

**GROUPEMENT NATIONAL DE  
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE  
ET DE MICROANALYSES**



*En convention de coopération avec la Société Française de Physique*

version 03.12.08

## **Journées pédagogiques des 4 et 5 décembre 2008**

**Université Pierre et Marie Curie  
Site des CORDELIERS  
Amphi FARABEU**

**15, rue de l'École de Médecine, 75006 Paris (métro Odéon)**

**Thème**

**" Expertise de la rupture et autres défaillances "**

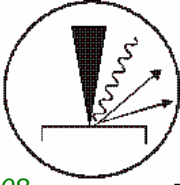
L'accès est libre aux membres à jour de leur cotisation 2008\* mais **l'inscription est obligatoire\*\***.

(Vous retrouverez le détail de ces journées et le bulletin d'inscription sur notre site web : <http://www.gn-meba.org>)

*Le Conseil vous souhaite la bienvenue*

**GROUPEMENT NATIONAL DE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ET DE MICROANALYSES  
GN-MEBA - SFP – 33 rue Croulebarbe – 75013 PARIS**

Tél : 33 (0)1 44 08 67 10 Fax : 33 (0)1 44 08 67 19 Web : <http://www.gn-meba.org> SIRET 442 011 854 00019  
Enregistré au titre de la formation permanente sous le numéro 11 75 40389 75, cet enregistrement ne vaut pas agrément de l'Etat



## **Expertise de la rupture et autres défaillances**

Université Pierre et Marie Curie, Site des CORDELIERS, 75006 Paris

*Jeudi 04 décembre 2008*

09h00 - 09h30 Accueil

09h30 - 10h00 **Exposé introductif : sollicitation mécanique, mécanique de la rupture**

Jacky Ruste, GN-MEBA

*Lorsqu'une structure métallique est soumise à des sollicitations extérieures, elle subit des modifications microstructurales qui peuvent entraîner une déformation plastique, l'apparition de micro-cavités et de dislocations. Le milieu joue un rôle important par la température et la chimie (phénomène de corrosion par exemple). Cette évolution, qualifiée souvent de « vieillissement » et qui est décrite par la mécanique de l'endommagement, n'entraîne pas forcément une dégradation des propriétés mécaniques mais dans la plupart des cas provoque l'apparition de macro-défauts et de macro-fissures. Celles-ci peuvent conduire à la rupture de la structure. En mécanique de la rupture, on peut distinguer différents modes de sollicitation, soit statique, soit dynamique dans lequel le temps joue un rôle important. Citons en particulier le fluage, résultant de l'application d'une contrainte, souvent faible, mais pendant des durées très importantes et à une température élevée, la rupture de fatigue, liée à une contrainte répétitive, et la corrosion sous contrainte, qui n'apparaît que lorsque la contrainte est associée à un milieu chimique particulier, chacun séparément n'ayant pas d'action.*

*Quant aux différents modes de rupture, on peut distinguer les modes de rupture fragile intragranulaire (rupture par clivage) et transgranulaire et le mode de rupture ductile. Dans le cas des aciers ferritiques, on observe le passage progressif du mode fragile à basse température au mode ductile à plus haute température (« courbe de transition ductile-fragile »). Dans les matériaux non-métalliques, la mécanique de la rupture est spécifique au matériau.*

10h00 - 10h30 **L'analyse de défaillances dans le ferroviaire**

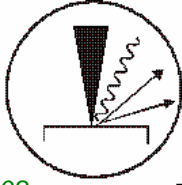
Philippe Feraud, Agence d'essai ferroviaire SNCF

10h30 - 14h00 **Exposition Constructeurs** avec pause café et repas (buffet froid) offert par le GN-MEBA et les constructeurs aux adhérents du groupement

14h00 - 14h30 Assemblée Générale

14h30 - 15h00 **Expertise d'aubes de turbines à combustion**

Frédéric Delabrouille, Laurent Legras, EDF-R&D

**15h00 - 15h30 La datation de fissures sur éléments de structure d'avion, apport du MEB-FEG**

Frédéric Masgrangeas, Ludovic Fehrenbach, Laboratoire Pessac, Bureau VERITAS

15h30 - 16h00 Pause

**16h00 - 16h30 Propriétés d'endommagement de films de nitrure de titane et d'aluminium étudiées à l'échelle nanométrique**

Marie-Hélène Tuilier, Lab. MMPF, Université de Haute Alsace, Mulhouse

*Les films de nitrure métallique sont largement utilisés dans l'industrie comme revêtements protecteurs contre l'usure et l'oxydation. Nous avons étudié des films minces de nitrure ternaire de titane et d'aluminium  $Ti_{1-x}Al_xN$  préparés par pulvérisation cathodique réactive. Les tests de micro-indentation mettent en évidence des différences de comportement vis-à-vis de l'endommagement selon la composition, en relation avec la structure cristallographique et la morphologie. Les films riches en titane, de structure cubique, présentent un comportement ductile alors que les films riches en aluminium sont fragiles. L'analyse par microscopie électronique en transmission des coupes d'empreintes d'indentation préparées par faisceau d'ion focalisé montre ces différences de comportement à l'échelle nanométrique. L'ensemble des analyses structurales par MET, diffraction des rayons X et spectroscopie d'absorption X permettent de mieux cerner les relations entre la structure cristalline, le mode de croissance, la microstructure et la structure atomique des couches dans ce système modèle. Le comportement ductile de TiN s'explique par le glissement de petits domaines séparés par des joints de grain abondants. Au contraire, le comportement fragile de  $Ti_{0.14}Al_{0.86}N$  est lié à la croissance de domaines colonnaires hexagonaux bien orientés dès le début du dépôt.*

**16h30 - 17h00 Identification des mécanismes de rupture sur des soudures par point de friction malaxage**

Sandrine Bozzi<sup>1,2</sup>, A.L Helbert<sup>1,2</sup>, T. Baudin<sup>2,1</sup>, B. Criqui<sup>3</sup>, J.G. Kerbiguet<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Université Paris-Sud, UMR8182, ICMMO, Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, F-91405;

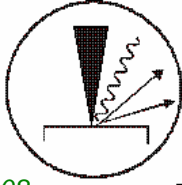
<sup>2</sup> CNRS, Orsay, F-91405.

<sup>3</sup> Technocentre Renault Guyancourt, 1 avenue du Golf, Guyancourt, F-78288

*Le soudage par friction malaxage permet un assemblage sans fusion qui présente de nombreux avantages pour des applications mettant en œuvre des matériaux réputés difficilement soudables, tels que les alliages d'aluminium. Ce procédé montre alors toute son utilité dans l'optique d'un allègement des structures automobiles qui nécessite l'introduction de l'aluminium.*

*La présente étude se concentre sur l'assemblage par point de friction malaxage entre tôles d'aluminium ainsi qu'entre tôle d'aluminium et tôle d'acier. Dans le but d'optimiser la tenue mécanique, il est important, dans un premier temps, de comprendre les mécanismes de rupture mis en jeu.*

*- En ce qui concerne le soudage de l'aluminium, un seul mode de rupture a été observé : il s'agit d'un détachement entre les deux tôles engendré par une propagation de fissures qui contournent la zone de malaxage des points de soudure. Ensuite, en analysant mécaniquement les modes d'ouverture des fissures, il a été possible de déterminer la géométrie des soudures conduisant à une tenue mécanique optimale en traction-cisaillement.*



- En ce qui concerne le soudage entre aluminium et acier, il existe différents modes de rupture : une décohésion entre l'accroche d'acier et la tôle d'aluminium, ou une déchirure de la tôle d'aluminium. Cette étude a montré que la rupture des points de soudures est principalement régie par la quantité et la nature des intermétalliques qui se forment entre l'aluminium et l'acier.

**17h00 - 17h30 Défaillance des connecteurs automobiles**

Florence Lestrat, Renault Guyancourt

**Vendredi 05 décembre 2008****09h00 - 09h30 Dégradation des matériaux du bâtiment : fissuration, perméabilité, microstructure**

Sylvine Guedon, LCPC- Section GMRGE/MSRGI, Paris

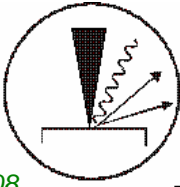
*Cette intervention est basée sur les travaux de thèse de Marion Bost sur « l'altération par le gel des massifs rocheux. Etude expérimentale et modélisation des mécanismes de génération de contraintes dans les fissures » (février 2008).*

*D'un point de vue général, les altérations de la pierre sont décrites pour se focaliser sur celles imputables à l'alternance des cycles de gel-dégel. Le mécanisme de rupture par le gel a été reproduit en laboratoire et différentes expérimentations ont permis d'établir un modèle de contraintes généré par ce phénomène. La fissure générée est liée au matériau, à son réseau poreux et à sa perméabilité. Des observations microscopiques ont été réalisées au cours des cycles de gel-dégel et ont mis en évidence une rupture progressive et hétérogène dans les calcaires (roches très utilisées en œuvre et fréquemment présentes en falaises dans notre paysage français), ainsi qu'une modification microstructurale importante. Cette étude a, de plus, permis de donner des éléments-clé pouvant servir à l'élaboration d'une méthode de prévision de détachement d'un bloc rocheux soumis à l'alternance de périodes de gel et de dégel. En effet, dans les zones montagneuses on peut estimer que cette cause d'altération des roches est prépondérante et particulièrement préjudiciable aux biens et aux personnes. Ce travail est caractérisé par son approche multi-échelle et pluridisciplinaire (géologie, mécanique, chimie et modélisation numérique).*

**09h30 - 10h00 Etude par microscopie électronique à balayage du comportement mécanique du cheveu sous conditions environnementales**

Philippe Hallegot, l'Oréal Recherche

*Un des champs d'investigation de la cosmétique est l'étude du phénomène de casse prématurée des cheveux. La microscopie électronique à balayage conventionnelle, associée à des études mécaniques in situ dans la chambre d'observation, a été utilisée dans le passé. Cependant, le degré d'hydratation de la fibre capillaire est un facteur primordial de son comportement à la traction, et la microscopie électronique environnementale se révèle ici extrêmement prometteuse. Dans notre étude, nous décrivons les modifications morphologiques du cheveu sous extension contrôlée, dans des conditions environnementales*



*variables. Pour cela, une platine de traction a été spécifiquement conçue. Celle-ci permet de recréer en temps réel sous le faisceau électronique, les contraintes mécaniques auxquelles les cheveux sont soumis dans la vie de tous les jours.*

**10h00 - 10h30 Évaluation tri-dimensionnelle des micro-fissures dans l'os trabéculaire humain par micro-CT synchrotron**

Aymeric Larrue<sup>1</sup>, A.Rattner<sup>2</sup>, N.Laroche<sup>2</sup>, L.Vico<sup>2</sup>, F. Peyrin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> CREATIS-LRMN, UMR CNRS 5220, INSERM U630, INSA, Lyon, France

<sup>2</sup> LBTO, INSERM E366, Saint-Etienne, France

*Les micro-porosités de l'os trabéculaire et les micro-cracks sont caractérisés par micro-tomographie.*

*Matériel et méthodes seront décrits : imagerie (micro-CT synchrotron ESRF), traitement et analyse (segmentation des  $\mu$ -craks et extraction de paramètres 3D)*

*Micro-CT synchrotron*

- Observation en 3D des micro-cracks
- Extraction de paramètres quantitatifs 3D
- Nouvelles perspectives pour les études bio-mécaniques Perspectives
- Amélioration et Automatisation de la méthode de détection
- Caractérisation du type de cracks (linéaires, parallèles, croisés) et de ses propriétés

*Questions :*

- Validation ?
- Représentativité des échantillons ?
- Choix des contraintes mécaniques ?

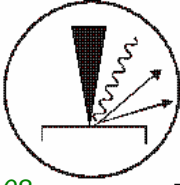
10h30 - 11h00 *Pause*

**11h00 - 11h30 Défaillance en archéologie : MEBE et microanalyse X, outils diagnostiques et exploratoires, perspectives en ostéo-archéologie**

Benoît Bertrand, William Devriendt, Sophie Vatteoni, Nuria Villena I Mota,  
Direction de l'Archéologie de la Communauté d'Agglomération de Douaisis

*L'activité de terrain de la Direction de l'Archéologie de la Communauté d'Agglomération du Douaisis (DAPCAD) se prolonge dans plusieurs axes de recherche qui permettent d'intégrer les fouilles au sein d'une dynamique internationale, notamment en ce qui concerne l'anthropologie. Cette activité en plein essor est depuis peu soutenue par l'ouverture d'un laboratoire d'analyse et de caractérisation des matériaux. Deux sites récemment fouillés, la Collégiale Saint-Amé (950-1797) et l'Eglise Saint-Jacques (1225-1792), représentent à eux seuls un potentiel de plus de 3000 sépultures. L'étude paléopathologique, discipline primordiale de l'anthropologie, implique la formulation d'un diagnostic rétrospectif. L'examen des lésions profite de l'investigation par la microscopie électronique à balayage environnementale pour l'interprétation parfois délicate du caractère post mortem des traces relevées sur les ossements anciens. Lorsque l'hypothèse taphonomique est exclue, l'exploration d'affections similaires permet d'affiner et d'établir le diagnostic différentiel. À partir de quelques exemples, nous montrons l'intérêt indéniable du MEB Environnemental Electro Scan 2020 pour l'interprétation de la pathologie à l'échelle de l'individu et amorçons une réflexion sur les implications à l'échelle de la population.*





**11h30 - 12h00 Rupture dans les matériaux composites**

Anthony Bunsell, CDM, Mines-ParisTech, Evry

*Les structures renforcées par des fibres comprennent toutes classes de matériaux, du caoutchouc aux céramiques. Elles peuvent casser à cause de différents mécanismes. Pour les cerner correctement, il faut une compréhension de leur microstructure, souvent à l'échelle atomique, révélée par une variété de techniques dont la microscopie électronique à balayage est la plus importante.*

*Différents exemples seront traités :*

- Cordes de parachute en nylon
- Rupture des câbles de remorquage en Kevlar
- Rupture des joncs de tirants
- Rupture imprévue d'un composite à fibres de carbone
- La mousse syntactique
- Rupture des fibres PET et PA noyées dans du caoutchouc
- Rupture des fibres céramiques

12h00 - 14h00 Déjeuner libre

**14h00 - 14h30 L'application de l'analyse fractographique en expertise de pièces composites**

Sophie Toillon, CETIM Nantes

*La fractographie consiste en l'analyse des faciès de rupture de matériaux, de pièces ou de structure. Au service du technicien ou de l'ingénieur, elle fournit de précieux indices utiles au déroulement de « l'enquête » suivie en analyse de défaillance. On peut ainsi mettre en évidence les zones d'amorçage et les événements caractéristiques du mode de sollicitation ayant conduit à la ruine de la structure ou encore détecter des défauts présents initialement au sein de la pièce.*

*L'expérience fractographique associée à la compréhension de plus en plus fine de la structure et du comportement des matériaux à base de polymères ont permis le développement d'une base de connaissances sur leurs faciès de rupture s'enrichissant de jour en jour.*

*Cette base de connaissances s'articule autour d'une démarche fractographique générale partant systématiquement d'une approche macroscopique des ruptures. Cette première phase permet de cerner le problème dans son ensemble et de poser les hypothèses du travail d'investigation qui va suivre au niveau microscopique. Dans le cas des structures composites, l'analyse fractographique est souvent corrélée à une étude par calculs par éléments finis du comportement de la pièce soumise à différentes sollicitations.*

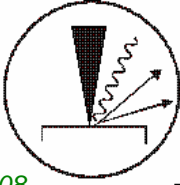
**14h30 - 15h00 La prothèse tibiale : analyse des processus de dégradation et proposition d'amélioration**

Kamel Tadjine, Université d'Annaba

**15h00 - 15h30 Etude structurale de phases siliceuses : diagnostic de la défaillance du béton**

Amine Hamoudi<sup>1</sup>, Lahcen. Khouchaf<sup>1</sup>, P. Cordier<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Centre de Recherche de l'Ecole des Mines de Douai, 941, rue Charles Bourseul BP. 10838 59508 Douai, France



<sup>2</sup> Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide, UMR 8008 USTL UFR de Physique  
Bat C6 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex France.

*La défaillance des structures en béton suite à une pathologie nommée la réaction alcali-silice (R.A.S) se manifeste par des fissures, gonflement et dans des cas extrêmes par l'effondrement. Etant donné que la cristallinité du granulat siliceux joue un rôle déterminant dans sa réactivité vis-à-vis de cette réaction (R.A.S), nous avons mis au point une approche multi-technique et multi-échelle pour l'étude du vieillissement de matériaux siliceux et hétérogènes à base de SiO<sub>2</sub> et dans différents états : cristallin, désordonné et amorphe [1]. Dans ce travail nous avons combiné des techniques telles que la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X, l'absorption des rayons X et la résonance magnétique nucléaire pour suivre le vieillissement des phases de type SiO<sub>2</sub>.*

*Nous avons observé des changements structuraux à longue, moyenne et courte échelle, qui montrent un mécanisme réactionnel complexe [1,2]. La présence des cations Ca<sup>++</sup> et K<sup>+</sup> induit la formation de phase nanocristallines de type silicates de calcium hydratés (C-S-H). Les atomes de silicium dans ces composés présentent deux environnements locaux récemment mis en évidence [3].*

**REFERENCES**

- [1] L. Khouchaf, J. Verstraete, «Multi-technique and multi-scale approach applied to study the structural behavior of heterogeneous materials: natural SiO<sub>2</sub> case», *Journal of Materials Science*, 42, 7 (2007) 2455.  
[2] A. Hamoudi; L. Khouchaf; C. Depecker; B. Revel; L. Motagne; P. Cordier – “Microstructural evolution of amorphous silica following alkali-silica reaction” - *Journal of Non-Crystalline Solids*. In Press doi:10.1016/j.jnoncrysol.2008.07.001  
[3] Flank, A, M, Karnatak R, C, Blancad, C, Esteva, J, M, Lagarde, P and Connerade, J, P (1991): Probing matrix isolated SiO molecular clusters by X-ray absorption spectroscopy. *Z. Phys. D – Atoms, Molecules and Clusters* 21: pp 357-366

**15h30 - 16h00 Rôle de la rugosité inter faciale dans l'endommagement des barrières thermiques (revêtement protecteur des superalliages utilisés dans l'aéronautique)**

Martine Poulain, ONERA-DMSM

*L'adhérence de la protection thermique des aubes de turbine aéronautique est conditionnée par la rugosité induite par la préparation de surface appliquée aux pièces, avant leur revêtement par une céramique isolante. Mais la topographie de l'interface céramique/métal évolue en service, à cause notamment du fluage et des transformations de phase qui affectent la couche de liaison qui s'oxyde. L'amplitude des ondulations en surface du métal augmente et des contraintes en traction s'exerçant à leurs sommets provoquent des décohésions locales constituant des amorces de fissures. Lorsqu'une fissure se propage, la ruine du système peut survenir brutalement. L'évolution topographique de l'interface tend certes à diminuer sa ténacité, puisque des endommagements locaux apparaissent de plus en plus nombreux, mais les ondulations plus amples peuvent ralentir la propagation des fissures. La géométrie d'interface doit donc être décrite précisément, à différents stades d'oxydation, si l'on veut comprendre la perte d'adhérence progressive des barrières thermiques, qui est quantifiée par un essai de flexion.*



*Alprimage*



SYNERGIE<sup>4</sup>



## **RENCONTRES TECHNIQUES**

**Pause café et buffet offerts**

**aux adhérents du GN-MEBA par les constructeurs  
ou leurs représentants et le conseil du GN-MEBA**

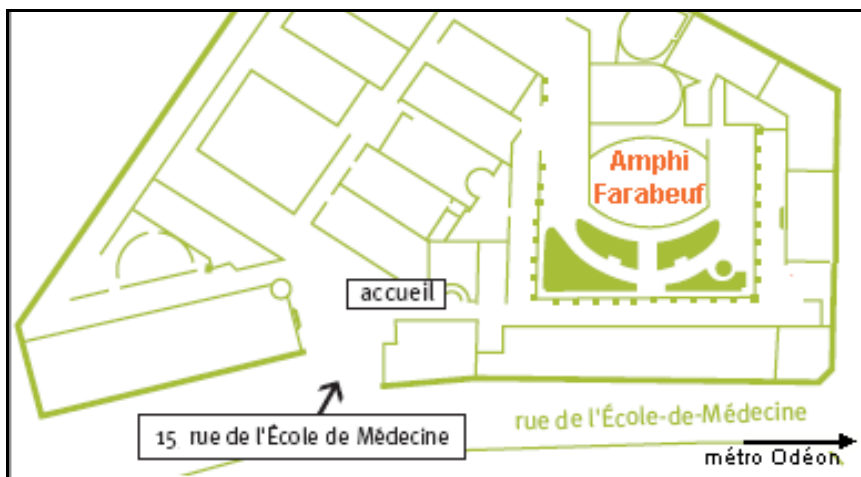
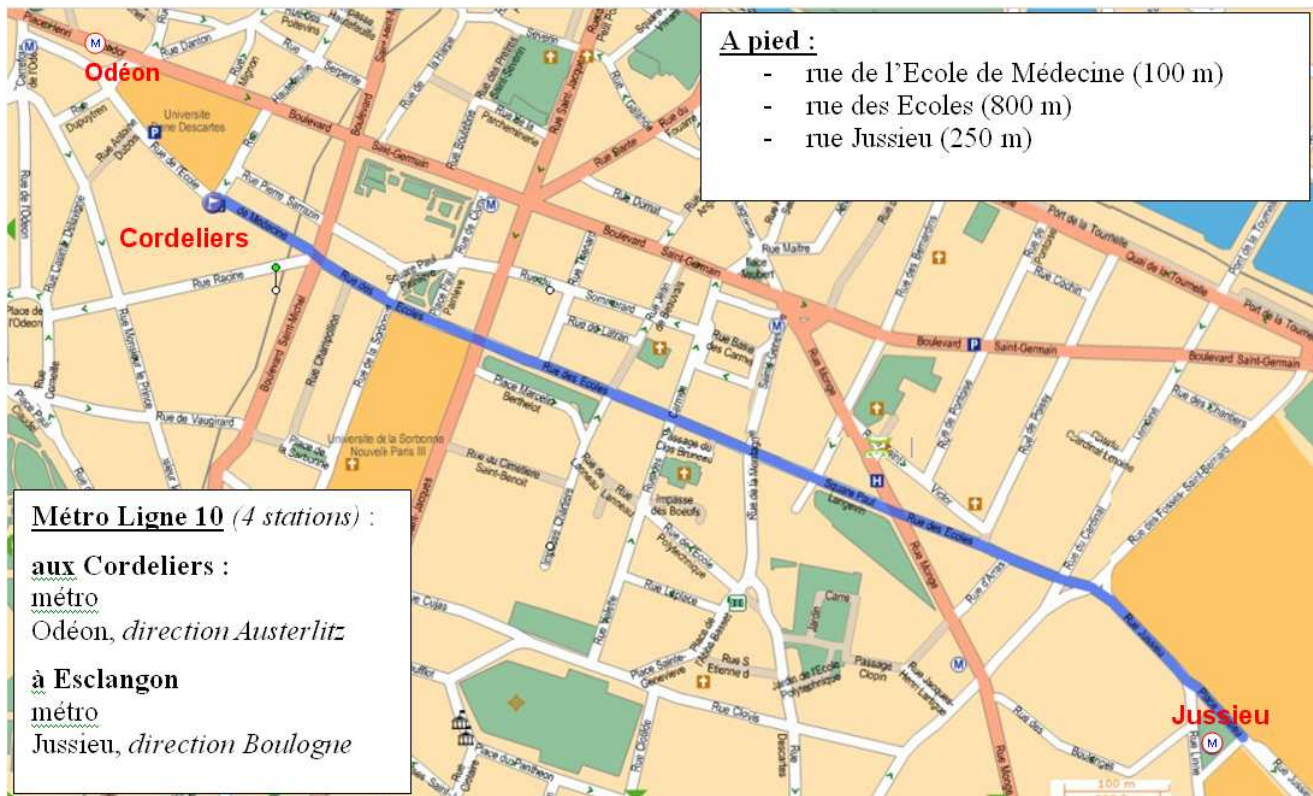
Comme l'année passée, sur proposition du conseil, les constructeurs qui ont accepté présenteront leurs produits et nouveautés lors des rencontres techniques du jeudi 4 décembre à partir de 10h45 aux adhérents du GN-MEBA.

Cette pause aura lieu dans les **caves Esclangon à Jussieu**, situées à 15 minutes à pied ou en métro du site des Cordeliers (dans ce dernier cas pensez à acheter vos billets à l'avance). Le cheminement entre ces deux emplacements est joint à cet envoi (vous pourrez aussi suivre les membres du Conseil !)

Elle commencera par une pause café  
puis un buffet froid sera servi à partir de 12h.

Les personnes intéressées pourront bénéficier des locaux jusqu'à 13h30, heure à laquelle la salle devra impérativement être libérée et nous retournerons sur le site de Cordeliers pour la suite de la réunion.





**Site des Cordeliers**  
 Amphi Farabeuf  
 15 rue de l'École de Médecine  
 Paris 06  
 Métro Odéon



**Caves Esclangon**  
 Campus de Jussieu  
 Paris 05  
 Métro Jussieu