Compréhension et modélisation d'essais de ténacité avec pop-in : application à l'aluminium 6061-T6 et influence de l'irradiation neutronique

Tom Petit

▶ **To cite this version:**

Tom Petit. Compréhension et modélisation d'essais de ténacité avec pop-in : application à l'aluminium 6061-T6 et influence de l'irradiation neutronique. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2018. Français. NNT : 2018PSLEM019 . tel-02051841

HAL Id: tel-02051841
https://pastel.hal.science/tel-02051841

Submitted on 28 Feb 2019

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

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

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Compréhension et modélisation d'essais de ténacité avec pop-in : application à l'aluminium 6061-T6 et influence de l'irradiation neutronique

Ecole doctorale n°432

SCIENCES DES METIERS DE L'INGENIEUR

Spécialité SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

COMPOSITION DU JURY :

M. Dirk MOHR
ETH Zürich, Président

M. Ahmed BENALLAL
LMT Cachan, Rapporteur

Mme Aude SIMAR
UCLouvain, Rapporteur

M. Olivier ANCELET
Framatome, Examinateur

M. Jean-Christophe EHRSTRÖM
Constellium C-TEC, Examinateur

M. Thilo MORGENEYER
MINES ParisTech, Examinateur

M. Jacques BESSON
MINES ParisTech, Examinateur

Mme Claire RITTER
CEA Saclay, Examinateur

Soutenue par **Tom PETIT**
le 23 octobre 2018

Dirigée par **Thilo MORGENEYER**
Codirigée par **Jacques BESSON**
Coencadrée par **Claire RITTER**

MINES ParisTech | PSL

« Ceux que tu aimes vraiment, tiens-les telle une poignée de sable.
Pendant la tempête n'écarte jamais les doigts, ou toute ta vie tu le regretteras amèrement. »

Oxmo Puccino

« Deux manières de réagir devant ce que l'on ne sait pas : décréter que c'est idiot, ou aller voir.
Je préfère aller voir. J'ai un grand faible pour les hommes qui vont voir. »

Jacques Brel

À Nana

REMERCIEMENTS

Au moment de clore ce mémoire et de commencer ces remerciements, une multitude de visages et de rencontres me viennent en tête. Outre les heures passées devant une machine de traction, un logiciel, un article, un microscope, un script Python, une polisseuse, un rapport qui n'avance pas, un tableur, une image à traiter, un four, une cellule blindée, une norme ; outre les heures passées dans une chambre d'hôtel à répéter une présentation, devant mon ordinateur à essayer de comprendre pourquoi cette courbe a cette drôle de tête, dans une ligne de l'ESRF à tenter d'aligner un scan au plein milieu de la nuit, sous une hotte à refaire un mouchetis pour la trentième fois ; outre le temps passé dans les embouteillages à se demander pourquoi ce critère têtu ne fonctionne pas, ou quand cet essai réticent consentira à être dépouillé, ou comment faire converger ce calcul tordu ; outre les nombreux déplacements à Grenoble, à Nantes, à Rhodes, à Belgrade ; outre tous ces moments qui auront marqué ma thèse, ce sont avant tout ces visages que je retiendrai. Les personnes avec qui j'ai pu échanger durant ces trois années sont pour beaucoup dans le travail accompli et l'épanouissement personnel que j'ai pu en tirer.

Je souhaite tout d'abord remercier **Dirk Mohr** d'avoir présidé le jury de cette thèse, et **Aude Simar** et **Ahmed Benallal** d'avoir accepté la lourde tâche de rapporter cette thèse. Je remercie également **Olivier Ancelet** et **Jean-Christophe Ehrström** d'avoir montré l'intérêt qu'ils portaient à ce travail en acceptant de participer à ce jury.

Je remercie **Thilo Morgeneyer** pour avoir dirigé cette thèse d'une main de maître. Ses enseignements, ses conseils toujours avisés, sa curiosité, sa disponibilité auront été indispensables à ce travail, tout autant que ses qualités scientifiques et sa capacité à garder une cohérence objective à toutes nos idées plus ou moins farfelues, même à 4 h du matin au synchrotron.

Je remercie **Jacques Besson** pour tout ce qu'il a apporté à ce travail et qui ne pourrait être résumé ici. Outre son expertise scientifique internationalement reconnue, son entrain et sa passion fervente ont rendu nos nombreuses séances de travail communes (notamment avec ce cher Bélisaire) particulièrement agréables et fructueuses.

Je remercie **Claire Ritter** de m'avoir encadré et épaulé pendant trois ans et demi. Merci de sa bienveillance constante et de son soutien indéfectible. La lecture de ce mémoire devrait être idéale pour aider Lena et Ariane à s'endormir très rapidement !

J'ai ainsi pu bénéficier d'un encadrement non seulement de très grande qualité, mais aussi d'une bonne humeur à toute épreuve. Les réunions d'avancement en étaient d'autant plus agréables, et la présence de **Bénédicte Kapusta**, **Kimberly Colas** et **Benoît Tanguy** ont contribué à l'efficacité de celles-ci. Je les en remercie. Merci **Kim** de m'avoir également initié à la Sonde Atomique Tomographique. J'insiste sur mes remerciements les plus sincères envers **Benoît Tanguy**, chef du Laboratoire de Comportement Mécanique des matériaux Irradiés (LCMI). La liberté, l'autonomie et la confiance qu'il m'a accordées ont été gages de mon bien-être, et son enthousiasme communicatif m'a beaucoup encouragé, notamment au cours de nos nombreuses discussions tardives. Je n'oublie pas non plus ni mes anciens chefs **Valérie Vandenberghe** et **Christophe Poussard**, qui m'ont convaincu de réaliser ma thèse au LCMI, ni mes chefs **Christophe Blandin** et **Jean-Daniel Lulewicz** pour leurs encouragements qui ne m'ont pas fait regretter cette décision. Je remercie également **Bruno Maugard**, chef du Projet Recherche et Technologie du RJH, pour l'intérêt qu'il a porté à ces travaux.

Je remercie l'ensemble de mes collègues du LCMI non seulement pour leur accueil, leur sympathie et leur bienveillance envers les doctorants, mais surtout pour leurs contributions à ce travail. Je pense notamment à **David Leboulch** et **Guillaume Zumpicchiat** pour leur expertise sur les simulations, **Philippe Grange** et **Yannick Robert** pour leurs conseils en conception et usinage, **Rudy Boussemart**, **Philippe Coffre**, **Etienne Guillot** et **Johann Pegaitaz** pour les essais mécaniques sur matériaux neufs

et irradiés, **Jérémy Hure** pour les discussions passionnantes, **Catherine Payet** pour le soutien administratif, et toute l'équipe du foot pour avoir essayé de m'apprendre durant trois ans et demi la stratégie de ce sport décidément étrange qui utilise un ballon beaucoup trop rond. Je remercie également mes colocs de bureau, **Pierre-Olivier Barrioz** et **Elie Paccou**, avec qui nous avons montré un soutien réciproque et une solidarité exemplaire ! Merci également à **Chloé Varenne** pour l'investissement dont elle a fait preuve durant le stage que j'ai eu la chance d'encadrer.

Je souhaite également remercier mes autres collègues du CEA qui ont contribué à ce projet, notamment **Jean-Philippe Bonthonneau**, **Jean-Luc Flament**, **Louis Ziolek** et **Pierre Wident** pour leur énorme travail sur les essais de ténacité, **Véronique Clouté-Cazalaa** pour les délicates découpes de pointes SAT au FIB, **Anabelle Lopez** pour les analyses SAT, **Didier Bossu** et **Barbara Dhe** pour les préparations métallographiques et les observations au MEB, **Marie Azera** pour le MEB irradié, et bien sûr **Jérôme Garnier** pour ses nombreux conseils et les échanges toujours passionnants que nous avons eus.

C'est donc avec un plaisir non dissimulé que je vais poursuivre l'aventure au CEA en tant qu'ingénieur chercheur.

Je remercie également **Lukas Helfen** de l'ESRF pour ses qualités scientifiques et techniques impressionnantes mais surtout pour son hospitalité et son sourire chaleureux, ainsi que **Juan Manuel Garcia** pour les graphes spatio-temporels et **Abdennour Meddour**, **Régis Clément** et **Stéphanie Dang** pour les essais mécaniques et les corrélations d'images au Centre des Matériaux MINES ParisTech.

J'adresse une pensée amicale à **Bertrand Huneau** et **Erwan Verron** qui m'ont encouragé à me lancer dans la recherche, ce qui nous permet astucieusement de continuer à nous voir dans des environnements Sur-Mesure !

Je souhaite remercier l'ensemble de mes proches qui ont fait ce que je suis et avec qui nous partageons encore et toujours des moments inoubliables : **ma famille**, **mon parrain**, **ma marraine**, **Tata Rillettes**, **mes cousins adorés**, **mes amis d'enfance et de Faycelles**, **mes p'tits potes du lycée**, **de prépa**, **de Centrale**, **de la Roulotte**, **de l'ARCCN**, **ceux rencontrés sur tous les terrains de rugby** en première, deuxième et surtout troisième mi-temps. Ce message est adressé à chacune et chacun d'entre vous : si ça ne vous dérange pas, je suis partant pour qu'on continue à se marrer de nombreuses années, sachez-le.

Enfin, je remercie **Pupuche** pour l'amour de la montagne, **Mumuche** pour les vacances au chalet, les tranches de rigolades permanentes et tous ces moments joyeux et affectueux, **Nono et Nana** pour les voyages, le jazz, les musées, le Lot, les brocantes, le goût pour la science (Nana tu m'avais confié quand j'étais à peine ado que tu adorerais que je devienne chercheur !) et pour les idéaux et les valeurs que vous m'avez transmis.

Je remercie infiniment mes parents, qui ont toujours énormément compté dans ma vie. Mon **père** pour la nature, le ski, le rugby, les dérapages en voiture, Dire Straits, l'histoire du loup dans la bergerie, les frissons au stade, un certain goût pour la taquinerie... Ma **mère** pour les sourires entendus et les regards appuyés que je comprends au quart de tour, la langue française, Gigi l'amoroso, l'Antiquité, les expressions improbables, la culture sous toutes ses formes, le Grand Jacques… Merci surtout pour notre complicité, votre amour sans limite et votre joie constante.

Mes derniers remerciements sont pour toi **Fanny**, pour environ mille milliards de raisons, parmi lesquelles ta patience, ton écoute attentive, ton soutien, ta confiance, ta folie TTTTTB, ton bonheur de vivre, nos bêtises, et pour tout ce que tu m'apportes tous les jours au NDLB et qui donne du sens à tout le reste.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION……9

CONTEXTE INDUSTRIEL……9
PROBLEMATIQUE SCIENTIFIQUE……10

CHAPITRE 1 : BIBLIOGRAPHIE……13

1. L'ALLIAGE D'ALUMINIUM 6061-T6……15
2.1. Généralités……15
2.2. Caractérisation microstructurale et principaux précipités……15
2.3. Influence des traitements thermiques sur les mécanismes de rupture……18
2. RUPTURE DUCTILE ET TENACITE……28
3.1. Les mécanismes classiques de la rupture ductile……28
3.2. Introduction à la modélisation de la ténacité……34
3.3. Mesure expérimentale de la ténacité……38
3.4. Dépouillement des essais de ténacité……38
3. LES POP-INS……42
4.1. Définition ……42
4.2. Pistes d'explications ……43
4.3. Bilan ……49
4. INFLUENCE DE L'IRRADIATION……50
5. SYNTHESE ET PISTES EVENTUELLES……53
6. REFERENCES DU CHAPITRE 1……54

CHAPITRE 2 : INVESTIGATION DE LA PRESENCE POTENTIELLE DE L'EFFET PORTEVIN LE CHATELIER ……61

1. MOTIVATIONS DE CETTE ETUDE……62
2. METHODE ……62
2.1. Eprouvettes……63
2.2. Équipements et montages expérimentaux……63
2.3. Dépouillement des essais de traction……65
2.4. Dépouillement de la corrélation d'images……65
3. RESULTATS DE LA CAMPAGNE PLC……68
3.1. Essais de traction……68
3.2. Corrélation d'images……72
4. DISCUSSION……74
4.1. Essais monotones……74
4.2. Essais non monotones……75
5. CONCLUSIONS DE LA CAMPAGNE PLC……78
6. REFERENCES DU CHAPITRE 2……78

CHAPITRE 3 : ROLE DE LA DETERIORATION DE LA TENACITE SUR LES POP-INS…81

1. INTRODUCTION……82
2. MATERIAUX ET METHODES ……82
2.1. Traitements thermiques et éprouvettes……82
2.2. Essais de traction……84
2.3. Essais de ténacité ……84

3. RESULTATS ET DISCUSSION APRES LA MISE EN SOLUTION A 550 °C ……..…..…85
3.1. Evolution des propriétés de traction avec le temps de revenu…..…..…..……..……85
3.2. Evolution des propriétés de traction avec le temps de revenu ……..…..……86
3.3. Discussion ……..…… ……..……88
4. CONCLUSIONS……..……..…89
ANNEXE 3.A COMPARAISON DE DEUX METHODES DE DETERMINATION DE LA R-CURVE..…90
ANNEXE 3.B EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES APRES LA MISE EN SOLUTION A 530 °C……..…93
5. REFERENCES DU CHAPITRE 3..……..…..…96

CHAPITRE 4 : TENACITE ET RAIDEURS : CRITERES D'INSTABILITE ……..……97
1. INTRODUCTION……..……..……..……..…99
2. MATERIAL ET METHODS……..……..……..…102
2.1. Material ……..…… ..…… 102
2.2. Mechanical tests……..…..……103
2.3. 'Belleville' compliance assembly for toughness testing……..……..…..……103
3. EXPERIMENTAL RESULTS ……..…105
3.1. Tensile tests…..…..…..……..…..……105
3.2. Fracture toughness tests without washers……..…..…..……106
3.3. Fracture toughness tests with washers ……..…..……107
4. ANALYSIS OF INSTABILITY AND DISCUSSION…..…..……..……109
4.1. Instability criterion using the load-displacement curve…..…..…..…..……109
4.2. Instability criterion using J-integral…..…..……..……..……113
4.3. Discussion…..…..…..……..……..……..……116
5. CONCLUSIONS……..……..……..…117
APPENDIX 4.A. COMPARISON OF TWO METHODS FOR THE DETERMINATION OF R-CURVE..119
APPENDIX 4.B. SYMBOLIC EQUATIONS OF INSTABILITY CRITERION ……..…121
ANNEXE 4.C SCHEMA DES ETAPES NECESSAIRE AU DEPOUILLEMENT COMPLET D'UN ESSAI DE TENACITE AVEC CRITERES D'INSTABILITE……..…..……..…122
6. REFERENCES DU CHAPITRE 4……..……..……..…123

CHAPITRE 5 : EFFET DU DURCISSEMENT SUR LA TENACITE ET NUCLEATION PAR LA CONTRAINTE……..……..……125
1. INTRODUCTION…… ……..……..……..……127
2. EXPERIMENTAL METHODS...……..……..……..…128
2.1. Material…..…..……..……..……128
2.2. Scanning Electron Microscopy (SEM)..… …… ……..…..……129
2.3. Atom Probe Tomography (APT)…….…….. ……..……..…….129
2.4. Laminography…….……..…..…..……..……..…..…….129
3. EXPERIMENTAL RESULTS ..……..……..……130
3.1. Microstructure of different age-hardened material…..……..…..…..……..…… 130
3.2. Fracture mechanisms ……..……..…..……..……133
4. SIMULATION OF TOUGHNESS…..……..……..……..…138
4.1. Model for ductile tearing…..……..…..……139
4.2. Model parameters adjustment……..…..……..……..……140
4.3. Results and discussion……..……..……..……141
5. CONCLUSIONS……..……..……..……143
APPENDIX 5.A. ATOM PROBE TOMOGRAPHY……..…..……..……144
APPENDIX 5.B. LAMINOGRAPHY ……..…..……..……145
ANNEXE 5.C PREFISSURATION EN FATIGUE……..…..……..……146
6. REFERENCES DU CHAPITRE 5……..……..……150

CHAPITRE 6 : MODELISATION D'ESSAIS AVEC POP-IN……153

1. **INTRODUCTION……154**
2. **METHODE ……154**
3. **RESULTATS ET DISCUSSION ……155**
4. **CONCLUSION ……159**
5. **REFERENCES DU CHAPITRE 6 ……159**

CHAPITRE 7 : INFLUENCE DE L'IRRADIATION NEUTRONIQUE……161

1. **INTRODUCTION……162**
2. **METHODES……162**
   - 2.1. Matériau ……162
   - 2.2. Conditions d'irradiation……163
   - 2.3. Protocoles expérimentaux et dispositifs d'essais……164
3. **RESULTATS ……166**
   - 3.1. Essais de traction……166
   - 3.2. Essais de ténacité ……167
   - 3.3. Fractographies ……169
4. **ANALYSE PAR LES CRITERES D'INSTABILITE……171**
5. **CONCLUSION ……172**
6. **REFERENCES DU CHAPITRE 7……173**

CONCLUSION ……175

INTRODUCTION

Contexte industriel

Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet de développement du futur réacteur d'irradiations expérimentales Réacteur Jules Horowitz (RJH). Ce réacteur, en construction sur le site du Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) de Cadarache prendra la suite du réacteur Osiris (CEA Saclay) qui est arrivé au terme de son exploitation en décembre 2015.

Le RJH constituera une infrastructure majeure de la recherche européenne. Sa durée d'exploitation est estimée à une période minimale de 50 ans. Grâce à son flux neutronique élevé, il servira à irradier des éléments combustibles et des matériaux de structures des centrales électronucléaires de puissance, contribuant à la sécurité et à l'optimisation des réacteurs nucléaires existants comme au développement des réacteurs du futur. La production de radioéléments et de silicium dopé pour la médecine nucléaire constitue un second intérêt de ce réacteur [1]. Le RJH pourra accueillir une vingtaine de dispositifs expérimentaux simultanés, soit en cœur soit en réflecteur. Il est construit et sera exploité dans le cadre d'une coopération internationale entre plusieurs organismes. A ce jour, les partenaires présents sont les suivants :

- Instituts de recherche : CIEMAT (Espagne), SCK (Belgique), CVR (République Tchèque); VTT (Finlande), IAEC (Israël), DAE (Inde), NNL (Royaume-Uni), STUDSVIK (Suède), CEA, TECHNICATOME (France).
- Partenaires industriels : Electricité De France (EDF), FRAMATOME (ex AREVA-NP), la Commission Européenne.

Le RJH (Figure 1) est constitué d'un bâtiment réacteur et d'un bâtiment annexe permettant le transfert des échantillons expérimentaux. Dans le bâtiment réacteur se trouve le cœur du RJH, qui peut générer jusqu'à 100 MW dans une colonne de seulement 700 mm de diamètre intérieur, d'une épaisseur de 20 mm, et d'une hauteur de combustible actif de 600 mm. Le flux important de neutrons rapides et thermiques à l'intérieur et en périphérie du cœur du réacteur, qui est supérieur à celui rencontré en centrale nucléaire, permet de simuler les endommagements des matériaux et des combustibles sous irradiation : on multiplie les impacts neutroniques sur les matériaux irradiés afin de les "vieillir" plus rapidement et d'anticiper les mesures à prendre.

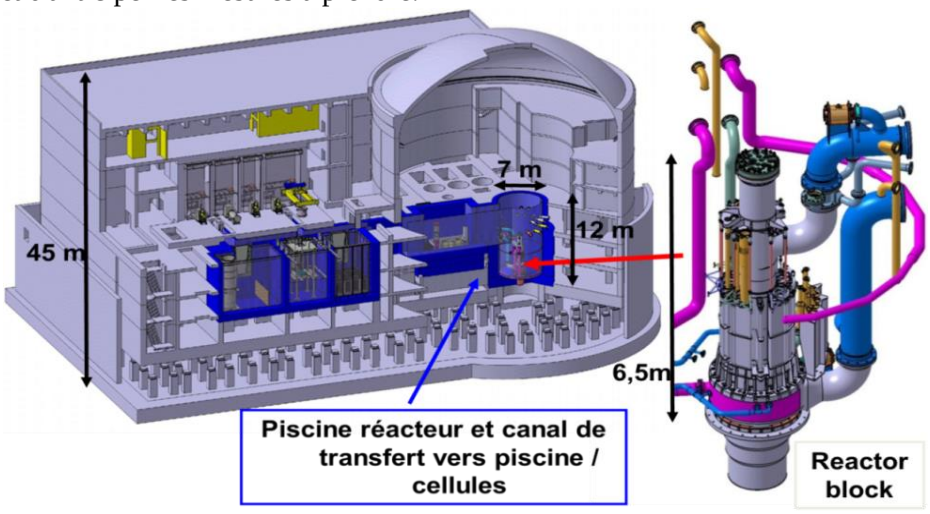


Figure 1 - Schéma du futur réacteur RJH [1]

Les assemblages combustibles sont contenus dans un casier, lui-même enfermé dans un caisson (Figure 2). Composant central du réacteur et plongé dans une piscine remplie d'eau, c'est à l'intérieur de ce

caisson-cœur que se déroule la réaction nucléaire. En fonctionnement, ce composant est donc lui-même soumis à une forte irradiation neutronique, avec une forte composante en neutrons rapides (jusqu'à 5.10^{14} $n_{rap}.cm^{-2}.s^{-1}$, E>0,9 MeV). Il est composé de différentes pièces forgées en alliage d'aluminium qui sont ensuite assemblées entre elles par soudage. Soumis à une pression en eau maximale de 16 bars, il est soumis à l'arrêté relatif aux Equipements Sous Pression Nucléaires [2] qui stipule que le matériau doit être ductile et tenace. Cette étude s'intéresse particulièrement à la virole centrale (notée « fût cœur » sur la Figure 2), qui mesure 740 mm de diamètre, 20 mm d'épaisseur et 1,4 m de hauteur.

L'alliage d'aluminium 6061-T6 a été retenu pour la fabrication des différents composants du caisson-cœur car il présente les avantages suivants [3,4] : sa résistance à la corrosion (à l'aide de la couche de passivation qui se fait naturellement à la surface), sa bonne conductivité thermique (ce qui facilite son refroidissement), sa facilité de mise en œuvre, ses propriétés mécaniques aux températures de fonctionnement (de 35 à 70 °C) ainsi que sa transparence neutronique (indispensable pour la réalisation d'irradiations expérimentales en périphérie du caisson-cœur). De plus, on note une ductilité résiduelle après irradiation ainsi qu'une stabilité de propriétés sous irradiation plus importantes que celles des alliages d'aluminium de la série 5000, comme l'AG3-NET par exemple.

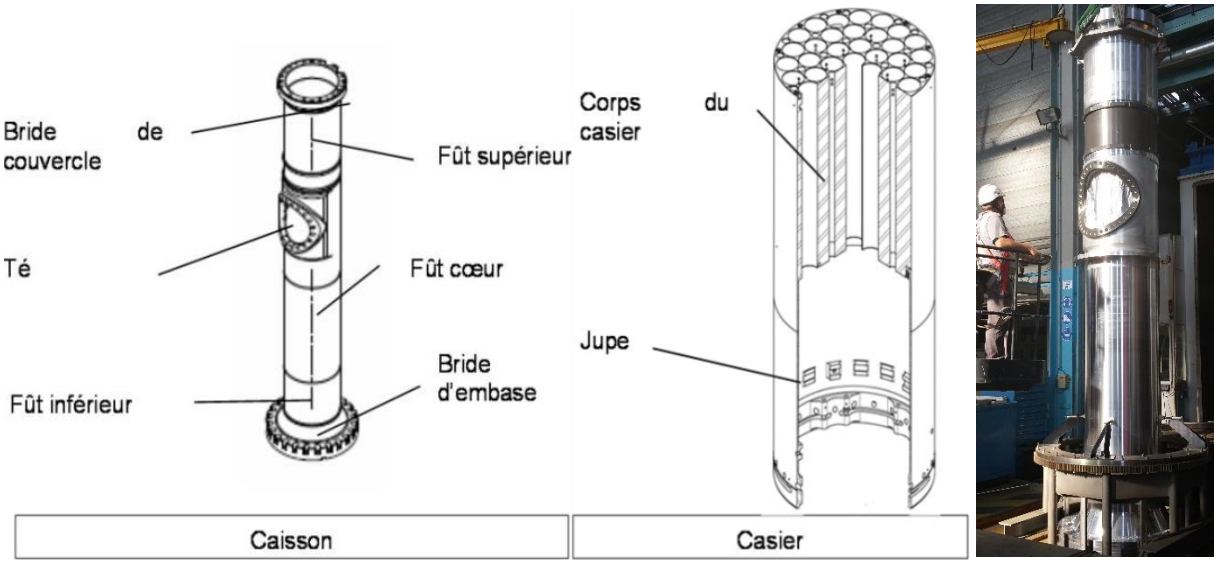


Figure 2 – Schémas et photo du caisson-cœur: le caisson (enceinte extérieure) et le casier (à l'intérieur) [1]

Problématique scientifique

Une propagation rapide mais limitée de la fissure est parfois observée lors d'essais de ténacité. Ce phénomène, appelé « pop-in », se traduit par une chute brusque de la force sur la courbe force - ouverture de l'entaille. Ce phénomène instable est peu étudié dans la littérature et seules quelques études s'intéressent à son origine physique.

Le premier type de pop-in, qui intervient généralement avant le maximum de force, est le plus largement investigué : souvent appelé instabilité de clivage, il est d'origine microstructurale et se traduit par une rupture fragile locale due à la présence d'une hétérogénéité [5,6]. Mais un deuxième type de pop-in, intervenant après le maximum de force, est parfois mentionné. Ce deuxième type d'instabilité aurait une origine purement mécanique, résultant de l'interaction entre la résistance à la propagation de fissure de l'alliage et l'énergie élastique stockée dans le système [7,8].

C'est ce pop-in, qui ne correspondrait donc pas à une rupture locale fragile, qui semble être parfois observé sur l'aluminium 6061-T6. Cet alliage intéresse le CEA dans le cadre de la construction du Réacteur Jules Horowitz et sera donc soumis à un flux neutronique important en fonctionnement.

Le phénomène de pop-in est important dans la mesure où il rend délicates les analyses et les exploitations des propriétés de rupture et de fatigue des structures. L'objectif principal de cette étude consiste à étudier les pop-ins observés sur l'alliage d'aluminium 6061-T6, en se basant sur trois axes principaux :

- Comprendre les mécanismes physiques à l'origine de ce phénomène, notamment pour déterminer quel type de pop-in intervient sur ce matériau.
- Modéliser le phénomène en se basant sur les mécanismes physiques identifiés précédemment.
- Déterminer l'influence de l'irradiation neutronique sur ce phénomène.

Pour répondre à ce triple objectif, les explications apportées par la littérature sont tout d'abord identifiées dans le chapitre 1 bibliographique. Après une présentation de la microstructure de l'alliage d'étude, l'influence de différents traitements thermiques sur cette dernière et sur les mécanismes de rupture est détaillée en 1. Des rappels importants concernant l'endommagement dans le cadre de la rupture ductile ainsi que la mesure de la ténacité sont effectués en 2. Ces éléments permettent d'éclairer la troisième partie de ce chapitre bibliographique, qui propose d'effectuer un état de l'art sur les études s'intéressant aux pop-ins, et d'exposer les différentes pistes d'explication du phénomène suivies dans cette thèse. Enfin, la dernière partie 4 synthétise les effets connus de l'irradiation sur les propriétés mécaniques du matériau d'étude, afin d'appréhender les phénomènes moteurs au sujet de la problématique de l'influence de l'irradiation sur les pop-ins.

Une fois les pistes identifiées et mises en évidence dans ce chapitre bibliographique, il s'agit de les investiguer expérimentalement afin de répondre aux questions suivantes :

1. L'alliage 6061-T6 est-il soumis à l'effet Portevin-Le Chatelier (phénomène de vieillissement dynamique) ?
2. Le pop-in est-il à relier à une détérioration de la ténacité, et notamment à une résistance réduite à la propagation de fissure?
3. Quel est le rôle de la complaisance du dispositif d'essai, et de l'éprouvette elle-même ?
4. Quel est le rôle de la microstructure et des mécanismes d'endommagement ? Sur ce matériau, s'agit-il de pop-ins en clivage (instabilité fragile) ou de pop-ins en déchirement (accélération de la rupture ductile) ?

Pour répondre au premier point, des essais de traction avec corrélation d'images sont réalisés à différentes température et différentes vitesses de déformation, et sont exposés dans le chapitre 2.

Pour examiner le deuxième point, des traitements thermiques sont appliqués à un alliage 6061-T6. Le revenu joue un rôle crucial. L'objectif est d'obtenir, à composition chimique et gamme d'élaboration identiques, différents états métallurgiques et donc différents comportements mécaniques. Ces derniers sont quantifiés par l'intermédiaire d'essais de traction et de ténacité, afin d'identifier à quels comportements mécaniques (notamment la capacité d'écrouissage et le module de déchirement) peuvent être reliés les pop-ins. Cette étude fait l'objet du chapitre 3.

Dans le chapitre 4, un montage innovant est conçu avec des rondelles Belleville, permettant de réduire la rigidité de la machine d'essai lors d'un essai de ténacité, afin d'évaluer le troisième point. L'objectif est de forcer l'apparition de pop-ins sur des échantillons correspondant à un état métallurgique qui n'en présentait pas précédemment. Des critères d'instabilité analytiques sont établis afin de caractériser et de comprendre les amorçages et les arrêts des pop-ins.

Les différentes microstructures et les mécanismes d'endommagement sont caractérisés par l'intermédiaire de plusieurs techniques (MEB, EBSD, SAT, laminographie, …) dans le chapitre 5, afin notamment de comparer les éprouvettes avec et sans pop-in et de développer le quatrième point. Cette étude met en évidence le rôle de premier plan que jouent le durcissement et les niveaux de contraintes atteints quant à la détérioration de la ténacité, et notamment du module de déchirement. Des simulations

par éléments finis d'essais de ténacité sont mises en place pour modéliser cette détérioration, avec l'introduction d'un nouveau critère de nucléation par la contrainte.

Ces études expérimentales, analytiques et numériques permettent de mettre en place dans le chapitre 6 les outils numériques rendant possible, avec un pilotage adapté, la modélisation des pop-ins par éléments finis.

Enfin, un référencement de différentes études menées au CEA a montré que le nombre de pop-ins augmentait avec l'irradiation. Pour comprendre cette évolution, des éprouvettes de traction et de ténacité ont été irradiées dans le réacteur OSIRIS. Une campagne expérimentale est menée dans le chapitre 7 sur ces échantillons dans des cellules blindées d'une installation nucléaire. La démarche consiste à appliquer de nouveaux traitements thermiques sur ces matériaux afin d'obtenir des comportements mécaniques différents, et de suivre le même raisonnement et le même protocole que sur les matériaux non irradiés : essais de traction, essais de ténacité, caractérisation des mécanismes d'endommagement, analyse des pop-ins par l'intermédiaire des critères analytiques.

Pour information, chaque chapitre comporte sa propre liste de références, placée en fin de chapitre.

Références de l'introduction

[1] Iracane D, Chaix P, Alamo A. Jules Horowitz Reactor: a high performance material testing reactor. Mater Subj Fast Neutron Irradiat 2008;9:445–56. doi:10.1016/j.crhy.2007.11.003.
[2] Arrêté du 30 décembre 2015 relatif aux équipements sous pression nucléaires. vol. NOR: DEVP1429850A. 2016.
[3] Farrell K, King RT. Tensile properties of neutron-irradiated 6061 aluminum alloy in annealed and precipitation-hardened conditions. Eff Radiat Struct Mater ASTM STP 683 1978:440–9.
[4] Bardel D. Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique. Thèse INSA de Lyon, 2014.
[5] Berejnoi C, Perez Ipiña JE, Llorente CL. Reproducibility of pop-ins in laboratory testing of welded joints. Mater Res 2000;3:139–46. doi:10.1590/S1516-14392000000400008.
[6] Singh UP, Banerjee S. On the origin of pop-in crack extension. Acta Metall Mater 1991;39:1073–84. doi:10.1016/0956-7151(91)90194-6.
[7] Paris PC, Tada H, Zahoor A, Ernst H. The theory of instability of the tearing mode of elastic-plastic crack growth. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:5–36. doi:10.1520/STP35825S.
[8] Ernst H. Some salient features of the tearing instability theory. ASTM STP Elastic-Plast Fract Symp Vol II - Fract Resist Curves Eng Appl CF Shih JP Gudas 1983;803:133–55.

Chapitre 1
Bibliographie

L'objectif de cette partie est de présenter le matériau d'étude, l'aluminium 6061-T6, et principalement son comportement mécanique, afin de comprendre quels sont les éléments entrant en jeu quant à notre problématique principale : la présence d'instabilités de propagation de fissure appelées pop-ins.

Après une présentation de la microstructure de l'alliage d'étude, l'influence de différents traitements thermiques sur cette dernière et sur les mécanismes de rupture est détaillée. Des rappels importants concernant l'endommagement dans le cadre de la rupture ductile ainsi que la mesure de la ténacité sont effectués. Ces éléments permettent d'éclairer la quatrième partie de ce chapitre, partie essentielle puisqu'elle se propose d'effectuer un état de l'art sur les études s'intéressant aux pop-ins, et d'exposer les différentes pistes d'explication du phénomène suivies dans cette thèse. Enfin, la dernière partie synthétise les effets connus de l'irradiation sur les propriétés mécaniques du matériau d'étude, afin d'appréhender les phénomènes moteurs concernant l'influence de l'irradiation sur les pop-ins.

1. L'ALLIAGE D'ALUMINIUM 6061-T6 15
1.1. GENERALITES 15
1.1.1. Classification des alliages d'aluminium 15
1.1.2. L'alliage d'aluminium 6061-T6 15
1.2. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ET PRINCIPAUX PRECIPITES 15
1.2.1. La séquence de précipitation du magnésium et du silicium 16
1.2.2. Les Mg_2Si grossiers 16
1.2.3. Les intermétalliques au fer 17
1.2.4. Les dispersoïdes au chrome et au manganèse 17
1.3. INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES MECANISMES DE RUPTURE 18
1.3.1. Etapes d'élaboration et de mise en forme 18
1.3.2. La mise en solution 19
1.3.3. La trempe, et son influence sur la ''Precipitate Free Zone'' (PFZ) 19
1.3.4. Le revenu 24
2. RUPTURE DUCTILE ET TENACITE 28
2.1. LES MECANISMES CLASSIQUES DE LA RUPTURE DUCTILE 28
2.1.1. La rupture ductile 28
2.1.2. Les principaux mécanismes 29
2.2. INTRODUCTION A LA MODELISATION DE LA TENACITE 34
2.2.1. Modèles macroscopiques 34
2.2.2. Approche locale de la rupture 36
2.3. MESURE EXPERIMENTALE DE LA TENACITE 38

2.4. DEPOUILLEMENT DES ESSAIS DE TENACITE 38
2.4.1. La préfissuration 39
2.4.2. L'essai de ténacité 39
2.4.3. Détermination de l'avancée de fissure 40
2.4.4. Dépouillement de l'essai 40

3. LES POP-INS 42
3.1. DEFINITION 42
3.2. PISTES D'EXPLICATIONS 43
3.2.1. Introduction 43
3.2.2. Influence d'une Zone Locale Fragile 44
3.2.3. Influence d'une ténacité faible 46
3.2.4. Influence du vieillissement 47
3.2.5. Influence de la rigidité du système 48
3.3. BILAN SUR LES POP-INS 49

4. INFLUENCE DE L'IRRADIATION 50

5. SYNTHESE ET PISTES EVENTUELLES 53

6. REFERENCES DU CHAPITRE 1 54

1. L'ALLIAGE D'ALUMINIUM 6061-T6

1.1. Généralités

1.1.1. Classification des alliages d'aluminium

Les caractéristiques mécaniques de l'aluminium à l'état pur restant limitées, l'addition d'éléments d'alliage est indispensable pour obtenir des propriétés mécaniques suffisantes. Les alliages d'aluminium corroyés obéissent donc à une classification spécifique, dite par séries, en fonction de leurs éléments d'ajouts. Ces séries, au nombre de huit, sont représentées à l'aide de quatre chiffres, dont le premier désigne l'élément chimique majoritaire (hors aluminium) : 1xxx (min 99%wt Al), 2xxx (Cu), 3xxx (Mn), 4xxx (Si), 5xxx (Mg), 7xxx (Zn), 8xxx (autres éléments), et 6xxx (Mg et Si), série qui nous intéresse ici.

Il existe deux types de durcissement dans les alliages d'aluminium : le durcissement par écrouissage pour les alliages non trempants (séries 1000, 3000, 4000, 5000), et le durcissement structural pour les alliages trempants (séries 2000, 6000, 7000). Concernant ces derniers, l'alliage est mis en solution, puis trempé. L'alliage peut alors subir une autre combinaison de traitements thermiques, aboutissant à un état métallurgique désigné par une lettre ; l'état métallurgique T, par exemple, indique que l'alliage a subi une maturation et un revenu, suite à la mise en solution et à la trempe. Le durcissement est alors obtenu par la précipitation de nano-phases [1].

Un chiffre est ajouté après cette lettre afin de préciser dans quel état se trouve l'alliage : l'état T6 correspond ainsi à un alliage mis en solution, non écroui, et finalement revenu au pic.

1.1.2. L'alliage d'aluminium 6061-T6

Comme évoqué précédemment, les viroles du caisson du futur Réacteur Jules Horowitz (RJH) sont en aluminium 6061-T6, alliage dont la composition est récapitulée dans le Tableau 1 ci-dessous.

wt%	Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Mn	Zn	Ti	Ni	Zr	Pb	Na	Al
Min	0,4	0,8	-	0,04	0,15	-	-	-	-	-	-	-	bal.
Max	0,8	1,2	0,7	0,35	0,40	0,15	0,25	0,15	-	-	-	-	bal.

Tableau 1 – Composition massique du métal de base de AA-6061 [2]

La matrice d'aluminium est de structure α, cubique à faces centrées et de paramètre de maille $a = 4{,}05$ Å. Le 6061 est un alliage à durcissement structural, dont le magnésium et le silicium sont les principaux éléments d'ajout. Suite au traitement thermique T6, ces éléments vont précipiter sous la forme de nano-phases conférant à l'alliage son durcissement. Mais ces mêmes éléments forment aussi des précipités grossiers Mg_2Si de plusieurs microns de diamètre et néfastes en termes de ténacité, tout comme les intermétalliques au fer (IMF), impuretés dues à la présence du fer. Le chrome et le manganèse précipitent sous forme de dispersoïdes.

1.2. Caractérisation microstructurale et principaux précipités

Les propriétés mécaniques de l'alliage 6061-T6 sont assurées grâce à son état de traitement thermique T6. C'est pour cela que cet alliage est dit à durcissement structural. Le silicium, le fer et le chrome étant des éléments très peu solubles dans l'aluminium, ils se retrouvent également sous forme de différents précipités.

1.2.1. La séquence de précipitation du magnésium et du silicium

Les propriétés mécaniques de l'alliage 6061-T6 sont conditionnées par une séquence de précipitation particulière [3–8], celle des précipités de type $\mathbf{Mg_xSi_y}$, indiquée sur la Figure 1.

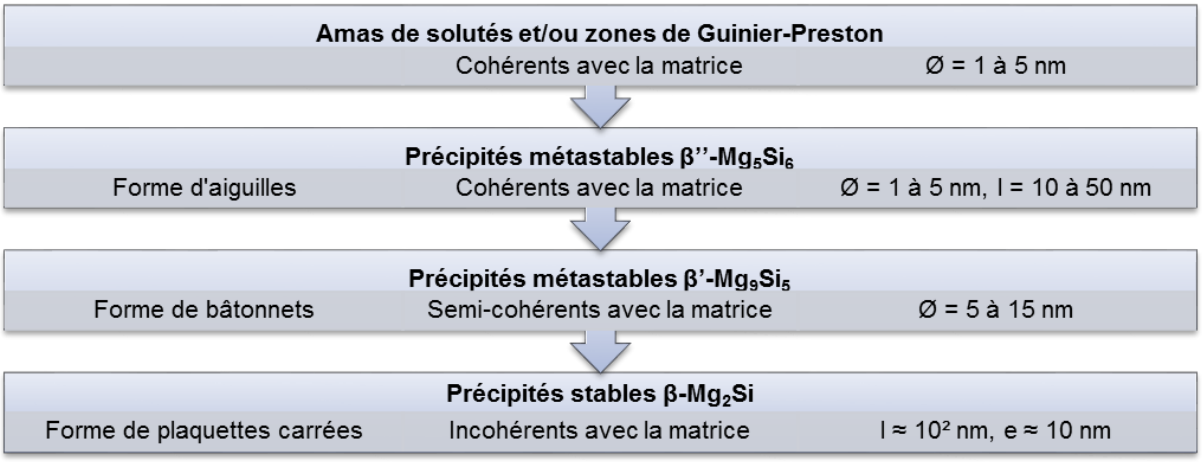


Figure 1 - Séquence de précipitation des précipités de type Mg_xSi_y

Le magnésium et le silicium sont présents au sein de la solution solide sursaturée, combinés en amas de solutés souvent dénommés zones de Guinier-Preston (GP). Ces amas se trouvent sous la forme d'homo-amas (Mg ou Si) ou d'hétéro-amas (MgSi) [9,10], et sont certainement des sites de germination des phases β'' [11] à partir d'un certain rayon critique d'après les travaux de Murayama et al. [10]. Ce sont ces phases β'' (Mg_5Si_6) (Figure 2) qui permettent le durcissement structural de l'alliage grâce à leur forte densité et à leur cohérence avec la matrice : cela introduit une distorsion élastique du réseau, créant des concentrations de contraintes localisées qui ralentissent le mouvement des dislocations [12]. Ces nano-phases intragranulaires apparaissent de façon homogène lors du revenu.

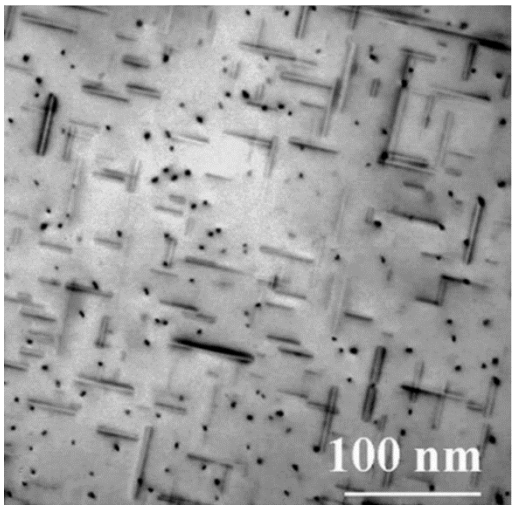


Figure 2 – Image obtenue au Microscope Electronique à Transmission (MET) des phases β'' suivant les directions <1010>$_{Al}$ du 6061-T6 [13]

Mais en prolongeant le revenu, ces précipités sont déstabilisés et se transforment tout d'abord en précipités β' (Mg_9Si_5), qui participent également au durcissement structural mais moins fortement, puis en précipités β (Mg_2Si). Ces derniers, incohérents avec la matrice, ne participent que très faiblement au durcissement structural.

1.2.2. Les Mg_2Si grossiers

Les Mg_2Si grossiers sont des précipités intergranulaires de forme globulaire, d'un diamètre de 5 à 20 µm. Ils se forment lors de la coulée, et la plupart sont dissous suite aux étapes d'homogénéisation et de mise

en solution. Leur fraction diminue avec la température, jusqu'à leur complète dissolution entre 550 et 600 °C, mais il ne faut pas dépasser le solidus de l'alliage, sous peine de provoquer la brûlure des phases de plus bas points de fusion. Cependant une trempe trop lente provoque leur précipitation aux joints de grains [14].

Les Mg_2Si grossiers sont pénalisants en termes de ténacité : ils diminuent la quantité de Mg et Si disponible pour précipiter les phases β'' et β' durcissantes, et ils agissent comme des concentrateurs de contraintes [15].

En outre, la distinction entre ces phases et les cavités est difficile du fait de leur faible contraste d'observation (Mg2Si en gris foncé et cavités en noir au Microscope Electronique à Balayage - MEB).

1.2.3. Les intermétalliques au fer

Le fer se trouvant dans de nombreux outils (notamment en acier) utilisés dans différents procédés, il n'est pas rare d'en trouver dans cet alliage, même en restreignant sa teneur au minimum dans l'alliage de départ. L'idéal serait d'éliminer la totalité du fer, mais ce serait une opération trop coûteuse. Ces impuretés créent la formation d'intermétalliques au Fer (IMF), due à la très faible solubilité du fer dans l'aluminium. Lassance [16] et Kuijpers et al. [17,18] ont mis en évidence deux types d'IMF :

- Les phases β dont la longueur est de 20 µm et l'épaisseur de 0,1 à 1 µm.
- Les phases α qui se présentent sous trois formes différentes : soit des chaînes d'environ 1 µm de longueur, soit des ellipsoïdes d'une épaisseur de 5 µm, soit des sphères d'environ 50 à 200 nm. Ces dernières sont souvent classées dans la catégorie des dispersoïdes au Mn.

Comme les Mg_2Si grossiers, les IMF sont également pénalisants en termes de ductilité et de ténacité comme l'ont montré plusieurs auteurs : Blind et al. [19] sur des alliages de la série 6000, Hval [20] sur deux alliages 6082. C'est pour cela qu'une teneur maximale en fer doit être garantie par les fabricants. Agarwal [21] a montré qualitativement que l'endommagement dans l'alliage 6061-T6 issu des précipités Mg_2Si grossiers est négligeable par rapport à celui dû aux IMF. C'est pourquoi dans la littérature l'endommagement dû à ces Mg_2Si est souvent négligé [22–24], d'autant que leur densité est faible par rapport à celle des IMF. Au contraire, Shen [15] montre par des analyses en laminographie X in-situ que ce sont les Mg_2Si qui jouent un rôle prépondérant dans la séquence d'endommagement.

1.2.4. Les dispersoïdes au chrome et au manganèse

On observe également la présence de dispersoïdes au chrome et au manganèse (Figure 3) qui se forment lors de l'homogénéisation de l'alliage [25]. Leur diamètre varie entre 20 et 500 nm [26].

Ils favorisent l'ancrage des joints de grains, et ainsi limitent la croissance des grains tout en empêchant la recristallisation [27–29]. Les précipités β'' étant cisaillables, la déformation a tendance à se localiser selon certains plans de glissement. Les dispersoïdes permettent d'homogénéiser davantage la déformation dans le grain, évitant ainsi une contrainte localisée trop forte sur les joints de grains. En passant d'un mode de rupture intergranulaire à un mode de rupture intragranulaire [30–32], ils sont donc favorables à la ténacité du matériau comme l'a montré Blind [19] sur un alliage de la série 6000 à taux de Mn variable. Mais s'ils sont trop gros, les dispersoïdes peuvent agir de la même manière que les précipités grossiers et représenter des sources d'endommagement par formation de cavités à l'interface avec la matrice [28,30,33,34].

Les dispersoïdes pourraient également agir comme des sites de germination hétérogène de phases grossières contenant du Mg et du Si, à la suite d'une trempe trop lente [35,36]. Ces phases ont un impact néfaste sur le durcissement de l'alliage comme expliqué précédemment. Ce phénomène, que l'on appelle sensibilité à la trempe, s'amplifie avec la densité de dispersoïdes. D'après les études de Rometsch et al.

[37], les dispersoïdes au Mn qui agissent comme des sites de germination pour la précipitation non-durcissante peuvent être évités dans un alliage 6082 en augmentant la température d'homogénéisation.

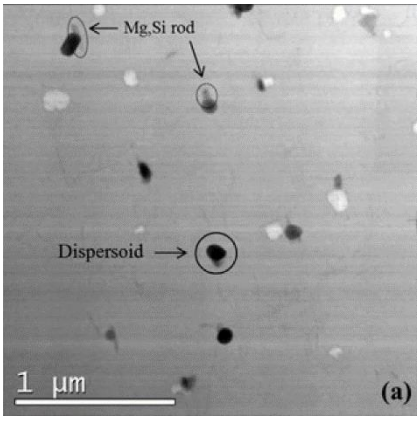


Figure 3 – Image MET de dispersoïdes dans un alliage 6061-T6 [38]

1.3. Influence des traitements thermiques sur les mécanismes de rupture

La Figure 4 représente les différentes étapes d'élaboration et de fabrication du caisson-cœur, ainsi que les différents traitements thermomécaniques qu'il subit.

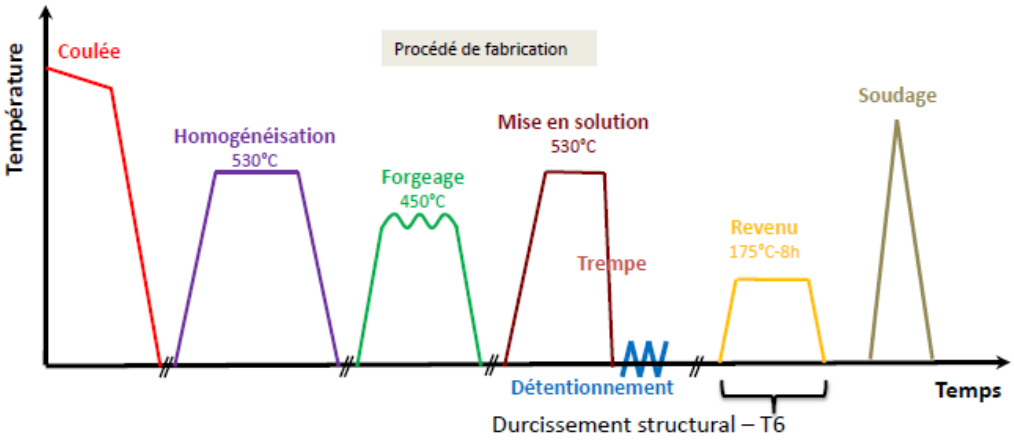


Figure 4 - Procédé de fabrication de l'aluminium 6061-T6 [39]

1.3.1. Etapes d'élaboration et de mise en forme

La coulée consiste à porter l'aluminium, alors sous forme de billettes ou de plateaux, au-dessus de sa température de fusion, puis à le refroidir. L'aluminium 6061 présente alors une structure dendritique hétérogène.

L'homogénéisation est un traitement à haute température (environ 530°C) de 4 à 12 h, qui permet d'homogénéiser le métal en réduisant la macro-ségrégation et en permettant la coalescence des dispersoïdes [25] et la dissolution de certains précipités. Cela réduit les gradients de concentration en soluté inhérents à la coulée, et permet la dissolution partielle des Mg_2Si grossiers [16]. Les contraintes internes de solidification dues au refroidissement après coulée sont également diminuées.

La mise en forme est l'application de contraintes volontaires à haute température afin d'augmenter le taux de corroyage, et d'obtenir la forme désirée. Le forgeage libre provoque tout d'abord la fermeture des porosités, le morcellement des IMF [37] et le durcissement par écrouissage. Ensuite, soit ce forgeage libre est directement suivi par l'usinage, soit la mise en forme est complétée par une étape de filage inverse.

1.3.2. La mise en solution

La mise en solution (MeS) est un traitement à haute température (environ 530°C) visant à remettre en solution une partie des Mg_2Si grossiers et nanométriques formés lors des étapes précédentes. Cela permet donc théoriquement d'augmenter la limite d'élasticité, car une quantité plus grande de solutés est alors disponible pour le durcissement lors du revenu, mais aussi la ductilité, car le nombre de sites d'endommagement (les Mg_2Si hors solution) est diminué, même si on ne peut totalement éviter la présence de quelques phases grossières résiduelles (Mg_2Si et IMF).

La température de MeS joue donc un rôle crucial. En effet, si elle est inférieure au solvus (environ 584°C ici), une partie des Mg_2Si ne sera pas remise en solution. Mais pour éviter une fusion localisée, il ne faut pas dépasser le solidus (environ 593°C ici). Plusieurs auteurs ont démontré l'augmentation des propriétés mécaniques, et notamment de la ténacité, avec l'augmentation de la température de MeS :

- Dorward et al. [40] observent une légère augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'élongation, et une forte augmentation de la ténacité en augmentant la température de 527 °C à 557 °C sur les deux compositions chimiques de 6061 testées (une coulée nominale et une coulée enrichie en Mg et en Si).
- Nock [41] montre une augmentation des propriétés mécaniques en augmentant la température de 521 °C à 552 °C (0,53 % de Si, 0,94 % de Mg).
- Ikei et al. [42] mettent en évidence une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'élongation, entre des échantillons ayant subi une MeS à 530 °C pendant 50 min et d'autres ayant subi une MeS à 560 °C pendant 2 h (après une montée en température progressive pendant 3 h).

1.3.3. La trempe, et son influence sur la ''Precipitate Free Zone'' (PFZ)

La trempe est un refroidissement brutal de l'alliage permettant la conservation à température ambiante de l'état microstructural métastable obtenu à chaud (solution solide sursaturée). Les alliages d'aluminium à durcissement structural sont très sensibles à la trempe, comme le montrent les études de Kassner et al. [43]. Les auteurs ont testé différents matériaux (issus d'une même coulée d'alliage 6061) qui ont été mis en solution pendant 1h30 à 566 °C puis ont subi une trempe étagée tout d'abord dans un bain de sel à différentes températures (de 200 à 500 °C) pendant différentes durées (de 3 à 200 s), puis dans l'eau. L'évolution des caractéristiques mécaniques (notamment la limite d'élasticité, comme illustré sur la Figure 5) est alors mesurée. Pour une même température de trempe, les propriétés de l'alliage diminuent avec le temps d'exposition, et pour un même temps d'exposition, elles diminuent de 200 à 390 °C puis augmentent de 390 à 500 °C. On comprend donc la grande sensibilité de la limite d'élasticité de cet alliage à la trempe.

C'est donc la vitesse de trempe qui joue ici un rôle primordial ; en effet, si elle n'est pas assez élevée, des Mg_2Si grossiers, dits hétérogènes de trempe, peuvent se former aux joints de grains. Steele et al. [14] ont montré la forte diminution de la précipitation grossière aux joints de grains avec la vitesse de trempe (Figure 6) sur un aluminium 6111.

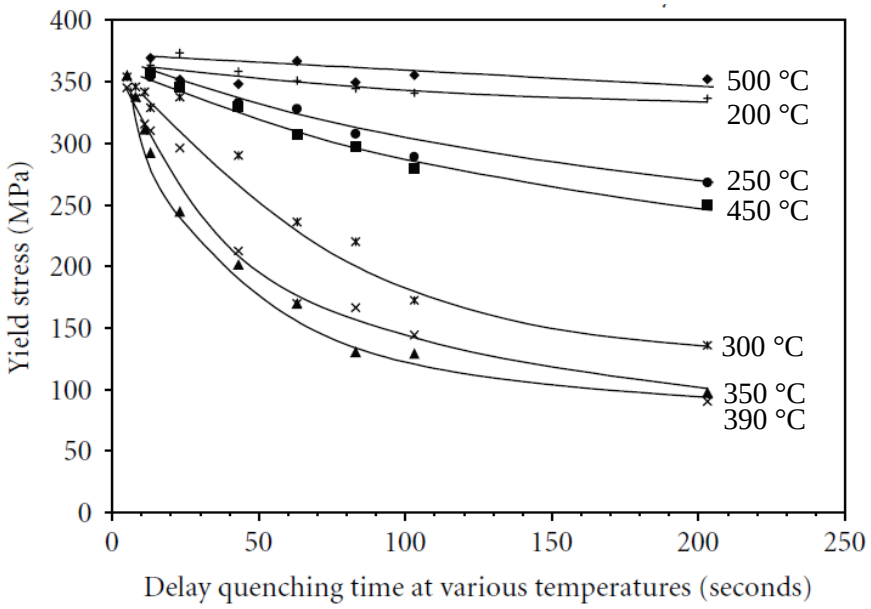


Figure 5 – Effet de la température et de la durée de la trempe étagée sur la limite d'élasticité sur un alliage 6061 [43]

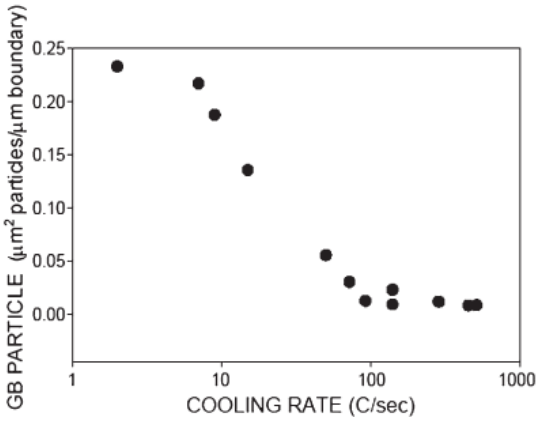


Figure 6 – Influence de la vitesse de trempe sur la présence de précipités grossiers aux joints de grains d'un alliage 6111 [14]

Ces Mg_2Si grossiers présentent un double désavantage. Tout d'abord, ils peuvent agir en tant que sites de germination. Ensuite, les lacunes et solutés ayant diffusé aux joints de grains pour former ces phases grossières, il résulte aux alentours de ces phases des zones dénuées de précipitations durcissantes β'', zones appelées Precipitate Free Zone (PFZ). Suite à une trempe trop lente, c'est l'élargissement de ces zones et la diminution de la précipitation aux joints de grains qui sont principalement responsables de la détérioration des propriétés mécaniques en traction, en localisant la déformation dans une zone molle et donc en favorisant la concentration des contraintes, notamment selon les travaux de Haas et al. [44]. Sur un alliage 6061 mis en solution pendant 35 min à 560 °C et revenu pendant 23 h à 160 °C, cette étude montre qu'en augmentant la vitesse de trempe, on passe d'une largeur de PFZ de 280 nm pour des propriétés mécaniques médiocres à une largeur de PFZ de 35 nm avec des propriétés mécaniques améliorées (Figure 7).

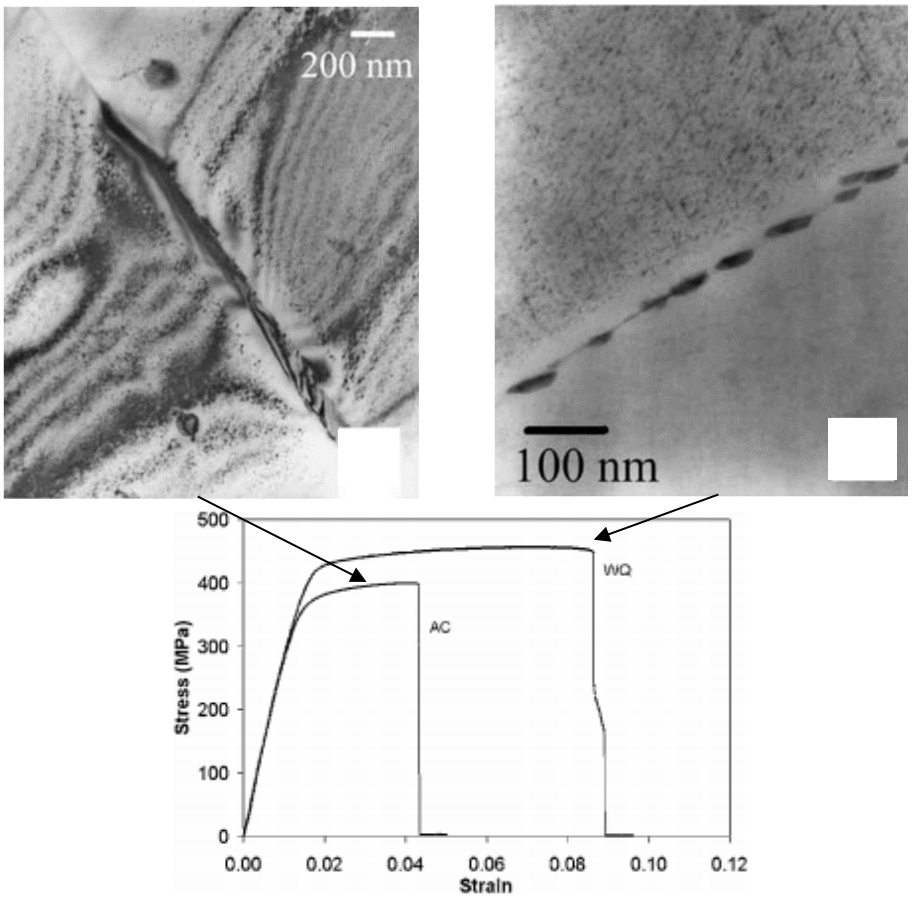


Figure 7 – Images MET de la précipitation aux joints de grains et largeur de la PFZ sur deux alliages 6061 après une trempe à l'air (AC) ou à l'eau (WQ), et courbes de traction correspondantes [44]

Les travaux de Morita et al. [45] confirment ce lien étroit entre la vitesse de trempe, la largeur de la PFZ et les propriétés mécaniques. Ils montrent notamment que les propriétés en traction (limite d'élasticité, résistance mécanique, allongement à rupture) et en ténacité sont améliorées avec la vitesse de trempe. Cette amélioration s'accompagne d'une diminution de la largeur de la PFZ de 310 à 40 nm (Figure 8), ce qui provoque la localisation de la déformation plastique aux joints de grains et donc la transition d'une rupture ductile intragranulaire à une rupture ductile intergranulaire.

Les résultats de Morgeneyer et al. [46] sur un alliage 6156 mis en solution pendant 30 min à 550 °C et revenu pendant 4 h à 190 °C montrent également une corrélation évidente entre la largeur de la PFZ et la résistance à l'entaille sur des éprouvettes de type Kahn (Figure 9).

D'autres auteurs ont aussi mis en évidence cette amélioration des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la vitesse de trempe, comme Morere et al. [47] sur un alliage 7010, mis en solution pendant 2 h à 472 °C et revenu en deux étapes successives. C'est le rôle déterminant de la précipitation grossière, plus importante dans le cas d'une trempe lente, qui est ici avancé pour expliquer la détérioration de la ténacité, plutôt que l'épaisseur de la PFZ qui reste constante (environ 60 nm). Shuey et al. [48] s'appuient sur plusieurs études sur différentes alliages d'aluminium pour montrer que deux phénomènes aux effets contraires rendent le phénomène complexe : suite à la trempe, la précipitation grossière aux joints de grains réduit certes la ténacité, mais la précipitation répartie dans le volume l'améliore. De plus, la ténacité est plus affectée par la vitesse de trempe que la limite d'élasticité.

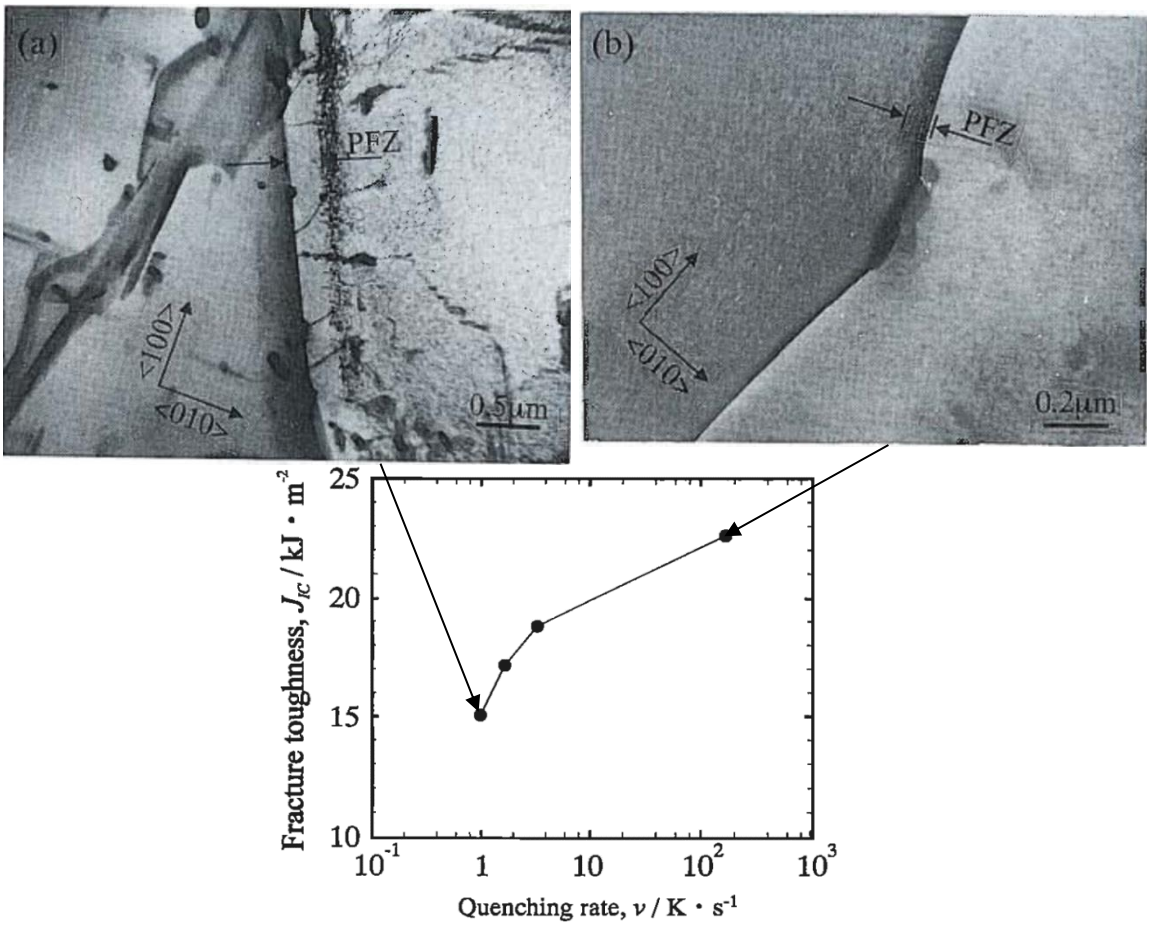
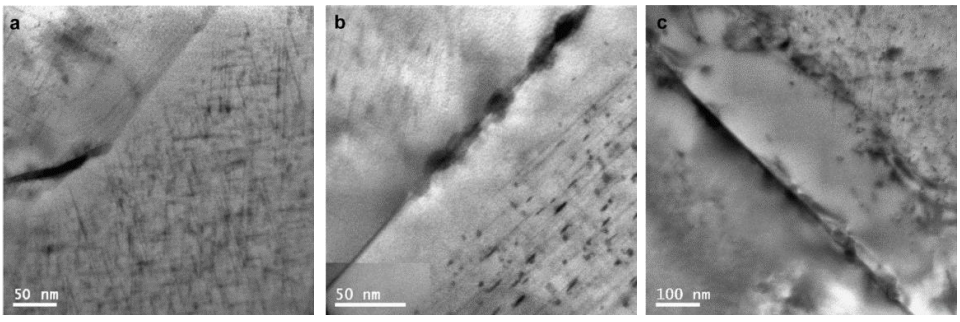


Figure 8 – Images MET de la précipitation aux joints de grains et de la largeur de la PFZ sur deux alliages 6061 avec deux vitesses de trempe différentes, et évolution de la ténacité [45]



	a	b	c
Quench	20 °C water	60 °C water	Air-cool
UIE (N/mm)	157	138	67
Width of PFZ (nm)	40 - 70	80 - 100	400

Figure 9 – Images MET de la précipitation aux joints de grains et largeur de la PFZ sur trois alliages 6156 avec trois vitesses de trempe, et valeur de la résistance à l'entaille (UIE) [46]

Ce dernier phénomène est confirmé par Dumont et al. [49] sur un alliage 7050 : une baisse relativement faible (environ 10 %) de la limite d'élasticité est en effet observée lors d'une trempe lente (principalement due à une capacité d'écrouissage moindre et à une réduction du taux de soluté disponible pour le durcissement structural), alors que la diminution en ténacité atteint les 60 % (principalement due à la précipitation aux joints de grains et à la précipitation grossière intragranulaire) comme le montre le schéma de la Figure 10.

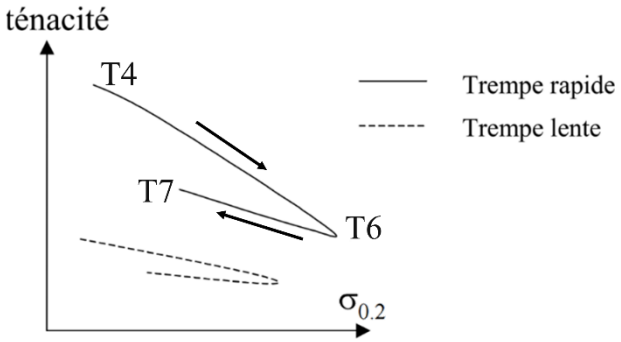


Figure 10 – Représentation schématique de l'influence de la vitesse de trempe et du temps de revenu sur la limite d'élasticité et la ténacité [50]

Mais la précipitation aux joints n'est pas suffisante pour expliquer cette baisse énorme pour deux raisons. Premièrement, l'état sous-revenu après une trempe lente présente une résistance à l'entaille très inférieure aux états revenu au pic et sur-revenu après une trempe rapide, malgré un taux d'écrouissage plus important et une limite d'élasticité moins élevée. Les joints de grains des matériaux sur-revenus après une trempe rapide contenant un large taux de précipités grossiers, ce contraste a donc une autre origine. Deuxièmement, le taux de rupture de type intergranulaire ne dépasse jamais les 50 %, quel que soit le sens de prélèvement et le traitement thermique appliqué ; les joints de grains ne pilotent donc pas seuls la rupture. Par conséquent, dans le but d'expliquer une telle détérioration de la résistance à l'entaille, il est nécessaire de considérer le mécanisme qui détériore intrinsèquement la résistance des grains. Dumont et al. [49] avancent une explication : lors d'une trempe lente, les précipités grossiers formés à l'intérieur des grains sur les dispersoïdes réduisent significativement l'énergie requise par les cavités pour nucléer et croître, détériorant la ténacité intrinsèque du grain.

Plusieurs modèles ont été proposés afin de prédire l'effet de la vitesse de trempe, notamment par Rometsch et al. [37] sur un alliage 6082 ou Starink et al. [51] sur un alliage Al–Zn–Mg–Cu.

L'objectif d'une vitesse de trempe élevée est donc notamment d'éviter la formation des précipités grossiers Mg_2Si, en conservant une solution sursaturée à température ambiante. Mais un refroidissement extrêmement rapide n'est pas forcément indispensable : il suffit que la concentration de la solution solide à la température ambiante reste sensiblement la même qu'à la température de mise en solution. On parle donc de vitesse critique de trempe correspondant à la vitesse de refroidissement minimale.

Develay [1] donne à titre d'exemple la Figure 11 inspirée de Vruggink [52], montrant l'influence de la vitesse moyenne de trempe entre 400 et 290 °C sur la limite d'élasticité de plusieurs alliages d'aluminium. On voit que pour l'alliage 6061 la vitesse critique est de l'ordre de quelques dizaines de degrés par seconde.

Une étude a été réalisée par la société Constellium [53] afin d'observer l'influence de cinq vitesses de trempe différentes sur un alliage 6061-T6 mis en solution pendant 2 h à 560 °C et revenu pendant 12 h à 175 °C (Figure 12). Suite à cette étude, la vitesse critique à appliquer aux alliages du projet dans lequel s'inscrit cette thèse a été évaluée à 10 °C/s.

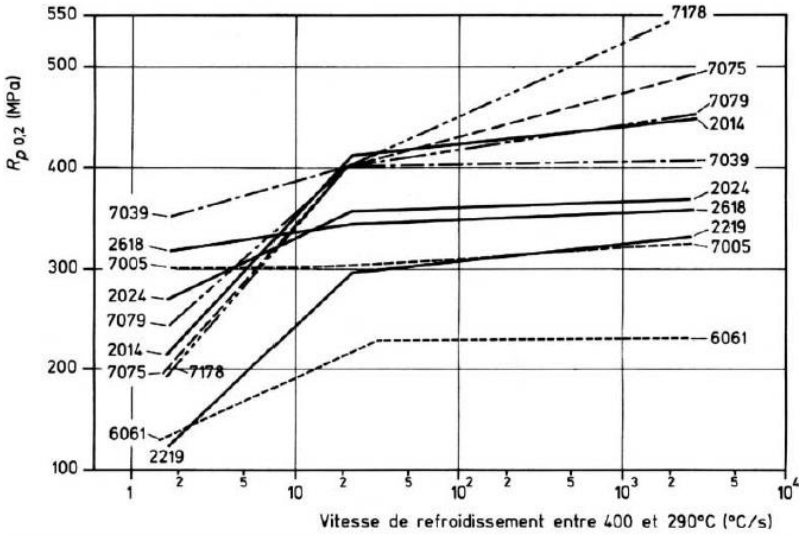


Figure 11 – Influence de la vitesse de trempe sur la limite d'élasticité de différents alliages d'aluminium après revenu à l'état T6 [1]

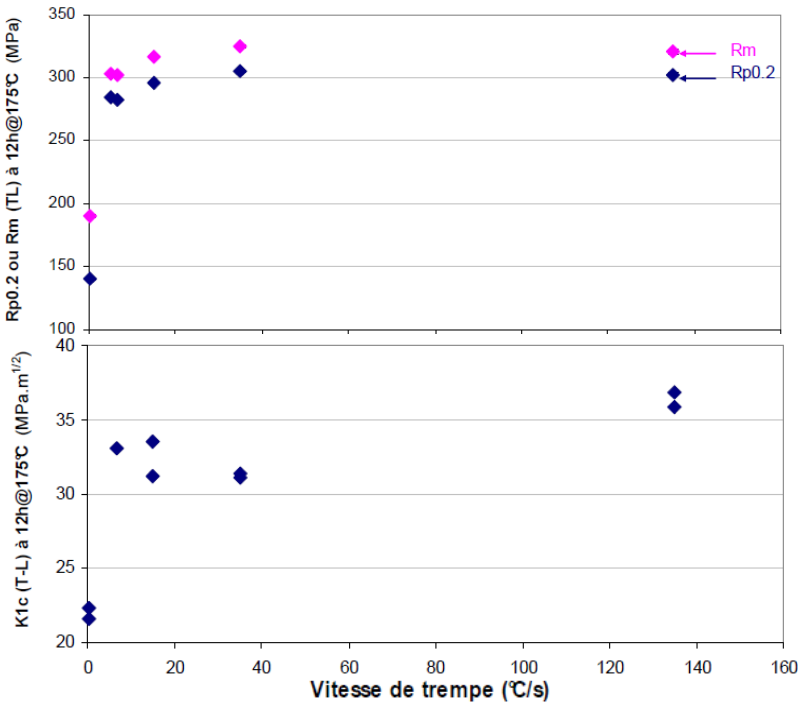


Figure 12 – Influence de la vitesse de trempe sur les propriétés en traction et en ténacité d'un alliage d'aluminium 6061-T6 [53]

1.3.4. Le revenu

L'étape de revenu, précédant le soudage (étape à laquelle nous ne nous intéressons pas étant donné que cette étude porte sur le métal de base), est déterminante dans le cadre de notre étude, car elle a pour but de durcir le matériau en permettant la précipitation des phases nanométriques. C'est lors de ce revenu que l'on obtient le durcissement structural avec des propriétés mécaniques optimales : on cherche alors à se placer au pic de revenu (état noté T6), correspondant à un durcissement maximal (évalué par la limite d'élasticité) grâce à la formation des phases β'' fines et denses. Cependant la ténacité de l'état T6 est assez faible en comparaison avec l'état T4 (Figure 10).

Mécaniquement, on peut expliquer cette évolution : le revenu permettant la précipitation des phases nanodurcissantes, la contrainte d'écoulement σ_Y augmente. Cette augmentation provoque la diminution

de la taille de la zone plastique en pointe de fissure (estimée par son rayon r_y), d'après l'équation suivante [54] valable en conditions de déformations planes, où K_I (en MPa.m$^{1/2}$) est le facteur d'intensité des contraintes :

$$r_y = \frac{1}{6\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_Y}\right)^2$$

Cette diminution de la taille de la zone plastique (représentée sur la Figure 13) est associée à une concentration des contraintes plus importante, conduisant à une détérioration de la ténacité.

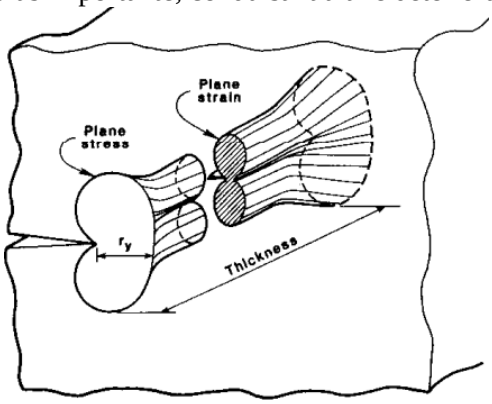


Figure 13 – Schéma représentant la zone plastique en pointe de fissure [55]

Develay [1] rassemble une partie des données disponibles dans la littérature sur l'influence du revenu sur l'alliage 6061. Le pic de revenu (état T6) correspond aux maxima qu'on observe sur la résistance mécanique et sur la limite d'élasticité (Figure 14). On note que plus la température du revenu est élevée, plus le temps pour atteindre l'état T6 est faible, mais plus le durcissement obtenu à T6 est faible. L'allongement à rupture diminue avec le temps de revenu, puis atteint un palier. On comprend donc que pour obtenir une résistance mécanique élevée tout en conservant un allongement satisfaisant, il faut plutôt utiliser un revenu à température peu élevée mais pendant une durée importante.

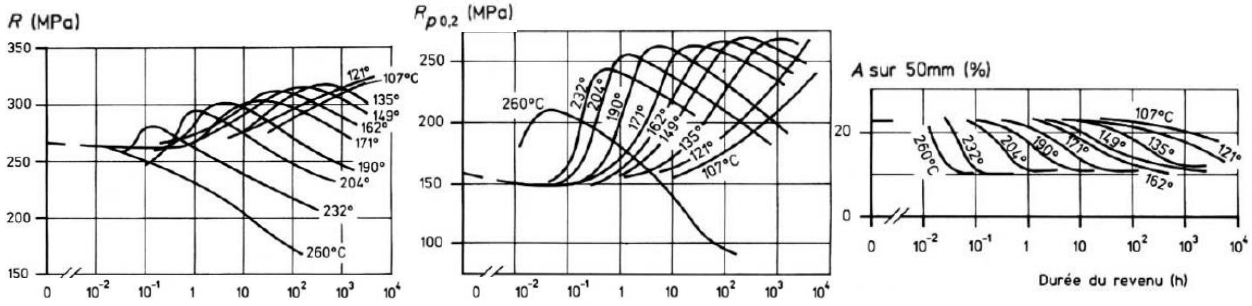


Figure 14 – Evolution de la résistance mécanique, de la limite d'élasticité et de l'allongement après rupture d'un alliage d'aluminium 6061 en fonction de la température et du temps de revenu [1]

Farrell [56] note sur des essais réalisés à plus de 100 °C sur un alliage 6061-T6 une hausse de la ductilité et une baisse de la résistance mécanique en augmentant énormément la durée de revenu (Figure 15), ce qui est dû à la disparition progressive des β''. Les résultats obtenus par Kirman [57] montrent bien l'existence du pic de revenu sur un alliage 7075, et ce pour différents types de revenu (Figure 16).

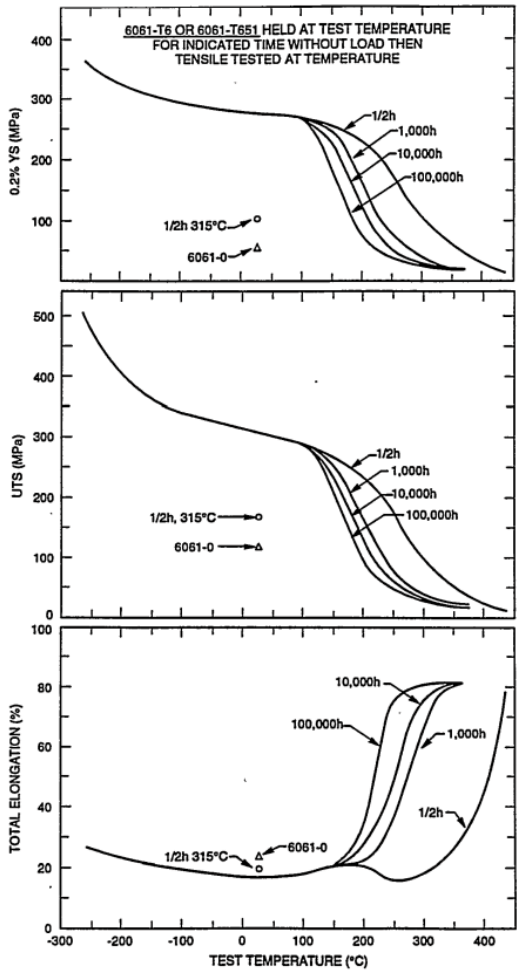


Figure 15 – Effets de la durée de revenu et de la température sur les propriétés mécaniques d'un alliage 6061 [56]

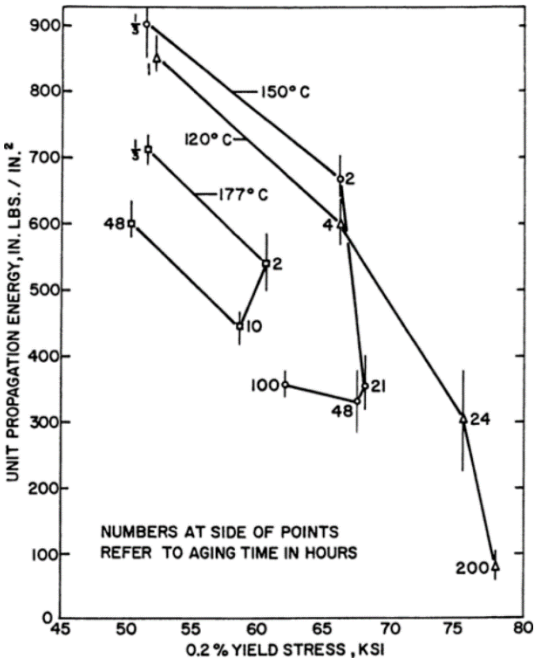


Figure 16 – Evolution de l'énergie de propagation de fissure en fonction de la limite d'élasticité pour 3 revenus : de 1 à 200 h à 120 °C, de 20 min à 100 h à 150 °C, de 20 min à 48 h à 177 °C [57]

Dumont et al. [49] étudient les effets conjoints de la vitesse de trempe et de la durée de revenu sur un alliage 7050. Le pic est situé aux alentours de 15 h, sans influence notable de la vitesse de trempe sur cette durée, mais avec une forte influence sur la résistance à l'entaille (Figure 17). Cette dernière évolue durant le revenu selon deux paramètres : les propriétés plastiques de la matrice et la structure des joints de grains. Plus précisément, le revenu a trois effets remarquables :

- La limite d'élasticité est au maximum au pic de revenu. Celle-ci est commandée par la précipitation durcissante, induite par le taux de solutés qui ne sont pas contenus dans les précipités grossiers créés suite à la trempe.
- La capacité d'écrouissage est haute avant le pic puis basse après le pic (expliqué par le fait que le matériau sous-revenu, contenant des zones de GP cisaillables accompagnées d'une sursaturation encore élevée de solutés, montre un fort taux d'écrouissage, comparable à celui du matériau complètement en solution solide). On peut identifier son importance par exemple en considérant un matériau trempé lentement. En effet, suite à une trempe lente, la limite d'élasticité et la précipitation sur les joints de grains sont pratiquement les mêmes pour un état sous-revenu et un état sur-revenu. Pourtant, le matériau sous-revenu présente une meilleure résistance à l'entaille grâce à sa capacité à s'écrouir et donc à dissiper de l'énergie en pointe de fissure.
- La précipitation sur les joints de grains augmente lors du revenu si la trempe a été rapide, mais reste peu affectée si la trempe a été lente. Cette précipitation est déterminante concernant la résistance à l'entaille : une fois qu'elle est apparue (si la trempe n'a pas été assez rapide), même avec un revenu idéal il ne sera pas possible d'obtenir de bonnes propriétés en ténacité.

Ce sont ces deux derniers paramètres qui influent le plus sur la résistance à l'entaille : dans le cas d'une trempe lente, c'est donc davantage la capacité d'écrouissage qui pilote la ténacité de l'alliage, et dans le cas d'une trempe rapide, cette ténacité évolue en fonction à la fois de la capacité d'écrouissage et du processus de précipitation aux joints de grains. Mais la limite d'élasticité est également importante : non seulement car elle influe directement sur la taille r_y de la zone plastique (voir précédemment), mais aussi parce que dans un matériau sur-revenu, le contraste entre la limite d'élasticité de la PFZ et celle de la matrice est plus réduit que dans un matériau revenu au pic. Cela peut expliquer la légère augmentation de la résistance à l'entaille après le pic de revenu (car on obtient un écoulement plastique plus homogène, avec une localisation moindre).

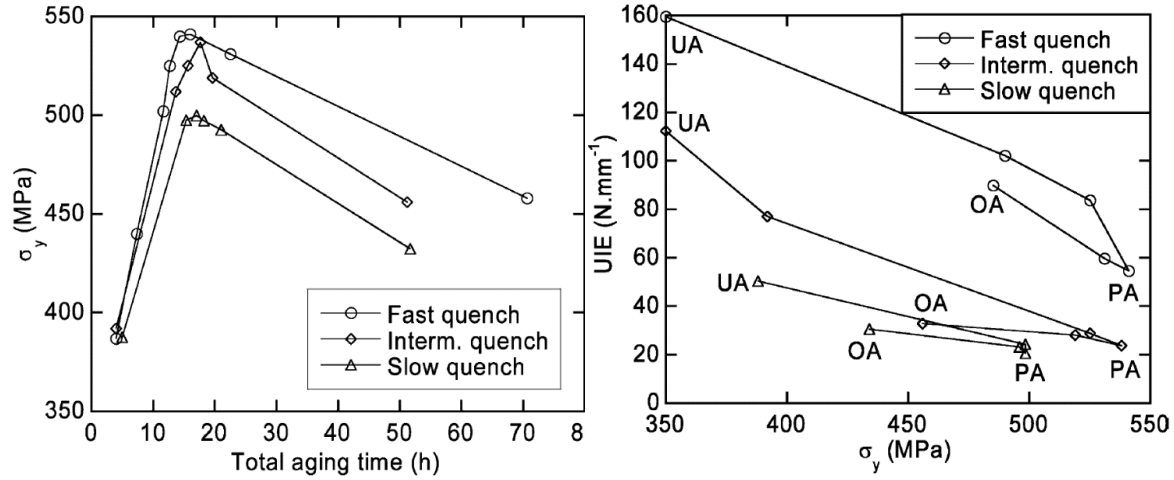


Figure 17 – Evolution des propriétés mécaniques (limite d'élasticité σ_Y et résistance à l'entaille UIE) avec le temps de revenu, pour trois vitesses de trempe différentes sur un alliage 7050 [49]

Les études réalisées par Ryum [58,59] et par Ludtka et al. [60] mettent également en évidence le rôle de cet écart entre les contraintes subies par la matrice et la PFZ, qui est maximal au pic de revenu (ce qui fournit les conditions optimales pour que la déformation se concentre dans la zone molle qu'est la PFZ), puis qui diminue lors du sur-revenu (fournissant alors une meilleure ténacité).

En amont du projet dans lequel s'inscrit cette thèse, des études ont été réalisées par la société Constellium [53] qui a évalué que le pic de revenu à 175 °C a été atteint après une durée de 8 à 12 h (Figure 18), sur un alliage 6061 mis en solution à 560 °C pendant 2 h puis trempé à une vitesse de 6,7 °C/s.

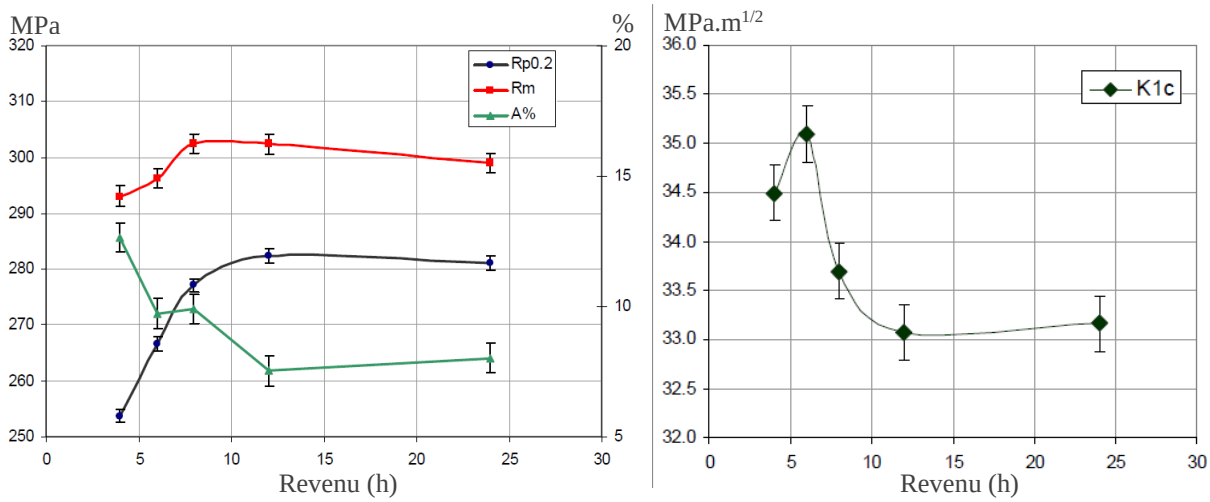


Figure 18 – Effet de la durée de revenu sur les propriétés mécaniques en traction et en ténacité d'un alliage 6061 [53]

2. RUPTURE DUCTILE ET TENACITE

2.1. Les mécanismes classiques de la rupture ductile

2.1.1. La rupture ductile

La rupture ductile, ou plutôt l'endommagement ductile, se décompose en trois étapes successives [61] :

- La phase de germination : des vides (ou cavités) se forment au niveau d'inclusions ou de particules soit par décohésion de l'interface particule / matrice, soit par rupture de ces inclusions. La porosité préexistante éventuelle est également à prendre en compte.
- La phase de croissance : ces cavités grossissent et se déforment par écoulement plastique de la matrice environnante. Cela a également pour effet d'adoucir progressivement le matériau.
- La phase de coalescence : les cavités voisines se rapprochent et finissent par se rejoindre pour former une fissure macroscopique entraînant la ruine de la structure

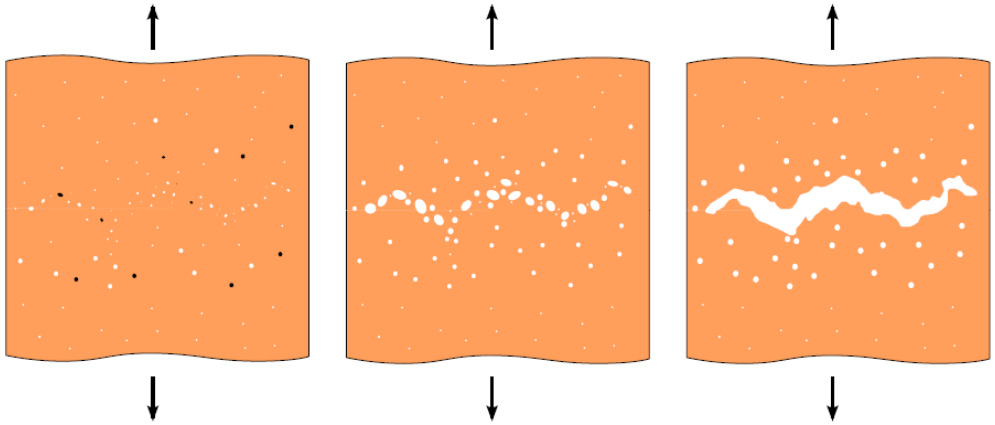


Figure 19 – Schéma représentant les phases de germination, croissance et coalescence d'un endommagement ductile [62]

On distingue généralement deux mécanismes de coalescence, illustrés sur la Figure 20. Premièrement la coalescence par striction interne, qui intervient principalement sur les inclusions les plus grossières : de larges cavités primaires sont formées, souvent à cause d'un haut taux de triaxialité des contraintes, ce qui provoque le rétrécissement puis la rupture des ligaments entre les cavités, avec peu voire sans germination de porosités secondaires. Cependant, les alliages contiennent généralement une deuxième population d'inclusions à une échelle plus réduite, qui se manifestent par une germination de cavités dans d'étroites bandes sur ces inclusions secondaires, phénomène appelé ''void sheeting'' notamment par Garrison et Moody [61]. Le rôle de cette deuxième population est notamment mis en évidence à des taux de triaxialité plus faibles, qui ne permettent pas aux porosités nucléées sur les inclusions primaires de croître suffisamment.

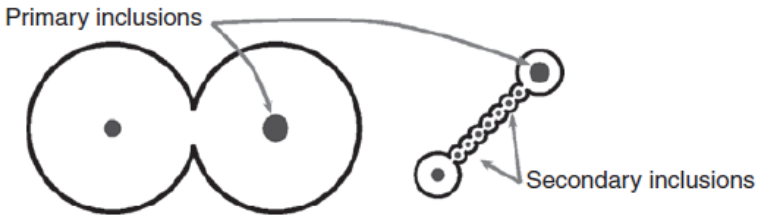


Figure 20 – Les micromécanismes de coalescence de la rupture ductile : à gauche par striction interne, à droite par ''void sheeting'' [63]

Le taux de triaxialité des contraintes jouant donc directement sur la croissance et sur le mécanisme de coalescence, ce dernier peut varier sur la même éprouvette : par exemple à cœur, où la triaxialité est forte (état de déformation plane), la striction interne aura tendance à dominer, tandis qu'en peau, où la triaxialité est plus faible (état de contrainte plane), c'est le void sheeting qui prédominera, comme illustré sur la Figure 21 proposée par Anderson [54].

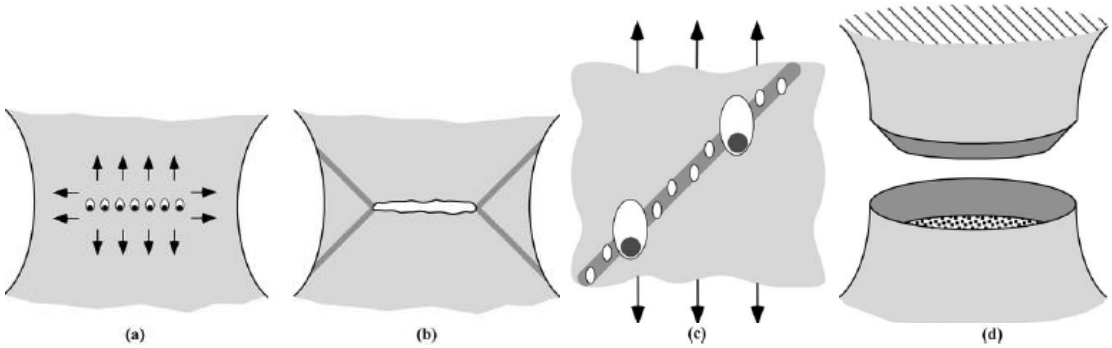


Figure 21 – Mécanisme de la rupture ductile sur une éprouvette cylindrique : (a) Croissance des cavités à haut taux de triaxialité (b) Formation de la fissure et des bandes de déformation (c) Germination sur les petites inclusions le long des bandes de déformation (d) Faciès de rupture [54]

2.1.2. Les principaux mécanismes

La présence de précipités, d'intermétalliques ou de dispersoïdes offre des sites préférentiels pour la germination, ce qui est d'une importance capitale comme le montrent par exemple les études de Decreus et al. [64] sur un alliage 2000, de Gräf et al. [65] sur un alliage 7000, ou de Vasudévan et al. [66] sur des alliages modèles Al-Li. Dumont et al. [49,67] mettent en évidence la rupture ou la décohésion de particules grossières (intermétalliques ou parfois Mg_2Si, comme sur l'alliage 6061) sur des alliages 7050. La plupart de ces particules fragiles à l'avant de la pointe de fissure sont endommagées dès le début de la plasticité, très longtemps avant que la fissure macroscopique n'apparaisse. L'influence de ces particules sur la ténacité est tellement importante qu'on peut donc éventuellement la traiter indépendamment des autres effets métallurgiques (comme les propriétés plastiques ou l'affaiblissement des joints de grains par la précipitation intergranulaire), mais indirectement les traitements thermiques influent sur la ténacité, en étant responsables de la présence notamment des Mg_2Si comme nous l'avons vu plus haut.

Cette influence des inclusions et de la porosité préexistante est donc déterminante, indépendamment de leur position dans le matériau. Cependant sur certains alliages, notamment parmi les alliages d'aluminium à durcissement structural, les inclusions ont tendance à se placer préférentiellement sur les joints de grains, comme Shen [15] l'a montré sur l'alliage 6061, ce qui influe directement sur les mécanismes de rupture. Plus précisément, dans ce cadre de la rupture ductile des alliages d'aluminium durcis par précipitation, la rupture peut se manifester par l'intermédiaire de trois mécanismes principaux, dont une représentation schématique est indiquée sur la Figure 22 :

- La rupture ductile intergranulaire est caractérisée par des surfaces relativement planes qui révèlent la structure de grains initiale. Deux phénomènes expliquent la rupture intergranulaire :
  i) premièrement, la formation sur les joints de grains de précipités néfastes à la ténacité à partir d'une taille critique ;
  ii) deuxièmement, comme expliqué précédemment en 1.3.3, la localisation de la déformation et de la contrainte dans les zones vierges de précipités intergranulaires (PFZ), molles et parfois dépourvues de soluté [46,51].
- La rupture ductile transgranulaire est quant à elle caractérisée par des cupules, contenant un précipité à cœur.
- La rupture ductile transgranulaire en cisaillement est caractérisée par de larges surfaces planes traversées par des lignes de glissement. Ce mode de rupture intervient surtout sur les alliages sous-revenus, principalement constitués de précipités durcissants du type zone de Guinier-Preston. En effet ces précipités peuvent être cisaillés par les dislocations, ce qui entraîne un glissement « plan » non homogène et une localisation de la déformation plastique à l'intérieur des bandes de glissement. Notons que Vasudévan et al. [66] qualifient ce mode de rupture en cisaillement d ' « intergranulaire », car selon eux les fortes concentrations de contraintes induites par cette localisation provoquent une rupture à l'extrémité des bandes de glissement, et donc aux joints de grains.

Dumont et al. [49] ont quantifié ces trois mécanismes sur deux alliages de la série 7000. La Figure 23 schématise les principales conclusions qu'on peut tirer de cette étude. Leurs données ont été réexploitées afin d'obtenir la Figure 24.

Hval [20] observe sur deux alliages 6082 une détérioration de la ténacité qu'il explique par le passage d'un mode de rupture principalement intragranulaire à une rupture intra- et intergranulaire, avec une très forte présence d'intermétalliques (particules AlFeSi).

Concernant l'influence de la vitesse de trempe, sa diminution augmente la précipitation intergranulaire, provoquant la fragilisation des joints de grains, et donc favorise la rupture intergranulaire. Morita et al. [45] mettent également en évidence l'évolution de ces mécanismes en testant un même alliage de 6061-T6 après différentes vitesses de trempe, et confirment l'augmentation de la contribution de la rupture intergranulaire en diminuant cette vitesse, comme on peut l'observer sur la Figure 25.

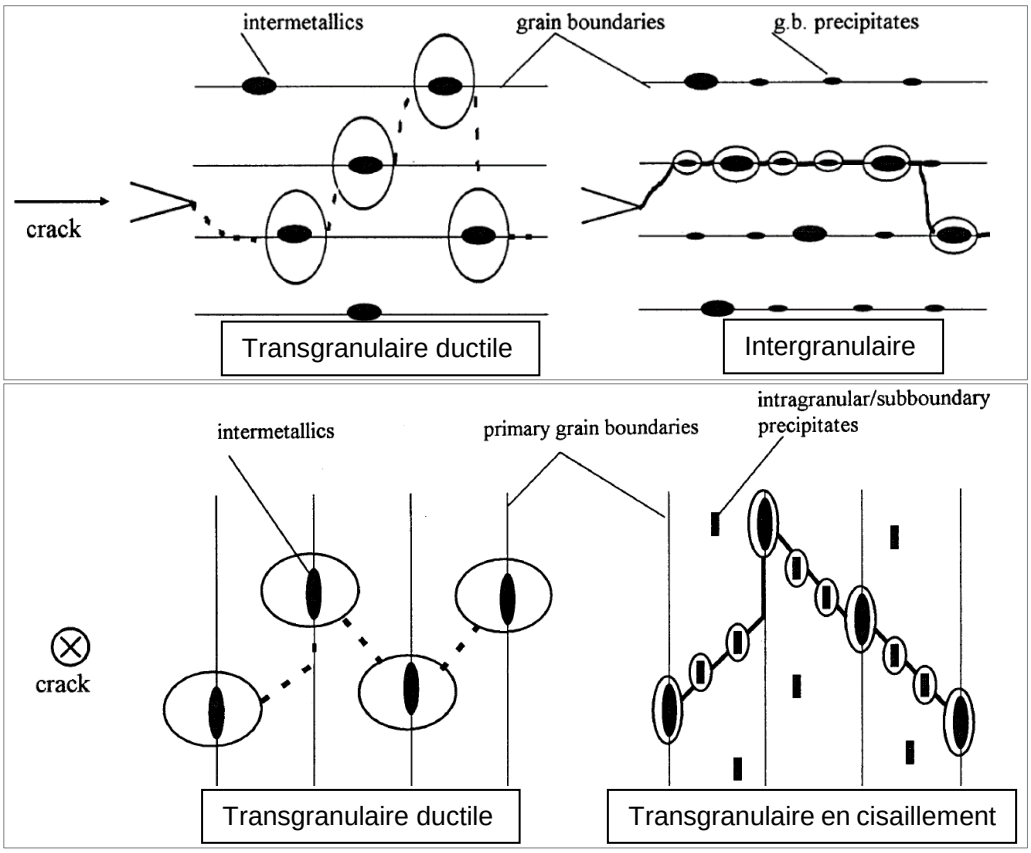


Figure 22 –Principaux mécanismes de rupture dans les alliages d'aluminium durcis par précipitation selon deux sens de sollicitation différents en fonction du fibrage (figure inspirée de [47])

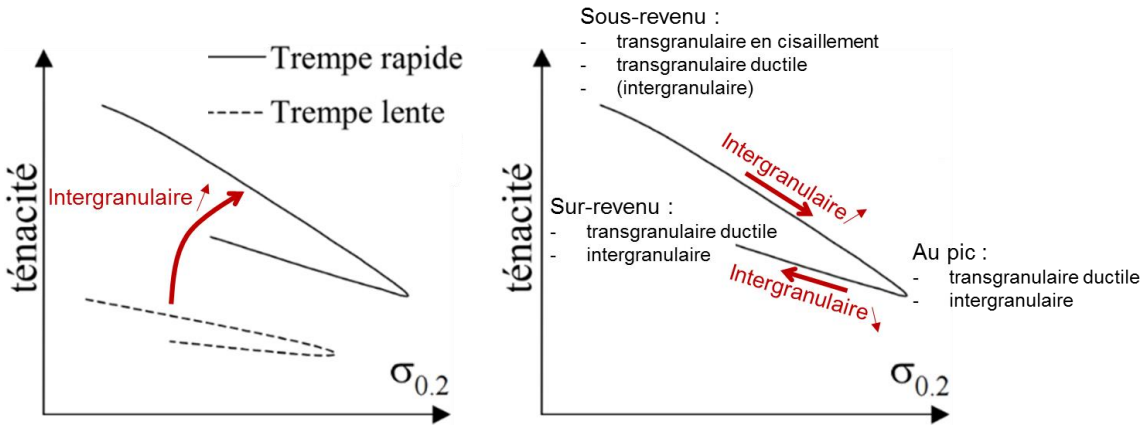


Figure 23 – Représentations schématiques de l'influence du revenu et de la vitesse de trempe sur les mécanismes de rupture [50]

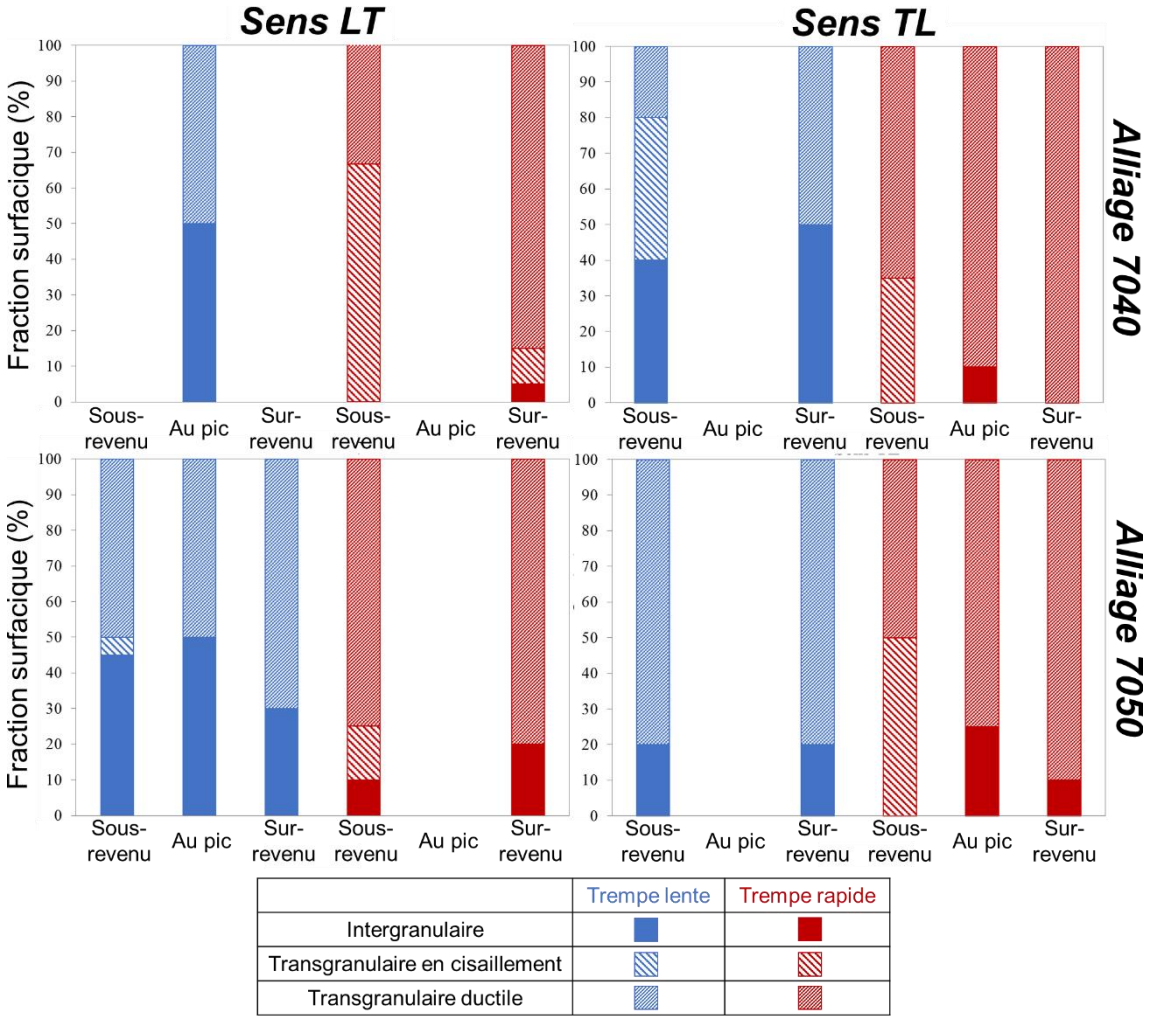


Figure 24 – Evolution au cours du revenu des fractions surfaciques des trois principaux modes de rupture selon deux sens de prélèvement, suite à deux trempes réalisées à des vitesses différentes. Exploitation des données obtenues sur des alliages 7040 et 7050 par Dumont et al. [49,50]

Concernant l'influence du revenu, les études de Dumont et al. [49] montrent qu'un mode mixte est observé quel que soit l'état métallurgique, mais des tendances sont clairement identifiables :

- Pour les états sous-revenus, on observe des ruptures transgranulaire en cisaillement et transgranulaire ductile après une trempe rapide, ainsi qu'une rupture intergranulaire après une trempe lente. La rupture transgranulaire en cisaillement est activée seulement pour ces états sous-revenus car les précipités durcissants sont alors cisaillables et conduisent à la formation de bandes de glissement intenses.
- Pour les états revenus au pic, les ruptures intergranulaire et transgranulaire ductile interviennent principalement (la rupture transgranulaire en cisaillement a totalement disparu). Le mécanisme transgranulaire ductile est prépondérant après une trempe rapide, mais les rapports semblent s'équilibrer après une trempe lente.
- Pour les états sur-revenus, les ruptures dominantes sont intergranulaire et transgranulaire ductile. Bien que la tendance soit assez peu marquée, il semble que la proportion de rupture intergranulaire soit plus faible qu'après un revenu au pic. Comme nous l'avons vu précédemment en 1.3.4 [58–60], cette légère baisse de la proportion de rupture intergranulaire par rapport au revenu au pic peut être expliquée par l'écart moins important entre la limite d'écoulement de la matrice et celle de la zone molle autour du joint, ce qui rend moins intense la localisation de la déformation dans la PFZ.

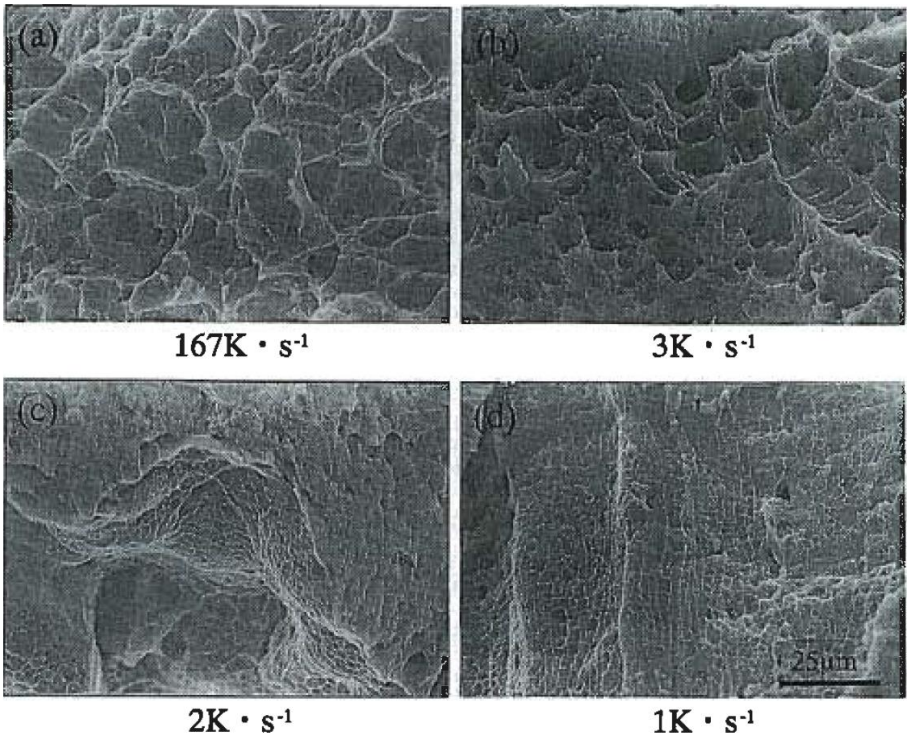


Figure 25 – Fractographies MEB réalisées après des essais de ténacité sur différents alliages de 6061-T6 ayant subi des vitesses de trempes différentes [45]

Haas et al. [44] comparent eux-aussi les mécanismes de rupture sur un alliage 6061 après une trempe lente et une trempe rapide sur des échantillons sous-revenus, revenus au pic et sur-revenus.

Suite à la trempe rapide, la rupture est principalement transgranulaire ductile quel que soit le revenu, et la rupture intergranulaire est la plus forte au pic. Les auteurs soulignent que comme la taille de grains et la distribution des intermétalliques restent inaltérées durant le revenu, la modification des mécanismes de rupture (clairement identifiables sur la Figure 26) peut être attribuée seulement aux changements dans la matrice et dans la précipitation intergranulaire. Dans un état sous-revenu, les précipités sont facilement cisaillables par les dislocations, formant des bandes de glissement qui favorisent le cisaillement (repérable par de larges surfaces planes). Au contraire, les aiguilles présentes au pic de revenu renforcent la résistance au cisaillement ce qui conduit à une rupture davantage intergranulaire (favorisée toujours par la différence de limite d'écoulement entre la matrice et le joint de grain). Mais contrairement aux observations de Dumont et al. [49] décrites précédemment, ici sur l'alliage 6061 on constate une réapparition nette de la rupture transgranulaire en cisaillement sur les échantillons sur-revenus, ce que les auteurs attribuent à la capacité des précipités grossiers apparus après le pic à être cisaillés.

Suite à la trempe lente, cette évolution (augmentation puis diminution de la rupture intergranulaire) intervient de la même manière, avec de façon générale une plus grande proportion de rupture intergranulaire et une diminution de la rupture transgranulaire en cisaillement.

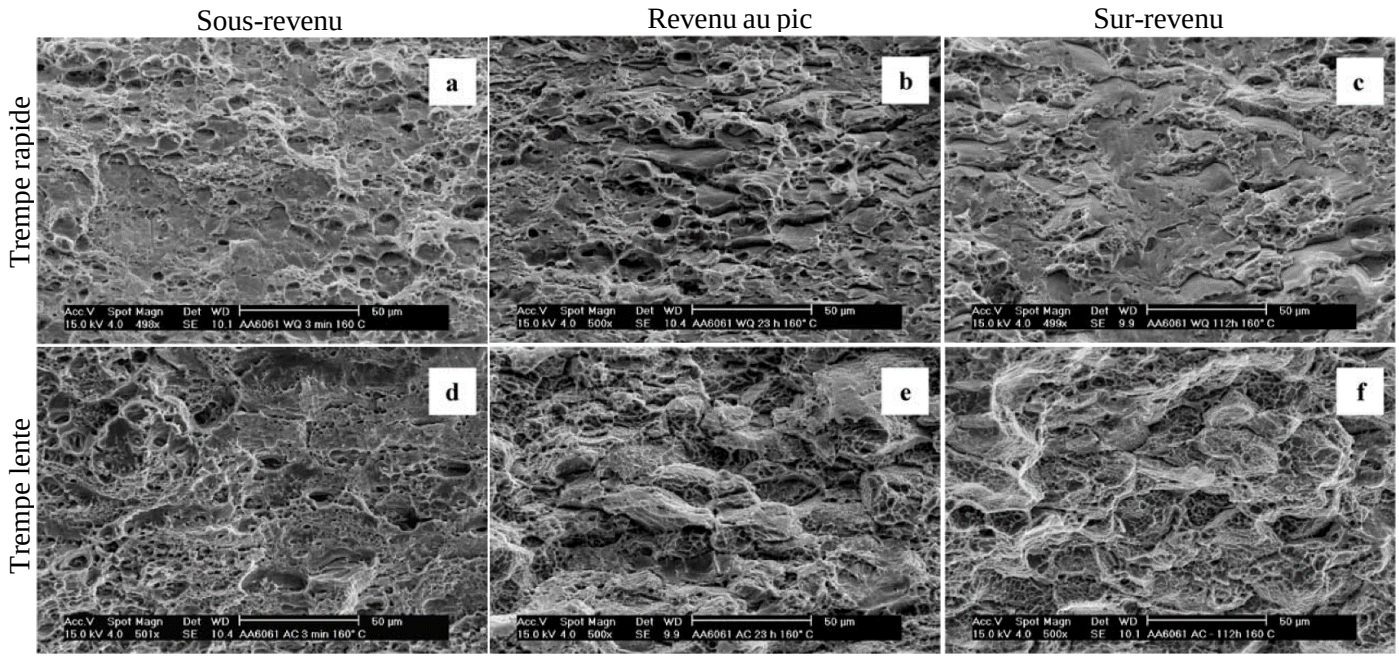


Figure 26 – Faciès de rupture d'échantillons de 6061 suite à deux vitesses de trempe différentes et à différentes étapes du revenu [44]

2.2. Introduction à la modélisation de la ténacité

2.2.1. Modèles macroscopiques

Modèles basés sur la précipitation grossière

Nous avons vu que la valeur de la ténacité est fortement dépendante de la fraction volumique de précipités grossiers. Plusieurs modèles s'appuyant sur cette observation ont donc été établis, comme celui de Rice et al. [68] qui fait l'hypothèse que la fissure s'amorce lorsqu'une déformation suffisante est atteinte à une distance critique δ_c en tête de fissure (qui est de l'ordre de la distance λ entre les particules grossières). Le facteur d'intensité de contrainte critique en mode I (en MPa.m$^{1/2}$) s'exprime ainsi (E étant le module de Young et σ_Y la contrainte d'écoulement) :

$$K_{IC} = \sqrt{2\sigma_Y E \delta_c}$$

Ayant constaté que de faibles niveaux de déformation peuvent provoquer la formation de cavités sur les précipités grossiers d'alliages des séries 2000 et 7000, Hahn et al. [69] considèrent que l'étape limitante de la rupture concerne soit la propagation de la fissure d'un précipité fissuré à un autre, soit la croissance des cavités. En reprenant le modèle précédent et en exprimant la distance critique en fonction du diamètre D et de la fraction volumique f_V des particules grossières, ils modélisent la ténacité comme une fonction inversement proportionnelle à la fraction volumique f_V à la puissance 1/6 (et donc à la puissance 1/3 en J) :

$$K_{IC} = \sqrt{\left[2\sigma_Y E \left(\frac{\pi}{6}\right)^{\frac{1}{3}} D\right] f_V^{\frac{-1}{6}}}$$

Cette relation décrit assez bien l'effet de la fraction volumique des particules grossières sur la ténacité. Mais selon Van Stone et al. [33], c'est plutôt une conséquence directe de l'influence des particules grossières sur la germination des cavités, et non sur la croissance et la coalescence de ces cavités (c'est-à-dire la propagation de la fissure). Ainsi ce modèle serait faussé car il ne tient pas compte directement de la formation des cavités à l'interface particules grossières / matrice.

Un autre modèle proposé par Garrett et al. [70] relie la ténacité au coefficient d'écrouissage, et donc principalement à l'effet du revenu dans le cadre des alliages d'aluminium à durcissement structural. La formulation est la suivante, où C est une constante, ν le coefficient de Poisson, ε_C la déformation critique de rupture et n le coefficient d'écrouissage (sans unité) :

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{2CE\varepsilon_C\sigma_Y n^2}{1-\nu^2}}$$

Chen et al. [71] introduisent dans ce modèle la contrainte critique de décohésion précipité / matrice σ_C, la distance entre les particules grossières λ, le vecteur de Bürgers b ainsi que des constantes A et m. Ces modèles décrivent convenablement la cinétique du revenu, mais la fraction volumique des précipités grossiers n'est plus considérée. En combinant ce modèle avec celui proposé par Hahn et al. [69], on obtient :

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{m}{10A} E\varepsilon_C\sigma_Y n^2 \left(\frac{\pi}{6}\right)^{\frac{1}{3}} f_V{}^{\frac{-1}{6}}}$$

Shen [15] trouve un très bon accord entre les résultats obtenus avec ces différents modèles et les résultats expérimentaux obtenus sur six nuances de 6061-T6. D'après ses observations in-situ [72] qui montrent que l'endommagement s'initie dès la limite d'élasticité et principalement sur les Mg_2Si grossiers, il considère seulement ces derniers en négligeant la contribution des IMF, et la contrainte critique de décohésion de l'interface précipité / matrice σ_C est estimée être égale à la limite d'élasticité.

En revanche, Van Stone et al. [33] ont remarqué expérimentalement que la ténacité décroit lorsque la taille des précipités augmente, contrairement à ce que prédit le modèle de Hahn et al. [69]. De plus, le fait que la ténacité soit directement proportionnelle à la racine carrée de la limite d'élasticité ne semble pas être réaliste [57].

Modèles basés sur l'évolution de la PFZ

Plusieurs travaux ont établi des modèles de ténacité reposant sur une rupture sur les joints de grains, comme celui d'Embury et al. [73] qui considère que l'ensemble des contraintes est concentré dans la PFZ, et relie le facteur d'intensité des contraintes à la fraction surfacique A_f de particules aux joints de grains et à la résistance mécanique σ_R :

$$K_{IC} \sim \sqrt{\frac{E\sigma_R}{2}\left(\frac{1}{\sqrt{A_f}} - 1\right)}$$

Suite à une approche négligeant la partie élastique et différenciant les contributions plastiques des grains et de la PFZ, Morgeneyer et al. [46] montrent que sur un alliage 6156-T6 les contraintes sont effectivement environ 100 fois plus importantes dans la PFZ que dans le grain. Cependant, leurs résultats indiquent que la quasi-totalité du travail dû à la déformation de cisaillement plastique est contenue dans le grain, ce qui s'accompagne naturellement d'une très faible influence de la largeur de la PFZ sur la ténacité.

On notera que cette hypothèse est en contradiction avec d'autres modèles qui relient très fortement la ténacité avec les propriétés de la PFZ, comme celui de Li et al. [74] sur un alliage Al-Cu-Mg-Ag. Ce modèle fait intervenir la contrainte d'écoulement σ_{PFZ} et la déformation à la rupture ε_{fi} dans la PFZ, les tailles caractéristiques des grains et de la PFZ d_G et d_{PFZ}, ainsi qu'une constante C :

$$K_{IC} \cong \sqrt{\frac{E\sigma_{PFZ}d_{PFZ}\varepsilon_{fi}}{Cd_G}}$$

2.2.2. Approche locale de la rupture

Cependant les alliages d'aluminium présentant une rupture de type ductile, il n'est pas pertinent de formuler les valeurs de la ténacité avec une approche de type *K*, qui fait l'hypothèse d'un comportement élastique. Il faut prendre en compte l'énergie plastique dissipée et exprimer les valeurs de la ténacité avec l'approche en intégrale de contour *J* (voir paragraphe 2.3), qui quantifie l'énergie nécessaire pour propager un défaut (en kJ/m^2). L'expression communément admise $J = \frac{K_J{}^2(1-\nu^2)}{E}$ [75] est valable seulement si la plasticité est confinée, ce qui nécessite une analyse de la zone plastique en fonction de la géométrie de l'éprouvette. D'autres modèles présents dans la littérature n'ont pas une approche aussi macroscopique que les précédents, et proposent différentes lois de comportement modélisant les mécanismes d'endommagement de la rupture ductile. C'est ce qu'on appelle l'approche locale de la rupture, car ce sont les champs locaux qui sont analysés.

Comme expliqué plus haut, la rupture ductile est physiquement pilotée par une séquence d'endommagement typique de germination, croissance et coalescence de cavités [76,77]. Un rapide rappel des principaux modèles micromécaniques, inspiré de [63,78], est présenté ci-dessous.

Croissance

Les modèles sont généralement dédiés à la croissance. Le modèle de Rice-Tracey [79] évalue la croissance de cavités sphériques dans un milieu infini, rigide, incompressible et parfaitement plastique :

$$\frac{\dot{R}}{R} = \dot{p}\ 0.283\ e^{\frac{3}{2}\frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}}$$

où R est le rayon actuel de la cavité (et donc $\dot{R}$ la vitesse de croissance), $\dot{p}$ la vitesse de déformation plastique équivalente, σ_m la contrainte hydrostatique et σ_{eq} la contrainte équivalente de Von Mises. Il y a rupture quand le taux de croissance des cavités atteint une valeur critique [76].

Cependant ce modèle considère que la triaxialité des contraintes n'influe pas sur ce taux critique s'il n'existe qu'un mécanisme d'endommagement. Il ne prend donc pas en compte les mécanismes de coalescence qui apparaissent notamment aux fortes déformations, et la phase de germination des cavités est négligée. Ce modèle est non-couplé, c'est-à-dire qu'il ne prend pas en compte l'adoucissement du matériau induit par la croissance des cavités.

Or cet adoucissement a un effet sur la plasticité. Des modèles couplés existent, comme ceux proposés par Rousselier [80], Lemaitre [81] ou encore Gurson [82]. Ce dernier est un modèle couplé de croissance des cavités basé sur leur fraction volumique *f*, qui prend en compte l'écrouissage en égalant la dissipation plastique du matériau hétérogène à un matériau fictif homogène dont la limite d'élasticité évolue. Le modèle de Gurson [82] a ensuite été complété par Tvergaard et Needleman [83], qui ont proposé une expression modifiée du potentiel plastique Φ :

$$\Phi = \frac{\sigma_{eq}^2}{R^2} + 2q_1 f_* \cosh\left(\frac{1}{2} q_2 \frac{\sigma_{kk}}{R}\right) - 1 - q_1^2 f_*^2$$

où σ_{eq} est la contrainte équivalente de Von Mises, σ_{kk} la trace du tenseur des contraintes, *R* la contrainte d'écoulement plastique de la matrice (elle représente donc son écrouissage isotrope), q_1 et q_2 des paramètres du modèle décrivant la croissance. f_* (qui peut être interprétée comme la porosité efficace) est une fonction qui dépend de la porosité totale f_t et de la porosité à la rupture f_R.

Ce modèle est appelé modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN), et de nombreux auteurs l'ont fait évoluer, comme par exemple Benzerga et Besson [84], Benzerga et al. [85], ou Besson et Guillemer-Neel [86]. Le modèle GTN introduit de nouveaux paramètres comme q_1 et q_2, qui permettent de décrire plus précisément la cinétique de croissance. En se basant sur les calculs de cellule unitaire de Koplik et

Needleman [87], les valeurs $q_1 = 1{,}5$ ou $1{,}25$ et $q_2 = 1{,}0$ sont souvent utilisées. Faleskog et al. [88] ont montré que ces paramètres dépendent de paramètre d'écrouissage ainsi que du ratio entre la limite d'élasticité et le module de Young.

Coalescence

En introduisant la fonction f_* (qui représente le taux de porosité efficace), Tvergaard et Needleman [83] ont ajouté la description de la coalescence des cavités par striction interne à partir d'une certaine porosité critique f_c. D'autres modèles dédiés à la coalescence ont été proposés, comme ceux de Thomason [89,90] ou encore [85,91,92]. Cette fonction f_*, qui dépend du taux de porosité f_t, modélise en effet le fait que l'endommagement augmente plus rapidement quand la coalescence s'initie :

$$f_* = \begin{cases} f_t & si\ f_t \leq f_c \\ f_c + \left(\frac{1}{q_1} - f_c\right)\frac{f_t - f_c}{f_R - f_c} & sinon \end{cases}$$

avec [93] :

$$f_t = f_g + f_n$$

f_g représente l'évolution de la porosité due à la croissance et s'exprime ainsi :

$$\dot{f_g} = (1 - f_t)tr\underline{\dot{\varepsilon}_p}$$

f_n représente l'évolution de la porosité due à la germination, objet du prochain paragraphe.

Germination

La germination est beaucoup moins étudiée que la croissance et la coalescence d'un point de vue micromécanique, notamment à cause de la complexité intrinsèque de l'interface inclusion / matrice. Au sujet de la germination dans les alliages d'aluminium, citons par exemple les travaux de Walsh et al. [34], ou ceux de Hannard et al. [94–96] qui traitent notamment de ce sujet sur trois alliages d'aluminium de la série 6000.

Le débat le plus animé concerne l'origine de la germination, pour déterminer si elle est contrôlée davantage par la déformation ou par la contrainte. Tvergaard [97], Argon et al. [98] ou encore Hannard et al. [94] ont proposé un modèle de contrôle par la contrainte. Mais en pratique, la germination par la déformation est privilégiée car elle est plus facile à implémenter numériquement [99], même si elle ne reproduit pas la dépendance à la triaxialité des contraintes [100]. Généralement, le taux de nucléation est exprimé ainsi :

$$\dot{f_n} = A_n(\ldots)\dot{p}$$

où p est la déformation plastique et A_n un paramètre qui peut dépendre de variables d'état du matériau. Dans la plupart des cas, A_n dépend uniquement de la déformation plastique p. Un des modèles les plus utilisés est celui de Chu et Needleman [93] qui ont introduit une loi gaussienne :

$$A_n = \frac{f_N}{s_N\sqrt{2\pi}} exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{p - \varepsilon_N}{s_N}\right)^2\right)$$

où f_N est la fraction volumique de particules pouvant potentiellement être des sites de germination, ε_N la déformation pour laquelle 50 % de ces particules sont cassées, et s_N l'écart-type autour de cette déformation. Mais d'autres formes de loi de germination sont également utilisées [101–103]. Ueda et al. [104] ont introduit par exemple deux cinétiques de nucléation pilotées par la déformation pour distinguer deux populations de précipité.

La plupart des modèles qui utilisent une nucléation pilotée par la contrainte utilisent le maximum de la contrainte principale atteint lors de l'historique de chargement, afin d'obtenir la fraction volumique d'inclusions ayant germiné par clivage ou par décohésion. L'effet de l'état de contrainte peut également être pris en compte en utilisant une nucléation pilotée par la déformation où A_n est une fonction de l'état de contrainte. Par exemple, la taux de nucléation a été considéré comme dépendant de la triaxialité dans [105].

2.3. Mesure expérimentale de la ténacité

Les mesures de ténacité s'effectuent sur des éprouvettes préfissurées en fatigue. En élasticité linéaire, on rappelle que la ténacité K_{1C} définit le facteur d'intensité de contrainte critique en mode I qui permet la propagation de fissure, et se mesure par la réalisation d'essais en chargement monotone croissant sur des éprouvettes préfissurées. L'hypothèse d'élasticité linéaire est adaptée à la rupture fragile (rupture brutale).

Dans le cas de la rupture ductile, la valeur de K_{IC} reste valide seulement si la plasticité reste confinée, c'est-à-dire si la taille de la zone plastique en pointe de fissure est réduite. D'après Rice [106], cette condition, appelée hypothèse de confinement de plasticité, est vérifiée si d'une part le ligament de l'éprouvette est suffisamment grand par rapport à la taille de la zone plastique, et si d'autre part l'épaisseur de l'éprouvette est suffisamment grande pour obtenir un état de déformation plane. La norme [75] définit des conditions analytiques de validité issues de cette théorie, et donne une épaisseur minimale B :

$$B \geq 2{,}5\left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_Y}\right)^2$$

Ces hypothèses nécessaires à la quantification de la ténacité K ne sont pas vérifiées dans les matériaux ductiles présentant une zone plastique étendue, ce qui s'accompagne généralement d'une propagation de fissure stable. Rice [106] propose une autre quantification de la ténacité adaptée à ces matériaux dans le cadre de la mécanique élastoplastique de la rupture: la valeur de l'intégrale de contour J, qui permet de définir l'état de contrainte et de déformation en pointe de fissure. Begley [107] montre que cette valeur est valable en tant que critère de propagation de fissure : elle quantifie en $kJ.m^{-2}$ l'énergie nécessaire pour propager un défaut.

En pratique, lors d'essais sur éprouvettes préfissurées, la démarche consiste à tracer l'évolution de l'énergie J en fonction de l'avancée de fissure da à partir d'une longueur initiale de fissure a_0, en se basant sur la courbe force – ouverture de l'éprouvette. La méthode des décharges partielles permet de mesurer l'avancée de la fissure à chaque décharge à partir des relations analytiques de complaisance élastique ; la complaisance est déterminée par l'inverse de la pente de la courbe force - ouverture de l'éprouvette, et augmente progressivement lorsque la fissure se propage. L'objectif est d'évaluer deux paramètres principaux :

- Par convention et par souci d'analogie avec la limite d'élasticité à 0,2 % $R_{p0,2}$, on considère la résistance à l'amorçage de fissure, notée $J_{0,2}$, comme étant égale à l'énergie correspondant à une propagation stable de 0,2 mm.
- On évalue la résistance à la propagation de fissure, notée $\frac{dJ_{mat}}{da}$, comme étant égale à la pente de la courbe J–da une fois que la fissure a amorcé.

2.4. Dépouillement des essais de ténacité

Au CEA, les essais sur l'aluminium 6061 sont généralement effectués sur des éprouvettes de ténacité CTJ avec rainures latérales (afin d'obtenir une fissure contenue dans le plan médian) de 12,5 mm d'épaisseur (épaisseur notée B) dont le plan est indiqué sur la Figure 27. La conduite et l'exploitation

de ces essais sont décrites par la norme ASTM 1820 [75], dont les principales étapes sont décrites ci-après.

2.4.1. La préfissuration

Avant la préfissuration, l'éprouvette doit être usinée avec des rainures latérales d'une profondeur de *B/20* selon la norme, où *B* correspond à l'épaisseur de l'éprouvette (12,5 mm pour des CT12,5). On préfissure ensuite l'éprouvette en fatigue jusqu'à obtenir une fissure d'une longueur de $a_0 = 0{,}6W$ (15 mm ici) où *W* est la distance entre une position de référence représentée par la ligne de charge sur les CT et l'extrémité de l'éprouvette (25 mm ici). Cette longueur est estimée grâce à la mesure indirecte de la complaisance de l'éprouvette. Cette étape permet d'obtenir une préfissure en fatigue qui se caractérise par un très faible rayon de courbure en pointe de fissure, et donc d'obtenir un facteur d'intensité des contraintes très important. On réusine ensuite de nouveau les rainures latérales afin de les approfondir jusqu'à une profondeur de *B/10*.

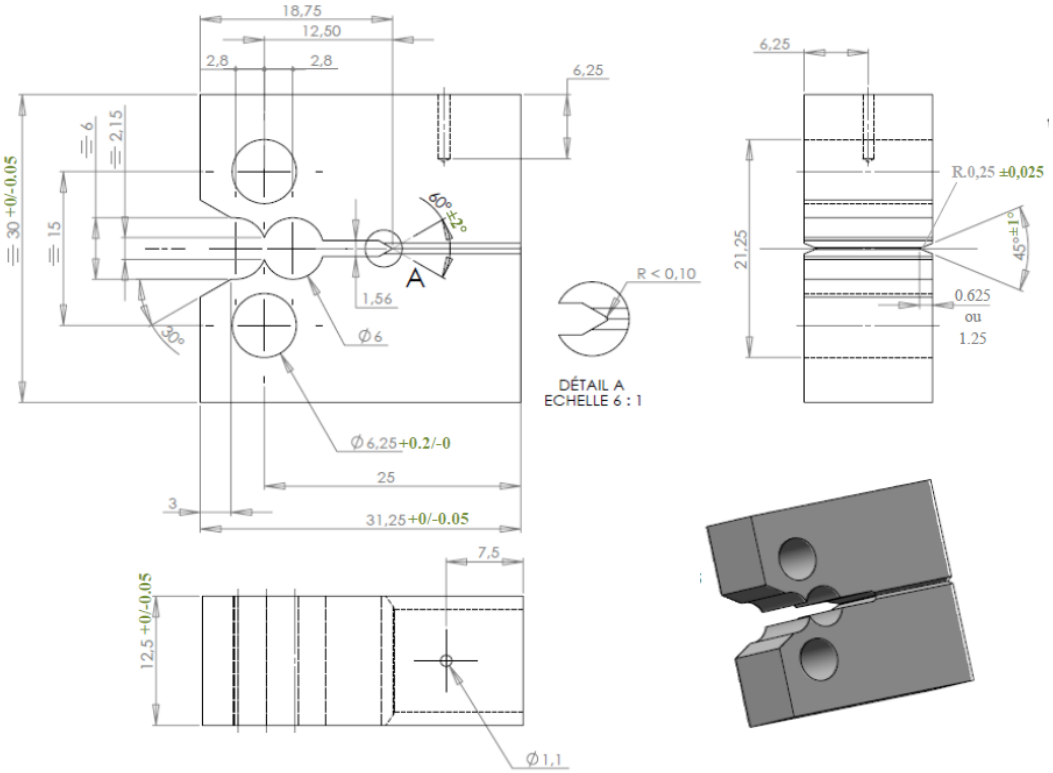


Figure 27 – Plan d'une éprouvette de ténacité CTJ 12,5 mm

2.4.2. L'essai de ténacité

L'essai de ténacité est un essai de propagation stable de fissure. Il permet de mesurer l'énergie nécessaire pour amorcer puis propager la fissure de manière contrôlée. Afin d'estimer l'avancée de la fissure au cours de l'essai (grandeur *da*), plusieurs méthodes existent [75,108].

Dans notre étude, nous avons utilisé la méthode des décharges partielles, appelée également méthode de la complaisance, qui consiste à réaliser des cycles de charge et décharge partiels à des intervalles prédéfinis pendant l'essai. Les pentes au déchargement sont utilisées pour estimer la longueur de fissure à chaque déchargement à partir des relations analytiques de complaisance élastique. L'avancée de fissure est déduite de ces mesures de complaisance réalisées grâce à un extensomètre situé à l'ouverture des lèvres de l'entaille. A partir de la force maximale mesurée à chaque cycle, on calcule la valeur de l'intégrale *J* correspondant à cette avancée de fissure. L'objectif est d'avoir une propagation stable et maitrisée (donc sur une longueur donnée) qu'on peut mesurer en post-mortem et non pas une propagation

instable (qui pourrait conduire à une rupture de l'éprouvette et empêcher de voir et de mesurer la propagation stable préalable éventuelle).

Une fois l'essai effectué, on rompt l'éprouvette en fatigue pour révéler les faciès de rupture tout en marquant l'étendue de la propagation stable de fissure : cela permet de distinguer l'essai lui-même et les phases en fatigue (préfissuration et postfissuration) grâce à leur différence de texture.

2.4.3. Détermination de l'avancée de fissure

Une fois l'éprouvette rompue en deux, il faut déterminer l'avancée de fissure initiale a_0 et l'avancée de fissure finale a_f afin d'en déduire l'amplitude de l'avancée de la fissure au cours de l'essai Δa comme indiqué Figure 28.

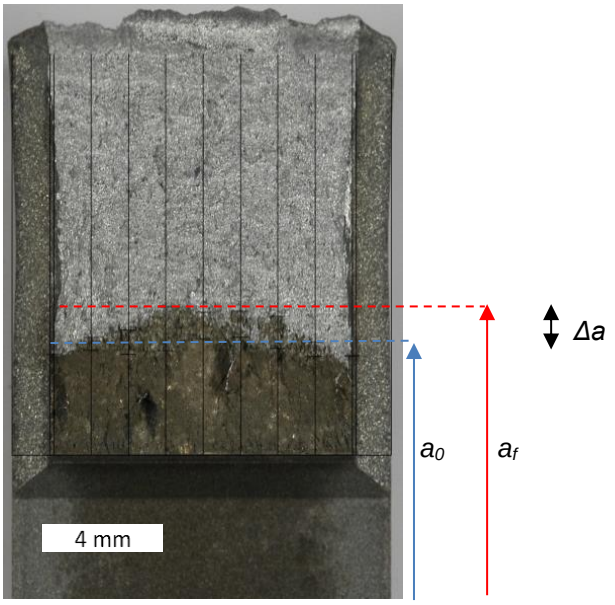


Figure 28 - Photo d'une demi-éprouvette de ténacité rompue

Sur chaque demi-éprouvette, la mesure se fait par profil 9-points, en utilisant la formule suivante :

$$a = \frac{1}{8}\left(\frac{a_1 + a_9}{2} + \sum_{i=2}^{8} a_i\right)$$

2.4.4. Dépouillement de l'essai

- Les notations sont les suivantes :

Concernant l'éprouvette, a désigne la longueur de fissure, W-a la longueur du ligament, B l'épaisseur, B_N l'épaisseur nette dans le plan de l'entaille. Concernant le matériau, E désigne le module de Young, ν le coefficient de Poisson. Concernant les mesures durant l'essai, P désigne la force, v_{pl} l'ouverture plastique de l'éprouvette, A_{pl} l'aire plastique contenue sous la courbe force-ouverture C_c la complaisance mesurée à chaque décharge. u, B_e, f sont des fonctions qui dépendent de la géométrie de l'éprouvette et de l'avancée de la fissure.

- Pour calculer la longueur de la fissure au cours de l'essai :

$$a = W(1.000196 - 4.06319u + 11.24u^2 - 106.043u^3 + 464.335u^4 - 650.677u^5)$$

avec :

$$u = \frac{1}{\sqrt{B_e E C_c} + 1}$$

et :

$$B_e = B - \frac{(B - B_N)^2}{B}$$

- Pour chaque décharge numérotée *(i)*, on calcule l'intégrale *J* avec l'expression suivante :

$$J_{(i)} = J_{el(i)} + J_{pl(i)}$$

- Pour la partie élastique, on a :

$$J_{el(i)} = \frac{K_{(i)}^2 (1 - \nu^2)}{E}$$

avec :

$$K_{(i)} = \frac{P_{(i)}}{\sqrt{B B_N W}} f\left(\frac{a_{(i)}}{W}\right)$$

et :

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right)\left[0.886 + 4.64\frac{a}{W} - 13.32\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14.72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5.6\left(\frac{a}{W}\right)^4\right]}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}}$$

- Pour la partie plastique, on a :

$$J_{pl(i)} = \left[J_{pl(i-1)} + \frac{\eta_{pl(i-1)}\left(A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}\right)}{B_N\left(W - a_{(i-1)}\right)}\right]\left[1 - \gamma_{(i-1)}\frac{a_{(i)} - a_{(i-1)}}{W - a_{(i-1)}}\right]$$

avec :

$$\eta_{pl} = 2 + 0.522\frac{W - a}{W} \quad et \quad \gamma = 1 + 0.76\frac{W - a}{W}$$

et :

$$A_{pl(i)} = A_{pl(i-1)} + \frac{\left(P_{(i)} + P_{(i-1)}\right)\left(v_{pl(i)} - v_{pl(i-1)}\right)}{2}$$

On trace ensuite la ligne d'émoussement sur le graphe *J*-Δa au moyen de l'équation (σ_m est la résistance mécanique) :

$$J = 3{,}75 * \sigma_m * \Delta a$$

Les paramètres qui nous intéressent dans l'exploitation de la ténacité sont :

- a_0 (mm), qui correspond à la longueur initiale de fissure,
- Δa (mm), qui est l'amplitude de la propagation stable de la fissure,
- a_f (mm), qui est la longueur finale de la fissure,
- $J_{0,2}$ (kJ/m²), correspondant à la résistance à la rupture *J* pour une propagation de fissure stable de 0,2 mm.

- Le rapport $\frac{dJ_{mat}}{da}$ (MPa), aussi noté T_{mat}, correspondant au module de résistance à la propagation de fissure et appelé module de déchirement.

Pour mesurer $J_{0,2}$ et $\frac{dJ_{mat}}{da}$, on trace une loi puissance, appelée courbe *R*, de la forme : $J = \alpha + \beta \Delta a^{\gamma}$, et ajustée sur les points situés après la courbe d'émoussement décalée à 0,1 mm. $J_{0,2}$ correspond alors à l'intersection de cette courbe *R* et de la pente d'émoussement décalée à 0,2 mm. $\frac{dJ_{mat}}{da}$ correspond à la pente de la droite tracée par régression linéaire de la courbe *R*.

Ces paramètres ont été calculés par une méthode dite indirecte : une fois l'éprouvette rompue en fatigue et les a_0 et a_f réels identifiés, on recale les points expérimentaux qui avaient été calculés par la méthode de la complaisance. En effet, les a_0 et a_f réels sont généralement plus importants que ceux calculés, et il convient donc de recaler d'autres points homothétiquement : à partir du cycle pour lequel la force maximale a été obtenue (peak load) et pour chaque *J* calculé, on recale le Δa correspondant de façon homothétique afin que a_f corresponde bien à la longueur finale de fissure mesurée post mortem.

3. LES POP-INS

3.1. Définition

Lors de certains essais de ténacité (monotones ou avec décharges partielles), il arrive parfois qu'une instabilité intervienne. Cette instabilité correspond à une avancée rapide de la fissure, mais limitée (c'est-à-dire qu'elle ne casse pas en deux l'éprouvette), et est associée à une chute soudaine de la force. Il n'existe pas de norme spécifique dédiée à ce phénomène, appelé communément « pop-in », ce qui signifie « à-coup » en français.

La norme ASTM [75], qui suit les travaux de Dawes [109], détermine qu'un pop-in doit être considéré si une chute brutale de la force de plus de 5 % est observée. Cette chute s'accompagne généralement d'une ouverture de l'éprouvette.

Dawes [109] définit le pop-in plus largement en le considérant comme une discontinuité dans la courbe force-ouverture, correspondant à une augmentation de l'ouverture et à une chute de la force, discontinuité à la suite de laquelle ces paramètres retrouvent progressivement leurs valeurs. Le pop-in ne se distingue donc sur la courbe force-ouverture que par la discontinuité de celle-ci due à l'accélération de la propagation (discontinuité qui n'apparaîtrait pas si la fréquence d'acquisition de l'extensomètre était infinie). Le pop-in apparaît de façon plus nette sur la courbe force-déplacement machine, car la propagation de fissure intervient à déplacement machine fixe. Pour bien distinguer le pop-in, on veillera donc à considérer la courbe force-déplacement machine.

Comme nous allons le voir par la suite, il est important de différencier les pop-ins intervenant généralement à force croissante (durant la montée en charge, avant le maximum) de ceux intervenant uniquement à force décroissante (durant la descente en charge, après le maximum). La Figure 29 schématise ces deux types de pop-in rencontrés dans la littérature. Il est crucial de noter que les pop-ins rencontrés sur l'alliage d'aluminium 6061-T6 sont du deuxième type, c'est-à-dire qu'ils apparaissent après le maximum de charge.

Pour un matériau présentant un comportement typiquement ductile comme l'aluminium, cette présence de pop-ins, qui s'apparente à première vue à une rupture fragile mais localisée, est singulière. Une des difficultés d'interprétation de ce phénomène est que, bien qu'il constitue un évènement de rupture et qu'il soit donc caractéristique de la résistance du matériau, il ne provoque pas la rupture complète de l'éprouvette d'essai. Par conséquent, il ne peut pas être considéré comme évènement critique pour l'intégrité de l'éprouvette et par extension d'une structure.

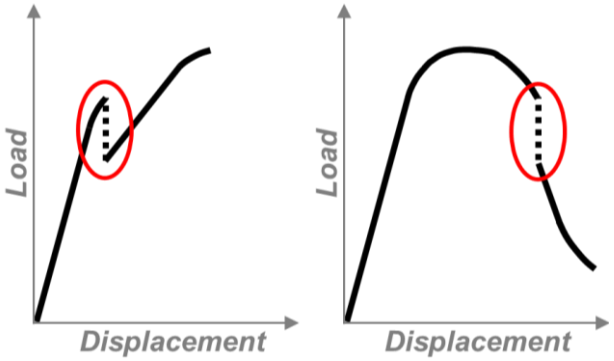


Figure 29 – Les deux types de pop-in, intervenant à force croissante ou décroissante

Plusieurs auteurs [109–116] se sont intéressés à la manière d'exploiter un essai avec pop-in, à la façon d'interpréter un tel essai, ainsi qu'à l'appréhension de la transférabilité de ce phénomène à une structure complète. Il revient fréquemment que la chute de complaisance de 5 %, seuil à partir duquel un pop-in doit être pris en compte, correspond à une avancée de fissure d'une longueur égale à 2 % du ligament. Willoughby [114] juge que ces valeurs sont trop sévères, et qu'un pop-in est important si la chute de force dépasse les 10 % et l'avancée de fissure les 4% de la longueur du ligament.

Doglione et al. [111] ont étudié la forte présence de pop-ins constatée sur un aluminium 8090-T8. Malgré les nombreux pop-ins (Figure 30), qui sont par nature des instabilités, ils confirment le fait qu'une caractérisation de la ténacité par l'intermédiaire de K_{Ic} n'est pas pertinente, et préconisent l'utilisation de J_{Ic} accompagnée d'une analyse des mécanismes de rupture.

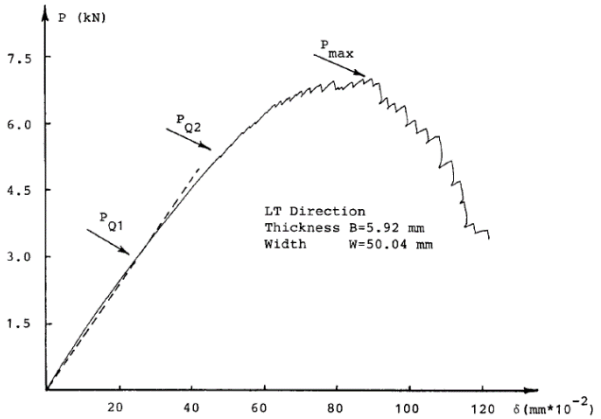


Figure 30 – Courbe force-ouverture avec de très nombreux pop-ins [111]

3.2. Pistes d'explications

3.2.1. Introduction

Ce phénomène de pop-in est peu étudié dans la littérature. Dans les quelques articles y faisant référence, il est très souvent mentionné uniquement, et peu d'auteurs y apportent une explication.

Mandorini et al. [117] ont étudié de façon originale les pop-ins sur un acier, en les caractérisant par émission acoustique, et prouvent qu'il y a une relation entre l'émission acoustique à chaque pop-in et la chute de force correspondante.

Selon Dawes [109], le pop-in peut être dû à différents phénomènes (présence de fissures ou de déchirures dans des plans perpendiculaires à la préfissure de fatigue, interférences électriques ou mécaniques, malfonctionnement de l'équipement d'enregistrement), mais généralement - et ce cas est le plus important d'un point de vue de la détermination de la ténacité -, un pop-in correspond à une avancée fragile de la fissure et à son arrêt, dans le plan de la préfissure de fatigue.

Dans ce cas, l'arrêt de la fissure intervient certainement par la présence d'une zone à plus forte ténacité. Cependant, il serait possible que la fissure soit arrêtée par d'autres facteurs selon Arimochi et Isaka [118], comme la chute de la force due à la réflexion des ondes de contraintes sur les bords de l'éprouvette, ou encore la diminution du facteur d'intensité des contraintes due à l'augmentation de la longueur de la fissure (en déplacement imposé).

Lors d'essais de flexion trois points avec décharges sur métaux soudés, Sumpter [113] a montré que de la déformation plastique intervient durant un pop-in. Le déplacement total (élastique et plastique) durant un pop-in est approximativement celui qui serait apparu si l'avancée de la fissure s'était déroulée sans relaxation durant le chargement initial. De plus, la chute de la force à déplacement imposé dépend de la raideur de la machine d'essai. Selon lui, comme le déplacement ne peut être supporté élastiquement à la fin de l'équilibre statique, le déplacement excédentaire doit être absorbé plastiquement.

On trouve dans la thèse de Belotteau [119] un début d'explication que nous nous contentons de citer ici car les sources ne sont pas mentionnées, mais qui semble pertinent au vu des prochaines parties : le pop-in peut être expliqué « *par des origines habituellement mises en cause, comme le changement localisé de mode de rupture (micro-clivage) ou la complaisance excessive du dispositif d'essai (théorie de Hutchinson et Paris)* ».

3.2.2. Influence d'une Zone Locale Fragile

Pour expliquer les pop-in, plusieurs auteurs avancent l'hypothèse que ce phénomène résulte d'une petite fissure fragile déclenchée par la présence d'une Zone Locale Fragile (ZLF ou LBZ en anglais). C'est notamment le cas de Berejnoi et al. [110,120] sur les aciers, qui ont également noté que les pop-ins s'initient sur des régions dont les grains sont grossiers.

Marini et al. [121] proposent une étude du phénomène sur un acier. Ils estiment également que les pop-ins sont dus à la présence en extrémité de la fissure d'une zone, appelée Zone Locale Fragile (ZLF), présentant des propriétés à rupture bien inférieures à la distribution moyenne du matériau. Ces zones peuvent être présentes par exemple dans les Zones Affectées Thermiquement (ZAT) de soudures multipasses ou dans des zones de ségrégation de grosses pièces de forge. Dans leur étude, les auteurs ont donc fabriqué artificiellement des ZLF par fusion sous faisceau d'électrons sur un acier, et étudient l'influence de la température et de trois modes de pilotage (déplacement vérin, force, ouverture de l'éprouvette). Ils comparent également les données acquises par la machine (« mesures quasi-statiques ») avec celles acquises par un enregistreur rapide à très haute fréquence d'acquisition (« mesures instantanées »). Voici leurs principales conclusions :

- L'avancée de fissure durant le pop-in présente une dispersion qui décroît avec la température.
- Les essais pilotés en force conduisent aux plus grandes extensions de fissures durant les pop-ins, alors que les essais pilotés en ouverture et en déplacement vérin présentent des avancées de fissure équivalentes.
- Le pop-in est un phénomène quasi-instantané qui intervient en moins d'une milliseconde, alors que la machine ne reprend le contrôle qu'après quelques millisecondes, comme détaillé sur la Figure 31.
- Il existe un écart important entre les mesures d'effort acquises par la machine et les mesures d'effort acquises par l'enregistreur rapide. Un effet du mode de pilotage du chargement apparaît donc sur la mesure de la ténacité lorsque les mesures de la machine sont considérées, mais disparaît lorsqu'on considère les mesures de l'enregistreur.
- Le mode de pilotage de l'essai ne peut pas affecter le fait qu'un pop-in soit significatif ou non si on considère un critère fondé sur une chute de complaisance, au lieu d'une chute de la force, car cette mesure de complaisance n'est pas affectée par le mode de pilotage.

- Le mode de pilotage n'agit pas significativement sur les variations « instantanées » lors de l'avancée rapide de la fissure. L'arrêt de la fissure n'est donc pas dû à la réaction de la machine d'essai mais bien à la capacité du matériau à arrêter les fissures.
- La transférabilité des valeurs de ténacité de l'éprouvette vers la structure est réalisable mais les longueurs d'avancée durant les pop-in ne le sont pas. De même, les critères de la norme de mesure de ténacité concernant la prise en compte ou non des pop-ins ne doivent pas être considérés dans un transfert entre ténacité sur éprouvette et ténacité sur structure s'ils font intervenir les mesures acquises par la machine après pop-in (qui dépendent donc du mode de chargement).

Sur deux aciers et sur des essais en fatigue, Singh et Banerjee [122] montrent dans une étude primordiale concernant le pop-in que le mécanisme d'allongement des fissures par pop-in apparaît au niveau d'une bande de ségrégation de chrome et/ou de manganèse. L'amplitude de l'allongement des fissures observée correspond grossièrement à l'épaisseur de la bande de ségrégation.

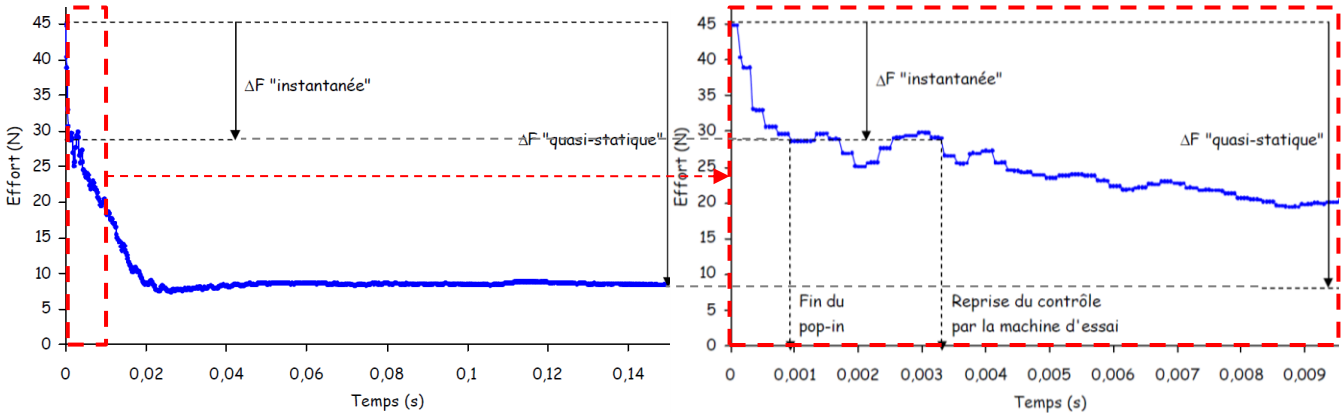


Figure 31 – Evolution de l'effort en fonction du temps, lors d'un essai de ténacité piloté en vitesse d'ouverture [121]

La prédominance dans la littérature de la présence de zones locales fragiles en tant que cause des pop-ins amène naturellement les auteurs à modéliser ce phénomène par des propriétés intrinsèques aux matériaux hétérogènes.

Tomokazu et Yasufumi [123] modélisent le phénomène du pop-in par un matériau modèle dans lequel une longue fissure absorberait une fissure plus courte située dans le même plan (Figure 32). Se basant sur des considérations sur l'expression du facteur d'intensité des contraintes, ils sont capables de donner les conditions géométriques et les valeurs de force et de déplacement pour produire un pop-in. Mais cela concerne un matériau idéal parfaitement fragile, et aucunement ductile.

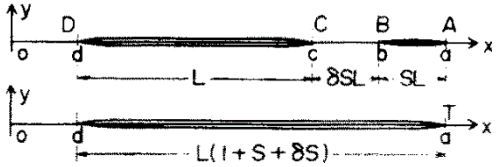


Figure 32 – Matériau modèle contenant une fissure longue et une fissure courte colinéaires, modélisant le comportement du pop-in [123]

Gerberich et al. [112] constatent sur un aluminium 7075-T6 de multiples pop-ins. Ils proposent une étude approfondie orientée principalement sur ce qu'il se passe une fois que le pop-in apparaît, et non véritablement sur la cause de cette apparition. Ils constatent d'abord que l'amplitude de l'avancée de la fissure augmente au cours de l'essai, lorsque la force augmente. De plus, pendant l'avancée du pop-in, une chute de la force en pointe de fissure à cause de la déformation plastique est constatée. Le facteur d'intensité des contraintes K est diminué par la déformation plastique, alors qu'il est accru par la longueur croissante de l'avancée de la fissure ; à cause de ces deux effets en compétition, le facteur

d'intensité des contraintes va d'abord augmenter puis diminuer. Le point à partir duquel *K* retrouve sa valeur initiale correspond à l'avancée totale du pop-in.

Gerberich et al. [112] fournissent notamment une expression de l'amplitude *l* de l'avancée du pop-in, en fonction de la longueur de la fissure et de α (paramètre dépendant du facteur d'intensité des contraintes K_i, de la largeur W, de la limite d'élasticité σ_{YS} et de la longueur de la fissure a) :

$$l = \frac{a}{2}\sqrt{\left(2\frac{\alpha}{a} - 1\right) - \left(4\frac{\alpha}{a} + 1\right)} \; avec \; \alpha = \frac{3WK_i}{\sigma_{YS}\sqrt{\pi a}}$$

Yamashitaa et Kanna [116] travaillent sur des joints soudés d'aciers. Ici encore intervient une Zone Locale Fragile, créée au niveau de la ZAT. Les auteurs s'intéressent à cette zone hétérogène par l'intermédiaire d'une campagne expérimentale et d'une analyse par éléments finis 3D sur des éprouvettes hétérogènes de traction entaillées et de flexion entaillées. L'hétérogénéité est simulée simplement par la mise en place de quatre zones avec des propriétés différentes de décohésion d'éléments. Il est montré que les hétérogénéités de propriétés en ténacité dans la ZAT ont un effet déterminant sur l'apparition de pop-in, de même que la forme du chargement : les éprouvettes de traction entaillées tendent à montrer des avancées de pop-ins plus importantes (certains traversent même d'un coup l'éprouvette, conduisant à une rupture fragile brutale) que les éprouvettes de flexion entaillées (qui subissent de nombreux pop-ins, mais d'une amplitude faible), ce qu'il est essentiel de prendre en compte si on considère l'intégrité d'une structure.

D'autres auteurs [124,125] privilégient un modèle de zone cohésives homogènes avec une force fluctuante localement dans un matériau viscoplastique, afin de simuler la formation de fissures secondaires autour de la pointe de fissure principale.

Melcher et Castrodeza [126] expliquent également le pop-in par une hétérogénéité sur des aciers DH36, API X65 et X70. Selon eux, des forts niveaux de triaxialité peuvent causer l'apparition de fissures transverses en pointe de fissure, provoquant du délaminage (appelé splitting) qui se traduit par un pop-in macroscopiquement. Une correction par rapport aux normes classiques est proposée, afin de négliger ce type de pop-in, non représentatif selon eux, lors du dépouillement.

3.2.3. Influence d'une ténacité faible

Selon Shen [15], qui observe de nombreux pop-ins sur ses essais de ténacité avec décharges partielles sur différents alliages 6061-T6, la présence de pop-in est à relier avec la faible résistance à la propagation de fissure (dJ/da faible), qui ne favorise pas une propagation stable. Au-devant de la pointe de fissure se développe un endommagement initié sur les précipités grossiers. Il existe statistiquement des zones plus enrichies en précipités, ces amas de précipités vont donc former des amas de cavités. Du fait de la faible résistance à la propagation de la fissure, la fissure va pouvoir se propager aisément par coalescence entre cet amas et la pointe de fissure, ce qui s'accompagne d'une brusque chute de la force. La faible valeur de dJ/da est elle-même induite par le fait que l'étape de croissance soit limitée, alors que dans la séquence d'endommagement ductile (germination, croissance, coalescence), c'est elle qui consomme le plus d'énergie, et qui donc est susceptible d'améliorer le plus la ténacité. Cette étape est limitée car d'une part l'étape de germination est très aisée (forte présence de précipités grossiers qui sont des sources facilement endommageables) et d'autre part la coalescence est très rapide (écrouissage faible donc localisation facilitée). Le schéma de la Figure 29 se propose de résumer ce mécanisme.

Shen et al. [72] ont pu mettre en évidence ce résultat plus précisément par des analyses de laminographie in-situ. Leurs résultats montrent qu'au début, la préfissure s'ouvre de façon continue avec l'apparition de cavités nucléées sur les précipités Mg_2Si grossiers. Puis la fissure se propage et coalesce avec l'endommagement situé en aval de la pointe de la fissure et créé par coalescence en cisaillement. Mais suite à cette propagation, la fraction volumique de cavités est trop faible pour permettre à la fissure

d'avancer de nouveau. Une nouvelle étape de développement de l'endommagement ductile par germination et croissance en pointe de fissure est alors nécessaire. C'est cette séquence d'endommagement discontinue qui semble expliquer l'avancée de fissure par saccades et donc la présence de pop-ins.

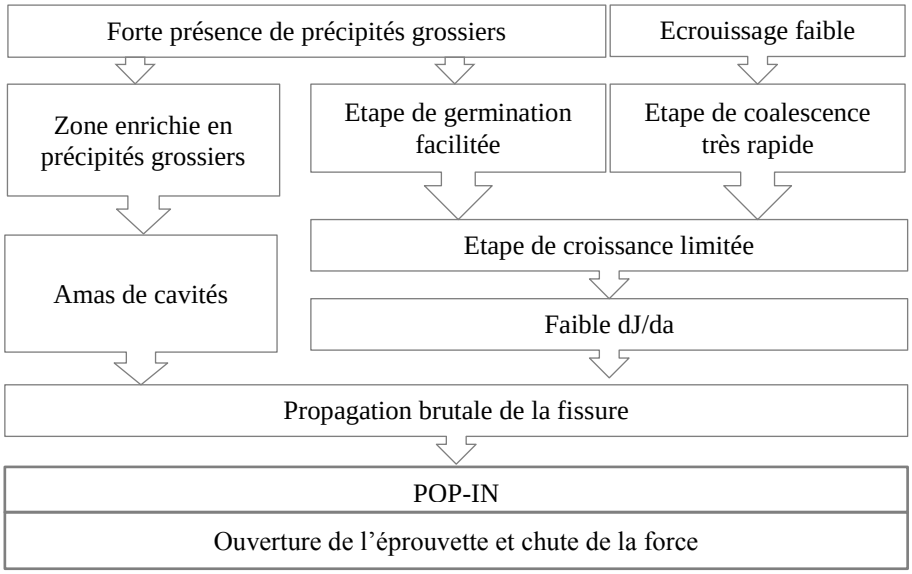


Figure 33 – Schéma synthétisant le mécanisme d'apparition des pop-ins proposé par Shen [15]

3.2.4. Influence du vieillissement

Srinivas et al. [127] constatent sur du fer des pop-ins qu'ils qualifient « d'apparents ». En effet, ceux-ci se démarquent des pop-ins habituels car ils ne sont pas accompagnés d'une avancée de la fissure. Selon les auteurs et grâce à une étude réalisée sur l'influence de la taille de grain (Figure 34), ces pop-ins originaux sont une manifestation du « yield point phenomenon » et de la propagation de bandes de Lüders, c'est-à-dire d'un phénomène de vieillissement statique.

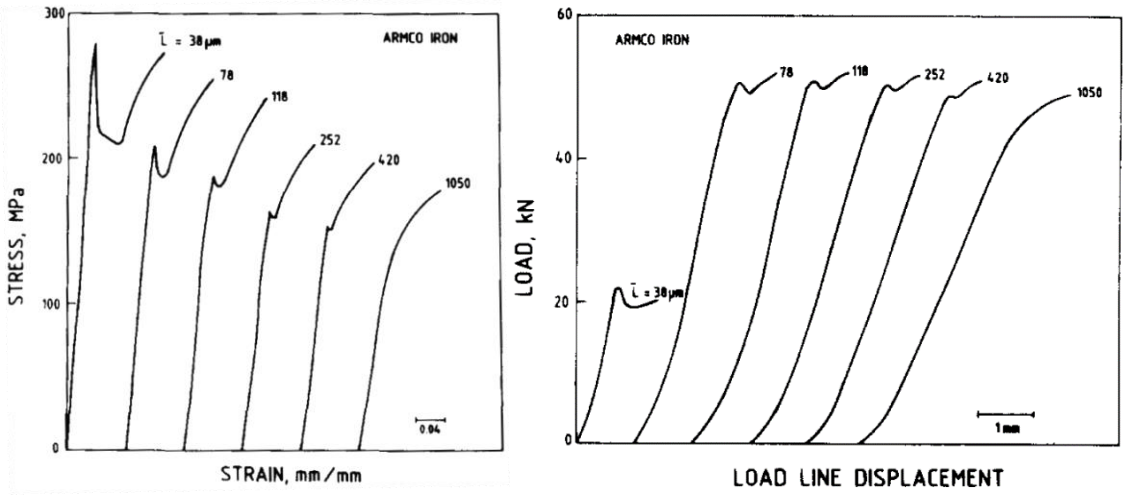


Figure 34 – Influence de la taille de grain L (µm) et corrélation entre pop-in et vieillissement [127] :
A gauche, courbes de traction avec « yield point phenomenon »
A droite, courbes force – déplacement d'essais de ténacité avec pop-in

Schwarz et Funk [128] ont réalisé quant à eux de nombreux essais de traction sur un alliage d'aluminium 6061 sous-revenu, à une vitesse d'allongement de 0,83 µm/s (correspondant à une vitesse de déformation de $6{,}5.10^{-5}$ s^{-1}). Leurs résultats indiquent la présence de hachures (sous la forme de bouffées de déformations plastiques) sur les courbes de traction obtenues, entre 0 °C (en-dessous de cette température la disparition des hachures est due à la lenteur de la ségrégation du soluté sur les dislocations

momentanément arrêtées) et 100 °C (au-dessus de cette température les hachures disparaissent parce que la vitesse de déformation imposée peut être accommodée par une population de dislocations entrainant le soluté). Ces hachures attestent, selon eux, la présence d'un effet de vieillissement dynamique sur l'aluminium 6061, appelé effet PLC.

Cet effet a été mis en évidence par Portevin et Le Chatelier [129] en 1923, et a depuis été largement étudié dans la littérature sur de nombreux alliages. Il résulte d'une interaction entre la vitesse de mobilité des dislocations et la vitesse de diffusion de solutés. Il se traduit notamment par trois phénomènes typiques : une sensibilité négative à la vitesse de déformation, la propagation de bandes locales de déformation, et donc la présence de hachures sur la courbe de traction.

A la suite des travaux de Gomiero et al. [130], Delafosse et al. [131,132] attestent la présence d'un effet PLC dû à un vieillissement dynamique sur un alliage d'aluminium 2091. Or, lors d'essais de propagation de fissure, ils constatent une propagation instable, qui s'apparente aux pop-ins, dans le domaine de vitesse et de température de l'effet PLC. Pour expliquer ces pop-ins, la présence de vieillissement dynamique et de bandes de déformation a donc été avancée ; pop-in et PLC pourraient donc être liés.

3.2.5. Influence de la rigidité du système

Paris [133] et Hutchinson [134] étudient analytiquement le second type de pop-ins (à savoir ceux qui interviennent après le maximum de charge) en utilisant l'intégrale de Rice *J* [106]. Ils introduisent le paramètre matériau $T_{mat\,Paris}$, appelé module de déchirement et qui dépend de la limite d'élasticité σ_0 , du module de Young *E* et de la résistance à la propagation de fissure $\frac{dJ_{mat}}{da}$:

$$T_{mat\,Paris} = \frac{dJ_{mat}}{da} * \frac{E}{\sigma_0^2}$$

D'après Paris [133] et dans des conditions de déformations planes, en utilisant le facteur $\frac{E}{\sigma_0^2}$ on peut considérer que le comportement en déchirement est sans dimension et raisonnablement indépendant de la température. Dans notre étude, nous ne nous intéressons pas spécifiquement à la température, donc pour des raisons pratiques nous n'utiliserons pas le facteur $\frac{E}{\sigma_0^2}$. On considère donc que le module de déchirement est égal à la résistance à la propagation de fissure, et qu'il est constant au cours de l'essai (Figure 35) :

$$T_{mat} = \frac{dJ_{mat}}{da} = constant$$

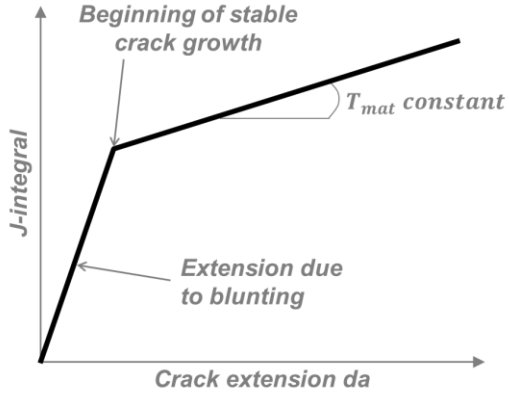


Figure 35 - J-integral R-curve

L'équilibre du système est assuré si :

$$T_{mat} > T_{app}$$

Paris [133], Hutchinson [134], Zahoor [135,136] et Turner [137] proposent de déterminer l'expression analytique du module de déchirement limite déclenchant une instabilité dans un système donné :

$$T_{mat} \leq T_{app}$$

Par des considérations analytiques et en utilisant les hypothèses pertinentes, les expressions, approximées ou non, de ce module de déchirement limite sont déterminées dans plusieurs situations : une plaque fissurée au centre en traction, une plaque double-fissurée de chaque côté en traction, une poutre en flexion trois points, une éprouvette axisymétrique entaillée [133] et une poutre entaillée [134]. Comme expliqué par Lafarge [138], ces résultats montrent que les instabilités de propagation de fissure ne sont pas seulement reliées à la rigidité du système, mais aussi à la longueur des éprouvettes, notamment à cause de leur propre complaisance croissante avec la propagation au cours de l'essai avec la propagation.

A notre connaissance, aucune application numérique n'a été effectuée dans la littérature excepté dans deux cas : le « deeply cracked bend specimen » en contraintes planes [134], et le « center-cracked specimen » sur un matériau écrouissable élastoplastique en contraintes planes et en déformations planes [135,136]. Les résultats numériques montrent que l'instabilité de propagation est fortement influencée par la complaisance du système, que ce soit dans des conditions de contraintes ou de déformations planes, ainsi que par la capacité d'écrouissage du matériau. Il est prouvé que si la stabilité est assurée en déformations planes, alors un système géométriquement identique, et qui obéit aux mêmes hypothèses mais en contraintes planes, sera lui aussi stable.

Pour les éprouvettes de ténacité CT, il n'y a pas d'expression explicite établie, mais une analyse approximative montre que ce système est toujours stable si on considère une machine infiniment rigide [133]. Une analyse incluant l'effet de la rigidité de la machine d'essai est proposée dans les cas de plasticité généralisée et de plasticité confinée, mais les expressions explicites ne sont pas données.

La seule validation expérimentale de ce critère d'instabilité est effectuée dans un autre article de Paris [139] sur un essai de flexion trois points, où une barre élastique additionnelle est rajoutée pour ajuster facilement la complaisance du système. Cette étude démontre la pertinence de l'analyse utilisant la notion de module de déchirement. Rivalin [140] modifie lui aussi la rigidité d'un système d'essai en utilisant des rondelles bellevilles, appelées également rondelles ressorts, afin de stocker de l'énergie élastique et de provoquer un déchirement dynamique dans de larges plaques. Mais son étude n'est pas dédiée à la relation entre l'intégrale J et la propagation instable de fissure.

A noter que dans un autre domaine, celui de la sismique, d'autres auteurs [141–143] mettent également en cause la rigidité dans le cas de failles instables, en se plaçant dans le cadre de la théorie de bifurcation.

3.3. Bilan sur les pop-ins

Le pop-in, à savoir la propagation brutale mais limitée d'une fissure lors d'un essai de propagation stable, est donc un phénomène assez répandu, mais qui est peu étudié. Il est en effet souvent seulement mentionné en tant que problème indésirable.

La majorité des études s'intéressant de plus près au phénomène concerne les pop-ins qui interviennent généralement avant le maximum de charge (Figure 29, gauche). Ce type de pop-ins correspond à une origine microstructurale, plus précisément à une hétérogénéité du matériau. Par conséquent ce type de pop-in est parfois appelé pop-in en clivage, et est attribué à une instabilité fragile due à une hétérogénéité locale du matériau, comme par exemple des porosités, des inclusions, ou des bandes de ségrégations, ou encore à du délaminage. Il entraîne généralement une rupture nette le long de plans cristallins et est typique de la rupture fragile.

Le second type de pop-ins, qui intervient systématiquement après le maximum de charge (Figure 29, droite), est beaucoup moins investigué. Quelques études publiés au début des années 1980 [133–136,139] s'y intéressent et montrent que des instabilités locales de propagation peuvent être reliées à la rigidité du système d'essai. Ils constituent une accélération de la rupture ductile. Ce second type de pop-in peut donc être qualifié de pop-in en déchirement.

Le Tableau 2 rassemble les différentes explications répertoriées dans la littérature concernant les origines du pop-in et décrites dans la partie précédente 3.2.

Auteurs	Matériaux	Explications
Belotteau [119] Sources non citées		« changement localisé de mode de rupture (micro-clivage) ou complaisance excessive du dispositif d'essai (théorie de Hutchinson et Paris) »
Berejnoi et al. [110,120]	Aciers	ZLF + grains grossiers
Marini et al. [121]	Aciers	ZLF (fabriquées par fusion sous faisceau d'électrons)
Singh et Banerjee [122]	Aciers (en fatigue)	Bandes de ségrégation de Cr et/ou de Mn
Melcher et Castrodeza [126]	Aciers laminés	Délaminage dans le plan perpendiculaire au plan de propagation
Tomokazu et Yasufumi [123]	Matériau modèle fragile	2 fissures colinéaires se rejoignent
Gerberich et al. [112]	Aluminium 7075-T6	Oscillation du facteur d'intensité des contraintes K
Yamashitaa et Kanna [116]	Acier (joints soudés)	ZLF (créée par ZAT)
Shen [15,72]	Aluminium 6061-T6	Précipités grossiers + faible dJ/da
Srinivas et al. [127]	Fer ARMCO	Vieillissement statique (yield point phenomenon)
Delafosse et al. [131,132]	Aluminium 2091	Vieillissement dynamique (effet PLC)
Lafarge [138]	PVDF	Rigidité du système et longueur des éprouvettes
Paris, Hutchinson, Zahoor [133–136,139]	Matériaux modèles	Interaction entre le module de déchirement et la rigidité du système
Rivalin [140]	Aciers	Rigidité de la machine d'essai

Tableau 2 – Bilan des différentes explications du pop-in répertoriées dans la littérature

Pour cette thèse, il semble donc pertinent de retenir quatre pistes d'explication principales, dont une ou plusieurs pourraient être la cause du phénomène de pop-in observé sur l'alliage d'aluminium 6061-T6. Il s'agit de répondre à quatre problématiques cruciales :

- L'alliage 6061-T6 est-il soumis à l'effet Portevin-Le Chatelier ?
- Le pop-in est-il à relier à une détérioration de la ténacité, et notamment à une résistance à la propagation de fissure faible ?
- Quel est le rôle de la microstructure et des mécanismes d'endommagement ? Sur ce matériau, s'agit-il de pop-in en clivage (instabilité fragile) ou d'un pop-in en déchirement (accélération de la rupture ductile) ?
- Quel est le rôle de la complaisance du dispositif d'essai, et de l'éprouvette elle-même ?

4. INFLUENCE DE L'IRRADIATION

En tant que matériau de structure d'un réacteur nucléaire, l'aluminium 6061-T6 est destiné à subir un fort flux de neutrons. Le RJH est conçu pour fournir un spectre plus rapide au cœur, pour répondre aux besoins de recherches sur les matériaux des réacteurs de la 4ème génération. Les emplacements centraux possèdent donc une composante en neutrons rapides (E>0,907 MeV) importante, tandis que les emplacements en périphérie subissent un spectre mixte, avec un flux thermique (E<0,625 eV) important

en réflecteur pour les expériences concernant le combustible. Au cours de l'irradiation, l'alliage 6061-T6 constituant le caisson-cœur va donc subir des modifications microstructurales [144–148] dues aux deux contributions du spectre.

Premièrement, l'irradiation créé des dommages d'irradiation : le flux rapide (lié au bombardement neutronique) provoque des transformations de phase (dissolution de précipités) et des déplacements atomiques en cascade (créant interstitiels, lacunes, dislocations et cavités). Ces chocs dus aux neutrons rapides pourrait également avoir un impact potentiel direct sur les phases, notamment les phases nanométriques β'', mais la littérature n'est pas unanime sur la stabilité de ces phases sous irradiation [8,144,147]. Récemment, Flament et al. [8] ont observé une dissolution complète des précipités β'' préexistants, ainsi que l'apparition d'une nouvelle phase induite par irradiation. En plus de ces dommages dits balistiques, de l'hydrogène et de l'hélium se créent par réaction sur l'aluminium 27, et finissent par former des bulles de gaz qui ont été observées au niveau des joints de grains [149]. Par des irradiations modèles aux ions tungstènes, Ribis et al. [150] ont mis en évidence la création d'une forte densité de petites cavités. Les défauts ainsi créés durcissent le matériau et le rendent plus fragile. Ce durcissement se justifie par le blocage des dislocations, qui subissent davantage d'obstacles s'opposant à leur glissement.

Deuxièmement, le flux thermique, quant à lui, induit des précipitations de phases riches en silicium. Ce phénomène est dû à la réaction de transmutation de l'aluminium en silicium (plus précisément, la transmutation de ^{27}Al en ^{28}Al qui, par désintégration β^-, se transforme en ^{28}Si) :

$$Al^{27}(n,\gamma)Al^{28} => Si^{28} + \beta^- \text{ [151]}$$

Cette transmutation rend disponible davantage de silicium en solution, ce qui peut favoriser la création de précipités β'' et β' intervenant dans la séquence de précipitation. Ces précipités, comme on l'a vu en 1.2.1, durcissent également le matériau par leur cohérence avec la matrice. Farrell [152] montre ainsi que cette précipitation s'accompagne d'une augmentation de la résistance à la traction et d'une baisse de la ductilité d'un alliage 5052-0. A noter qu'une fois la limite de solubilité de silicium dans l'aluminium atteinte, les atomes de Si sont également susceptibles de précipiter sous la forme de nano-phases sphériques, qui participent elles-aussi au gonflement de l'alliage [144,146,147].

D'après les travaux de Farrell [153], c'est le flux thermique qui joue un rôle prépondérant par rapport au flux rapide dans l'évolution des propriétés sous irradiation. A noter également que la taille des précipités les plus grossiers n'est pas affectée [38].

La communauté d'auteurs ayant réalisé des études quant aux propriétés mécaniques résultant de ces évolutions microstructurales est restreinte. Concernant les propriétés en traction, citons Farrell et King qui montrent dans plusieurs études [144–146] une augmentation du durcissement (augmentations de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique d'un facteur 1,5 à 1,65 en fonction des paramètres d'irradiation) et une perte de ductilité importante. D'après Kapusta et al. [154], cette perte de ductilité se traduit par une réduction de l'allongement total ; cette réduction est reliée à la teneur en silicium généré sous flux neutronique, tandis que la résistance mécanique est peu affectée par le fort taux de production de silicium. Farrell et King notent aussi le passage d'un mode de rupture transgranulaire à une rupture ductile intergranulaire, ce que confirment Munitz et al. [155] qui constatent que le durcissement sous irradiation d'un aluminium 6063 est accompagné d'une transition d'une rupture transgranulaire en cisaillement à une rupture intergranulaire.

Weeks et Czajkowski confirment également sur du 6061-T6 ce durcissement en traction [156] (qu'ils relient principalement au flux thermique plutôt qu'au flux rapide, et donc à la transmutation du silicium), accompagné d'une perte de ténacité [147] à température ambiante. Mais Albertin [157] constate que, en comparaison à l'évolution des propriétés en traction, la ténacité est peu altérée par l'irradiation. De même, Alexander [148,158] note que la résistance à l'amorçage d'un alliage 6061-T651 est seulement

dégradée lors d'essais à 150 °C et n'est pas altérée à 26 et 95 °C, malgré un durcissement en traction à ces trois températures (Figure 36). Cependant, même si le matériau à l'état non irradié a déjà une résistance à la propagation (appelée module de déchirement) très faible, Alexander note une détérioration nette de cette dernière avec l'irradiation aux trois températures, ce qui se traduit par une R-curve quasiment plate. Il relie cette évolution à la diminution des allongements à rupture en traction avec l'irradiation.

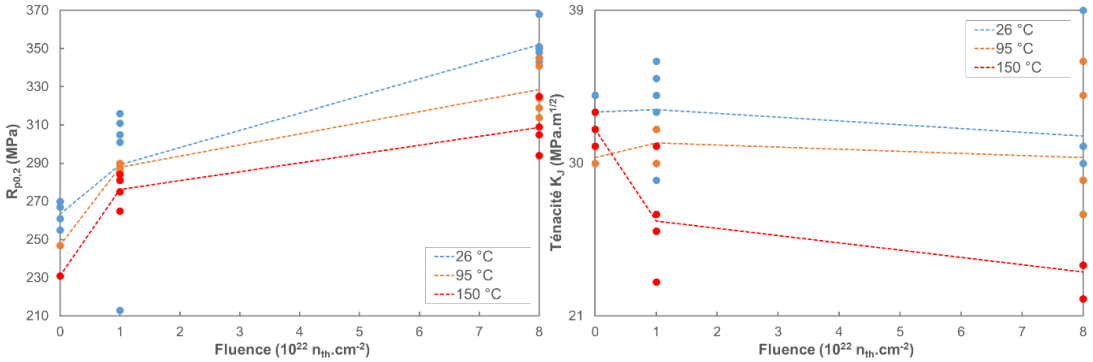


Figure 36 – Evolution de la limite d'élasticité et de la ténacité K_J en fonction de la fluence pour trois températures d'essais. Graphiques utilisant les données de Alexander [148,158]

De plus, ces études d'Alexander ont montré que la majorité des essais ont subi un ou plusieurs pop-in, phénomène qu'il appelle « crack jump », et qu'il y a davantage de crack jumps à l'état irradié : à la température de 26 °C (respectivement 95 et 150 °C), on passe d'essais avec en moyenne 2 (respectivement 3 et 2,3) pop-ins à l'état non irradié à des essais avec en moyenne 4,3 (respectivement 4 et 5,5) pop-ins après irradiation à une fluence de 10^{22} n_{th}.cm^{-2}. Enfin, Alexander fait remarquer que l'utilisation d'une loi puissance pour ajuster la R-curve n'est pas pertinente quand des pop-ins interviennent. En effet, la forme concave induite par un tel ajustement peut amener à obtenir un module de déchirement négatif, ce qui est physiquement absurde.

Dans le cadre d'un projet de recherche du CEA, plusieurs essais de ténacité ont été réalisés en amont de la thèse sur des éprouvettes en 6061-T6 irradiées à différentes fluences dans le réacteur expérimental OSIRIS du CEA Saclay, notamment sur quatre coulées qui diffèrent légèrement par leur composition chimique, leur mode de mise en forme, ou encore les traitements thermiques appliqués. 184 essais de ténacité ont été référencés et réétudiés dans le cadre de la thèse afin de quantifier le nombre d'essais avec au moins un pop-in en fonction de l'irradiation (plus précisément en fonction de la fluence thermique conventionnelle, exprimée en n_{th}.cm^{-2} pour les neutrons d'énergie 0,025 eV). La Figure 37 illustre ce référencement statistique. La proportion d'essais avec pop-in augmente clairement avec l'irradiation, jusqu'à atteindre 100 % des essais qui ont démontré au moins un pop-in. Un des objectifs de cette étude est donc de comprendre ce phénomène.

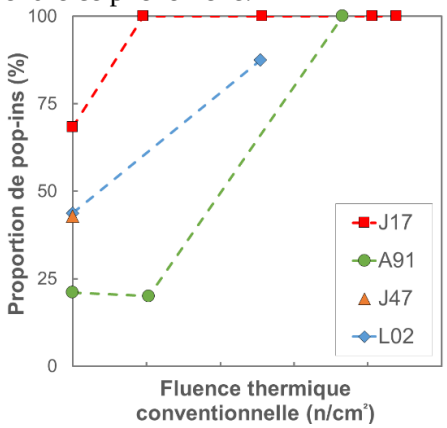


Figure 37 – Proportion d'essais de ténacité ayant subi au moins un pop-in, en fonction de la fluence thermique conventionnelle, pour quatre coulées d'aluminium 6061-T6

5. SYNTHESE ET PISTES EVENTUELLES

Nous avons donc vu que les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium 6061-T6 obéissent à la présence de dispersoïdes et de précipités grossiers comme les intermétalliques ou les Mg_2Si, mais surtout à une séquence de précipitation particulière du magnésium et du silicium, le 6061-T6 étant un alliage à durcissement structural. Les traitements thermiques appliqués jouent donc un rôle primordial. La température de mise en solution, la vitesse de trempe, et la durée du revenu influent fortement entre autres sur la nanoprécipitation intragranulaire, la précipitation grossière intergranulaire, la capacité d'écrouissage, la limite d'élasticité de la matrice, la largeur de la PFZ, et donc sur les mécanismes d'endommagement et de rupture. Cela conduit à la modification des propriétés de ténacité, comme les résistances à l'amorçage et à la propagation de fissure.

Ainsi, dans la littérature, la détérioration de la ténacité est principalement reliée à la prédominance de la rupture intergranulaire, qui demande peu d'énergie. La compréhension des paramètres influant sur les mécanismes de rupture semble être primordiale dans une étude qui se propose d'analyser des instabilités de propagation de fissure, les pop-ins.

Le phénomène apparaît dans la littérature sous deux formes lors d'essais de ténacité :

i) Il est le plus souvent fait mention de pop-ins d'origine microstructurale. Ils interviennent généralement lors de la montée en charge. Quand ils apparaissent sur des aciers, ces pop-ins sont apparentés à la rupture fragile. Ces pop-ins du premier type sont dus à la présence d'une zone faible qui provoque l'accélération de la propagation de la fissure dans cette zone, avant de s'arrêter sur une zone plus tenace.

ii) Mais un deuxième type de pop-in est beaucoup moins étudié. Il s'agit des pop-ins intervenant après le maximum de charge et qui semblent pouvoir apparaître même sur un matériau parfaitement homogène, sans zone faible. Il n'y pas réellement d'étude approfondie portant spécifiquement sur ce phénomène dans la littérature, ni de modèle permettant de simuler ce type d'instabilité, d'où l'intérêt de cette thèse.

Dans les prochaines parties sont explorées les pistes d'explication répertoriées : présence de l'effet Portevin-Le Chatelier (chapitre 2), rôle de la détérioration de la ténacité (chapitre 3), complaisance excessive du dispositif d'essai (chapitre 4), rôle de la microstructure et des mécanismes d'endommagement (chapitre 5). Ces études expérimentales et analytiques permettent de se baser sur une base physique fondée et pertinente afin de proposer une modélisation du phénomène (chapitre 6). Enfin, l'irradiation influant généralement sur les propriétés en ténacité des matériaux, le chapitre 7 se propose de prospecter la présence de pop-ins sur matériaux irradiés aux neutrons, en se basant sur les phénomènes observés à l'état non irradié.

6. REFERENCES DU CHAPITRE 1

[1] Develay R. Traitements thermiques des alliages d'aluminium Matériels et recommandations. Tech Ing Trait Therm Aciers Alliages Fontes 1986.
[2] Aluminium et alliages d'aluminium - Composition chimique et forme des produits corroyés - Partie 1 : système de désignation numérique. AFNOR Norme NF EN 573-1 2005.
[3] van Huis MA, Chen JH, Sluiter MHF, Zandbergen HW. Phase stability and structural features of matrix-embedded hardening precipitates in Al–Mg–Si alloys in the early stages of evolution. Acta Mater 2007;55:2183–99. doi:10.1016/j.actamat.2006.11.019.
[4] Marioara CD, Andersen SJ, Jansen J, Zandbergen HW. Atomic model for GP-zones in a 6082 Al–Mg–Si system. Acta Mater 2001;49:321–8. doi:10.1016/S1359-6454(00)00302-5.
[5] Starink MJ, Zahra A-M. β′ and β precipitation in an Al–Mg alloy studied by DSC and TEM. Acta Mater 1998;46:3381–97. doi:10.1016/S1359-6454(98)00053-6.
[6] Andersen SJ, Zandbergen HW, Jansen J, TrÆholt C, Tundal U, Reiso O. The crystal structure of the β″ phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 1998;46:3283–98. doi:10.1016/S1359-6454(97)00493-X.
[7] Vissers R, van Huis MA, Jansen J, Zandbergen HW, Marioara CD, Andersen SJ. The crystal structure of the β′ phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 2007;55:3815–23. doi:10.1016/j.actamat.2007.02.032.
[8] Flament C, Ribis J, Garnier J, Serruys Y, Leprêtre F, Gentils A, et al. Stability of β″ nano-phases in Al-Mg-Si(-Cu) alloy under high dose ion irradiation. Acta Mater 2017;128:64–76. doi:10.1016/j.actamat.2017.01.044.
[9] Edwards GA, Stiller K, Dunlop GL, Couper MJ. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 1998;46:3893–904. doi:10.1016/S1359-6454(98)00059-7.
[10] Murayama M, Hono K, Saga M, Kikuchi M. Atom probe studies on the early stages of precipitation in Al–Mg–Si alloys. Mater Sci Eng A 1998;250:127–32. doi:10.1016/S0921-5093(98)00548-6.
[11] De Geuser F. Atom probe tomography data interpretation and processing: application to precipitation in Al-Mg-Si. Thèse, Université de Rouen, 2005.
[12] Douin J, Donnadieu P, Epicier T, Dirras G., Proult A, Silvain J. Stress field around precipitates: direct measurement and relation with the behavior of dislocations. Mater Sci Eng A 2001;319–321:270–3. doi:10.1016/S0921-5093(01)01103-0.
[13] Hasting HK, Lefebvre W, Marioara C, Walmsley JC, Andersen S, Holmestad R, et al. Comparative study of the β″-phase in a 6xxx Al alloy by 3DAP and HRTEM. Surf Interface Anal 2007;39:189–194. doi:10.1002/sia.2487.
[14] Steele D, Evans D, Nolan P, Lloyd DJ. Quantification of grain boundary precipitation and the influence of quench rate in 6XXX aluminum alloys. Mater Charact 2007;58:40–5. doi:10.1016/j.matchar.2006.03.007.
[15] Shen Y. Tensile and fracture behavior of AA6061-T6 aluminum alloys : micromechanical approach. Thèse, Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris, 2012.
[16] Lassance D. Modeling of damage mechanisms in AlMgSi alloys: understanding the role of homogenization on the extrudability. Thèse, Université Catholique de Louvain, 2006.
[17] Kuijpers NC., Tirel J, Hanlon D., van der Zwaag S. Quantification of the evolution of the 3D intermetallic structure in a 6005A aluminium alloy during a homogenisation treatment. Mater Charact 2002;48:379–92. doi:10.1016/S1044-5803(02)00289-9.
[18] Kuijpers NCW, Kool WH, Koenis PTG, Nilsen KE, Todd I, van der Zwaag S. Assessment of different techniques for quantification of α-Al(FeMn)Si and β-AlFeSi intermetallics in AA 6xxx alloys. Mater Charact 2002;49:409–20. doi:10.1016/S1044-5803(03)00036-6.
[19] Blind JA, Martin JW. The effect of dispersoids on the ductile fracture toughness of Al-Mg-Si alloys. Mater Sci Eng 1983;57:49–54. doi:10.1016/0025-5416(83)90026-5.
[20] Hval M. Application of fracture mechanics to the assessment of significance of defects in extruded. Thèse, University of Trondheim, 1991.
[21] Agarwal H, Gokhale A., Graham S, Horstemeyer M. Void growth in 6061-aluminum alloy under triaxial stress state. Mater Sci Eng A 2003;341:35–42. doi:10.1016/S0921-5093(02)00073-4.

[22] Lugo M, Jordon JB, Horstemeyer MF, Tschopp MA, Harris J, Gokhale AM. Quantification of damage evolution in a 7075 aluminum alloy using an acoustic emission technique. Mater Sci Eng A 2011;528:6708–14. doi:10.1016/j.msea.2011.05.017.
[23] Horstemeyer MF, Gokhale AM. A void–crack nucleation model for ductile metals. Int J Solids Struct 1999;36:5029–55. doi:10.1016/S0020-7683(98)00239-X.
[24] Agarwal H, Gokhale AM, Graham S, Horstemeyer MF. Quantitative characterization of three-dimensional damage evolution in a wrought Al-alloy under tension and compression. Metall Mater Trans A 2002;33:2599–606. doi:10.1007/s11661-002-0381-1.
[25] Lodgaard L, Ryum N. Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al–Mg–Si alloys. Mater Sci Eng A 2000;283:144–52. doi:10.1016/S0921-5093(00)00734-6.
[26] Buchanan K, Ribis J, Garnier J, Colas K. Identification of monoclinic θ-phase dispersoids in a 6061 aluminium alloy. vol. 96. 2016. doi:10.1080/09500839.2016.1162911.
[27] Jeniski RA, Thanaboonsombut B, Sanders TH. The effect of iron and manganese on the recrystallization behavior of hotrolled and solution-heat-treated aluminum alloy 6013. Metall Mater Trans A 1996;27:19–27. doi:10.1007/BF02647743.
[28] Jeniski RA. Effects of Cr addition on the microstructure and mechanical behavior of 6061-T6 continuously cast and rolled redraw rod. Mater Sci Eng A 1997;237:52–64. doi:10.1016/S0921-5093(97)00116-0.
[29] Van Geertruyden WH, Browne HM, Misiolek WZ, Wang PT. Evolution of surface recrystallization during indirect extrusion of 6xxx aluminum alloys. Metall Mater Trans A 2005;36:1049–56. doi:10.1007/s11661-005-0298-6.
[30] Prince KC, Martin JW. The effects of dispersoids upon the micromechanisms of crack propagation in Al-Mg-Si alloys. Acta Metall 1979;27:1401–8. doi:10.1016/0001-6160(79)90209-8.
[31] Singh P, Evans JT, Holroyd NJH. Strain concentration at grain boundaries in Al-Mg-Si alloys. Mater Sci Eng A 1992;157:1–8. doi:10.1016/0921-5093(92)90091-E.
[32] Dowling JM, Martin JW. The influence of Mn additions on the deformation behaviour of an Al-Mg-Si alloy. Acta Metall 1976;24:1147–53. doi:10.1016/0001-6160(76)90032-8.
[33] Van Stone R, Psioda J. Discussion of "metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys." Metall Mater Trans 1975;6A:668–70.
[34] Walsh JA, Jata KV, Starke EA. The influence of Mn dispersoid content and stress state on ductile fracture of 2134 type Al alloys. Acta Metall 1989;37:2861–71. doi:10.1016/S0001-6160(89)80001.
[35] Strobel K, Easton MA, Sweet L, Couper MJ, Nie J-F. Relating Quench Sensitivity to Microstructure in 6000 Series Aluminium Alloys. Mater Trans 2011;52:914–9. doi:10.2320/matertrans.L-MZ201111.
[36] Dons AL, Lohne O. Quench Sensitivity of Almgsi-Alloys Containing Mn or Cr. MRS Proc 1983;21:723. doi:10.1557/PROC-21-723.
[37] Rometsch PA, Wang SC, Harriss A, Gregson PJ, Starink MJ. The Effect of Homogenizing on the Quench Sensitivity of 6082. Mater Sci Forum 2002;396–402:655–60. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.655.
[38] Flament C, Ribis J, Garnier J, Vandenberghe T, Henry J, Deschamps A. Electron irradiation-enhanced core/shell organization of Al(Cr, Fe, Mn)Si dispersoids in Al–Mg–Si alloys. Philos Mag 2015;95:906–17. doi:10.1080/14786435.2015.1009959.
[39] Bardel D. Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique. Thèse, INSA de Lyon, 2014.
[40] Dorward R., Bouvier C. A rationalization of factors affecting strength, ductility and toughness of AA6061-type Al–Mg–Si–(Cu) alloys. Mater Sci Eng A 1998;254:33–44. doi:10.1016/S0921-5093(98)00761-8.
[41] Nock J. Heat treatment and aging 61S Sheet. Iron Age 1947;159:48–54.
[42] Ikei C, Hollis E, Furman A, Clark D, Chavez J, Huh P, et al. The Effect of Processing Parameters on the Mechanical Properties and Distortion Behavior of 6061 and 7075 Aluminum Alloy Extrusions. vol. 331–337. 2000. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.331-337.663.
[43] Kassner ME, Geantil P, Li X. A Study of the Quench Sensitivity of 6061-T6 and 6069-T6 Aluminum Alloys. J Metall 2011.

[44] Haas M de, Hosson JTMD. On the effects of thermomechanical processing on failure mode in precipitation-hardened aluminium alloys. J Mater Sci 2002;37:5065–73. doi:10.1023/A:1021095801205.
[45] Morita S, Toda H, Takahashi A, Hoshiyama A, Kobayashi T, Nagashima H. Effects of quenching rate on mechanical properties of 6061 aluminum alloy. J Jpn Inst Light Met 2001;51:307–12. doi:10.2464/jilm.51.307.
[46] Morgeneyer TF, Starink MJ, Wang SC, Sinclair I. Quench sensitivity of toughness in an Al alloy: Direct observation and analysis of failure initiation at the precipitate-free zone. Acta Mater 2008;56:2872–84. doi:10.1016/j.actamat.2008.02.021.
[47] Morere B, Ehrström J-C, Gregson PJ, Sinclair I. Microstructural effects on fracture toughness in AA7010 plate. Metall Mater Trans A 2000;31:2503–15. doi:10.1007/s11661-000-0195-y.
[48] Shuey RT, Tiryakioglu M, H. Bray G, T. Staley J. Toughness after Interrupted Quench. vol. 519. 2006. doi:10.4028/0-87849-408-1.1017.
[49] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. Mater Sci Eng A 2003;356:326–36. doi:10.1016/S0921-5093(03)00145-X.
[50] Dumont D. Microstructure / toughness relationships in the 7000 series aluminium alloys for aerospace applications. Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2001.
[51] Starink MJ, Milkereit B, Zhang Y, Rometsch PA. Predicting the quench sensitivity of Al–Zn–Mg–Cu alloys: A model for linear cooling and strengthening. Mater Des 2015;88:958–71. doi:10.1016/j.matdes.2015.09.058.
[52] Vruggink J. Quenching Rate Effects on Mechanical Properties of Heat-Treatable Aluminum Alloys, Fall Meeting of TMS, Detroit, MI; 1968.
[53] Gasquères C. Compte-rendu des essais du Programme 3, CRV/ALT/CG/08.058 NA, Constellium 2008.
[54] Anderson TL. Fracture mechanics. Fundamentals and Applications. CRC Press Taylor & Francis Group, Boca Raton, FL. 2005.
[55] François D, Pineau A, Zaoui A. Mechanical behaviour of materials. Vol 2 : Fracture mechanics and damage. Springer; 2013.
[56] Farrell K. Assessment of aluminum structural materials for service within the ANS reflector vessel. United States: 1995.
[57] Kirman I. The relation between microstructure and toughness in 7075 aluminum alloy. Metall Trans 1971;2:1761–70. doi:10.1007/BF02913403.
[58] Ryum N. The influence of a precipitate-free zone on the mechanical properties of an Al-Mg-Zn alloy. Acta Metall 1968;16:327–32. doi:10.1016/0001-6160(68)90018-7.
[59] Ryum N. Ageing and plastic deformation of an Al-Mg-Zn alloy. Acta Metall 1969;17:821–30. doi:10.1016/0001-6160(69)90101-1.
[60] Ludtka GM, Laughlin DE. The influence of microstructure and strength on the fracture mode and toughness of 7XXX series aluminum alloys. Metall Trans A 1982;13:411–25. doi:10.1007/BF02643350.
[61] Garrison WM, Moody NR. Ductile fracture. J Phys Chem Solids 1987;48:1035–74. doi:10.1016/0022-3697(87)90118-1.
[62] Morin L. Influence of void shape and size effects, and plastic anisotropy on ductile fracture. Theses. Thèse, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2015.
[63] Besson J. Continuum models of ductile fracture : A review. Int J Damage Mech 2010;19:3–52. doi:10.1177/1056789509103482.
[64] Decreus B, Deschamps A, Donnadieu P, Ehrström JC. On the role of microstructure in governing fracture behavior of an aluminum–copper–lithium alloy. Mater Sci Eng A 2013;586:418–27. doi:10.1016/j.msea.2013.06.075.
[65] Gräf M, Hornbogen E. Observation of ductile intercrystalline fracture of an Al-Zn-Mg-alloy. Acta Metall 1977;25:883–9. doi:10.1016/0001-6160(77)90174-2.
[66] Vasudévan AK, Doherty RD. Grain boundary ductile fracture in precipitation hardened aluminum alloys. Acta Metall 1987;35:1193–219. doi:10.1016/0001-6160(87)90001-0.

[67] Dumont D, Deschamps A, Bréchet Y, Sigli C, Ehrström JC. Characterisation of precipitation microstructures in aluminium alloys 7040 and 7050 and their relationship to mechanical behaviour. Mater Sci Technol 2004;20:567–76. doi:10.1179/026708304225016662.
[68] Rice J, Johnson M. The role of large crack tip geometry changes in plane strain fracture. Div Eng Brown Univ 1969.
[69] Hahn GT, Rosenfield AR. Metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys. Metall Trans A 1975;6:653–68. doi:10.1007/BF02672285.
[70] Garrett GG, Knott JF. The influence of compositional and microstructural variations on the mechanism of static fracture in aluminum alloys. Metall Trans A 1978;9:1187–201. doi:10.1007/BF02652242.
[71] Chen CQ, Knott JF. Effects of dispersoid particles on toughness of high-strength aluminium alloys. Met Sci 1981;15:357–64. doi:10.1179/030634581790426930.
[72] Shen Y, Morgeneyer TF, Garnier J, Allais L, Helfen L, Crépin J. Three-dimensional quantitative in situ study of crack initiation and propagation in AA6061 aluminum alloy sheets via synchrotron laminography and finite-element simulations. Acta Mater 2013;61:2571–82. doi:10.1016/j.actamat.2013.01.035.
[73] Embury JD, Nes E. On the tensile fracture of aluminium alloys. Z Fuer Met Mater Res Adv Tech 1974;65:45–55.
[74] Li BQ, Reynolds AP. Correlation of grain-boundary precipitates parameters with fracture toughness in an Al–Cu–Mg–Ag alloy subjected to long-term thermal exposure. J Mater Sci 1998;33:5849–53. doi:10.1023/A:1004426820624.
[75] ASTM International, West Conshohocken (PA, USA), editor. ASTM E1820-17, Standard test method for measurement for fracture toughness 2017.
[76] McClintock FA. A Criterion for Ductile Fracture by the Growth of Holes. J Appl Mech 1968;35:363–71. doi:10.1115/1.3601204.
[77] Rousselier G. Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. Nucl Eng Des 1987;105:97–111. doi:10.1016/0029-5493(87)90234-2.
[78] Hannard F. 3D characterization, modelling and tailoring of microstructure heterogeneity effects on damage and fracture of 6xxx aluminium alloys. Thèse, Ecole Polytechnique De Louvain, 2017.
[79] Rice JR, Tracey DM. On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields∗. J Mech Phys Solids 1969;17:201–17. doi:10.1016/0022-5096(69)90033-7.
[80] Rousselier G. Dissipation in porous metal plasticity and ductile fracture. J Mech Phys Solids 2001;49:1727–46. doi:10.1016/S0022-5096(01)00013-8.
[81] Lemaitre J, Desmorat R, Sauzay M. Anisotropic damage law of evolution. Eur J Mech - ASolids 2000;19:187–208. doi:10.1016/S0997-7538(00)00161-3.
[82] Gurson A. Plastic flow and fracture behavior of ductile materials incorporating void nucleation, growth and interaction. Brown University, 1975.
[83] Tvergaard V, Needleman A. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. Acta Metall 1984;32:157–69. doi:10.1016/0001-6160(84)90213-X.
[84] Benzerga AA, Besson J. Plastic potentials for anisotropic porous solids. Eur J Mech - ASolids 2001;20:397–434. doi:10.1016/S0997-7538(01)01147-0.
[85] Benzerga AA, Besson J, Pineau A. Anisotropic ductile fracture: Part II: theory. Acta Mater 2004;52:4639–50. doi:10.1016/j.actamat.2004.06.019.
[86] Besson J, Guillemer-Neel C. An extension of the Green and Gurson models to kinematic hardening. Mech Mater 2003;35:1–18. doi:10.1016/S0167-6636(02)00169-2.
[87] Koplik J, Needleman A. Void growth and coalescence in porous plastic solids. Int J Solids Struct 1988;24:835–53. doi:10.1016/0020-7683(88)90051-0.
[88] Faleskog J, Gao X, Shih CF. Cell model for nonlinear fracture analysis – I. Micromechanics calibration. Int J Fract 1998;89:355–73. doi:10.1023/A:1007421420901.
[89] Thomason PF. Three-dimensional models for the plastic limit-loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids. Acta Metall 1985;33:1079–85. doi:10.1016/0001-6160(85)90201-9.
[90] Thomason PF. A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. Acta Metall 1985;33:1087–95. doi:10.1016/0001-6160(85)90202-0.

[91] Torki ME, Tekoğlu C, Leblond J-B, Benzerga AA. Theoretical and numerical analysis of void coalescence in porous ductile solids under arbitrary loadings. Int J Plast 2017;91:160–81. doi:10.1016/j.ijplas.2017.02.011.

[92] Gologanu M, Leblond J-B, Devaux J. Theoretical models for void coalescence in porous ductile solids. II. Coalescence "in columns." Int J Solids Struct 2001;38:5595–604. doi:10.1016/S0020-7683(00)00355-3.

[93] Chu CC, Needleman A. Void Nucleation Effects in Biaxially Stretched Sheets. J Eng Mater Technol 1980;102:249–56. doi:10.1115/1.3224807.

[94] Hannard F, Pardoen T, Maire E, Le Bourlot C, Mokso R, Simar A. Characterization and micromechanical modelling of microstructural heterogeneity effects on ductile fracture of 6xxx aluminium alloys. Acta Mater 2016;103:558–72. doi:10.1016/j.actamat.2015.10.008.

[95] Hannard F, Castin S, Maire E, Mokso R, Pardoen T, Simar A. Ductilization of aluminium alloy 6056 by friction stir processing. Acta Mater 2017;130:121–36. doi:10.1016/j.actamat.2017.01.047.

[96] Hannard F, Simar A, Maire E, Pardoen T. Quantitative assessment of the impact of second phase particle arrangement on damage and fracture anisotropy. Acta Mater 2018;148:456–66. doi:10.1016/j.actamat.2018.02.003.

[97] Tvergaard V. Material Failure by Void Growth to Coalescence. In: Hutchinson JW, Wu TY, editors. Adv. Appl. Mech., vol. 27, Elsevier; 1989, p. 83–151.

[98] Argon AS, Im J, Safoglu R. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. Metall Trans A 1975;6:825. doi:10.1007/BF02672306.

[99] Pineau A, Pardoen T. 2.06 - Failure of Metals. In: Milne I, Ritchie RO, Karihaloo B, editors. Compr. Struct. Integr., Oxford: Pergamon; 2007, p. 684–797. doi:10.1016/B0-08-043749-4/02109-1.

[100] Benzerga AA, Leblond J-B. Ductile Fracture by Void Growth to Coalescence. In: Aref H, Giessen E van der, editors. Adv. Appl. Mech., vol. 44, Elsevier; 2010, p. 169–305. doi:10.1016/S0065-2156(10)44003-X.

[101] Prat F, Besson J, Grange M, Andrieu E. Behavior and rupture of hydrided ZIRCALOY-4 tubes and sheets. Metall Mater Trans A 1998;29:1643–51. doi:10.1007/s11661-998-0087-0.

[102] Zhang Z., Thaulow C, Ødegård J. A complete Gurson model approach for ductile fracture. Eng Fract Mech 2000;67:155–68. doi:10.1016/S0013-7944(00)00055-2.

[103] Besson J, Devillers-Guerville L, Pineau A. Modeling of scatter and size effect in ductile fracture: application to thermal embrittlement of duplex stainless steels. Eng Fract Mech 2000;67:169–90. doi:10.1016/S0013-7944(00)00056-4.

[104] Ueda T, Helfen L, Morgeneyer TF. In situ laminography study of three-dimensional individual void shape evolution at crack initiation and comparison with Gurson–Tvergaard–Needleman-type simulations. Acta Mater 2014;78:254–70. doi:10.1016/j.actamat.2014.06.029.

[105] Dalloz A, Besson J, Gourgues-Lorenzon A-F, Sturel T, Pineau A. Effect of shear cutting on ductility of a dual phase steel. MatModels 2007 2009;76:1411–24. doi:10.1016/j.engfracmech.2008.10.009.

[106] Rice JR. A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. J Appl Mech 1968;35:379–86. doi:10.1115/1.3601206.

[107] Begley JA, Landes JD. The J Integral as a Fracture Criterion. vol. 514. 1972. doi:10.1520/STP38816S.

[108] International Organization for Standardization. ISO 12135:2016, Metallic materials - Unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness. 2016 n.d.

[109] Dawes MG. Quantifying pop-in severity in fracture toughness tests. Fatigue Fract Eng Mater Struct 1991;14:1007–14. doi:10.1111/j.1460-2695.1991.tb00009.x.

[110] Berejnoi C, Perez Ipiña JE. An alternative method for small pop-in assessment. Eng Fract Mech 1998;59:667–81. doi:10.1016/S0013-7944(97)00105-7.

[111] Doglione R, Ilia E, Firrao D. On the general inapplicability of existing fracture toughness standards in presence of pop-in behaviour. Scr Metall Mater 1992;27:987–92. doi:10.1016/0956-716X(92)90461-M.

[112] Gerberich WW, Key PL, Parker ER. A semi-quantitative model of pop-in behavior. Eng Fract Mech 1970;2:47–60. doi:10.1016/0013-7944(70)90029-9.

[113] Sumpter JDG. Pop-in fracture: observations on load drop, displacement increase, and crack advance. Int J Fract 1991;49:203–18. doi:10.1007/BF00035042.
[114] Willoughby A. Significance Of Pop-In Fracture Toughness Testing. Int J Fract 30 R3-R6 1986.
[115] Witt FJ. An engineering interpretation of pop-in arrest and tearing arrest in terms of static crack arrest, KIa. Eng Fract Mech 1983;18:997–1010. doi:10.1016/0013-7944(83)90072-3.
[116] Yamashita Y, Kanna S. Assessment of Pop-in Significance in Heterogeneous Weld Heat-affected Zone Using Finite Element Analyses. 20th Eur Conf Fract 2014;3:991–6. doi:10.1016/j.mspro.2014.06.161.
[117] Mandorini V, Ghelardoni E, Tribuno C. Acoustic energy during pop-in crack propagation. Eng Fract Mech 1981;15:255–73. doi:10.1016/0013-7944(81)90059-X.
[118] Arimochi K, Isaka K. Study on pop-in phenomenon in COD test for weldments and proposals of assessment method for significance of pop-in. vol. 39. 1987.
[119] Belotteau J. Behavior and rupture of a C- Mn steel in the presence of aging under strain. Theses. Thèse, Ecole Centrale Paris, 2009.
[120] Berejnoi C, Perez Ipiña JE, Llorente CL. Reproducibility of pop-ins in laboratory testing of welded joints. Mater Res 2000;3:139–46. doi:10.1590/S1516-14392000000400008.
[121] Marini B, Wident P, Pecego J, Perez G. Etude expérimentale et interprétation des pop-in. Note CEA, SRMA/EC/NT/2004-2595/A. 2004.
[122] Singh UP, Banerjee S. On the origin of pop-in crack extension. Acta Metall Mater 1991;39:1073–84. doi:10.1016/0956-7151(91)90194-6.
[123] Tomokazu M, Yasufumi I. Pop-in behavior induced by interaction of cracks. Eng Fract Mech 1977;9:17–24. doi:10.1016/0013-7944(77)90048-0.
[124] Hütter G, Mühlich U, Kuna M. Simulation of local instabilities during crack propagation in the ductile–brittle transition region. Eur J Mech - ASolids 2011;30:195–203. doi:10.1016/j.euromechsol.2010.12.013.
[125] Kabir R, Cornec A, Brocks W. Simulation of quasi-brittle fracture of lamellar γTiAl using the cohesive model and a stochastic approach. Proc 15th Int Workshop Comput Mech Mater 2007;39:75–84. doi:10.1016/j.commatsci.2006.03.028.
[126] Lara Melcher PJ, Castrodeza E. Fracture toughness of SE(B) specimens of steel in the presence of splitting. vol. 4, Beijing, China: 2013.
[127] Srinivas M, Malakondaiah G, Rama Rao P. On 'apparent pop-in' during ductile fracture toughness testing being related to the yield-point phenomenon in armco iron. Scr Metall 1989;23:1627–32. doi:10.1016/0036-9748(89)90141-5.
[128] Schwarz R., Funk L. Kinetics of the Portevin-Le Chatelier effect in Al 6061 alloy. Acta Metall 1985;33:295–307. doi:10.1016/0001-6160(85)90148-8.
[129] Portevin A, Le Chatelier F. A phenomenon observed during the tensile test alloys during processing. Comptes Rendus Académie Sci Paris 176 1923:507–10.
[130] Gomiero P, Brechet Y, Louchet F, Tourabi A, Wack B. Microstructure and mechanical properties of a 2091 AlLi alloy - III. Quantitative analysis of Portevin Le Chatelier instabilities and relation to toughness in Al-Li, Al-Cu-Mg and Al-Li-Cu-Mg (2091) alloys. Acta Metall Mater 1992;40:863–71. doi:10.1016/0956-7151(92)90029-E.
[131] Delafosse D. Couplage thermomécanique et vieillissement : dynamique en rupture ductile. Thèse, Mécanique et matériaux, Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris, 1995.
[132] Delafosse D, Lapasset G, Kubin LP. Dynamic strain ageing and crack propagation in the 2091 Al-Li alloy. Scr Metall Mater 1993;29:1379–84. doi:10.1016/0956-716X(93)90323-K.
[133] Paris PC, Tada H, Zahoor A, Ernst H. The theory of instability of the tearing mode of elastic-plastic crack growth. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:5–36. doi:10.1520/STP35825S.
[134] Hutchinson JW, Paris PC. Stability Analysis of J-Controlled Crack Growth. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:37–64.
[135] Zahoor A. Piecewise power law hardening for ductile tearing instability analysis. Int J Solids Struct 1982;18:431–41. doi:10.1016/0020-7683(82)90081-6.
[136] Zahoor A, Paris PC. Ductile Tearing Instability of a Center-Cracked Panel of an Elastic-Plastic Strain Hardening Material. J Eng Mater Technol 1981;103:46–54. doi:10.1115/1.3224971.

[137] Turner C. Description of Stable and Unstable Crack Growth in the Elastic Plastic Regime in Terms of Jr Resistance Curves. Elastic-Plast Fract ASTM STP JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:5–36.
[138] Lafarge M. Modélisation couplée comportement-endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF. Mécanique. Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.
[139] Paris PC, Tada H, Ernst H, Zahoor A. Initial experimental investigation of tearing instability theory. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:251–65. doi:10.1520/STP35825S.
[140] Rivalin F, Pineau A, Di Fant M, Besson J. Ductile tearing of pipeline-steel wide plates: I. Dynamic and quasi-static experiments. Eng Fract Mech 2001;68:329–45. doi:10.1016/S0013-7944(00)00107-7.
[141] Stefanou I, Sulem J, Rattez H. Cosserat Approach to Localization in Geomaterials. In: Voyiadjis GZ, editor. Handb. Nonlocal Contin. Mech. Mater. Struct., Cham: Springer International Publishing; 2017, p. 1–25. doi:10.1007/978-3-319-22977-5_10-1.
[142] Scholz CH. The Mechanics of Earthquakes and Faulting. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press; 2002. doi:10.1017/CBO9780511818516.
[143] Hiroo Kanamori and Emily E Brodsky. The physics of earthquakes. Rep Prog Phys 2004;67:1429.
[144] Farrell K, King RT. Tensile properties of neutron-irradiated 6061 aluminum alloy in annealed and precipitation-hardened conditions. Eff Radiat Struct Mater ASTM STP 683 1978:440–9.
[145] Farrell K, Richt AE. Postirradiation properties of the 6061-T6 aluminum High Flux Isotope Reactor hydraulic tube. 1976.
[146] King RT, Jostsons A, Farrell K. Neutron irradiation damage in a precipitation-hardened aluminum alloy. Amer Soc Test Mater Spec Tech Publ 1973:165–80.
[147] Weeks J, Czaijkowski C, Farrell K. Effects of high thermal neutron fluences on type 6061 aluminum. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1175 Am Soc Test Mater Phila USA 1992.
[148] Alexander D. The effect of irradiation on the mechanical properties of 6061-T651 aluminum. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1175 Am Soc Test Mater Phila USA 1993.
[149] Kapusta B. Estimation du gonflement du 6061-T6. Note CEA, SEMI/LCMI/NE/2008/003/A. 2008.
[150] Ribis J, Donnadieu P, Flament C, Garnier J, Leprêtre F, Serruys Y, et al. Radiation-induced cavities in aluminium alloy imaged by in line electron holography. vol. 96. 2016. doi:10.1080/14786435.2016.1205230.
[151] Jostsons A, King RT. Transmutation-produced Mg2Si precipitation in an irradiated Al-2.5% Mg alloy. Scr Metall 1972;6:447–51. doi:10.1016/0036-9748(72)90027-0.
[152] Farrell K. Microstructure and tensile properties of heavily irradiated 5052-0 aluminum alloy. J Nucl Mater 1981;97:33–43. doi:10.1016/0022-3115(81)90415-3.
[153] Farrell K. Radiation-induced strengthening of 6061-T6 Al discriminayed by thermal and fast fluence. Proceeding Mater Res Soc Symp Microstruct Irradiat Mater 1995;373:165–70.
[154] Kapusta B, Catherine CS, Averty X, Campioni G, Ballagny A. Mechanical Characteristics of 5754-Net-O Aluminum Alloy Irradiated up to High Fluences: Neutron Spectrum and Temperature Effects. 1st Joint Meeting of the National Organization of Test, Research and Training Reactors And The International Group on Research Reactors., Gaithersburg, USA: 2005.
[155] Munitz A, Shtechman A, Cotler C, Talianker M, Dahan S. Mechanical properties and microstructure of neutron irradiated cold worked Al-6063 alloy. J Nucl Mater 1998;252:79–88. doi:10.1016/S0022-3115(97)00293-6.
[156] Weeks J, Czaijkowski C, Tichler P. Effects of high thermal and high fast fluences on the mechanical properties of type 6061 aluminum in the HFBR. ASTM STP 1046 1990:441–52.
[157] Albertin L, DeMastry J. Post-Irradiation tensile and fracture toughness properties of 6061-T651 aluminium plate. Pap Present Symp Eff Radiat Struct Mater Los Angel Ca 1972.
[158] Alexander D. The Effects of Irradiation on the Mechanical Properties of 6061 -T651 Aluminium Base Metal and Weldments. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1325 Am Soc Test Mater 1999:1027–44.

Chapitre 2
Investigation de la présence potentielle de l'effet Portevin Le Chatelier

Comme indiqué dans la partie 4.2.4 du chapitre 1, plusieurs arguments (rappelés ici dans la partie 1 d'introduction) présents dans la littérature peuvent indiquer que les pop-ins et l'effet Portevin Le Chatelier (PLC) seraient liés.

Ce chapitre présente la campagne expérimentale qui a été lancée afin de déterminer si l'alliage 6061-T6 est ou n'est pas véritablement sujet à l'effet PLC, avec une analyse par corrélation d'images.

1. MOTIVATIONS DE CETTE ETUDE 62

2. METHODE 62

2.1. EPROUVETTES 63
2.2. ÉQUIPEMENTS ET MONTAGES EXPERIMENTAUX 63
2.3. DEPOUILLEMENT DES ESSAIS DE TRACTION 65
2.4. DEPOUILLEMENT DE LA CORRELATION D'IMAGES 65
2.4.1. Démarche et méthodes 65
2.4.2. Quantification du bruit 67

3. RESULTATS DE LA CAMPAGNE PLC 68

3.1. ESSAIS DE TRACTION 68
3.1.1. Identification des paramètres 68
3.1.2. Essais monotones à vitesse de déformation constante 69
3.1.3. Essais interrompus à vitesse de déformation constante 69
3.1.4. Essais à vitesse de déformation variable 71
3.2. CORRELATION D'IMAGES 72

4. DISCUSSION 74

4.1. ESSAIS MONOTONES 74
4.2. ESSAIS NON MONOTONES 75

5. CONCLUSIONS DE LA CAMPAGNE PLC 78

6. REFERENCES DU CHAPITRE 2 78

1. MOTIVATIONS DE CETTE ETUDE

Comme indiqué dans la partie 3.2.4 du chapitre 1, quelques auteurs présentent des phénomènes de vieillissement comme étant responsables de la présence de pop-in. C'est le cas de Srinivas et al. [1], pour qui des pop-ins qualifiés d'apparents (car ils ne sont pas accompagnées d'une avancée de fissure) sont une manifestation du « yield point phenomenon ». Delafosse et al. [2,3] attestent la présence d'un effet Portevin-Le Chatelier (PLC) dû à un vieillissement dynamique sur un alliage d'aluminium 2091. Or, lors d'essais de propagation de fissure, ils observent une propagation instable, qui s'apparente aux pop-ins, dans le domaine de vitesse et de température de l'effet PLC. Pour expliquer ces pop-ins, la présence de vieillissement dynamique et de bandes de déformation a donc été avancée. La partie bibliographique de la thèse de Belotteau [4] mentionne également cette association entre l'effet PLC et les pop-ins.

L'effet PLC a été mis en évidence par Portevin et Le Chatelier [5] en 1923, et a depuis été largement étudié dans la littérature sur de nombreux alliages. Il résulte d'une interaction entre la vitesse de mobilité des dislocations et la vitesse de diffusion de solutés. Il se traduit notamment par trois phénomènes typiques : une sensibilité négative à la vitesse de déformation, la propagation de bandes locales de déformation, et donc la présence de hachures sur la courbe de traction.

La question est donc de savoir si l'alliage d'aluminium 6061-T6, matériau sujet aux pop-ins, est également sujet à cet effet PLC.

McCormick [6] atteste de la présence de l'effet PLC sur un alliage Al-Mg-Si. Schwarz et Funk [7] ont réalisé des essais de traction sur un alliage d'aluminium 6061, à une vitesse d'allongement de 0,83 µm/s (correspondant à une vitesse de déformation de $6{,}5.10^{-5}$ s^{-1}). Leurs résultats indiquent la présence de hachures (sous la forme de bouffées de déformations plastiques) sur les courbes de traction obtenues, entre 0 °C (en-dessous de cette température la disparition des hachures est due à la lenteur de la ségrégation du soluté sur les dislocations momentanément arrêtées) et 100 °C (au-dessus de cette température les hachures disparaissent parce que la vitesse de déformation imposée peut être accommodée par une population de dislocations entrainant le soluté). Selon eux, ces hachures attestent la présence d'un effet PLC de vieillissement dynamique sur l'aluminium 6061. De plus, un creux de ductilité à 70 °C observé au CEA sur quelques essais de traction sur le 6061-T6 [8] pourrait également être la manifestation d'un effet PLC.

Une campagne expérimentale a donc été lancée afin de déterminer si ce matériau est véritablement sujet à l'effet PLC.

2. METHODE

La campagne expérimentale a pour but d'investiguer la présence ou non de trois phénomènes caractéristiques qui pourraient résulter d'un éventuel effet PLC :

- La présence de hachures sur la courbe de traction, en effectuant différents essais de traction et en traçant les courbes correspondantes,
- La sensibilité négative à la vitesse de déformation dans une certaine gamme de température, en effectuant ces essais de traction à différentes vitesses et à différentes températures.
- La propagation de bandes locales de déformation, en analysant ces essais par corrélation d'images.

2.1. Eprouvettes

Le matériau d'étude est issu d'une virole démonstrative réalisée en aluminium 6061-T6 en filage inverse pour le CEA (code matériau J47, composition chimique donnée dans le Tableau 1). Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes de tractions plates TR6 (épaisseur 3 mm) prélevées dans le sens CR (sens de sollicitation circonférentiel, sens de propagation radial). Leur section est de 18 mm² et leur longueur utile est de 32 mm (Figure 1).

Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Mn	Zn	Ti	Ni	Pb	Na	Al
0.58	1.00	0.16	0.19	0.21	0.06	0.03	0.02	0.007	0.0028	0.0001	bal.

Tableau 1 – Composition chimique (pourcentage massique) de la coulée J47 en 6061

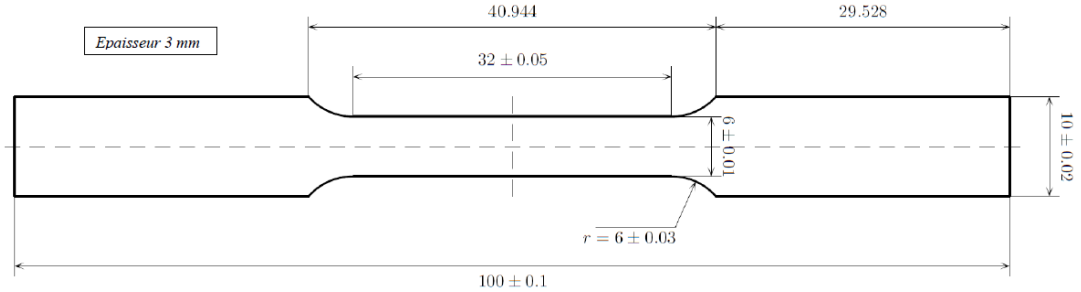


Figure 1 – Géométrie des éprouvettes de traction TR6 (dimensions en mm)

Dix-neuf essais de traction ont été réalisés, accompagnés d'une analyse par corrélation d'images. L'effet PLC étant un phénomène de compétition cinétique entre la vitesse de diffusion des solutés et la vitesse de déplacement des dislocations, les paramètres moteurs sont la température d'essai et la vitesse de déformation. Les dix-neuf essais ont donc été réalisés sous chargement uniaxial à température ambiante, à -21 °C ou à 70 °C, et étaient pilotés en déplacement de la traverse à différentes vitesses de déformation. Les éprouvettes 201 à 216 et 219 à 222 ont été testées aux conditions indiquées sur le Tableau 2.

		Vitesse de déformation (s^{-1})				
		10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	De 10^{-5} à 10^{-2}
Temp. (°C)	22	205, 207	204, 206, 214*, 222**	201, 202, 221**	203, 220**	215
	70	211, 212	210, 213	209	208	216
	-21	219				

Tableau 2 – Paramètres de vitesse et de température des essais de traction sur J47
** Essai avec décharge intermédiaire ** Essais avec relaxations intermédiaires*

2.2. Équipements et montages expérimentaux

Les essais mécaniques ont été effectués sur une machine MTS servo-hydraulique de 10 tonnes (Figure 2), équipée d'une cellule de force de 100 kN et de mors hydrauliques. Dans cette étude, les mors étaient fermés avec une pression nominale d'environ 8 MPa. Les essais à -21 et 70 °C étaient réalisés dans un four piloté par un thermocouple situé dans l'enceinte à proximité de l'éprouvette. Un extensomètre d'une ouverture initiale de 25 mm, monté sur l'éprouvette comme illustré sur la Figure 3, a été utilisé. Un mouchetis a été appliqué sur chaque éprouvette entre 1 et 5 h avant l'essai.

Le système de corrélation d'images est illustré sur la Figure 3. Le PC contrôlant les caméras a permis d'enregistrer les valeurs de la force et du déplacement de la traverse pour chaque image. Les paramètres de ce système d'acquisition d'images étaient les suivants :

- Deux caméras (marque Allied Vision, modèle Manta G-419B/C) de 4,1 Mégapixels chacune, équipées d'un objectif de focale 50 mm.
- Fréquence maximale d'acquisition : 27 images par seconde pour la plus haute résolution.
- Logiciels : Vic-Snap pour l'acquisition et Vic-3D pour le traitement.

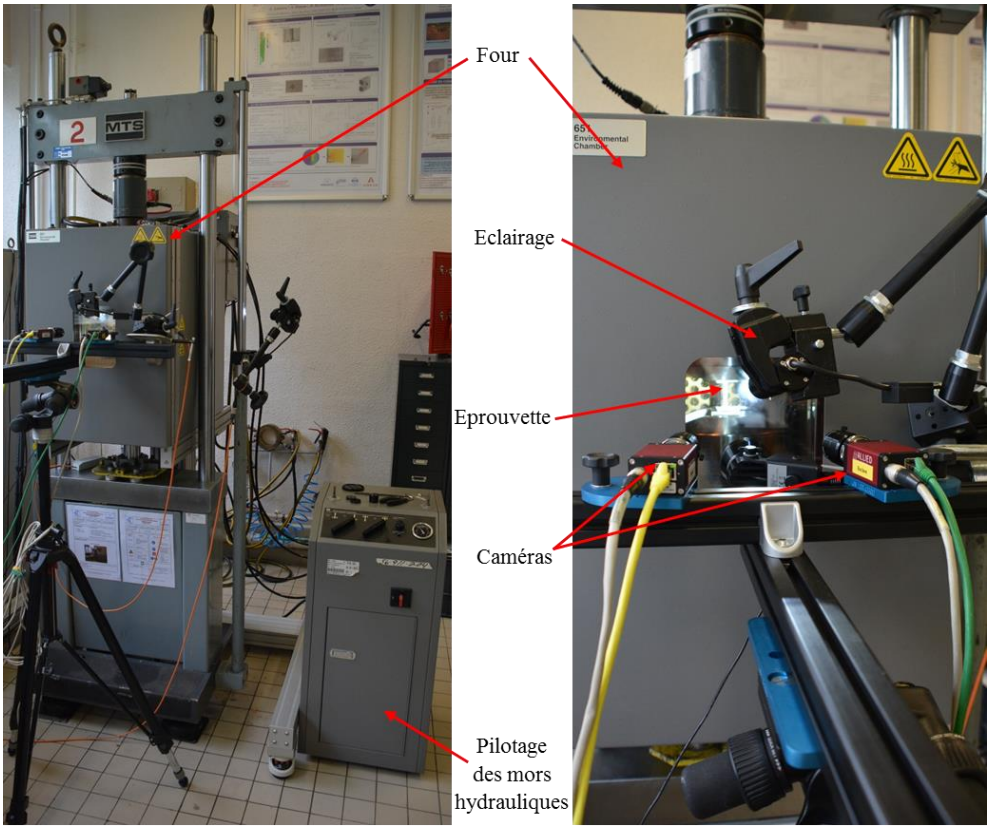


Figure 2 – Photos de la machine servo-hydraulique, équipée du four et du système de caméras

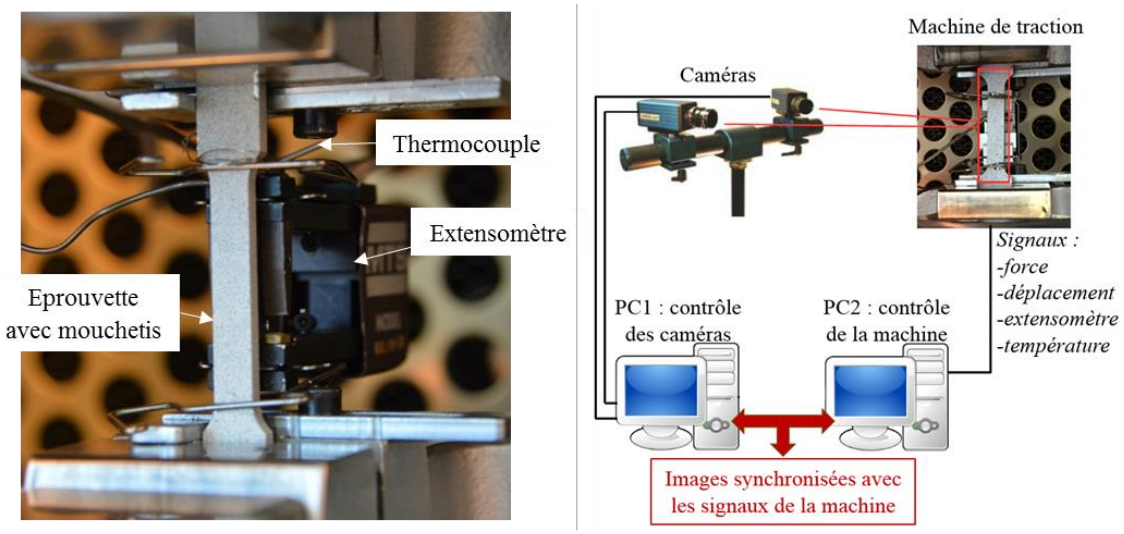


Figure 3 – Photo du montage et représentation schématique du système de corrélation d'image

Les fréquences d'acquisition des données issues de la machine MTS ainsi que les fréquences d'acquisition des images sont indiquées dans le Tableau 3.

		Vitesse de déformation (s^{-1})			
		10^{-5}	**10^{-4}**	**10^{-3}**	**10^{-2}**
Acquisition Δt (s)	**Caméra**	10	1	0,5	0,05
	Machine MTS	5	0,5	0,05	0,005

Tableau 3 – Pas de temps d'acquisition des données par le système de corrélation d'images et par la machine de traction MTS

2.3. Dépouillement des essais de traction

Les paramètres mesurés pour ces essais sont la limite d'élasticité conventionnelle prise à 0,2 % de déformation plastique $R_{p0,2}$, la contrainte maximale atteinte (ou résistance mécanique) R_m, l'allongement plastique uniformément réparti au maximum de charge A_g, et l'allongement plastique à rupture A.

Toutes les éprouvettes ont été testées à température constante, mais quelques spécificités sont à noter :

- Les éprouvettes 201 à 213 et 219 ont été soumises à des essais de traction monotones à vitesse de déformation constante. Tous les paramètres mentionnés précédemment sont identifiables, excepté l'allongement à rupture concernant l'éprouvette 201 car l'essai a été interrompu accidentellement.
- L'éprouvette 214 a été soumise à un essai de traction à vitesse de déformation constante en valeur absolue, mais avec décharge à environ 2 % de déformation. Tous les paramètres mentionnés précédemment sont identifiables.
- Les éprouvettes 220 à 222 ont été soumises à des essais de traction à vitesse de déformation constante, mais avec deux relaxations (maintien de la position de la traverse de la machine pendant 15 secondes) à environ 1,5 et 3,5 % de déformation. Tous les paramètres mentionnés précédemment sont identifiables.
- les éprouvettes 215 et 216 ont été soumises à des essais de traction à vitesse de déformation variable : à 10^{-5} s^{-1} de 0 à 2% de déformation, puis à 10^{-4} s^{-1} de 2 à 4%, puis à 10^{-3} s^{-1} de 4 à 6 %, enfin à 10^{-2} s^{-1} de 6 % à rupture. Leur limite d'élasticité conventionnelle peut être déduite à 10^{-5} s^{-1}, étant donné que celle-ci intervient avant 2 % de déformation.

Pour rappel, les vitesses de déformation totales sont imposées par le pilotage du déplacement de la traverse. Les vitesses de déformation réelles ont été calculées grâce aux données acquises par l'extensomètre. Comme on peut le constater sur le Tableau 4, les vitesses de déformation réelles locales sont très proches de celles imposées, à l'exception peut-être de la première vitesse imposée à l'éprouvette 216, mais qui reste du même ordre de grandeur.

2.4. Dépouillement de la corrélation d'images

2.4.1. Démarche et méthodes

Pour tenter de repérer optiquement des instabilités de type PLC, une certaine procédure a été suivie. Cette procédure consiste tout d'abord à repérer sur la courbe de traction, tracée à partir des données de la machine, l'intervalle de déformation qui semble digne d'intérêt. Typiquement, il s'agit de sélectionner une zone qui présente une instabilité (ou hachure) sur cette courbe. On lie alors cet intervalle contrainte-déformation (issu des données enregistrées à une certaine fréquence par le PC2 de la Figure 3) à un intervalle force-déplacement traverse (compris dans les données enregistrées à une autre fréquence par le PC1), correspondant lui-même à une série d'images sur lesquelles on effectue alors la technique de corrélation.

On peut également raisonner dans le sens inverse : en effectuant une corrélation sur une très large série d'images, on peut tenter de repérer des instabilités, des bandes, ou des sauts de déformation inhabituels, puis repérer ensuite à quel moment et à quel couple contrainte-déformation est intervenu cet évènement lors de l'essai de traction. Cependant, la technique de corrélation d'images étant très dépendante du pas choisi entre deux images de corrélation, il est donc peu pertinent d'utiliser cette méthode, car il est peu probable d'avoir choisi le pas adéquat pour observer de tels phénomènes sur une large gamme, de surcroît choisie au hasard. Il s'agit donc davantage de cibler les études.

Pour effectuer la corrélation, on choisit une image de référence ainsi qu'une zone d'intérêt. On fixe ensuite des paramètres (Tableau 4) déterminant la quantité de pixels (d'une taille de 30x30 µm²), regroupés sous forme d' « imagettes », que va utiliser la corrélation. Dans cette étude, il est apparu que la configuration subset 21 / step 7 était plus efficace. Une fois la corrélation effectuée, différents

paramètres (déplacements, déformations, …) sont calculés sur chaque pixel, et peuvent être visualisés grâce à une échelle de couleur. Ici, c'est la déformation locale de Lagrange dans la direction de traction $\mathcal{E}_{YY}$ qui est significative.

Temp.	Réf.	Vitesse imposée	Vitesse réelle
		traverse	extenso
°C		s^{-1}	
22	205	10^{-5}	$1{,}04.10^{-5}$
	207		$1{,}04.10^{-5}$
	204	10^{-4}	$1{,}01.10^{-4}$
	206		$0{,}95.10^{-4}$
	214		$1{,}10.10^{-4}$
	201	10^{-3}	$1{,}00.10^{-3}$
	202		$1{,}05.10^{-3}$
	203	10^{-2}	$1{,}05.10^{-2}$
	215	10^{-5}	$0{,}84.10^{-5}$
		10^{-4}	$0{,}99.10^{-4}$
		10^{-3}	$0{,}93.10^{-3}$
		10^{-2}	$1{,}13.10^{-2}$
70	211	10^{-5}	$1{,}04.10^{-5}$
	212		$1{,}04.10^{-5}$
	210	10^{-4}	$1{,}03.10^{-4}$
	213		$1{,}02.10^{-4}$
	209	10^{-3}	$1{,}00.10^{-3}$
	208	10^{-2}	$1{,}03.10^{-2}$
	216	10^{-5}	$0{,}69.10^{-5}$
		10^{-4}	$1{,}06.10^{-4}$
		10^{-3}	$1{,}03.10^{-3}$
		10^{-2}	$1{,}11.10^{-2}$
-21	219	10^{-5}	$1{,}08.10^{-5}$

Tableau 4 – Comparaison des vitesses de déformation (imposées par la traverse) et réelles (calculées grâce aux données de l'extensomètre) - essais de traction sur J47

Taille de pixel	Subset	Step
30x30 µm²	21	7

Tableau 5 – Paramètres de la corrélation d'image

On se propose donc de repérer sur les images traitées des concentrations de déformations inhabituelles, voire des bandes de déformations qui se propagent le long de l'éprouvette, correspondant à des bandes PLC. Deux méthodes de corrélation (schématisées sur la Figure 4) sont utilisées:

- la **corrélation directe** consiste à corréler chaque image par rapport à la même image de référence. Ainsi, à chaque pas d'image choisi, la déformation locale va se rajouter à la précédente. On peut ainsi observer progressivement la striction apparaître et la plasticité se généraliser. Quand la courbe de traction fait apparaitre des allongements à rupture macroscopiques de l'ordre de 12 à 14 %, la corrélation d'image permet de montrer que les éprouvettes subissent des déformations locales allant jusqu'à 45 %.
- la **corrélation incrémentale** consiste à corréler chaque image par rapport à la précédente. On progresse ainsi d'image en image par des pas similaires en termes de déformation, et seules les

déformations locales les plus importantes apparaissent. Cette méthode permet d'observer d'éventuelles bandes de déformation se propager, c'est donc celle-ci qui est privilégiée.

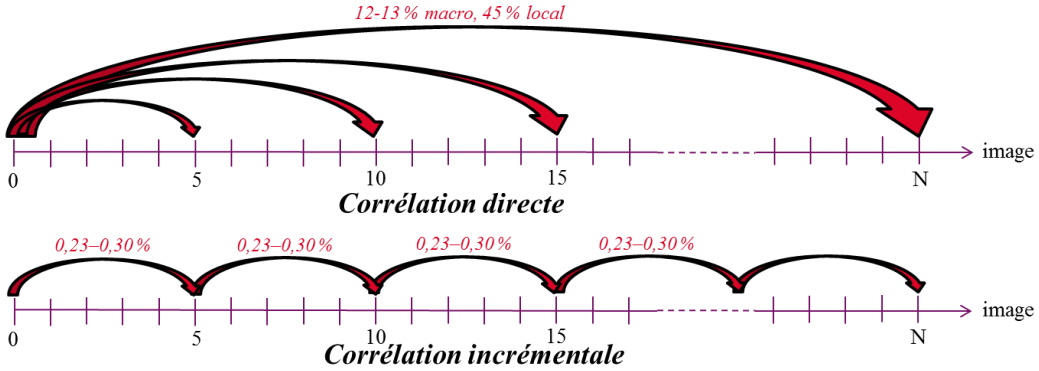


Figure 4 – Schéma représentant les deux méthodes de corrélation utilisées, avec un pas de 5 images

Il existe également une troisième méthode **mixte**, qui est celle de la corrélation incrémentale mais où le résultat est cumulé après pour indiquer les déformations cumulées.

2.4.2. Quantification du bruit

En corrélant des images sans déformation (avec un mouvement de corps rigide), on peut quantifier le bruit du système d'acquisition : par rapport à une image de référence, on corrèle ainsi des images prises avec 0, 1, 2, ou 3 mm de déplacement, mais sans déformer l'éprouvette en ne fermant qu'un seul mors, comme illustré sur la Figure 5. On peut alors quantifier le bruit moyen du champ $\mathcal{E}_{YY}$ sur l'ensemble de l'éprouvette, et le bruit maximal, comme indiqué sur le Tableau 6.

	Temp. ambiante		**70 °C**	
	moy.	**max.**	**moy.**	**max.**
0 mm	0,001	0,073	0,001	0,160
1 mm	0,003	0,110	0,007	0,190
2 mm	0,001	0,130	0,025	0,220
3 mm	0,010	0,140	0,004	0,240
Moyenne	**0,004**	**0,113**	**0,009**	**0,203**
Ecart-type	**0,004**	**0,030**	**0,011**	**0,035**

Tableau 6 – Valeur en % des bruits moyen et maximal de $\mathcal{E}_{YY}$ mesurés à différents niveaux de déplacements et pour deux températures d'essai

On obtient ainsi un bruit moyen d'environ 0,004 % de déformation locale à température ambiante, et jusqu'à 0,009 % à 70 °C. Le bruit maximal est environ 100 fois plus important (respectivement de 0,1 et 0,2 %), mais ce bruit est très local, seulement sur quelques pixels. Le critère retenu est qu'au minimum, la différence de déformation entre deux images doit être de 0,05 % à l'ambiante et de 0,1 % à 70 °C (10 fois le bruit moyen), afin d'avoir un ratio signal / bruit satisfaisant.

On comprend donc l'influence déterminante du pas de corrélation choisi : il ne doit être ni trop petit, sous peine que la plage de déformation calculée soit contenue dans le bruit, ni trop grand, sinon on ne pourra distinguer d'éventuelles concentrations de déformations. Typiquement la corrélation est effectuée pour toutes les images, ou toutes les 5, 20, 50 voire même 100 images, ce qui permet de balayer une large gamme de pas de déformations : 0,05 %, 0,2 %, 0,25 %, 0,3 % et jusqu'à 1 %. Ces valeurs de pas d'images et de pas de déformation ne correspondent pas entre elles, car elles changent en fonction des essais et des fréquences d'acquisition, mais elles sont données à titre indicatif.

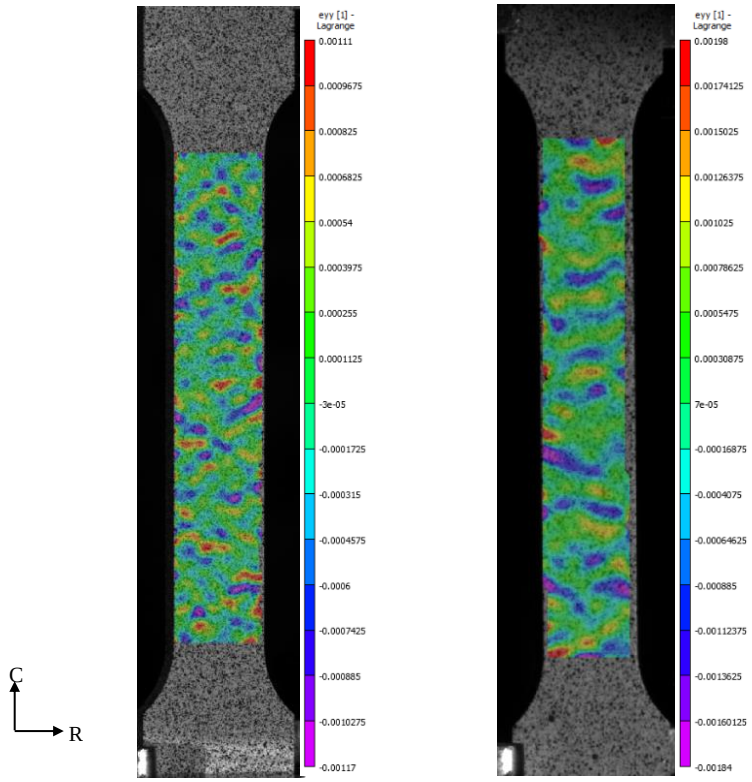


Figure 5 – Champs de déformation $\mathcal{E}_{YY}$ après un mouvement de corps rigide de 1 mm permettant de quantifier le bruit. A gauche à température ambiante (épr. 206), à droite à 70 °C (épr. 209)

3. RESULTATS DE LA CAMPAGNE PLC

3.1. Essais de traction

Dans cette partie, les courbes de traction sont tracées en utilisant les contraintes et déformations nominales, calculées à partir de la section initiale (3x6 mm²) et de la mesure de l'ouverture de l'extensomètre (d'une ouverture initiale de 25 mm) : $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$ et $\sigma = \frac{F}{S_0}$.

Les courbes de traction sont recalées avec un module de Young théorique de 69 GPa. A noter que les valeurs du module de Young calculées à partir des données de la machine (cellule de force et extensomètre) sont très proches de cette valeur, et oscillent en fonction des éprouvettes entre 68 et 70 GPa.

3.1.1. Identification des paramètres

L'ensemble des résultats obtenus est regroupé dans le Tableau 7.

Temp.	Vitesse de déf.	Réf. épr.	$R_{p0,2}$	R_m	A_g	A
°C	s^{-1}		MPa		%	
22	10^{-5}	205	250	299	7,6	13,0
		207	250	299	8,0	12,6
		215	259			
		moy.	**253**	**299**	**7,8**	**12,8**
	10^{-4}	204	249	300	8,3	12,4
		206	249	298	7,8	11,6
		214*	259	301	8,7	13,2
		222**	258	299	8,5	12,6
		moy.	**254**	**299**	**8,3**	**12,4**
	10^{-3}	201	260	300	8,9	
		202	250	295	8,2	13,7
		221**	258	299	8,5	13,9
		moy.	**256**	**298**	**8,5**	**13,8**
	10^{-2}	203	251	300	9,1	14,4
		220**	258	299	9,5	13,4
		moy.	**255**	**300**	**9,3**	**13,9**
70	10^{-5}	211	250	278	7,8	14,8
		212	255	285	6,7	14,1
		216	250			
		moy.	**252**	**282**	**7,2**	**14,5**
	10^{-4}	210	256	291	7,7	13,0
		213	254	291	7,8	15,1
		moy.	**255**	**291**	**7,8**	**14,0**
	10^{-3}	209	253	297	8,2	12,9
		moy.	**253**	**297**	**8,2**	**12,9**
	10^{-2}	208	251	295	8,3	13,8
		moy.	**251**	**295**	**8,3**	**13,8**
-21	10^{-5}	**219**	**265**	**310**	**8,8**	**13,7**

Tableau 7 - Résultats des essais de traction sur J47
** Essai avec décharge intermédiaire*
*** Essais avec relaxations intermédiaires*

3.1.2. Essais monotones à vitesse de déformation constante

La Figure 6 montre les 14 courbes de traction des éprouvettes testées à différentes vitesses de déformation, à 22, 70 et -21 °C. Il s'agit des éprouvettes 201 à 213 et 219. On constate tout de suite que macroscopiquement, les courbes de traction ne présentent pas de serrations, qui seraient caractéristiques de l'effet PLC.

3.1.3. Essais interrompus à vitesse de déformation constante

Les 4 éprouvettes ont été testées à température ambiante à vitesse de déformation constante mais avec des interruptions : une décharge a été effectuée sur l'éprouvette 214, et deux maintiens (provoquant de la relaxation) ont été effectués sur les éprouvettes 220 à 222. La Figure 7 regroupe les courbes de traction correspondantes.

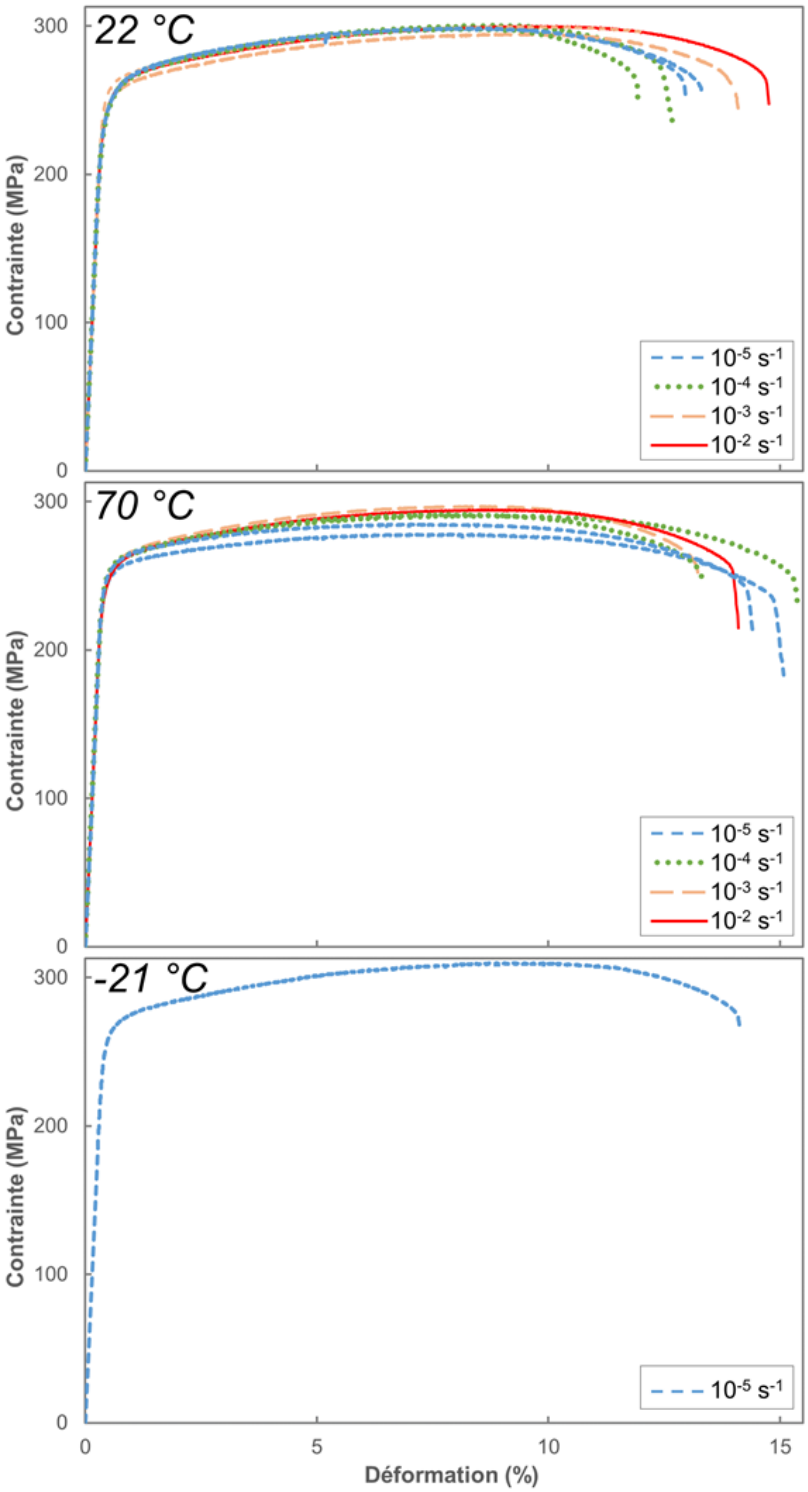


Figure 6 – Comparaison des essais de traction monotones réalisés à différentes vitesses de déformations pour trois températures : 22°C, 70°C et -21°C (J47)

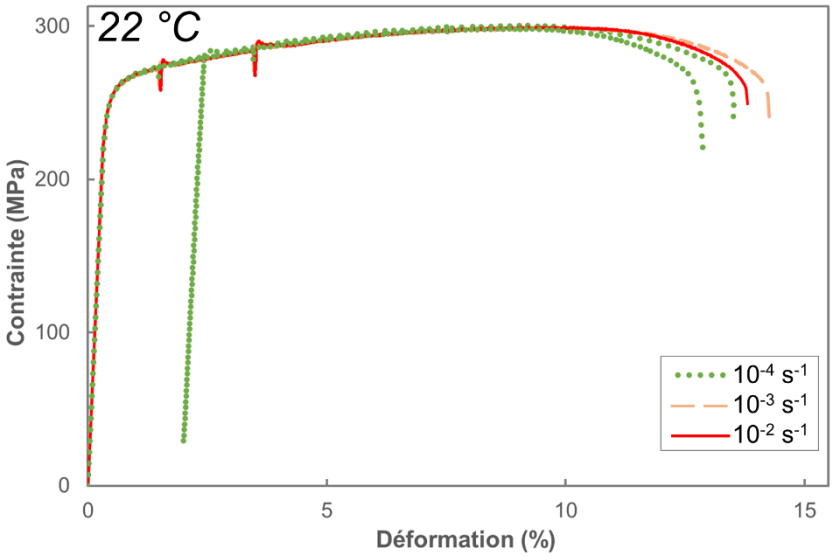


Figure 7 - Comparaison des essais de traction avec décharge ou maintiens réalisés à température ambiante (J47)

3.1.4. Essais à vitesse de déformation variable

Les deux essais 215 et 216 (Figure 8) ont été réalisés à deux températures avec des vitesses de déformation variables en cours d'essai : 10^{-5} s^{-1} de 0 à 2 % de déformation, puis 10^{-4} s^{-1} de 2 à 4 %, puis 10^{-3} s^{-1} de 4 à 6 %, et enfin 10^{-2} s^{-1} de 6 % à rupture.

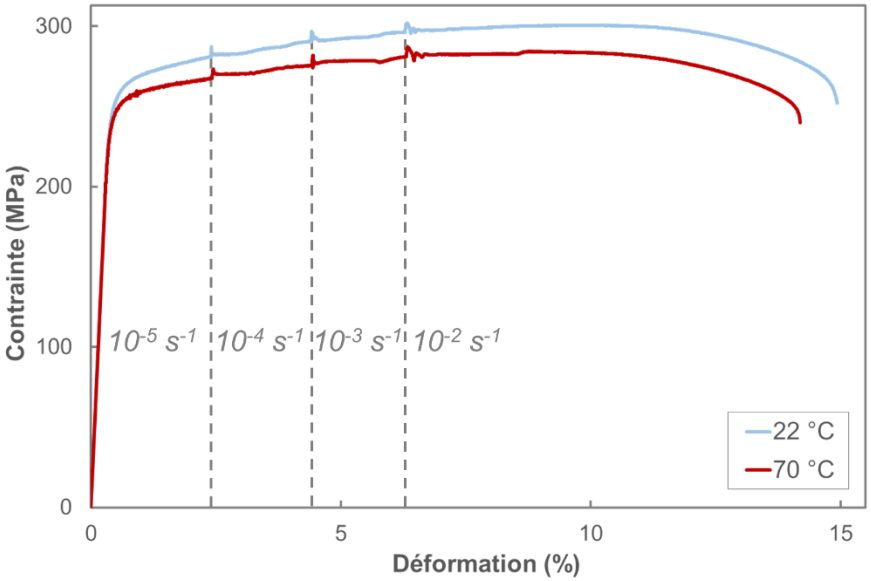


Figure 8 - Comparaison des essais de traction réalisés à différentes températures et à des vitesses de déformation variables en cours d'essai (J47)

On constate des oscillations à chaque changement de vitesse de déformation, dont l'origine pourrait être expliquée par deux phénomènes différents : soit les PID de la machine de traction ne sont pas correctement ajustés, ce qui influerait sur la réponse de la machine à chaque changement de vitesse, soit c'est véritablement une manifestation d'un comportement particulier du matériau. Concernant la première explication, on peut tracer le déplacement de la traverse en fonction du temps : d'après la Figure 9, la traverse n'apporte pas de réponse inappropriée car les pentes sont bien marquées et il n'y a pas de phénomène instable à chaque transition. On en déduit donc que ces oscillations sont bien un effet du matériau, ce qui amène à concentrer la corrélation d'images sur cette zone (partie 3.2).

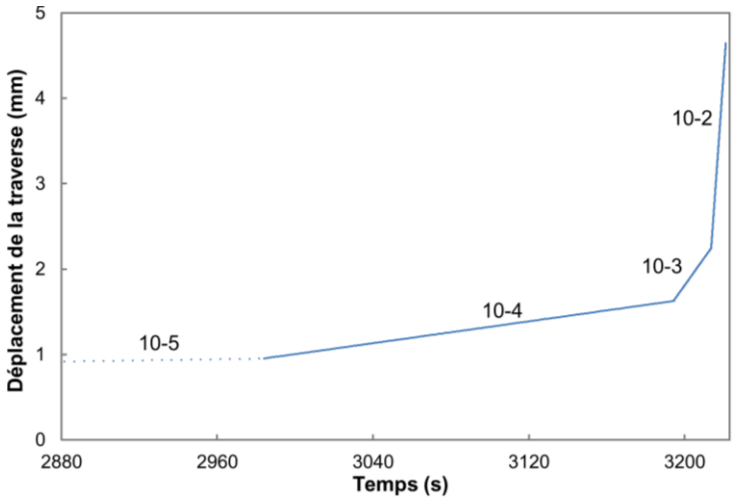


Figure 9 – Evolution du déplacement de la traverse en fonction du temps de l'essai 215 à température ambiante. Les changements de vitesse de déplacement de la traverse sont nets.

3.2. Corrélation d'images

La corrélation d'images permet de visualiser l'augmentation progressive de la déformation. Comme on peut le constater sur la Figure 10 (qui est représentative de ce qu'on observe sur la totalité des éprouvettes sollicitées sous chargement monotone), la progression généralisée de la déformation sur l'ensemble de la zone d'intérêt est visualisable, jusqu'à l'apparition d'un endommagement localisé correspondant à la future striction.

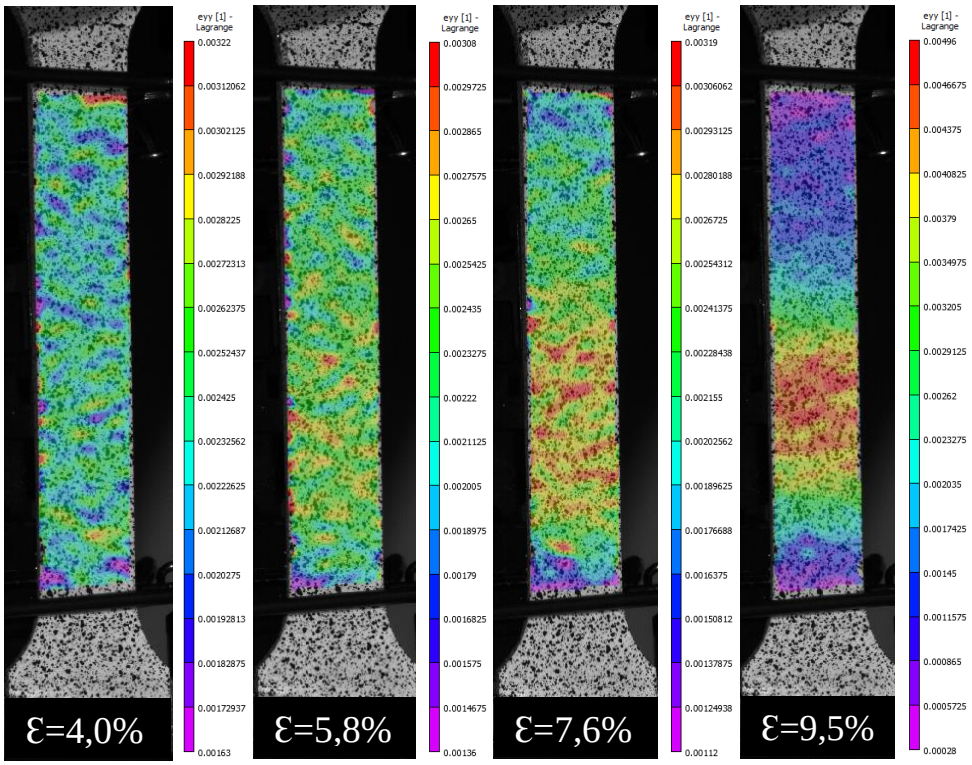


Figure 10 – Champ de déformation $\mathcal{E}_{YY}$ corrélé en méthode incrémentale avec un pas moyen de 0,25 % de déformation totale (épr. 202, $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$)

On se trouve donc en présence d'une déformation qui progresse de façon globalement homogène sur l'ensemble de la zone d'intérêt (jusqu'à l'apparition de la striction) : en corrélation directe comme en corrélation incrémentale, cela se traduit donc par une intensification régulière de la couleur « moyenne » du champ de déformation.

Par conséquent, cela signifie qu'il n'y a pas de déformation localisée observable, ni de bandes de déformation (qu'elles soient propagatives ou stationnaires). Pourtant, les très légères hachures qu'on pouvait observer sur les courbes de traction des éprouvettes 207 et 214, respectivement à 5,2 et 7,5 % de déformation, pouvaient laisser penser à la présence d'éventuelles instabilités de déformation. Mais malgré différents pas et différents intervalles investigués selon les méthodes directe et incrémentale, aucun comportement de ce genre n'a pu être observé sur les essais à vitesse de déformation constante. Il en est de même pour le léger saut de contrainte après la décharge puis la charge au cours de l'essai 214.

Cependant, sur les éprouvettes 215 et 216 (Figure 8), des oscillations ont été observées et ont été attribuées à un effet du matériau et non du système mécanique (voir la partie 3.1.4). A noter que l'essai 216 a été le seul à ne pas être équipé du système de corrélation d'images, seule la corrélation sur l'éprouvette 215 est donc mentionnée ici. Les sauts de contrainte aux changements de vitesse entre 10^{-5} et 10^{-4} s^{-1} d'une part, et 10^{-4} et 10^{-3} s^{-1} d'autre part, ne sont pas accompagnés de comportement observable à la corrélation.

En revanche, les oscillations importantes entre 10^{-3} et 10^{-2} s^{-1} qui apparaissent à environ 6,2 % de déformation sont accompagnées d'un résultat notable : comme illustré sur la Figure 11, une bande est clairement identifiable. Une caractérisation plus précise de cette bande est réalisée dans la partie suivante (Figure 13).

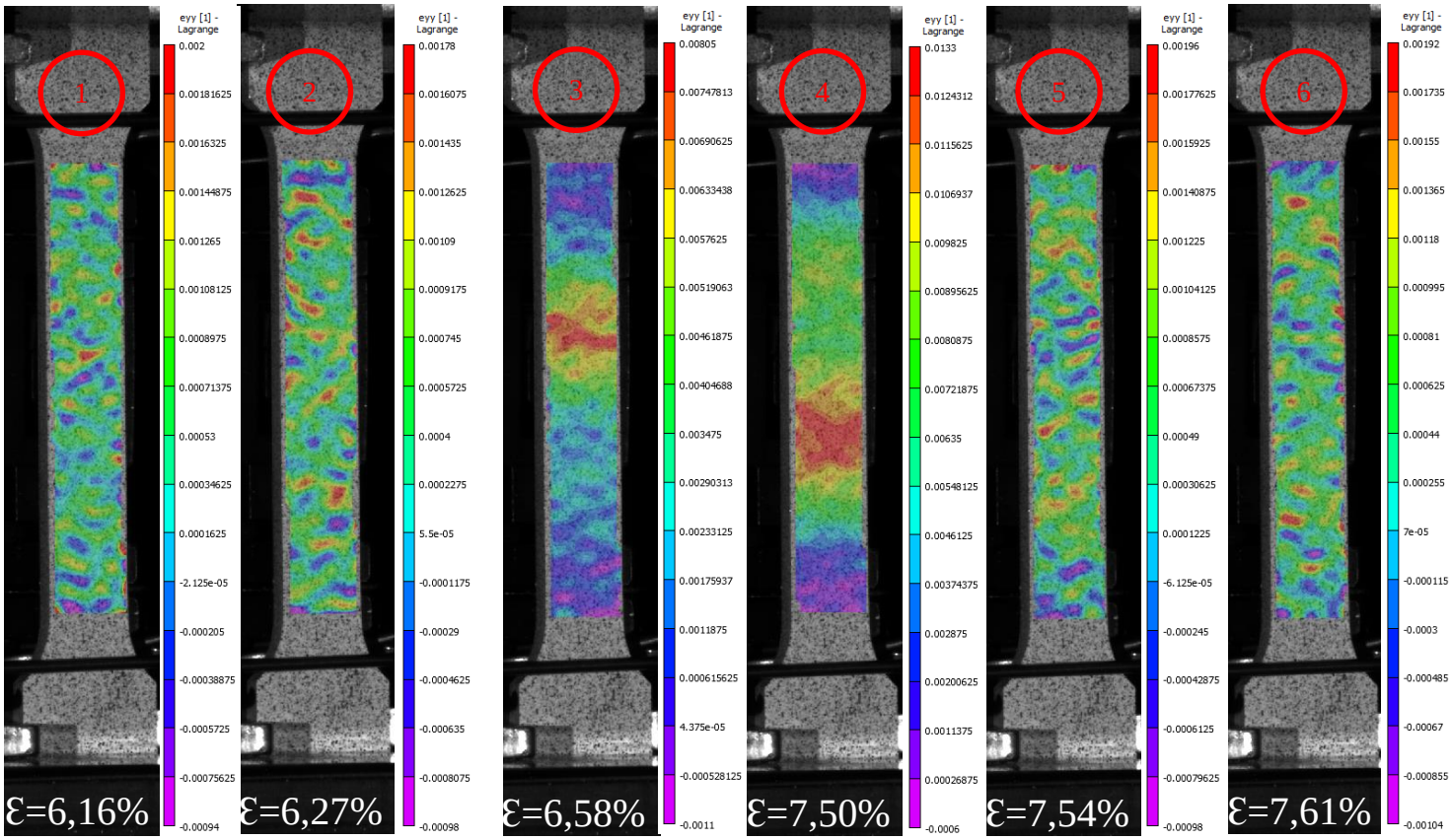


Figure 11 – Champs de déformation $\mathcal{E}_{YY}$ corrélés en méthode incrémentale avec un pas moyen de 0,05 % de déformation totale (épr. 215, $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$ puis $10^{-2}s^{-1}$)

4. DISCUSSION

4.1. Essais monotones

Les courbes de traction des essais monotones sont lisses, aucune hachure n'est observable. A partir des données précédemment identifiées dans la partie 3.1, la Figure 12 montre l'évolution des principales propriétés mécaniques en traction en fonction de la vitesse de déformation pour les trois températures d'essai.

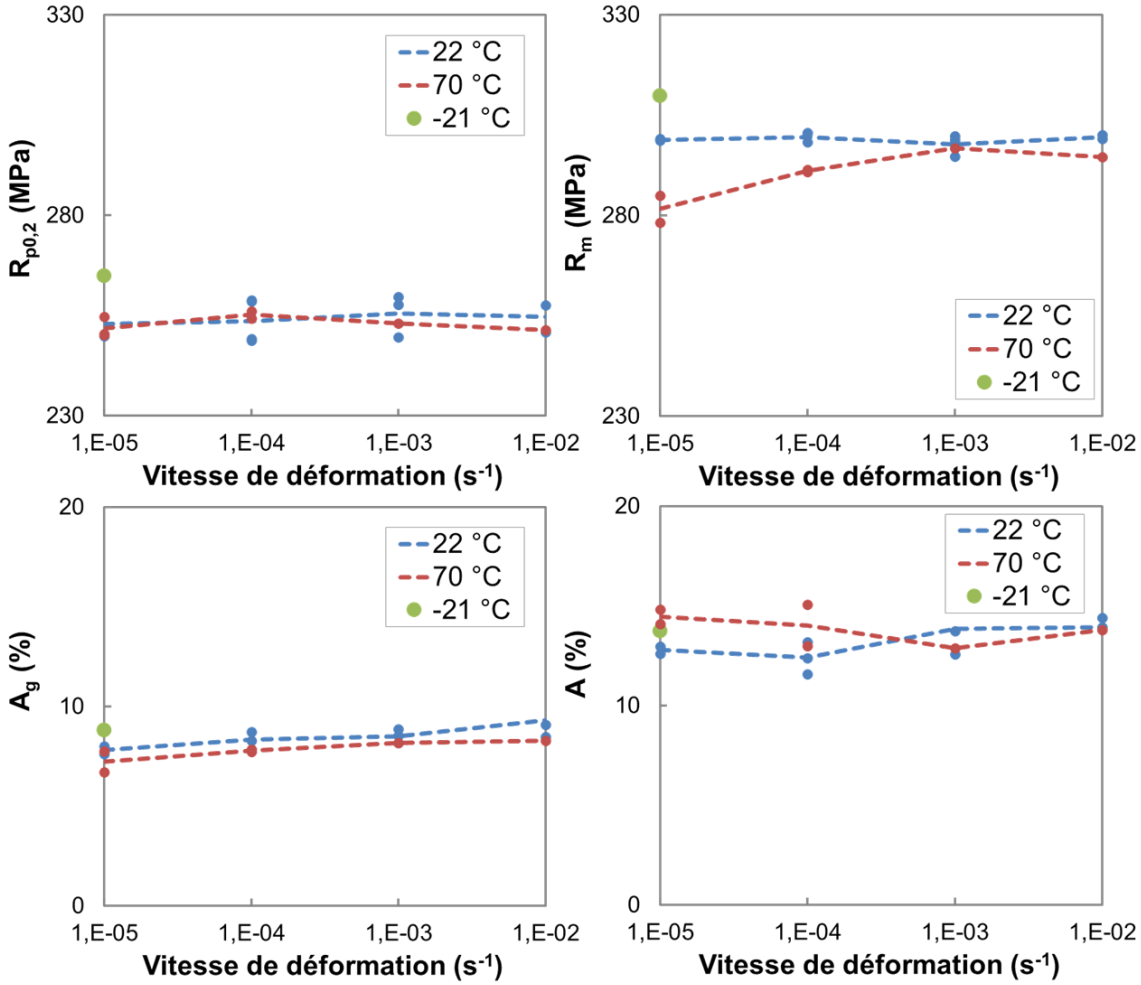


Figure 12 – Evolution des propriétés mécaniques en traction en fonction de la vitesse de déformation pour trois températures d'essai

Concernant la limite d'élasticité, on constate que la vitesse de déformation n'a aucune influence dessus. On obtient sensiblement la même valeur, avec peu de dispersion, que ce soit à température ambiante ou à 70 °C. L'essai à -21 °C montre une limite d'élasticité un peu plus élevée, effet auquel on s'attendait. De même, il y a peu d'évolution de la résistance mécanique. A 70 °C, on note tout de même une légère augmentation avec la vitesse de déformation : les essais semblent donc montrer une sensibilité positive à la vitesse de la résistance mécanique. C'est précisément l'effet inverse que celui qu'on observe sur des matériaux sujets au PLC.

Concernant les allongements, de même que pour la limite d'élasticité, la vitesse de déformation et la température ne semblent pas avoir d'influence. Le creux de ductilité à 70 °C (c'est-à-dire une baisse des allongements en température) observé lors de précédentes études au CEA sur un matériau similaire [8] n'est pas identifié ici.

Comme nous l'avons vu, aucune bande de déformation n'a été détectée sur ces essais par la corrélation d'images. Seules deux hachures, de surcroît de très faible amplitude, ont été notées lors de cette étude, sur les éprouvettes 207 et 214. Celles-ci n'ont pas pu être mises en relation avec une éventuelle instabilité par la corrélation d'images.

D'après notre étude, l'alliage 6061-T6 ne semble donc pas soumis à l'effet PLC, au moins à ces gammes de température et de vitesses et si on suit les définitions classiques, contrairement à ce que démontraient Schwarz et Funk [7]. Il est important de noter que ces derniers réalisaient leurs expériences et leurs analyses sur un alliage 6061 en vérité sous-revenu, et donc pas à l'état T6. On peut attribuer la présence de l'effet PLC pour cet état sous-revenu au fait que davantage d'éléments d'alliages sont disponibles et donc libres de se diffuser.

4.2. Essais non monotones

Les essais non monotones (éprouvettes 214 à 216 et 220 à 222) montrent des réponses inhabituelles quand des changements de vitesses sont appliqués. Il semble donc qu'on puisse activer une réponse originale du matériau quand on le sollicite de façon non monotone. La corrélation d'images nous permet d'approfondir l'étude. Le saut (pic de charge) apparu lors du rechargement suite à la décharge en cours d'essai 214 pourrait être signe d'un phénomène de vieillissement, mais n'a pas été décelable suite à la corrélation.

Les oscillations apparues lors des changements de vitesses de déformations (éprouvettes 215 et 216) seraient dues à un effet matériau (et non à un mauvais réglage des PID du système d'acquisition des données comme cela avait été envisagé), mais seul le passage de 10^{-3} à 10^{-2} s^{-1} lors de l'essai 215 est remarquable, d'après l'observation d'une bande propagative de déformation (partie 3.2).

Afin de caractériser cette bande de déformation, l'intensité de la déformation locale $\mathcal{E}_{YY}$ est mesurée le long d'une ligne verticale située au milieu de la longueur de la zone d'intérêt. La Figure 13 expose quatre diagrammes spatio-temporels, inspirés de [9,10] et correspondant chacun à une vitesse de déformation de l'essai 215 (de 10^{-5} à 10^{-2} s^{-1}). Ces diagrammes sont élaborés par la corrélation incrémentale via l'utilisation d'un script Python. Ils représentent l'évolution de l'intensité (code couleur) du champ de la vitesse locale de déformation sur toute la hauteur des 32 mm de la zone utile (axe des ordonnées) en fonction de la déformation ingénieur macroscopique imposée (axe des abscisses), et donc du temps.

On constate l'apparition de deux bandes de déformation propagatives à chaque changement de vitesse :

- La figure *b* laisse apparaître deux bandes (d'une intensité moyenne de $2{,}5.10^{-4}$ s^{-1}) qui se croisent suite au passage de 10^{-5} à 10^{-4} s^{-1},
- La figure c laisse apparaître deux bandes (d'une intensité moyenne de $2{,}2.10^{-3}$ s^{-1}) qui se propagent dans deux directions opposées suite au passage de 10^{-4} à 10^{-3} s^{-1},
- La figure *d* laisse apparaître deux bandes légères (d'une intensité moyenne de 2.10^{-4} s^{-1}) qui se propagent suite au passage de10^{-3} à 10^{-2} s^{-1}, avant de disparaître, cédant leur place à la striction puis à la rupture.

Le changement de vitesse fait donc clairement apparaître des bandes de déformation propagatives, d'une intensité environ égale à deux à trois fois la vitesse de déformation macroscopique imposée.

Le même type de diagramme spatio-temporel est présenté dans la Figure 14. Les courbes de traction sont superposées à ces diagrammes. Aucune bande n'est observable sur la figure *a*, où le diagramme spatio-temporel est appliqué à un essai monotone à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}. Mais sur l'essai illustré sur la figure *b*, réalisé à la même vitesse mais avec deux maintiens, des bandes sont identifiables après chaque maintien (surtout après le deuxième), d'une intensité d'environ $2{,}5.10^{-3}$ s^{-1}. Concernant l'essai avec maintiens réalisés à une vitesse plus faible (10^{-4} s^{-1}), aucune bande n'est

discernable sur la figure *c*, peut-être car il est trop bruité. Par contre, sur l'essai plus rapide (10^{-2} s^{-1}) avec maintiens de la figure *d* (qui est tronquée car la corrélation d'images n'a pas été enregistrée à la fin de l'essai), deux bandes d'une intensité d'environ $2{,}5.10^{-2}$ s^{-1} sont clairement observables après le deuxième maintien.

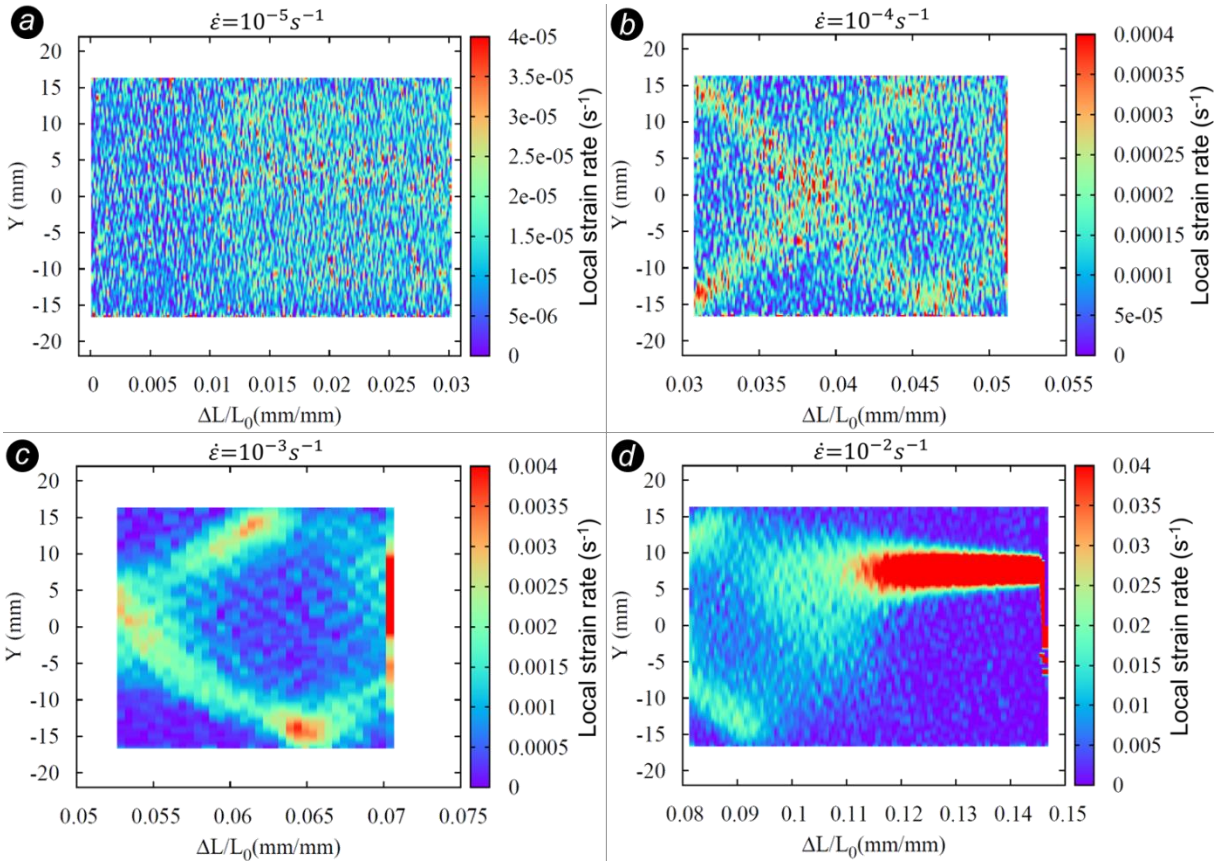


Figure 13 – Diagrammes spatio-temporels de l'essai 215 réalisé à une vitesse de déformation variable, représentant l'intensité du champ de la vitesse locale de déformation $\dot{\varepsilon}_{YY}$ (code couleur) en fonction de la déformation macroscopique (axe des abscisses) le long d'une ligne placée au milieu de la zone utile (axe des ordonnées)

Il faut noter que ces dépouillements apportent également une information secondaire : il est possible de visualiser d'éventuelles bandes de déformation, quelle que soit leur origine (PLC ou non). Or, aucune autre bande n'a été repérée sur l'ensemble des autres éprouvettes dépouillées avec cette méthode. Donc a priori cela signifie que le matériau n'en présente pas à vitesse de déformation monotone, et non pas que les systèmes d'acquisition ou de dépouillement soient déficients.

Dans la littérature, la relation entre les changements de vitesse et l'apparition de phénomènes type PLC a été étudiée par quelques auteurs, comme van den Brink et al. [14] sur un alliage or-cuivre ou McCormick [15] analytiquement . La Figure 15 est issue d'une étude de Zeghloul et al. [16] sur un alliage aluminium-magnésium. On constate qu'après le changement de vitesse, des oscillations apparaissent, mais qu'elles ne disparaissent pas. Cela dû au fait que, contrairement à notre étude, ce changement de vitesse s'effectue sur un domaine déjà identifié comme étant soumis à l'effet PLC lors d'essais monotones.

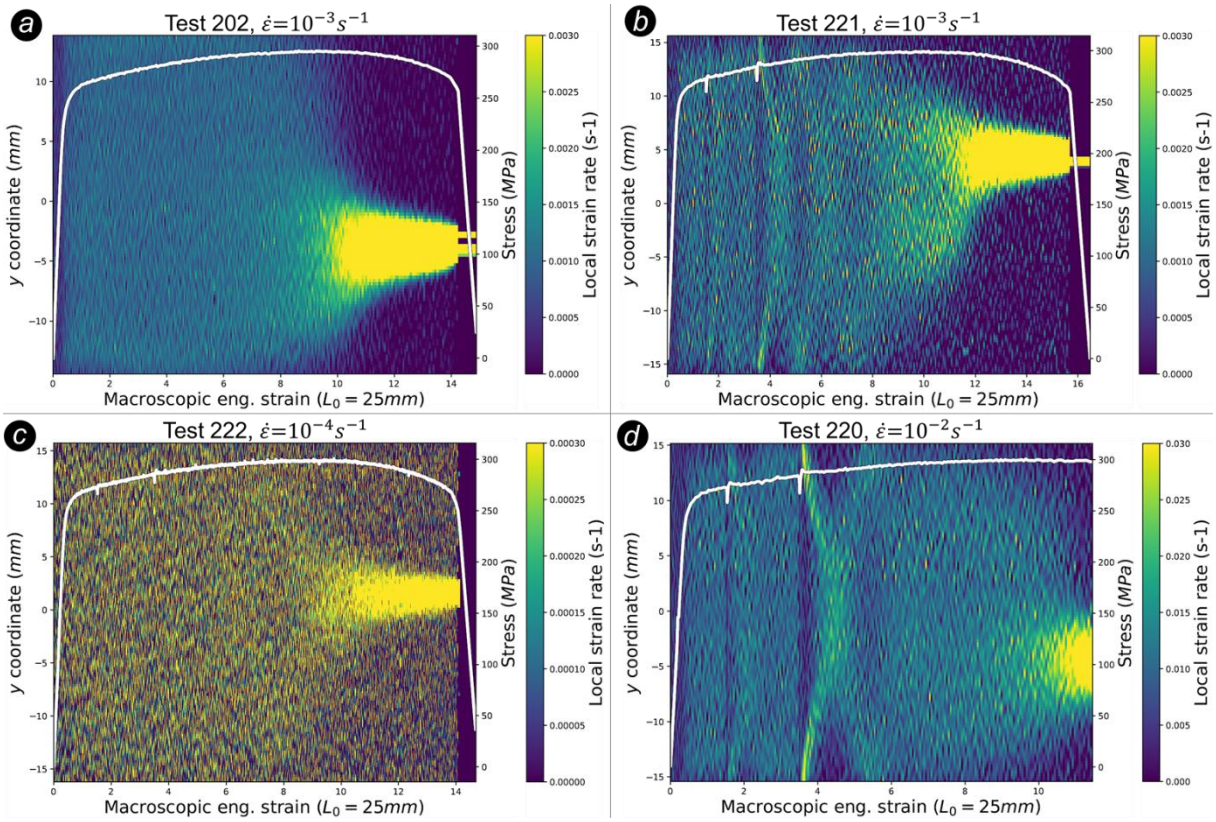


Figure 14 – Diagrammes spatio-temporels des essais 202, 221, 222 et 220 réalisés à des vitesses de déformation respectives de 10^{-3}, 10^{-3}, 10^{-4}, 10^{-2} s^{-1}, représentant l'intensité du champ de la vitesse locale de déformation $\dot{\varepsilon}_{YY}$ (code couleur) en fonction de la déformation macroscopique (axe des abscisses) le long d'une ligne placée au milieu de la zone utile (axe des ordonnées)

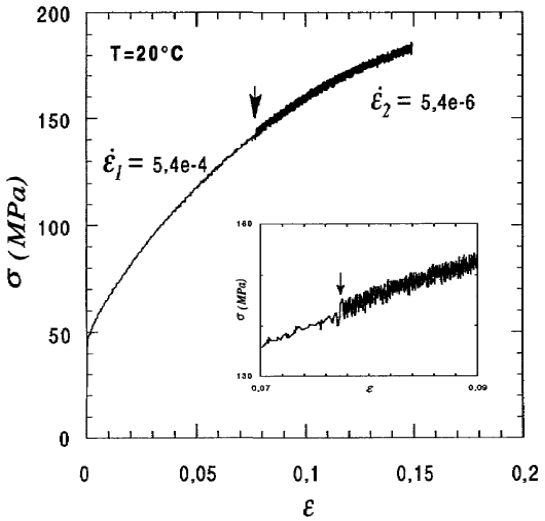


Figure 15 – Courbe contrainte-déformation montrant un changement de vitesse de déformation, dans un domaine identifié PLC sur des essais monotones [16]

Ce phénomène d'activation de l'effet PLC, limité et déclenché seulement lors d'essais de traction non classiques, semble être trop peu prononcé pour être directement la cause de l'apparition des pop-ins. Cependant, il faut être conscient du fait que lors d'essais de ténacité, en pointe de fissure les vitesses de déformation ne sont pas strictement monotones, d'autant plus lorsqu'on effectue des essais avec décharges intermédiaires et maintiens (et donc relaxations). D'éventuelles manifestations d'un effet PLC induit par ces changements de vitesse pourraient donc apparaître et occasionner des états de

contraintes inhabituels. Mais cela ne peut pas provoquer un phénomène aussi macroscopique et brutal que le pop-in.

5. CONCLUSIONS DE LA CAMPAGNE PLC

Lors d'essais monotones, les courbes de traction n'indiquent pas de hachure significative et on n'observe pas de sensibilité inverse à la vitesse. La corrélation d'images ne montre pas l'apparition de bandes de déformation locale PLC. Contrairement à ce que démontraient Schwarz et Funk [7] sur un alliage 6061 sous-revenu, l'alliage d'aluminium 6061-T6 n'est donc pas sujet à l'effet PLC, du moins pas à ces gammes de température et de vitesses. En outre, le creux de ductilité à 70 °C qui avait été mis en évidence lors de précédentes campagnes [8] n'a pas été confirmé lors de cette étude. Les pop-ins, qui apparaissent pourtant à ces vitesses et à ces températures, ne trouvent donc visiblement pas leur origine dans l'effet PLC.

Cependant, lors d'essais non classiques (avec relaxation, décharge ou changement de vitesse), des manifestations de l'effet PLC ont été mis en évidence. On constate ainsi des oscillations sur les courbes de traction, qui se traduisent par l'apparition de bandes de déformation locales (d'une amplitude environ égale à deux fois la déformation macroscopique imposée), qui se propagent puis disparaissent. Ce résultat est original et intéressant. Il peut provoquer des états de contraintes complexes en pointe de fissure lors d'essais de ténacité avec décharges, mais ne peut pas être la cause d'instabilités macroscopiques comme les pop-ins.

6. REFERENCES DU CHAPITRE 2

[1] Srinivas M, Malakondaiah G, Rama Rao P. On 'apparent pop-in' during ductile fracture toughness testing being related to the yield-point phenomenon in armco iron. Scr Metall 1989;23:1627–32. doi:10.1016/0036-9748(89)90141-5.
[2] Delafosse D. Couplage thermomécanique et vieillissement : dynamique en rupture ductile. Thèse, Mécanique et matériaux, Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris, 1995.
[3] Delafosse D, Lapasset G, Kubin LP. Dynamic strain ageing and crack propagation in the 2091 Al-Li alloy. Scr Metall Mater 1993;29:1379–84. doi:10.1016/0956-716X(93)90323-K.
[4] Belotteau J. Behavior and rupture of a C- Mn steel in the presence of aging under strain. Theses. Thèse, Ecole Centrale Paris, 2009.
[5] Portevin A, Le Chatelier F. A phenomenon observed during the tensile test alloys during processing. Comptes Rendus Académie Sci Paris 176 1923:507–10.
[6] McCormick PG. The Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg-Si alloy loaded in torsion. Acta Metall 1982;30:2079–83. doi:10.1016/0001-6160(82)90127-4.
[7] Schwarz R., Funk L. Kinetics of the Portevin-Le Chatelier effect in Al 6061 alloy. Acta Metall 1985;33:295–307. doi:10.1016/0001-6160(85)90148-8.
[8] Vaille C, Kapusta B, Coffre P, Pegaitaz J, Gavoille P, Wident P, et al. Irradiation RAJAH 1 – Essais de traction, résilience et ténacité sur caisson démonstrateur D2 en 6061-T6 (phases 1 à 6 - code SRMA A91). Note CEA, SEMI/LCMI/NT/2014-05/A. 2014.
[9] Chmelík F, Klose FB, Dierke H, Šachl J, Neuhäuser H, Lukáč P. Investigating the Portevin–Le Châtelier effect in strain rate and stress rate controlled tests by the acoustic emission and laser extensometry techniques. Int Symp Phys Mater 2005 2007;462:53–60. doi:10.1016/j.msea.2006.01.169.
[10] Nogueira De Codes R, Benallal A. Influence of specimen geometry on the Portevin–Le Châtelier effect due to dynamic strain aging for the AA5083-H116 aluminum alloy. J Mech Mater Struct 2011;6:951–68. doi:10.2140/jomms.2011.6.951.
[11] Allain S, Bouaziz O, Lebedkina T, Lebyodkin M. Relationship between relaxation mechanisms and strain aging in an austenitic FeMnC steel. Scr Mater 2011;64:741–4. doi:10.1016/j.scriptamat.2010.12.039.

[12] Balík J, Lukáč P, Kubin L. Inverse critical strains for jerky flow in Al-Mg alloys. Scr Mater 2000;42:465–71. doi:10.1016/S1359-6462(99)00373-5.

[13] Ren S. Field measurements and finite element simulations of the interaction between dynamic strain ageing and ductile damage in metallic alloys. Theses. Thèse, PSL Research University, 2018.

[14] van den Brink SH, van den Beukel A, McCormick PG. Strain rate sensitivity and the Portevin-Le Chatelier effect in Au–Cu alloys. Phys Status Solidi A 1975;30:469–477. doi:10.1002/pssa.2210300205.

[15] McCormick PG. Theory of flow localisation due to dynamic strain ageing. Acta Metall 1988;36:3061–7. doi:10.1016/0001-6160(88)90043-0.

[16] Zeghloul A, Mliha-Touati M, Bakir S. Etude des domaines d'existence des instabilités plastiques du type Portevin-Le Chatelier dans l'alliage d'aluminium-magnesium AG3. J Phys III EDP Sci 1996;6 (11):1467–78.

Chapitre 3
Rôle de la détérioration de la ténacité sur les pop-ins

Dans le chapitre 1 bibliographique, il a été mis en évidence qu'une relation semblait exister entre une ténacité modeste et l'apparition de pop-in. Une étude plus précise de cette corrélation semble donc nécessaire.

La démarche mise en place consiste à effectuer différents traitements thermiques sur un même alliage afin d'obtenir plusieurs états métallurgiques, qui engendrent différents comportements mécaniques. Des essais de traction permettent de caractériser notamment le comportement élastoplastique du matériau, et donc indirectement son durcissement structural. Ce dernier pourra être mis en relation, par l'intermédiaire d'essais de ténacité, avec ses propriétés de résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures et avec l'éventuelle présence de pop-in.

Une méthode de dépouillement originale, appelée « keycurve », est également présentée en annexe.

1. INTRODUCTION 82

2. MATERIAUX ET METHODES 82

2.1. TRAITEMENTS THERMIQUES ET EPROUVETTES 82
2.2. ESSAIS DE TRACTION 84
2.3. ESSAIS DE TENACITE 84

3. RESULTATS ET DISCUSSION APRES LA MISE EN SOLUTION A 550 °C 85

3.1. EVOLUTION DES PROPRIETES DE TRACTION AVEC LE TEMPS DE REVENU 85
3.2. EVOLUTION DES PROPRIETES DE TENACITE AVEC LE TEMPS DE REVENU 86
3.3. DISCUSSION 88

4. CONCLUSION 89

ANNEXE 3.A COMPARAISON DE DEUX METHODES DE DETERMINATION DE L'AVANCEE DE LA FISSURE 90

ANNEXE 3.B EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES APRES LA MISE EN SOLUTION A 530 °C 93

5. REFERENCES DU CHAPITRE 3 96

1. INTRODUCTION

Comme expliqué dans la partie 3.2.3 du chapitre 1, Shen [1] relie la présence de pop-in sur un alliage 6061-T6 d'une part à la présence de zones enrichies en précipités grossiers qui provoquent la formation d'amas de cavités, d'autre part à une résistance réduite à la propagation de fissure (dJ/da faible). Ce chapitre 3 se propose donc d'investiguer la relation entre le comportement mécanique du matériau d'étude et l'apparition de pop-in. Le chapitre 5 étudiera cette relation à l'échelle inférieure, d'un point de vue microstructural.

Afin de s'affranchir d'effets indésirables dus à la composition chimique ou à la méthode de mise en forme, la stratégie mise en place consiste à effectuer de nouveaux traitements thermiques (TTh) sur une même coulée d'alliage 6061-T6 déjà élaboré et mise en forme. Le durcissement structural de l'alliage est dû à la précipitation de phases nanométriques β''-Mg_2Si qui apparaissent durant le revenu, comme indiqué dans la partie 2.2.1 du chapitre 1. On obtient ainsi un même alliage avec différents états métallurgiques, l'objectif étant d'investiguer la relation entre la présence de pop-in et le comportement mécanique de ces différents matériaux « modèles ». Le traitement thermique utilisé n'est donc pas véritablement l'objet d'étude, seulement un moyen de créer les comportements d'intérêt.

2. MATERIAUX ET METHODES

2.1. Traitements thermiques et éprouvettes

Le matériau utilisé est un alliage d'aluminium 6061 (Al-Mg-Si), obtenu à l'état T6 suite à la coulée, l'homogénéisation, la mise en forme (forgeage libre ici), la mise en solution (à 530 °C pendant 4 h), la trempe (à l'eau) et le revenu (à 175 °C pendant 12 h), comme indiqué dans la partie 1.3 du chapitre 1. La composition chimique de cette coulée, dont le code matériau CEA est A91, est donnée dans le Tableau 1 :

Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Mn	Zn	Ti	Ni	Zr	Pb	Na	Al
0.53	1.08	0.38	0.18	0.22	0.06	0.22	0.02	0.0045	0.0038	0.0021	0.0001	bal.

Tableau 1 – Composition chimique (pourcentage massique) de la coulée A91 en 6061

Après réception de ce matériau sous forme de gros bloc, sept blocs (repérés par les axes X,Y,Z, 136x76x87 mm^3) ont été usinés afin d'être soumis à de nouveaux TTh (Figure 1) :

- Mise en solution (MeS) pendant 4 h à 530 °C (blocs A, B, C) ou 550 °C (D, E , F, G), puis trempe à l'eau.
- Revenu à 175 °C pendant 4 h (blocs A, D), 8 h (blocs B, E), 12 h (blocs C, F) ou 16 h (bloc G), puis refroidissement en éteignant et en ouvrant le four.

Des éprouvettes de traction cylindriques (sens Z) et de ténacité type CTJ12.5 (sens ZX), dont les plans se trouvent dans la Figure 2, sont ensuite prélevées au cœur de ces blocs et sont répertoriées dans le Tableau 2. Le nombre d'éprouvettes peut varier légèrement au sein des blocs suite à des erreurs d'usinage. Tous les essais sont effectués à température ambiante.

Durant cette campagne expérimentale, il a été montré que les températures de MeS choisies dans notre étude (530 ou 550 °C) n'avaient d'influence majeure ni sur les propriétés en traction, ni sur celles en ténacité, et ni sur le taux d'apparition des pop-ins. C'est pourquoi, par souci de clarté, il a été choisi de n'exposer dans ce chapitre que les résultats des blocs D, E, F G, c'est-à-dire ceux mis en solution à 550 °C, mettant ainsi en valeur l'influence du temps de revenu. Les résultats des blocs A, B, C, c'est-à-dire ceux mis en solution à 530 °C, sont indiqués dans l'Annexe 3.B.

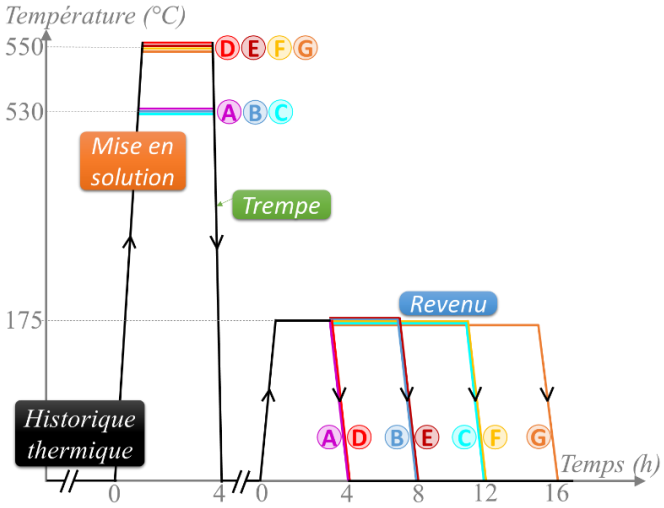


Figure 1 – Schéma représentant les différents TTh effectués sur chacun des sept blocs (A91)

Mise en solution 4h	Revenu 175°C	Bloc	Eprouvettes de traction	Eprouvettes de ténacité
530 °C	4 h	A	1	4
	8 h	B	3	4
	12 h	C	3	4
550 °C	4 h	D	3	4
	8 h	E	3	4
	12 h	F	3	4
	16 h	G	2	3

Tableau 2 – Nombre d'éprouvettes testées par TTh

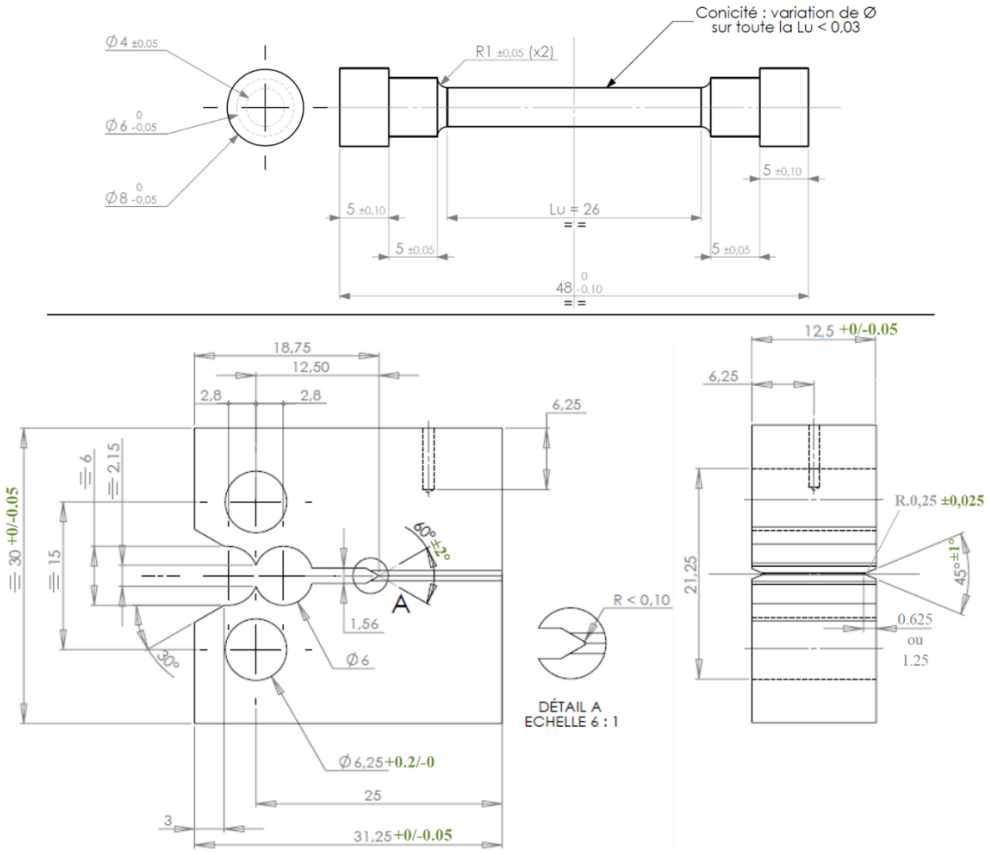


Figure 2 – Plans des éprouvettes de traction cylindriques (dessus) et de ténacité CTJ12.5 (dessous)

2.2. Essais de traction

Les essais de traction sont effectués à vitesse de déplacement vérin constante pour atteindre une vitesse de déformation de 5.10^{-4} s^{-1}, sur une machine INSTRON 8862 avec vérin électromécanique à vis sans fin, équipée d'une cellule de force de 100 kN préalablement étalonnée et d'un capteur de déplacement de la traverse.

En mesurant la force F (N) et le déplacement de la traverse, on peut obtenir le déplacement de l'éprouvette u (mm) et calculer la contrainte ingénieur σ_n (MPa) et la déformation ingénieur ε_n (%), où l_0 et S_0 sont respectivement la longueur et la section initiales de l'éprouvette :

$$\sigma_n = \frac{F}{S_0} \text{ et } \varepsilon_n = \frac{u}{l_0}$$

La contrainte rationnelle σ et la déformation plastique rationnelle ε^p sont obtenues comme suit (où u^p est le déplacement plastique) :

$$\sigma = \sigma_n\left(1 + \rho_n^p\right) \text{ et } \varepsilon^p = ln\left(1 + \rho_n^p\right) \text{ avec } \rho_n^p = \frac{u^p}{l_0}$$

Suite à l'essai de traction, des mesures de striction sont effectuées sur un macroscope équipé d'une caméra Olympus haute résolution. On définit le coefficient de striction Z (en %) par une variation relative d'aire telle que $Z = \frac{S_0 - S}{S_0}$, où S est l'aire projetée au niveau du faciès de rupture. L'aire S est mesurée par analyse d'images à partir de macrophotographies, égale à l'aire projetée totale au niveau du faciès de rupture et calculée par la méthode du contour. Les sections des deux demi-éprouvettes sont moyennées.

2.3. Essais de ténacité

Les essais de ténacité sont effectués sur des éprouvettes CT normalisées [2] : épaisseur $B=12{,}5$ *mm*, épaisseur nette $B_N=10$ *mm* (distance entre les deux entailles latérales), et distance caractéristique $W=25$ *mm* (qui correspond à la distance entre une position de référence représentée par la ligne de charge sur les CT et l'extrémité de l'éprouvette). Avant d'effectuer l'essai de ténacité, l'éprouvette est préfissurée en fatigue sur une machine de traction hydraulique classique (fréquence d'environ 8 Hz, sans dépasser les 12 Hz), pour atteindre une longueur théorique a_0 d'environ 15 mm.

Quinze essais de ténacité au total ont été réalisés sur les blocs D, E, F et G. Parmi ces essais, quatre éprouvettes ont été testées en traction monotone avec une vitesse de déplacement de la traverse imposée à 0,16 mm/min. L'ouverture de l'éprouvette (appelée CMOD) v_s (mm) est mesurée par l'intermédiaire d'un extensomètre monté sur les lèvres de l'entaille, dans l'alignement des goupilles et des lignes d'amarrage. Les onze autres éprouvettes ont été testées avec des séquences de chargement-maintien-déchargement au cours de l'essai, conformément à la norme ASTM E1820 [2]. La vitesse d'ouverture de l'éprouvette CMOD est imposée à ±0,16 mm/min pour ces onze essais. Finalement, seule l'enveloppe (correspondant au dernier point atteint à la fin de chaque charge de chaque cycle) est utilisée pour le dépouillement de ces essais, par souci de lisibilité et parce que les pop-ins apparaissent plus clairement ainsi.

Les courbes force-ouverture *'P- v_s'* obtenues suite à ces quinze essais sont ensuite dépouillées par la méthode de la « keycurve », qui permet de déterminer la longueur de la fissure a au cours de l'essai, nécessaire au calcul des courbes *'J-da'* via la norme ASTM E1820 [2]. Cette méthode keycurve de dépouillement novatrice est détaillée dans l'Annexe 3.A. Les résultats présentés ici sont ceux obtenus par l'intermédiaire de cette méthode. Une comparaison avec les résultats obtenus avec la méthode plus classique de la complaisance est également effectuée dans cette annexe.

3. RESULTATS ET DISCUSSION APRES LA MISE EN SOLUTION A 550 °C

3.1. Evolution des propriétés de traction avec le temps de revenu

Le résultat des onze essais de traction sont indiqués dans la Figure 3, où sont tracées les évolutions de la contrainte rationnelle σ en fonction de la déformation plastique rationnelle ε^p. A noter que ces valeurs n'ont pas de sens physique après la striction, mais les données sont tout de même affichées pour donner une indication de la ductilité. Pour chaque temps de revenu, une loi élastoplastique de Voce [3] est ajustée sur ces données expérimentales jusqu'à la striction (où σ_e est la limite d'élasticité, σ_S la contrainte de saturation de Voce, b un paramètre de Voce). Ce jeu de trois paramètres par TTh est utilisé dans la méthode de la keycurve.

$$\sigma = \sigma_S + (\sigma_e - \sigma_S)e^{-b\varepsilon} \quad \text{Eq. 1}$$

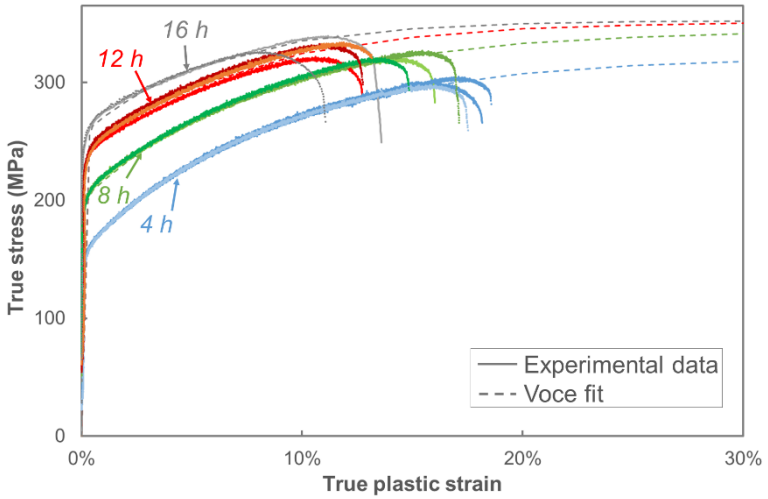


Figure 3 – Courbes de traction expérimentales et ajustées (loi de Voce) ; les valeurs de contraintes après le maximum ne correspondent pas à la contrainte vraie et sont données pour information sur la ductilité

La Figure 4 montre l'évolution des principales caractéristiques en traction des matériaux (calculées à partir des courbes contrainte-déformation ingénieur) déduites de ces essais, en fonction du temps de revenu : la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, la résistance mécanique R_m, le rapport de ces deux paramètres (caractérisant la capacité d'écrouissage) et les allongements plastiques au maximum de charge A_g et à rupture A.

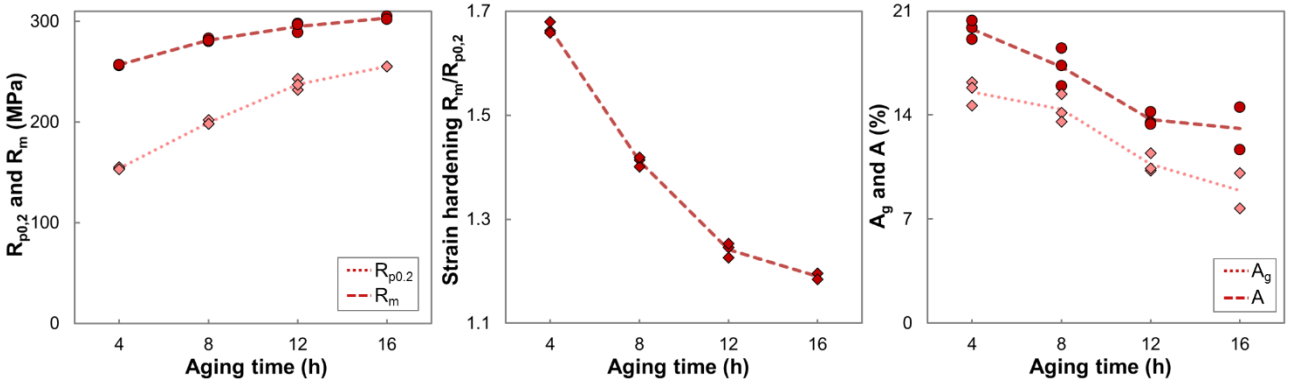


Figure 4 – Caractéristiques en traction (limite d'élasticité, résistance mécanique, capacité d'écrouissage et allongements) en fonction du temps de revenu

On constate que le temps de revenu durcit fortement l'alliage, ce qui se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique, et par une diminution des allongements. On constate que le pic de revenu (correspondant à l'état T6) n'est pas encore atteint, car l'adoucissement n'est pas encore apparu même après 16 h.

La baisse de la capacité d'écrouissage est notable. Les blocs revenus le moins longtemps sont probablement sous-revenus. D'après Dumont et al. [4], leur capacité d'écrouissage élevée peut être expliquée par le fait que le matériau sous-revenu, contenant des zones de Guinier-Preston cisaillables accompagnées d'une sursaturation encore élevée de soluté, montre un fort taux d'écrouissage, comparable à celui du matériau complètement en solution solide. On s'attend donc à obtenir une meilleure résistance lors des essais de ténacité, grâce à leur capacité à s'écrouir et donc à dissiper de l'énergie en pointe de fissure. La localisation est au contraire facilitée dans les alliages revenus le plus longtemps avec une capacité d'écrouissage moindre.

Il est à noter que les mesures de striction montrent qu'il n'y a pas d'évolution nette avec le temps de revenu : elle est stable autour de 34 % (±4 %). La quasi-totalité des éprouvettes montre un faciès de rupture en biseau, mais quelques-unes présentent un faciès type « cup-cone », sans que ce comportement ne soit relié à tel ou tel revenu.

3.2. Evolution des propriétés de ténacité avec le temps de revenu

Les courbes des essais de ténacité sont indiquées dans la Figure 5. Ces courbes sont tracées en fonction du déplacement de la traverse u_m, car les pop-ins sont plus visibles : en effet, il n'y a pas de mouvement de la traverse lorsqu'un pop-in survient, alors que l'extensomètre peut mesurer une ouverture de l'éprouvette v_s. Le pop-in peut donc être indécelable sur la courbe force-ouverture *'P-v_s'* si le pas d'acquisition de l'extensomètre est très élevé. En revanche c'est bien la courbe '*P*-v_s' qui est utilisée pour établir les courbes '*J-da*' (Figure 6) calculées via la norme ASTM E1820 [2].

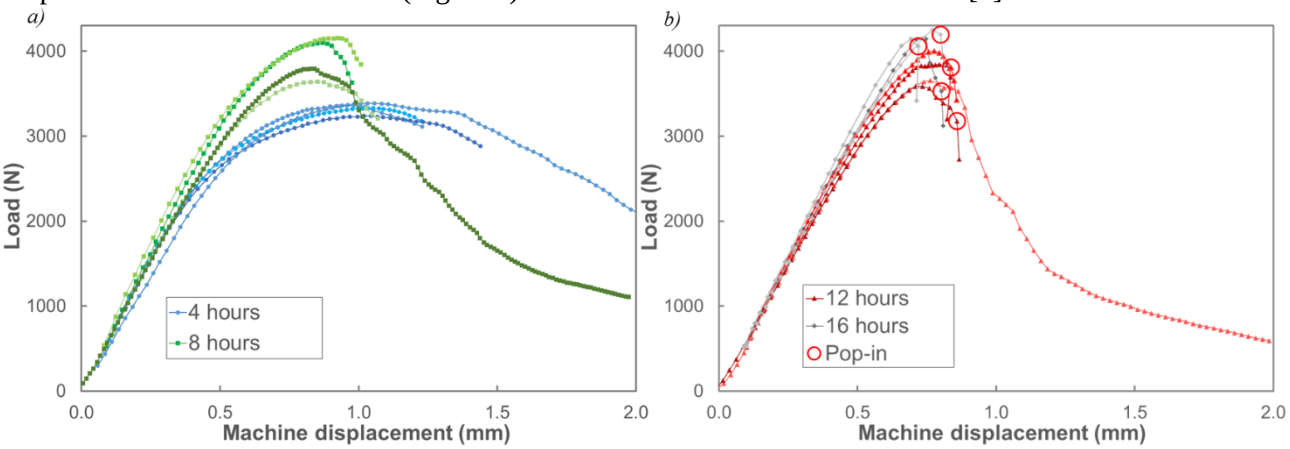


Figure 5 – Courbes correspondant aux essais de ténacité, représentant l'évolution de la force en fonction du déplacement de la traverse et indiquant par des cercles rouges l'apparition de pop-ins pour les 4 temps de revenu : a) 4 et 8 h, b) 12 et 16 h

Pour chaque essai, une *R*-curve (pour « resistance curve ») de forme $J = \alpha + \beta\Delta a^{\gamma}$ est ajustée sur les point '*J-da*' expérimentaux, en considérant les points obtenus après une propagation de 0,1 mm après la droite d'émoussement. Cette courbe permet de déterminer les valeurs des résistances à l'amorçage $J_{0,2}$ (valeur de l'intégrale *J* à l'intersection de la *R*-curve et de la ligne d'émoussement décalée de 0,2 mm) et à la propagation $\frac{dJ_{mat}}{da}$ (régression linéaire de la *R*-curve entre 0,3 et 1,0 mm de propagation), appelée aussi module de déchirement (ou « tearing modulus »). L'évolution de ces propriétés en fonction du temps de revenu est présentée sur la Figure 7. Chaque *R*-curve illustrée sur la Figure 6 (une par temps

de revenu) est obtenue en moyennant les coefficients α, β, γ des courbes correspondant à ce temps de revenu.

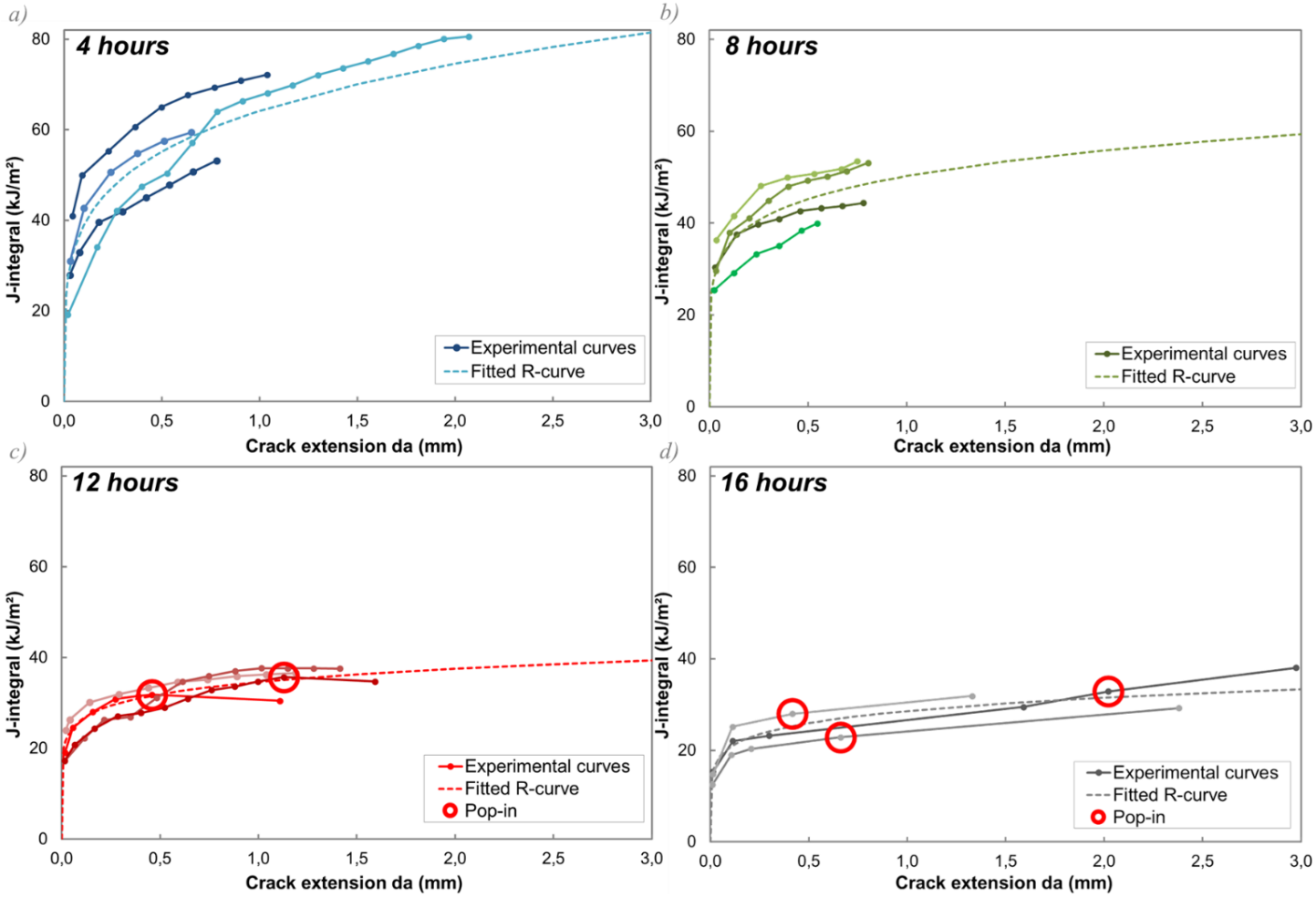


Figure 6 – Courbes J-da expérimentales et R-curves ajustées pour les 4 temps de revenu : a) 4 h, b) 8 h, c) 12 h, d) 16 h

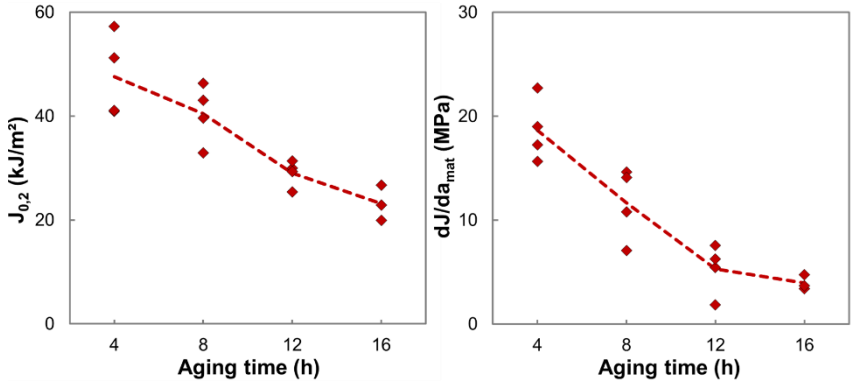


Figure 7 – Caractéristiques en ténacité (résistances à l'amorçage et à la propagation de fissure) en fonction du temps de revenu

On constate une dégradation des résistances à l'amorçage $J_{0,2}$ et à la propagation $\frac{dJ_{mat}}{da}$ avec le temps de revenu. Les revenus prolongés, et leur module de déchirement réduit associé, provoquent l'apparition de pop-ins : il n'y en a pas après 4 et 8 h de revenu, mais deux éprouvettes sur quatre en subissent un après 12 h, et trois éprouvettes sur trois après 16 h.

On souligne le fait que le matériau revenu 8 h n'a donc pas subi de pop-in, et que c'est ce matériau qui sera choisi dans le chapitre 4 afin de tenter d'en faire apparaître, en diminuant la rigidité de la machine.

3.3. Discussion

Anderson [5] fournit une formule permettant de calculer le rayon r_y de la zone plastique en pointe de fissure, à partir de la contrainte d'écoulement R_0 et d'une valeur de J caractéristique :

$$r_y = \frac{E}{6\pi {R_0}^2} J$$

avec :

$$R_0 = \frac{R_{p0,2} + R_m}{2}$$

La Figure 8 illustre l'évolution de ce rayon en fonction du temps de revenu, en choisissant $J = J_{0,2}$. On constate qu'il y a un fort rétrécissement de la zone plastique avec le temps de revenu, avec une taille caractéristique quatre fois plus petite en passant de 4 à 16 h.

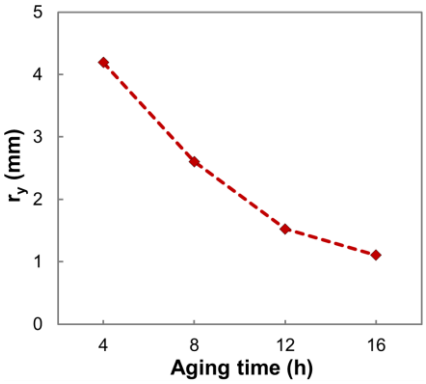


Figure 8 – Evolution du rayon de la zone plastique en fonction du temps de revenu

Cette étude met en évidence les paramètres cruciaux dont le lien étroit semble influer sur la présence de pop-in. La Figure 9 illustre l'évolution du module de déchirement et de l'apparition des pop-ins en fonction de la résistance mécanique R_m (et donc des niveaux de contraintes atteints) et de la capacité d'écrouissage. L'augmentation des niveaux de contraintes ainsi que la baisse de la capacité d'écrouissage de l'alliage 6061-T6 s'accompagnent d'une diminution de la résistance à la propagation de l'alliage, ce qui débouche sur l'apparition de pop-in.

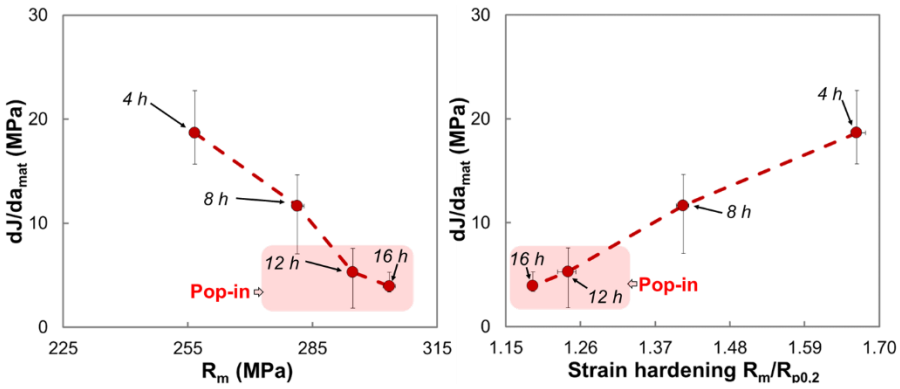


Figure 9 – Evolution du module de déchirement en fonction de la résistance mécanique et de la capacité d'écrouissage pour les quatre temps de revenu, et apparition des pop-ins

4. CONCLUSION

Par l'intermédiaire de traitements thermiques adaptés, cette étude a permis d'obtenir quatre états métallurgiques du même alliage. On s'affranchit ainsi des effets de composition chimique et de mise en forme. En modifiant la durée de revenu, quatre comportements mécaniques différents sont obtenus. L'objectif était d'obtenir des matériaux avec et sans pop-in, afin de relier l'apparition de ceux-ci à un comportement mécanique particulier. Le traitement thermique utilisé n'est donc pas véritablement l'objet de l'étude, mais seulement un moyen de créer les comportements d'intérêt.

Il a été montré que l'apparition de pop-in est à relier à un comportement mécanique particulier : un niveau de contrainte élevé (accompagné d'une capacité d'écrouissage réduite), qui s'assortit d'une faible résistance à la propagation de fissure (appelée module de déchirement).

Deux pistes semblent alors envisageables :

- Soit cette apparition de pop-in, et le comportement mécanique associé mis en évidence dans ce chapitre, sont également à relier à un effet microstructural grossier induit par les traitements thermiques. Ces derniers auraient pu induire une modification soit de la microstructure initiale (par exemple avec la formation de zones faibles ou de bandes de ségrégation), soit des mécanismes d'endommagement. Cette piste, privilégiée par la littérature comme exposé dans le chapitre 1, fait l'objet du chapitre 5.
- Soit cette apparition de pop-in est directement la conséquence de la modification du comportement mécanique, interagissant avec le système d'essai. Cette piste fait l'objet des chapitres 4 et 6.

ANNEXE 3.A COMPARAISON DE DEUX METHODES DE DETERMINATION DE L'AVANCEE DE LA FISSURE

Comparaison des résultats

Durant l'essai de ténacité, la force P, l'ouverture de l'extensomètre (CMOD) v_s, et le déplacement de la traverse u_t sont enregistrés. Mais pour obtenir la courbe *'J-da'*, appelée *R*-curve, il est nécessaire de déterminer l'avancée de la fissure a durant l'essai. Nous avons utilisé deux méthodes dans notre étude : la méthode de la complaisance, largement développée dans la littérature et dans différentes normes, et la méthode de la keycurve, moins utilisée et peu connue.

La méthode de la complaisance consiste à effectuer des déchargements partiels à intervalles réguliers durant l'essai (Figure 10, a). A partir des pentes de chaque décharge, qu'on considère linéaires et indépendantes de la déformation plastique, l'avancée de la fissure est estimée en utilisant des relations analytiques de complaisance élastique. La complaisance augmente au cours de l'essai quand la fissure avance.

La méthode de la keycurve est novatrice et décrite succinctement par Le Guyader [6]. L'objectif est d'obtenir l'avancée de la fissure au cours d'un essai monotone sur une éprouvette unique (de longueur de préfissure initiale a_0), sans décharge intermédiaire et sans interruption. Ce simple essai monotone est donc beaucoup plus simple à mettre en place. Parallèlement, le même essai de ténacité (avec la même longueur de préfissure initiale a_0) est modélisé numériquement par éléments finis, en utilisant seulement une loi élastoplastique (ici la loi de Voce déterminée en 3.1). Il n'y a donc pas d'endommagement, et ainsi la fissure numérique ne peut pas se propager. On modélise ensuite d'autres essais en imposant une longueur de préfissure croissante avec un pas régulier (par exemple $a_1 = a_0 + 100\ \mu m$, $a_2 = a_0 + 200\ \mu m$, …). La courbe expérimentale et le faisceau de courbes numériques force-ouverture sont ensuite superposés (Figure 10, b). Les intersections entre la courbe expérimentale et les courbes numériques donnent la valeur de l'avancée de fissure durant l'essai. Il est ainsi possible de déterminer l'avancée de la fissure au cours de l'essai et de calculer la courbe *'J-da'* correspondante.

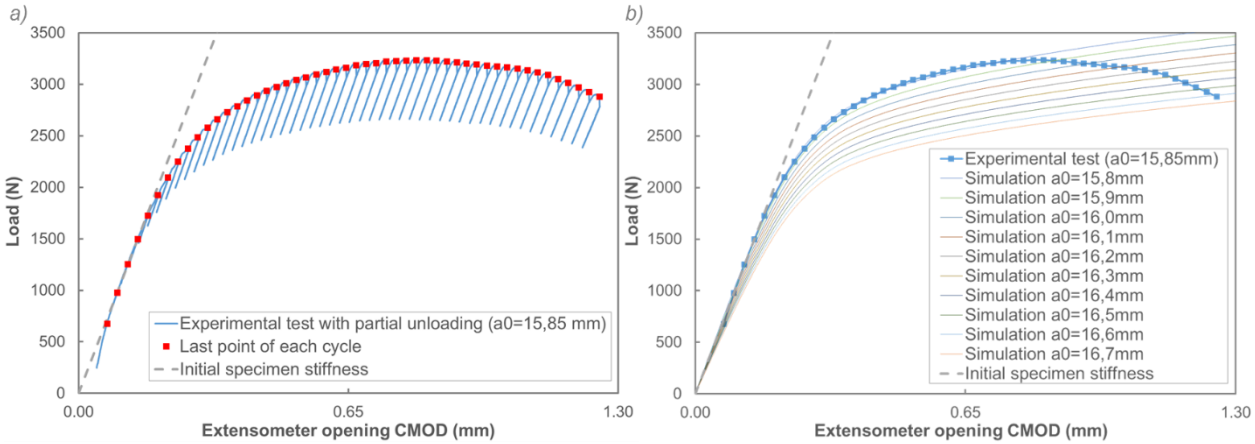


Figure 10 – a) Méthode de la complaisance. b) Méthode de la keycurve (incrément de 100 µm ici).

Comme certains essais ont été prolongés à des valeurs d'ouverture importante, un script Python a été élaboré afin de déterminer automatiquement ces intersections (Figure 11). Le principe est d'ajuster, à partir de la force maximale, une fonction polynomiale f sur la courbe expérimentale (après plusieurs essais, il s'est avéré qu'une fonction de degré 18 était nécessaire afin de reproduire correctement les fluctuations de pente. Ces fluctuations sont nécessaires notamment pour l'application des critères d'instabilité du Chapitre 5) et une fonction polynomiale g_i sur chacune des i courbes simulées (ici le

degré 4 suffit). On détermine ensuite pour chaque avancée de fissure a_i la force F_i et le CMOD v_{s_i} correspondant à l'équation :

$$f(v_{s_i}) = g_i(v_{s_i}) = F_i$$

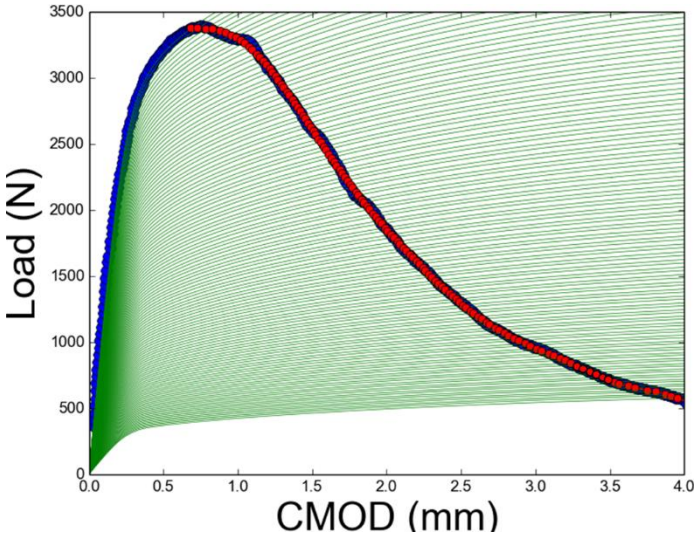


Figure 11 –Méthode de la keycurve appliquée à un essai prolongé (incrément de 50 µm ici).Les points expérimentaux sont en bleu, les courbes simulées en vert, les intersections en rouge.

Les deux méthodes de dépouillement ont été utilisées. Dans le corps de texte nous avons présenté les résultats obtenus avec la méthode de la keycurve, qui a été appliquée à l'ensemble des essais (en ne prenant que l'enveloppe des essais avec décharges intermédiaires). La méthode de la complaisance a pu être appliquée seulement aux essais avec décharges intermédiaires, en utilisant l'ensemble des points.

Cela permet une comparaison directe entre les deux approches. Les résultats obtenus sont comparés sur la Figure 12. On constate qu'ils sont quasi-identiques, même si les résultats obtenus avec la méthode de la keycurve sont très légèrement inférieurs (de 5% pour $J_{0,2}$ et de 13% pour $\frac{dJ_{mat}}{da}$). Les deux méthodes de dépouillement sont donc bien comparables, ce qui accroît l'intérêt de l'utilisation de la méthode keycurve, plus simple à mettre en place expérimentalement. Cela nécessite cependant de déterminer la courbe d'écrouissage élastoplastique (ici Voce), et de calculer numériquement l'ensemble des courbes de ténacité sans endommagement.

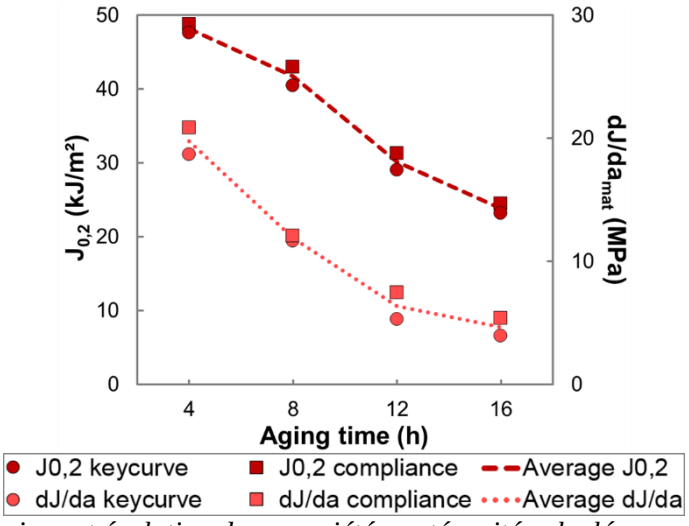


Figure 12 - Comparaison et évolution des propriétés en ténacité calculées avec les méthodes de la keycurve et de la complaisance en fonction du temps de revenu

« Pas » de dépouillement

Il est important de souligner une remarque non négligeable et peu évoquée dans la littérature, concernant le « pas » choisi pour le dépouillement :

- Pour la méthode de la complaisance, ce pas correspond à l'intervalle choisi d'ouverture de l'extensomètre entre chaque décharge. Durant notre campagne expérimentale, cet intervalle a varié entre 15 et 30 µm en fonction des essais. Sur ce matériau et sur la géométrie d'éprouvette étudiée, cela correspond à une avancée de fissure d'environ 30-40 µm à chaque cycle.
- Pour la méthode de la keycurve, ce pas correspond directement à l'incrément choisi pour l'avancée de fissure entre chaque simulation. Pour les dépouillements classiques du chapitre 3, l'incrément a été fixé à 100 µm. Pour les dépouillements permettant l'application des critères d'instabilité du chapitre 5, il a été abaissé à 50 µm.

On constate donc qu'ici ce pas est plus faible pour les dépouillements en complaisance.

Or, dans le calcul de *J*, la norme ASTM E1820 [2] fournit une formule itérative pour le calcul de la partie plastique J_{pl} (formule A2.8). Cette formule itérative rend la valeur de *J* dépendante du pas choisi. Elle augmente quand ce pas diminue : la valeur de $J_{pl(i)}$ est plus élevée quand on la calcule à partir de $J_{pl(i-1)}$, elle-même déduite de $J_{pl(i-2)}$, que quand on la calcule directement à partir de $J_{pl(i-2)}$. De plus, l'aire plastique, dont la détermination est nécessaire également au calcul de *J*, est elle-aussi dépendante du pas, étant donné que cette aire est déterminée par la méthode des trapèzes (surtout que la courbe force-ouverture est concave, ce qui sous-évalue l'aire).

C'est certainement pourquoi les valeurs de ténacité déterminées par la méthode de la keycurve sont très légèrement inférieures à celles déterminées par la méthode de la complaisance.

Notons qu'il semble important que les normes de ténacité s'intéressent à cette problématique difficilement décelable, et qui rend les propriétés intrinsèques mesurées du matériau dépendantes (légèrement) du pas choisi par l'opérateur, et ce bien en amont.

Concernant le pop-in, le fait que le calcul de *J* soit itératif influe également. En effet, dans les faits, la valeur de *J* après pop-in est calculée à partir de la valeur de *J* avant pop-in. Or dans cette thèse, on montre (chapitre 5) que le pop-in est le résultat d'une interaction avec l'énergie élastique stockée dans le système, et que c'est seulement une accélération de la vitesse de propagation, et non pas une propriété intrinsèque du matériau. Cela ne doit donc idéalement pas influer sur le calcul de *J*. Mais expérimentalement, le pop-in peut faire « sauter » plusieurs pas de dépouillement, c'est-à-dire sans que les mesures de forces, ouvertures, avancées de fissure puisent être mesurées. Le pop-in fait donc augmenter indirectement le pas de dépouillement, ce qui débouche, comme on l'a vu, sur des valeurs de *J* plus faibles. Le pop-in détériore donc virtuellement les propriétés de ténacité réelles du matériau. C'est peut-être ce phénomène qui explique que lorsqu'un pop-in survient, il arrive que le post-traitement conclue parfois à une valeur nulle de résistance à la propagation de fissure $\frac{dJ_{mat}}{da}$, ce qui n'est pas satisfaisant physiquement. Une solution consiste à utiliser la méthode de la keycurve, en déterminant les intersections des courbes simulées avec une droite tracée entre les points avant et après le pop-in sur la courbe force-ouverture.

Pour finir, remarquons qu'en choisissant cette dernière solution, on peut au contraire surestimer légèrement les valeurs de *J*. En effet, en traçant une simple droite, l'aire virtuelle mesurée sous la courbe est légèrement supérieure à l'aire réelle (la courbe force-ouverture étant généralement une fonction convexe une fois la chute de charge entamée) ; mais les mesures ne donnent pas accès à la courbe réelle, contrairement aux simulations (voir le chapitre 6).

ANNEXE 3.B EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES APRES LA MISE EN SOLUTION A 530 °C

Dans le corps du chapitre 3, il a été mentionné que deux températures de mise en solution (MeS) avaient été appliquées pendant 4 h (530°C sur les blocs A, B, C, et 550°C sur les blocs D, E, F, G). Il est également rapporté que l'influence de ce paramètre avait été étudiée mécaniquement, et que, dans notre cas, aucun effet notable n'avait été mis en évidence (surtout dans le cadre de notre étude portant sur le pop-in). Seuls les résultats obtenus après la MeS à 550 °C ont donc été exposés, afin de clarifier le propos. Cette annexe expose les résultats obtenus à 530 °C, superposés à ceux déjà obtenus après la MeS à 550 °C.

Les figures suivent le même raisonnement que le chapitre 3 :

- Les Figure 13 et Figure 14 représentent les courbes et les paramètres déduits des essais de traction.
- La Figure 15 représente les paramètres déduits des essais de ténacité.
- La Figure 16 illustre l'évolution de la taille de la zone plastique.
- La Figure 17 relie la capacité d'écrouissage et le module de déchirement à l'apparition de pop-in.
- La Figure 18 compare les méthodes de dépouillement (keycurve et complaisance).

On constate sur les Figure 13 et Figure 14 qu'il y a très peu d'influence de la température de MeS sur les propriétés en traction, à l'exception d'une légère diminution de 10% de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique en abaissant cette température à 530 °C. Cela est certainement dû au fait qu'une température plus élevée permet de rendre disponible davantage de Mg et de Si en solution, permettant la formation d'une nanoprécipitation durcissante plus importante. Notons que pour le revenu pendant 4 h du bloc A, seule une éprouvette de traction a pu être testée suite à un problème d'usinage. Ce manque de statistique peut expliquer le comportement inattendu de ce traitement thermique en termes d'allongements, qui augmentent de 4 à 8 h alors qu'ils diminuent de 8 à 16 h.

Les résultats en ténacité obtenus après la MeS à 530°C sont identiques à ceux obtenus après la MeS à 550 °C (Figure 15). Les observations sont également identiques quant à la présence de pop-in : aucun pop-in n'a été constaté pour revenus pendant 4 et 8 h, alors que deux éprouvettes sur quatre en ont subi un après 12 h de revenu.

La zone plastique est fortement rétrécie avec le revenu (Figure 16). Les niveaux de contrainte élevés (accompagnés d'une capacité d'écrouissage réduite) et le faible module de déchirement sont encore à mettre en relation avec l'apparition de pop-ins, tant qualitativement que quantitativement (Figure 17).

En outre, la comparaison des deux méthodes de dépouillement (Figure 18) montre leur cohérence de résultats (de même que pour la MeS à 550°C) : ils sont identiques en terme de $J_{0,2}$, et le $\frac{dJ_{mat}}{da}$ est légèrement inférieur avec la méthode keycurve (environ 13%, comme pour la MeS à 550 °C).

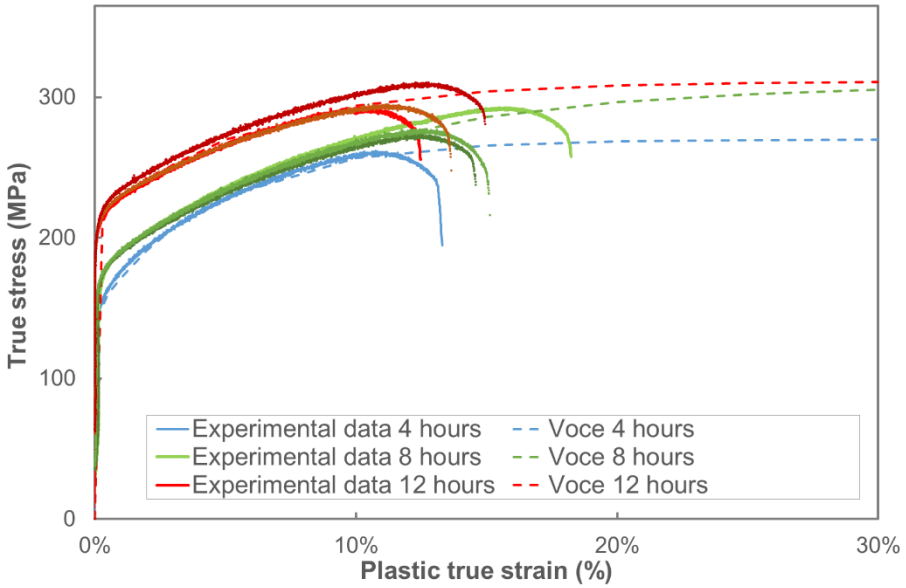


Figure 13 – Courbes de traction expérimentales et ajustées (loi de Voce) après la MeS à 530 °C ; les valeurs de contraintes après le maximum ne correspondent pas à la contrainte vraie et sont données pour information sur la ductilité

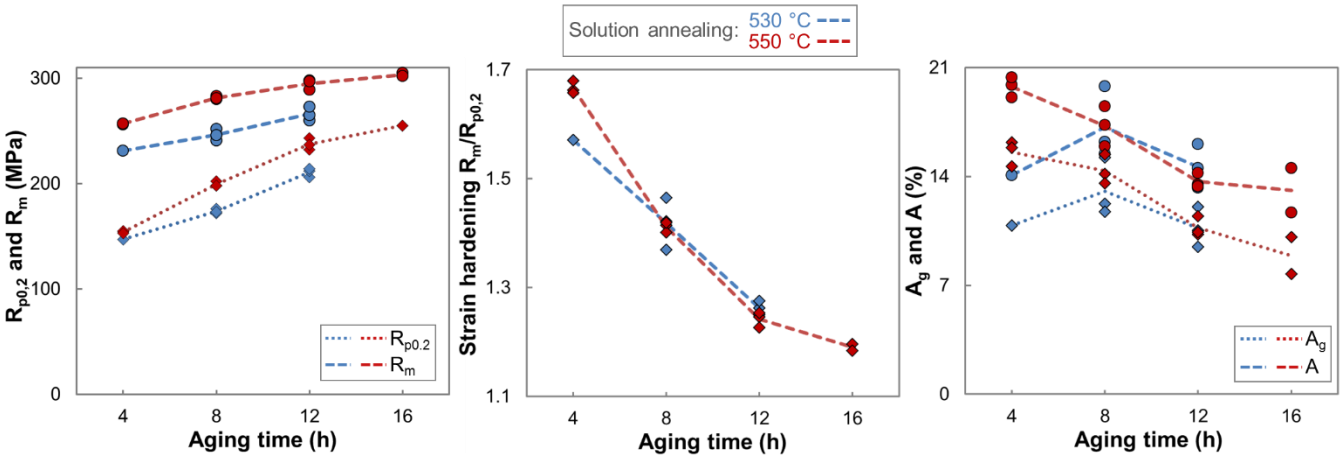


Figure 14 – Caractéristiques en traction (limite d'élasticité, résistance mécanique, capacité d'écrouissage et allongements) en fonction du temps de revenu après deux températures de MeS

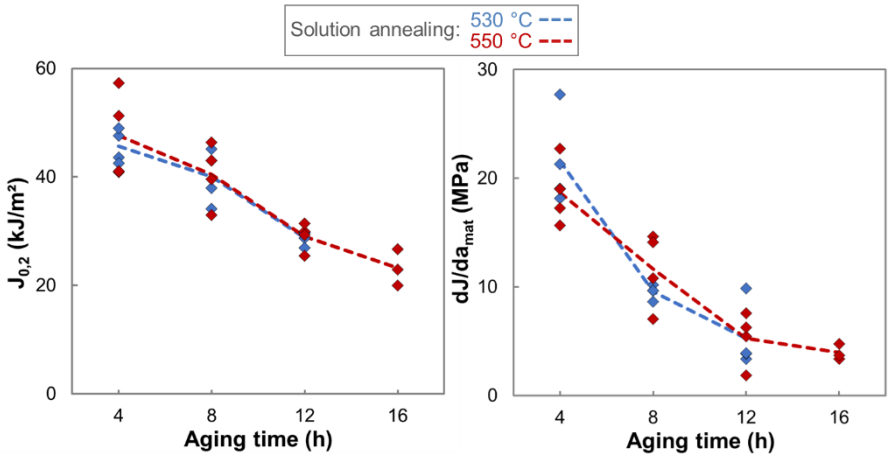


Figure 15 – Caractéristiques en ténacité (résistances à l'amorçage et à la propagation de fissure) en fonction du temps de revenu après deux températures de MeS

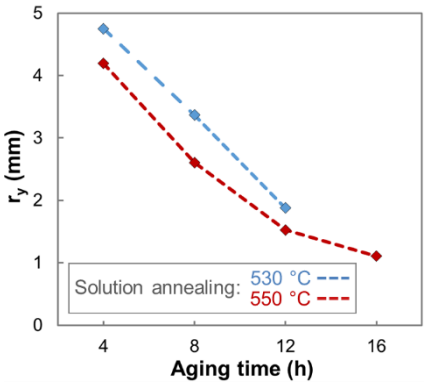


Figure 16 – Evolution du rayon de la zone plastique en fonction du temps de revenu après deux températures de MeS

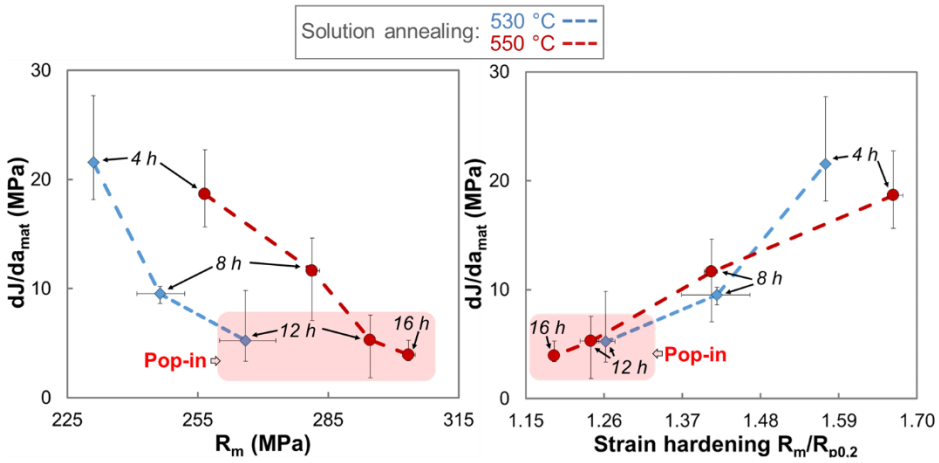


Figure 17 – Evolution du module de déchirement et de la capacité d'écrouissage en fonction du temps de revenu après deux températures de MeS, et apparition des pop-ins

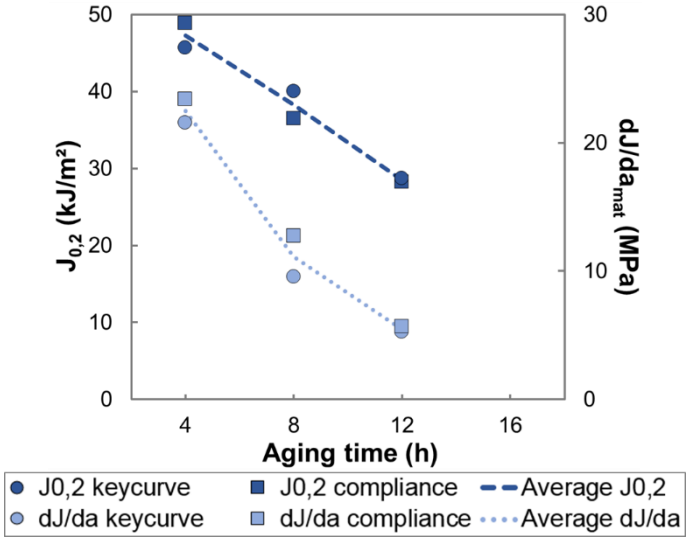


Figure 18 - Comparaison et évolution des propriétés en ténacité calculées avec les méthodes de la keycurve et de la complaisance en fonction du temps de revenu après la MeS à 530 °C

5. REFERENCES DU CHAPITRE 3

[1] Shen Y. Tensile and fracture behavior of AA6061-T6 aluminum alloys : micromechanical approach. Thèse Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris, 2012.

[2] ASTM International, West Conshohocken (PA, USA), editor. ASTM E1820-17, Standard test method for measurement for fracture toughness 2017.

[3] Voce E. The relationship between stress and strain for homogeneous deformations. J Inst Met 1948;74:537-562.

[4] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. Mater Sci Eng A 2003;356:326–36. doi:10.1016/S0921-5093(03)00145-X.

[5] Anderson TL. Fracture mechanics. Fundamentals and Applications. CRC Press Taylor & Francis Group, Boca Raton, FL. 2005.

[6] Le Guyader C. Mécanique de la rupture et endommagement d'un alliage d'aluminium 2219 T87 pour application aérospatiale. Mécanique des matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014.

Chapitre 4
Ténacité et raideurs : critères d'instabilité

Dans le chapitre 1, il a été mis en évidence que certains auteurs reliaient les instabilités de propagation de fissure à la raideur du système. Ce type de pop-in particulier est rare dans la littérature, mais il semble pertinent d'étudier cette piste pour notre problématique.

L'étude réalisée est présentée dans ce chapitre 4, qui est constitué d'un article paru dans Engineering Fracture Mechanics :
T. Petit, C. Ritter, J. Besson, T.F. Morgeneyer, Impact of machine stiffness on "pop-in" crack propagation instabilities, Eng. Fract. Mech. 202 (2018) 405–422. doi:10.1016/j.engfracmech.2018.08.007.

A la suite de cet article, un schéma synthétise les étapes nécessaires au dépouillement complet d'un essai de ténacité, permettant d'appliquer en pratique les critères d'instabilité mis en place dans cet article.

1. INTRODUCTION 99

2. MATERIAL AND METHODS 102

2.1. MATERIAL 102
2.2. MECHANICAL TESTS 103
2.2.1. Tensile testing 103
2.2.2. Toughness testing 103
2.3. 'BELLEVILLE' COMPLIANCE ASSEMBLY FOR TOUGHNESS TESTING 103

3. EXPERIMENTAL RESULTS 105

3.1. TENSILE TESTS 105
3.2. FRACTURE TOUGHNESS TESTS WITHOUT WASHERS 106
3.3. FRACTURE TOUGHNESS TESTS WITH WASHERS 107

4. ANALYSIS OF INSTABILITY AND DISCUSSION 109

4.1. INSTABILITY CRITERION USING THE LOAD-DISPLACEMENT CURVE 109
4.2. INSTABILITY CRITERION USING J-INTEGRAL 113
4.3. DISCUSSION 116

5. CONCLUSIONS 117

APPENDIX 4.A. COMPARISON OF TWO METHODS FOR THE DETERMINATION OF R-CURVE 119

APPENDIX 4.B. SYMBOLIC EQUATIONS OF INSTABILITY CRITERION 121

ANNEXE 4.C SCHEMA DES ETAPES NECESSAIRES AU DEPOUILLEMENT COMPLET D'UN ESSAI DE TENACITE AVEC CRITERES D'INSTABILITE 122

6. REFERENCES DU CHAPITRE 4 123

Nomenclature

CT	compact tension specimen
B_0 (mm)	specimen thickness
B_N (mm)	net thickness
B_e (mm)	effective thickness
W (mm)	specimen width
a_0 (mm)	initial crack length
a_f (mm)	final crack length
a (mm)	crack length
Δa (mm)	crack extension ($\Delta a = a - a_0$)
a_{eff} (mm)	effective crack length with plastic zone correction
E (MPa)	Young's modulus
σ_y (MPa)	effective yield stress
σ_e (MPa)	yield stress
σ_{UTS} (MPa)	Ultimate tensile strength
σ_s (MPa)	Voce saturation stress
b	Voce constant parameter
A (%)	Uniform elongation
r_y (mm)	plastic zone size
γ	plastic zone size parameter
v_s (mm)	crack mouth opening displacement (CMOD)
u_s (mm)	load-line displacement of the sample
u_s^e (mm)	elastic load-line displacement of the sample
u_s^p (mm)	plastic load-line displacement of the sample
u_m (mm)	machine displacement
u_t (mm)	total displacement (specimen and machine)
P (N)	load
K (MPa.m$^{1/2}$)	stress-intensity factor
J (kJ/m²)	J-integral
$J_{0.2}$ (kJ/m²)	crack initiation toughness
α, β, n	R-curve parameters
T_{mat} (MPa)	material tearing modulus
T_R	non-dimensional material tearing modulus
T_{app} (MPa)	applied tearing modulus
N	number of Belleville washers
K_b (N/mm)	stiffness of one Belleville washer
K_0 (N/mm)	machine stiffness
K_m (N/mm)	machine and N washers stiffness
K_s (N/mm)	specimen stiffness
C_s (mm/N)	specimen compliance
K_t (N/mm)	system stiffness
$K_t^*(a)$ (N/mm)	effective system stiffness

1. INTRODUCTION

Rapid but limited crack propagation associated with a sudden decrease in load is sometimes observed during fracture toughness tests. This phenomenon is often referred to as "pop-in". The standard ASTM 1820 [1] is based on Dawes' work [2] and defines pop-in as a sharp drop in load by more than 5%. It is reported for various materials: low alloyed steel [3,4], welded joints [5,6], aluminum alloys [7–9].

This phenomenon is little studied in the literature and only few authors provided explanations on its origin. In steels, the pop-in phenomenon is often linked to the presence of a local brittle zone (LBZ) [3,4]. Singh et al. [10] showed that pop-ins represent a deviation from the homogeneous behavior of a material and that it occurs in rail steel in a region where a segregation band of Cr and/or Mn is present. Srinivas et al. [11] suggested with experimental observations in iron that apparent pop-in is associated with the well-known tensile yield point phenomenon, i.e. Lüders bands propagation. In welded joints, Yamashita et al. [5] reported that pop-in significance depends on the loading mode but is especially extremely sensitive to the LBZ. For aluminum alloys, pop-in is either related to a phenomenon of dynamic strain aging [7], or related to microstructural features as the presence of clusters of coarse precipitates [8]. In that case, clusters act as weak spots with a local reduced toughness although the overall behavior remains ductile.

Thus in many cases, this first pop-in type has a microstructural origin, more specifically it is linked to a heterogeneity in the material, and generally occurs in the loading phase (Figure 1, on the left), i.e. before maximum load. Therefore the first pop-in type so-called "cleavage" instability is normally attributed to a local material inhomogeneity such as porosity or inclusions or segregations of embrittling trace elements. It is associated with very flat fracture on crystalline planes and it is typical for brittle fracture. This mechanism is often found in ferritic steels. Consequently this assumption of local brittle zones as reason for pop-ins motivated modeling approaches by means of locally fluctuating material properties [5,12]. Kabir et al. [13] used a cohesive zone model with spatially fluctuating parameters to simulate pop-in, but were also able to trigger pop-ins with an homogeneous cohesive zone model. Hütter et al. [14] simulated pop-ins related to the formation of a secondary crack ahead of the main crack in the ductile brittle transition region.

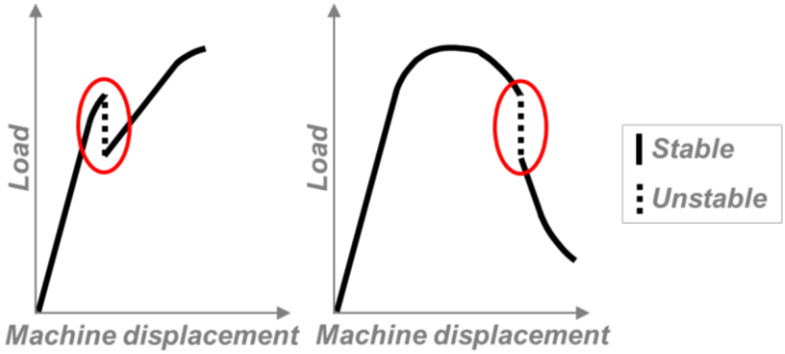


Figure 1 - Two pop-in types: 1. 'cleavage' mechanism on the left, 2. 'tearing' mechanism on the right

However, a second type of pop-in is sometimes presented in the literature [15–20]. In that case, pop-in is not related to material heterogeneities, but corresponds to a mechanical instability of the specimen / testing machine system. The elastic energy stored in the system is rapidly released to create significant continuous crack extension by a so-called "tearing" mechanism and leading to a sudden load drop (pop-in). This local instability is often referred to as "tearing" mechanism. This second type of crack propagation instabilities occurs after the maximum load [20] (Figure 1, on the right) and is normally associated with microvoid coalescence fracture mechanisms [21] , typical for ductile fracture. The present study concerns this second category of "tearing" pop-in.

Paris et al. [15] and Hutchinson et al. [16] studied analytically this second crack propagation instability using Rice's J-integral [22]. They introduced the tearing modulus of the material T_{mat} which is representative of material resistance to crack growth:

$$T_{mat} = \frac{dJ_{mat}}{da} \qquad \text{Eq. 1}$$

According to Paris et al. [15] and for plane-strain conditions the normalized non-dimensional tearing modulus defined as

$$T_R = \frac{dJ_{mat}}{da}\frac{E}{\sigma_y^2} \qquad \text{Eq. 2}$$

makes it possible to observe a tearing behavior that is reasonably independent of temperature and dimensionless. In this study tests are carried out at room temperature, so that T_{mat} will be used to characterize crack growth resistance. In addition, tearing modulus is often considered as constant [15] (Figure 2).

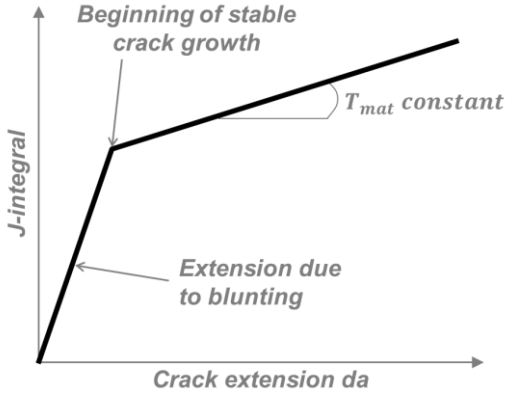


Figure 2 - J-integral R-curve

Stable crack growth is ensured if

$$T_{mat} > T_{app} \qquad \text{Eq. 3}$$

where T_{app} is the applied tearing modulus that can be obtained directly from specimen geometry, compliance for given load and displacement [19]. Paris et al. [15], Hutchinson et al. [16] and Zahoor et al. [17,18] proposed to determine the analytical expressions of the limit applied tearing modulus that causes instability in a given system so that $T_{mat} \leq T_{app}$. Using analytical or numerical modeling and relevant assumptions, they derived expressions of the limit applied tearing modulus in several situations: center-cracked strip in tension, double-edge cracked strip in tension, deep surface flow, three-point bending, notched round bar [15], deeply cracked bend specimen, deeply cracked center notched and edge-notched specimens under tension [16]. Numerical results showed that crack instability is strongly influenced by the elastic compliance of the system, the conditions of plane stress or plane strain and the hardening characteristics of the material [17,18]. It was found that if crack stability is ensured in a plane strain, then under the same circumstances a geometrically identical but plane stress panel will be stable. As explained by Dekkers et al. [23], these results showed that propagation instabilities are not only related to machine stiffness, but also to the specimen stiffness which may vary due to crack increase.

For deeply cracked compact tension (CT) specimens, which are used in this study, there is no explicit expression that has been established for propagation instabilities but an approximate analysis shows that this situation is always stable for a rigid test machine [15]. An analysis including the effect of testing machine stiffness is proposed for the fully plastic case and for the general small-scale yielding case, but explicit expressions are not given in [15].

To the best of our knowledge, only few experimental validations of these instability criteria were proposed. Paris et al. [19] selected a simple testing program, which employed three-point bend specimens and an additional spring bar to easily adjust the effective loading system compliance. Their study demonstrated the appropriateness of the tearing instability analysis. A similar testing program using CT specimen is proposed in [24]. Rivalin et al. [25] also modified the loading system compliance by using Belleville washers, also called dished washers, to store elastic energy and cause dynamic tearing of a wide plate, but they did not investigate the relation between J-integral and crack propagation instabilities. In the case of polymers, Prabhat et al. [26] used three-point bending and double-edge

notched tensile specimens and successfully applied the instability criterion using expression for T_{app} given by [15].

The objective of the present study is to further investigate the tearing mechanism leading to the second pop-in type to provide more experimental and analytical insights into crack propagation instability phenomenon and its potential link to system stiffness. The purpose is to study the influence of the system stiffness on these crack propagation instabilities in the case of CT specimens, to show that instabilities that appear after the maximum load are the result of the interplay between the tearing modulus and machine stiffness and not of material heterogeneity. Indeed, it is essential to know whether crack propagation instabilities are a phenomenon due solely to a heterogeneity of the material (which possibly implies the need to modify the production range) or due to the interaction with loading (which involves taking into account this phenomenon to ensure structural integrity).

To study the interaction between the specimen and the machine, two parameters are varied:

1. toughness and associated material tearing modulus. For that purpose, tests are performed on a structural age hardened aluminum alloy subjected to various aging heat treatments to obtain various metallurgical states. Thus the test specimens have the same chemical composition, the same grain morphology, the same coarse precipitation, but various strength and tearing moduli.
2. the elastic energy stored in the system. An innovative assembly using Belleville washers has been designed in order to vary machine compliance.

The ultimate goal is to establish an analytical instability criterion used to process the experiments to verify that observed pop-ins are not caused by material heterogeneities. Two criteria are developed. The first one uses the observed load-displacement curve and its derivative to be compared to the elastic stiffness of the entire system. The second one is based on the J-integral based tearing modulus, and an approximation of the applied tearing modulus proposed in [15].

The paper is organized as follows: material and methods are presented in section 2, experimental results in section 3, and both criteria are developed and applied in section 4.

2. MATERIAL AND METHODS

2.1. Material

The material used in this study is an aluminum alloy 6061(Al-Mg-Si), as received in a T6 condition (homogenization, hot forging, solution annealing, water quenching and isothermal aging heat treatments). AA6061-T6 has been selected because it is one of the most widely used age-hardened alloys. This age-hardening property allows to obtain various metallurgical states and various mechanical behaviors by modifying only aging treatments: the strength is due to the precipitation of nano-scaled β''-Mg_2Si phases during aging (heat treatment at 175 °C). The as-received reference material was first solution treated (at 550 °C for 4 hours), and then age-hardened at 175 °C during four aging times (4, 8, 12 and 16 hours) using four material blocks (136 x 76 x 87 mm^3) to produce different mechanical behaviors.

Specimens were machined from these blocks (Table 1). Microstructural investigations show that aging time has no influence on the morphology of the grains nor on the micrometric coarse precipitation (Mg_2Si and iron rich intermetallics). The possible mechanical evolutions between the blocks can only originate from nanoprecipitation.

Aging time (h)	Number of specimens	
	Tensile	CT
4	3	4
8	3	9
12	3	4
16	2	3

Table 1 – Aging time and specimens tested

2.2. Mechanical tests

All mechanical tests are performed at room temperature.

2.2.1. Tensile testing

Tensile tests are performed on smooth round specimens (gage length of 26 mm, diameter of 4 mm) and the crosshead speed is adjusted so that the strain rate is about 5.10^{-4} s^{-1}.

2.2.2. Toughness testing

Fracture toughness tests are performed on notched standard CT samples [1]: thickness B_0=12.5 *mm*, net thickness B_N=10 *mm* (distance between the roots of the side grooves), width W=25 *mm*. The size of the fatigue precrack a_0 varies between 15.35 mm and 17.50 mm depending on the samples. Nine samples are tested in monotonic tension with an applied crosshead speed of 0.16 mm/min. The crack mouth opening displacement (CMOD), v_s, is measured by an extensometer mounted across the mouth of the notch. 11 other samples are tested with unloading/reloading sequences to estimate crack size during the test ('unloading compliance' method). CMOD is imposed to ±0.16 mm/min for these eleven tests. Finally only the envelope (maximum load reached at each unloading/reloading sequence) is used for this test analysis for the sake of clarity and because the appearance of pop-ins is clearer.

The load-opening *'P-v_s'* curves obtained for these twenty fracture toughness tests are analyzed by the 'keycurve' method in order to determine the crack size *a* during the test. This 'keycurve' method is detailed in Appendix 4.A where a comparison with standard 'unloading compliance' method is carried out. The keycurve method consists in (i) generating Load-Displacement curves for different fixed initial crack lengths using elasto-plastic finite element simulations, (ii) determining the intersection of each simulated curve with the experimental one thereby indicating the current crack length at the intersection point. Both methods provide CMOD, load and crack length which are then used to obtain the '*J-Δa*' curves under the guidance of ASTM standard E1820 [1].

2.3. 'Belleville' compliance assembly for toughness testing

A dedicated assembly is attached to one of the two test fixtures. This innovative assembly entirely made of titanium alloy has been designed to vary machine compliance. The spring is made of a stack of Belleville washers, so that the machine compliance can be easily modified by changing the number of washers. The stiffness decreases with the increasing number of washers. The setup is displayed in , where the three contributions to the total stiffness K_t are indicated:

1. The test machine and test fixtures will be regarded as a linear spring with a constant stiffness K_0:
$$K_0 = 10.1\ kN/mm$$
2. Before the test *N* Belleville washers are stacked in series (facing in alternating directions) and each washer has a stiffness K_b:
$$K_b = 17.1\ \mathrm{k}N/mm$$
K_m is the resulting stiffness (machine and *N* washers) and depends only on *N*:

$$K_m(N) = \frac{K_0 K_b}{N K_0 + K_b} \quad \text{Eq. 4}$$

This equation was used to determine the value of K_0, using the measured value of K_m and the known value of K_b. Consistent values are found for the different numbers of washers N.

3. The CT specimen stiffness, K_s, is calculated at the load-line, and is a function of the crack length a (12.9 kN/mm for a crack length of 15 mm, 0.9 kN/mm for 22 mm). To obtain $K_s(a)$, finite element modeling was performed by simulating CT specimens with different crack lengths between 14 and 23 mm. Note that the standard [1] provides an expression of the specimen compliance, C_s, as a function of a/W which relates the elastic part of the CMOD to the load. The same law is fitted here by only adjusting the coefficients and the compliance relating the elastic load-line displacement, u_s^e, to the load is expressed as:

$$C_s(a) = \frac{1}{E B_e}\left(\frac{W+a}{W-a}\right)^2 \left[2.8058 + 11.9045\frac{a}{W} - 21.9324\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 21.9601\left(\frac{a}{W}\right)^4 - 10.7455\left(\frac{a}{W}\right)^5\right] \quad \text{Eq. 5}$$

and:

$$K_s(a) = \frac{1}{C_s(a)} \quad \text{Eq. 6}$$

Both expressions for the compliances are very close.

The total stiffness K_t thus varies typically between 0.6 and 6.2 kN/mm depending on the number of washers N and the crack length a and is given by:

$$K_t(N,a) = \frac{K_m(N) K_s(a)}{K_m(N) + K_s(a)} \quad \text{Eq. 7}$$

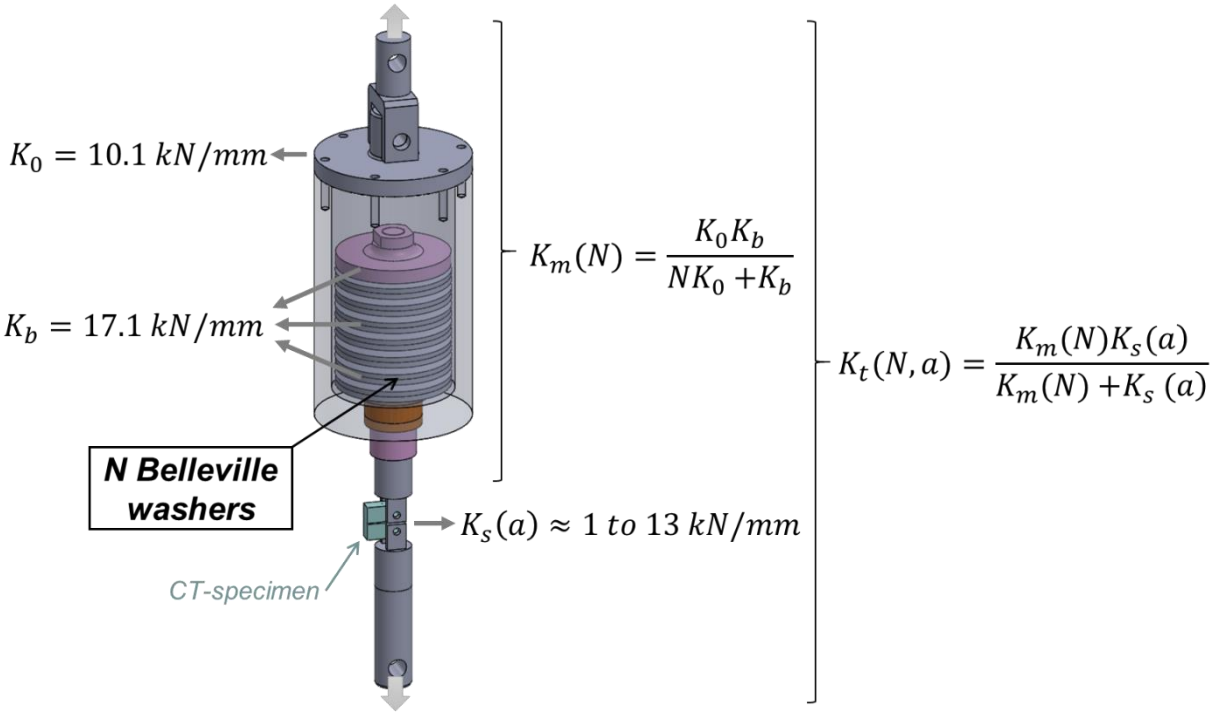


Figure 3 - Schematic drawing of the testing device using Belleville washers

The contribution of the specimen stiffness itself is far from being negligible since its contribution can reach up to 60 % of the total stiffness (Figure 4 a). The contributions of specimen and machine are calculated by dividing the total stiffness respectively by the specimen stiffness and by the machine stiffness: contribution of the specimen is $\frac{K_t}{K_s} = \frac{K_m}{K_m+K_s}$ and contribution of the machine is $\frac{K_t}{K_m} = \frac{K_s}{K_m+K_s}$. It is therefore very important to consider the effect of the specimen on the global compliance. Moreover, compliance increases substantially when the crack advances (Figure 4 b). Consequently, the appearance of pop-in is favored as the test proceeds as explained in part 4.

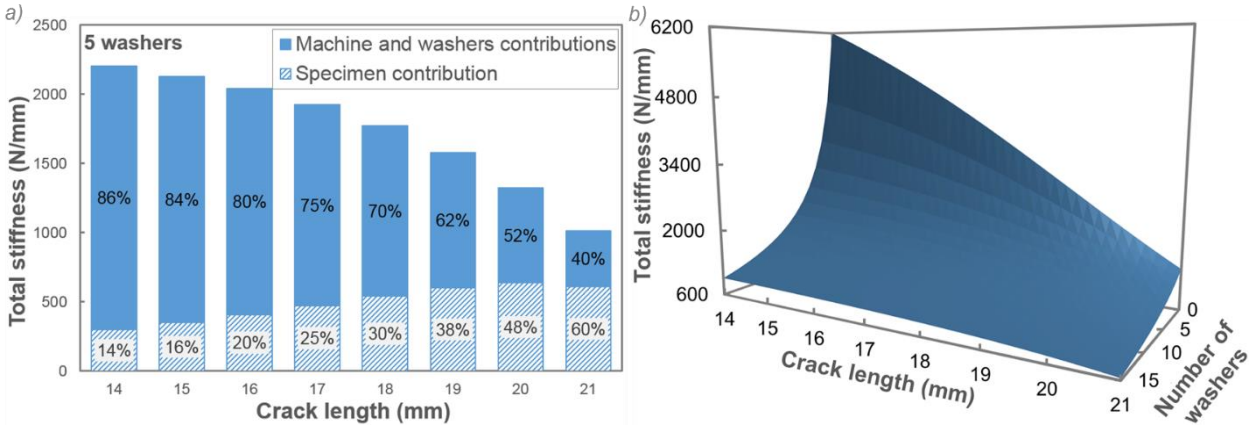


Figure 4 – Total stiffness evolution:
a) as a function of crack length with 5 washers and specimen contribution
b) as a function of crack length and of the number of washers

3. EXPERIMENTAL RESULTS

3.1. Tensile tests

Eleven tensile test results are shown in Figure 5. Using these experimental data an elastoplastic Voce law [27] is fitted for each aging time (with):

$$\sigma = \sigma_S + (\sigma_e - \sigma_S)e^{-b\varepsilon_p} \quad \text{Eq. 8}$$

where σ_e is the yield stress, σ_S is the Voce saturation stress and b the Voce constant. These parameters are automatically fitted using the tensile test results up to the onset of necking. Identified set of parameters are shown in Table 2 and are used in the 'keycurve' method (Appendix 4.A).

	Aging time (h)			
	4	**8**	**12**	**16**
σ_S (MPa)	322 ±4	345 ±4	352 ±10	353 ±2
σ_e (MPa)	154 ±1	199 ±2	237 ±6	255 ±0
b	12.1 ±0.3	12.7 ±0.9	14.3 ±1.6	17.34 ±0.9
σ_{UTS} (MPa)	257 ±0	281 ±1	295 ±4	304 ±2
A (%)	15.6 ±0.7	14.4 ±0.8	10.7 ±0.5	8.9 ±1.2

Table 2 – Voce parameters and materials characteristics (A is the uniform elongation) deduced from tensile tests

It is found that aging time strongly hardens this aluminum alloy, as expected from the literature [28–30]. There is an increase in yield and tensile strength, and a decrease in elongation and strain hardening capability. It can be noted that there is no softening of the material even after 16 hours of aging, which means that the material is not yet in the T6 state (peak-hardness aged).

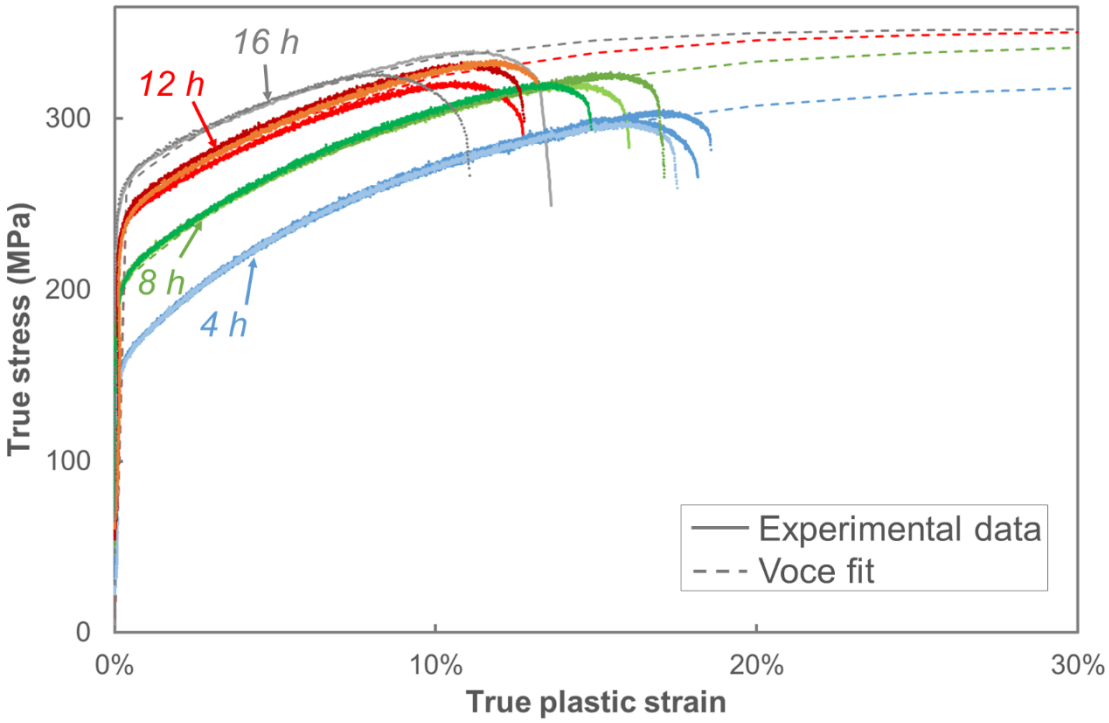


Figure 5 – Experimental tensile curves and fitted curves (Voce law); it should be noted that stress values after maximum load do not correspond to the true stress and are only given for indication of ductility

3.2. Fracture toughness tests without washers

Fifteen fracture toughness tests without 'Belleville' assembly were performed. Results are shown in Figure 6. Loads are plotted as a function of the crosshead displacement, u_m, so that the five pop-ins are more clearly visible; indeed there is no movement of the crosshead during a pop-in, while the extensometer can measure an opening, v_s, of the specimen. However, it is the load-opening *'P-v_s'* curves that are used to calculate the '*J-Δa*' curves (Figure 7), as indicated by the ASTM standard [1]. The J-R curve (resistance curve) is fitted for each aging time and is used to calculate the crack initiation toughness $J_{0.2}$ (J-integral at the intersection of the 0.2 mm blunting line and J-R curve) and the tearing modulus T_{mat} (linear regression slope of the J-R curve between 0.3 mm and 1.0 mm offset).

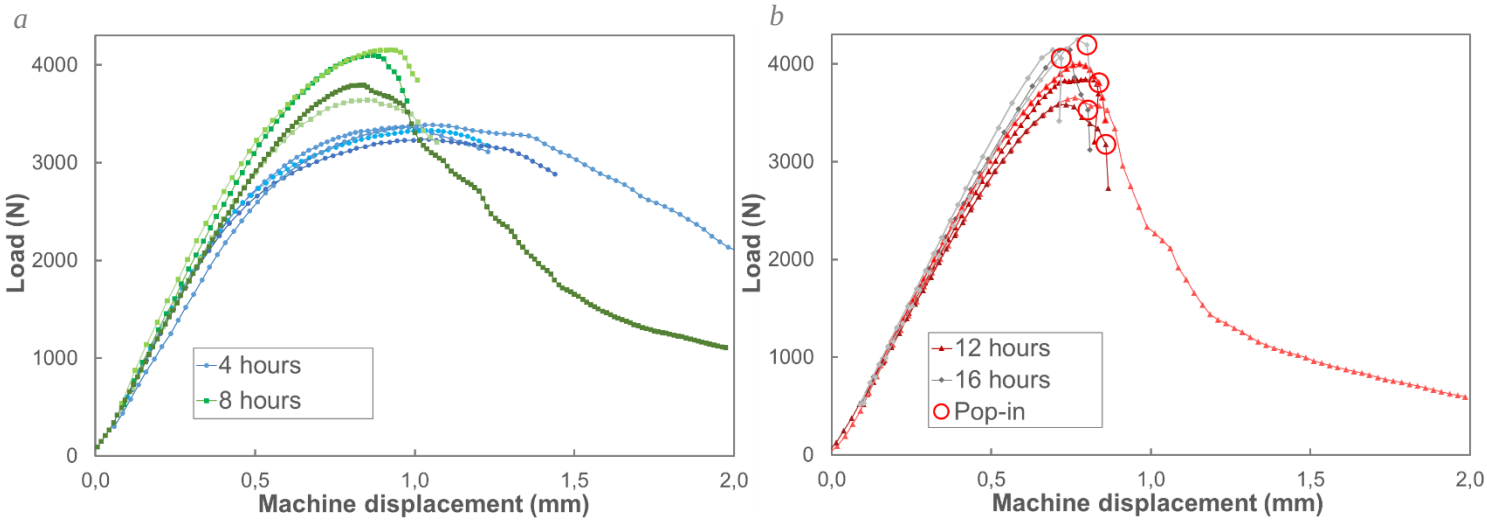


Figure 6 – CT-toughness test curves: load as a function of machine displacement and pop-in occurrence for the four aging times: a) 4h and 8h, b) 12h and 16h

Figure 7 and Table 3 indicate that there is a decrease in crack initiation toughness $J_{0.2}$ and tearing modulus T_{mat} with aging time. Longer aging and decreased associated tearing modulus are shown to lead to pop-ins: for 4 and 8 hours of aging time, the investigated material does not show pop-in occurrence whereas pop-ins are observed for 2 out of 4 specimens after 12 hours and on 3 out of 3 specimens after 16 hours of aging time. The dotted lines in Figure 7 correspond to the blunting lines.

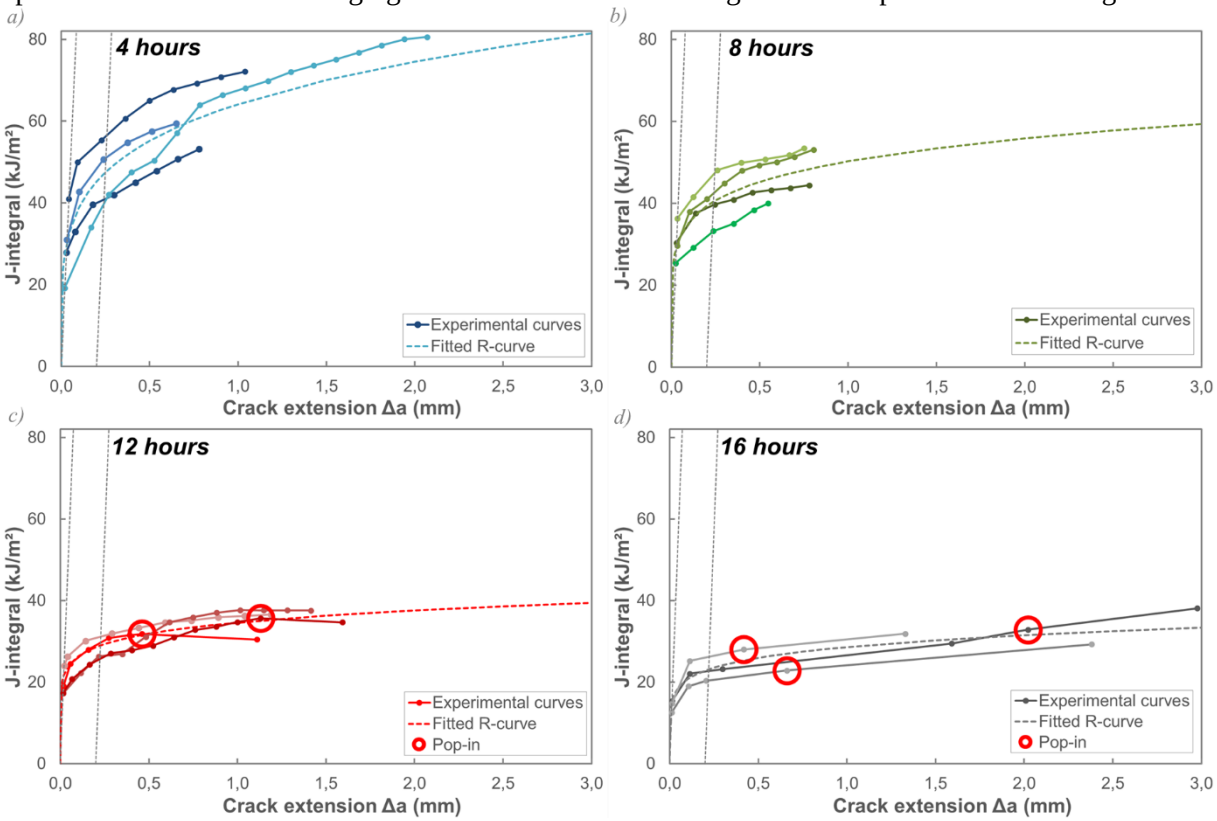


Figure 7 – Experimental J-Δa curves and R-curves for the four aging treatments: a) 4 hours aging, b) 8 hours aging, c) 12 hours aging, d) 16 hours aging

	Aging time (h)			
	4	**8**	**12**	**16**
$J_{0.2}$ (kJ/m²)	47.6 ±8.1	40.5 ±5.7	29.0 ±2.5	23.2±4.0
T_{mat} (MPa)	18.7 ±3.0	11.7 ±3.5	5.3 ±2.5	3.9 ±0.9

Table 3 – Toughness parameters deduced from fracture toughness tests

In the next part, the material with 8 hours of aging time is used. As explained above this material did not show any pop-in using the machine without washers and with a stiffness comparable to standard commercial testing machines. The aim is to try to trigger the appearance of pop-ins for this material by reducing the system stiffness with the dedicated Belleville assembly.

3.3. Fracture toughness tests with washers

The material aged 8 hours is chosen because it did not show pop-in without 'Belleville' assembly. Five fracture toughness tests with 'Belleville' assembly were performed using 5, 7, 8, 10 and 15 washers stacked in series. Results are shown in Figure 8. The loss of stiffness with the increase in the number of washers is clearly identifiable as the initial slope is strongly changed. The corresponding '*J-Δa*' curves (also analyzed by the 'keycurve' method, Appendix 4.A) are superimposed in Figure 9. The five R-curves with washers are included in the experimental scatter observed with the four tests without washers for the material aged 8 hours. The nine specimens have consistent values of crack initiation and tearing modulus.

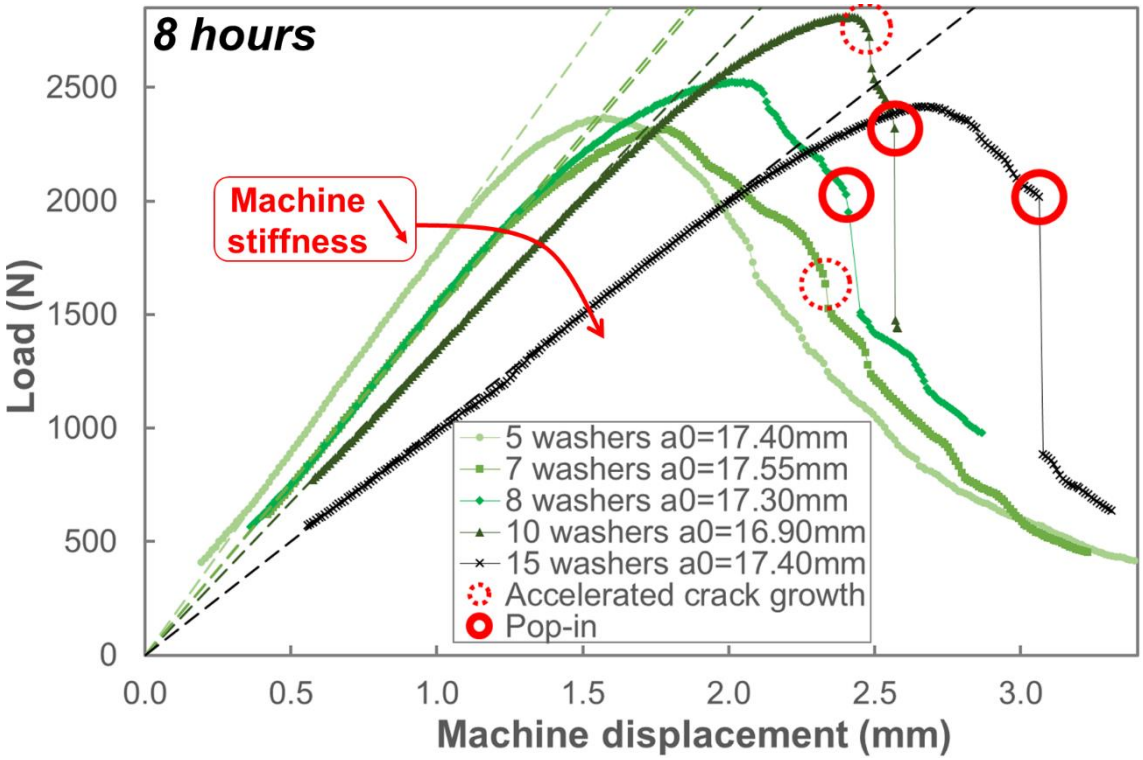


Figure 8 - Toughness test curves: load as a function of machine displacement and pop-in occurrence for the tests with washers (for material aged during 8 h)

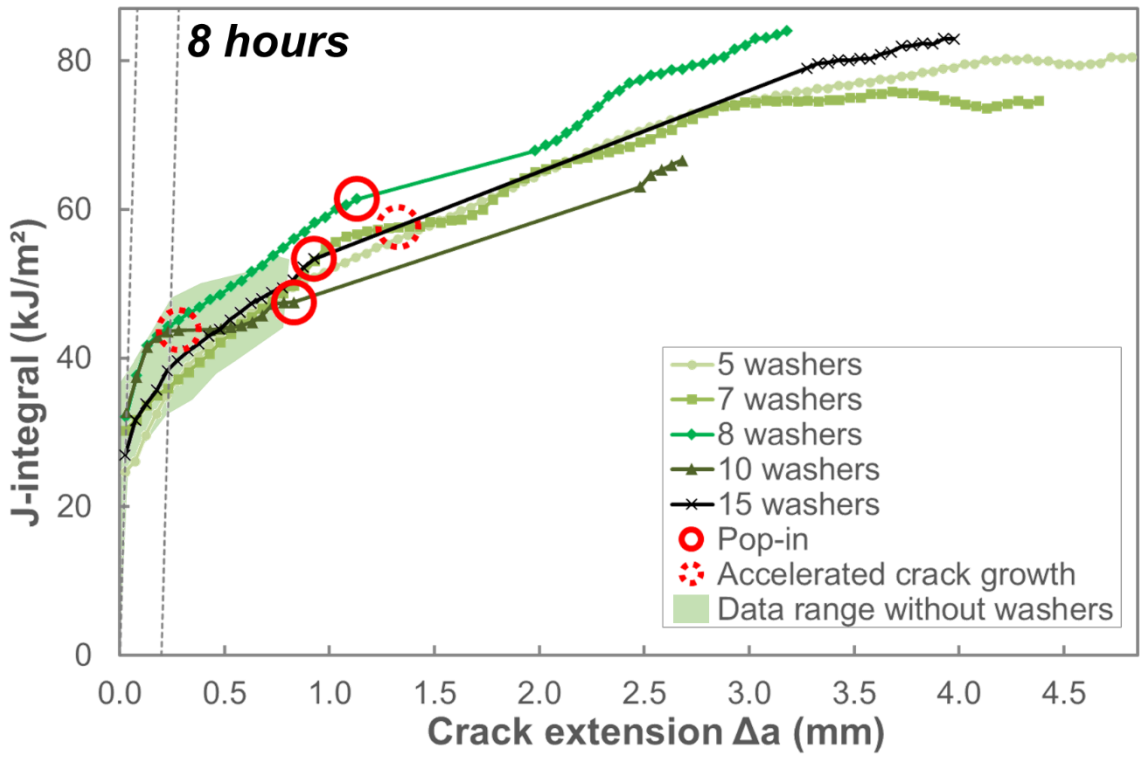


Figure 9 –Experimental J-Δa curves and R-curve for the tests with washers (for material aged during 8 h)

Pop-ins start to be observed when the number of washers is greater or equal to 8. Pop-ins are characterized by a load drop ΔP, an opening of the specimen Δv_s and a crack extension Δa (Table 4). All these quantities increase when the number of washers increases.

Number of washers	K_m N/mm	Pop-in	Load ΔP N	CMOD Δv_s mm	Crack extension Δa mm
0, no assembly	13656	No	0	0	0
5	2551	No	0	0	0
7	1963	Weak	24	0.01	0.05
8	1761	Yes	458	0.29	0.85
10	1459	Yes	904	0.54	1.65
15	1022	Yes	1116	1.14	2.35

Table 4 – Pop-in quantification as a function of machine stiffness (for material aged during 8 h)

4. ANALYSIS OF INSTABILITY AND DISCUSSION

The objective of this part is to propose analytical instability criteria used to analyze test results and to determine whether observed pop-ins are due to machine stiffness and tearing modulus interaction or not. The effects of elasticity and stiffness of the loading apparatus are considered.

4.1. Instability criterion using the load-displacement curve

The total system is represented in Figure 10.

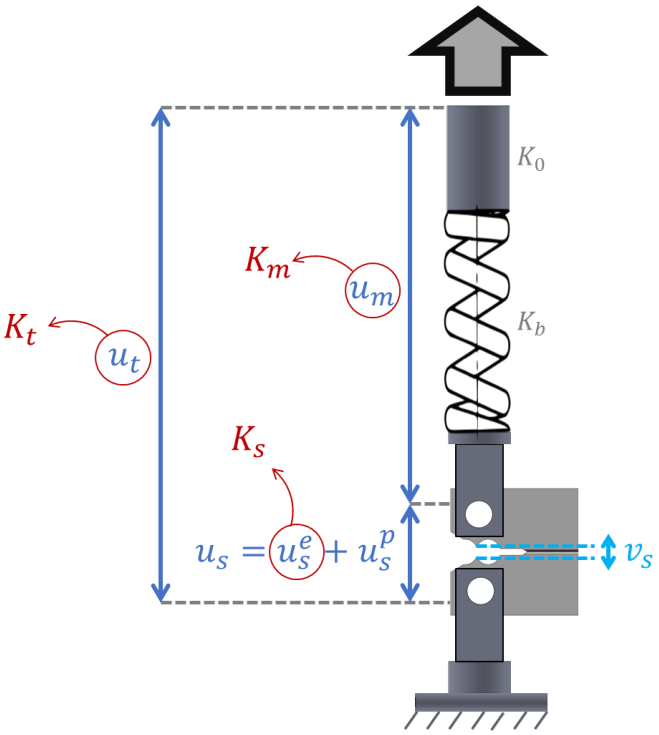


Figure 10 – Displacement and stiffness of the system contributors

The total displacement u_t is equal to the sum of the contributions of the purely elastic displacement of the machine u_m (crosshead and washers), the elastic displacement u_s^e and plastic displacement u_s^p of the specimen calculated at the load-line:

$$u_t = u_m + u_s = u_m + u_s^e + u_s^p \quad \text{Eq. 9}$$

Elastic displacements are linearly proportional to the load:

$$u_t = \frac{P}{K_m} + u_s \quad \text{Eq. 10}$$

and:

$$u_t = \frac{P}{K_m} + \frac{P}{K_s(a)} + u_s^p = \frac{P}{K_t(a)} + u_s^p \qquad \text{Eq. 11}$$

Under total displacement control, an instability corresponds to a sudden decrease in load (Figure 1) while the total displacement is constant. This corresponds to a decrease of the elastic part of the displacement and to the opposite increase of the irreversible (specimen) displacement. In that case, the energy needed for crack propagation is released from the elastic energy stored in the system without any additional crosshead displacement: $\delta u_t = 0$. Consequently, Eq. 10 and Eq. 11 become respectively:

$$0 = \frac{\delta P}{K_m} + \delta u_s \qquad \text{Eq. 12}$$

and

$$0 = \frac{\delta P}{K_t} - \frac{P}{K_t^2}\frac{dK_t}{da}\frac{da}{du_s^p}\delta u_s^p + \delta u_s^p \qquad \text{Eq. 13}$$

i.e.

$$\frac{\delta P}{K_t} = \left(1 + \frac{P}{K_t^2}\frac{dK_t}{da}\frac{da}{du_s^p}\right)\delta u_s^p \qquad \text{Eq. 14}$$

Two instability initiation conditions can be deduced. The first one (referred to as "total displacement condition") uses the specimen total displacement and the constant machine stiffness:

$$\frac{dP}{du_s} \leq -K_m \qquad \text{Eq. 15}$$

The second one (referred to as "plastic displacement condition") uses the specimen plastic displacement and the total stiffness, which depends on the crack length *a*:

$$\frac{dP}{du_s^p} \leq -K_t^*(a) \qquad \text{Eq. 16}$$

with

$$K_t^*(a) = \left(1 + \frac{P}{K_t^2(a)}\frac{dK_t}{da}\frac{da}{du_s^p}\right)K_t(a) \qquad \text{Eq. 17}$$

u_s is calculated using the total displacement u_t minus the purely elastic machine displacement $u_m = \frac{P}{K_m}$. u_s^p is calculated using u_s minus the elastic specimen displacement $u_s^e = \frac{P}{K_s(a)}$, where $K_s(a)$ is given by Eq. 6 using the updated crack length. $\frac{\partial K_t}{\partial a}$ is computed using the analytical expressions given above. The other derivatives, $\frac{da}{du_s^p}$, $\frac{dP}{du_s^p}$ and $\frac{dP}{du_s}$, are estimated from the experimental data using a local linear regression.

Both conditions are shown schematically in the Figure 11 *a)* and *b)*. Crack growth increases the specimen compliance and thus decreases the total system stiffness. The plastic displacement condition (Eq. 16) accounts for this effect and uses an effective total stiffness K_t^*.

Pop-in appearance using the total displacement condition can be graphically interpreted. A pop-in is triggered when the additive inverse of the machine stiffness (which is independent on crack length) equals to the local slope of $P(u_s)$ curve, as shown in Figure 11 *c*). It is therefore shown that this pop-in

type can only occur when the derivative of the curve is negative, and thus only during the unloading part of the test, i.e. after the maximum load.

Using Eq. 10 with $\Delta u_t = 0 = \Delta u_m + \Delta u_s$ shows that the specimen displacement during pop-in is given by:

$$\Delta u_s = -\frac{\Delta P}{K_m} \qquad \text{Eq. 1}$$

Crack arrest can be graphically interpreted as an intersection between the line of slope -K_m passing through the pop-in initiation point and the P-u_s curve (Figure 11 *c*) [25].

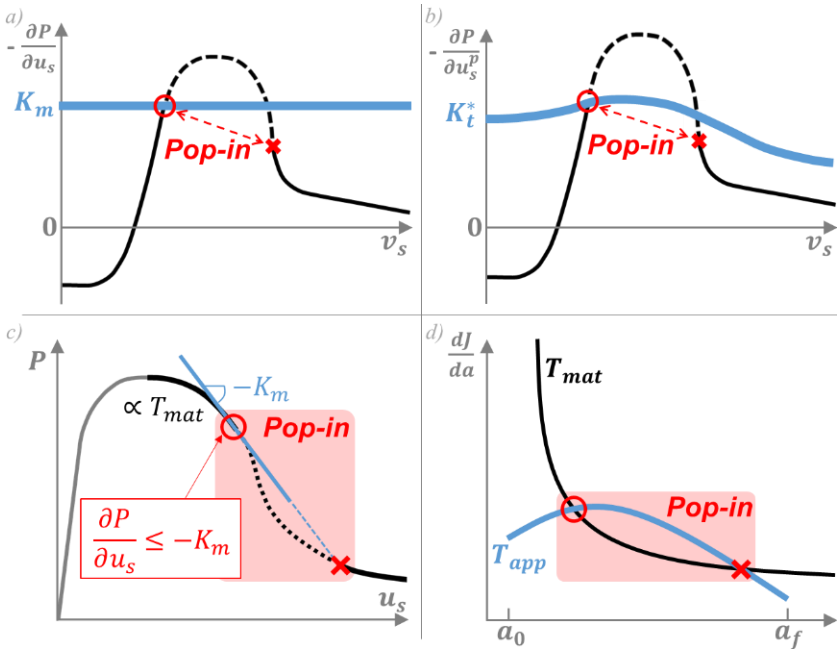


Figure 11 – Schematic showing instability criteria with:
a) Total displacement condition (approach in load) to pop-in initiation
b) Plastic displacement condition (approach in load) to pop-in initiation
c) Graphical criterion (approach using load) to pop-in initiation and arrest
d) Tearing modulus criterion (approach using J-integral) to pop-in initiation and arrest

The criteria applied to Belleville assembly tests are presented in Figure 12 (except the test with ten washers which is redundant). For the five washers assembly, the additive inverse of the P-u_s curve slope is always smaller than the machine stiffness, so that, in agreement to the experiment, pop-ins are not triggered. For the seven washers assembly, the machine stiffness is decreased and closer to the P-u_s curve slope. It is observed that this slope presents fluctuations (which can also be seen on the load displacement curve on Figure 8). A stronger fluctuation is observed and leads to a slope close to the machine stiffness so that a very small pop-in is triggered. For the 15 washers assembly, the machine stiffness is divided by 2 compared to the seven washers assembly so that the condition for pop-in is obtained earlier and leads to a large pop-in. The slope of the P-u_s curve cannot be computed during pop-ins. The graphical condition for pop-in arrest leads to a good prediction. The tests with eight and ten (not shown) washers also give consistent results with smaller pop-ins. The plastic displacement condition also leads to consistent results for all cases and illustrates the contribution of crack advance on the apparent system stiffness K_t^*. It tends to give slightly less accurate results than the total displacement condition. This is possibly due to the use of several derivatives of experimental data.

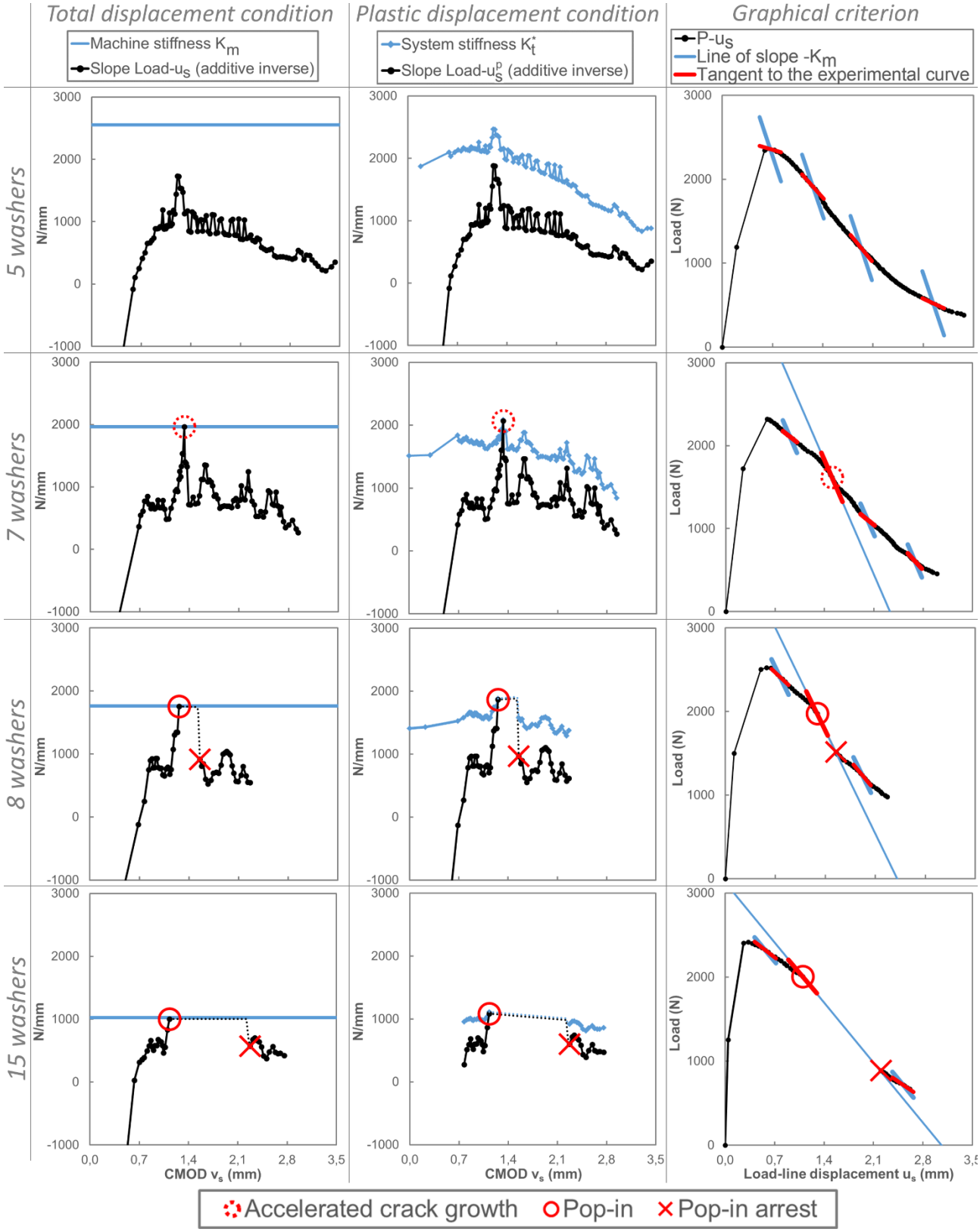


Figure 12– Instability criteria (approach using load) applied to the tests with different amounts of washers (after 8 h of aging)

4.2. Instability criterion using J-integral

In this part the reasoning is the same than the reasoning developed by Paris et al. [15], who examined tearing instability for the general small-scale yielding (SSY) case. This strong assumption is not exactly met in the present study. However, material presenting pop-ins have lower toughness levels and higher yield stress values so that they are close to the SSY case. Consequently it is first assumed that the remaining ligament is predominately elastic and only SSY at the crack tip is present. A plastic zone correction will be introduced following [15].

For a CT configuration the expression of the crack-tip stress intensity factor *K* is given by the ASTM standard [1]:

$$K(P,a) = \frac{P}{\sqrt{BB_N W}} \frac{2+\frac{a}{W}}{\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}} * \left[0.886 + 4.64\frac{a}{W} - 13.32\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14.72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5.6\left(\frac{a}{W}\right)^4\right] \quad \text{Eq. 2}$$

Assuming small-scale yielding it follows that:

$$J(P,a) = \frac{K(P,a)^2}{E} \quad \text{Eq. 3}$$

Taking differentials associated with a crack length change, da, results in:

$$dJ(P,a) = \frac{\partial J(P,a)}{\partial P} dP + \frac{\partial J(P,a)}{\partial a} da \quad \text{Eq. 4}$$

$\frac{\partial J(P,a)}{\partial P}$ and $\frac{\partial J(P,a)}{\partial a}$ are computed using Eq. 20.

The test machine displacement is inversely proportional to machine stiffness (which depends only on the number of washers) and is expressed by:

$$u_m(P) = \frac{P}{K_m} \quad \text{Eq. 5}$$

For a small-scale yielding situation, the load-line displacement of the specimen u_s is proportional to the compliance:

$$u_s(P,a) = C_s(a)P \quad \text{Eq. 6}$$

The expression of compliance is calculated by finite element calculation and is given in the part 2.3.

During static loading, the condition for instability is that the total displacement is constant: $du_t = 0$. Using the separation of the total displacement between the machine and the specimen displacements, one has:

$$u_t(P,a) = u_m(a) + u_s(P,a) \quad \text{Eq. 7}$$

After differentiation, the instability condition leads to:

$$du_t(P,a) = 0 = \frac{dP}{K_m} + C_s(a)dP + P\frac{dC_s(a)}{da}da \qquad \text{Eq. 8}$$

Using this equation the load change dP can be expressed as a function of crack length change da when examining for the instability:

$$dP = -\frac{P\frac{dC_s(a)}{da}}{\frac{1}{K_m} + C_s(a)}da = f(P,a)da \qquad \text{Eq. 9}$$

It may therefore be substituted in Eq. 21, which results in:

$$dJ(P,a) = \frac{\partial J(P,a)}{\partial P}f(P,a)da + \frac{\partial J(P,a)}{\partial a}da \qquad \text{Eq. 10}$$

This equation can be rearranged into:

$$\frac{dJ}{da}(P,a) = \frac{\partial J(P,a)}{\partial P}f(P,a) + \frac{\partial J(P,a)}{\partial a} = g(P,a) = T_{app} \qquad \text{Eq. 11}$$

To easily obtain the expressions of the functions $\frac{\partial J(P,a)}{\partial P}$, $\frac{\partial J(P,a)}{\partial a}$, $f(P,a)$ and $g(P,a)$, the Python library SymPy for symbolic mathematics was used. These functions are given in the Appendix 4.B.

So that the instability criterion can be expressed as:

$$T_{mat} = \frac{dJ_{mat}}{da} \leq T_{app}(P,a) = g(P,a) \qquad \text{Eq. 12}$$

In cases where SSY is not fulfilled, this expression may be reformulated as in the analysis proposed by Paris [15] adding the usual plastic zone correction to the crack length:

$$a_{eff} = a + r_y \qquad \text{Eq. 13}$$

Where r_y is the plastic zone size:

$$r_y = \tau J(P, a_{eff}) \text{ and } \tau = \frac{E}{\gamma\pi{\sigma_y}^2} \qquad \text{Eq. 14}$$

Differentiating Eq. 30 with respect to crack size gives:

$$da_{eff} = \left[1 + \tau\frac{dJ_{eff}(P,a_{eff})}{da}\right]da \qquad \text{Eq. 15}$$

Using Eq. 28 with a_{eff} instead of a:

$$dJ_{eff}(P,a_{eff}) = g\left(P,a_{eff}\right)da_{eff} = g\left(P,a_{eff}\right)\left[1 + \tau\frac{dJ_{eff}(P,a_{eff})}{da}\right]da \qquad \text{Eq. 16}$$

Thus:

$$\frac{dJ_{eff}\left(P,a_{eff}\right)}{da}\left[1 - \tau\, g\left(P,a_{eff}\right)\right] = g\left(P,a_{eff}\right) \qquad \text{Eq. 17}$$

And finally:

$$\frac{dJ_{eff}}{da}(P, a_{eff}) = \frac{g(P, a_{eff})}{1 - \frac{E}{\gamma \pi {\sigma_y}^2} g(P, a_{eff})} \quad \text{Eq. 18}$$

Then the plastic zone-corrected instability criterion is expressed as:

$$T_{mat} = \frac{dJ_{mat}}{da} \leq T_{app}(P, a_{eff}) = \frac{g(P, a_{eff})}{1 - \frac{E}{\gamma \pi {\sigma_y}^2} g(P, a_{eff})} \quad \text{Eq. 19}$$

Generally, the tearing modulus T_{mat} is considered as constant for each specimen and is calculated using experimental *J*-Δ*a* curves (linear regression slope of the J-R curves between 0.3 mm and 1.0 mm offset for the tests without washers). In this study in order to be more accurate, the R-curve was expressed as a power law form $J = \alpha + \beta\, \Delta a^n$. So that the tearing modulus is expressed as:

$$T_{mat}(a) = \frac{dJ_{mat}}{da} = \beta n\, \Delta a^{n-1} \quad \text{Eq. 20}$$

It should be noted that the tearing modulus is assumed to be time independent for the sake of simplicity.

For the applied tearing modulus curves, the value $\gamma = 6$ given by Anderson [31] is used, and the effective yield stress σ_y (mean value between yield stress σ_e and ultimate tensile strength σ_{UTS}) is chosen for representative flow stress.

This criterion is shown schematically in the Figure 11 *d)*. The plastic zone-corrected instability criterion is applied to the Belleville assembly tests on the Figure 13. Note that the material tearing modulus curves (black lines) are identical regardless of the number of washers. A small scatter in tearing modulus for different samples (grey background) is however observed. For the five washers assembly, the applied tearing modulus (blue curve) is much lower than the material tearing modulus. There is no intersection so that, in agreement to the experiment, pop-ins are not triggered. Increasing the number of washers causes the T_{app} curve to move upwards, to get closer to the T_{mat} curve. The T_{app} curve can intersect it, causing accelerated crack growth or pop-in. For the seven and eight washers assemblies, the proximity of the curves is assured even if there is no clear intersection. The criterion works very well for the test with 15 washers: the intersections between applied and material tearing modulus perfectly match initiation and arrest of the experimental pop-in.

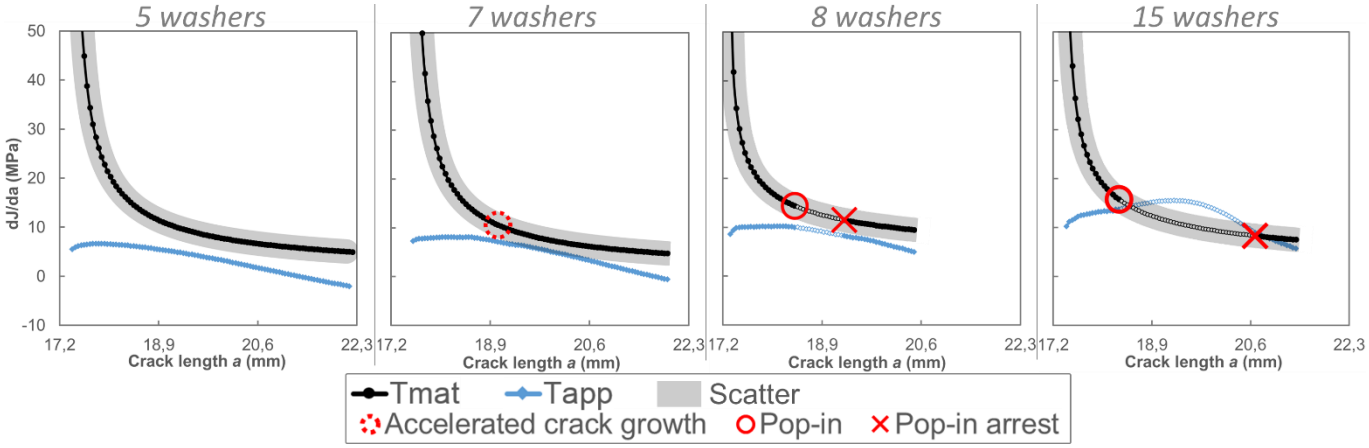


Figure 13 - Instability criterion with tearing modulus (approach using J-integral) applied to the tests with washers (after 8 h of aging)

4.3. Discussion

In the previous section, several instability criteria have successfully been applied to test using Belleville washer assembly. To validate them further, the two criteria were applied to tests without Belleville washers. The two longest tests were chosen, namely a test without pop-in after 4 hours of aging and a test with a lot of successive accelerated crack growth after 12 hours of aging. The machine stiffness between the two tests is therefore constant and the total stiffness, which depends solely on the crack advance, is much greater than in the previous part. As a consequence here, unlike the previous part, the machine parameters are constant and it is the material parameters that vary. The criteria using the load-displacement curve and using the J-integral are shown in Figure 14. Again, we see that the two criteria work well.

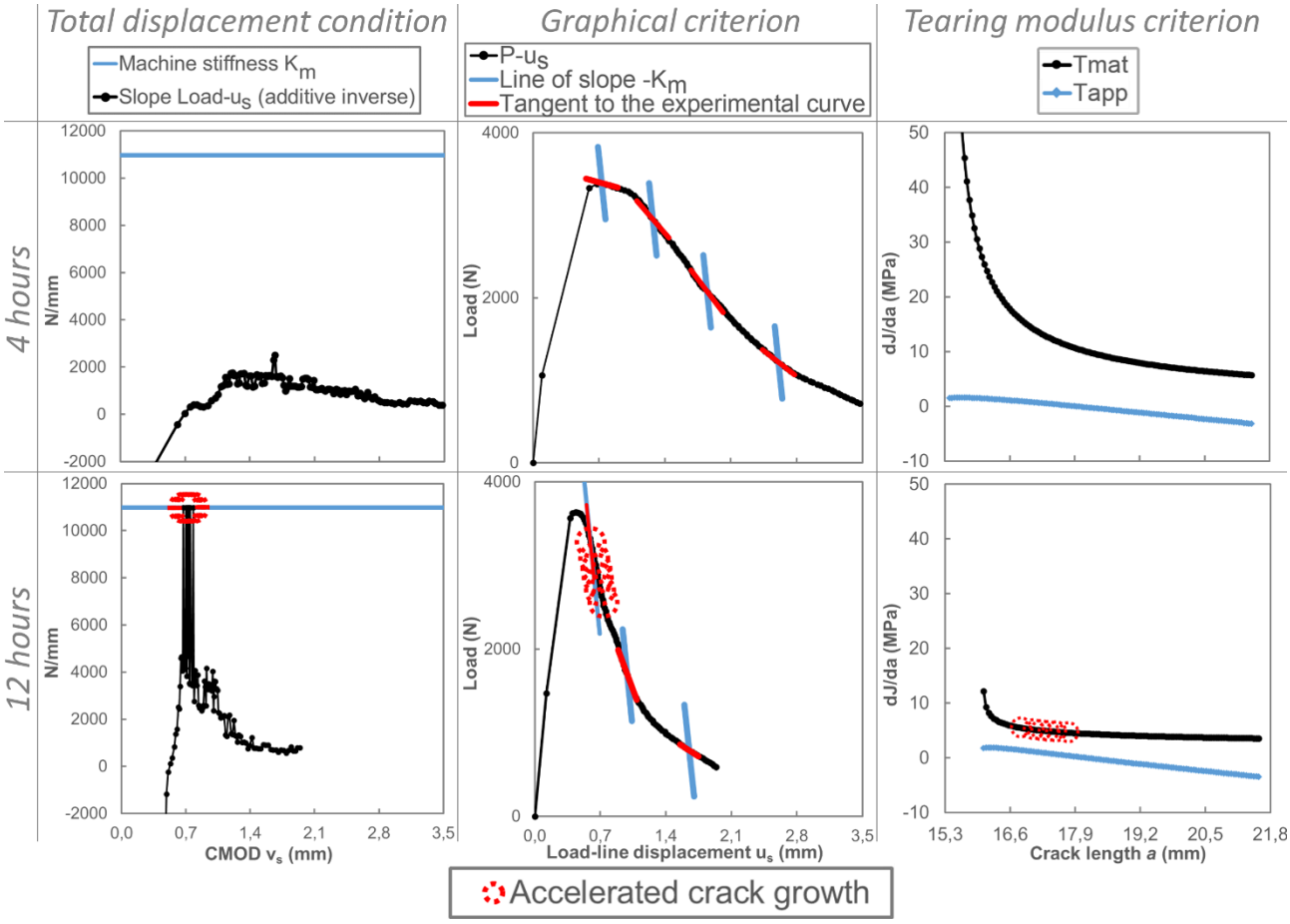


Figure 14 - Instability criteria applied to two tests after 4 and 12 hours of aging (without washers)

It can thus be seen that the two criteria illustrate qualitatively the evolution of the instability conditions and the important interaction between the system stiffness and the crack growth toughness of the material. Quantitatively, the criterion using load works perfectly and very precisely, whereas the criterion using J-integral is a little less precise.

The plastic displacement condition highlights the fact that the sample contribution is notable, because the crack growth increases the specimen compliance and thus decreases the total system stiffness.

Concerning the second criterion based on the J-integral, it reveals to be a bit difficult to adjust. This can be explained by the fact that the assumptions and the calculations allowing to obtain the two terms of the inequality (applied tearing modulus and material tearing modulus) can be sources of inaccuracies, as they involve several strong hypotheses.

First, the tearing modulus applied by the loading is a function that is very sensitive to the parameters, in particular to the effective yield stress σ_y and the plastic zone size parameter γ. A solution is to adjust these parameters to improve the accuracy of the criterion, but the parameters of the literature were used without being adjusted. In addition, to obtain this function, the calculations are developed in the general small-scale yielding case, which is a strong assumption. Finally, it is important to note that plastic zone correction is necessary to obtain a suitable criterion: when considering a rather than a_{eff}, the criterion is not severe enough and no propagation instability is predicted (the applied tearing modulus is much smaller than the material tearing modulus).

Secondly, uncertainty is important in the measurement of T_{mat} because the exploitation of this type of test is complex and its interpretation is difficult. Moreover, this material parameter is fluctuating during the test because of the heterogeneities of the material, which can be observed on the load-opening curve with slope fluctuations after the maximum force is reached.

The sources of bias are therefore numerous. A clear intersection of the curves is difficult to obtain. It is already satisfying to obtain qualitative evolutions which evolve in the good trend and with a relatively good quantitative precision.

With this study on aluminum alloy 6061, it is therefore shown that this pop-in type can appear on any ductile material. It is enough that its tearing modulus is sufficiently weak and that the machine is sufficiently soft. This second point is often neglected but must be taken into account, especially for the design of in-situ test machines which are generally not stiff.

A future research is to understand why T_{mat} decreases with aging time. On this aluminum alloy, aging should not change the coarse precipitates like iron-intermetallics and Mg_2Si, which are responsible for ductile fracture. The aging influences the precipitation sequence of magnesium and silicon, which evolve in hardening nanoprecipitation during aging. Indeed the high strength of Al-Mg-Si alloys is due to the precipitation from the supersaturated solid solution of nano-scaled phases β'' during the T6 heat treatment according to the following sequence [32,33]:

Supersaturated solid solution → atomic clusters → GP zones → β'' → β' → β

It is conceivable that the levels of stress in the bulk achieved by this structural hardening cause the degradation of T_{mat}. It would be useful to prove this hypothesis by simulation.

5. CONCLUSIONS

It is found that longer material aging leads to decrease in tearing modulus and to the appearance of pop-ins. Aging is also accompanied by strong hardening of the aluminum alloy resulting in an increase in yield and tensile strength, a decrease in elongation and strain hardening ability, and a decrease in crack initiation toughness and crack growth toughness (or tearing modulus) with aging time.

The effect of system stiffness and material tearing modulus on appearance of pop-ins is studied experimentally and analytically:

1. A dedicated device to change machine stiffness is set in place. The material aged 8 hours is chosen because it did not show pop-in without this assembly. By decreasing the system stiffness with this dedicated device, the measurement of the mechanical properties is not modified (crack initiation toughness and crack growth toughness), but the decrease of system stiffness causes pop-ins: an appearance of pop-in is observed when the number of washers increases as well as an increase in their amplitude.

2. Two types of analytical instability criteria are established to detect initiation and arrest of pop-in.

a. The first uses load-plastic opening curve. The criterion stipulates that a pop-in occurs when the slope of the load-plastic opening curve equals the slope of the tangent line of the additive inverse of the total system stiffness. It is shown analytically that this pop-in type can only occur when the derivative of the curve is negative so only during the unloading after the maximum load. A graphical application is presented and it quantifies the double condition (initiation and arrest). This criterion provides an excellent agreement with the experimentally found pop-in initiations and arrests for tests with Belleville washer compliance assembly and also without the assembly but for long aging times. It should be noted that the crack growth increases the specimen compliance and thus decreases the total system stiffness. The contribution of the specimen itself on total stiffness is far from negligible.
b. The second criterion is based on the J-integral following the same reasoning as that developed by Paris and Rice [15] which examines tearing instability of the general small-scale yielding case. A plastic zone-corrected instability criterion is developed and applied to the Belleville assembly tests. This criterion yields satisfactory agreement with the experimentally found pop-ins.

Therefore this work shows that the pop-ins studied in this paper are not related to material heterogeneities but are only caused by the interplay between the material tearing modulus and the machine stiffness. They result from the interaction of the material behavior (favored by a decrease of tearing modulus) and imposed loading (favored by a high compliance of the total system).

Acknowledgments

The authors wish to thank Kimberly Colas, Bénédicte Kapusta and Benoît Tanguy (CEA Saclay) for the many fruitful discussion. This work was supported by Commissariat à l'Energie Atomique.

APPENDIX 4.A. COMPARISON OF TWO METHODS FOR THE DETERMINATION OF R-CURVE

During toughness testing, load, extensometer opening (CMOD), and machine displacement are recorded. But to obtain the *J-Δa* curve, it is necessary to determine the crack advance during the test. Two methods were used: the unloading compliance method, widely developed in the literature and in the different standards [1], and the 'keycurve' method, little used and little known.

The unloading compliance method involves partial unloading and then reloading a specimen at specified intervals during the test (Figure 15, a). From the unloading slopes, which tend to be linear and independent of prior plastic deformation, crack length is estimated using analytical elastic compliance relationships. The compliance diminishes during the test, when the crack advances.

The 'keycurve' method is innovative and is described by Le Guyader [34]. The objective is to obtain the *J-Δa* curve from a monotonic tearing test on a single CT specimen (a_0 is the initial crack length), without interrupted tests and without unloading to deduce the crack length. The test is easier to set up because it is monotonic. The same toughness test (with the same a_0) is simulated numerically, considering an elastoplastic material using the Voce's law determined in 3.1. The numerical CT specimen cannot be damaged, and therefore there is no crack propagation. Then test with increasing initial crack lengths are simulated ($a_0 + 100\ \mu m$, $a_0 + 200\ \mu m$, …). The experimental Load-CMOD curve and the different numerical curves are superimposed (Figure 15, b). The intersection points between the experimental curve and the numerical curves correspond to the value of the crack length during the test. It is thus possible to determine during the test the crack advance and to calculate the *J-Δa* curve.

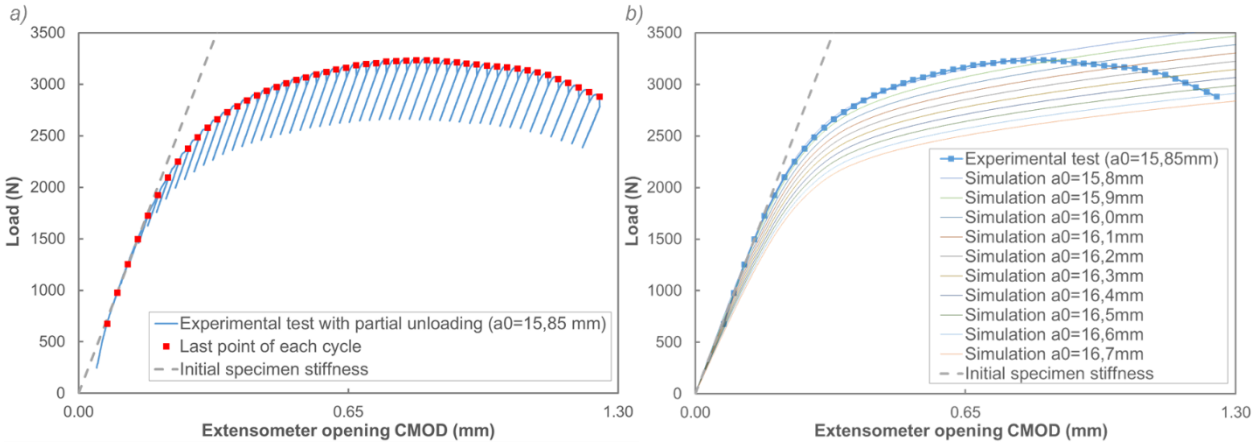


Figure 15 – a) Unloading compliance method. b) 'Keycurve' method.

We used both methods. The nine monotonous tests were only analyzed with 'keycurve' method. The eleven tests with unloading were analyzed with the unloading compliance method, using all the points. Then only the last points of each cycle were used, in order to obtain the envelope curve of the test. This allows to analyse these tests with the 'keycurve' method.

This enables direct comparison of the two approaches. The results are compared in Figure 16. They are almost identical, even if the results obtained with the 'keycurve' method are slightly weaker (decrease in $J_{0.2}$ by 4.8% and in T_{mat} by 7.0%).

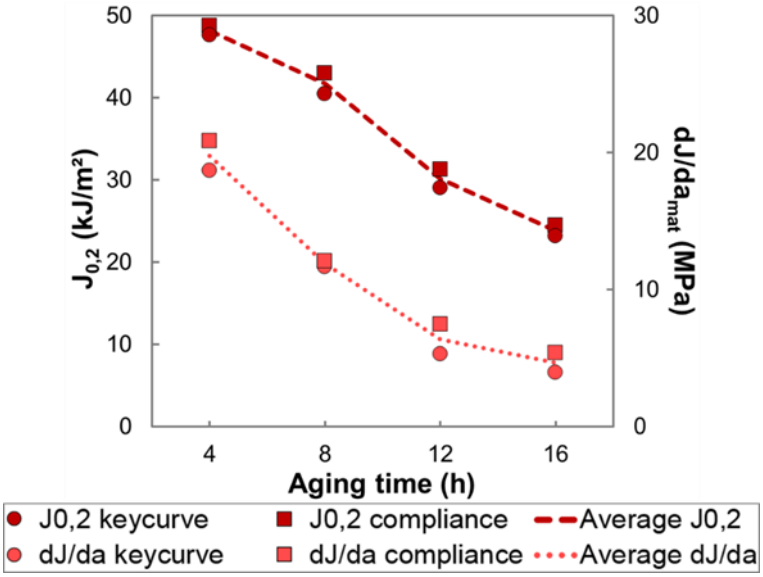


Figure 16 - Comparison and evolution of fracture toughness properties calculated with 'keycurve' and unloading compliance methods as a function of aging time

APPENDIX 4.B. SYMBOLIC EQUATIONS OF INSTABILITY CRITERION

$$\frac{\partial J}{\partial P}(P,a) = \frac{2P(2+\frac{a}{W})^2}{BB_N WE\left(1-\frac{a}{W}\right)^3}\sum_{i=0}^{4}\alpha_i\left(\frac{a}{W}\right)^i \qquad \text{Eq. 21}$$

$$\frac{\partial J}{\partial a}(P,a) = \frac{P^2(2+\frac{a}{W})}{BB_N WE\left(1-\frac{a}{W}\right)^3}\sum_{i=0}^{4}\alpha_i\left(\frac{a}{W}\right)^i\left[(2+\frac{a}{W})\sum_{i=0}^{3}\beta_i\left(\frac{a}{W}\right)^i + \frac{2}{W}\sum_{i=0}^{4}\alpha_i\left(\frac{a}{W}\right)^i + \frac{3(2+\frac{a}{W})}{W(1-\frac{a}{W})}\sum_{i=0}^{4}\alpha_i\left(\frac{a}{W}\right)^i\right] \qquad \text{Eq. 22}$$

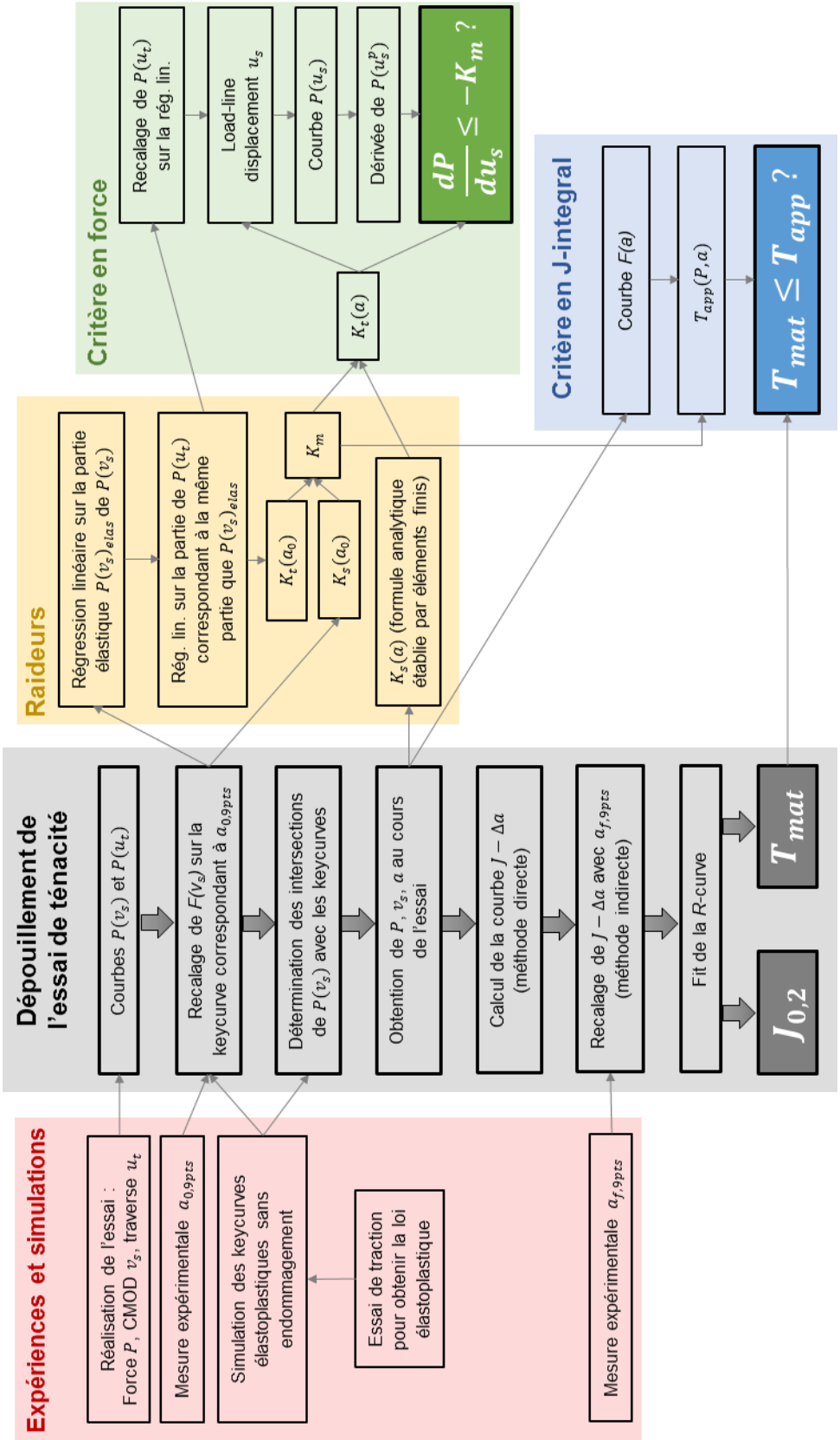
The machine stiffness K_m appears in the expressions of the functions f and g:

$$f(P,a) = -BK_m P\frac{\sum_{i=0}^{7}\gamma_i W^{7-i}a^i}{BB_N E\sum_{i=0}^{3}\delta_i W^{8-i}a^i + BK_m\sum_{i=0}^{8}\varepsilon_i W^{8-i}a^i + EB_n^2\sum_{i=0}^{3}\zeta_i W^{8-i}a^i} \qquad \text{Eq. 23}$$

$$g(P,a) = \frac{P^2(2+\frac{a}{W})}{BB_N WE\left(1-\frac{a}{W}\right)^3}\left[\sum_{i=0}^{4}\alpha_i\left(\frac{a}{W}\right)^i\right]^2\left[\frac{2}{W} + \frac{3(2+\frac{a}{W})}{W(1-\frac{a}{W})} + \frac{(2+\frac{a}{W})\sum_{i=0}^{3}\beta_i\left(\frac{a}{W}\right)^i}{\sum_{i=0}^{4}\alpha_i\left(\frac{a}{W}\right)^i} + \frac{-2BK_m\left(2+\frac{a}{W}\right)\sum_{i=0}^{7}\gamma_i W^{7-i}a^i}{BB_N E\sum_{i=0}^{3}\delta_i W^{8-i}a^i + BK_m\sum_{i=0}^{8}\varepsilon_i W^{8-i}a^i + EB_n^2\sum_{i=0}^{3}\zeta_i W^{8-i}a^i}\right] \qquad \text{Eq. 24}$$

i	0	1	2	3	4	5	6	7	8
α_i	0.886	4.64	-13.32	14.72	-5.6				
β_i	9.28	-53.28	88.32	-44.8					
γ_i	11564	13440	-47940	16036	82907	-48357	-38547	26865	
δ_i	1000	-3000	3000	-1000					
ε_i	1403	7355	-6417	-18321	15994	16573	-16353	-5607	5373
ζ_i	-500	1500	-1500	500					

ANNEXE 4.C SCHEMA DES ETAPES NECESSAIRES AU DEPOUILLEMENT COMPLET D'UN ESSAI DE TENACITE AVEC CRITERES D'INSTABILITE



6. REFERENCES DU CHAPITRE 4

[1] ASTM International, West Conshohocken (PA, USA), editor. ASTM E1820-17, Standard test method for measurement for fracture toughness 2017.
[2] Dawes MG. Quantifying pop-in severity in fracture toughness tests. Fatigue Fract Eng Mater Struct 1991;14:1007–14. doi:10.1111/j.1460-2695.1991.tb00009.x.
[3] Berejnoi C, Perez Ipiña JE, Llorente CL. Reproducibility of pop-ins in laboratory testing of welded joints. Mater Res 2000;3:139–46. doi:10.1590/S1516-14392000000400008.
[4] Berejnoi C, Perez Ipiña JE. An alternative method for small pop-in assessment. Eng Fract Mech 1998;59:667–81. doi:10.1016/S0013-7944(97)00105-7.
[5] Yamashita Y, Kanna S. Assessment of Pop-in Significance in Heterogeneous Weld Heat-affected Zone Using Finite Element Analyses. 20th Eur Conf Fract 2014;3:991–6. doi:10.1016/j.mspro.2014.06.161.
[6] Sumpter JDG. Pop-in fracture: observations on load drop, displacement increase, and crack advance. Int J Fract 1991;49:203–18. doi:10.1007/BF00035042.
[7] Delafosse D, Lapasset G, Kubin LP. Dynamic strain ageing and crack propagation in the 2091 Al-Li alloy. Scr Metall Mater 1993;29:1379–84. doi:10.1016/0956-716X(93)90323-K.
[8] Shen Y. Tensile and fracture behavior of AA6061-T6 aluminum alloys : micromechanical approach. Thèse, Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris, 2012.
[9] Firrao D, Doglione R, Ilia. Thickness Constraint Loss by Delamination and Pop-In Behavior. Constraint Eff Fract ASTM STP JJ7J EM Hackett K-H Schwalbe R H Dodds Eds Am Soc Test Mater 1993:289–305.
[10] Singh UP, Banerjee S. On the origin of pop-in crack extension. Acta Metall Mater 1991;39:1073–84. doi:10.1016/0956-7151(91)90194-6.
[11] Srinivas M, Malakondaiah G, Rama Rao P. On 'apparent pop-in' during ductile fracture toughness testing being related to the yield-point phenomenon in armco iron. Scr Metall 1989;23:1627–32. doi:10.1016/0036-9748(89)90141-5.
[12] Tomokazu M, Yasufumi I. Pop-in behavior induced by interaction of cracks. Eng Fract Mech 1977;9:17–24. doi:10.1016/0013-7944(77)90048-0.
[13] Kabir R, Cornec A, Brocks W. Simulation of quasi-brittle fracture of lamellar γTiAl using the cohesive model and a stochastic approach. Proc 15th Int Workshop Comput Mech Mater 2007;39:75–84. doi:10.1016/j.commatsci.2006.03.028.
[14] Hütter G, Mühlich U, Kuna M. Simulation of local instabilities during crack propagation in the ductile–brittle transition region. Eur J Mech - ASolids 2011;30:195–203. doi:10.1016/j.euromechsol.2010.12.013.
[15] Paris PC, Tada H, Zahoor A, Ernst H. The theory of instability of the tearing mode of elastic-plastic crack growth. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:5–36. doi:10.1520/STP35825S.
[16] Hutchinson JW, Paris PC. Stability Analysis of J-Controlled Crack Growth. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:37–64.
[17] Zahoor A. Piecewise power law hardening for ductile tearing instability analysis. Int J Solids Struct 1982;18:431–41. doi:10.1016/0020-7683(82)90081-6.
[18] Zahoor A, Paris PC. Ductile Tearing Instability of a Center-Cracked Panel of an Elastic-Plastic Strain Hardening Material. J Eng Mater Technol 1981;103:46–54. doi:10.1115/1.3224971.
[19] Paris PC, Tada H, Ernst H, Zahoor A. Initial experimental investigation of tearing instability theory. ASTM STP Elastic-Plast Fract JD Landes JA Begley GA Clarke 1979;668:251–65. doi:10.1520/STP35825S.
[20] Ernst H. Some salient features of the tearing instability theory. ASTM STP Elastic-Plast Fract Symp Vol II - Fract Resist Curves Eng Appl CF Shih JP Gudas 1983;803:133–55.
[21] Garrison WM, Moody NR. Ductile fracture. J Phys Chem Solids 1987;48:1035–74. doi:10.1016/0022-3697(87)90118-1.
[22] Rice JR. A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. J Appl Mech 1968;35:379–86. doi:10.1115/1.3601206.

[23] Dekkers M. E. J., Hobbs S. Y. Ductile tearing instability in some engineering thermoplastic blends. Polym Eng Sci 2004;27:1164–9. doi:10.1002/pen.760271509.
[24] Joyce J, Vassilaros M. An experimental evaluation of the tearing instability using the compact specimen. ASTM STP Fract Mech Thirteen Conf 1981;743:525–42.
[25] Rivalin F, Pineau A, Di Fant M, Besson J. Ductile tearing of pipeline-steel wide plates: I. Dynamic and quasi-static experiments. Eng Fract Mech 2001;68:329–45. doi:10.1016/S0013-7944(00)00107-7.
[26] Prabhat K, Donovan JA. Tearing instability in polypropylene. Polymer 1985;26:1963–70. doi:10.1016/0032-3861(85)90175-2.
[27] Voce E. The relationship between stress and strain for homogeneous deformations. J Inst Met 1948;74:537-562.
[28] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. Mater Sci Eng A 2003;356:326–36. doi:10.1016/S0921-5093(03)00145-X.
[29] Farrell K. Assessment of aluminum structural materials for service within the ANS reflector vessel. United States: 1995.
[30] Kirman I. The relation between microstructure and toughness in 7075 aluminum alloy. Metall Trans 1971;2:1761–70. doi:10.1007/BF02913403.
[31] Anderson TL. Fracture mechanics. Fundamentals and Applications. CRC Press Taylor & Francis Group, Boca Raton, FL. 2005.
[32] Andersen SJ, Zandbergen HW, Jansen J, TrÆholt C, Tundal U, Reiso O. The crystal structure of the β″ phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 1998;46:3283–98. doi:10.1016/S1359-6454(97)00493-X.
[33] Flament C, Ribis J, Garnier J, Serruys Y, Leprêtre F, Gentils A, et al. Stability of β″ nano-phases in Al-Mg-Si(-Cu) alloy under high dose ion irradiation. Acta Mater 2017;128:64–76. doi:10.1016/j.actamat.2017.01.044.
[34] Le Guyader C. Mécanique de la rupture et endommagement d'un alliage d'aluminium 2219 T87 pour application aérospatiale. Mécanique des matériaux. Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014.

Chapitre 5
Effet du durcissement sur la ténacité et nucléation par la contrainte

Dans le chapitre précédent, il a été montré que le pop-in était notamment la conséquence mécanique d'un module de déchirement réduit du matériau. Mais quelle est l'origine microstructurale de cette diminution de la résistance à la propagation de fissure ? Est-elle due à une modification de la microstructure du matériau non endommagé, particulièrement de la précipitation grossière ? Ou est-ce le résultat d'un changement des mécanismes d'endommagement ? Ou encore est-elle la conséquence directe du durcissement mécanique de la matrice ?

Ces questions font l'objet de ce chapitre 5, qui est constitué d'un article en cours de préparation sous le nom *Effect of hardening on toughness: stress-dependent damage nucleation in the case of 6061 aluminum alloy*. En Annexes sont rajoutées quelques figures complémentaires.

1. INTRODUCTION 127

2. EXPERIMENTAL METHODS 128

2.1. MATERIAL 128
2.2. SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM) 129
2.3. ATOM PROBE TOMOGRAPHY (APT) 129
2.4. LAMINOGRAPHY 129

3. EXPERIMENTAL RESULTS 130

3.1. MICROSTRUCTURE OF DIFFERENT AGE-HARDENED MATERIAL 130
3.1.1. Grains and coarse precipitation 130
3.1.2. Hardening precipitation 132
3.2. FRACTURE MECHANISMS 133
3.2.1. Fractography 133
3.2.2. Investigations after stopped toughness tests 134

4. SIMULATION OF TOUGHNESS 138

4.1. MODEL FOR DUCTILE TEARING 139
4.2. MODEL PARAMETERS ADJUSTMENT 140

4.3. RESULTS AND DISCUSSION 141

5. CONCLUSIONS 143

APPENDIX 5.A ATOM PROBE TOMOGRAPHY 144

APPENDIX 5.B LAMINOGRAPHY 145

ANNEXE 5.C PREFISSURATION EN FATIGUE 146

6. REFERENCES DU CHAPITRE 5 150

1. INTRODUCTION

The in-depth understanding of the relationship between the processing, the structure and the properties of material is key to elaborate innovative materials. A multi-scale approach is necessary to understand the influence of the microstructure on macroscopic mechanical properties, especially on tearing resistance. Today, knowing the material microstructure and its tensile properties, toughness can still not be predicted. The aim of the mechanics and materials community would be to optimize microstructures by modelling and to be able to predict its mechanical properties.

The present study aims at understanding the link between microstructure evolutions during aging, strength evolutions and associated toughness changes.

In the literature, a decrease of toughness with increasing yield stress has been identified by Dumont et al. [1–3]. For 7040 and 7050 alloys, strength increases during aging up to the peak-aged condition and subsequently decreases. The associated toughness drops with increasing strength and rises again for over-aging state, but not to the same level as for the under-aged condition. The reduction of toughness after peak-aged has been attributed to a lower hardening capacity of the material compared to an under-aged condition with the same yield stress. Dumont et al. explain the toughness decrease by the increasing fraction of intergranular fracture, which is governed by the strength ratio between the Precipitate Free Zone (PFZ) at grain boundaries and the matrix. They identified more shear fracture on the other age states and more intergranular fracture for the over-aged state for the fast quench material. They modelled the toughness evolution as a function of aging by according for the PFZ stress. Ryum [4,5] et Ludtka et al. [6] showed similar results for 7XXX aluminum alloys series.

Hannard [7] studied the ductility evolution with aging for three AA6XXX aluminum alloys. This ductility decreases with yield stress increase. They reproduced this evolution using a nucleation-growth-coalescence model with a dedicated nucleation model, which uses stress based criterion linked with Weibull size distribution.

Other authors [8,9] investigated the effect of quench rate on toughness for 6061 aluminum. A high quench rate reduced the PFZ size, which was accompanied by an increase in toughness and less intergranular fracture. For a high quench rate applied to 6061 aluminum in T6 condition, Shen et al. [10] showed that the rupture is classically ductile. Using laminography technique, they concluded that coarse Mg_2Si particles break at a lower strain level than InterMetallic (IM) particles, which are secondary preferential nucleation sites.

In previous study [11] by the present authors, a decrease in toughness was observed with aging time in a 6061 aluminum alloy after aging at 175 °C during 4, 8, 12 or 16 h. Aging causes hardening and toughness drop (Figure 1). During toughness tests, the drop in load after the maximum load depends on the material crack growth toughness (which is quantified by the tearing modulus calculation): the faster the load decreases, the faster the crack propagates. The decrease in toughness with aging time is therefore clearly identifiable in Figure 1. It is fundamental to understand whether this decrease results of a change in the coarse precipitation (responsible for the damage), or of a change in the fracture mechanisms, or whether it is solely due to the hardening of the matrix observed in tensile tests.

The objective of the current work is to capture numerically this evolution of toughness. Increasing strength and decreasing hardening will be accounted for using fitted hardening curves (dotted lines in Figure 1). Therefore, the plastic zone size will naturally evolve during for the different simulated configurations.

To the best of our knowledge, there is no simulation using a Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) model to capture the effect of aging time on tearing resistance. The GTN model is a void growth model;

for nucleation, Chu and Needleman model [12] is classically used. In other works, nucleation has been based on stress triaxiality state [13], or on Lode parameter for shear deformation states and reproduction of slant fracture [14].

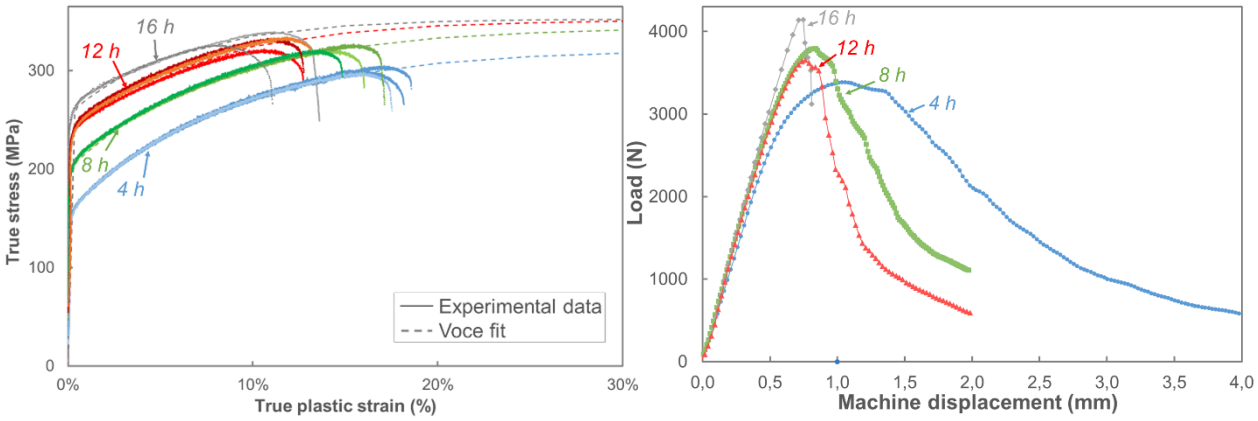


Figure 1 – Experimental tensile curves (and fitted curves) on the left, CT-toughness test curves (load as a function of machine displacement) on the right for the four aging times (4, 8, 12 or 16 h) [11]

The objective of this work is to identify the micromechanistic origin of the toughness evolution as a function of aging time and to capture this evolution using GTN model. The paper is organized as follows:

- Description of experimental methods in section 2.
- Study of undamaged material in section 3.1, using Scanning Electron Microscopy (SEM) for coarse particle analysis, Electron Backscatter Diffraction (EBSD) for grain distribution, and Atom Probe Tomography (APT) for hardening nanoprecipitation.
- Fracture mechanisms are identified in section 3.2 using fractography, laminography and EBSD of section containing stopped cracks, in order to identify transgranular and intergranular fracture.
- Simulation of decrease in toughness in section 4 using an innovative nucleation model.

2. EXPERIMENTAL METHODS

2.1. Material

The material used in this study is an aluminum alloy 6061(Al-Mg-Si), as received in a T6 condition (homogenization, hot forging, solution annealing, water quenching and isothermal aging heat treatments). The hot forging in three directions X, Y, Z imposes a rolling reduction ratio, which can certainly give rise to grain fiber formation. The chemical composition is given in the Table 1. The age-hardening property allows to obtain various metallurgical states and various mechanical behaviors by modifying only aging treatments: the strength is due to the precipitation of nano-scaled β''-Mg_2Si phases during aging (heat treatment at 175 °C). More generally, the Al-Mg-Si alloy family decomposes from the supersaturated solid solution according to the following sequence:

Supersaturated solid solution → atomic clusters → Guinier-Preston zones → β'' → β' → β [15–18]

Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Mn	Zn	Ti	Ni	Zr	Pb	Na	Al
0.53	1.08	0.38	0.18	0.22	0.06	0.22	0.02	0.0045	0.0038	0.0021	0.0001	bal.

Table 1 –Chemical composition (% by weight) of the studied 6061 alloy

The as-received reference material was first solution treated (at 550 °C for 4 hours), and then age-hardened at 175 °C during four aging times (4, 8, 12 and 16 hours) using four material blocks (136 x 76 x 87 mm^3) to produce different mechanical behaviors. The objective is to characterize the microstructure of the undamaged material, to determine whether or not the aging process could have created weak metallurgical zones, causing the decrease in toughness.

The specimens were machined from these blocks, coated, polished (successively with SiC abrasive paper, diamond paste up to 1 µm, finally with OP-S pH 11 during 3 min), cleaned (first with soap and water, secondly with distilled water then ethanol in an ultrasonic bath) and chemically etched with an etchant referred to as Keller's reagent (based on HCl, HNO_3, and HF).

2.2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

The used SEM was produced by the firm JEOL and is equipped with an EBSD (Electron Backscatter Diffraction) detector. The observations were performed in the three observation planes: XY, XZ and YZ. Tensile tests had been carried out according to the Z axis, and fracture toughness tests according to the Z axis with a crack propagation along X.

A grain boundary is considered when the misorientation angle between the two grains affected is at least equal to 15° [19]. A sub-structure consisting of some sub-grains could be identified by considering sub-boundaries of grains corresponding to a misorientation angle between 5° and 15°.

Fractographic analyses of fracture surfaces of Compact Tension (CT) samples after fracture toughness tests were realized through the same SEM with a secondary electron detector, enabled to qualify damage micromechanisms; it is completed by an energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) allowing to identify precipitates.

2.3. Atom Probe Tomography (APT)

Samples preparation and experimental protocols are described by Buchanan [20].

Rods of 0.3 mm were then mechanically cut from two blocks aged during respectively 4 and 12 h and Atom Probe samples (needle-shape specimens with an end-radius on the order of 50-100 nm) were prepared by a standard electro-polishing method using two successive solutions: 70% methanol - 30% nitric acid, then 98% 2-butoxyethanol - 2% perchloric acid at room temperature.

The 3D Atom Probe analyses were performed with the CAMECA LEAP 4000X HR in an ultra-high vacuum and at cryogenic temperatures. The specimen is held at high voltage and atoms at the end surface of the needle-shaped specimen are field evaporated through application of a time voltage pulse. Evaporated ions are then accelerated by the local electric field to finally hit a position sensitive detector. Hit positions of incident ions and time of incidence information are converted respectively to reconstruct individual ions positions and specimen geometries and to identify individual elements and isotopes based on mass-to-charge ratios. The parameters of APT analyses are described in the Table 2.

Mode	Temperature	Pressure	Detection rate	Pulse fraction	Background	Standing voltage
	K	10^{-10} torr	%	%	ppm/nsec	V
Voltage	44-47	0.4-1.0	0.4-0.6	18	16-35	2900-7200

Table 2 - Parameters of APT analyses

The data processing was realized with the data treatment software IVAS 3.6.12. The specimen reconstruction was based on the pole figure 022 for the three specimens studied in this paper.

2.4. Laminography

Synchrotron-radiation computed tomography (SRCT) is particularly adapted to the imaging of one-dimensionally elongated, i.e. matchstick-like, specimens, which stay in the field of view of the detector system under rotation. In contrast, synchrotron-radiation computed laminography (SRCL) [21] enables to image regions of interest in flat samples in three dimensions through nondestructive examination with high resolution, in order to analyze the damage state or the evolution of the damage in the volume of the material. Laminography consists in inclining the rotation axis, which is vertical for classical X tomography, by an angle between 0 and 90°. Thanks to this method, we can obtain a similar transmission

of X ray for a complete 360° rotation, to get reliable projection data. The 2D projections can produce a 3D image of the sample in the area of interest. Experimental methods are detailed in [22]. Crack propagation in aluminum alloys have already been studied with this technique [10,14,23].

Imaging was performed on KIT's laminography instrument installed at beamline ID19 [24] of the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF, Grenoble, France). The rotation angle was fixed around θ=65°. The monochromatic beam energy is set at 25 keV [14] to allow a good compromise between penetration and relation between signal and noise, and therefore to obtain the best possible contrast between the grey levels, in particular between Mg_2Si and aluminum matrix. 3599 projections, with an exposition time of 37 ms each, enable to build a volume. Using a filtered back-projection algorithm [22,25], a 3-D image of the imaged specimen around the rotation axis is reconstructed from the 2-D projections. Artefacts called "rings" are due to a defect in the optical path (imperfections on the scintillator, defective pixel on the detector…). The final reconstructed volumes have a size of 2560x2560x2300 voxels with a voxel size of 0.65 µm.

For the understanding of the fracture mechanism, 2D cuts and 3D visualizations of reconstructed laminography data containing cracks were performed. The ImageJ software (https://imagej.nih.gov/ij/) allowed to select interest areas, and then the AnalySIS software (https://www.olympus-ims.com/fr/microscope/software/) enabled to overlay all the images, in order to obtain large 2D cuts in two observation directions. The 3D visualization of damaging was performed through the software Avizo 3D. As the contrast between the aluminum matrix and the void of the crack was too low, the watershed algorithm enabled to improve the detection of the edges of contrasted areas.

The scans illustrated in Figure 4 were performed at beamline ID16b [26], which is dedicated to 3D nano-scale imaging using nano-laminography technique. This innovative technology improves the spatial resolution with a voxel size of 100 nm.

3. EXPERIMENTAL RESULTS

3.1. Microstructure of different age-hardened material

3.1.1. Grains and coarse precipitation

The typical grain distribution is shown in Figure 2. These EBSD maps are in the XY plane to show the geometrical grain orientation: the grains are elongated along the X and Y axes with a 45 ° angle and a 2.9 form factor. Two grain populations can be identified: large grains cover 72 % of the surface with a mean equivalent diameter of 1014 µm, smaller grains cover 28 % with a mean equivalent diameter of 287 µm. The grain distribution and the quantified parameters introduced above do not depend on aging time.

The coarse precipitation is composed of Mg_2Si (small dark-grey features in the Figure 3) and (Fe,Si)-rich InterMetallics (long gray filaments) noted IM. The mean diameter of a Mg_2Si particle is 5 µm and the mean length of an IM particle is 244 µm. The mean surface fractions are respectively 0.35 % and 2.15 % for the Mg_2Si and the IM. As shown in Figure 3 *c* and *d* (black lines are the grain boundaries, blue lines are the sub-boundaries), no preferential localization is observed at the grain boundaries: contrary to what Shen et al. [10,27] had shown, coarse precipitation is mostly integrated in grains, and does not necessarily follow grain boundaries. However, it is noted that the small grains are strongly disoriented (as the strong presence of sub-joints attests), and that the precipitates tend to be located at the boundaries of these small grains, as shown in Figure 3 *b* and *f*. The IM appear evenly distributed, contrary to the clusters of clusters distribution shown by Hannard et al. [28] along the rolling direction.

The Mg_2Si are gathered into clusters (Figure 4). All these observations and these parameters concerning the coarse precipitation do not depend on aging time.

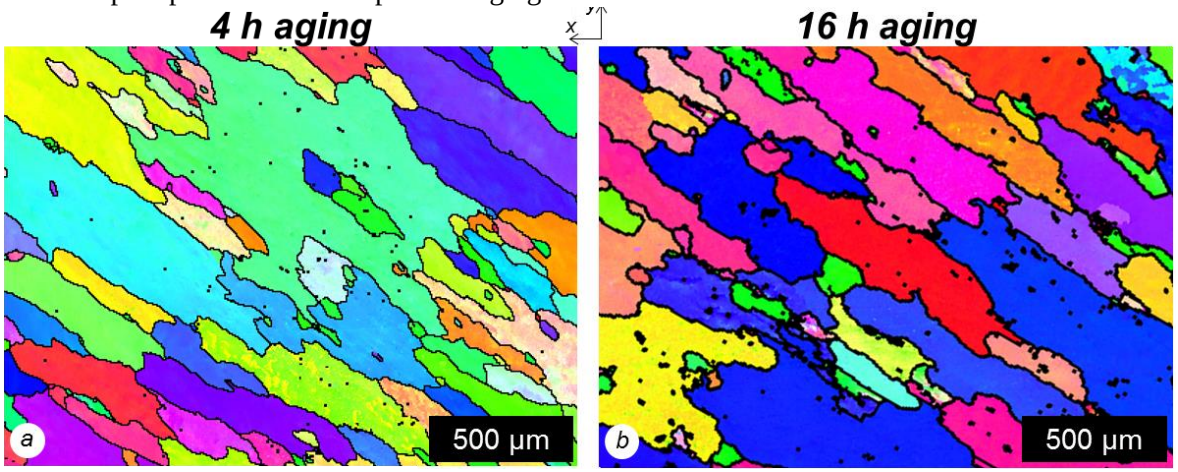


Figure 2 – EBSD map of the typical grain distribution in the XY plane after 4 and 16 h aging. Differents colors indicates different grains.

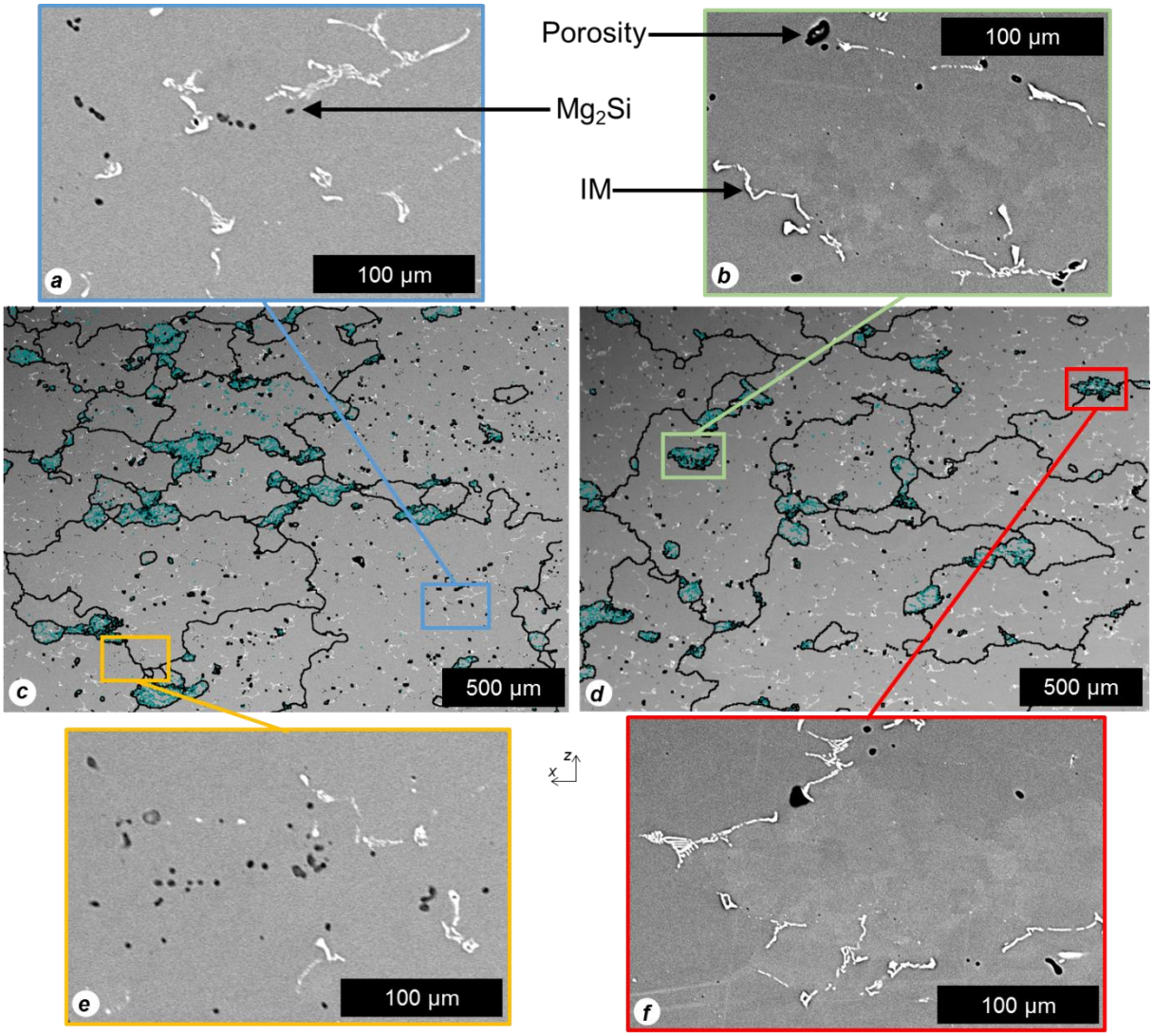


Figure 3 – Coarse precipation localization after 12 h aging (SEM images)

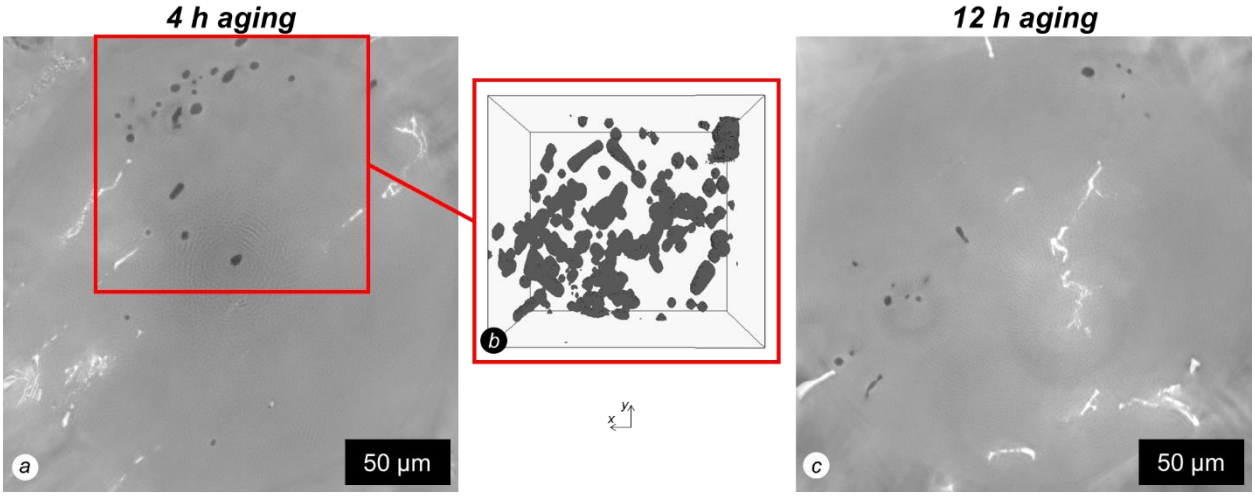


Figure 4 – Vizualisation of clusters of Mg_2Si using nano-laminography scan (undamaged material) after 4 and 16 h aging

3.1.2. Hardening precipitation

Macroscopic mechanical behavior changes are necessarily due to microstructural evolutions. As the previous part showed that there was no coarse changes at the microscale, investigations must be conducted at the nanoscale. So to highlight nanoscopic trends induced by aging time according to the precipitation sequence described above, the application of atom probe tomography (APT) within our materials seems to be appropriated.

A comparison is realized in the Figure 5 between an APT-tip aged 4 h and a tip aged 12 h. The blue points are the aluminum ions, and the red surfaces represent the isosurfaces where the magnesium concentration exceeds 3%. These areas also correspond to silicon concentrations greater than 3%. They therefore represent the magnesium and silicon precipitates induced by the precipitation sequence [15–18].

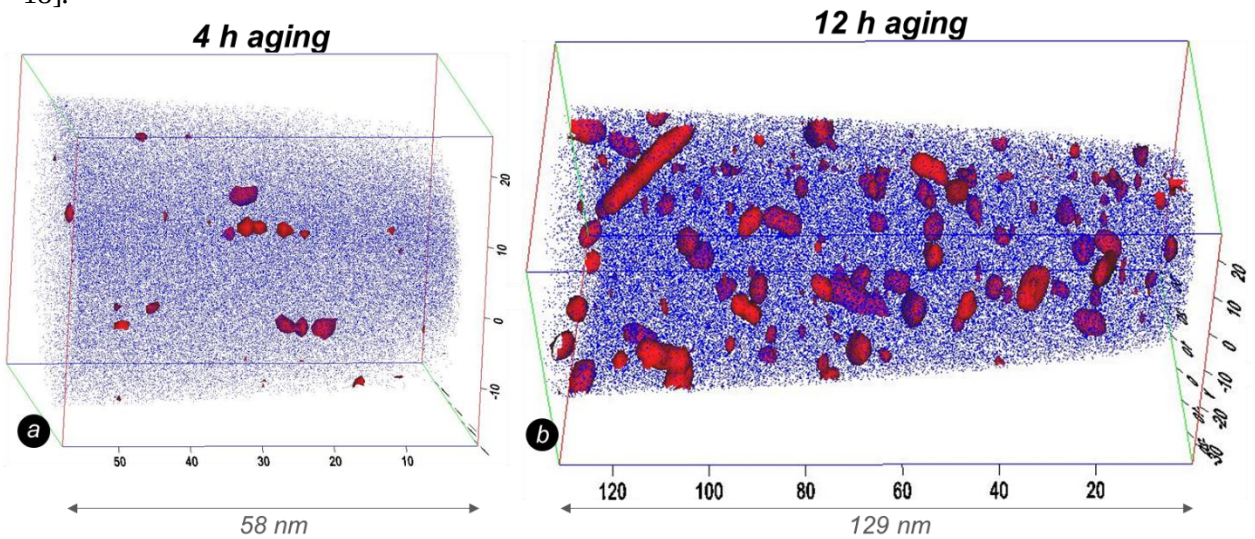


Figure 5 - Comparison of two APT tips after 4 h (2.1 million ions analyzed) and 12 h aging (8 million). The red isosurfaces represent areas of high concentration of Mg (> 3%) in the aluminum matrix represented in blue.

The hardening is ensured by the formation of *β''* precipitates during aging. Figure 5 shows that there is an increase in the size and density of this hardening nanoprecipitation with the aging time, as described by Zandbergen [29]. A third specimen (112 million evaporated ions, 464 nm long) is shown in

Appendix 5.A and demonstrates the intense presence of this hardening precipitation on the 12 h aged material. The obtained precipitates form clusters and needles.

On the undamaged material and at the microstructural level, the observed macroscopic mechanical evolutions are related only to the higher amount of nanoprecipitation and to the larger precipitate size, and therefore to the structural hardening.

3.2. Fracture mechanisms

The aim of this part is to identify the damage micromechanisms governing the fracture of the 6061-T6 aluminum alloy, firstly in two dimensions through fractographies, secondly through X-ray laminography in order to study the damage micromechanisms in three dimensions in samples containing stopped cracks.

3.2.1. Fractography

The fractographies (Figure 6) show typical ductile fracture surfaces. Fractographs *c* and *d* in Figure 6 show at medium magnification that dimples completely cover the fracture surfaces and ductile failure micromechanisms are identifiable. Many dimples contain at their bottom one or several broken or unbroken precipitates. The characteristic dimple size does not evolve with aging time. The void growth to coalescence is visible. For example the picture *f* on Figure 6 (sample with 12 h aging) shows three dimples (17 µm diameter), each containing a broken Mg_2Si precipitate (5 – 10 µm diameter): the three dimples have coalesced to form a larger dimple (30 µm diameter). The void coalescence by internal necking is the main mechanism, but only on some small areas the coalescence by void-sheeting, as described by Garrison and Moody [30], can be observed. Therefore, it may be concluded that coarse precipitates (Mg_2Si and intermetallic phases) control failure. EDS analysis shows that the majority of the particles found in the bottom of the dimples are Mg_2Si particles.

The main nucleation mechanism is the fracture through cleavage (or fragmentation) of the Mg_2Si precipitates, rather than through decohesion between inclusions and matrix. The intermetallic phases may play a role at later damage stages. As shown by Shen et al. [10], large Mg_2Si inclusions crack for very low plastic strain levels and defects are nucleated at large (Fe,Si)-rich inclusions with increasing plastic deformation.

Figure 6 shows no difference in damage mechanism for the various aging treatments, despite the different crack propagation resistance. It therefore seems that the increasingly low observed tearing moduli result from an acceleration of the ductile failure, and not from a modification of the fracture mechanisms. We will investigate further these fracture mechanisms in the next parts.

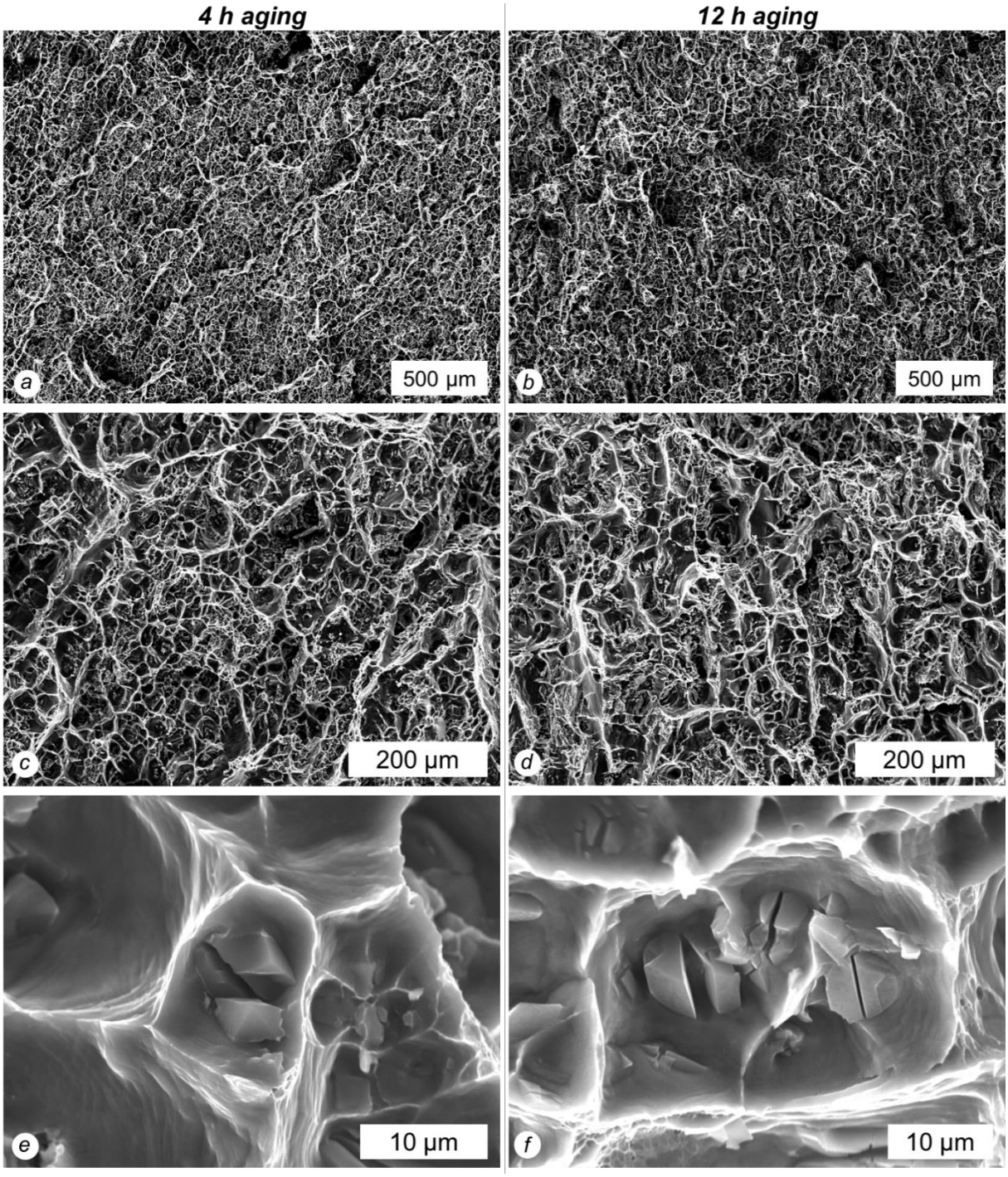


Figure 6 – Comparison of fracture surfaces (fractography) after fracture toughness tests using two CT specimens after 4 and 12 h aging

3.2.2. Investigations after stopped toughness tests

After stopped fracture toughness tests, slices with a thickness of 1.5 mm in CT specimens were machined in two different directions: in the plane of crack propagation and in a transverse plane (Figure 7).

Laminography

A classical ductile fracture (Figure 7) and a very rough crack surface are observed for these 2D section of 3D laminography data normal to the crack propagation direction. The three different aged samples

show no significant difference in fracture micromechanisms. A recomposition of a section through the entire sample width obtained by stiching 23 scans is given in Appendix 5.B, after 12 h aging.

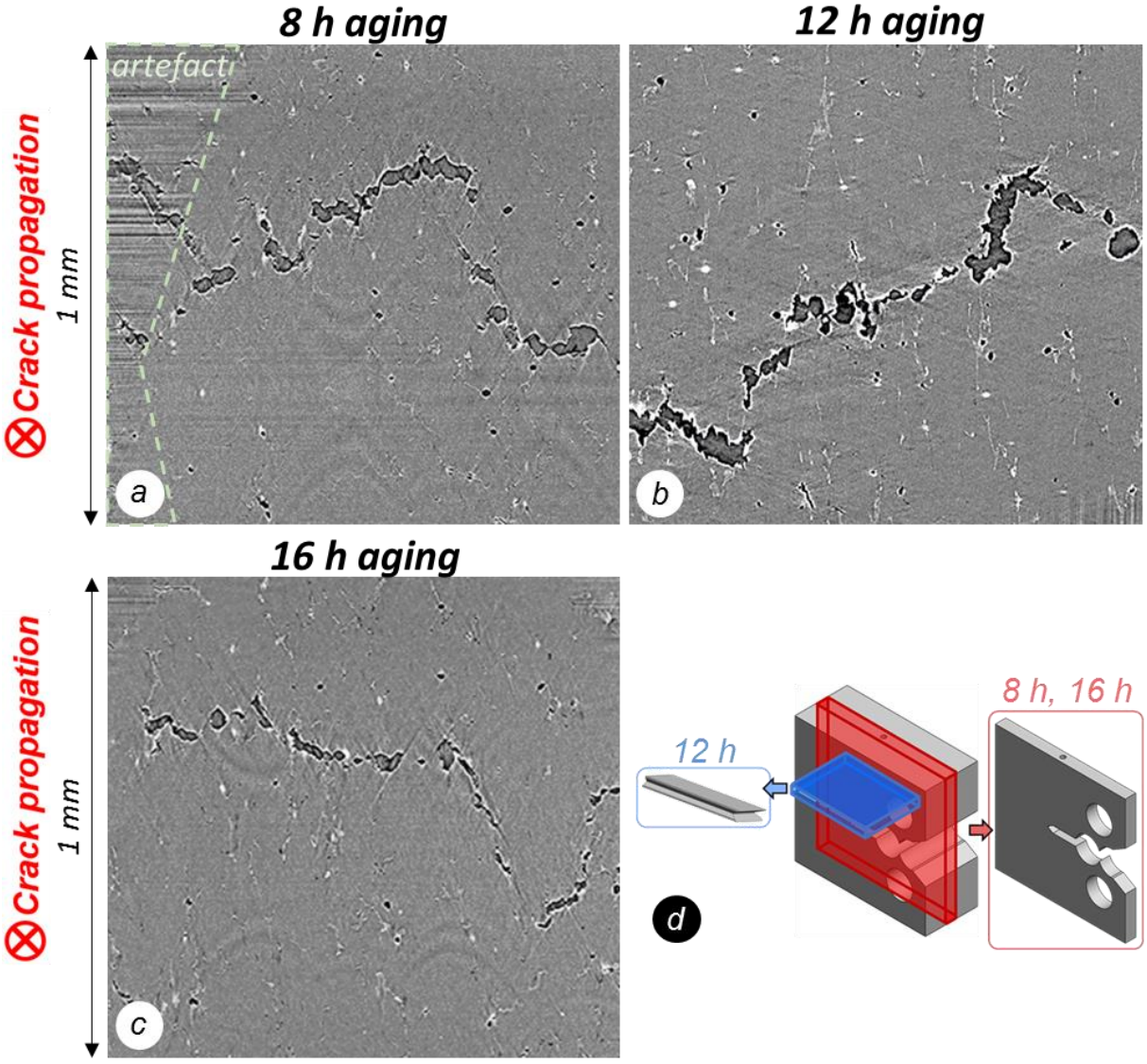


Figure 7 – Comparison of fracture mechanisms in CT specimens with SRCL, 300 µm before the crack tip. Specimen after 12 h aging were machined in accordance with the blue sample in the d) drawing, specimen after 8 and 16 h in acoordance with the red sample.

The void coalescence by internal necking is the main mechanism governing the fracture, but on some small areas the coalescence by void-sheeting (Figure 8) can be discerned, as also observed on fractographies. In order to visualize the fracture profile and the crack tip damage, a volume of 520x1664x260 µm^3 around the crack tip was selected for a 3D reconstruction (Figure 9). A heterogeneous presence of large clusters of porosity at the crack tip is visible and the rupture is classically ductile. The amount of observed damage seems rather high, with many cavities (from 5 to 20 µm diameter), among which some have coalesced, without connection to the crack yet. Scans realized on the 16 h aged material are very centered at the crack tip, and allow to visualize the damage mechanisms downstream of the crack (Figure 10), in particular the nucleation on IM and the void growth. This highlights that nucleation on IM particles may well play a role on fracture here. In particular, their oblate shape makes them more detrimental than particles with globular shape. When the IM particles fracture, they largely contribute to the fracture surface despite their small volume. The high reached levels of stress at the crack tip of this hardest material aging condition may additionally have contributed to their brittle fracture by reaching a critical principal stress.

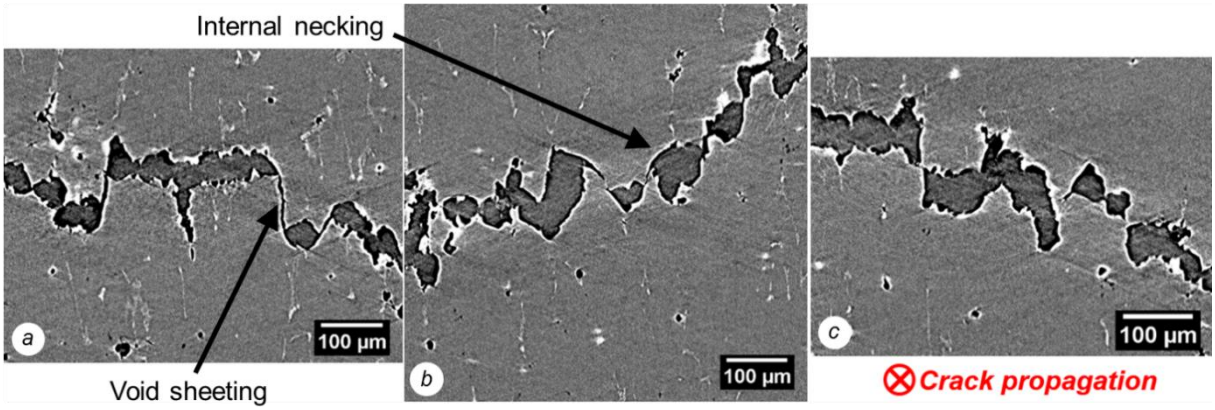


Figure 8 - Void coalescence by internal necking and void-sheeting on slice of CT sample (12h aging) observed with SRCL

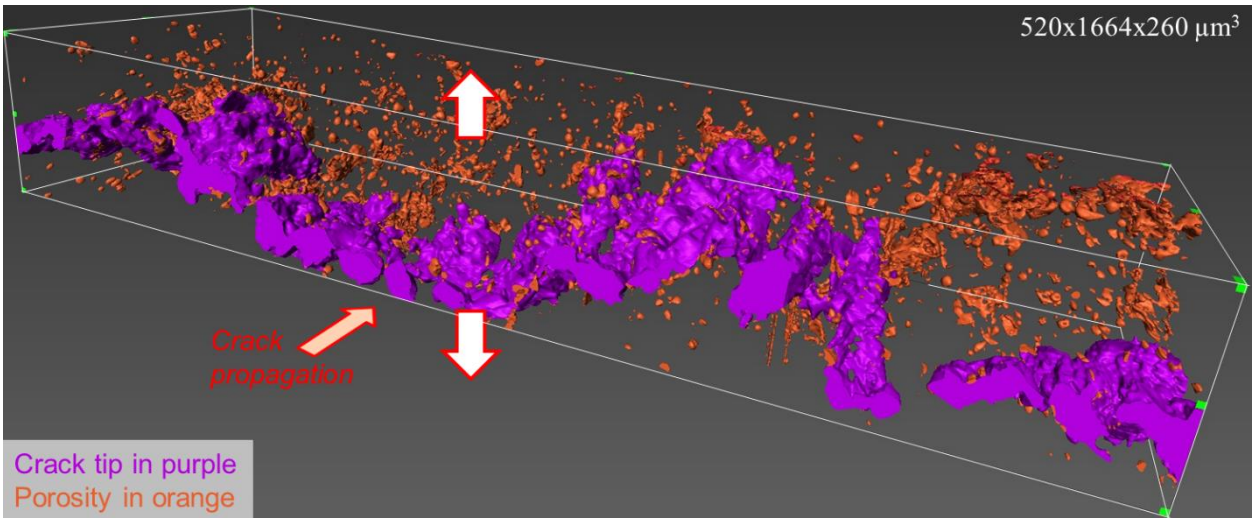


Figure 9 – 3D visualisation of the crack tip and of porosity for a CT sample (12 h aging)

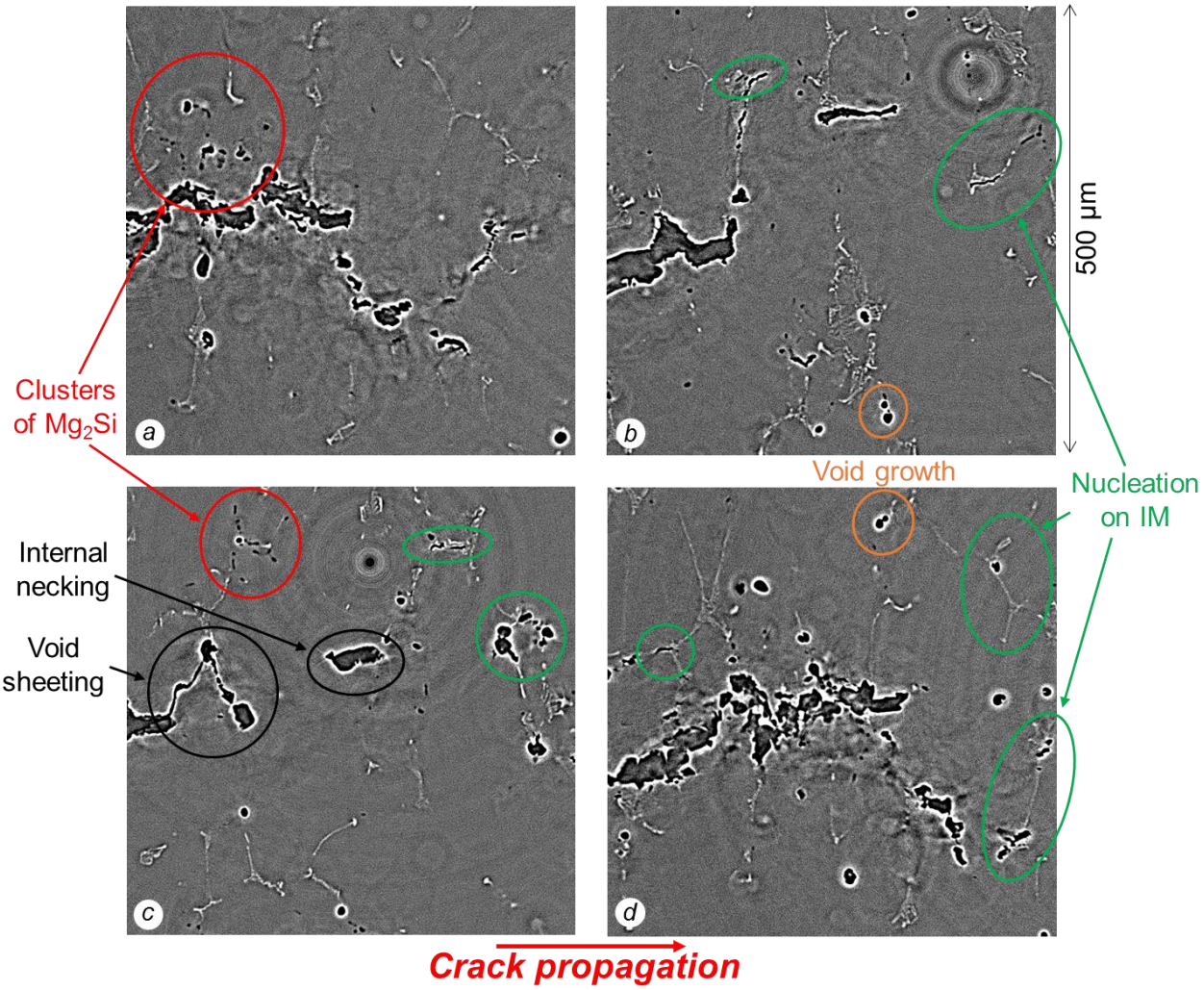


Figure 10 - Damage mechanisms at the crack tip shown by 2D section of 3D laminography data of a stopped crack: nucleation, void growth and coalescence by internal necking and void sheeting (16 h aging)

EBSD examination at crack tip

As explained in section 1, the studies of Dumont et al. [1–3] highlight the important role of the fracture mode (inter- of transgranular). It seems essential to further investigate this aspect in this section, where the crack propagation is investigated via EBSD analysis on polished and etched samples containing stopped cracks. These EBSD analyses are performed at the crack tip to visualize the grain distribution around the crack (Figure 11). The damage is dominated by nucleation on coarse particles, and the cracks follow these particles, located within the grains. The fracture mode is indeed mainly transgranular (estimated around 70-75 % for the shown sections), which can be explained by the previously observed non-preferential localization of coarse particles at the grain boundaries (Figure 3). An intergranular fracture (around 25-30 %) exists only around the small grains, which are strongly misoriented and contain particles at the grain boundaries. This is in contradiction with what Shen et al. [10,27] had shown: the precipitates appeared to be localized preferentially at the grain boundaries.

Scanning Electron Microscopy as well as 3D X-ray tomography show that the characteristic damage mechanisms do not depend on aging time: large Mg_2Si inclusions crack for very low plastic strain and defect are nucleated at large (Fe,Si)-rich inclusions with increasing plastic deformation, and the rupture is mostly transgranular.

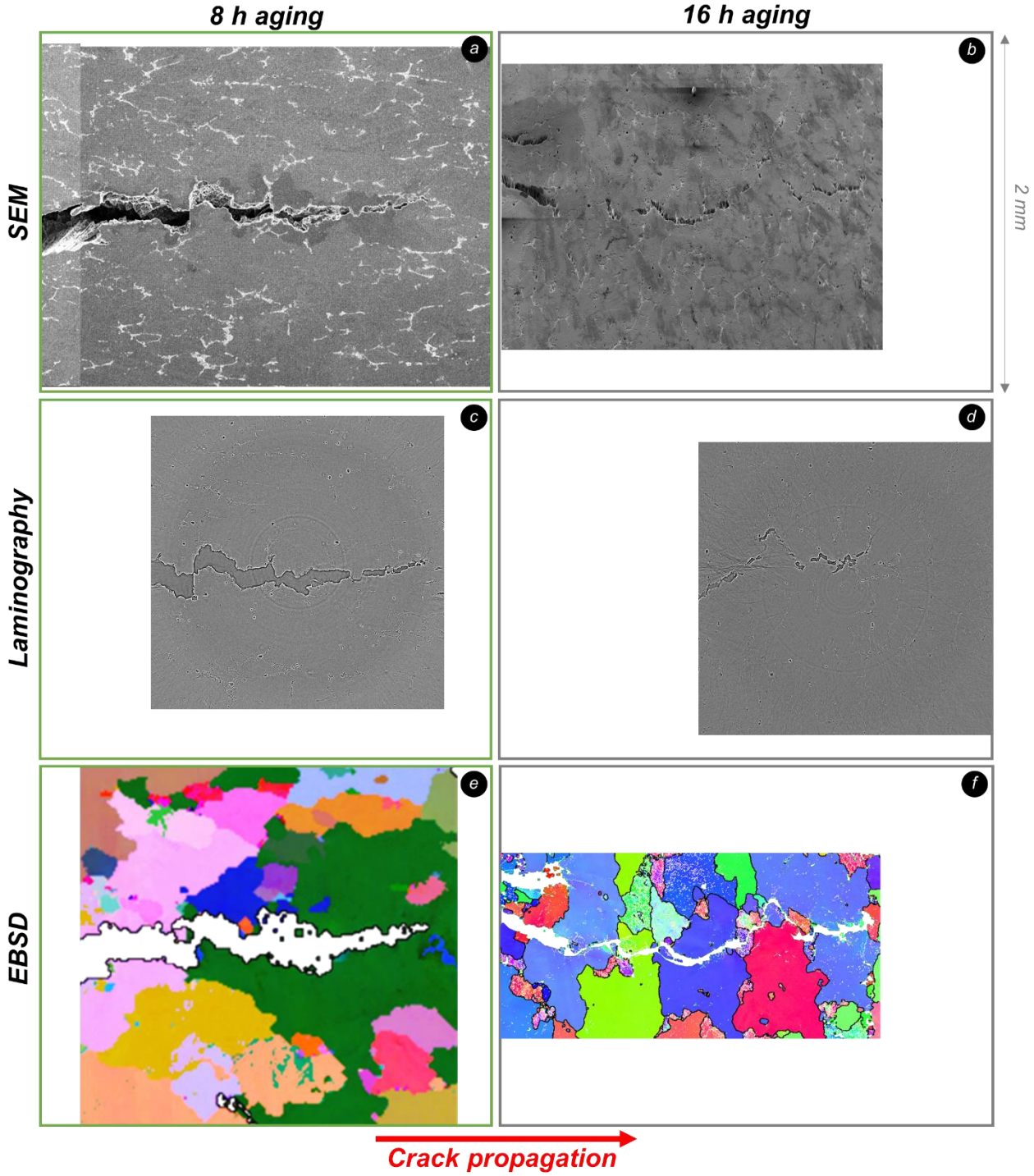


Figure 11 - Correlative investigations using SEM (a/b), laminography (c/d) and EBSD (e/f) of two slides of CT specimens after stopped toughness tests (8 h aging for a/c/e, 16 h aging for b/d/f)

4. SIMULATION OF TOUGHNESS

The aim of the section is to simulate the decrease in both crack initiation toughness and tearing modulus with aging time. As observed earlier, damage mechanisms do not change with increasing aging time. In particular, the volume fraction of particles at the origin of damage (Mg_2Si and IMF) remains constant. The only effect of aging is to increase yield stress and ultimate tensile strength, and to decrease the hardening modulus due to the precipitation of nano-sized strengthening particles. The model proposed below is based on these observations.

4.1. Model for ductile tearing

To derive the model, the plastic behavior of each material is assumed obey von Mises plasticity with isotropic hardening. Hardening is represented by a Voce [31] law fitted for each heat treatment based on tensile tests performed on smooth specimens [11] as:

$$\sigma = \sigma_S + (\sigma_e - \sigma_S)e^{-b\varepsilon_p}$$

The parameters of the four Voce laws are gathered in Table 3. Damage development is accounted for by the Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) model [32] which is able to represent ductile failure in metals resulting from an overlapping sequence of nucleation, growth and coalescence of small internal voids leading to macroscopic fracture [33,34]. The model is a semi-empirical extension of the micromechanical model initially proposed by Gurson [35]. Note that numerous extensions of the model have been proposed which are reviewed e.g. in [36–39]. The GTN model is based on the definition of a yield surface expressed as:

$$\Phi = \frac{\sigma_{eq}^2}{R^2} + 2q_1 f_* \cosh\left(\frac{1}{2} q_2 \frac{\sigma_{kk}}{R}\right) - 1 - q_1^2 f_*^2$$

where σ_{eq} is the Von Mises stress, σ_{kk} the trace of the stress tensor, R the flow stress of the matrix (undamaged material), q_1 and q_2 model parameters describing void growth. f_* (which may be interpreted as an effective porosity) is a function of the actual total porosity f_t. It was introduced to model coalescence in a rather simple but efficient way. More sophisticated models for coalescence have been proposed based on the seminal work of Thomason [40,41] as in [42–44]. Following the GTN model, it is assumed that when a critical porosity f_c is reached, damage increase is faster due to coalescence. To represent this trend, the f_* function is written as follows:

$$f_* = \begin{cases} f_t & if\ f_t \leq f_c \\ f_c + \left(\frac{1}{q_1} - f_c\right)\frac{f_t - f_c}{f_R - f_c} & otherwise \end{cases}$$

The total porosity f_t is expressed as the sum of the porosities due to growth (f_g) and due to nucleation (f_n):

$$f_t = f_g + f_n$$

It is then necessary to define the evolution laws for the different material variables. The plastic strain rate tensor is expressed as:

$$\underline{\dot{\varepsilon}_p} = \lambda \frac{\partial \Phi}{\partial \underline{\sigma}}$$

where the plastic multiplier λ is obtained writing the consistency condition. The isotropic hardening variable p is obtained writing the equality between macroscopic and microscopic dissipation:

$$\underline{\dot{\varepsilon}_p} : \underline{\sigma} = (1 - f_t)\dot{p}R$$

The evolution of the growth porosity f_g is obtained writing mass conservation so that:

$$\dot{f}_g = (1 - f_t)tr\underline{\dot{\varepsilon}_p}$$

Due to the high precipitate content, void nucleation is an important damage mechanism in the studied material [10] as in many aluminum alloys [7,28,45,46]. In the literature, strain and stress controlled nucleation kinetics have been proposed [7,36,47] but most models use strain controlled nucleation. In that case, the nucleation rate ($\dot{f}_n$) may be expressed in a generic way as:

$$\dot{f}_n = A_n(\ldots)\dot{p}$$

where A_n is a material parameter which may depend on material state variables. In most cases, A_n only depends on plastic strain p. For instance Chu et Needleman [12] introduced a Gaussian function but many other forms are used [48–50]. More complex formulations may be used ; for example Ueda et al. [23] introduced two strain controlled nucleation kinetics to distinguish two populations of precipitates. Most models for stress controlled nucleation use the maximum over loading history of the main principal stress to obtain the volume fraction of broken/debonded inclusions. The effect of stress state may also be described using a strain controlled nucleation law for which A_n is expressed as a function of stress state. For instance the nucleation rate was considered as depending on stress triaxiality in [13].

In this study, the experimental results can be represented using a strain controlled nucleation kinetics which is considered as dependent on aging time. As aging affects yielding and hardening but leaves precipitation state unchanged, it is assumed that the increasing stress level will favor earlier nucleation as aging time increases. It is therefore proposed to use a single stress and strain dependent nucleation rate $A_n = A_n(p, \sigma_I)$ where σ_I is the maximum principal stress. The full model was implemented in the Z-Set Finite Element software (http://www.zset-software.com/). Simulations were carried out using 3D linear hexahedra using selective integration to avoid spurious pressure oscillations [51]. Standard boundary conditions are used so as to limit the simulation to ¼ of the CT specimens (Figure 12). A fixed mesh size h is used within the region of crack propagation due to the softening character of the constitutive equations. Elements are removed from the simulations once all Gauss points (8 per element) have reached a state where $f_t = f_R$ [52].

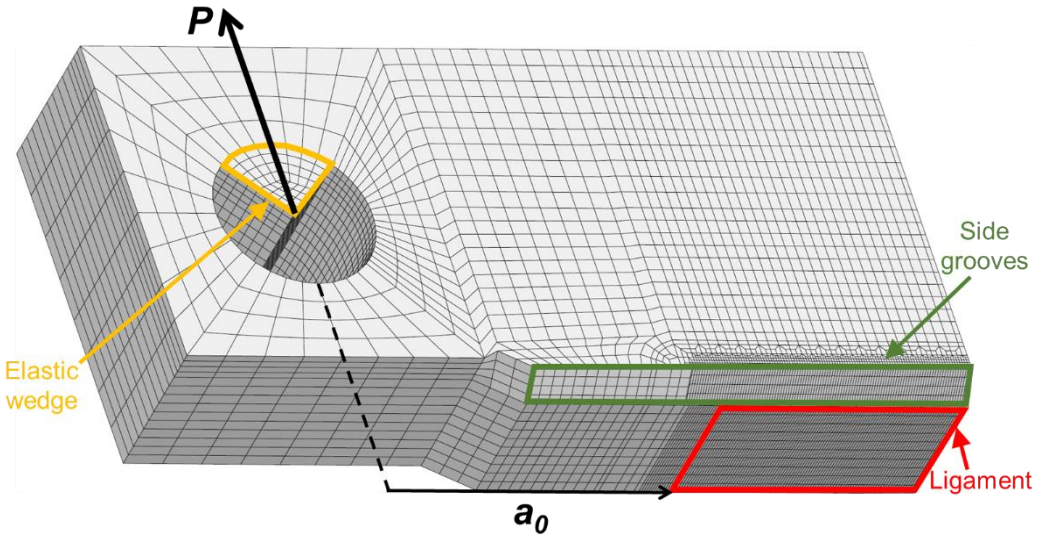


Figure 12 – Mesh of a quarter of a side grooved CT specimen

4.2. Model parameters adjustment

The three-dimensional qualitative and quantitative study proposed by Shen et al. [10] is followed to identify the GTN micromechanical damage model. The coarse Mg_2Si precipitates start to be damaged in the very early loading stage. As a consequence, these precipitates are considered as pre-existing voids. Their volume is therefore considered as the initial porosity f_0 in the simulations. Cavities nucleating on iron-rich intermetallics are taken into account in the void nucleation parameters. The volume fraction of iron-rich intermetallics obtained by SEM analysis is considered as the maximum value (f_N) that could be nucleated. The remaining parameters (q_1, A_n) were adjusted so as to match the experimental results. q_2 was assumed to be equal to 1 as in many other studies [32]. In particular A_n is expressed as (Figure 13):

$$A_n(p,\sigma_I) = \begin{cases} 0 & if\ \sigma_I \le \sigma_S\ or\ p \le p_S\ or\ f_n = f_N \\ \max\left(0, A_{n0} + \frac{\sigma_I}{\sigma_A} + \frac{{\sigma_I}^2}{{\sigma_B}^2}\right) & otherwise \end{cases}$$

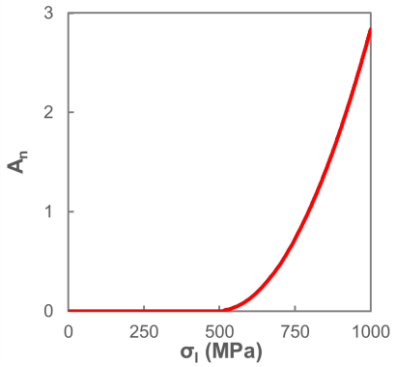


Figure 13 – Stress dependance of the new nucleation model

p_S corresponds to the plastic strain below which nucleation does not occur. A_{n0}, σ_A, σ_B are adjusted to fit the experimental data. Finally the nucleation function is expressed is such a way that the nucleation porosity never exceeds f_N. The parameters (Table 3) were automatically tuned using an optimization software (Levenberg–Marquardt algorithm). To reduce computation time, a 2D plane strain model of the CT specimens was used. It was checked that these simulations remain very close to the full 3D simulations. In the following only 3D results are shown.

		Voce hardening law			**Pre-existing voids and void nucleation**							**Void growth**		**Void coalescence**		**Element size**
		σ_S	σ_e	b	f_0	f_N	σ_S	p_S	A_{n0}	σ_A	σ_B	q_1	q_2	f_c	f_R	h
		MPa	MPa		%	%	MPa	%		MPa	MPa			%	%	µm
Aging (h)	**4**	322.36	154.00	12.12	0.35	2.15	518	3.21	2.73	-90.84	300	2	1	4.0	5.6	100
	8	344.60	199.33	12.72												
	12	352.09	237.33	14.27												
	16	354.51	255.00	17.34												

Table 3 - Model parameters

4.3. Results and discussion

The Figure 14 shows the results corresponding to the experimental tests (lines mith markers) and the three simulations for each aging time: the first (dashed lines) uses elastoplastic law without damage, the second (dotted lines) uses GTN law without nucleation, and the third (full lines) uses GTN law with the new stress and strain dependent nucleation model.

The fit of the simulation without nucleation is fairly poor. In contrast, the agreement between the experimental and numerical curves using the new stress-based nucleation criterion is good. Even if the simulation overestimates the peak load after 16 h of aging, the simulation reproduces reasonably well the decrease in load after the peak load. It should be noted that nucleation seems to be almost non-existent after 4 h of aging, since simulations with and without nucleation are almost superimposed. For the longer aging, it is found that nucleation is necessary to correctly reproduce the load drop after the maximum.

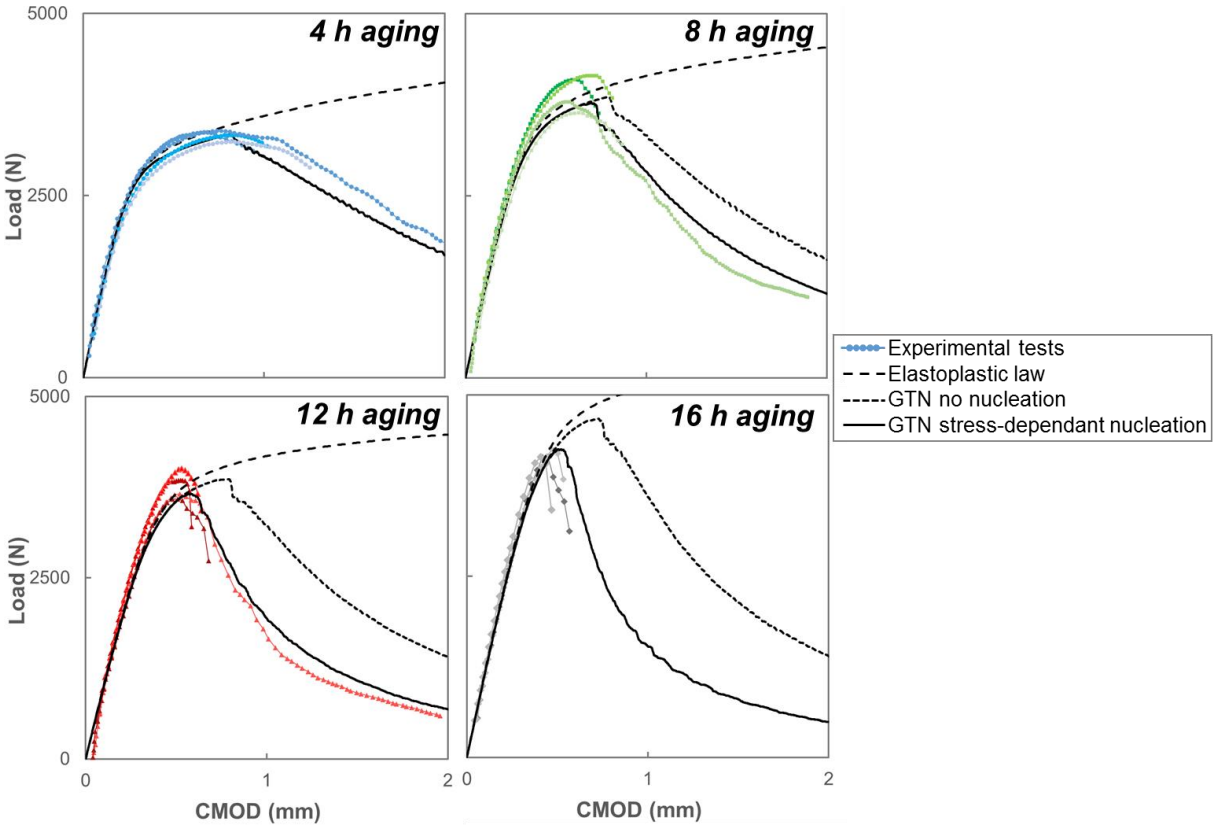


Figure 14 – Experiments and simulations of toughness tests with the new stress-strain-dependent nucleation law (CMOD: Crack Mouth Opening Displacement). All the GTN damage parameters are the same, only the Voce elastoplastic law differs between each aging time. Lines mith markers correspond to experimental tests, dashed lines correspond to the simulations using elastoplastic law, dotted lines correspond to the simulations using GTN law without nucleation, full lines correspond to the simulations using GTN law with stress and strain dependent nucleation.

To better highlight the role of the stress on the damage, the Figure 15 shows the evolution of the maximum principal stress and the total porosity f_t (composed of the porosities due to growth f_g and due to nucleation f_n) as a function of the plastic strain. The maximum principal stress increases sharply with aging time. It can be seen that the nucleation contribution is much smaller than the growth contribution (and that it is even reduced to zero after 4 h aging). Therefore, this contribution, although low, has a significant effect on ductile tear resistance. The distribution of these two contributions is consistent with the experimental observations. Indeed, on the fractographies, mainly broken Mg_2Si are identifiable in the bottom of the dimples; these particles have been considered as initial porosity and play a preponderant role in growth. Laminography makes it possible to observe the secondary role of IM, which are sites of preferential nucleation (Figure 10).

Experimentally, it would be difficult to quantify or even to observe the evolution of this nucleation kinetics as a function of aging time. One possible solution would be to perform ex-situ interrupted tests using specimens or configurations with comparable triaxiality. Indeed, in-situ tensile tests (even on notched specimen) do not make it possible to reach such a high triaxiality state, and therefore do not make it possible to reach maximum principal stress values σ_I which could be large enough to activate the nucleation model ($\sigma_I > \sigma_S$). In addition, nucleation is initiated at very small scales, especially since IM play a secondary role in relation to Mg_2Si. Therefore, extremely fine analyses would be required to quantify such slight evolutions as illustrated in the Figure 15 *c* (but it is recalled that this slight microstructural evolution causes macroscopically significant deterioration of toughness). Furthermore the material shows heterogeneity as the grain size can be in the order of hundreds of micrometers. As a result statistical relevance needs to be worried about.

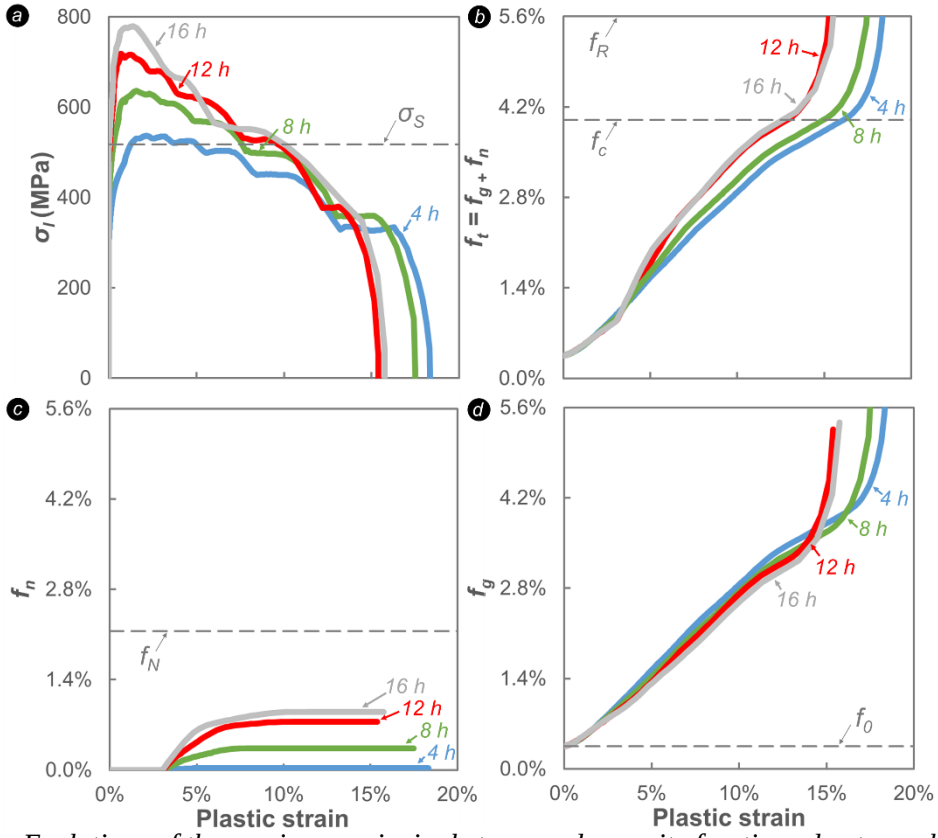


Figure 15 – Evolutions of the maximum principal stress and porosity fractions due to nucleation and growth during simulations for the four aging times

5. CONCLUSIONS

Aging causes deterioration in toughness, including tearing modulus. This deterioration is accompanied by an increase in the tensile properties, and therefore in the stress levels reached in the material.

Coarse precipitation, which is identical regardless of the aging time, is responsible for fracture mechanisms, which are also identical regardless of the aging time: indeed fractography, laminography and EBSD investigations have shown that fracture is typically ductile (even for the lowest tearing resistance) and mainly transgranular. It can be concluded that at the microstructural level, the mechanical evolutions are only accompanied by a modification of the nanoprecipitation (visible evolution using APT), responsible for the structural hardening in the matrix. This hardening of the matrix promotes nucleation on coarse precipitation.

It is therefore proposed to model this toughness deterioration by modifying only the macroscopic material hardening. Nucleation plays a predominant role here, and the modeling of the strain dependent nucleation would not be sufficient to reproduce the deterioration of the tearing modulus, hence the establishment of a criterion using stress and strain dependent nucleation. Not only stress triaxiality but also absolute values of maximum principal stress can be elevated. The decrease of the tearing modulus is then correctly modeled. To the best of our knowledge, it is the first time that the ductile tearing evolution is well captured using a single damage law.

Acknowledgements

The authors wish to thank Heikki Suhonen (University of Helsinki), Chloé Varenne, Bénédicte Kapusta and Benoît Tanguy (CEA Saclay) for their contributions and the many fruitful discussion. This work was supported by Commissariat à l'Energie Atomique.

APPENDIX 5.A ATOM PROBE TOMOGRAPHY

In the Figure 16, the long tip (112 million ions, 464 nm long) extracted from the 12 h material demonstrates the intense presence of the hardening precipitation Mg-Si.

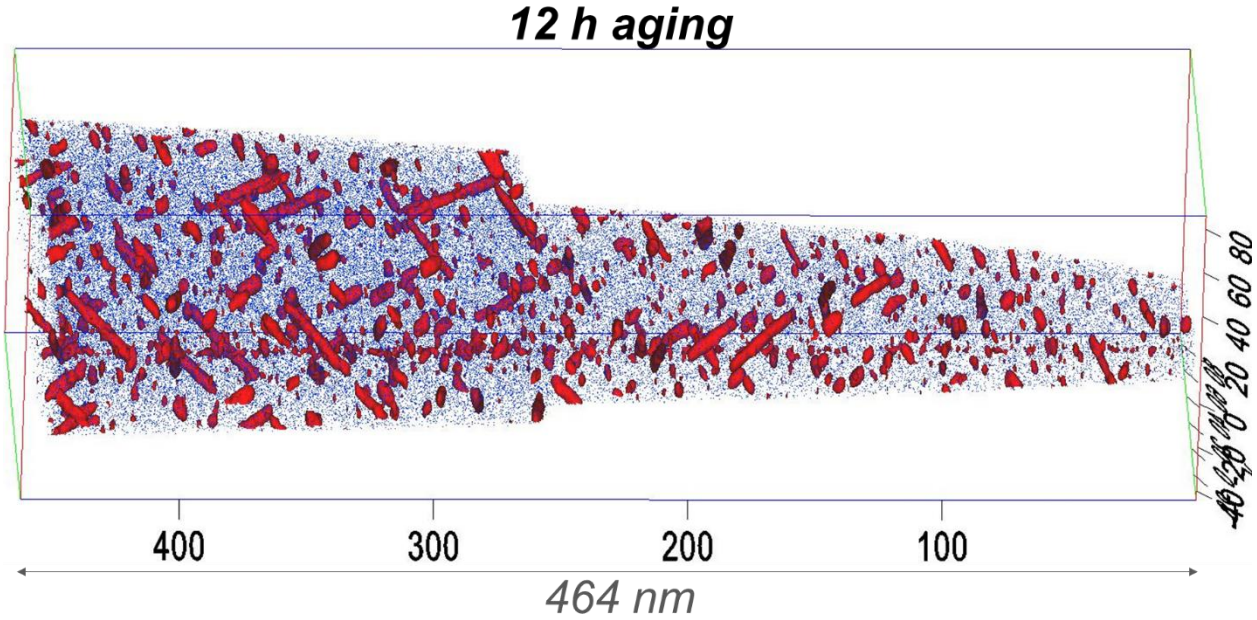


Figure 16 – APT tip after 12 h aging (112 million ions analyzed). The red isosurfaces represent areas of high concentration of Mg (> 3%) in the aluminum matrix represented in blue.

APPENDIX 5.B LAMINOGRAPHY

The thick specimen is machined in the crack plan of a CT sample after fracture toughness test, which was stopped after the crack. Therefore, the specimen contains the whole width of the original sample, with lateral notches and the whole crack (Figure 18).

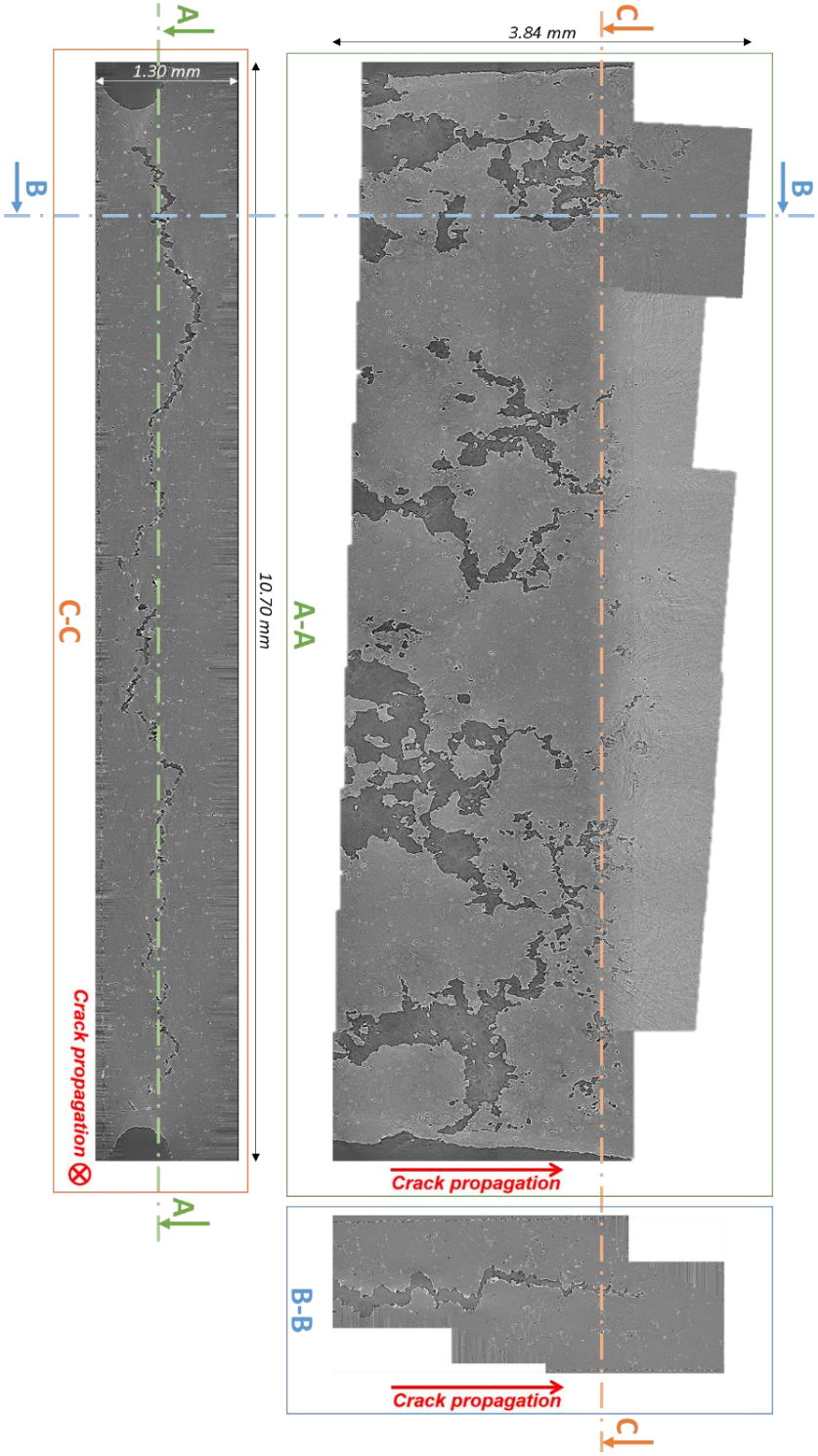


Figure 17 - Recomposition of a section through the entire sample width obtained by sticking 23 laminography scans after 12 h aging.

ANNEXE 5.C PREFISSURATION EN FATIGUE

Si la fatigue ne constitue évidemment pas le cœur de la thèse, plusieurs expériences ont amené à se pencher sur la zone de préfissuration. La préfissuration est nécessaire à un essai de ténacité pour obtenir un faible rayon de courbure en pointe de fissure, ce qui induit un facteur d'intensité des contraintes élevé. L'objectif de cette annexe n'est pas de réaliser une étude approfondie de la fatigue, mais de souligner des éléments importants mis en évidence lors de notre étude. L'ensemble des préfissurations ont été effectuées sur deux machines : soit sur une machine de traction hydraulique classique (fréquence d'environ 8 Hz, sans dépasser les 12 Hz), soit sur un vibrophore (fréquences avoisinant les 100 Hz).

Premièrement, il a été remarqué post-mortem que de nombreux fronts de préfissuration n'étaient pas droits, éventuellement à cause d'un alignement ou d'un usinage imparfaits : certains étaient inclinés, d'autres avaient une forme pointue « en V ». Un référencement des fronts de préfissuration, concernant l'ensemble des éprouvettes testées dans le cadre de la thèse ainsi que certaines issues d'autres études du projet RJH, a montré que les formes singulières observées semblaient favoriser l'apparition de pop-in, mais n'étaient pas une condition nécessaire. Des simulations par éléments finis ont été effectuées sur Cast3M, en utilisant une loi d'endommagement de type Gurson, afin d'investiguer l'influence de la forme de ce front. La Figure 18 montre les résultats obtenus sur le bloc revenu 4h, pour trois valeurs d'angle définissant géométriquement la pointe du « V ». On constate que cet angle influence fortement la réponse de l'éprouvette : plus le front est pointu, plus la force maximale est élevée, et plus la force décroît rapidement (ce qui révèle une accélération de la propagation ductile). Les fronts pointus facilitent donc l'apparition de pop-ins : en accentuant la pente de la courbe force-déplacement, les conditions d'instabilité du chapitre 4 sont favorisées.

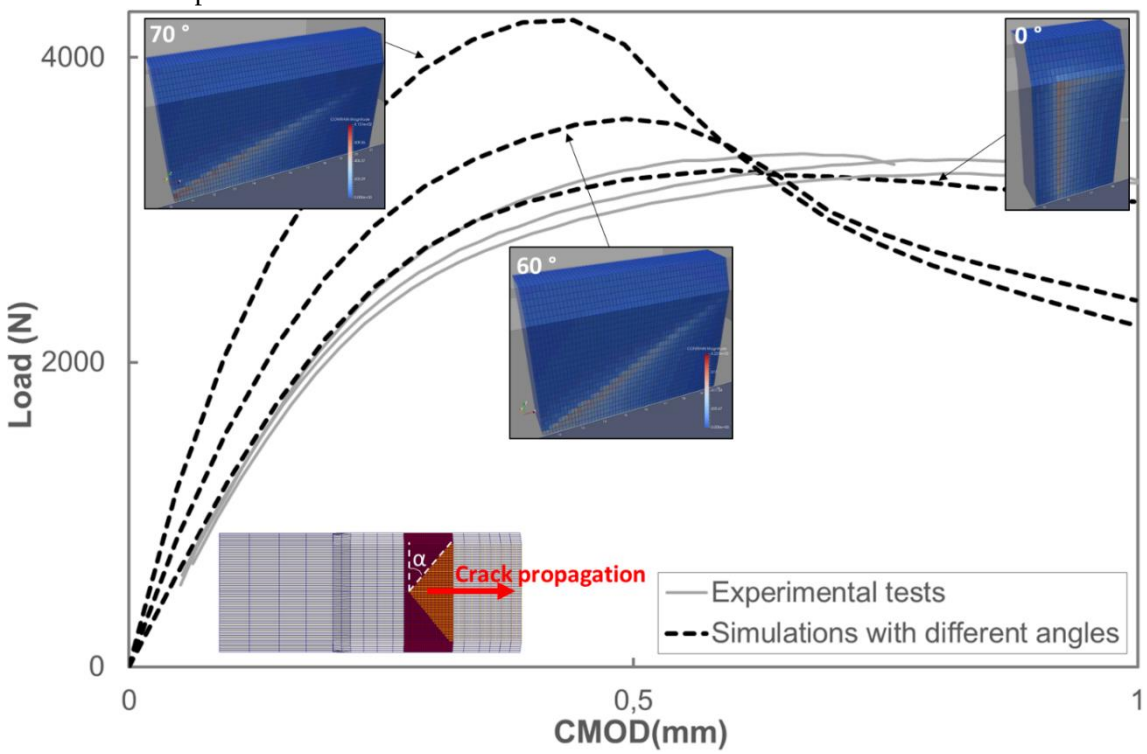


Figure 18 – Influence de la forme du front de préfissure (variation de l'angle α) sur des simulations d'essais de ténacité

Deuxièmement, les expériences d'analyses EBSD (Electron BackScatter Diffraction) sur tranches d'éprouvettes CT ont amené à observer les zones de préfissuration également dans le plan transverse à la propagation. Ces éprouvettes avaient été préfissurées sur le vibrophore. Idéalement, on souhaite créer une propagation en fatigue dite « de stade II » [53], c'est-à-dire en faisant progresser la fissure de façon

normale à la direction de sollicitation. La préfissure obtenue est ainsi relativement plate, conformément aux configurations mécaniques et géométriques idéales pour la réalisation d'un essai de ténacité.

La Figure 19 rassemble quelques clichés réalisés au MEB (Microscope Electronique à Balayage) et caractéristiques de ces zones de préfissuration. Les préfissures ne sont pas du tout idéales : elles sont très rugueuses, elles changent de direction souvent et brutalement, parfois elles sont multiples (cliché du haut) ou même elles bifurquent (Figure 20). Certaines surfaces de rupture sont très abruptes, ce qui laisse suggérer que la fissure est cristallographique, c'est-à-dire qu'elle se propage le long des plans cristallins. Les plans de glissement activés sont observables sur les clichés de la Figure 20, réalisés au MEB et avec un tomographe de laboratoire General Electric.

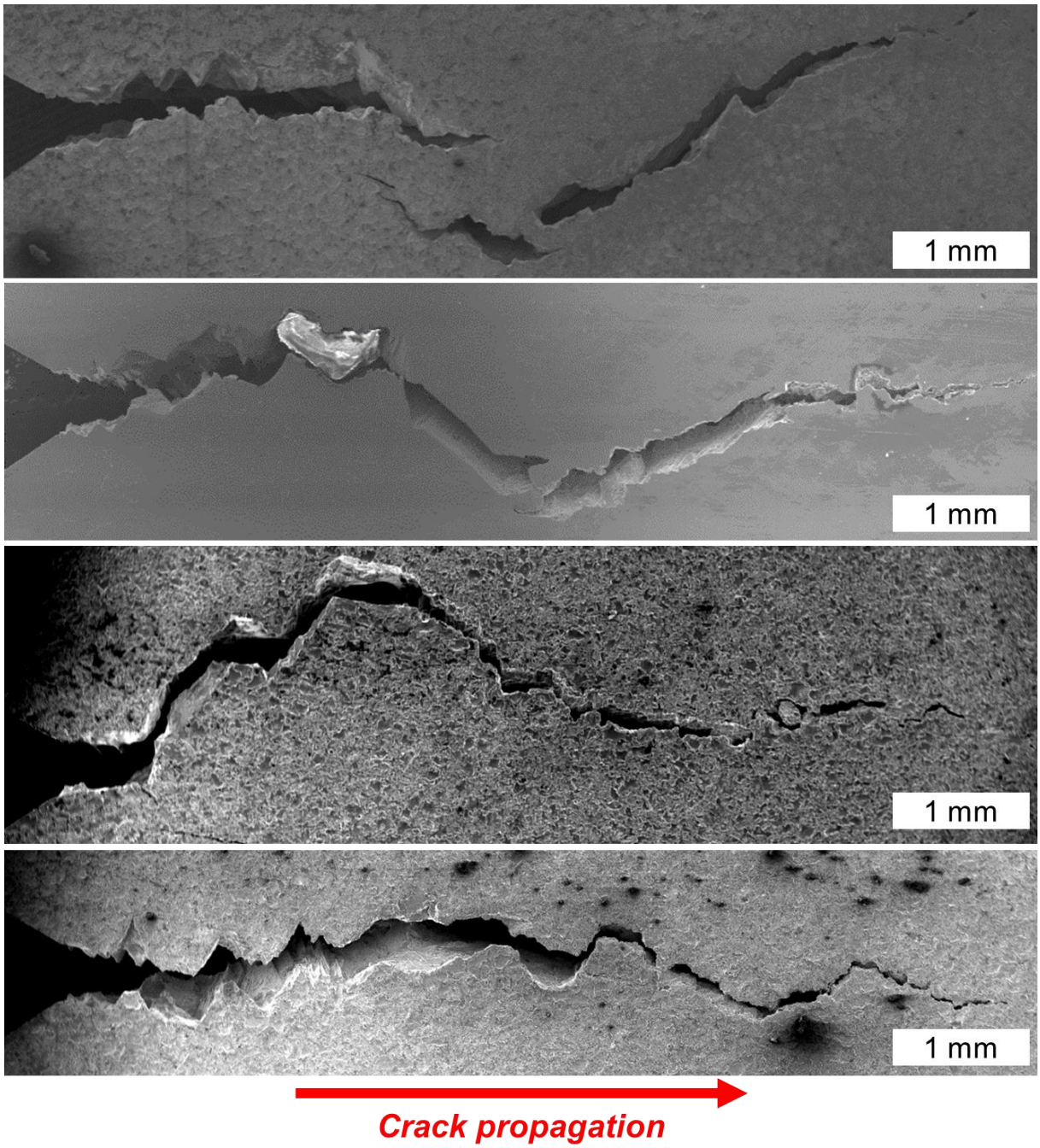


Figure 19 – Clichés MEB de différentes zones de préfissuration, suite à des essais de ténacité interrompus réalisés sur éprouvette CT puis découpées en tranches

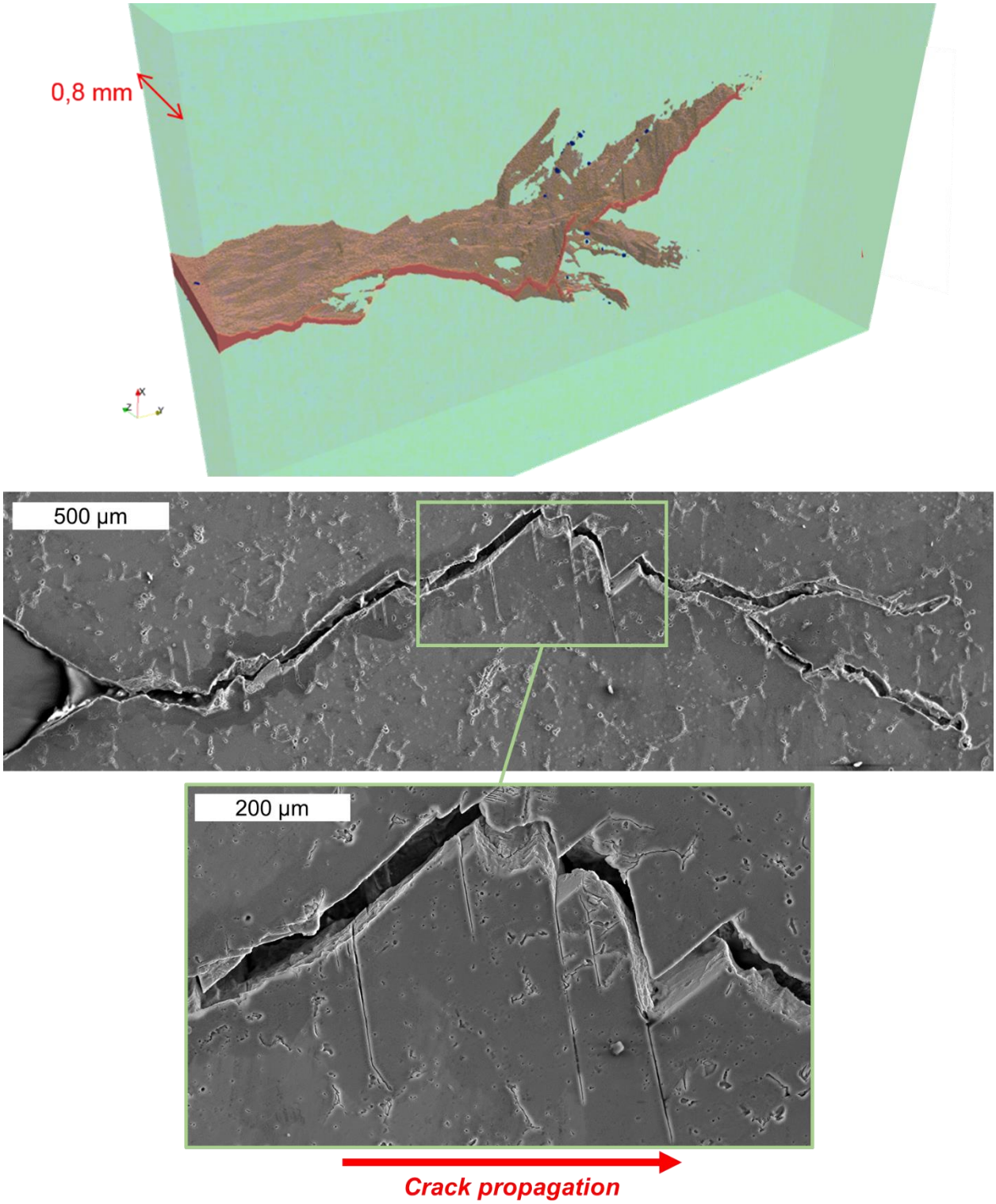


Figure 20 – Clichés tomographiques et MEB d'une zone de préfissuration en mode pseudo-stade I où les plans de glissement sont observables

Ce type de propagation est typique d'une propagation dite « de pseudo-stade I » [54,55], qui a lieu habituellement sous atmosphère contrôlée, dans le vide par exemple. Ici, l'atmosphère n'a pas été contrôlée durant la préfissuration, mais peut-être que les hautes fréquences de sollicitation au vibrophore limitent fortement l'interaction avec l'environnement, favorisant ainsi ce pseudo-stade I.

Concernant l'influence de ce type de préfissure sur l'essai de ténacité en tant que tel, elle est certainement limitée une fois la propagation entamée (et donc négligeable par rapport au type de pop-in observé). Par contre, d'une part cela complexifie fortement la détermination de la longueur de fissure initiale, d'autre part cela provoque la linéarité imparfaite du début de certaines courbes force-déplacement, lors de la montée en charge.

6. REFERENCES DU CHAPITRE 5

[1] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. Mater Sci Eng A 2003;356:326–36. doi:10.1016/S0921-5093(03)00145-X.
[2] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. A model for predicting fracture mode and toughness in 7000 series aluminium alloys. Acta Mater 2004;52:2529–40. doi:10.1016/j.actamat.2004.01.044.
[3] Dumont D, Deschamps A, Bréchet Y, Sigli C, Ehrström JC. Characterisation of precipitation microstructures in aluminium alloys 7040 and 7050 and their relationship to mechanical behaviour. Mater Sci Technol 2004;20:567–76. doi:10.1179/026708304225016662.
[4] Ryum N. The influence of a precipitate-free zone on the mechanical properties of an Al-Mg-Zn alloy. Acta Metall 1968;16:327–32. doi:10.1016/0001-6160(68)90018-7.
[5] Ryum N. Ageing and plastic deformation of an Al-Mg-Zn alloy. Acta Metall 1969;17:821–30. doi:10.1016/0001-6160(69)90101-1.
[6] Ludtka GM, Laughlin DE. The influence of microstructure and strength on the fracture mode and toughness of 7XXX series aluminum alloys. Metall Trans A 1982;13:411–25. doi:10.1007/BF02643350.
[7] Hannard F, Pardoen T, Maire E, Le Bourlot C, Mokso R, Simar A. Characterization and micromechanical modelling of microstructural heterogeneity effects on ductile fracture of 6xxx aluminium alloys. Acta Mater 2016;103:558–72. doi:10.1016/j.actamat.2015.10.008.
[8] Haas M de, Hosson JTMD. On the effects of thermomechanical processing on failure mode in precipitation-hardened aluminium alloys. J Mater Sci 2002;37:5065–73. doi:10.1023/A:1021095801205.
[9] Morita S, Toda H, Takahashi A, Hoshiyama A, Kobayashi T, Nagashima H. Effects of quenching rate on mechanical properties of 6061 aluminum alloy. J Jpn Inst Light Met 2001;51:307–12. doi:10.2464/jilm.51.307.
[10] Shen Y, Morgeneyer TF, Garnier J, Allais L, Helfen L, Crépin J. Three-dimensional quantitative in situ study of crack initiation and propagation in AA6061 aluminum alloy sheets via synchrotron laminography and finite-element simulations. Acta Mater 2013;61:2571–82. doi:10.1016/j.actamat.2013.01.035.
[11] Petit T, Ritter C, Besson J, Morgeneyer TF. Impact of machine stiffness on "pop-in" crack propagation instabilities. Eng Fract Mech 2018;202:405–22. doi:10.1016/j.engfracmech.2018.08.007.
[12] Chu CC, Needleman A. Void Nucleation Effects in Biaxially Stretched Sheets. J Eng Mater Technol 1980;102:249–56. doi:10.1115/1.3224807.
[13] Dalloz A, Besson J, Gourgues-Lorenzon A-F, Sturel T, Pineau A. Effect of shear cutting on ductility of a dual phase steel. MatModels 2007 2009;76:1411–24. doi:10.1016/j.engfracmech.2008.10.009.
[14] Morgeneyer TF, Helfen L, Sinclair I, Proudhon H, Xu F, Baumbach T. Ductile crack initiation and propagation assessed via in situ synchrotron radiation-computed laminography. Scr Mater 2011;65:1010–3. doi:10.1016/j.scriptamat.2011.09.005.
[15] Andersen SJ, Zandbergen HW, Jansen J, TrÆholt C, Tundal U, Reiso O. The crystal structure of the β″ phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 1998;46:3283–98. doi:10.1016/S1359-6454(97)00493-X.
[16] Andersen SJ, Marioara CD, Frøseth A, Vissers R, Zandbergen HW. Crystal structure of the orthorhombic U2-Al4Mg4Si4 precipitate in the Al–Mg–Si alloy system and its relation to the β′ and β″ phases. Mater Sci Eng A 2005;390:127–38. doi:10.1016/j.msea.2004.09.019.
[17] Andersen SJ, Marioara CD, Vissers R, Frøseth A, Zandbergen HW. The structural relation between precipitates in Al–Mg–Si alloys, the Al-matrix and diamond silicon, with emphasis on the trigonal phase U1-MgAl2Si2. Mater Sci Eng A 2007;444:157–69. doi:10.1016/j.msea.2006.08.084.
[18] Vissers R, van Huis MA, Jansen J, Zandbergen HW, Marioara CD, Andersen SJ. The crystal structure of the β′ phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 2007;55:3815–23. doi:10.1016/j.actamat.2007.02.032.

[19] Na T-W, Park H-K, Park C-S, Park J-T, Hwang N-M. Misorientation angle analysis near the growth front of abnormally growing grains in 5052 aluminum alloy. Acta Mater 2016;115:224–9. doi:10.1016/j.actamat.2016.06.007.

[20] Buchanan K, Colas K, Ribis J, Lopez A, Garnier J. Analysis of the metastable precipitates in peak-hardness aged Al-Mg-Si(-Cu) alloys with differing Si contents. Acta Mater 2017;132:209–21. doi:10.1016/j.actamat.2017.04.037.

[21] Helfen L, Baumbach T, Mikulík P, Kiel D, Pernot P, Cloetens P, et al. High-resolution three-dimensional imaging of flat objects by synchrotron-radiation computed laminography. Appl Phys Lett 2005;86:071915. doi:10.1063/1.1854735.

[22] Helfen L, Myagotin A, Mikulík P, Pernot P, Voropaev A, Elyyan M, et al. On the implementation of computed laminography using synchrotron radiation. Rev Sci Instrum 2011;82:063702. doi:10.1063/1.3596566.

[23] Ueda T, Helfen L, Morgeneyer TF. In situ laminography study of three-dimensional individual void shape evolution at crack initiation and comparison with Gurson–Tvergaard–Needleman-type simulations. Acta Mater 2014;78:254–70. doi:10.1016/j.actamat.2014.06.029.

[24] Weitkamp T, Tafforeau P, Boller E, Cloetens P, Valade JP, Bernard P, et al. Parallel-beam imaging at the ESRF beamline ID19: current status and plans for the future. AIP Conf Proc 2010;1234:83–6. doi:10.1063/1.3463345.

[25] Helfen L, Myagotin A, Pernot P, DiMichiel M, Mikulík P, Berthold A, et al. Investigation of hybrid pixel detector arrays by synchrotron-radiation imaging. Proc 7th Int Workshop Radiat Imaging Detect 2006;563:163–6. doi:10.1016/j.nima.2006.01.085.

[26] Xu F, Helfen L, Suhonen H, Elgrabli D, Bayat S, Reischig P, et al. Correlative Nanoscale 3D Imaging of Electron Density and Elemental Composition in Extended Objects. PloS ONE 2012;7(11):e50124.

[27] Shen Y. Tensile and fracture behavior of AA6061-T6 aluminum alloys : micromechanical approach. Thèse, Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris, 2012.

[28] Hannard F, Simar A, Maire E, Pardoen T. Quantitative assessment of the impact of second phase particle arrangement on damage and fracture anisotropy. Acta Mater 2018;148:456–66. doi:10.1016/j.actamat.2018.02.003.

[29] Zandbergen MW, Xu Q, Cerezo A, Smith GDW. Study of precipitation in Al–Mg–Si alloys by Atom Probe Tomography I. Microstructural changes as a function of ageing temperature. Acta Mater 2015;101:136–48. doi:10.1016/j.actamat.2015.08.017.

[30] Garrison WM, Moody NR. Ductile fracture. J Phys Chem Solids 1987;48:1035–74. doi:10.1016/0022-3697(87)90118-1.

[31] Voce E. The relationship between stress and strain for homogeneous deformations. J Inst Met 1948;74:537-562.

[32] Tvergaard V, Needleman A. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. Acta Metall 1984;32:157–69. doi:10.1016/0001-6160(84)90213-X.

[33] McClintock FA. A Criterion for Ductile Fracture by the Growth of Holes. J Appl Mech 1968;35:363–71. doi:10.1115/1.3601204.

[34] Rousselier G. Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. Nucl Eng Des 1987;105:97–111. doi:10.1016/0029-5493(87)90234-2.

[35] Gurson A. Continuum Theory of Ductile Rupture by Void Nucleation and Growth : Part 1-Yield Criteria and Flow Rules for Porous Ductilr Media. J Eng Mater Technol 1977;99:2–15.

[36] Tvergaard V. Material Failure by Void Growth to Coalescence. In: Hutchinson JW, Wu TY, editors. Adv. Appl. Mech., vol. 27, Elsevier; 1989, p. 83–151.

[37] Besson J. Continuum models of ductile fracture : A review. Int J Damage Mech 2010;19:3–52. doi:10.1177/1056789509103482.

[38] Pineau A, Benzerga AA, Pardoen T. Failure of metals I: Brittle and ductile fracture. Acta Mater 2016;107:424–83. doi:10.1016/j.actamat.2015.12.034.

[39] Benzerga AA, Leblond J-B, Needleman A, Tvergaard V. Ductile failure modeling. Int J Fract 2016;201:29–80. doi:10.1007/s10704-016-0142-6.

[40] Thomason PF. Three-dimensional models for the plastic limit-loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids. Acta Metall 1985;33:1079–85. doi:10.1016/0001-6160(85)90201-9.
[41] Thomason PF. A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. Acta Metall 1985;33:1087–95. doi:10.1016/0001-6160(85)90202-0.
[42] Benzerga AA, Besson J, Pineau A. Anisotropic ductile fracture: Part II: theory. Acta Mater 2004;52:4639–50. doi:10.1016/j.actamat.2004.06.019.
[43] Torki ME, Tekoğlu C, Leblond J-B, Benzerga AA. Theoretical and numerical analysis of void coalescence in porous ductile solids under arbitrary loadings. Int J Plast 2017;91:160–81. doi:10.1016/j.ijplas.2017.02.011.
[44] Gologanu M, Leblond J-B, Devaux J. Theoretical models for void coalescence in porous ductile solids. II. Coalescence "in columns." Int J Solids Struct 2001;38:5595–604. doi:10.1016/S0020-7683(00)00355-3.
[45] Hannard F, Castin S, Maire E, Mokso R, Pardoen T, Simar A. Ductilization of aluminium alloy 6056 by friction stir processing. Acta Mater 2017;130:121–36. doi:10.1016/j.actamat.2017.01.047.
[46] Walsh JA, Jata KV, Starke EA. The influence of Mn dispersoid content and stress state on ductile fracture of 2134 type Al alloys. Acta Metall 1989;37:2861–71. doi:10.1016/S0001-6160(89)80001.
[47] Argon AS, Im J, Safoglu R. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. Metall Trans A 1975;6:825. doi:10.1007/BF02672306.
[48] Prat F, Besson J, Grange M, Andrieu E. Behavior and rupture of hydrided ZIRCALOY-4 tubes and sheets. Metall Mater Trans A 1998;29:1643–51. doi:10.1007/s11661-998-0087-0.
[49] Zhang Z., Thaulow C, Ødegård J. A complete Gurson model approach for ductile fracture. Eng Fract Mech 2000;67:155–68. doi:10.1016/S0013-7944(00)00055-2.
[50] Besson J, Devillers-Guerville L, Pineau A. Modeling of scatter and size effect in ductile fracture: application to thermal embrittlement of duplex stainless steels. Eng Fract Mech 2000;67:169–90. doi:10.1016/S0013-7944(00)00056-4.
[51] Hughes TJR. Generalization of selective integration procedures to anisotropic and nonlinear media. Int J Numer Methods Eng 1980;15:1413–8. doi:10.1002/nme.1620150914.
[52] Shinohara Y, Madi Y, Besson J. Anisotropic ductile failure of a high-strength line pipe steel. Int J Fract 2016;197:127–45. doi:10.1007/s10704-015-0054-x.
[53] Forsyth PJE. A two stage process of fatigue crack growth. Coll Aeronaut Cranfield 1961;1:76–94.
[54] Nizery E. Amorçage et propagation des fissures de fatigue dans les alliages d'aluminium 2050-T8 et 7050-T7451. Thèse, Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris, 2015.
[55] Petit J, Sarrazin-Baudoux C. Some critical aspects of low rate fatigue crack propagation in metallic materials. Sel Pap 17th Eur Conf Fract ECF 17 2010;32:962–70. doi:10.1016/j.ijfatigue.2009.10.013.

Chapitre 6
Modélisation d'essais avec pop-in

Dans le chapitre précédent, une nouvelle loi de germination incluant la contrainte a été introduite, permettant de modéliser et de reproduire le comportement de l'aluminium 6061-T6 lors d'un essai de ténacité. Les simulations réalisées soulignent l'importance prépondérante du durcissement du matériau dans la détérioration du module de déchirement, mais sans modéliser l'apparition de pop-in. En effet, dans le chapitre 4, il a été mis en évidence qu'un pop-in ne pouvait apparaître qu'en considérant une machine avec une complaisance non nulle.

Ce chapitre 6 a donc pour but de modéliser ce phénomène de pop-in en se basant sur les explications physiques identifiées précédemment, c'est-à-dire en rajoutant un ressort sur les simulations du chapitre précédent. Les critères d'instabilité mis en place dans le chapitre 4 sont appliqués à ces simulations.

1. INTRODUCTION 154
2. METHODE 154
3. RESULTATS ET DISCUSSION 155
4. CONCLUSION 159
5. REFERENCES DU CHAPITRE 6 159

1. INTRODUCTION

Le chapitre précédent a permis de mettre en évidence le rôle prépondérant du durcissement dans le comportement du matériau en ténacité, notamment dans la chute de charge après le maximum de charge. La pente de cette partie de la courbe, qui est influencée par la vitesse de propagation de la fissure dans l'éprouvette, est donc directement reliée au module de déchirement de l'alliage. Pour simuler et reproduire ce comportement et considérer uniquement le durcissement (à savoir le comportement élastoplastique), une nouvelle loi de germination a été introduite.

Cependant, ce nouveau modèle, s'il reproduit avec succès la propagation de fissure dans un matériau homogène (et notamment cette chute de charge caractéristique), ne suffit pas à simuler l'apparition de pop-in. En effet, le rôle de la rigidité du système mis en évidence dans le chapitre 4 n'est pas considéré, et ainsi aucune instabilité ne peut intervenir car la complaisance de l'éprouvette elle-même n'est pas suffisante pour en déclencher.

L'objectif de ce chapitre étant de simuler les pop-ins, un ressort numérique est ajouté aux simulations du chapitre précédent. Un pilotage adapté à la conduite des instabilités est utilisé.

Les critères d'instabilité établis au chapitre 4 sont ensuite appliqués à ces simulations.

2. METHODE

Les simulations sont effectuées sur le logiciel d'éléments finis Z-Set, en utilisant le même maillage 3D que celui du chapitre précédent, composé de 24788 éléments quadrangles linéaires à 8 nœuds à intégration sélective. Un maillage fin est utilisé en pointe de fissure, avec des éléments de 100 µm.

Dans cette zone, le modèle d'endommagement de type Gurson du chapitre précédent est utilisé pour toutes les simulations, en intégrant la loi de germination incluant la contrainte, identique elle aussi quel que soit l'état métallurgique de l'alliage 6061-T6. Seul le comportement élastoplastique, modélisé par les lois de Voce identifiées dans le chapitre 3 et représentatives du durcissement, varie d'un état métallurgique à l'autre.

Il n'y a pas d'éléments ressorts implémentés dans Z-Set. Pour simuler le ressort, un barreau élastique, composé de 182 éléments quadrangles linéaires à 8 nœuds, est introduit et fixé au bout de la goupille, là où précédemment le déplacement était appliqué (Figure 2 *d*). Le déplacement est appliqué à l'autre extrémité. En modifiant le module de Young du barreau, on obtient un ressort avec un comportement purement élastique, d'une raideur notée K_m, et qui modélise la machine d'essai (et tient compte de l'ajout éventuel du montage Belleville – présenté au chapitre 4).

Afin de gérer d'éventuelles instabilités et d'éviter des problèmes de convergence numérique, un pilotage adapté est nécessaire. Les méthodes de pilotage en longueur d'arc sont des techniques incrémentales qui permettent de suivre une branche d'équilibre même après l'apparition d'une instabilité ou d'un saut de solution. La première méthode de ce type a été proposée par Riks [1], et de nombreuses variantes ont été ensuite développées [2–4]. Le principe fondamental de cette technique est d'ajouter aux équations d'équilibre une équation imposant la longueur du vecteur incrémental dans le plan charge/déplacement. Le chargement appliqué devient ainsi une variable additionnelle du problème.

La Figure 1 illustre le fonctionnement de cette technique de branche d'équilibre, qui permet de suivre correctement un retour numérique appelé « snap-back ». Ce snap-back n'a pas de réelle signification physique, c'est un chemin purement numérique permettant d'équilibrer la structure. Il faut considérer que l'instabilité réelle se termine quand le système se retrouve à la même valeur de déplacement qu'au

début du snap-back. En utilisant dans cette étude un pilotage de Riks, ce snap-back simulé correspond donc exactement à un pop-in réel.

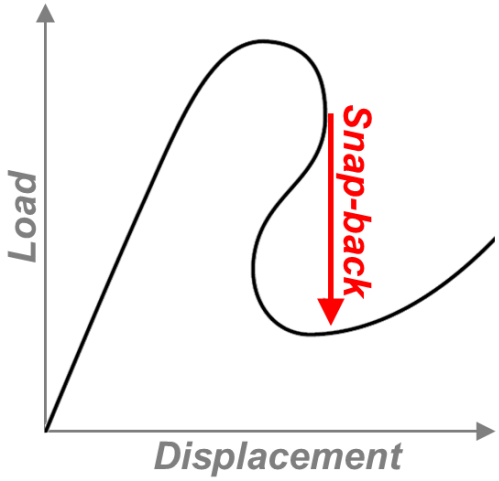


Figure 1 – Pilotage de Riks et snap-back

3. RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats présentés ici sont ceux obtenus avec le matériau revenu 4 h après une mise en solution à 550 °C (bloc D), avec une longueur de fissure initiale de 15,40 mm. Comme décrit dans le chapitre 3, c'est l'état métallurgique le plus stable, avec un durcissement faible, un module de déchirement élevé, et une absence de pop-in. Son comportement en ténacité a été simulé avec succès dans le chapitre précédent, il est donc réutilisé ici. Seule la raideur du ressort varie d'une simulation à une autre.

La Figure 2 illustre les courbes numériques obtenues.

Les courbes force - ouverture sont parfaitement superposées (*a*). En pratique, cela signifie que les pop-ins expérimentaux ne seraient pas détectables avec des capteurs avec une fréquence d'acquisition infinie. En effet, expérimentalement les pop-ins sont repérables avec le « saut » qu'ils laissent sur la courbe force-ouverture. Mais pour un même matériau cette courbe est en réalité la même avec ou sans pop-in, le comportement intrinsèque du matériau étant le même et l'accélération de la rupture ductile étant seulement déclenchée par l'interaction avec la machine d'essai.

Sur les courbes force-déplacement de la machine (*b*), les parties élastiques des courbes montrent clairement la diminution de la raideur du ressort d'un essai à l'autre. On constate que cette diminution est accompagnée d'une apparition de pop-ins, dont l'amplitude augmente. Pour le ressort le plus souple, on aboutit presque à une rupture totale de l'éprouvette. Les avancées de fissure dues aux pop-ins sont identifiables sur la figure *c*, qui illustre la longueur de la fissure (calculée via un suiveur de fissure numérique) en fonction du déplacement. Sur ce graphique, les points enregistrés durant les éventuels snap-backs ne sont pas affichés afin de mettre en valeur le « saut » réel de l'avancée de la fissure.

Comme les courbes force - ouverture sont superposées, les courbes *J-Δa* déduites de ces simulations sont également les mêmes. La Figure 3 illustre la courbe *J-Δa* déduite par exemple de la simulation avec $K_m = 7.3\ kN/mm$, ainsi que la R-curve ajustée. Cette R-curve permet d'en déduire les valeurs de la résistance à l'amorçage $J_{0.2} = 46.6\ kJ/m^2$ et du module de déchirement $T_{mat} = 21.6\ MPa$. Ces valeurs déduites des courbes simulées correspondent à celles calculées suite aux essais expérimentaux qui avaient été réalisés sur le même matériau revenu 4 h ($J_{0.2} = 47.6\ kJ/m^2$ et $T_{mat} = 18.7\ MPa$) dans le chapitre 3. C'est à partir de cette R-curve simulée qu'est appliqué le critère en *J* utilisant le module de déchirement du matériau.

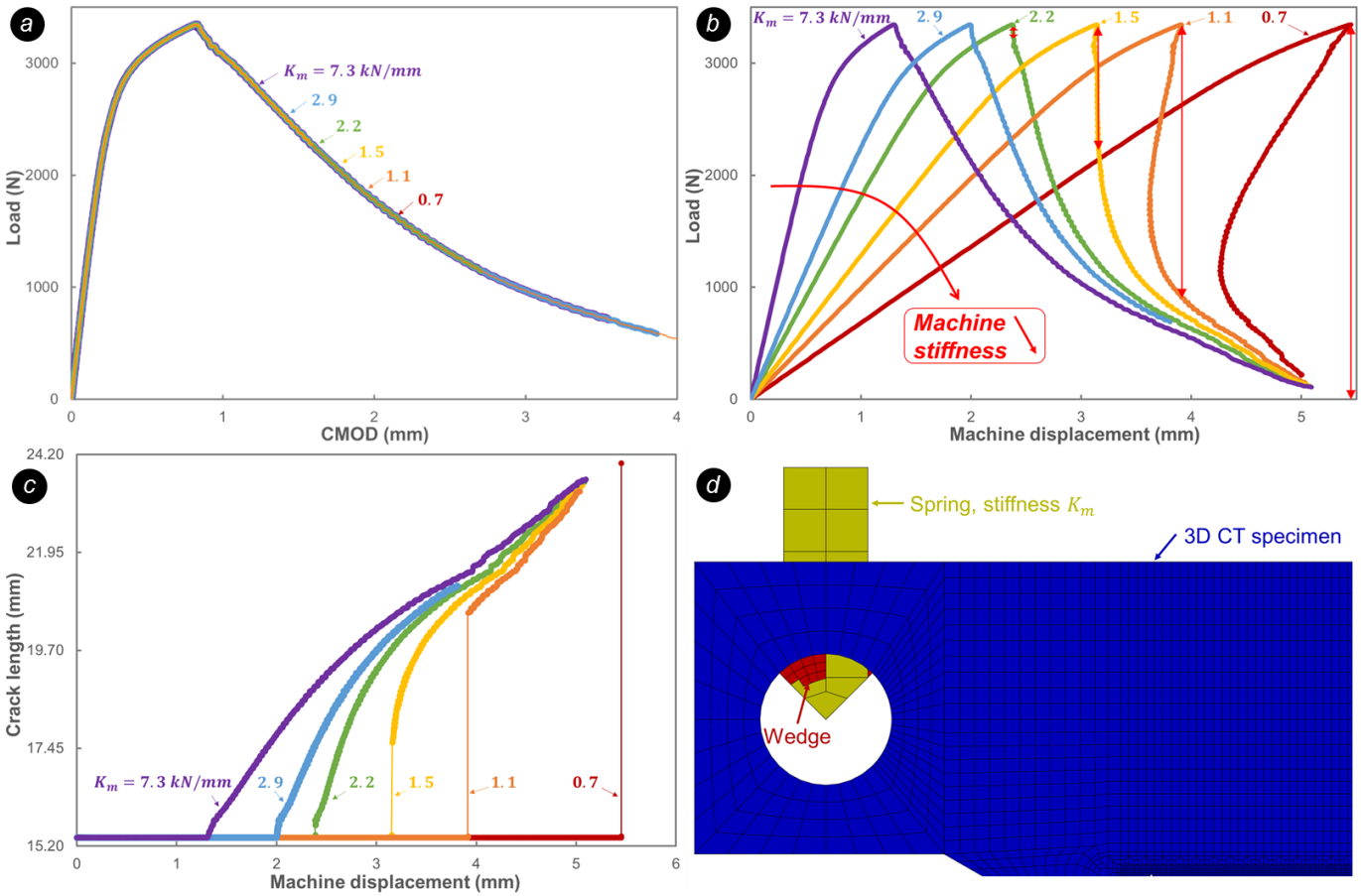


Figure 2 - Simulation de pop-in, avec différentes valeurs de raideur de la machine : a) Courbes force - ouverture ; b) Courbes force - déplacement de la machine ; c) Courbes longueur de la fissure - déplacement de la machine (sans les points enregistrés durant les snap-backs) ; d) Maillages de l'éprouvette (bleu), de la goupille (rouge) et du ressort (jaune) simulant la machine d'essai

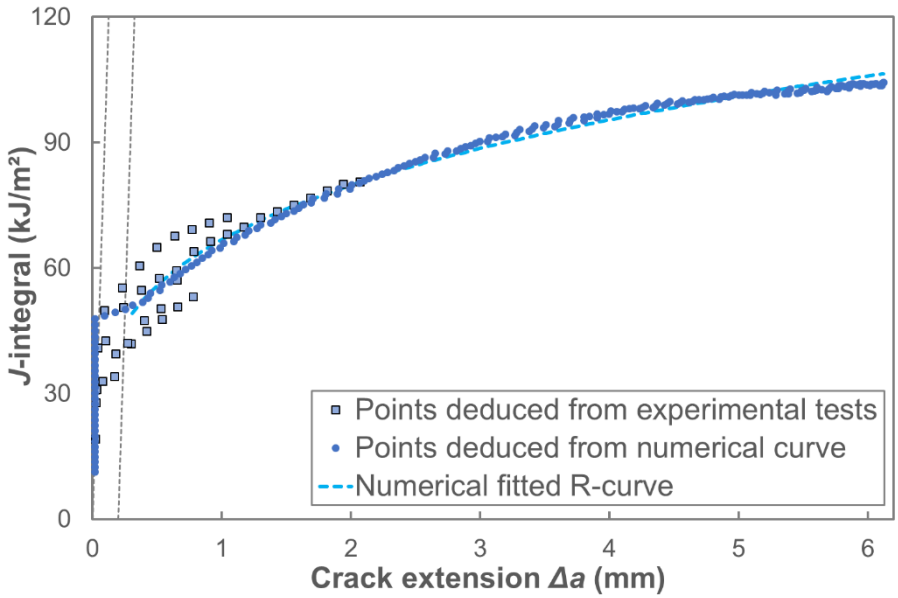


Figure 3 – Courbe J-Δa et R-curve déduites de la simulation avec K_m = 7.3 kN/mm. Les courbes déduites des autres simulations sont superposées. Les points expérimentaux issus des essais réalisés sur le même matériau (chapitre 3) sont également affichés.

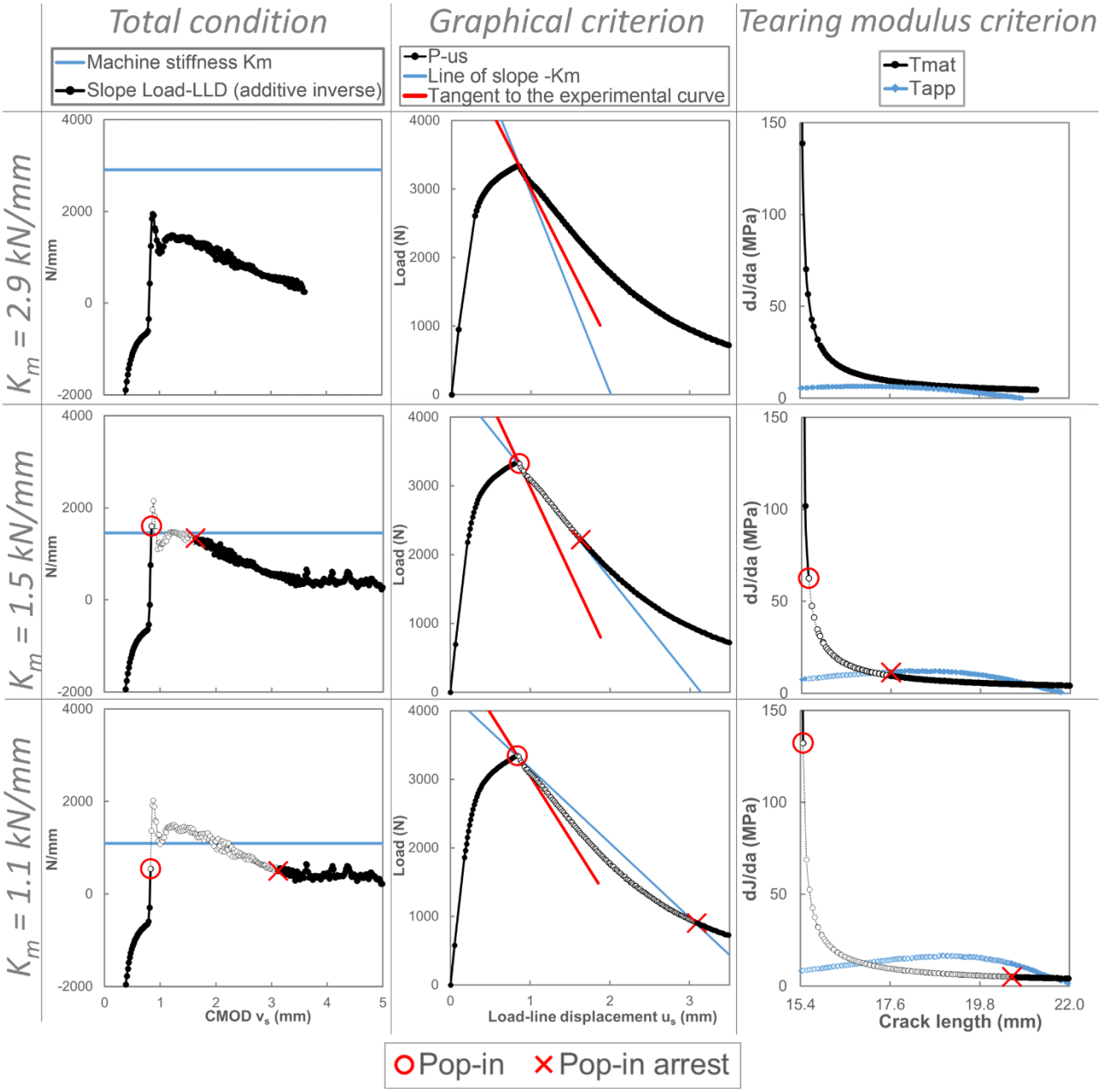


Figure 4 – Critères d'instabilité appliqués aux essais de ténacité simulés après 4 h de revenu

L'ajout de ressort permet donc de faire apparaître un pop-in. Il s'agit maintenant d'appliquer les critères d'instabilités établis au chapitre 4 à ces essais simulés. On constate que ces critères, appliqués dans la Figure 4 à trois de ces simulations, analysent correctement les essais et l'apparition d'instabilités :

1. Les critères issus de la courbe force - ouverture (« *total condition* » et « *graphical criterion* ») analysent parfaitement l'initiation des pop-ins et leur arrêt.

2. Le critère utilisant l'intégrale J (« *tearing modulus criterion* ») n'est cependant pas satisfaisant quantitativement sur l'exploitation de ces essais simulés : les intersections ne correspondent pas précisément à l'initiation et à l'arrêt des pop-ins. La grande sensibilité de la fonction $T_{app}(a, P)$ peut expliquer cette difficulté à caler correctement le critère. Cette grande sensibilité est notamment marquée sur la dépendance à la contrainte choisie (pour rappel, ici cette contrainte d'écoulement est choisie comme étant la moyenne de la limite d'élasticité et la résistance mécanique). Une solution

serait donc de jouer sur le choix de cette contrainte, ou encore sur d'autres paramètres du matériau comme γ (utilisé dans le chapitre 4 pour le calcul de la taille de la zone plastique).
Mais qualitativement la diminution de la raideur du ressort provoque bien la translation du module appliqué vers le haut, causant l'intersection des deux courbes : il n'y a pas d'intersection sur l'essai sans pop-in, à l'inverse des essais avec pop-in.

Il est à noter une précision : en réalité, il est possible d'obtenir les courbes des essais avec ressort sans lancer les simulations, mais seulement en se basant sur les données acquises avec une modélisation sans ressort, puis d'effectuer une correction. En effet, la simulation avec un ressort d'une raideur infinie permet d'obtenir la courbe $P^{\infty} = f(u_s^{\infty})$. Pour obtenir la courbe $P^K = g(u_t^K)$ issue d'une simulation avec un ressort de raideur K_m, il suffit d'appliquer la correction suivante :

$$u_t^K = u_s^{\infty} + \frac{P^{\infty}}{K_m}$$

Cette correction est appliquée dans la Figure 5 sur l'essai avec le ressort de raideur $1.1\ kN/mm$. La courbe orange est issue de la simulation présentée précédemment avec $K_m = 1.1\ kN/mm$; la courbe noire en pointillé provient de la simulation avec un ressort de raideur infinie ; la courbe noire continue est calculée à partir de cette deuxième simulation en appliquant la correction précédente. Il est clair que les courbes sont parfaitement superposées. L'introduction d'un ressort numérique et du pilotage de Riks est donc quelque peu superflue ici, étant donné qu'il suffisait de simuler un essai sans ressort et d'appliquer la correction. Mais premièrement, cela nous permet de vérifier la pertinence de nos résultats et d'assoir nos arguments vis-à-vis de l'origine du pop-in, et deuxièmement, la correction ne nous permet pas d'accéder directement à l'avancée de la fissure au cours de l'essai, mesure nécessaire à l'application du critère avec l'approche en *J*.

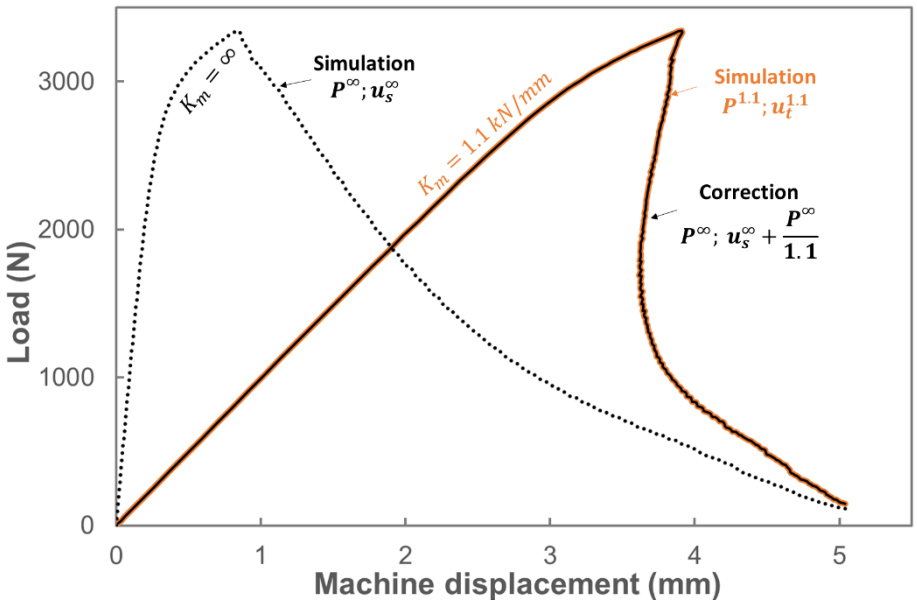


Figure 5 – Courbes force –déplacement : la courbe orange est issue de la simulation $K_m = 1.1\ kN/mm$; la courbe noire en pointillé provient de la simulation $K_m = \infty$; la courbe noire continue est calculée à partir de cette deuxième simulation en appliquant la correction.

4. CONCLUSION

Ces simulations prennent en compte les phénomènes physiques identifiés dans les chapitres précédents comme étant la cause de l'apparition de pop-in : d'un côté la modélisation correcte du comportement du matériau en ténacité, et plus particulièrement de son module de déchirement, de l'autre l'ajout de ressort permettant de modéliser l'interaction de l'éprouvette avec la rigidité de la machine d'essai.

Grâce à un pilotage adapté, les pop-ins sont modélisés. En modifiant seulement deux paramètres, à savoir le comportement élastoplastique du matériau et la raideur du ressort, il est possible de faire apparaître ou disparaître ce phénomène.

5. REFERENCES DU CHAPITRE 6

[1] Riks E. An incremental approach to the solution of snapping and buckling problems. Int J Solids Struct 1979;15:529–51. doi:10.1016/0020-7683(79)90081-7.

[2] Crisfield MA. A fast incremental/iterative solution procedure that handles "snap-through." Comput Struct 1981;13:55–62. doi:10.1016/0045-7949(81)90108-5.

[3] Powell G, Simons J. Improved iteration strategy for nonlinear structures. vol. 17. 1981. doi:10.1002/nme.1620171003.

[4] Ramm E. Strategies for Tracing Nonlinear Response Near Limit Points. 1981. doi:10.1007/978-3-642-81589-8_5.

Chapitre 7
Influence de l'irradiation neutronique

Le chapitre 1 bibliographique a montré que l'irradiation semble augmenter le phénomène de pop-in. Pour investiguer ce phénomène et en comprendre la cause, il faut s'intéresser à deux études liées. Premièrement, il s'agit de considérer l'influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques (notamment sur la résistance mécanique et le module de déchirement) et les mécanismes d'endommagement. Deuxièmement, il faut déterminer si les pop-ins observés à l'état irradié ont la même origine mécanique que ceux observés à l'état non irradié, à savoir l'interaction mise en évidence dans le chapitre 4 entre le module de déchirement et la raideur.

Pour répondre à ce double objectif, une campagne expérimentale a été mise en place sur un l'aluminium 6061-T6 irradié aux neutrons en réacteur, comprenant des traitements thermiques, des essais mécaniques et des fractographies. L'application des mêmes critères que ceux établis sur matériau non irradié permettra de statuer sur le type de pop-ins observé.

1. INTRODUCTION 162

2. METHODES 162

2.1. MATERIAU 162
2.2. CONDITIONS D'IRRADIATION 163
2.3. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET DISPOSITIFS D'ESSAIS 164

3. RESULTATS 166

3.1. ESSAIS DE TRACTION 166
3.2. ESSAIS DE TENACITE 167
3.3. FRACTOGRAPHIES 169

4. ANALYSE PAR LES CRITERES D'INSTABILITE 171

5. CONCLUSION 173

6. REFERENCES DU CHAPITRE 7 173

1. INTRODUCTION

Dans les chapitres précédents, nous avons montré que les pop-ins sont liés à une interaction entre la raideur de la machine et une diminution de la résistance à la propagation de fissure, quantifiable par la détermination du module de déchirement. Nous avons également montré que cette diminution n'est pas à relier à un changement des mécanismes d'endommagement ou à une modification de la précipitation grossière, mais est uniquement le résultat du durcissement de la matrice par la nanoprécipitation (observée à la sonde atomique tomographique). Par l'intermédiaire de simulations avec un critère de nucléation par les contraintes, le rôle clé de ce durcissement a été mis en évidence.

Or, comme exposé dans le chapitre 1 bibliographique, la littérature montre que l'irradiation provoque notamment deux effets sur l'aluminium 6061 :

- Premièrement un durcissement de l'alliage [1–9], dû aux dommages balistiques (qui provoquent des défauts comme les interstitiels, les lacunes, les dislocations, les cavités, …) [1–5], à la formation de bulles de gaz aux joints de grains [10], ou encore à la transmutation de l'aluminium en silicium [11].
- Deuxièmement une diminution des propriétés en ténacité [4–6], qui s'accompagne d'une augmentation du nombre de pop-ins [5,6], phénomène confirmé par le référencement effectué dans le cadre de la thèse sur 184 éprouvettes en 6061-T6 irradiées dans le réacteur expérimental OSIRIS du CEA Saclay dans le cadre d'un projet de recherche.

D'après les études présentées dans les chapitres précédents, on peut supposer qu'en vérité ces deux effets ne sont pas décorrélés : peut-être est-ce le durcissement induit par l'irradiation qui, à l'instar du durcissement structural induit par le revenu, provoque la diminution de la résistance à la propagation de fissure, ce qui favorise l'apparition de pop-ins.

La stratégie mise en place consiste donc à choisir un matériau qui montre beaucoup de pop-ins à l'état irradié, et à tenter d'adoucir le matériau par un traitement thermique adapté. L'objectif est de déterminer si cet adoucissement est accompagné d'une disparition des pop-ins. Les contraintes et précautions nécessaires à la manipulation de matériaux irradiés étant nombreuses, la campagne expérimentale est donc ambitieuse, car il s'agit d'effectuer plusieurs étapes :

- Irradiation (réalisée en amont de la thèse) dans le réacteur expérimental OSIRIS du CEA Saclay afin d'endommager suffisamment le matériau.
- Traitements thermiques adaptés afin d'adoucir le matériau, en essayant de créer des états métallurgiques intermédiaires.
- Essais de traction pour quantifier cet adoucissement
- Essais de ténacité pour quantifier la résistance à la propagation de fissure et le taux d'apparition de pop-ins.
- Fractographies au Microscope Electronique à Balayage (MEB) afin de caractériser les mécanismes d'endommagement.

Cette étude permettra également de comparer les résultats obtenus à l'état irradié à ceux de l'état non irradié, et d'appliquer les mêmes critères d'instabilité.

2. METHODES

2.1. Matériau

Cette étude a été réalisée sur une coulée d'aluminium 6061 dont le code matériau est J17 et dont la composition chimique est donnée dans le Tableau 1. Mise en forme par forge libre sous forme de virole, elle a été livrée à l'état T6 après une mise en solution à 530 °C pendant 4 h, une trempe à l'eau, et un

revenu à 175 °C pendant 8 h. Lors de précédentes études réalisées au CEA, tous les essais de ténacité réalisés sur éprouvette irradiée ont montré l'apparition d'au moins un pop-in (alors qu'à l'état non irradié, uniquement 70% des éprouvettes ont subi au moins un pop-in).

Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Mn	Zn	Ti	Al
0.65	1.01	0.24	0.18	0.30	0.09	0.20	0.02	bal.

Tableau 1 – Composition chimique (pourcentage massique) de la coulée J17 en 6061

Des éprouvettes de traction et de ténacité, dont les géométries sont les mêmes que celles du chapitre 3, ont été prélevées respectivement dans les sens C et CR. Tous les essais ont été réalisés dans le cadre de la thèse, exceptés cinq essais de traction (sur les éprouvettes 222, 223, 225, 251, 252) qui ont été effectués en amont, mais qui ont été réexploités. Tous ont été réalisés à température ambiante et sous atmosphère non contrôlée, aux états non irradié et irradié.

2.2. Conditions d'irradiation

Les éprouvettes à irradier ont été placées dans le réacteur nucléaire de recherche OSIRIS situé au CEA Saclay, de 2010 à 2013. Elles étaient disposées et maintenues dans des paniers empilés les uns au-dessus des autres dans la section interne d'une boite porte-échantillon (PE) en AG3. Le dispositif, une fois introduit dans sa boîte à eau, trempait directement dans l'eau en périphérie du réacteur. La température dans le PE, les paniers et les éprouvettes est obtenue par l'échauffement gamma seul (sans thermocouple), et le refroidissement est assuré par la convection forcée de l'eau circulant autour et à travers le PE. La température était mesurée par des calculs en surface des échantillons. La fluence intégrée (thermique, rapide) étaient mesurée et calculée a posteriori par le comptage d'intégrateurs de dose (fils de niobium, fils de fer ou de cuivre, fils d'aluminium-cobalt colaminé) placés dans des cartouches fixées sur les paniers : les dosimètres AlCo donnent les fluences et flux thermiques conventionnels, les dosimètres de nobium et fer les fluences et flux rapides (E> 1MeV).

Les conditions visées pour l'irradiation étaient les plus proches possibles des conditions de flux qui seront vues par le caisson du Réacteur Jules Horowitz (RJH) en fonctionnement, à la fois en termes de flux de neutrons thermiques et d'indice de spectre : le flux neutronique thermique le plus élevé est obtenu en première périphérie du cœur d'OSIRIS, où le rapport flux thermique / flux rapide est d'environ 10. Ce rapport est jugé satisfaisant puisqu'il est pénalisant en termes de fragilisation sous irradiation en comparaison avec le rapport d'environ 2 sur le caisson du RJH. Dans l'emplacement choisi pour les éprouvettes de cette étude, le rapport était de 8 au plan de flux maximal (PFM). De façon à homogénéiser le flux vu par les éprouvettes, des rotations de 180° du porte-échantillon ont été effectuées à chaque intercycle d'irradiation. Les conditions d'irradiations obtenues en piscine OSIRIS pour cette expérience étaient les suivantes :

- Milieu : eau.
- Température d'irradiation à cœur des éprouvettes : 40 à 50 °C en fonction du type d'éprouvette (généralement les éprouvettes les plus massives, i. e. les ténacités, sont les plus chaudes).
- Flux thermique conventionnel corrigé au PFM : $2{,}43.10^{14}$ $n.cm^{-2}.s^{-1}$.
- Flux rapide au PFM : $2{,}95.10^{13}$ $n.cm^{-2}.s^{-1}$ au centre d'un panier, au PFM.

Au final, les éprouvettes irradiées de traction et de ténacité ont subi respectivement 18 et 20 cycles d'irradiation, ce qui correspond à une fluence thermique conventionnelle moyenne d'environ $6{,}8.10^{21}$ $n_{th.conv}.cm^{-2}$. Au PFM du caisson du RJH, cela équivaut à 197 Jours Equivalents Pleine Puissance (JEPP) soit 0,76 Année Equivalente Pleine Puissance (AEPP). Les taux d'irradiation reçus par chaque éprouvette sont indiqués dans le Tableau 2.

Les paniers ont été ensuite déconditionnés en enceinte blindée dans le Laboratoire d'Etudes des Combustibles Irradiés (LECI), qui constitue l'Installation Nucléaire de Base (INB) n°50 du CEA Saclay,

au sein du Service d'Etudes des Matériaux Irradiés (SEMI) du Département des Matériaux Nucléaires (DMN).

2.3. Protocoles expérimentaux et dispositifs d'essais

L'Installation Nucléaire de Base

Tous les essais sur éprouvettes irradiées ont été réalisés au LECI dans des enceintes blindées constituées d'un caisson en acier inoxydable (confinement) sur lequel un assemblage boulonné de panneaux en plomb est réalisé (protection radiologique). Ces enceintes sont équipées de hublots et de bras télémanipulateurs robotisés permettant de manipuler le matériau irradié à distance et sans risque de contamination ni d'irradiation. Ces enceintes sont organisées en ligne (Figure 1).

Figure 1 – Photo de la ligne de cellules blindées au LECI

Préfissuration

Les éprouvettes de ténacité ont tout d'abord été préfissurées sur une machine hydraulique de traction/compression Instron 8800 nucléarisée (Figure 2) équipée d'une cellule de force de 25 kN, afin d'obtenir une préfissure d'une longueur théorique de 15 mm.

Traitements thermiques

Dans l'objectif d'adoucir le matériau, plusieurs traitements thermiques (notés TTh, ou HT pour Heat Treatment) ont ensuite été réalisés dans une étuve d'oxydation OV 1738 nucléarisée. Pour chaque traitement thermique, une éprouvette de traction et de ténacité ont été introduites dans le four éteint, ainsi qu'une éprouvette témoin instrumentée d'un thermocouple afin de contrôler la température à l'intérieur de l'enceinte. La montée en température a duré de 30 à 60 min en fonction de la température désirée, à laquelle le four était ensuite maintenu pendant une durée précise. Le four a été ensuite éteint et ouvert afin de refroidir les éprouvettes. Les vitesses de refroidissement obtenues étaient d'environ 10 °C/min. Du plus léger au plus sévère, les TTh appliqués ont été les suivants : aucun, 12 h à 175 °C, 24 h à 175 °C, 3 h à 250 °C, 3 h à 300 °C, 3 h à 415 °C (Tableau 2).

Essais mécaniques

Les essais mécaniques ont ensuite été effectués :

- D'une part, les essais de traction ont été réalisés sur une machine Instron 8862 électromécanique nucléarisée équipée d'une cellule de force de 50 kN (Figure 2), à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1}.
- D'autre part, les éprouvettes de ténacité ont été testées de façon monotone (sans décharges partielles) sur la même machine hydraulique de traction/compression que pour les préfissurations, à une vitesse de déplacement de la traverse de 0,15 mm/min. L'ouverture de l'éprouvette (CMOD) est enregistrée par un extensomètre à lames EL 7/11/-160 LESCATE.. Ces éprouvettes ont ensuite été postfissurées en fatigue, puis observées au macroscope, afin de déterminer les avancées réelles initiales et finales de la fissure.

Type d'essais		Irradiation				Epr.	TTh		
		Cycles	Fluence thermique				Durée	Temp.	
			aepp	10^{21} $n_{th.conv}/cm^2$			h	°C	
Traction		Non irradié				251	Aucun		
						252			
		18	0,89	7,52	7,50	222	Aucun		
					7,45	223			
					7,52	225			
			0,73	6,18	6,19	245	12	175	
					6,15	246	24		
					6,31	249	3	250	
					6,21	248	3	300	
					6,15	247	3	415	
Ténacité	Avec décharges	Non irradié				J17-1	Aucun		
						J17-2			
						J17-3			
	Monotone	20	0,79	6,70	6,91	159	Aucun		+MEB
					6,72	165	12	175	
					6,67	161	24		
					6,63	169	3	250	
					6,87	167	3	300	+MEB
					6,89	163	3	415	

Tableau 2 – Fluences d'irradiation et traitements thermiques appliqués aux éprouvettes testées pour l'étude de l'effet de l'irradiation

Microscopie Electronique à Balayge (MEB)

Afin de comparer les mécanismes d'endommagement avec l'état non irradié et entre deux éprouvettes avec et sans pop-in, deux demi-éprouvettes de ténacité, issues des éprouvettes 159 (aucun TTh, avec pop-ins) et 167 (3 h à 300 °C, sans pop-in), ont été choisies pour être étudiées au MEB. Chaque demi-éprouvette a subi plusieurs nettoyages à l'alcool éthylique dans un bac à ultrasons, puis a été nettoyée et séchée. Des débits de dose ont été mesurés : 37,1 mSv/h pour la demi-éprouvette issue de 159, 45,1 mSv/h pour celle issue de 167.

Les analyses ont été réalisées sur un microscope nucléarisé ZEISS SUPRA 55 installé dans une cellule blindée du LECI. Il s'agit d'un MEB FEG (Field Emission Gun) muni de plusieurs détecteurs : détecteur en électrons secondaires, détecteur en électrons rétrodiffusés à quatre quadrants, et détecteur « intra colonne » in lens. Le MEB est muni de trois systèmes d'analyse de la société Oxford : EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), WDS (Wavelength Dispersive Spectroscopy) et EBSD (Electron Backscatter Diffraction). Le MEB a été nucléarisé (Figure 2) pour accueillir des échantillons actifs jusqu'à un débit de dose de 500 mSv/h. Pour les deux échantillons de cette étude, les conditions

d'observations étaient les suivantes : détecteur d'électrons secondaires, tension d'accélération de 10 kV, diaphragme de 60 µm, distance de travail de 8 mm.

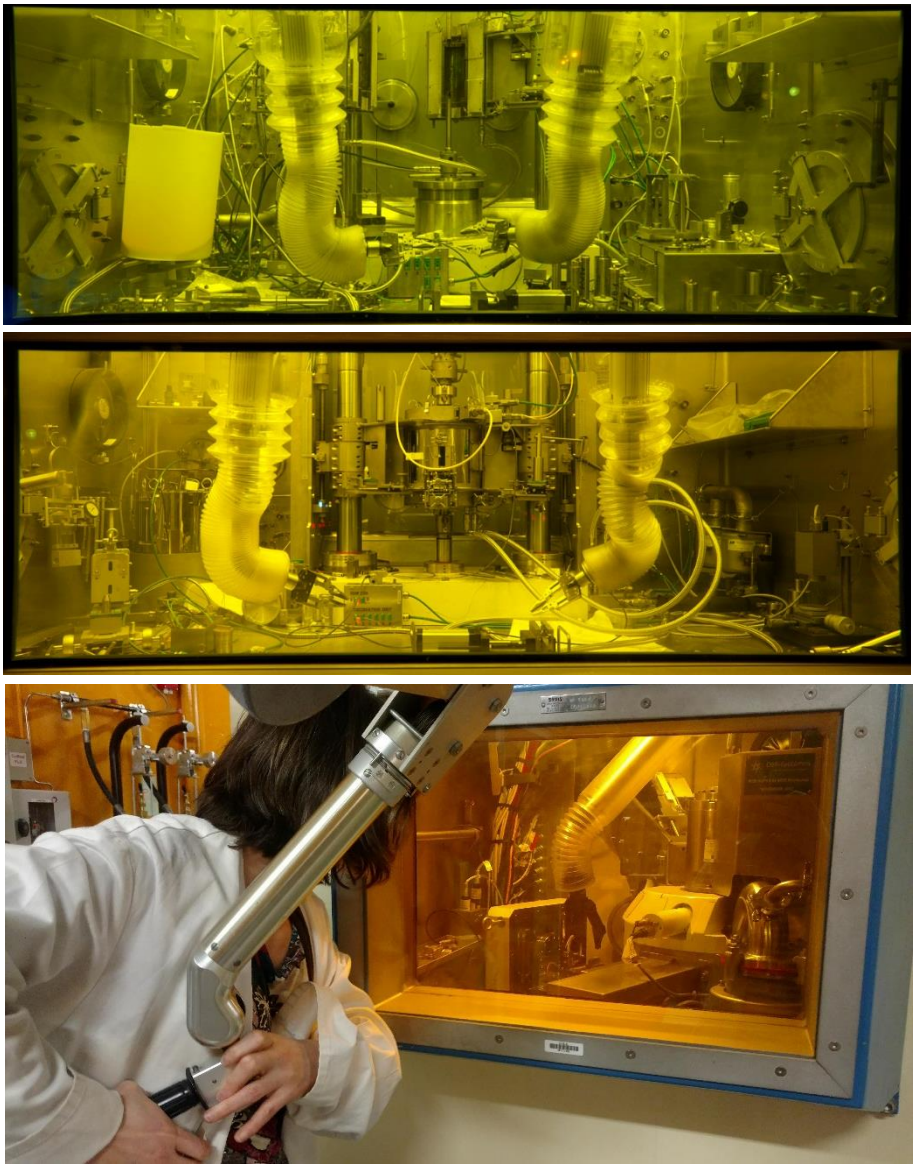


Figure 2 - Photos d'équipements nucléarisés en cellules blindées utilisés pour les essais de traction (en haut), de ténacité (au milieu) et les analyses MEB (en bas)

3. RESULTATS

3.1. Essais de traction

Les essais de traction sont dépouillés de la même façon que ceux du chapitre 3, notamment en ajustant une loi élastoplastique de Voce [12]. La Figure 3 montre les résultats de ces essais.

Sans TTh, l'irradiation a provoqué le durcissement de l'alliage d'aluminium (Tableau 3). Les TTh, de plus en plus sévères, ont provoqué un adoucissement progressif du matériau irradié (Tableau 4).

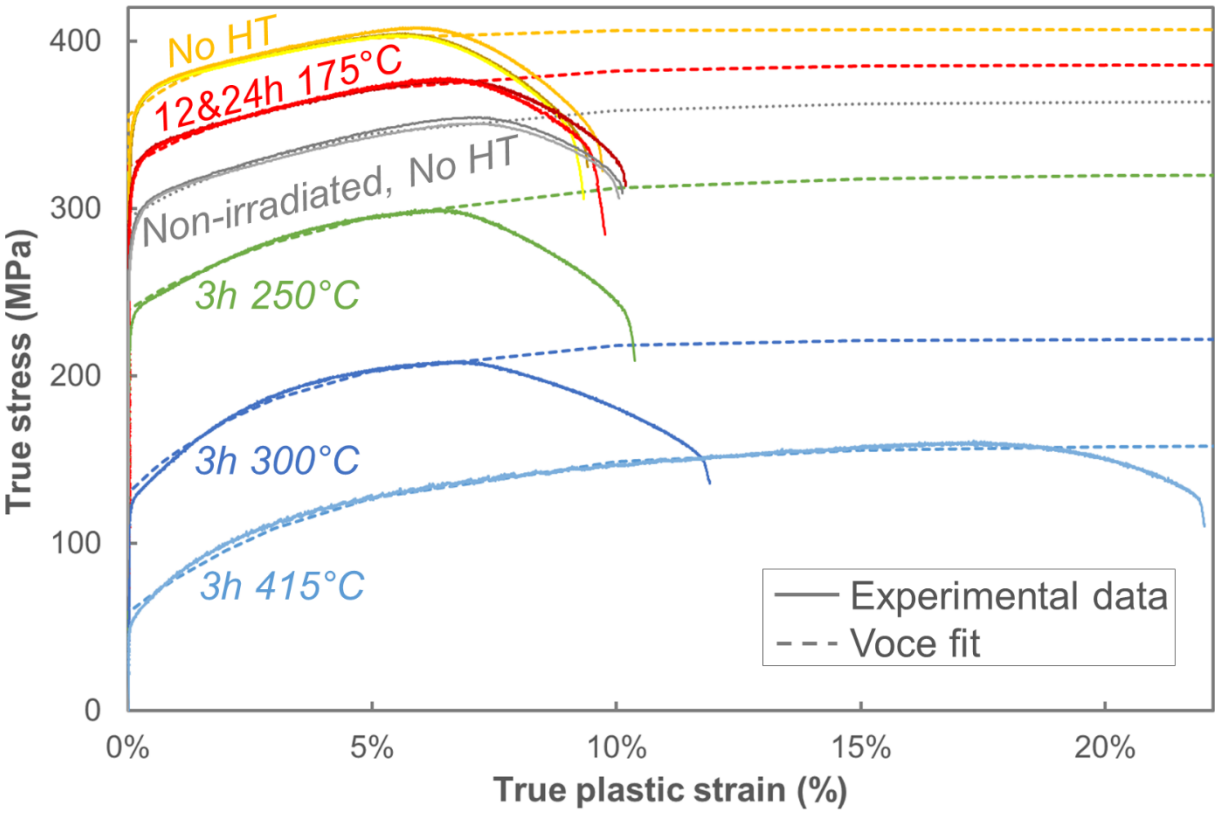


Figure 3 – Courbes de traction expérimentales et ajustées (loi de Voce) des éprouvettes non irradiées (en gris, sans TTh/HT) et irradiées (toutes les autres courbes, avec ou sans TTh/HT) ; les valeurs de contraintes après le maximum ne correspondent pas à la contrainte vraie et sont données pour information sur la ductilité

	$R_{p0,2}$	R_m	$R_m/R_{p0,2}$	A_g	A
	MPa	**MPa**		**%**	**%**
Non irradié	295	330	1,12	6,6	10,7
Irradié	356	380	1,07	4,9	9,8

Tableau 3 – Effet de l'irradiation : propriétés en traction moyennées sur les éprouvettes sans TTh, non irradiées (épr. 251, 252) et irradiées (épr. 222, 223, 225)

	$R_{p0,2}$	R_m	$R_m/R_{p0,2}$	A_g	A
	MPa	**MPa**		**%**	**%**
Pas de TTh	356	380	1,07	4,9	9,8
12&24 h, 175 °C	324	353	1,09	5,6	9,7
3 h, 250 °C	240	280	1,17	5,8	10,8
3 h, 300 °C	130	194	1,49	6,5	12,5
3 h, 415 °C	59	135	2,29	16,2	23,6

Tableau 4 – Effet des TTh : propriétés en traction moyennées sur les éprouvettes irradiées

3.2. Essais de ténacité

Les essais de ténacité sont dépouillés de la même façon que ceux du chapitre 3. Pour les essais avec décharges réalisés à l'état non irradié, seule l'enveloppe (c'est-à-dire les derniers points atteints à la fin de chaque charge de chaque cycle) est affichée ici. La Figure 4 montre les courbes force-déplacement de la traverse de ces essais.

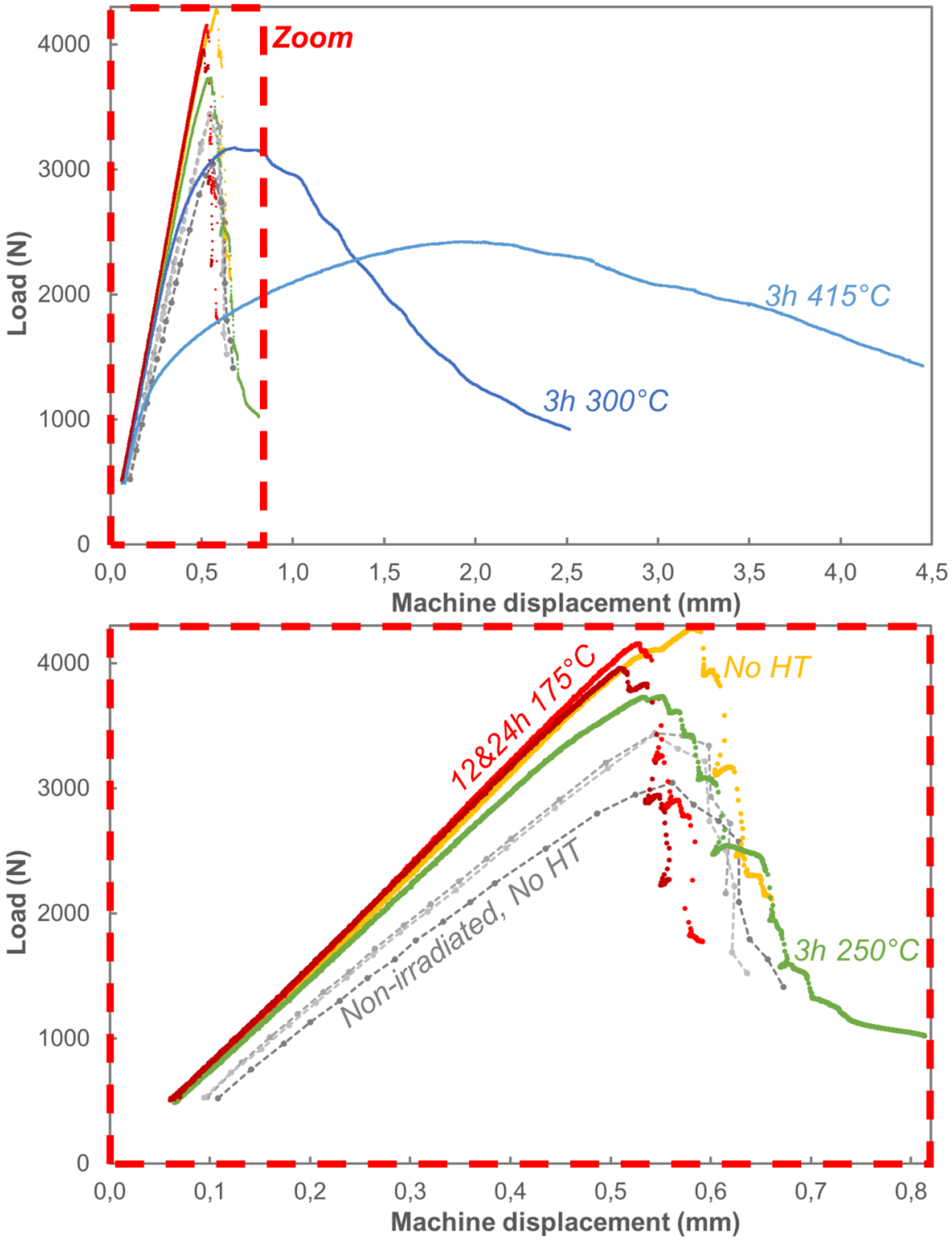


Figure 4 – Courbes force-déplacement traverse des éprouvettes non irradiées (en gris, sans TTh/HT) et irradiées (toutes les autres courbes, avec ou sans TTh/HT)

Deux types de comportement sont observés, notamment vis-à-vis des pop-ins (Tableau 5). Le premier comportement est très proche de l'état non irradié et concerne les éprouvettes n'ayant subi aucun TTh ou celles ayant subi un TTh de 12 ou 24 h à 175 °C, ou de 3 h à 250 °C : la charge monte à des valeurs élevées pour un déplacement machine réduit, puis chute rapidement après le maximum et l'éprouvette subit de nombreux pop-ins. Le deuxième comportement concerne les éprouvettes ayant subi un TTh de 3 h à 300 ou 415°C : la charge est moins élevée, puis la pente après le maximum est beaucoup plus douce et les pop-ins disparaissent.

Etat		Non irradié			Irradié				
TTh	**°C**	Aucun			175 °C		250 °C	300 °C	415 °C
	h				12 h	24 h	3 h		
Nombre de pop-ins		2	3	3	3*	3	2	4	0*	0

Tableau 5 – Nombre de pop-ins pour chaque essai de ténacité (: éprouvettes observées au MEB)*

Concernant les éprouvettes avec pop-in, ce comportement était prévisible, étant donné que le référencement d'essais antérieurs à la thèse avait montré que ce matériau était particulièrement sujet aux pop-ins. Soulignons qu'il est facilement observable, notamment après le traitement à 250 °C, que ces derniers interviennent bien systématiquement à force décroissante (comme démontré dans le chapitre 4), même à l'état irradié.

3.3. Fractographies

Deux éprouvettes rompues de ténacité ont été observées au MEB : la première est issue de l'éprouvette 159 (aucun TTh, trois pop-ins successifs), la deuxième de l'éprouvette 167 (3 h à 300 °C, pas de pop-in). La Figure 5 compare les zones représentatives de chaque faciès de rupture à grossissement égal.

Les deux clichés du haut résultent chacun de la juxtaposition de seize clichés pris à plus fort grossissement. Ils permettent d'avoir une vision précise de l'aspect global des faciès, et de déterminer les avancées initiales (fin de la zone de préfissuration) et finales (début de la zone de postfissuration) de la fissure, en moyennant à chaque fois vingt mesures effectuées sur toute la largeur des éprouvettes. On constate que ces avancées sont quasi-identiques pour les deux éprouvettes, ce qui rend leur comparaison d'autant plus intéressante.

Les faciès sont typiquement ductiles. Les cupules, très nombreuses, se trouvent sous deux tailles caractéristiques : majoritairement des grosses cupules d'un diamètre caractéristique de 10 à 20 µm (sur les zones de coalescence par striction interne), et quelques régions où les cupules sont plus petites, d'un diamètre caractéristique de 1 µm (sur les zones de cisaillement, avec coalescence par ‘‘void sheeting’’). Des particules se trouvent au fond de la quasi-totalité de ces cupules. Dans le cas contraire, il est très probable que ces particules se situent dans le fond de la cupule située dans la deuxième demi-éprouvette. Des analyses EDS ont été réalisées sur quelques particules, démontrant que la majorité sont des particules de Mg_2Si grossières et que quelques-unes sont des Intermétalliques au Fer. La quasi-totalité de ces particules sont rompues et présentent de très nombreuses fissures.

Concernant les mécanismes d'endommagement, il est donc important de souligner que pour les deux demi-éprouvettes :

- La rupture est typiquement ductile, ce qui se traduit par la présence de très nombreuses cupules sur l'ensemble des faciès.
- La germination est contrôlée par les précipités grossiers, principalement par les Mg_2Si avec un rôle moindre des IMF. La quasi-totalité de ces précipités sont rompus (peut-être davantage d'ailleurs à l'état irradié, ce qui indiquerait une fragilisation des précipités avec l'irradiation). Cela signifie que le mode de germination principal est la rupture par clivage (ou fragmentation), et non par décohésion inclusion-matrice.
- La croissance et la coalescence s'effectuent par striction interne principalement (avec des cupules d'environ 10-20 µm de diamètre) et par void-sheeting sur quelques zones de cisaillement (avec des cupules d'environ 1 µm de diamètre).

Premièrement, on constate donc qu'il n'y a pas de différence de faciès de rupture entre les deux éprouvettes, que des pop-ins soient ou non intervenus. Sur l'aluminium 6061 et au niveau des mécanismes d'endommagement, le pop-in n'est donc pas décelable à l'état irradié.

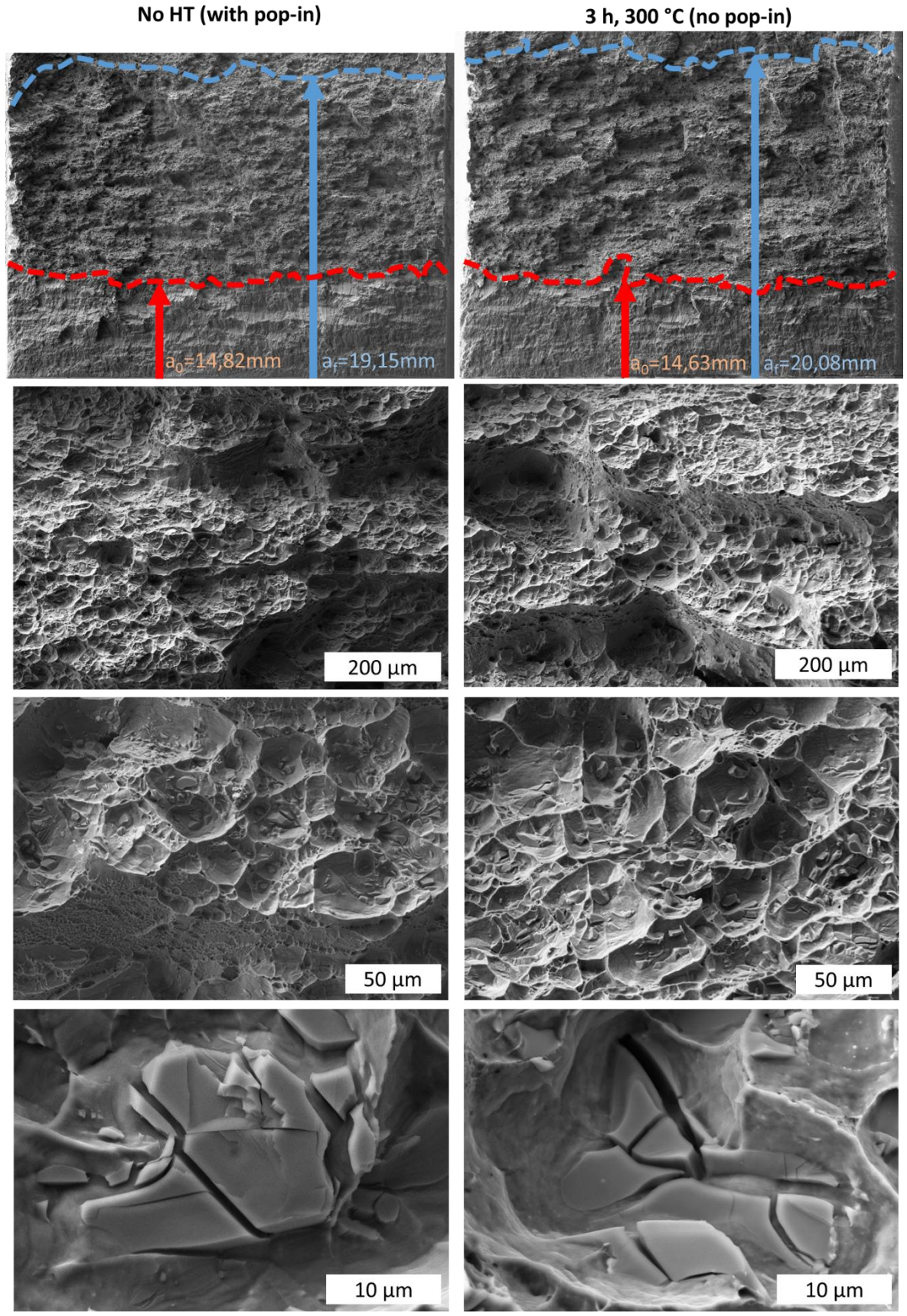


Figure 5 – Fractographies à différents grossissement de deux éprouvettes de ténacité irradiées, avec pop-ins (à gauche, pas de TTh) et sans pop-in (à droite, 3 h à 300 °C)

Deuxièmement, ce résultat est en accord avec les observations menées à l'état non irradié du chapitre 5, où le pop-in n'est pas non plus identifiable. Les mécanismes d'endommagement ne semblent pas être profondément altérés par l'irradiation à cette échelle.

4. ANALYSE PAR LES CRITERES D'INSTABILITE

On constate donc que l'irradiation provoque le durcissement du matériau, qui s'accompagne d'une augmentation du nombre de pop-ins. Avec des TTh de plus en plus sévères à l'état irradié, on provoque un adoucissement progressif du matériau et une disparition des pop-ins. De même qu'à l'état non irradié, l'analyse des mécanismes d'endommagement montre que les éprouvettes avec et sans pop-in ne montrent pas de différence de faciès de rupture et que le pop-in est indétectable. Cela laisse supposer que, là encore, le type de pop-in intervenant sur le 6061 irradié est une accélération de la propagation de la fissure, et qu'ils ne résultent pas d'une modification des mécanismes d'endommagement. Afin de s'assurer qu'il s'agit bien de ce type de pop-in même à l'état irradié, il est nécessaire d'appliquer les mêmes critères d'instabilité démontrés dans le chapitre 4. Les deux essais correspondant aux éprouvettes analysées au MEB, à savoir les éprouvettes 159 (aucun TTh, trois pop-ins successifs) et 167 (3 h à 300 °C, pas de pop-in), ont été choisis.

Les courbes *J-da*, obtenues par la méthode numérique de dépouillement de la keycurve développée dans les chapitres 3 et 4, sont déduites des courbes force-ouverture et sont superposées dans la Figure 6. Le Tableau 6 montre les valeurs de résistance à l'amorçage $J_{0,2}$ et du module de déchirement T_{mat} déduites de ces courbes. Comme attendu, la disparition des pop-ins avec le TTh est accompagnée d'une nette augmentation des propriétés en ténacité.

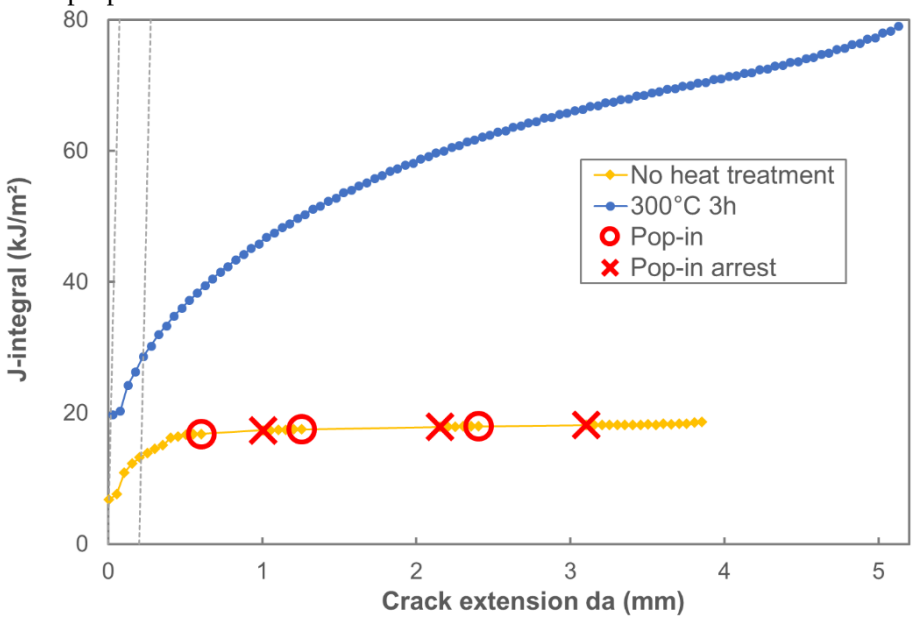


Figure 6 – Courbes expérimentales J-da déduites des essais de ténacité sur éprouvettes irradiées sans TTh et après 3 h à 300 °C

		Pas de TTh	3 h 300°C
$J_{0,2}$	kJ/m²	13,2	29,7
T_{mat}	MPa	0,6	14,7

Tableau 6 – Propriétés en ténacité déterminées à partir de la Figure 6

Les critères d'instabilité sont appliqués dans la Figure 7. Ici, la raideur de la machine d'essai est constante (18 kN/mm). L'essai sans pop-in est bien conforme à un état stable selon les critères, tandis

que les pop-ins du deuxième essai sont correctement analysés et correspondent à des instabilités mécaniques.

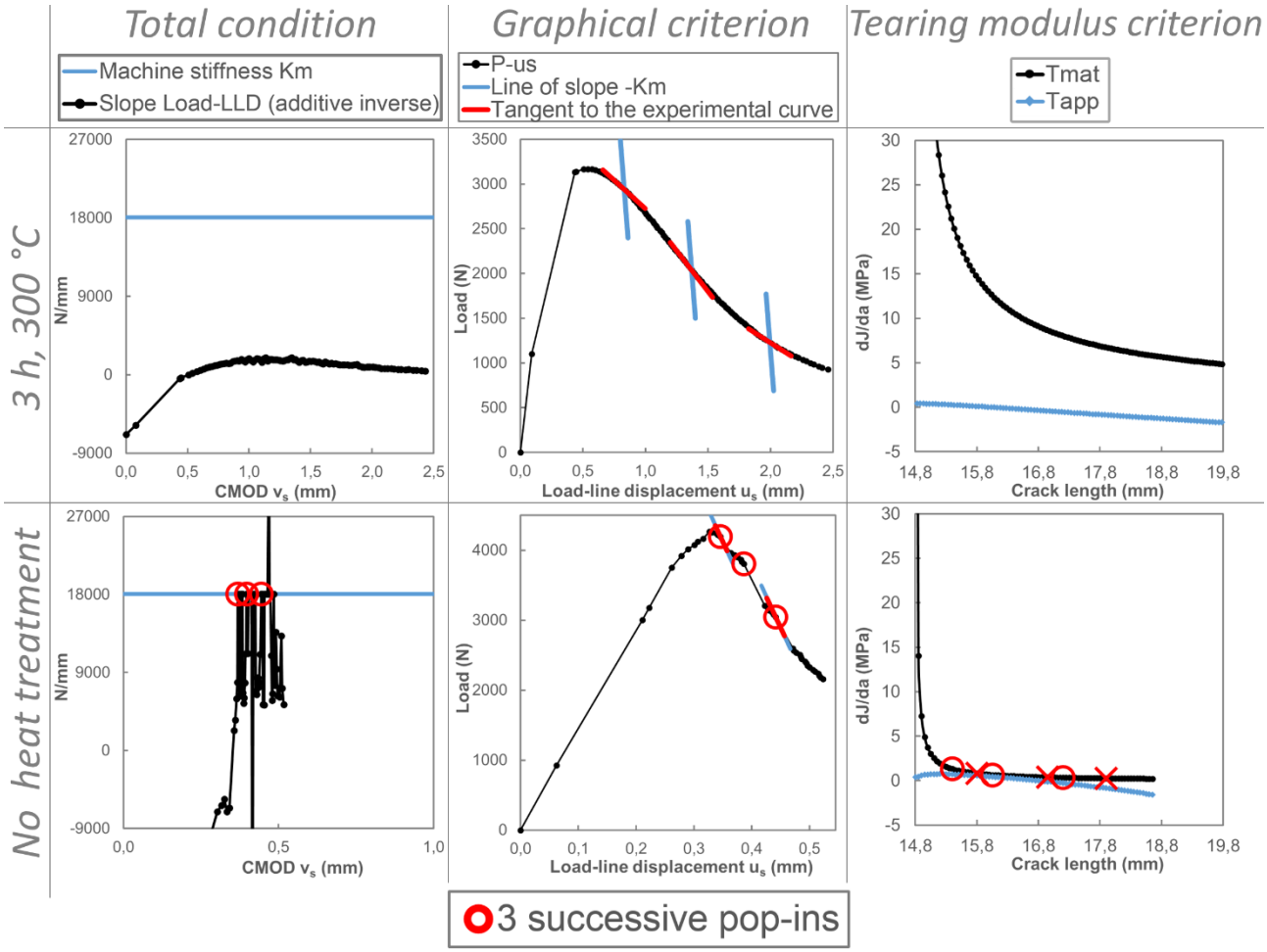


Figure 7 – Critères d'instabilité appliqués aux essais de ténacité sur éprouvettes irradiées : après 3 h à 300 °C (en haut) et sans TTh (en bas)

Les pop-ins observés à l'état irradié sont donc effectivement du même type que ceux intervenant à l'état non irradié : ce sont des instabilités mécaniques, et ils ne sont pas dus à une hétérogénéité microstructurale. C'est la diminution du module de déchirement qui est responsable de leur apparition, en favorisant certaines conditions instables d'interaction avec la raideur du système.

Cette diminution du module de déchirement résulte directement du durcissement de la matrice, provoqué par l'irradiation et les défauts qu'elle engendre. C'est le même raisonnement qui a été mis en évidence à l'état non irradié dans les chapitres précédents, en provoquant le durcissement non par irradiation mais par des revenus adaptés.

Le durcissement influant donc directement sur la ténacité, l'insertion d'un critère de germination pilotée par la contrainte (décrit dans le Chapitre 5) semble d'autant plus pertinente. En effet, les niveaux de contrainte atteints via le durcissement (quelle que soit son origine) semblent réellement prédominants par rapport à la microstructure ou aux mécanismes d'endommagement.

5. CONCLUSION

L'irradiation neutronique provoque le durcissement de l'alliage d'aluminium 6061 par différents phénomènes (dommages, défauts, bulles, transmutation, …). Ce durcissement de la matrice, s'il est par essence différent de celui provoqué par exemple par le revenu pour atteindre l'état T6, engendre le même résultat : la diminution du module de déchirement. Couplée à la rigidité du système, cette diminution favorise les conditions menant à des configurations d'instabilité, ce qui déclenche l'apparition de pop-in. Ces pop-ins sont donc eux-aussi des accélérations de la rupture ductile, et ne sont pas le résultat de changements des mécanismes d'endommagement.

6. REFERENCES DU CHAPITRE 7

[1] Farrell K, King RT. Tensile properties of neutron-irradiated 6061 aluminum alloy in annealed and precipitation-hardened conditions. Eff Radiat Struct Mater ASTM STP 683 1978:440–9.
[2] Farrell K, Richt AE. Postirradiation properties of the 6061-T6 aluminum High Flux Isotope Reactor hydraulic tube. 1976.
[3] King RT, Jostsons A, Farrell K. Neutron irradiation damage in a precipitation-hardened aluminum alloy. Amer Soc Test Mater Spec Tech Publ 1973:165–80.
[4] Weeks J, Czaijkowski C, Farrell K. Effects of high thermal neutron fluences on type 6061 aluminum. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1175 Am Soc Test Mater Phila USA 1992.
[5] Alexander D. The effect of irradiation on the mechanical properties of 6061-T651 aluminum. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1175 Am Soc Test Mater Phila USA 1993.
[6] Alexander D. The Effects of Irradiation on the Mechanical Properties of 6061 -T651 Aluminium Base Metal and Weldments. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1325 Am Soc Test Mater 1999:1027–44.
[7] Farrell K. Microstructure and tensile properties of heavily irradiated 5052-0 aluminum alloy. J Nucl Mater 1981;97:33–43. doi:10.1016/0022-3115(81)90415-3.
[8] Kapusta B, Catherine CS, Averty X, Campioni G, Ballagny A. Mechanical Characteristics of 5754-Net-O Aluminum Alloy Irradiated up to High Fluences: Neutron Spectrum and Temperature Effects. 1st Joint Meeting of the National Organization of Test, Research and Training Reactors And The International Group on Research Reactors., Gaithersburg, USA: 2005.
[9] Munitz A, Shtechman A, Cotler C, Talianker M, Dahan S. Mechanical properties and microstructure of neutron irradiated cold worked Al-6063 alloy. J Nucl Mater 1998;252:79–88. doi:10.1016/S0022-3115(97)00293-6.
[10] Kapusta B. Estimation du gonflement du 6061-T6. Note CEA, SEMI/LCMI/NE/2008/003/A. 2008.
[11] Jostsons A, King RT. Transmutation-produced Mg2Si precipitation in an irradiated Al-2.5% Mg alloy. Scr Metall 1972;6:447–51. doi:10.1016/0036-9748(72)90027-0.
[12] Voce E. The relationship between stress and strain for homogeneous deformations. J Inst Met 1948;74:537-562.

CONCLUSION

Le phénomène de pop-in est un phénomène d'instabilité de propagation de fissure observé lors d'essais de ténacité sur certains matériaux métalliques. Cette propriété étant utilisée pour le dimensionnement et la justification de l'intégrité des structures, la compréhension du phénomène de pop-in est donc particulièrement importante pour une évaluation robuste de la ténacité de ces matériaux.

Ce phénomène a été observé sur l'alliage d'aluminium 6061-T6 qui a été identifié pour constituer des éléments de structure essentiels du cœur du réacteur de recherche Jules Horowitz. Cette thèse a été initiée pour comprendre l'origine de ce phénomène sur l'aluminium 6061-T6 et en proposer une modélisation à bases physiques qui pourra être utilisée pour l'exploitation et l'interprétation des essais de ténacité, notamment à l'état irradié.

L'objectif de ce travail était donc triple : premièrement, déterminer et analyser l'origine du phénomène de pop-in ; deuxièmement, le modéliser en se basant sur les bases physiques identifiées précédemment ; troisièmement, appréhender et prévoir l'influence de l'irradiation sur ce comportement. Les objectifs sous-jacents étaient de comprendre les mécanismes d'endommagement de l'alliage et de développer des outils de modélisation de la rupture ductile de cet alliage d'aluminium.

Les investigations bibliographiques ont mis en évidence que dans la très grande majorité des cas, et sur plusieurs matériaux, les pop-ins étaient attribués à une origine microstructurale. Certaines études mettent en cause un phénomène de vieillissement dynamique de type Portevin Le Chatelier (PLC). Mais la plupart relie les pop-ins à une hétérogénéité microstructurale ou à une zone faible : précipités grossiers, amas de porosités, ségrégations d'éléments, Zone Locale Fragile, joints de grains affaiblis, ... Cependant, à la fin des années 1970 et au début des années 1980, un petit groupe d'auteurs (regroupés autour de Paris, Tada, Zahoor, Ernst, Turner) a mis en évidence que des instabilités de propagation de fissure pouvaient apparaître même sur un matériau totalement homogène ; ces instabilités résulteraient d'une interaction entre la rigidité du système d'essai et la résistance à la propagation de fissure du matériau testé (quantifiée par son module de déchirement).

Expérimentalement, la démarche entreprise a tout d'abord consisté à tester de façon systématique les différentes pistes identifiées précédemment. Des traitements thermiques adaptés (4, 8, 12 ou 16 h de revenu à 175 °C) ont été appliqués afin d'obtenir, à composition chimique égale, des états métallurgiques avec des comportements mécaniques différents. Ces derniers ont été étudiés par la réalisation d'essais de traction monotones et d'essais de ténacité monotones ou avec décharges intermédiaires. A l'occasion de ces essais de ténacité, une méthode de dépouillement originale, dite de la « keycurve », a été développée. Elle a ensuite été validée en comparant les résultats avec ceux obtenus via la méthode de dépouillement plus classique utilisant les décharges intermédiaires. Cette campagne expérimentale sur matériau non irradié a permis de mettre en évidence plusieurs résultats.

Tout d'abord, les pop-ins observés ne sont pas dus à un effet Portevin-Le Chatelier. Cet effet est très peu marqué sur l'alliage d'étude aux températures (-20, 20 et 70 °C) et vitesses de déformation (10^{-5} à 10^{-2} s^{-1}) testées, excepté sur certains essais non monotones.

Ensuite, les pop-ins observés ne correspondent pas à une instabilité liée à une hétérogénéité microstructurale ; ils sont invisibles en matière de mécanismes d'endommagement, car la rupture est typiquement ductile, qu'un pop-in soit intervenu ou non. Aucune zone faible n'a été repérée en cas de pop-in. Ces mécanismes et les différentes microstructures ont été comparés, observés ou quantifiés par le biais de plusieurs techniques et instruments : Microscope Electronique à Balayage, EBSD (Electron

Backscatter Diffraction), EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), Sonde Atomique Tomographique, tomographie, laminographie et nanolaminographie par rayonnement synchrotron. Les pop-ins sont donc uniquement le résultat d'une accélération de la rupture ductile.

Enfin, cette accélération est favorisée par deux paramètres : une résistance réduite du matériau à la propagation de fissure (c'est-à-dire un faible module de déchirement), et une complaisance importante du dispositif d'essai (c'est-à-dire une faible raideur). Pour mettre en évidence ce dernier paramètre imposé par le chargement, un dispositif innovant en alliage de titane a été conçu et utilisé lors d'essais de ténacité. Ce montage inverseur s'insère sur les lignes d'amarrage et permet de diminuer la raideur de la machine en utilisant des rondelles Belleville qui, une fois assemblées, se comportent comme un gros ressort. L'augmentation du nombre de rondelles provoque la diminution de la raideur et l'apparition de pop-ins.

Analytiquement, deux critères d'instabilité ont été établis : ils permettent de quantifier précisément les conditions entre les paramètres du matériau et du chargement, conditions qui aboutissent à l'amorçage et à l'arrêt d'un pop-in. Le premier critère utilise la courbe force-déplacement. Il analyse parfaitement les pop-ins expérimentaux. Le deuxième s'appuie sur l'intégrale de contour *J*, et consiste à mettre en relation le module de déchirement du matériau à un module de déchirement imposé, dont l'expression analytique est déterminée dans le cas d'une éprouvette Compact Tension (CT) où la plasticité resterait confinée. Ce deuxième critère est moins précis quand il est appliqué aux essais expérimentaux, certainement à cause de l'hypothèse forte de plasticité confinée utilisée pour déterminer l'expression analytique du module imposé.

Numériquement, afin de simuler les pop-ins par éléments finis, il s'agissait de modéliser d'une part le comportement du matériau en ténacité, notamment son module de déchirement, d'autre part l'influence de la raideur de la machine.

Nous avons montré que l'accélération de la rupture ductile n'était pas le résultat d'un changement des mécanismes d'endommagement. La résistance réduite à la propagation de fissure est uniquement due au durcissement du matériau, qui est induit ici par la formation d'une nanoprécipitation de magnésium et de silicium consécutive au revenu. Ce durcissement implique une augmentation des niveaux de contraintes et une diminution de la capacité d'écrouissage. La littérature confirme ce rôle crucial de la contrainte, notamment vis-à-vis de la germination.

Un nouveau critère de germination dépendant des contraintes a donc été introduit dans un modèle GTN classique. Ce modèle est en accord avec les analyses microstructurales qui montrent que la germination est avant tout pilotée par la porosité initiale et les Mg_2Si grossiers. Le rôle des Intermétalliques au Fer est certes secondaire, mais important dans la germination. Grâce à un algorithme d'optimisation, le nouveau critère de germination, identique quel que soit l'état métallurgique, a permis de reproduire la diminution du module de déchirement par simulation. Seule la loi élastoplastique, identifiée en traction pour chaque temps de revenu, a été modifiée pour chaque temps de revenu. La propagation ductile a été alors modélisée avec succès.

En rajoutant un ressort sur les simulations par éléments finis et en introduisant un pilotage numérique adapté permettant de gérer les instabilités, il a été possible de créer des pop-ins numériques, conformément aux observations expérimentales. Ces simulations constituent des outils de compréhension et d'analyse très intéressants, car elles permettent d'acquérir beaucoup plus de points lors du pop-in numérique que ce que permettent les enregistreurs et capteurs lors des pop-ins expérimentaux. Ces pop-ins numériques restent exploitables avec les critères analytiques.

Enfin, **des études sur matériaux irradiés** ont été réalisées dans des enceintes blindées dédiées en utilisant des éprouvettes irradiées dans le réacteur OSIRIS : traitements thermiques, essais de traction et de ténacité, MEB, analyses EDS**.** Cette campagne a permis de montrer que le durcissement induit par l'irradiation provoque lui aussi la diminution du module de déchirement, à l'instar du revenu, même si ce sont d'autres micromécanismes qui sont responsables de ce durcissement. Le principe est ensuite le même : le durcissement provoque une augmentation du niveau de contraintes en général ainsi que la diminution de la capacité d'écrouissage de l'alliage irradié, qui mènent à une diminution du module de déchirement et donc à l'apparition plus fréquente de pop-ins.

Pour conclure, cette étude a permis de montrer que les pop-ins observés sur l'alliage d'aluminium 6061-T6 n'ont donc pas une cause microstructurale reliée à une hétérogénéité. Au contraire, ces pop-ins peuvent être observés dans un matériau totalement homogène, et résultent d'une interaction purement mécanique entre deux paramètres : d'une part, la résistance à la propagation de fissure de l'alliage (quantifiée par l'intermédiaire du module de déchirement), directement reliée à son durcissement, quelle que soit sa cause (traitement thermique de revenu ou irradiation par exemple) ; d'autre part, la rigidité du système, composé de la machine d'essai et de l'éprouvette. Cette interaction a été prouvée expérimentalement, numériquement et analytiquement.

Cette étude a donc montré le rôle fondamental du durcissement sur l'évolution de la ténacité, sur la résistance à la déchirure ductile et sur l'apparition d'instabilités, aux états non irradié et irradié. L'agencement de ces mécanismes est schématisé dans la Figure 1, où apparaît également l'imbrication des différents chapitres.

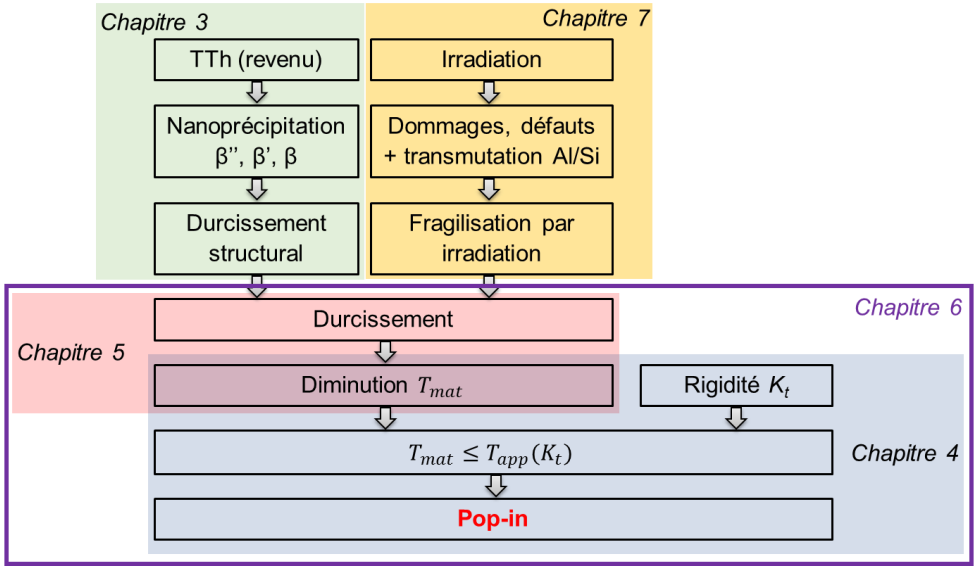


Figure 1 – Schéma représentant les principales causes menant au pop-in et mises en évidence lors des précédents chapitres

Ces pop-ins ne posent donc pas de problème intrinsèquement, étant donné qu'ils ne sont déclenchés que par l'influence de la raideur du système. Ils ne reflètent pas un défaut inhérent au matériau, qui pourrait être rencontré lors d'une gamme d'élaboration industrielle non maitrisée. Seulement, ils posent des problèmes d'**exploitation des essais**, et donc d'accès aux propriétés intrinsèques du matériau vis-à-vis de la déchirure ductile, car ils provoquent des courbes saccadées et interrompues, sans compter le fait qu'ils peuvent mener à la ruine de l'éprouvette (ce qui rend impossible un recalage post-mortem de l'avancée de la fissure). Pour s'en affranchir, la première solution consiste à améliorer le module de déchirement du matériau, par exemple en utilisant un état sous-revenu. Cette solution ne serait pas envisageable dans le cas des structures essentiels du cœur d'un réacteur, car cela détériorerait trop

fortement les propriétés en traction de l'aluminium. Une deuxième solution serait de jouer sur les moyens d'essai :

- Soit en augmentant la rigidité de la machine : on peut accroître le diamètre des lignes d'amarrage, ou bien réduire l'écartement du cadre d'effort (en raccourcissant les lignes d'amarrage et en rapprochant préalablement la traverse fixe de l'actionneur). Cette solution reste difficile à mettre en œuvre en cellule blindée.
- Soit en utilisant des enregistreurs et des capteurs avec une fréquence d'acquisition très élevée, afin d'obtenir des courbes force-ouverture ininterrompues.

A l'avenir, il pourrait également être intéressant d'**appliquer le nouveau critère de germination** par les contraintes à d'autres matériaux, configurations ou problématiques, et de comparer les résultats avec des mesures sur des essais in-situ. Il serait en effet pertinent d'approfondir encore cette étude concernant le rôle fondamental de la germination.

Un moyen de consolider la transférabilité des propriétés expérimentales de l'éprouvette vers la structure est de développer et valider un **modèle prédictif de l'effet de l'irradiation sur l'évolution de la ténacité** des alliages d'aluminium à durcissement structural. Cela permettrait de prédire plus finement le comportement du matériau en présence d'une fissure en fonction de la fluence, notamment afin d'investiguer la ténacité résiduelle à la fluence finale. Pour répondre à ces objectifs, il est important de (i) disposer d'un modèle de comportement prenant en compte l'effet de la fluence, (ii) de comprendre et modéliser l'effet de d'irradiation sur les mécanismes d'endommagement ductile qui pilotent la rupture. Ces outils à bases physiques pourront être utilisés à terme pour prédire la résistance à la fissuration de structure irradiée. Pour répondre à ces objectifs, deux étapes pourraient être suivies :

1. **Développement d'un modèle de comportement élastoplastique prenant en compte l'effet de l'irradiation**. Une première approche phénoménologique pourrait être basée sur les données mécaniques existantes pour élaborer un modèle macroscopique du comportement élastoplastique sous irradiation. Ce modèle serait ajusté pour reproduire les données de la littérature. Cette modélisation sera utilisée pour appréhender l'effet de l'irradiation sur l'endommagement ductile (voir 2). Une modélisation à bases physiques, et donc avec une capacité plus prédictive, pourrait être développée à partir de la connaissance de l'évolution de la microstructure avec l'irradiation. Des données existent dans le littérature et pourraient être utilisées (Farrell, Weeks [1], Alexander [2,3], Bardel [4], Flament [5]) pour ajuster le modèle en fonction des différentes populations de défauts d'irradiation identifiées et quantifiées.

2. **Etude de l'effet de l'irradiation sur la déchirure ductile** à partir d'une modélisation micromécanique de l'endommagement ductile de type Beremin [6] ou GTN [7] prenant en compte le durcissement lié à l'irradiation. Cette approche permettra d'étudier le rôle du durcissement sur la séquence d'endommagement (germination, croissance et coalescence) et sa cinétique. Des simulations modèles de cellules pourraient être mise en œuvre pour étudier la croissance et la coalescence par striction interne. On s'appuierait sur des observations fractographiques pour valider les mécanismes de rupture à l'état irradié. A partir de cette approche micromécanique, on pourrait proposer l'évolution des paramètres d'un modèle homogénéisé d'endommagement en fonction de l'irradiation.

Ce type de modélisation permettrait d'étudier la **résistance à la fissuration d'une structure irradiée sous pression**.

Références de la conclusion

[1] Weeks J, Czaijkowski C, Farrell K. Effects of high thermal neutron fluences on type 6061 aluminum. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1175 Am Soc Test Mater Phila USA 1992.
[2] Alexander D. The effect of irradiation on the mechanical properties of 6061-T651 aluminum. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1175 Am Soc Test Mater Phila USA 1993.
[3] Alexander D. The Effects of Irradiation on the Mechanical Properties of 6061 -T651 Aluminium Base Metal and Weldments. Eff Radiat Mater 16th Int Symp ASTM STP 1325 Am Soc Test Mater 1999:1027–44.
[4] Bardel D. Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement et sa tenue mécanique sous sollicitations cycliques après un transitoire thermique. Thèse INSA de Lyon, 2014.
[5] Flament C, Ribis J, Garnier J, Serruys Y, Leprêtre F, Gentils A, et al. Stability of β″ nano-phases in Al-Mg-Si(-Cu) alloy under high dose ion irradiation. Acta Mater 2017;128:64–76. doi:10.1016/j.actamat.2017.01.044.
[6] Beremin FM, Pineau A, Mudry F, Devaux J-C, D'Escatha Y, Ledermann P. A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel. Metall Trans A 1983;14:2277–87. doi:10.1007/BF02663302.
[7] Tvergaard V, Needleman A. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. Acta Metall 1984;32:157–69. doi:10.1016/0001-6160(84)90213-X.

Résumé

Le pop-in est un phénomène d'instabilité de propagation de fissure observé lors d'essais de ténacité sur certains matériaux. Ce phénomène a été observé sur l'alliage d'aluminium 6061-T6 qui a été identifié pour constituer des éléments de structure essentiels du cœur du réacteur de recherche Jules Horowitz. Cette thèse a été initiée pour comprendre l'origine de ce phénomène sur l'aluminium 6061-T6 et en proposer une modélisation à bases physiques qui pourra être utilisée pour l'exploitation et l'interprétation des essais de ténacité, notamment à l'état irradié.

Les différentes pistes identifiées dans la littérature ont été testées expérimentalement. Des revenus (4/8/12/16 h) ont été appliqués afin d'obtenir différents comportements mécaniques. Des essais de traction avec corrélation d'images ont montré que les pop-ins observés ne sont pas dus à un effet PLC. Ils ne correspondent pas non plus à une hétérogénéité microstructurale ; ils ne sont pas liés à des mécanismes d'endommagement, car la rupture est typiquement ductile, qu'un pop-in soit intervenu ou non. Ces mécanismes et les différentes microstructures ont été comparés par le biais de plusieurs techniques (MEB, EBSD, EDS, Sonde Atomique Tomographique, tomographie, laminographie et nanolaminographie par rayonnement synchrotron). Les pop-ins sont donc uniquement le résultat d'une accélération de la rupture ductile.

En réalité, ils sont dus à une interaction entre deux paramètres : une résistance réduite du matériau à la propagation de fissure (*i.e.* un faible module de déchirement) et une complaisance importante du dispositif d'essai (*i.e.* une faible raideur). Afin d'investiguer ce deuxième paramètre, un dispositif innovant a été conçu, permettant de faire varier la raideur de la machine d'essai lors d'essais de ténacité. Deux critères analytiques, l'un basé sur la courbe force-ouverture, l'autre sur l'intégrale *J*, ont été établis, permettant de quantifier les conditions d'amorçage et d'arrêt de pop-in de façon fiable.

Pour prendre en compte le rôle central du durcissement vis-à-vis de la propagation ductile, un nouveau critère de germination piloté par les contraintes a été introduit dans un unique modèle GTN. Cela permet de simuler et de reproduire par éléments finis les différentes courbes de ténacité *J*-*Δa* en modifiant uniquement la loi élastoplastique. En rajoutant des ressorts dans les modélisations et avec un pilotage adapté, les pop-ins sont simulés avec succès, et restent exploitables avec les critères analytiques.

Des études sur éprouvettes irradiées réalisées dans des enceintes blindées ont montré que l'augmentation des pop-ins avec l'irradiation résultait de la diminution du module de déchirement, elle-même due au durcissement. De même qu'à l'état non irradié, les pop-ins apparaissent donc à cause de l'interaction du module de déchirement avec le dispositif d'essai, et non pas à cause d'une gamme d'élaboration industrielle non maitrisée.

Mots-Clés

Rupture ductile, instabilité, aluminium, 6061, pop-in, intégrale *J*, irradiation, PLC, ténacité, germination, GTN, mécanismes d'endommagement, laminographie

Abstract

Pop-in is a phenomenon of crack propagation instability observed during toughness tests on some materials. This phenomenon has been observed on the 6061-T6 aluminum alloy, which has been identified as an essential structural element of the core of the Jules Horowitz research reactor. This thesis was initiated to understand the origin of this phenomenon on 6061-T6 aluminum and to propose a physics-based modeling, usable for the exploitation and interpretation of toughness tests, especially in the irradiated state.

The different origins identified in the literature have been experimentally tested. Different aging times (4/8/12/16h) were applied to obtain different mechanical behaviors. Tensile tests with image correlation have shown that the observed pop-ins are not due to a PLC effect. Nor do they correspond to microstructural heterogeneity; they are not linked to different fracture mechanisms, because the rupture is typically ductile, whether a pop-in is involved or not. These mechanisms and the different microstructures were compared using several techniques (SEM, EBSD, EDS, Atom Probe Tomography, tomography, synchrotron laminography and nanolaminography). Pop-ins are therefore only the result of an acceleration of the ductile fracture.

In fact, they are due to an interaction between two parameters: the reduced material crack growth toughness (*i.e.* the low tearing modulus), and the significant compliance of the test device (*i.e.* the low stiffness). In order to investigate this second parameter, an innovative setup has been designed to vary the machine stiffness during toughness tests. Two analytical criteria, one based on the load-opening curve, the other on the *J*-integral, have been established, making it possible to reliably quantify the conditions for initiation and arrest of pop-in.

To take into account the central role of hardening for ductile propagation, a new stress-controlled nucleation criterion has been introduced into a single GTN model. This makes it possible to simulate and capture by finite elements the various *J*-*Δa* toughness curves by modifying only the elastoplastic law. By adding springs in the models and with an adapted control, the pop-ins are successfully simulated, and remain exploitable with the analytical criteria.

Studies on irradiated specimens carried out in hot cells have shown that the increase in pop-ins with irradiation results from the decrease in the tearing modulus, itself due to hardening. As in the non-irradiated state, pop-ins thus appear solely because of the interaction between the tearing modulus and the test device stiffness, and not because of a range of industrial development not mastered.

Keywords

Ductile fracture, instability, aluminum, 6061, pop-in, *J*-integral, irradiation, PLC, toughness, nucleation, GTN, fracture mechanisms, laminography