

CARACTÉRISATION ET QUANTIFICATION DES MÉCANISMES DE RUPTURE PAR IMAGERIE

Eric Maire, Jérôme Adrien, Sylvain.Dancette, Christophe Le Bourlot

Univ Lyon, INSA de Lyon, MATEIS UMR CNRS 5510,F-69621 Villeurbanne, France, prénom.nom@insa-lyon.fr

Mots-clés : Essais in situ, Tomographie aux rayons X, MEB, analyse d'image, amorçage, croissance, coalescence

Résumé

Ce cours introductif au colloque National Mécamat 2019 est placé à l'échelle des mécanismes de rupture microscopiques (liés à la microstructure) des matériaux. Il commencera par une rapide présentation historique des moyens expérimentaux disponibles pour accéder à ces mécanismes, soit de façon indirecte (par mesure de densité, de perte de module), soit de façon directe par imagerie. Il se focalisera ensuite plus en détail sur les méthodes directes qui permettent la meilleure compréhension des mécanismes d'amorçage, de croissance et de coalescence précédant la rupture. Je rappellerai d'abord ce que les méthodes de type essais in situ en MEB apportent à la compréhension des modes de rupture. Enfin et comme il apparaîtra que l'imagerie 3D est une famille de méthodes utile et moderne adaptée aux besoins d'observation dans ce domaine, je donnerai une vue synthétique des méthodes d'imagerie 3D avant de terminer l'exposé en me focalisant sur l'imagerie aux rayons X, qui présente l'avantage d'être non destructive. Les essais in situ en tomographie aux rayons X ont émergé depuis quinze ans et semblent aujourd'hui une manière optimale d'étudier les problèmes de rupture. Je donnerai des exemples d'abord qualitatifs sur plusieurs types de matériaux et de sollicitation. Ensuite je terminerai par une description des différentes quantifications que permettent ces approches.

1 Introduction

D'une manière très générale, l'endommagement peut être défini comme l'apparition, sous l'effet d'une sollicitation, de nouvelles surfaces au sein d'un solide. C'est un phénomène très étudié dans le domaine de la science et de la mécanique des matériaux car il conditionne la rupture des pièces en service, phénomène qui présente à la fois un impact économique (arrêts de fonctionnement) et humain (accidents) dans notre société. Une meilleure compréhension des paramètres qui contrôlent l'endommagement dans un métal, permet de fournir au concepteur une aide pour « le dimensionnement à la rupture » ou « la prédiction de la durée de vie » en fatigue des pièces pour différentes conditions de sollicitation et de fonctionnement.

Que le matériau à étudier soit ductile ou fragile (ou entre les deux), sa rupture macroscopique peut souvent s'expliquer par des événements d'endommagement précurseurs à l'échelle microscopique. Ces événements laissent des traces sur la surface de rupture, ce qui sert de support depuis longtemps à l'analyse des modes de rupture par l'observation fractographique de ces surfaces.

L'endommagement s'amorce sur des hétérogénéités intrinsèques (précipités, phases intermétalliques) ou extrinsèques (inclusions, porosités, renforts dans les composites). Ce phénomène de localisation de l'endommagement en des sites précis peut s'expliquer par une dualité entre les notions de 'points faibles' et de 'concentration de contrainte'. Les microhétérogénéités sont en effet à la fois des points faibles du matériau (phases souvent fragiles dans une matrice ductile) mais également des sources de concentration de contraintes. On distingue généralement trois stades physiques dans un processus d'endommagement :

- l'amorçage qui correspond à la naissance de microfissures ou de cavités au sein du matériau,
- l'extension par l'intermédiaire de l'ouverture des microfissures et/ou de la croissance des cavités formées,
- la rupture, d'abord par coalescence de fissures de plus grosses tailles entre les microfissures ou les cavités amorcées qui ont atteint un nombre ou une taille critique puis par percolation d'une fissure dont la taille devient égale à celle de l'éprouvette.

L'extension est catastrophiquement rapide dans le cas des matériaux fragiles alors qu'elle dure longtemps pendant la déformation d'un matériau ductile. Dans tous les cas la coalescence signe la rupture finale.

L'analyse et la compréhension du rôle relatif de ces trois stades a énormément progressé dans les trente dernières années grâce aux moteurs socio-économiques cités au début de cette introduction.

Ce cours porte sur l'apport des méthodes d'imagerie dans l'étude de la rupture des matériaux avec une focalisation sur les processus microscopiques d'endommagement menant à la rupture et sur l'intérêt de l'imagerie tri dimensionnelle. Il commence par une rapide historique de toutes les méthodes de caractérisation de l'endommagement pour se focaliser ensuite sur les apports des essais *in situ* au MEB puis en tomographie aux rayons X et ses dérivés.

2 Mesures globales

Même si elles ne permettent pas vraiment le recensement sélectif des mécanismes, certaines méthodes globales ont été utilisées pour quantifier l'évolution de l'endommagement. L'évolution de la densité donne par exemple une idée moyenne et macroscopique du taux d'endommagement. On s'en contente souvent car les modèles actuels, même ceux qui sont très largement utilisés par les industriels, prédisent uniquement cette grandeur scalaire qu'est la fraction de cavités souvent notée f dans tous ces modèles. Les mesures de perte de module mécanique ont permis de quantifier l'endommagement de façon anisotrope (dans la direction de traction) ce qui constitue un progrès. Les mesures de vitesse des ondes ultrasonores permettent aujourd'hui enfin de mesurer complètement le caractère anisotrope de l'endommagement.

3 Observations 2D au MEB ou au MO

Les méthodes d'imagerie ont vite supplanté les méthodes globales car elles permettent de séparer les contributions relatives de l'amorçage, de la croissance et de la coalescence à l'endommagement global. Les outils historiques classiques utilisés pour imager les modes d'endommagement sont les différentes microscopies : optique ou électronique à balayage voire AFM, même si cette dernière méthode est pratiquement peu utilisée dans ce domaine. Les méthodes d'imagerie microscopique permettent de visualiser l'apparition des microfissures ou des cavités signes d'endommagement. Elles sont mises en œuvre soit de manière destructive [1] (coupe et polissage des échantillons à différents états de déformation) soit de façon *in situ* [2]. Ces études ont permis d'identifier les mécanismes (amorçage, croissance, coalescence) de manière semi quantitative dans chaque cas étudié. La figure 1 montre deux exemples non publiés issus des travaux du laboratoire MatéIS d'observation de l'endommagement sur un faciès de rupture au MEB et sur une coupe polie en optique.

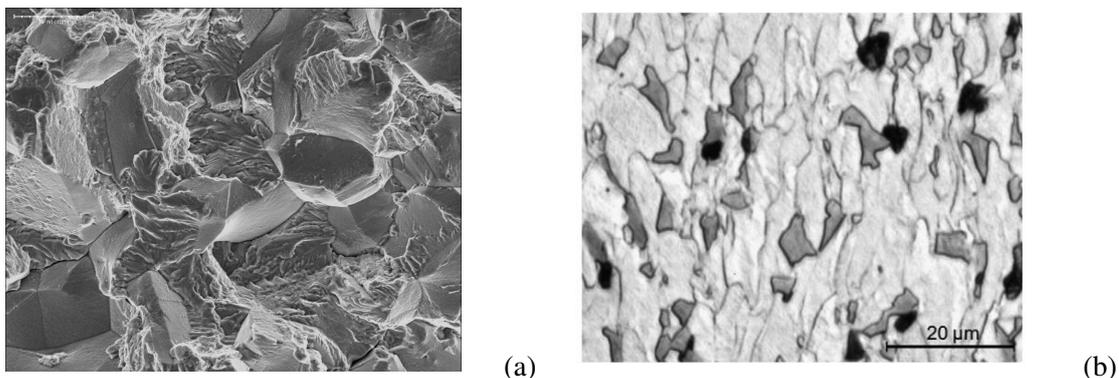


FIGURE 1 – Imagerie classique de l'endommagement. (a) fractographie d'un acier fritté au MEB montrant que la rupture est inter et intragranulaire. (b) : surface polie après rupture montrant la microstructure d'un acier dual phase (ferrite en blanc et martensite en gris) avec les cavités (en noir) créées lors de la déformation plastique.

Ces méthodes d'imagerie classique sont très utilisées tous les jours dans les laboratoires de recherche ou les centres industriels. Elles présentent un défaut pour qui souhaite analyser l'endommagement de manière quantitative. Ces observations de surface ne reflètent que de manière semi-quantitative les caractéristiques de l'endommagement en volume. Il est par exemple connu que l'endommagement ductile observé en surface est quantitativement beaucoup moins important que son occurrence à cœur [4].

4 Classification des méthodes d'imagerie 3D

L'imagerie en volume est donc la méthode idéale d'étude quantitative de l'endommagement menant à la rupture des matériaux car elle s'affranchit des phénomènes de surface rapportés ci dessus. Les trente dernières années ont vu un développement technologique rapide de plusieurs outils permettant aujourd'hui d'accéder à l'imagerie en volume en mécanique des matériaux. Les méthodes destructives par polissage successifs, disponibles depuis longtemps, se sont d'abord automatisées. Elles se sont aussi vu récemment complétées par l'apport des dispositifs à deux faisceau (FIB et MEB) qui rendent l'acquisition des coupes sériées automatique. Cette méthode est utile pour observer à très fort grossissement la microstructure des matériaux mais elle a encore peu été utilisée à l'étude de l'endommagement car elle est destructive.

Les méthodes non destructives utilisant un rayonnement pénétrant qui donne en sortie de l'échantillon des informations projetées sont plus utiles au propos de ce cours. Les radiographies obtenues de l'échantillon sous plusieurs angles peuvent être combinées pour recalculer la carte volumique de l'interaction rayonnement/échantillon en tout point de l'objet ce qui fournit de manière non destructive l'information souhaitée. Les neutrons ou les électrons peuvent être utilisés mais présentent des gammes de résolution moins bien adaptés à l'observation de la rupture. Les rayons X par contre et leur atténuation ou leur modification de phase au cours de la traversée de l'échantillon permettent l'imagerie tridimensionnelle et non destructive avec la bonne gamme de résolution (de 0,1 à 100 μm) pour l'étude de l'endommagement. Par conséquent, le reste de cet article sera consacré à cette technique et à ses dérivés.

5 Tomographie aux rayons X

Le principe de base de la tomographie aux rayons X est de détecter les photons qui sont transmis à travers l'objet à analyser. Les rayons X interagissent avec la matière suivant différents mécanismes conduisant à la production de particules secondaires chargées. La probabilité des différents types d'interaction dépend de l'énergie des rayons X incidents ainsi que de la nature de la matière traversée. Lorsqu'un faisceau incident de rayons X traverse un milieu donné, on constate une disparition progressive du nombre de particules incidentes directement transmises, du fait de ces différentes interactions. Ce phénomène est appelé l'atténuation. Il est caractérisé par un coefficient linéique d'atténuation $\mu(E, Z)$ en cm^{-1} (ou coefficient d'absorption).

La mesure du nombre N_0 de photons émis par la source et le nombre N_1 de photons transmis à travers l'échantillon selon une ligne permet de calculer l'intégrale du coefficient d'absorption μ le long du trajet considéré :

$$\ln \frac{N_0}{N_1} = \int_{\text{trajet}} \mu(x, y) dx \quad (1)$$

Le terme $\mu(x, y)$ représente la valeur du coefficient linéaire d'atténuation au point (x, y) . La valeur de μ dépend de l'énergie des photons X (l'atténuation est faible pour les énergies élevées) et de la densité et du numéro atomique du matériau traversé (l'atténuation est importante lorsque la densité et/ou le numéro atomique sont élevés).

La répétition de ce type de mesures, selon différents angles, le long d'un nombre suffisant de lignes droites dans le même plan donne la transformée de Radon de l'objet. Radon a démontré en 1917 la possibilité de trouver l'inverse de cette transformée et ainsi reconstruire les cartographies d'atténuation $\mu(x, y)$ de la coupe, qui donne une image indirecte de la microstructure par le biais de l'atténuation locale. La coupe ainsi reconstruite donne une information sur la densité locale.

5.0.1 Observations qualitatives

La tomographie aux rayons X a été très utilisée par plusieurs équipes dans les quinze dernières années pour observer l'évolution de l'endommagement pendant la rupture de différents types de matériaux à température ambiante. Les études les plus anciennes portent sur les composites à matrice métalliques dans lesquels l'endommagement, sous forme de rupture ou de décollement des renforts, est très visible par ce mode d'imagerie [3, 4]. Dans les matériaux à base métallique toujours, l'attention s'est ensuite focalisée sur des matériaux industriels sans renforts, d'abord les alliages d'aluminium [5, 6, 7], puis les aciers [8]. Les composites à base polymère

renforcés par des fibres longues ont ensuite été étudiés [9] puis les polymères semi-cristallins non renforcés [10]. La rupture des céramiques massives a encore été peu étudiée même si certains essais d'indentation in situ sont prometteurs mais non encore publiés à ce jour. Pour ces matériaux fragiles, il faut aussi mentionner la possibilité de faire des observations en tomographie très rapides qui seront discutées pendant le cours. Les céramiques poreuses ont été par contre beaucoup analysées par ces méthodes, en indentation [11] ou en double torsion [12], deux tests typiques des céramiques car leur configuration limite la vitesse de propagation des fissures. Les matrices céramiques renforcées par des fibres ont aussi été étudiées [13]. La figure 2 issue de [4] montre l'évolution de la microstructure au sein d'un échantillon de composite à matrice métallique modèle pendant un essai de traction. On y voit clairement et de manière non destructive l'apparition d'amorçage, de croissance et de coalescence. La figure 3 regroupe aussi quelques exemples illustratifs des études décrites ci dessus. Elle montre des coupes tomographiques reconstruites au cœur de l'échantillon juste avant la rupture.

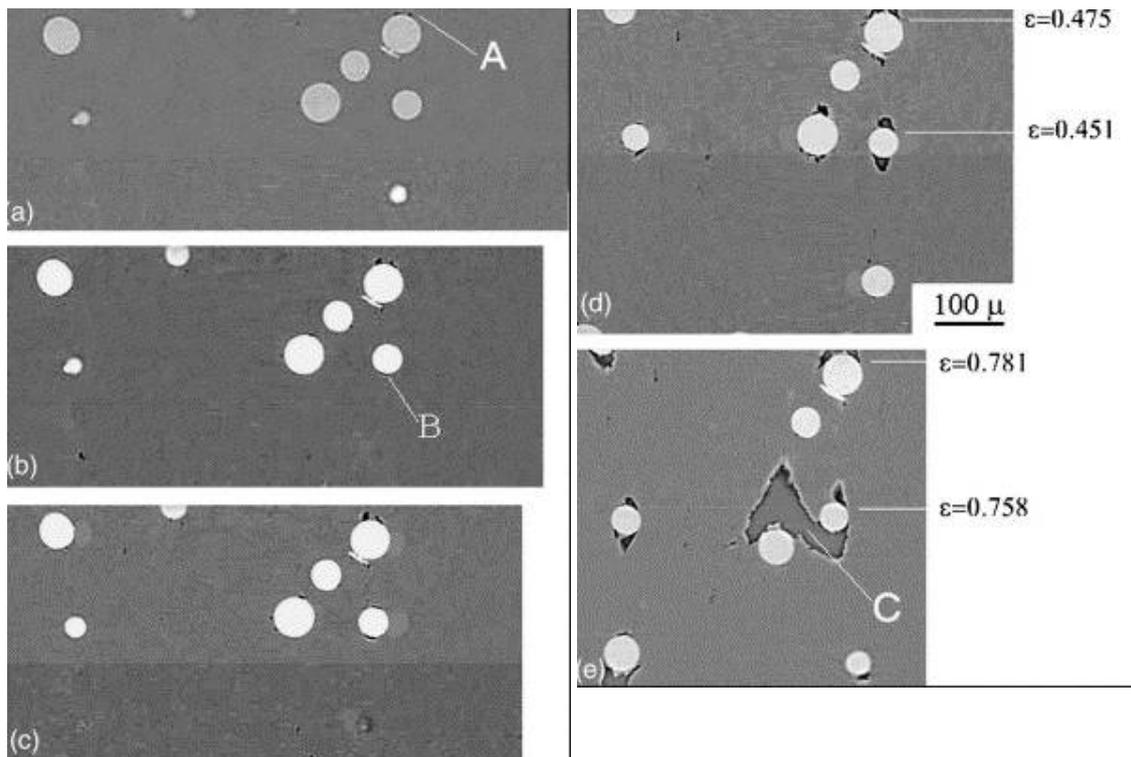


FIGURE 2 – Coupes tomographiques reconstruites à cœur pour cinq différents états de déformation d'un composite à matrice métallique. L'enchaînement des cinq images montre l'évolution du processus d'endommagement avec amorçage, croissance et coalescence.

5.1 Mesures quantitatives

Les informations issues de l'imagerie 3D sont des volumes reconstruits sous forme de valeur d'intensité (ou de niveau de gris) en chaque élément volumique de l'échantillon. Chacun de ces éléments volumiques est un voxel, par extension du terme pixel bien connu en imagerie 2D. Ces volumes peuvent être traités puis analysés pour donner un certain nombre d'informations quantitatives sur le processus d'endommagement comme expliqué dans les paragraphes suivants.

5.1.1 Quantification sur la forme de l'éprouvette

Les volumes peuvent d'abord être analysés pour donner des informations macroscopiques principalement relatives à la forme des éprouvettes et à son changement pendant la déformation. De cette forme peut par exemple être déduit le profil de la valeur des surfaces perpendiculaires à l'axe de traction. Si l'éprouvette est lisse,

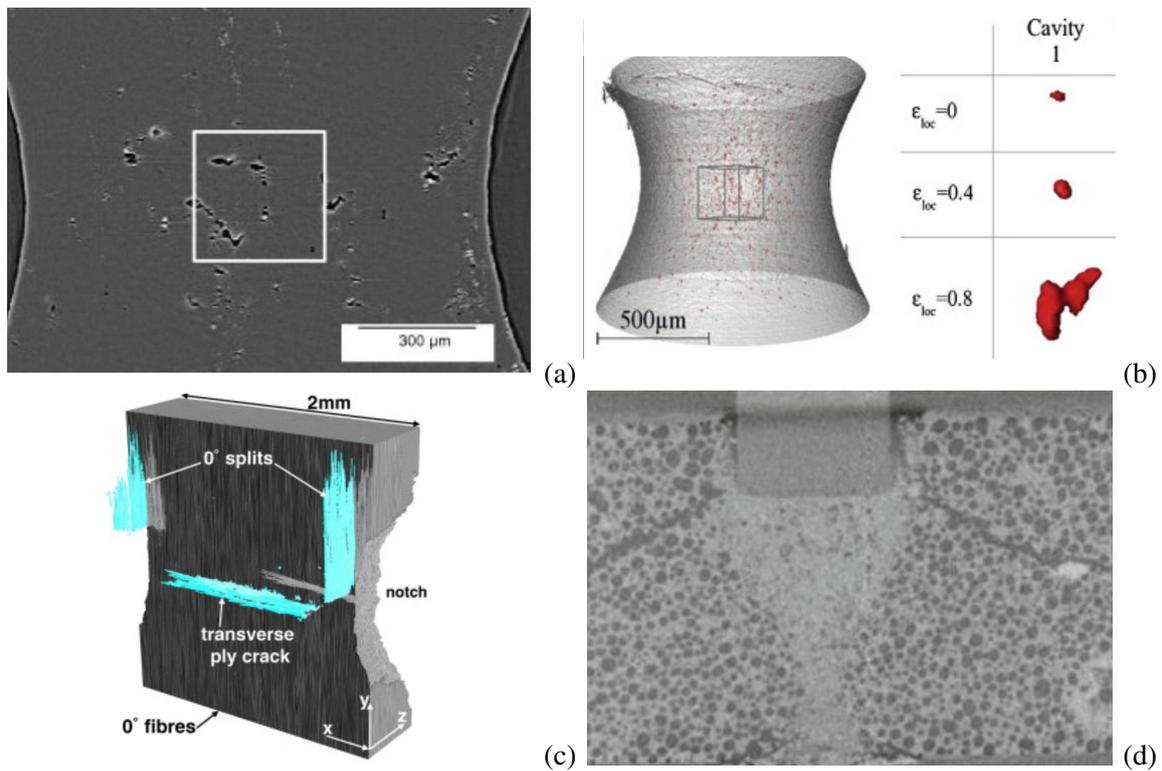


FIGURE 3 – Quelques exemples de reconstructions de l'endommagement en coupes tomographiques (ou en visualisation 3D) juste avant la rupture (a) pour un alliage d'aluminium, (b) pour un acier dual phase (avec visualisation 3D de la croissance et de la coalescence d'une cavité en particulier), (c) pour un composite carbone epoxy et (d) pour une plaque de plâtre moussée.

cette surface est uniforme mais de nombreux exemples existent sur des éprouvettes entaillées pour lesquelles une surface minimale S_{min} ainsi que le rayon du disque équivalent r peuvent être mesurés. La surface initiale S_{min}^0 et son évolution pendant le test S_{min} donnent accès à la contrainte vraie exercée sur la surface minimale de l'échantillon et à la déformation longitudinale locale grâce aux expressions :

$$\sigma = \frac{F}{S_{min}} \quad \text{et} \quad \epsilon = \ln\left(\frac{S_{min}^0}{S_{min}}\right) \quad (2)$$

Il est aussi possible de mesurer l'anisotropie plastique de déformation de cette surface. Enfin le profil de surface donne aussi accès au rayon d'entaille de l'éprouvette R ce qui permet d'avoir une estimation de la triaxialité T en utilisant la formule de Bridgeman.

$$T = \frac{1}{3} + \ln\left(1 + \frac{r}{2R}\right) \quad (3)$$

Ce genre d'information semble triviale à obtenir mais l'expérience montre qu'aucune technique ne le permet aussi facilement et aussi directement que la tomographie aux rayons X.

5.1.2 Quantifications sur populations de fissures ou de cavités

Après traitement des volumes reconstruits, il est aussi possible d'identifier des amas de voxels connectés appartenant à des fissures ou des cavités individuelles que nous nommerons indifféremment "objets" dans la suite de ce texte. Pour cette identification, il suffit de seuiller les volumes puis de donner une couleur différente à chacun des amas de voxels connectés (définissant chaque fissure ou cavité) par une étape de traitement d'image dite d'étiquetage. Une fois chaque cavité ou fissure étiquetée, il devient assez simple de calculer ses paramètres morphologiques (volume, taille latérale, surface, sphéricité, centre de gravité...) pour ensuite en déduire des moyennes ou des distributions de ces paramètres.

Le nombre total d'objet par unité de volume et son évolution avec la déformation ou la contrainte appliquée renseigne directement sur le mécanisme d'amorçage. Les cinétiques d'amorçage des cavités ou des fissures ont ainsi pu être mesurées pour la première fois de manière complètement quantitative et donc irréfutables. Ces cinétiques sont progressives, plutôt linéaires en fonction de la déformation dans les alliages d'aluminium [5], et plutôt exponentielles dans les aciers [8]. Il a été montré que la mesure de la valeur quantitative de cet amorçage dépendait du rapport entre la taille des plus petites cavités à observer et la résolution dans les images qui conduit dans certains cas à ne pas observer les plus petites cavités présentes.

Pour suivre le mécanisme de croissance, l'idéal est de disposer d'un algorithme de tracking afin de suivre individuellement chaque cavité. Ceci sera décrit dans le prochain paragraphe. Sans cet algorithme, il est tout de même possible de mesurer l'évolution de la distribution de la taille des objets. Dans ce cas, en plus de son augmentation par croissance, la valeur de cette taille pour la population moyenne est aussi modifiée (diminuée) par l'amorçage de nouvelles cavités de petite taille. En faisant l'hypothèse que les objets les plus gros à l'étape N demeurent les plus gros à l'étape N+1, nous avons pu quantifier la croissance moyenne des plus grosses cavités dans divers matériaux et montrer que cette croissance obéit à la loi de Huang [14].

Pour ce qui concerne la coalescence, il est possible de mesurer directement la taille du ligament de matrice juste avant sa rupture, qui donne lieu à un micro-événement de coalescence sous la forme d'une fissure encore stable car ne se propageant pas catastrophiquement. Ces micro-événements de coalescence augmentent ensuite rapidement en nombre et se localisent pour donner naissance à une méso-fissure qui à l'étape suivante de la déformation, va donner lieu à la rupture macroscopique de l'échantillon.

5.1.3 Tracking de cavités

Pour quantifier l'amorçage et la coalescence mais surtout la croissance, il est aussi possible de reconnaître les cavités d'une étape de déformation à la suivante par tracking. Un algorithme de tracking n'utilise que la liste au format texte des paramètres morphologiques de chacun des objets afin de le relier à l'objet qui lui ressemble le plus à l'étape précédente. Il s'agit donc de corrélation discrète. Si aucun objet ne lui ressemble, ceci signifie qu'il y a eu amorçage. De même la coalescence peut se déduire de la fusion de deux objets en un. Le tracking permet aussi (et sans doute surtout) de suivre la taille d'un même objet pendant toute la déformation depuis l'amorçage de cet objet jusqu'à la rupture de l'éprouvette comme le montre la figure 4(a). En utilisant un tel algorithme, il a été montré dans [15] que la cinétique de croissance pouvait différer sans raison apparente d'un facteur 1 à 10 d'un objet à un autre. Ceci est montré sur la figure 4(b). La courbe rouge, issue du modèle de Huang, montre aussi que la cinétique mesurée sur les plus grosses cavités comme expliqué dans le précédent paragraphe donne une bonne estimation de la vitesse moyenne de croissance des cavités.

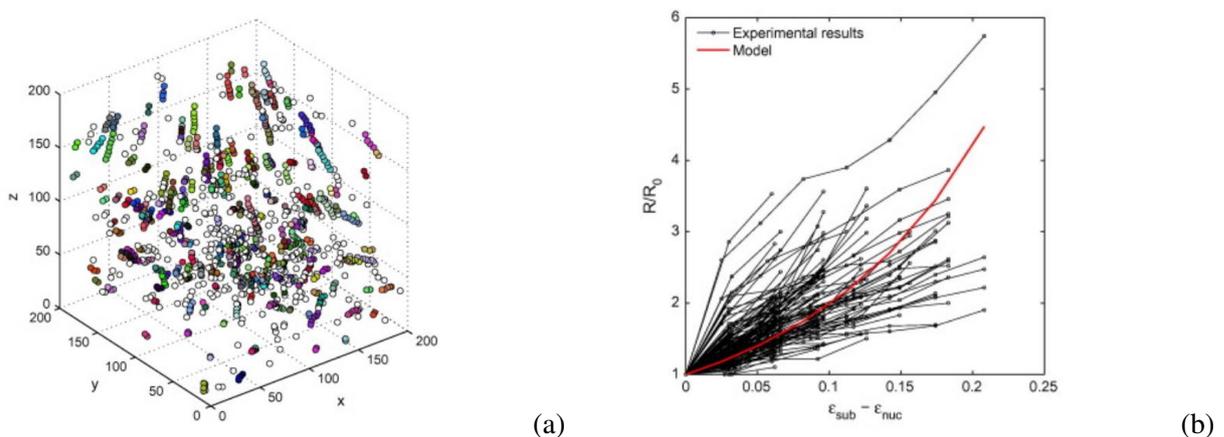


FIGURE 4 – Tracking de cavités pendant la déformation d'un alliage de titane [15]. (a) Visualisation des trajectoires et (b) mesure de l'évolution de la taille de chacune des cavités suivie.

6 Laminographie et Corrélation de Volumes

La tomographie aux rayons X donne une vision très précise de l'évolution de l'endommagement au sein d'éprouvette de type "barres", mais ne permet pas aisément d'observer des objets de type plaque. Or certains modes de rupture sont très spécifiques à cette forme d'éprouvette, par exemple la rupture des plaques de composites à matrice organique ou des tôles en alliages d'aluminium ou en acier. Dans ces cas, la laminographie, une méthode d'imagerie dérivée de la tomographie (à moins que ce ne soit l'inverse) peut être avantageusement utilisée. Avec cette technique, la résolution est légèrement dégradée mais elle demeure suffisante pour quantifier l'endommagement avec précision. En utilisant cette méthode et en analysant les images issues d'essais de traction par corrélation d'image volumique, il a été montré pour la première fois dans [16] que la localisation de la déformation précédait de beaucoup l'apparition de l'endommagement alors que l'hypothèse inverse existait jusque là.

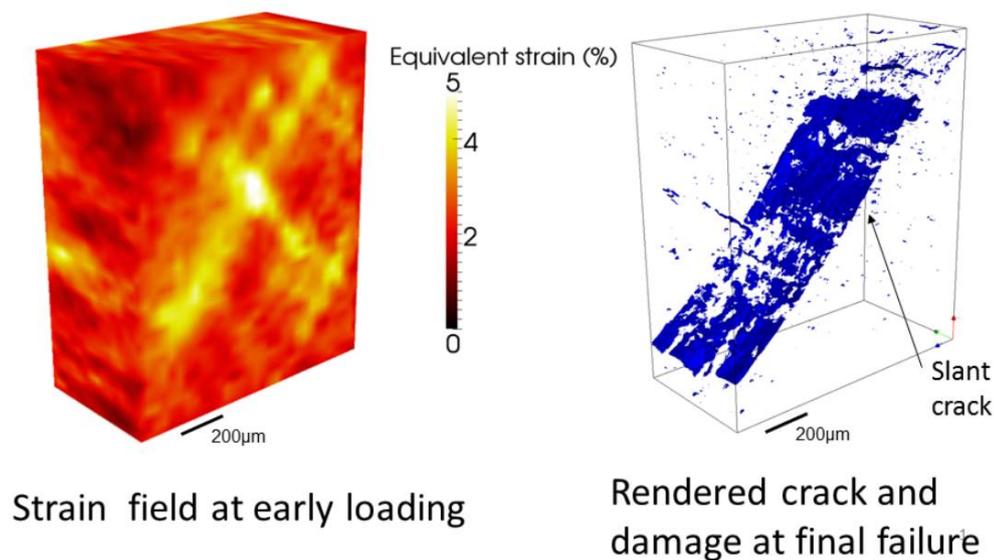


FIGURE 5 – Mesure de champ de déformation par corrélation volumique (image de gauche) pour un état de très faible déformation qui montre une localisation de la déformation bien avant que des cavités ne soient visibles. L'image de droite montre qu'ensuite ces cavités se localisent là où la déformation était plus importante mais la localisation de la déformation apparaît clairement avant l'endommagement. Conclusions issues de [16].

7 Conclusion

Les nouvelles méthodes d'imagerie 3D non destructives ont montré leur potentiel pour obtenir des informations quantitatives inédites en ce qui concerne la rupture des matériaux. Complétées par des méthodes numériques de type tracking ou DVC elles fournissent des données aptes à discriminer les modèles d'évolution de l'endommagement. La modélisation complète des processus de rupture est donc à portée de la main des chercheurs.

Références

- [1] Y. Bréchet, J.D. Embury, S. Tao and L. Luo. Damage initiation in metal matrix composites. *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, n° 8 (1991) 1781-1786.

- [2] E. Maire, C. Verdu, G. Lormand and R. Fougères. Study of the damage mechanisms in an OSPREY Al alloy-SiCp composite by scanning electron microscope in situ tensile tests. *Mater. Sci. Eng.*, vol. A196, (1995) 135-144.
- [3] J.Y. Buffière, E. Maire, G. Lormand and R. Fougères. Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography *Acta materialia*, vol. 47, (1999) 1613-1625.
- [4] L. Babout, E. Maire, J.Y. Buffière, and R. Fougères. Characterization by X-ray computed tomography of decohesion, porosity growth and coalescence in model metal matrix composites *Acta materialia*, vol. 49, (2001) 2055-2063.
- [5] E. Maire, S. Zhou, J. Adrien, J. and M. Dimichiel. Damage quantification in aluminium alloys using in situ tensile tests in X-ray tomography *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 78, (2011). 2679-2690.
- [6] T.F. Morgeneyer and J. Besson. Flat to slant ductile fracture transition : Tomography examination and simulations using shear-controlled void nucleation. *Scripta Materialia*, (2011), 65, 1002-1005.
- [7] H. Toda, H. Oogo, K. Uesugi, and M. Kobayashi. Roles of pre-existing hydrogen micropores on ductile fracture *Materials transactions* (2009) 50, 2285-2290.
- [8] C. Landron, E. Maire, O. Bouaziz, L. Lecarme and A. Bareggi. Validation of void growth models using X-ray microtomography characterization of damage in dual phase steels. *Acta Materialia* (2011) 59, 7564-7573.
- [9] P. Wright, A. Moffat, I. Sinclair, S.M. Spearing. High resolution tomographic imaging and modelling of notch tip damage in a laminated composite *Composites science and technology* (2010) 70, 1444-1452.
- [10] L. Laiarinandrasana, T.F. Morgeneyer, H. Proudhon, F. N'guyen, and E. Maire. Effect of multiaxial stress state on morphology and spatial distribution of voids in deformed semicrystalline polymer assessed by x-ray tomography. *Macromolecules* (2012) 45, 4658-4668.
- [11] A. Bouterf, S. Roux, F. Hild, J. Adrien, E. Maire and S. Meille. Digital Volume Correlation Applied to X-ray Tomography Images from Spherical Indentation Tests on Lightweight Gypsum *Strain* (2014). 50(5), 444-453.
- [12] P. Leplay, J. Rethore, S. Meille, M.C. Baietto, J. Adrien, J. Chevalier and E. Maire. Three-dimensional analysis of an in situ double-torsion test by X-ray computed tomography and digital volume correlation. *Experimental Mechanics* (2013) 53(7), 1265-1275.
- [13] T.T. Nguyen, J. Yvonnet, M. Bornert and C. Chateau. Initiation and propagation of complex 3D networks of cracks in heterogeneous quasi-brittle materials : Direct comparison between in situ testing-microCT experiments and phase field simulations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* (2016) 95, 320-350.
- [14] Y. Huang. Accurate dilatation rates for spherical voids in triaxial stress fields *Transactions of the ASME* (1991) 58, pp. 1084-1086.
- [15] L. Lecarme, E. Maire, A.Kumar, C. De Vleeschouwer, L. Jacques, A. Simar, T. Pardoen. Heterogenous void growth revealed by in situ 3-D X-ray microtomography using automatic cavity tracking *Acta Materialia* (2014) 63, 130-139.
- [16] T.F. Morgeneyer T. Taillandier-Thomas, L. Helfen, T. Baumbach, I. Sinclair, S. Roux and F. Hild. In situ 3-D observation of early strain localization during failure of thin Al alloy (2198) sheet *Acta Materialia* (2014) 69, 78-91.