influence of coating on the thermal fatigue resistance of a Ni-based superalloy", Proceedings of **2003 IMECE'03**, ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Washington, D.C., November 16-21 (2003)
39. J. RISHMANY, L. RENAULT, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, F. REZAI-ARIA, "Static and dynamic behaviour of a 3D periodic structure", Proceedings of **ECF16 Failure Analysis of nano and engineering materials and structures**, Alexandroupolis, Greece, July 3-7 (2006)
40. J. LIMIDO, M. SURARATCHAI, C. MABRU, C. ESPINOSA, M. SALAUN, R. CHIERAGATTI, "Machining parameters effects on fatigue life of aluminium alloy aeronautical parts", Proceedings of **FatigueDesign 2007**, Senlis, France, November 21-22 (2007)
41. M. SHAH, C. MABRU, C. BOHER, S. LEROUX, F. REZAI-ARIA, " An investigation of the crack propagation in tool steel X38CrMoV5 (AISI H11) in SET specimens, **JIP 2008, International Conference on Fatigue and Plasticity: from mechanisms to design**, *prix Jacques Pommey* de la meilleure presentation, Paris, France, may 20-22 (2008)
42. R. CHIERAGATTI, C. ESPINOSA, J.L. LACOME, J. LIMIDO, C. MABRU, M. SALAUN, "High speed machining modeling: SPH methods capabilities", **10th International LS-DYNA Users Conference**, Dearborn, USA, 8-11 June (2008).
43. M. SURARATCHAI, J. LIMIDO, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, "Determination of a local stress concentration induced by machining and its effect on fatigue life of aluminium alloy", **JSTMM'08**, Monastir, Tunisie, November 14-15, pp.39-46, (2008)
44. J. LIMIDO, C. ESPINOSA, M. SALAUN, J.L. LACOME, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, "Metal cutting analysis: SPH approach", **JSTMM'08**, Monastir, Tunisie, November 14-15, pp. 139-146 (2008)
45. Y. GOUEFFON, C. MABRU, M. LABARRERE, L. ARURAUULT, C. TONON, P. GUIGUE, "Mechanical behaviour of black anodic films on 7175 aluminium alloy for space applications" **International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films ICMCTF 2009**, San Diego (USA), April 27- May 1 (2009)
46. J. LIMIDO, C. ESPINOSA, M. SALAUN, C. MABRU, R. CHIERAGATTI "High speed machining modelling : SPH method capabilities. In : **4th Smoothed Particle Hydrodynamics European Research Interest Community (SPHERIC) workshop**, Nantes, 27-29 May (2009)
47. M. SHAH, C. MABRU, C. BOHER, S. LEROUX, F. REZAI-ARIA, "Crack propagation in X38CrMoV5 (AISI H11) tool steel", **International Conference TOOL'09 Tool steels**, Aachen, Germany, June 2 – 4, (2009)
48. Y. GOUEFFON, M. MONJAUZE, C. MABRU, L. ARURAUULT, C. TONON, P. GUIGUE, "Study of degradation mechanisms of black anodic films in simulated space environment", **11th**

- International Symposium on Materials in Space Environment**, Aix-en-Provence, France, September 15 - 18 (2009).
49. M. CHAUSSUMIER, M. SHAHZAD, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, F. REZAI-ARIA "A fatigue multi-site cracks model using coalescence, short and long crack growth laws, for anodized aluminum alloys", **Fatigue 2010 : 10th International Fatigue Congress**, June 6-11, Prague, République Tchèque, **Procedia Engineering**, Vol. 2 (1). pp. 995-1004 (2010).
50. M. SHAH, C. MABRU, F. REZAI-ARIA " Investigation of crack propagation in X38CrMoV5 (AISI H11) tool steel at elevated temperatures", **Fatigue 2010 : 10th International Fatigue Congress**, June 6-11, Prague, République Tchèque, **Procedia Engineering**, Vol. 2 (1). pp. 2045-2054. (2010)
51. M. SHAHZAD, M. CHAUSSUMIER, R. CHIERAGATTI, C. MABRU, F. REZAI-ARIA, "Influence of anodizing process on fatigue life of a machined aluminium alloy". **Fatigue 2010 : 10th International Fatigue Congress**, June 6-11, Prague, République Tchèque, **Procedia Engineering**, Vol. 2 (1). pp. 1015-1024 (2010)
52. K. BEN SLIMA, L. PENAZZI, C. MABRU, F. RONDE-OUSTAU, F. REZAI-ARIA, "A New Method For Advanced Virtual Design Of Stamping Tools For Automotive Industry: Application To Nodular Cast Iron EN-GJS-600-3", **The 14th International ESAFORM Conference on Material Forming : ESAFORM 2011**. AIP Conference Proceedings, Belfast, UK, April 27-29, Vol. 1353, pp. 1713-1720 (2011)
53. K. BEN SLIMA, C. MABRU, L. PENAZZI, F. RONDE-OUSTAU, "Influence of foundry defects and load ratios on the fatigue behavior of cast iron EN-GJS-600", **First international conference Materials, Environment, Durability (MED 2011)**, Hammamet, Tunisia, March 22-24 (2012)
54. M. BACCAR, M. SHAH, C. MABRU, F. REZAI-ARIA, " Investigation into the fatigue crack growth in hot work steel using crack tip opening displacement (CTOD) ", **First international conference Materials, Environment, Durability (MED 2011)**, Hammamet, Tunisia, March 22-24 (2012)

Colloques Nationaux avec actes:

55. C. MABRU, A. CHRYSOCHOOS, "Dissipation et couplages accompagnant la fatigue de matériaux métalliques", **Photomécanique 2001**, Poitiers 24-25-26 avril, Editeurs Y. Berthaud, M. Cottron, J-C. Dupré, F. Morestin, J-J. Orteu, V. Valle, pp. 375-382 (2001)
56. C. MABRU, C. ESPINOSA, R. CHIERAGATTI, "Etude thermomécanique d'une nouvelle géométrie d'éprouvette de fatigue en environnement sévère", **Congrès Français de Mécanique 2003**, Nice 1-5 septembre (2003)
57. T. BOULANGER, A. CHRYSOCHOOS, C. MABRU, A. GALTIER, "Analyse calorimétrique des effets dissipatifs et de couplage thermoélastique associés à la fatigue des aciers", **Congrès Français de Mécanique 2003**, Nice 1-5 septembre (2003)
58. M. SURARATCHAI, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, F. REZAI-ARIA, "Influence de gammes d'usinage sur la tenue en fatigue d'un alliage léger aéronautique", **17^{ème} Congrès Français de Mécanique**, Troyes, 1-5 septembre (2005)

59. Y. GOUEFFON, C. MABRU, L. ARURAUULT, P. GUIGUE, C. TONON, "Problématique d'adhérence des revêtements inorganiques noirs pour applications spatiales", *Prix ICARE 2007 du meilleur poster*, **14^{ème} journées d'études sur l'adhésion**, Biarritz, 24-28 septembre (2007)
60. M. CHAUSSUMIER, M. SHAHZAD, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, F. REZAI –ARIA, "Influence du décapage sur la tenue en fatigue de l'alliage Al7010-T7451 traité par oxydation anodique chromique", **19^{ème} Congrès Français de Mécanique**, Marseille, France, 24-28 Août, (2009).
61. R. CHIERAGATTI, C. ESPINOSA, J.-L. LACOME, J. LIMIDO, C. MABRU, M. SALAUN, "Détermination d'un Kt local associé à la rugosité de surface; influence sur la tenue en fatigue", **29^{ème} Journées de Printemps de la SF2M** : influence des procédés sur la tenue en fatigue, rôle des défauts, Paris, France, 19-20 Mai , Editeurs L. Flacelière et F. Morel, pp.209-216 (2010)
62. M. CHAUSSUMIER, M. SHAHZAD, C. MABRU, R. CHIERAGATTI, F. REZAI-ARIA, "Modélisation de la multi-fissuration d'un alliage d'aluminium 7010 traité par oxydation anodique chromique", **29^{ème} Journées de Printemps de la SF2M** : influence des procédés sur la tenue en fatigue, rôle des défauts, Paris, France, 19-20 Mai , Editeurs L. Flacelière et F. Morel, pp.147-154 (2010)

Congrès sans acte ou à diffusion restreinte, colloques, groupes de travail:

63. A. ROY, J.L. GACOUGNOLLE, C. MABRU, N. GRAILLOT, "Caractérisation expérimentale de l'endommagement d'assemblages collés composite/composite", *comptes-rendus des journées MECAMAT*, pp. III-1-1/III-1-10 (1994)
64. C. MABRU, G. HENAFF and J. PETIT, "Fatigue crack propagation in gamma titanium aluminide alloys", présentation orale à **International Workshop on Gamma Titanium Aluminide Alloy Technology**, Birmingham (May 1996)
65. J. PETIT, G. HENAFF and C. MABRU, "Fatigue crack propagation in gamma titanium aluminides", *Journées d'Automne*, Paris, France, Conférence invitée, **Revue de Métallurgie, SF2M**, numéro hors série, p.93, (Octobre 1996)
66. S. LESTERLIN, C. MABRU, C. SARRAZIN, G. HENAFF and J. PETIT, "Comparison of fatigue crack growth resistance of gamma aluminides and Ti-based alloys", *Journées d'Automne*, Paris, France, **Revue de Métallurgie, SF2M**, numéro hors série, p.217, (Octobre 1996)
67. C. MABRU, B. BITTAR, G. HENAFF, J. PETIT, "Environmental Influence on Fatigue Crack Propagation in a Ti-48Al-2Mn-2Nb alloy", *Journées d'Automne*, Paris, France, **Revue de Métallurgie, SF2M**, numéro hors série, p.218, (Octobre 1996)
68. C. MABRU, "Thermal and Dissipative Effects Associated with Fatigue Loading", présentation orale au **Colloquium Lagrangianum** — Taormina — 6-9 décembre 2000 (2000)
69. C. ROUSSEAU-FABRE, F. AUGEREAU, C. MABRU, J.M. MURACCIOLE, O. MAISONNEUVE, "Elastoplasticité d'un acier inoxydable vue par thermographie infrarouge et par échographie", *comptes-rendus du colloque national MECAMAT* à Aussois, pp. 259-262 (2001)

70. G. HENAFF, C. MABRU, A. TONNEAU, J. PETIT, "Influence of temperature on fatigue crack propagation micromechanisms in TiAl alloys", **Journées Internationales de Printemps de la SF2M Temperature - Fatigue Interactions**, (Mai 2001)
71. M. SURARATCHAI, C. MABRU, C. ESPINOSA, R. CHIERAGATTI, "Rôle de la rugosité d'une surface usinée sur la fatigue d'un alliage d'aluminium aéronautique", **24èmes Journées de Printemps SF2M, FATIGUE ET ETAT DE SURFACE : du rôle des dégradations de surface, à l'effet des traitements superficiels**, CETIM Senlis, 10-11 mai (2005)
72. J. LIMIDO, M. SURARATCHAI, C. MABRU, C. ESPINOSA, M. SALAUN, R. CHIERAGATTI; "Effet des paramètres d'usinage sur la durée de vie en fatigue de pièces aéronautiques en alliages d'aluminium de la série 7000" ; **MECAMAT 2007** ; Aussois (2007)
73. Y. GOUEFFON, L. ARURAUULT, C. MABRU, P. GUIGUE, C. TONON, "Problématiques concernant les couches anodiques inorganiques noires élaborées sur alliages d'aluminium pour applications spatiales", Poster, **Société Française de Chimie**, Toulouse, 23 avril (2007)
74. M. SHAH, C. BOHER, F. REZAI-ARIA, C. MABRU, "Propagation de fissures sur X38CRM0V5 sur éprouvettes à l'échelle réduite" ; **MECAMAT 2008** ; Aussois (2008)
75. Y. GOUEFFON, C. MABRU, L. ARURAUULT, "Influences de l'étape d'anodisation sur les propriétés thermo-mécaniques de revêtements anodiques noirs pour applications spatiales", Communication orale. **Journée Toulousaine d'Electrochimie - Electrochimie et Applications**, Toulouse, 17 juillet 2008.
76. Y. GOUEFFON, C. MABRU, L. ARURAUULT, "Elaboration and thermo-mechanical behaviour of black anodic coatings for space applications", Communication orale, **Electrochem 08**, Liverpool, UK, 15-17 September (2008)
77. E. VERMESSE, L. ARURAUULT, C. MABRU, "Mesures d'épaisseurs et modifications morphologiques induites par l'anodisation barrière de l'alliage de titane TA6V", **Journées d'Electrochimie 2011**, Grenoble, 4-8 juillet, (2011)
78. M. BACCAR, M. SHAH, C. MABRU, F. REZAI-ARIA, "Characterization of fatigue crack growth in hot work steel using crack tip opening displacement (CTOD) ", Communication orale, **Moules et Outils**, Albi, 20-21 octobre (2011)
79. K. BEN SLIMA, L. PENAZZI, C. MABRU, F. RONDE-OUSTAU, "Effet des défauts de fonderie sur la tenue en fatigue des pièces en fonte à graphite sphéroïdal: Application au dimensionnement des outils d'emboutissage de tôles de véhicules automobiles", Communication orale, **Moules et Outils**, Albi, 20-21 octobre (2011)
80. J. LIMIDO, M. SURARATCHAI, C. MABRU, C. ESPINOSA, M. SALAUN, R. CHIERAGATTI, M. CHAUSSUMIER, "Surfaces usinées : cas d'alliages d'aluminium aéronautiques", Communication orale, **Prise en compte des phénomènes aggravants dans la conception en fatigue**, Séminaire du GT 7 de la SF2M, Paris, 29 mars (2012)

Conférence invitée :

81. J. LIMIDO, M. SURARATCHAI, C. MABRU, C. ESPINOSA, M. SALAUN, R. CHIERAGATTI, "Effet des paramètres d'usinage sur la durée de vie en fatigue d'un alliage d'aluminium", **Les journées techniques du CETIM : Fatigue et procédés de fabrication**, Senlis, 26 juin (2008)

Contribution à des ouvrages :

82. G. HENAFF, C. MABRU, A. TONNEAU, J. PETIT, "Influence of temperature on fatigue crack propagation micromechanisms in TiAl alloys", **Temperature Fatigue Interaction**, ESIS, Vol. 29, L. Rémy, J. Petit (Eds), Elsevier, pp.277-286 (2002)
83. R. PEYROUX, C. MABRU, "Thermomechanical Couplings and Scale Transitions in Mechanics of Materials", **Novel Approaches in Civil Engineering**, Lecture Notes in Applied and Computational Mechanics, Vol. 14., M. Frémond & F. Maceri (Eds), Springer, pp. 233-251 (2004)

Travaux, Rapports, Brevets:

84. C. MABRU, "Caractérisation expérimentale de l'endommagement d'assemblages composites /composites collés", mémoire de DEA en Sciences des Matériaux de l'Université de Poitiers, 1994
85. C. MABRU, "Etude du comportement en fissuration par fatigue des alliages intermétalliques TiAl", mémoire de thèse de Doctorat en Sciences des Matériaux de l'Université de Poitiers / PhD thesis, The University of Birmingham, 1997
86. G. HENAFF, C. MABRU, J. PETIT et al. "Influence of Environment and Temperature on the Fatigue Crack Growth Resistance of TiAl-Based Alloys", **COST 513**, Improvement in Availability and Quality of Intermetallic-based Materials, Annual Report 1997 (1998)
87. G. HENAFF, C. MABRU, J. PETIT et al. "Influence of Environment and Temperature on the Fatigue Crack Growth Resistance of TiAl-Based Alloys", **COST 513**, Improvement in Availability and Quality of Intermetallic-based Materials, Final Report 1998 (1998)
88. R. PEYROUX, A. CHRYSOCHOOS, C. MABRU, "Influence de l'humidité sur les caractéristiques thermiques de céramique à base terre cuite", Rapport de fin de contrat, Société Saverdun Terre Cuite, CNRS DR 13 n° 751133/00, juin 1999 (1999)
89. R. CHIERAGATTI, M. SURARACHAI, C. MABRU, C. ESPINOSA, V. VERGNES "Procédés de caractérisation de la tenue en fatigue d'une pièce à partir de son profil de surface". French Patent n°0650793, (2006); - "Method for characterizing the endurance limie of a part from its surface profile", US Patent Application 20090093976 (2009)
90. C. MABRU, "Modélisation du comportement des traitements de surface ; Lot 1 : Identification des paramètres, construction et mise en œuvre des différents modèles numériques" DCT/AQ/MP-2009.0016926, rapport de fin de contrat CNES, (2009)
91. C. MABRU, "Modélisation du comportement des traitements de surface ; Lot 2 : Bibliographie sur les modèles numériques de matériaux fissurés" DCT/AQ/MP-2009.0016926, rapport de fin de contrat CNES, (2009)