

THESE

pour l'obtention du Grade de

Docteur de l'Université de Poitiers

Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique
&

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées
(Diplôme national – arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale Sciences pour l'Ingénieur & Aéronautique.
Secteur de Recherche : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces.

Présentée par :

Frédéric MENAN

Influence de la corrosion saline sur la tolérance aux dommages d'un alliage d'aluminium aéronautique 2XXX

Sous la direction de :
Gilbert HENAFF

Soutenance 3 décembre 2008

- JURY -

C. BLANC	Professeur à l'ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse	Rapporteur
D. DELAFOSSE	Professeur à l'ENSMSE, St-Etienne	Rapporteur
H-P. LIEURADE	Docteur ès Sciences, Conseiller scientifique, CETIM, Senlis	Examinateur
N. RANGANATHAN	Professeur à l'Ecole Polytechnique de l'Université de Tours	Examinateur
D. SCHUSTER	Ingénieur EADS IW, Suresnes	Examinateur
G. HENAFF	Professeur à l'ENSMA, Futuroscope Chasseneuil	Examinateur

Remerciements

Tout d'abord, je remercie très sincèrement Henri-Paul Lieurade qui m'a fait l'honneur de présider ce jury de thèse. Merci beaucoup à Christine Blanc et à David Delafosse pour avoir accepté d'être rapporteurs de ces travaux et également à Dominique Schuster, N. Ranganathan et Gilbert Hénaff pour leur participation au jury. Je réalise l'effort que demande la lecture de ces 330 pages.

Je remercie ensuite Gilbert Hénaff pour avoir consacré beaucoup de temps et d'énergie à l'encadrement de cette thèse et pour m'avoir aidé pendant ces 3 ans.

Je remercie José Mendez, directeur à l'époque où j'ai intégré le Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux, pour m'avoir accueilli au sein de son unité. Mais je remercie surtout José Mendez, et Marie-Christine Lafarie-Frenot, pour avoir su trouver les mots justes quand cela s'est avéré nécessaire.

Je voudrais aussi remercier tout le personnel du laboratoire et des ateliers : Patrick Dupleix pour sa bonne humeur, Guillaume Benoit pour m'avoir accompagné dans de nombreuses tâches pendant toute ma thèse, Jean-Pierre Pautrot pour son aide précieuse lors du développement de mes enceintes expérimentales, Jean-Louis Brangeon pour l'usinage de presque 100 éprouvettes (je réalise le temps que prend un tel travail), Laurent Jouvanneau et Richard Texier pour mes « piscines » et mes goupilles, Mustapha Jouaid et Michel Gerland pour les longues analyses microscopiques, Denis Bertheau pour avoir mis à disposition la machine de fatigue pendant si longtemps et pour avoir tenté de nous procurer un extensomètre – plongeur qui finalement ne savait pas nager, Brigitte Vigner, Pascale Pouzin et Eliane Bonneau pour leur soutien face au mystérieux monde de l'administratif et Mikael Gueguen pour m'avoir grandement aidé sur mes modestes calculs Abaqus.

Je salue les thésards du laboratoire et je leur souhaite bon courage pour leur fin de thèse. Aux résidents du bureau 16, un grand merci et une bonne continuation pour la suite.

Je remercie toute ma famille pour leur soutien précieux et la patience qu'ils ont manifestée lorsque « Ô stupeur » je « continuais mes études ». Un grand merci aux Ivrognes (Dams, Benji, Xav, Tommy, Ramon, Nico, Chewb, Killians, Saloon, Raph, Nounours, Loïc), sans qui toutes ces journées auraient été encore plus loooooongues qu'elles ne l'ont été.

Enfin, ma dernière pensée va pour ma Flamme à Lunettes, sans qui je n'aurais jamais fini cette aventure, qui m'a écouté, conseillé, et qui a été toujours si patiente et tolérante pendant tout ce temps.

SOMMAIRE

Introduction	9
1. <i>Contexte industriel</i>	11
2. <i>Objectifs de l'étude</i>	14
1. Domaine de synergie entre fissuration par fatigue et corrosion saline	14
2. Notion de milieu représentatif des conditions en service : immersion émergence en fatigue	15
3. Extension aux autres alliages d'aluminium	16
3. <i>Structure du rapport</i>	17
I Bibliographie	19
1.1 <i>Introduction</i>	21
1.2 <i>Corrosion sous contrainte des alliages d'aluminium</i>	22
1.2.1 Préliminaire : corrosion des alliages d'aluminium	22
1.2.2 Phénoménologie de la corrosion sous contrainte	25
1.2.3 Cas des alliages d'aluminium 2XXX	26
1.3 <i>Fissuration en fatigue et fatigue corrosion</i>	29
1.3.1 Généralités	29
1.3.2 Résistance intrinsèque à la fissuration par fatigue	30
1.3.3 Phénoménologie de l'influence de l'environnement sur la propagation	33
1.4 <i>Mécanismes et modèles de fissuration assistée par l'environnement</i>	39
1.4.1 Mécanismes de rupture assistée par l'environnement	39
1.4.2 Modèles de fissuration assistée par l'environnement	41
1.5 <i>Influence de cycles d'immersion émergence et de l'exposition séquentielle entre fatigue et corrosion</i>	47
1.5.1 Immersion émergence en corrosion	47
1.5.2 Exposition séquentielle fatigue – corrosion en durée de vie	48
1.5.3 Immersion émergence en propagation de fissures de fatigue	49
1.5.4 Conclusion partielle sur l'influence de l'immersion émergence en fatigue et l'exposition séquentielle fatigue/corrosion	50
1.6 <i>Conclusion de la partie bibliographie</i>	52
II Matériau et méthodes expérimentales	57
II.1 <i>Matériau de l'étude</i>	59
II.1.1 Composition chimique	59

II.1.2	Procédé d'obtention de l'alliage 2024-T351	59
II.1.3	Microstructure	60
II.1.4	Propriétés mécaniques du 2024-T351	63
<i>II.2</i>	<i>Protocole expérimental</i>	<i>64</i>
II.2.1	Introduction	64
II.2.2	Géométrie des éprouvettes	64
II.2.3	Suivi de la longueur de fissure et de la fermeture de fissure	65
II.2.4	Environnements étudiés	70
II.2.5	Essais de fissuration en fatigue	71
II.2.6	Essais de fissuration en corrosion sous contrainte	77
II.2.7	Nettoyage et analyse post-mortem des éprouvettes	80
III Caractérisation du comportement de l'alliage 2024-T351 en fissuration par corrosion sous contrainte		85
<i>III.1</i>	<i>Introduction</i>	<i>87</i>
<i>III.2</i>	<i>Remarque préliminaire</i>	<i>88</i>
<i>III.3</i>	<i>Influence de l'exposition à l'environnement</i>	<i>89</i>
III.3.1	Comparaison des différents environnements	89
III.3.2	Vitesses de fissuration	91
III.3.3	Chemins de fissure	92
III.3.4	Surfaces de rupture	93
III.3.5	Effets de bord et déviation du front de fissure	98
III.3.6	Rupture au niveau d'un trou de goupille	99
<i>III.4</i>	<i>Influence du chargement mécanique</i>	<i>104</i>
III.4.1	Corrosion sans chargement	104
III.4.2	Essai à déplacement imposé	104
<i>III.5</i>	<i>Influence d'une préfissure transgranulaire</i>	<i>108</i>
III.5.1	Résultats expérimentaux	108
III.5.2	Analyse de l'influence de la préfissure	112
<i>III.6</i>	<i>Influence du sens de prélèvement</i>	<i>114</i>
III.6.1	Résultats expérimentaux	114
III.6.2	Analyse de l'influence du sens de prélèvement	116
<i>III.7</i>	<i>Influence de l'épaisseur</i>	<i>118</i>
<i>III.8</i>	<i>Modèles de propagation: effets de bord et influence de l'épaisseur</i>	<i>122</i>
<i>III.9</i>	<i>Conclusion</i>	<i>123</i>

IV Résultats expérimentaux de fatigue sous vide et sous air	125
<i>IV.1 Introduction</i>	127
<i>IV.2 Caractérisation du 2024-T351 en fatigue sous ultravide</i>	128
IV.2.1 Courbes nominales	128
IV.2.2 Prise en compte des effets de fermeture	128
IV.2.3 Chemins de fissure et surfaces de rupture	129
IV.2.4 Influence du sens de prélèvement	138
<i>IV.3 Caractérisation du 2024-T351 en fatigue sous air</i>	143
IV.3.1 Courbes nominales	143
IV.3.2 Prise en compte des effets de fermeture	143
IV.3.3 Comparaison avec les modèles de la littérature	144
IV.3.4 Chemins de fissure et surfaces de rupture	147
IV.3.5 Influence du sens de prélèvement	156
IV.3.6 Influence de l'épaisseur	159
<i>IV.4 Conclusion</i>	162
V Résultats expérimentaux de fatigue corrosion	165
<i>V.1 Introduction</i>	167
<i>V.2 Essai de référence</i>	169
V.2.1 Introduction	169
V.2.2 Vitesses de fissuration	169
V.2.3 Chemins de fissure et surfaces de rupture	170
V.2.4 Comparaison avec quelques données de la littérature	173
<i>V.3 Influence des paramètres mécaniques</i>	174
V.3.1 Fréquence de chargement	174
V.3.2 Forme du signal	185
V.3.3 Rapport de charge	195
V.3.4 Conclusion sur l'influence des paramètres mécaniques	201
<i>V.4 Influence des paramètres environnementaux</i>	202
V.4.1 Ions chlorure en solution	202
V.4.2 Exposition de type immersion émerision	203
<i>V.5 Influence des paramètres métallurgiques</i>	209
V.5.1 Sens de prélèvement	209
<i>V.6 Conclusion</i>	212

VI Analyse des résultats expérimentaux et discussion	215
VI.1 <i>Introduction</i>	217
VI.2 <i>Fissuration en fatigue sous vide</i>	218
VI.2.1 Comportement intrinsèque dans le sens S-L	218
VI.2.2 Influence du sens de prélèvement	221
VI.2.3 Conclusion sur le comportement intrinsèque du 2024-T351	227
VI.3 <i>Fissuration en fatigue sous air</i>	228
VI.3.1 Effet d'environnement air/vide dans le sens S-L	228
VI.3.2 Influence du sens de prélèvement	230
VI.3.3 Influence du rapport de charge	234
VI.3.4 Conclusion sur le comportement sous air du 2024-T351	238
VI.4 <i>Synergies entre fissuration par fatigue et corrosion saline</i>	239
VI.4.1 Introduction	239
VI.4.2 Bilan des résultats expérimentaux	239
VI.4.3 Analyse des résultats expérimentaux	241
VI.4.4 Bibliographie sur l'influence de la fréquence en fatigue corrosion	264
VI.4.5 Discussion des mécanismes de fissuration en fatigue corrosion	275
VI.4.6 Bilan sur les mécanismes de fatigue corrosion de l'alliage 2024	282
VI.4.7 Loi de propagation en fatigue corrosion	284
VI.4.8 Conclusion sur la synergie entre fatigue et corrosion saline sur l'alliage 2024	285
VI.5 <i>Influence d'une immersion-émersion en propagation de fissures</i>	288
VI.5.1 Introduction	288
VI.5.2 Influence d'une immersion-émersion en fatigue	288
VI.5.3 Différence immersion permanente et immersion-émersion en propagation de fissure	290
VI.5.4 Conclusion sur l'influence de l'immersion émersion en propagation de fissures de fatigue	304
VI.6 <i>Applicabilité aux autres alliages d'aluminium</i>	305
VI.6.1 Introduction	305
VI.6.2 Analyse bibliographique	305
VI.6.3 Effet de fréquence négatif en fatigue corrosion	308
VI.6.4 Lien entre sensibilité à la corrosion sous contrainte et à la fatigue corrosion	308
Conclusion et perspectives	315

Annexe 1 : enceintes de fatigue corrosion et corrosion sous contrainte	321
1. <i>Enceinte de fatigue corrosion</i>	323
2. <i>Enceinte de corrosion sous contrainte</i>	327

Introduction

1. Contexte industriel

Les alliages d'aluminium sont très utilisés en aéronautique, notamment parce qu'ils présentent des propriétés mécaniques spécifiques élevées. Cependant les éléments ajoutés à l'aluminium pur pour améliorer ces propriétés (Cu, Zn, Mg...) le rendent sensibles à la corrosion. Cette corrosion peut interagir avec les contraintes mécaniques par corrosion sous contrainte et/ou fatigue corrosion et mener à des durées de vie réelles inférieures aux durées de vie estimées. L'action de la corrosion sur les défauts de type fissure est donc un danger pour l'intégrité des structures.

Dans la pratique, tout défaut détecté conduit à la réparation ou au remplacement de la structure, ce qui nécessite une maintenance rigoureuse et d'un coût élevé. Par exemple, selon un rapport de Kinzie sur la maintenance du parc d'aéronefs de l'USAF [1], en 1990 le coût moyen de maintenance due à la corrosion était de 185 000 \$ par avion et par an (donnée reprise par Groner [2]). En 2007, le coût total de la corrosion pour le Département de la Défense des Etats-Unis était estimé entre 10 et 20 Milliards de dollars par an [3].

Aujourd'hui, la corrosion des alliages d'aluminium est de nouveau un important sujet de recherche en aéronautique : « *la prochaine interdiction du chrome et du manganèse dans les alliages à usage aéronautique est la raison d'une nouvelle course entre avionneurs pour disposer de nouveaux alliages d'aluminium offrant les mêmes qualités de protection et de résistance à la corrosion.* » [4].

Pour la corrosion sous contrainte, Speidel [5] classifie de nombreux retours d'expériences de pièces rompues en service dans l'aéronautique dans les années 1960 et 1970 (Tableau 1 et Tableau 2). Ces ruptures se sont produites en majorité sur des alliages d'aluminium 7XXX et 2XXX (Figure 1). Les sites d'amorçage sont de natures très variées, donc il est impossible de protéger tous les matériaux de la corrosion sous contrainte par des traitements de surface ou par des revêtements. Les contraintes à l'origine de ces ruptures sont dans la moitié des cas des contraintes résiduelles de fabrication, contraintes souvent inévitables mais qui ne sont généralement pas prises en compte lors du dimensionnement des structures.

Accidents géométriques (concentrateur de contraintes)	25%
Bagues de serrage, manchons, chapes	15%
Piqûres de corrosion	12%
Fissures de fatigue	5%
Frottement, usure	5%
Corrosion intergranulaire et feuilletante	4%
Non connu	34%

Tableau 1. Distribution des sites d'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte recensés dans l'aéronautique. Alliages d'aluminium. Speidel 1975 [5].

Contraintes résiduelles (traitements thermiques et fabrication)	40%
Contraintes dues à l'installation sur la structure	25%
Contraintes due à la vie en service	25%
Non connu	10%

Tableau 2. Distribution des sources des contraintes à l'origine de la propagation en corrosion sous contrainte. Alliages d'aluminium. Speidel 1975 [5].

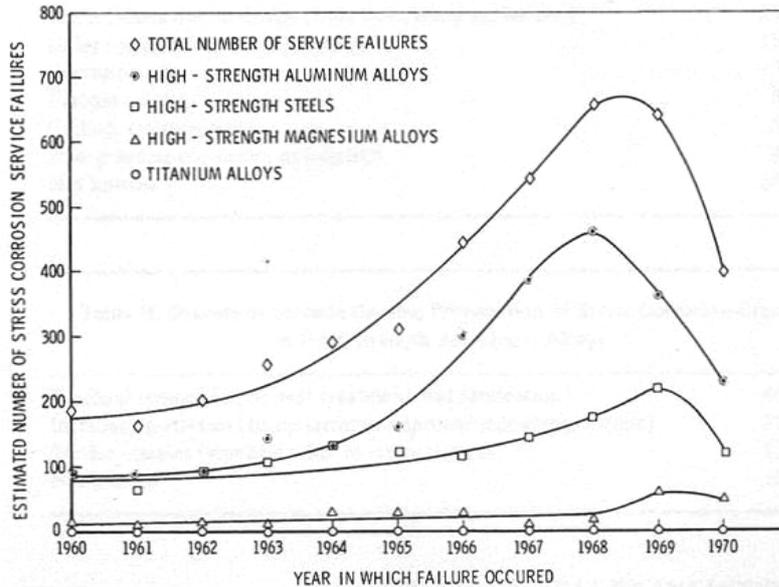


Figure 1. Estimation des ruptures en service de pièces aéronautiques dues à la corrosion sous contrainte en Europe de l'Ouest et Amérique du Nord entre 1960 et 1970 [5].

Les ruptures de fatigue sont également aujourd'hui encore d'actualité. En 2007, Les 441 F-15 de l'US Air Force furent immobilisés pendant plusieurs mois suite à la perte en vol d'un de ces appareils, attribuée à « *la présence de criques de fatigue* » repérées sur les longerons [6]. « *Des criques ont depuis ont été trouvées sur neuf autres avions, qui sont vraisemblablement destinés à être ferrailés* ». On n'ose imaginer l'impact économique de ces criques de fatigue pour l'US Air Force. De plus, il paraît inévitable que la corrosion agisse sur la croissance des fissures de fatigue, par synergie avec le chargement cyclique ou par l'apparition d'un dommage de type corrosion sous contrainte venant s'ajouter au dommage de fatigue. Par exemple la rupture en vol d'une charnière de volet de bord de fuite d'un F/A-18, fabriquée en alliage d'aluminium 7050, a été attribuée, sur la base d'analyses microfractographiques, à l'accélération de la croissance d'une fissure de fatigue par la corrosion saline [7].

Tous ces éléments montrent que, pour assurer la sécurité des vols tout en réduisant les coûts de maintenance, il est nécessaire :

1/ de développer des alliages aussi résistants que possible à la tolérance aux dommages en fatigue, fatigue corrosion et corrosion sous contrainte.

2/ de savoir estimer la cinétique de croissance des défauts préexistants ou apparaissant en service sous des conditions de sollicitations réelles. Ceci implique notamment de connaître la nature et le domaine d'existence des synergies entre la corrosion et un chargement mécanique (statique ou cyclique), de comprendre les mécanismes à l'origine de ces synergies, et l'influence des paramètres métallurgiques, mécaniques et environnementaux sur ces mécanismes.

L'étude présentée ici est centrée sur ce dernier point, à savoir la détermination des domaines de synergie entre la corrosion saline et un chargement mécanique cyclique lors de la propagation de fissures de fatigue dites « longues », la caractérisation de ces synergies, et la compréhension des mécanismes à l'origine de ces dernières, dans les alliages d'aluminium aéronautiques.

2. Objectifs de l'étude

1. Domaine de synergie entre fissuration par fatigue et corrosion saline

La fissuration par fatigue des métaux en milieu aqueux fait l'objet d'une littérature abondante, en particulier sur les aciers et les alliages d'aluminium de la série 7000, mais aussi sur les alliages d'aluminium de la série 2000 et de nombreux autres alliages métalliques.

De nombreux paramètres sont à considérer (Tableau 3, [8]). Cette quantité importante de paramètres et leurs effets très souvent couplés rendent difficile une généralisation des tendances observées en fatigue corrosion. Les résultats sont souvent contradictoires, et pour chaque alliage, sur une même géométrie d'éprouvette, le nombre de paramètres étudiés ne permet généralement pas d'avoir une vision synthétique des interactions entre le chargement mécanique, la métallurgie de l'alliage et la corrosion. Dans la littérature, certains paramètres essentiels ne sont d'ailleurs parfois pas précisés, ce qui rend impossible l'analyse des résultats présentés.

On peut également noter que peu d'études ont tenté de caractériser, sur un même alliage, le comportement en corrosion sous contrainte et le comportement en fatigue corrosion. L'identification des points communs ou des différences entre ces deux types de fissuration assistée par l'environnement n'est pas couramment réalisée.

Il est donc apparu nécessaire, pour un même alliage, dans les mêmes conditions expérimentales (géométrie et préparation des éprouvettes, environnement, cellule de corrosion, mesure de longueur de fissure...etc.), de réaliser une caractérisation fine de l'influence d'un panel de paramètres aussi large que possible, et de découpler au maximum leurs interactions. Ceci est donc le premier objectif de l'étude.

Dans cette optique il semblait préférable d'étudier un alliage d'aluminium bien connu au sein de l'industrie aéronautique. Notre choix s'est porté sur le 2024-T351, alliage courant grâce à ses bonnes performances en tolérance aux dommages.

Paramètres			
Mécaniques	Environnementaux	Métallurgiques	Géométriques
Amplitude ΔK du facteur d'intensité de contrainte	Température	Composition chimique	Longueur de fissure
Rapport de charge R	Pression totale	Distribution des éléments d'alliages et impuretés	Géométrie de fissure
Fréquence de chargement	Type d'environnement (liquide, gazeux...)	Taille et forme des grains	Concentrateurs de contraintes
Forme du signal	Pression partielle (gaz) ou concentration (liquide) de chaque espèce active	Traitement thermique	
Amplitude du signal	Potentiel électrochimique	Traitement mécanique	
Etat de contraintes	pH	Texture	
Contraintes résiduelles	Viscosité		
	Débit		

Tableau 3. Liste des principaux paramètres intervenant en fatigue sous environnement

2. Notion de milieu représentatif des conditions en service : immersion émergence en fatigue

Ce deuxième objectif concerne plus spécifiquement la notion de milieu artificiel représentatif du milieu réel, et donc l'application de résultats d'essais accélérés en laboratoire à des durées de vie en service beaucoup plus longues.

En corrosion, 3 milieux artificiels sont généralement utilisés : brouillard salin, immersion permanente en solution saline et alternances d'immersion en solution saline et d'émergence à l'air (immersion émergence). Il est difficile d'estimer de façon absolue, à partir d'essais de laboratoire, des cinétiques de corrosion sur structures en service. C'est pourquoi ces 3 environnements sont généralement utilisés pour comparer plusieurs alliages entre eux. La classification donnée par l'immersion émergence se rapproche généralement le mieux de l'environnement réel [9, 10]. Les essais de corrosion sous contrainte sont donc habituellement effectués sous un environnement de type immersion émergence, comme l'imposent les normes ASTM et AFNOR [11-14].

L'immersion émergence trouve également une application industrielle pour certains projets inhabituels. Ainsi le département de la défense des Etats-Unis étudie un projet de drone lancé par sous marin pour des applications militaires [15]. L'objectif est de transporter des drones dans les sous marins de l'US Navy, les lancer pour des missions militaires puis les faire amerrir pour les récupérer. *« Si une suite lui est donnée, il faudra encore résoudre le problème posé par des immersions répétées, qui conditionneront les matériaux et types de moteurs ».*

Pourtant, la grande majorité des essais de fatigue est réalisée soit à l'air, soit en immersion permanente. Le risque est donc très grand d'obtenir des résultats peu représentatifs des conditions réelles. Le deuxième objectif de cette étude est donc de déterminer s'il existe une différence de comportement importante entre la propagation de fissures de fatigue en immersion permanente et la propagation en immersion émergence, afin de statuer sur la représentativité des résultats de fatigue en

immersion permanente. Plus particulièrement, il s'agit de savoir si une accélération de la propagation peut se produire en immersion émergence par rapport à l'immersion permanente, car dans ce cas les résultats collectés en immersion permanente peuvent s'avérer non conservatifs.

3. Extension aux autres alliages d'aluminium

Le dernier objectif de cette étude est de déterminer dans quelle mesure les résultats obtenus sur l'alliage 2024-T351 peuvent s'appliquer aux autres alliages d'aluminium, en particulier ceux couramment utilisés dans l'aéronautique. Une réflexion est effectuée sur ce sujet, sur la base des résultats de cette étude et de la littérature, dans le dernier chapitre du rapport.

3. Structure du rapport

Le **chapitre I** expose la bibliographie de la corrosion, corrosion sous contrainte et fatigue corrosion des alliages d'aluminium 2000. L'objectif ne sera pas de réaliser une revue exhaustive et détaillée de la littérature sur ces sujets, mais de définir et décrire les phénomènes et notions de base sur ces domaines, nécessaires pour la lecture de ce rapport. En fatigue nous montrerons également que le nombre de paramètres à prendre en compte est très élevé, que leurs influences sont complexes et souvent couplées, et que cela a induit un grand nombre d'études rapportant des tendances parfois contradictoires ou difficilement comparables entre elles.

Dans le **chapitre II** nous présenterons le matériau de l'étude puis les dispositifs et le protocole expérimental utilisés pour les campagnes d'essais de fatigue et de corrosion sous contrainte.

Le **chapitre III** est dédié à la présentation des résultats expérimentaux de corrosion sous contrainte sur le matériau de cette étude, l'alliage 2024-T351. Certains de ces résultats seront analysés directement dans cette partie et ne seront pas repris dans la discussion finale, car ils méritent réflexion mais ne rentrent pas dans les trois objectifs de l'étude.

Le **chapitre IV** présente une caractérisation fine du comportement intrinsèque et de l'influence de l'air ambiant en propagation de fissures de fatigue sur le 2024-T351, essentiellement dans le domaine de Paris. Les résultats présentés dans ce chapitre seront résumés et analysés en détail dans la discussion finale.

Le **chapitre V** rapporte les résultats sur l'influence des principaux paramètres mécaniques, environnementaux et métallurgiques sur la fissuration en fatigue de l'alliage 2024-T351 en milieu aqueux, toujours dans le domaine de Paris.

La première partie du **chapitre VI** considère tout d'abord le comportement en fatigue sous vide et sous air de l'alliage d'aluminium 2024-T351. Cette analyse a deux objectifs : fournir un support de connaissances pour l'analyse du comportement en fatigue corrosion et apporter des éléments de réflexion sur le comportement intrinsèque et dans l'air ambiant de cet alliage. Ensuite, l'analyse et la discussion des résultats de fatigue corrosion fournissent des éléments de réponse aux trois objectifs de l'étude.

Références Bibliographiques

1. R.C. Kinzie, The Cost of USAF Corrosion Maintenance, *Aerospace Corrosion Control* 1992, 1992.
2. D.J. Groner, US Air Force Aging Aircraft Corrosion, *Aiaa J*, 38(4), 1997.
3. W.E. Frazier, Corrosion-Resistant Alloys for Naval Aviation, *Advanced Materials & Processes*, 165(3), 2007
4. Matériaux aéronautiques : Boeing verrouille., *Air & Cosmos*, n° 2027, 21 avril 2006
5. M.O. Speidel, Stress Corrosion Cracking of Aluminium Alloys, *Met. Trans.*, 6A, 1975. p. 631.
6. G. Steuer, F-15 : reprise partielle des vols, *Air & Cosmos*, n° 2108, 18 janvier 2008
7. S. Barter, P.K. Sharp, and G. Clark, *Engineering Failure Analysis*, 1(4), 1994. p. 255-266.
8. R.P. Wei, On understanding environment-enhanced fatigue crack growth: a fundamental approach, ASTM-NBS symposium on Fatigue Mechanisms. Kansas City, May 1978, J.T. Fong, American Society for Testing and Materials, 1979, 816-840.
9. K.R. Baldwin and C.J.E. Smith, Accelerated corrosion tests for aerospace materials: current limitations and future trends, *Aircraft Engineering and Aerospace Technology*, 71(3), 1999. p. 239-244.
10. C.H. Simpson, C.J. Ray, and B.S. Skerry, Accelerated Corrosion Testing of Industrial Maintenance Paints Using a Cyclic Corrosion Weathering Method, *Journal of Protective Coatings & Linings*, 8(5), 1991. p. 28-36.
11. ASTM, G44-99. Exposure of metals and alloys by alternate immersion in neutral 3,5% sodium chloride solution, 1999
12. ASTM, G47-98. Standard Test Method for Determining Susceptibility to SCC of 2XXX and 7XXX Aluminium Alloy Products., 1998
13. AFNOR, NF A 05-301. Alliages d'aluminium: essai de corrosion sous contrainte des produits épais, 1981
14. ASTM, G139-05. Standard Test Method for Determining Stress Corrosion Cracking Resistance of Heat-Treatable Aluminum Alloy Products Using Breaking Load Method, 2005
15. A. Musquère, Un drone lancé par sous marin, *Air & Cosmos*, n° 2055, 1er décembre 2006

I Bibliographie

I.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons les notions de base sur la fatigue, la fatigue corrosion, la corrosion et la corrosion sous contrainte des alliages d'aluminium. La littérature étant extrêmement abondante sur ces domaines, il serait impossible dans le cadre de ce rapport de réaliser un état de l'art exhaustif. Le but de ce chapitre est donc surtout de présenter les notions et phénomènes nécessaires à la compréhension de ce rapport, et de confirmer l'intérêt des objectifs de l'étude.

La première partie concerne la corrosion sous contrainte des alliages d'aluminium. Après une partie préliminaire sur la corrosion des alliages d'aluminium, nous présenterons la phénoménologie de la corrosion sous contrainte des matériaux métalliques puis exposerons le cas particulier des alliages 2XXX.

La deuxième partie du chapitre est consacrée à la fatigue et la fatigue corrosion des alliages d'aluminium, et plus particulièrement des alliages 2XXX. Une remarque est nécessaire sur le terme de « fatigue corrosion ». Selon la norme AFNOR [1], la fatigue corrosion est « *un phénomène résultant de l'action conjuguée de la corrosion et d'une déformation cyclique du métal* », la corrosion étant elle-même définie par « *l'interaction physico-chimique entre un métal et son milieu entraînant des modifications dans les propriétés du métal et souvent une dégradation fonctionnelle du métal lui-même* ». Ainsi, sous air, les alliages d'aluminium sont soumis à la corrosion, puisque l'air dégrade leur résistance en fatigue. Par conséquent la fatigue sous air est, selon la norme AFNOR, de la fatigue corrosion. Cependant, pour le reste du manuscrit et par commodité de langage, nous définirons la fatigue corrosion comme la fatigue en solution aqueuse, et parlerons simplement de fatigue sous air ou sous vide.

Nous avons ensuite choisi de faire une partie indépendante sur la fissuration assistée par l'environnement. En effet, les mêmes mécanismes contrôlent généralement les effets d'environnement des fissurations en fatigue sous air, fatigue corrosion et corrosion sous contrainte. Le cas d'un chargement cyclique complique l'approche par rapport à un chargement statique et fait apparaître de nouveaux phénomènes, donc lors de la description des mécanismes nous mettrons l'accent sur les éventuelles particularités d'un chargement cyclique.

Enfin, la dernière partie illustre la différence entre immersion émergence et immersion permanente sur la corrosion des alliages d'aluminium puis reporte les quelques études traitant d'une immersion émergence en fissuration par fatigue et d'une exposition séquentielle entre fatigue et corrosion. Nous confirmerons la nécessité de considérer l'influence d'une immersion émergence sur la propagation de fissures de fatigue.

I.2 Corrosion sous contrainte des alliages d'aluminium

I.2.1 Préliminaire : corrosion des alliages d'aluminium

I.2.1.1 Généralités

Les principaux types de corrosion rencontrés sur les alliages d'aluminium en aéronautique sont la corrosion généralisée, la corrosion par piqûres, la corrosion intergranulaire et la corrosion feuilletante [2]. Nous traiterons ici les trois premiers types de corrosion.

A la surface d'un échantillon d'aluminium un film d'oxyde se crée naturellement par une réaction entre le métal et l'oxygène, de type $4Al_2 + 3O_2 \rightarrow 2Al_2O_3$. Ce film a une épaisseur de quelques nm et protège le matériau de la corrosion généralisée et des autres types de corrosion [2]. Il est en réalité formé de deux couches : une couche fine, près du métal, compacte et amorphe, dont l'épaisseur dépend de la température, et une couche plus épaisse d'alumine hydratée de type $Al_2O_3 \cdot H_2O$ [3].

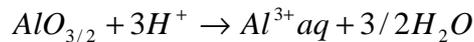
Néanmoins, lorsque des éléments sont ajoutés à l'aluminium pur, ce film peut être fragilisé au niveau de précipités intermétalliques ou d'inclusions, ce qui facilite l'accès des espèces agressives, la plus connue étant les ions chlorure. Ces précipités peuvent également avoir un potentiel différent du matériau, et accélérer l'attaque du film par corrosion galvanique. Par endroits la nature de l'oxyde peut également être différente de l'alumine et ce nouvel oxyde peut avoir une plus faible résistance à la corrosion. Une fois le film rompu, des cavités appelées piqûres peuvent apparaître. Le fond de la piqûre constitue l'anode, donc la zone de dissolution. A la surface du matériau, les produits de corrosion formés constituent la cathode. Ces piqûres de corrosion sont des sites privilégiés d'apparition de fissures de fatigue et peuvent donc fortement diminuer la phase d'amorçage de défauts mécaniques [4-9]. La corrosion généralisée, elle, peut parfois expliquer la diminution de la section des structures, et donc l'augmentation de la contrainte réelle dans le matériau dans le cas de produits ayant déjà une section faible. Ces deux types de corrosion influent principalement sur la phase d'amorçage des fissures et ne seront donc pas exposés plus en détail.

Nous nous intéresserons plus particulièrement aux deux types de corrosion apparaissant généralement après ou simultanément avec la corrosion par piqûres : la corrosion intergranulaire et la corrosion feuilletante. En effet la corrosion intergranulaire est à l'origine de la fissuration en corrosion sous contrainte de la plupart des alliages d'aluminium. De plus, la corrosion feuilletante comporte quelques similitudes intéressantes avec la corrosion sous contrainte.

I.2.1.2 Attaque du film passif, dissolution anodique et influence des ions chlorure

Le film passif qui se crée à la surface de l'aluminium peut être attaqué de deux manières : par une attaque due à un milieu acide (ou basique) et par des espèces agressives comme les ions chlorure. En milieu acide, c'est l'ion H^+ qui va arracher un atome d'oxygène du film pour former une molécule H_2O .

Si le film passif est détruit, il peut alors y avoir dissolution anodique du matériau par les molécules d'eau [10], donnant les deux réactions suivantes :



Finalement, on obtient : $Al \rightarrow Al^{3+}aq + 3e^-$, ce qui est la forme classique de présentation de la dissolution anodique dans les alliages d'aluminium.

Les ions chlorure peuvent également favoriser la dissolution anodique du matériau. En effet, 2 ions Cl^- peuvent extraire un atome Al du film ou du métal à nu pour créer le composé $(AlCl_2)^+$. Or ce composé n'est pas stable dans l'eau, ce qui donne lieu à la réaction suivante : $(AlCl_2)^+ + Cl^- \rightarrow Al^{3+} + 3Cl^-$. Cette réaction va finalement mener à la dissolution de l'aluminium dans la solution.

L'influence des ions chlorure est donc : 1/ de dissoudre localement le film passif ; 2/ d'empêcher la reconstruction de ce film par compétition avec l'oxygène ; 3/ de favoriser la dissolution du matériau.

I.2.1.3 Corrosion intergranulaire

On parle de corrosion intergranulaire lorsque l'attaque par l'environnement se concentre sur les joints de grain d'un matériau [2]. Cette attaque préférentielle est due à la présence, au niveau des joints de grain, d'une zone anodique par rapport à l'intérieur des grains. Il existe en réalité deux types d'attaque intergranulaire [10]. La différence entre ces deux types d'attaque dépend de la nature des zones anodique et cathodique (Figure I-1). Si le ou les précipités se formant aux joints de grains sont constitués d'éléments plus nobles que le matériau de base, alors, entre ces précipités et une zone environnante appauvrie de ces éléments, une différence de potentiel va se créer. Cette zone appauvrie, moins noble que les précipités et l'intérieur des grains, constituera l'anode, lieu de la dissolution anodique. C'est l'attaque de type I. Dans le cas contraire, si le précipité est moins noble, il constituera l'anode et sera dissout, tandis que la zone adjacente sera la cathode. C'est l'attaque de type II.

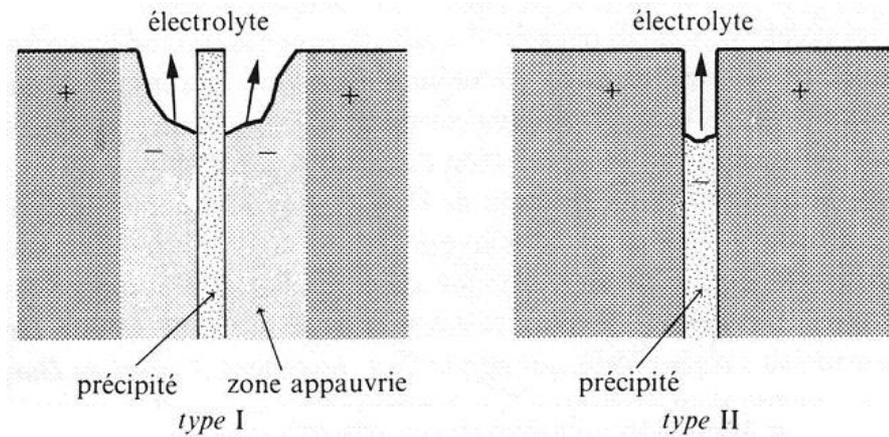


Figure I-1. Types de corrosion intergranulaire selon Landolt [10].

Le Tableau I-1 résume les types de corrosion intergranulaire rencontrés sur plusieurs familles d'alliages d'aluminium [10].

Famille d'alliage	Précipité	Potentiel du précipité par rapport à celui du matériau	Type de corrosion correspondant
2XXX Al-Cu	Al_2Cu	Plus noble	Type I
Al-Cu-Mg	Al_2CuMg		
5XXX Al-Mg	Mg_5Al_8	Moins noble	Type II
6XXX Al-Mg-Si	Mg_2Si , Si	Légèrement plus noble	Type I
7XXX Al-Zn-Mg	MgZn_2	Plus noble	Type I
Al-Zn-Mg-Cu	$\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Al}_2$		

Tableau I-1. Corrosion intergranulaire de différentes familles d'alliages d'aluminium.

I.2.1.4 Corrosion feuilletante

Un grand nombre de matériaux aéronautiques subit des traitements mécaniques de type laminage ou extrusion. Ces étapes de fabrication induisent une orientation préférentielle des grains dans le matériau (texture). La corrosion intergranulaire peut détacher entre elles des couches du matériau selon l'axe principal de la texture, par simple décohésion ou action mécanique des produits de corrosion [11]. On parle alors de corrosion feuilletante. La Figure I-2 présente un exemple de composant attaqué par la corrosion feuilletante [11].

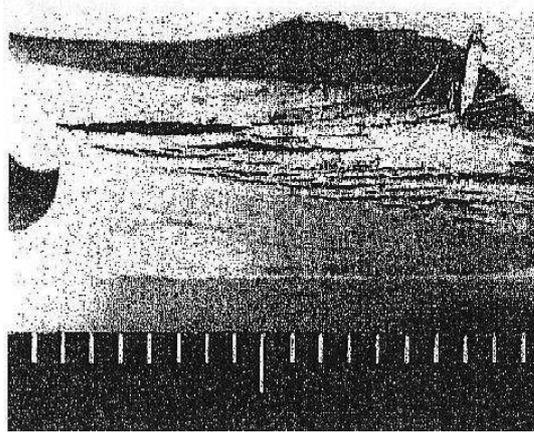


Figure I-2. corrosion feuilletante sur alliage d'aluminium 7075-T6 [11].

La Figure I-3 présente la cinétique de corrosion de l'alliage 2024-T351 dans un milieu créant de la corrosion feuilletante [12]. On observe trois domaines de corrosion. Le premier est principalement de la corrosion par piqûres tandis que les deux autres sont gouvernés par la corrosion feuilletante.

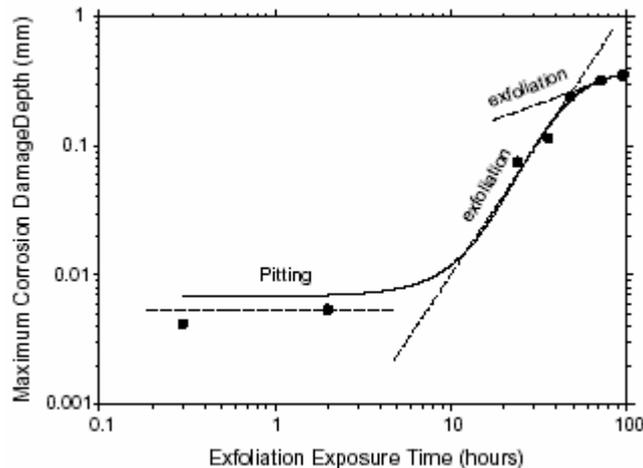


Figure I-3. cinétique de corrosion de l'alliage 2024-T351 en solution créant de la corrosion feuilletante (solution EXCO de la norme ASTM G34-01 [13]) [12].

I.2.2 Phénoménologie de la corrosion sous contrainte

La propagation de fissures de corrosion sous contrainte pour les matériaux métalliques peut généralement être schématisée par la courbe de la Figure I-4. Quatre domaines apparaissent. Si la valeur du facteur d'intensité de contrainte K en pointe de fissure est inférieure à une valeur seuil appelée K_{ISCC} , la propagation de la fissure ne se produit pas, ou est tellement lente qu'on considère arbitrairement qu'il n'y a pas de propagation. Au delà de cette valeur seuil, la vitesse de propagation augmente très rapidement avec K (phase I). Apparaît ensuite un plateau (phase II), où la vitesse de fissuration est constante et indépendante de la valeur de K . Au delà d'une certaine valeur de K , la propagation devient instable et accélère fortement lorsque le facteur d'intensité de contrainte augmente

(phase III). Lorsque la valeur de K atteint la valeur critique à rupture de la structure ou de l'éprouvette, il y a rupture catastrophique.

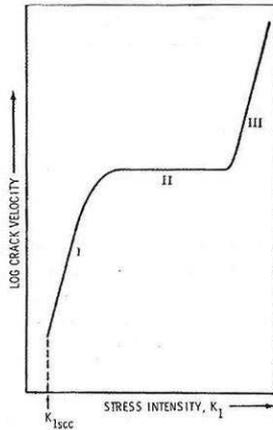


Figure I-4. Schématisation de la propagation en corrosion sous contrainte.

I.2.3 Cas des alliages d'aluminium 2XXX

Sprowls et Brown [14] ont réalisé une revue très détaillée des mécanismes de corrosion sous contrainte de plusieurs familles d'alliages d'aluminium, en relation avec la sensibilité à corrosion intergranulaire, le revenu et les procédés de fabrication comme la trempe.

Dans le cas des alliages de la série 2XXX, dans les états sous revenus lorsque la trempe n'a pas été effectuée correctement et que le cuivre n'a pas été suffisamment figé dans la solution solide, des précipités riches en cuivre peuvent se former aux joints de grains et appauvrir la matrice adjacente. Cette zone appauvrie en cuivre est anodique par rapport à ces précipités et à l'intérieur des grains. Il peut donc y avoir corrosion intergranulaire de type I [10]. La trempe s'avère inefficace souvent parce que les produits sont trop épais, ce qui empêche l'obtention d'une vitesse de refroidissement suffisamment élevée au coeur de la plaque. A l'état T3, et pour des pièces d'épaisseur supérieure à 10-12 mm, l'alliage d'aluminium 2024 devient sensible à la corrosion intergranulaire [15].

A partir des études de Dix, Brown et Binger [16] et de Hunter, Frank et Robinson [17], Sprowls et Brown ont relié la séquence de revenu d'un alliage Al-4%Cu à sa sensibilité à la corrosion sous contrainte (Figure I-5). En effet, le revenu modifie l'état de la précipitation aux grains et joints de grains, ce qui fait varier la différence de potentiel entre les précipités intergranulaires, la zone appauvrie en cuivre autour de ces précipités et l'intérieur des grains. La différence de potentiel entre ces trois zones conditionne alors la sensibilité à la corrosion intergranulaire et à la fissuration en corrosion sous contrainte.

Ainsi, si la trempe a été réalisée efficacement, la solution solide est uniforme et le potentiel est identique en tout point de la microstructure. A un faible degré de revenu, la précipitation de composés riches en cuivre peut se produire aux joints de grain, appauvrir la matrice environnante qui devient un

réseau anodique continu le long des joints de grain (Figure I-5a-b). Dans cette condition, l'alliage est très sensible à la corrosion intergranulaire et à la corrosion sous contrainte. Au coeur d'une plaque épaisse de 2024-T351 la microstructure est de ce type car la trempe n'est pas réalisée efficacement. Après un plus long revenu, la précipitation est importante au centre des grains et presque toute la matrice est appauvrie en cuivre (Figure I-5c-d). L'ensemble des grains et des joints des grains est moins noble que les précipités riches en cuivre, et constitue donc l'anode. Dans ce cas, la corrosion se produit pas piqûres sur l'ensemble du matériau (grains et joints de grains) et l'alliage résiste à la fissuration en corrosion sous contrainte. Les auteurs mettent également en avant que, si l'on observe les deux états corrodés à une faible échelle, les piqûres sur les joints de grains peuvent faire croire à une corrosion intergranulaire continue. Il est donc nécessaire d'observer la corrosion à un fort grossissement pour bien différencier les piqûres d'une attaque continue intergranulaire.

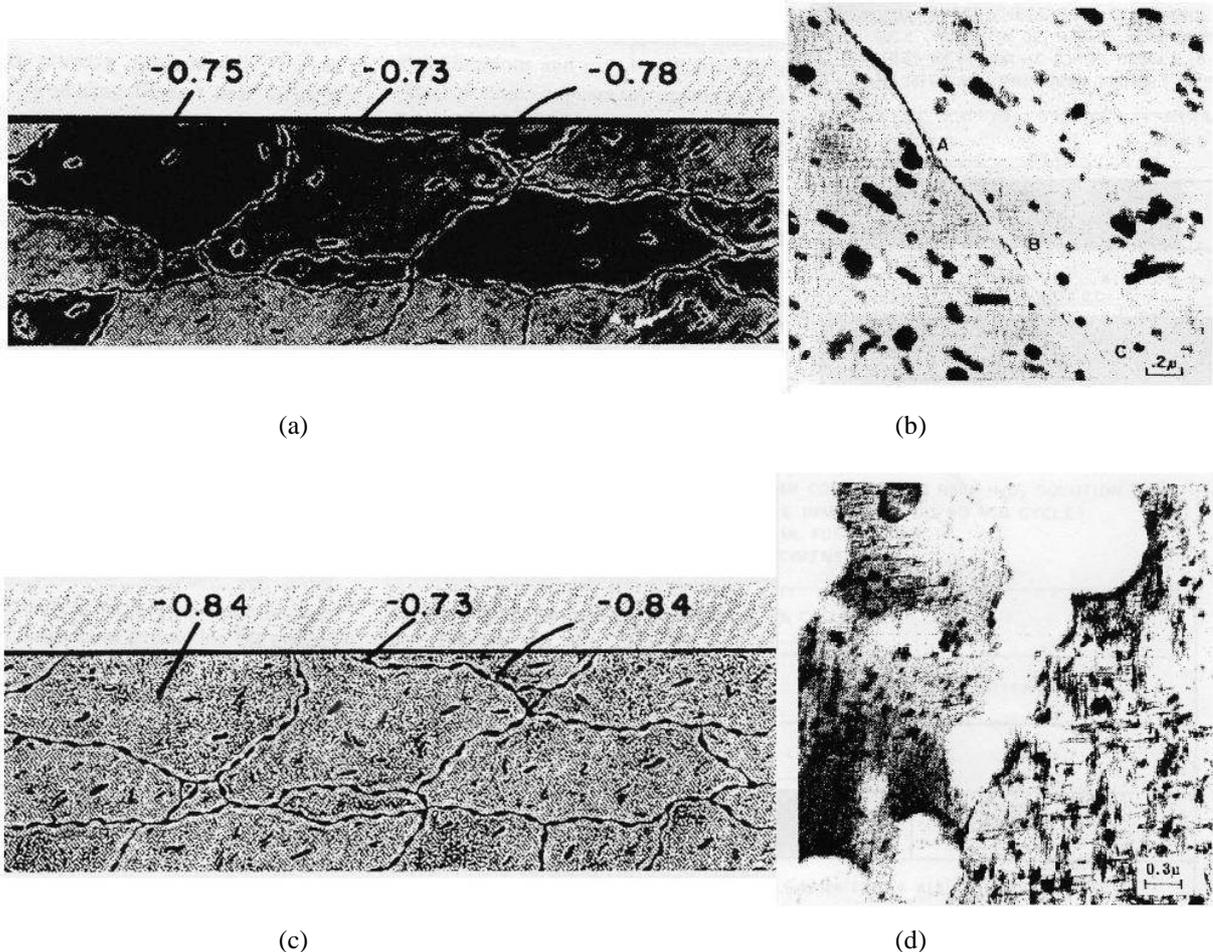


Figure I-5. Relation entre condition de revenu d'un alliage Al-4%Cu et sensibilité à la corrosion sous contrainte d'un 2024. (a) Al-4%Cu peu revenu et ayant un réseau anodique continu. (b) corrosion intergranulaire sur un 2024 vieilli 4h à 190°C et correspondant au revenu de (a). Etat sensible à la CSC (c) Al-4%Cu sur-revenu. (d) corrosion intergranulaire sur un 2024 vieilli 16h à 190°C et correspondant au revenu de (c). Etat peu sensible à la CSC. [16, 17]

I.2.3.1 Influence du chargement mécanique

Dietzel [18] a comparé 3 modes de chargement pour la corrosion sous contrainte de l'alliage 2024-T351 (Figure I-6) : chargement par effort statique constant, vitesse de déplacement constante et déplacement constant. Les essais à effort constant n'ont été réalisés que pour déterminer la valeur de K_{Isc} (pas de mesure de vitesses de fissuration). Cette valeur de K_{Isc} est identique à la valeur déterminée par les essais à déplacement constant. Les essais à vitesse de déplacement constante donnent les mêmes vitesses et les mêmes surfaces de rupture que les essais à déplacement constant, tant que la vitesse de déplacement reste suffisamment faible.

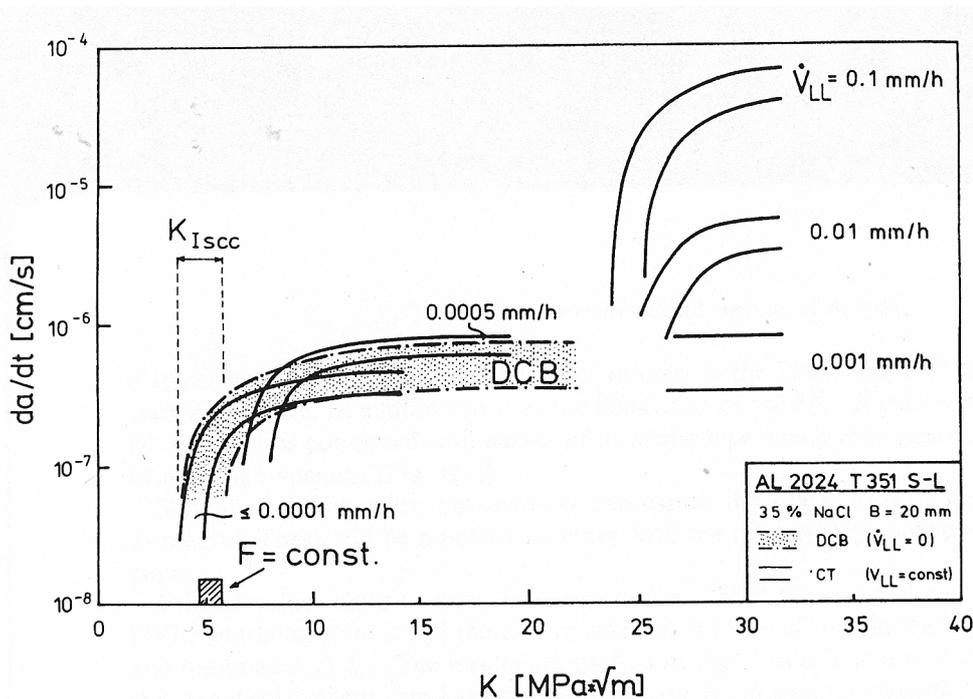


Figure I-6. Influence du chargement sur la propagation de fissures en corrosion sous contrainte pour l'alliage 2024-T351 [18].

I.3 Fissuration en fatigue et fatigue corrosion

I.3.1 Généralités

Lorsqu'un matériau métallique est soumis à un chargement mécanique cyclique, l'amorçage et la propagation d'une fissure peuvent généralement se produire pour une contrainte inférieure à la contrainte maximale admissible en statique par le matériau. Après la phase d'amorçage qui ne sera pas traitée dans cette étude, une fissure mécanique peut se propager si le chargement cyclique reste actif. Si l'on trace l'avancée de fissure da pour un nombre dN de cycles de chargement en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes ΔK , on obtient la courbe présentée en Figure I-7.

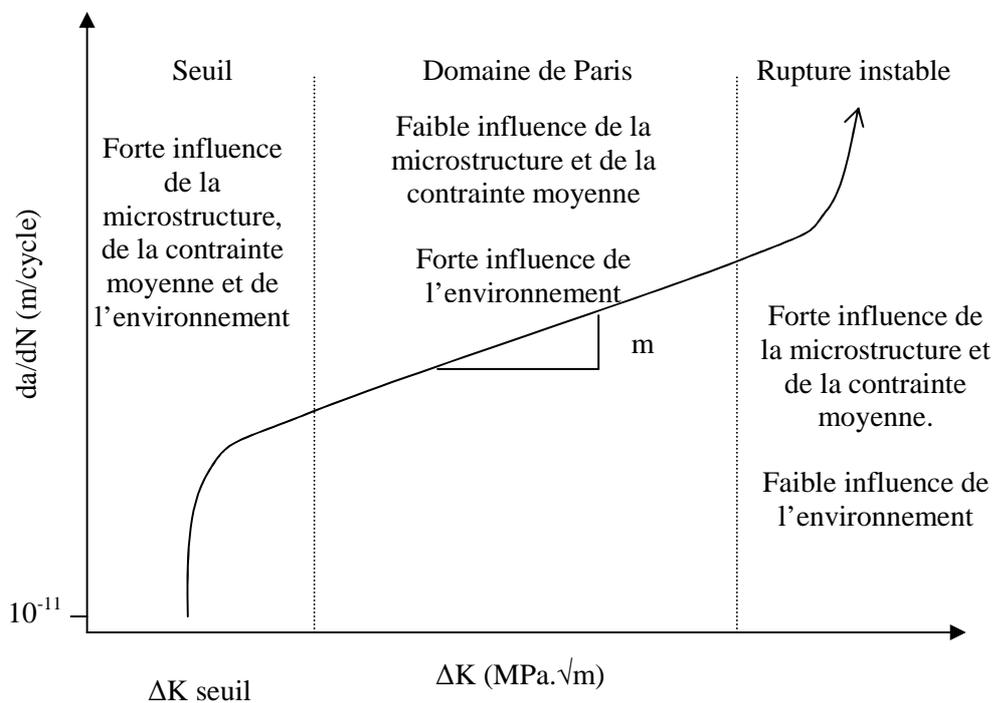


Figure I-7. Schéma d'une courbe de propagation en fatigue.

Trois régions apparaissent.

Au seuil, pour une légère diminution de ΔK la propagation ralentit fortement. Pour des vitesses inférieures à 10^{-10} ou 10^{-11} m/cycle, les avancées de fissures sont trop faibles pour être mesurées en laboratoire. On définit alors une valeur seuil de ΔK correspondant à ces vitesses, sous laquelle on considère qu'il n'y a pas de propagation de la fissure.

Dans le domaine des vitesses intermédiaires, dit de Paris, si la courbe est tracée en échelle bi logarithmique, les vitesses de propagation varient de façon linéaire avec ΔK et peuvent être

modélisées par une loi de type Paris $\frac{da}{dN} = C.\Delta K^m$. C et m sont des paramètres « matériau » déterminés à partir d'essais de laboratoire. D'autres lois empiriques, qui ne seront pas présentées ici,

décrivent le domaine de Paris, ou même la courbe entière $da/dN-\Delta K$. C'est dans ce domaine que des stries peuvent se former sur les surfaces de rupture. L'espace entre chaque strie correspond alors à l'avancée de fissure macroscopique, ce qui permet de reconstituer l'historique de chargement d'un composant rompu en fatigue. Ces stries apparaissent plutôt aux forts ΔK car aux faibles chargements la propagation se fait en général de façon intermittente. Plusieurs auteurs proposent des mécanismes pour expliquer ces stries. On peut citer le « *plastic blunting process* » de Laird et Smith [19] et le modèle basé sur l'irréversibilité du glissement de Pelloux [20].

Finalement, la troisième zone est proscrite lors du dimensionnement car elle mène à une propagation très instable et proche de la rupture catastrophique, et une étude de dimensionnement consiste avant tout à éviter de charger la structure dans ce domaine de chargement. Son faible intérêt industriel fait donc que ce domaine est très peu examiné dans la littérature.

I.3.2 Résistance intrinsèque à la fissuration par fatigue

Le comportement intrinsèque en fissuration d'un matériau définit la propagation gouvernée par les seules interactions entre le chargement mécanique cyclique et la microstructure, et doit donc être déterminé en l'absence de tout effet d'environnement et après la prise en compte des éventuels effets de fermeture. Expérimentalement il est donc caractérisé dans un vide poussé, où l'atmosphère résiduelle ne donne lieu à aucune réaction susceptible d'influencer la propagation. Trois comportements caractéristiques ont été dégagés de l'étude de la résistance intrinsèque de nombreux matériaux métalliques. Ces comportements sont appelés propagation en stade I, stade II et pseudo stade I et sont illustrés en Figure I-8 [21].

Le stade I correspond à un glissement selon un plan cristallographique particulier du grain et favorablement orienté par rapport au chargement mécanique. Pour les alliages d'aluminium et plus généralement les métaux présentant une structure cubique face centrée, les plans favorables au glissement sont généralement les plans $\{111\}$. Le stade I est observé sur les monocristaux favorablement orientés et ne comportant pas de précipitation incohérente, ou lors des premiers stades de propagation d'une microfissure dans les polycristaux. Ce mode de propagation est le plus rapide.

Le stade II se caractérise par une propagation perpendiculaire à l'axe de chargement [22]. Petit et Hénaff [21] proposent un modèle dérivé des concepts de Weertman ou Rice permettant d'unifier les vitesses intrinsèques en stade II de nombreux matériaux métalliques (Équation I-1).

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

Équation I-1. Loi de propagation intrinsèque (Petit et Hénaff).

Avec A : facteur sans dimension. D_0^* : déplacement cumulé en pointe de fissure, E : module d'Young du matériau et ΔK_{eff} : facteur d'intensité de contrainte efficace.

Le dernier mode de fissuration, le pseudo stade I, est similaire au stade I si l'on se place à l'échelle du grain, mais sa direction de propagation macroscopique est perpendiculaire au chargement mécanique, comme pour le stade II. La rupture se produit selon des plans cristallographiques favorables au glissement et donne naissance à des facettes très droites d'orientations variées et à un chemin de propagation très accidenté. Ce mode de propagation est courant surtout aux faibles valeurs de ΔK , et plus particulièrement au seuil de propagation, car lorsque le chargement mécanique augmente plusieurs systèmes de glissement s'activent et la propagation passe en stade II. On le rencontre pour les alliages montrant une précipitation cohérente, type de précipitation ne bloquant pas le passage des dislocations. La propagation en pseudo stade I est plus lente qu'en stade II pour deux raisons. 1/ A l'échelle du grain, les changements fréquents de la direction de propagation induisent des déviations et des branchements importants de la fissure, ce qui ralentit fortement la propagation [23]. 2/ A chaque joint de grain, un nouveau système de glissement doit s'activer au sein du nouveau grain rencontré. Si les deux grains ne sont pas orientés de la même manière, ce qui est généralement le cas, la fissure peut s'arrêter pendant un certain nombre de cycles, le temps qu'un système de glissement s'active et que l'amorçage se produise dans le nouveau grain. Ce nombre de cycles dépend fortement de l'orientation entre les deux grains, ce qui est à l'origine de la grande dispersion expérimentale des vitesses de propagation observées pour le pseudo stade I.

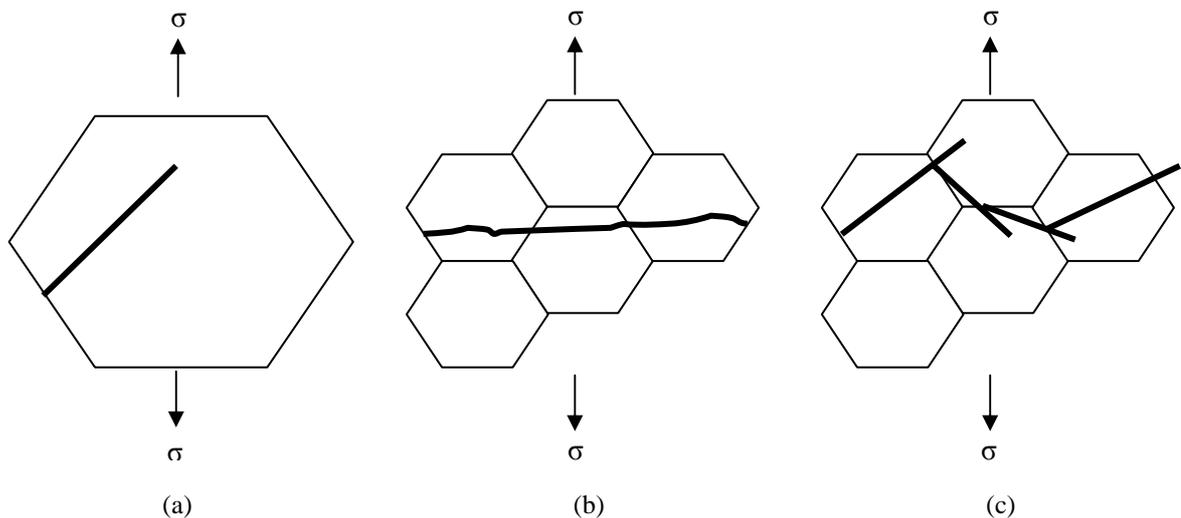


Figure I-8. Schématisation des différents comportements intrinsèques en propagation de fissures (a) stade I (b) stade II (c) pseudo stade I.

La Figure I-9 présente les vitesses de propagation intrinsèques en stade II et pseudo stade I pour divers alliages d'aluminium.

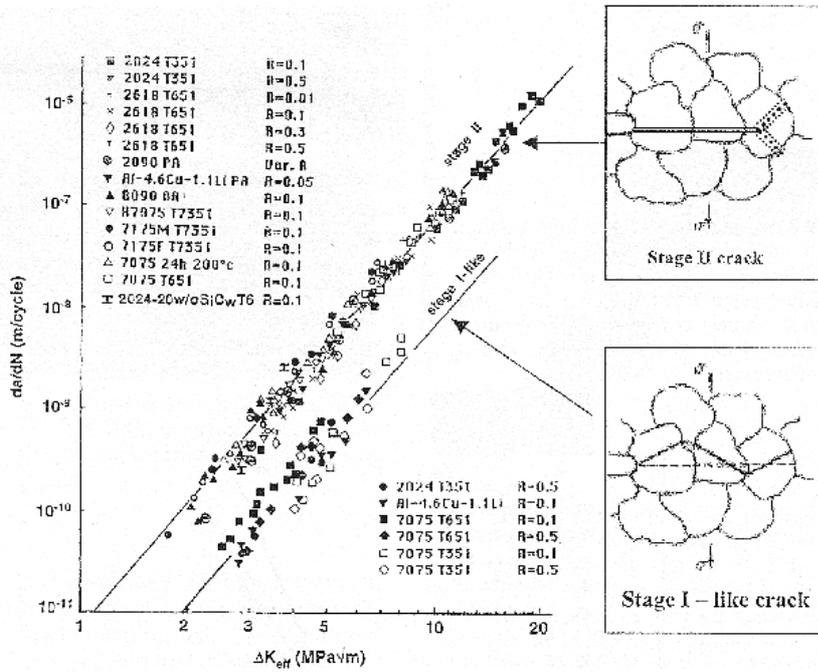


Figure I-9. résistance intrinsèque à la propagation de fissures en stade II et pseudo stade I pour plusieurs alliages d'aluminium [21]. Alliages testés à température ambiante sous ultravide.

En plus de la rupture par glissement selon un plan cristallographique, menant aux comportements stade I ou pseudo stade I, et de la rupture par quasi clivage due à l'activation de plusieurs glissements menant au comportement de type stade II, il faut considérer deux mécanismes de rupture ductile des alliages d'aluminium. Ces mécanismes sont la coalescence de vide par apparition de microcavités (MVC pour MicroVoid Coalescence), et la coalescence de vide par dommage de type fatigue (FVC pour Fatigue Void Coalescence) [24, 25]. Ils sont illustrés en Figure I-10.

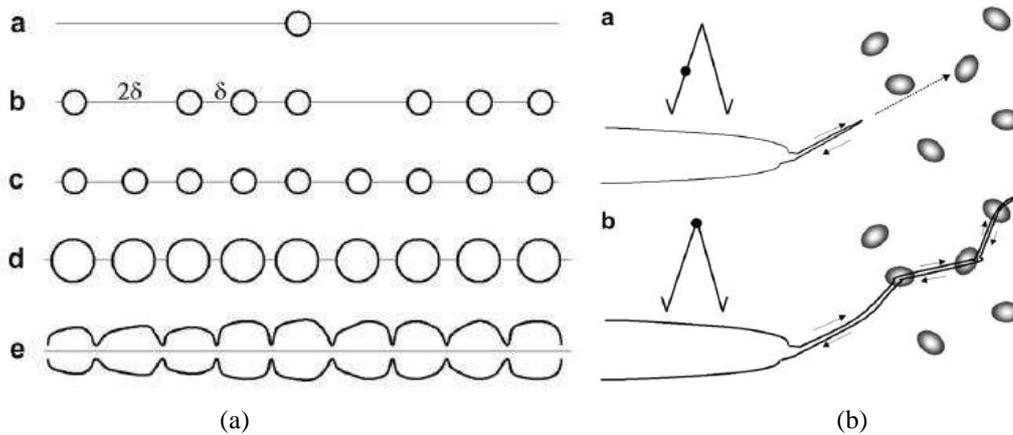


Figure I-10. Mécanismes quasi statiques de rupture ductile dans les alliages d'aluminium 2XXX (a) MicroVoid Coalescence (b) Fatigue Void Coalescence [25].

La coalescence de microcavités (MVC), due à une contrainte statique importante, est l'apparition de microcavités accompagnée d'une déformation plastique importante. Dans les alliages d'aluminium, ces cavités apparaissent généralement par décohésion de l'interface entre les précipités

intermétalliques grossiers ou les dispersoïdes, et la matrice. Ce mécanisme est fortement influencé par des facteurs métallurgiques comme la taille, la forme, la fraction volumique, la résistance mécanique, la localisation et la distribution des précipités / dispersoïdes, et par des facteurs mécaniques, comme le taux de triaxialité des contraintes. Par ailleurs, la coalescence de microcavités dépend beaucoup de la contrainte maximale en pointe de fissure et est donc très influencée par le rapport de charge, pour une valeur donnée de ΔK [25].

Le mécanisme FVC est l'apparition d'une cavité due au cisaillement ou au contournement d'un précipité ou d'un dispersoïde par les dislocations. On parle de « Fatigue Void Coalescence » car il est observé lorsque les dislocations émises le long d'une bande de glissement par un chargement cyclique rencontrent une particule qui bloque leur mouvement. Contrairement aux zones de Guinier Preston qui sont réparties de façon homogène dans la matrice, les précipités/dispersoïdes vont localiser la déformation [24], ce qui entraînera la rupture prématurée par FVC.

Ces deux mécanismes mènent à la formation d'éléments caractéristiques appelés cupules, dont des exemples sont donnés en Figure I-11. Nous les engloberons sous l'appellation générale « mécanismes de formation de cupules ».

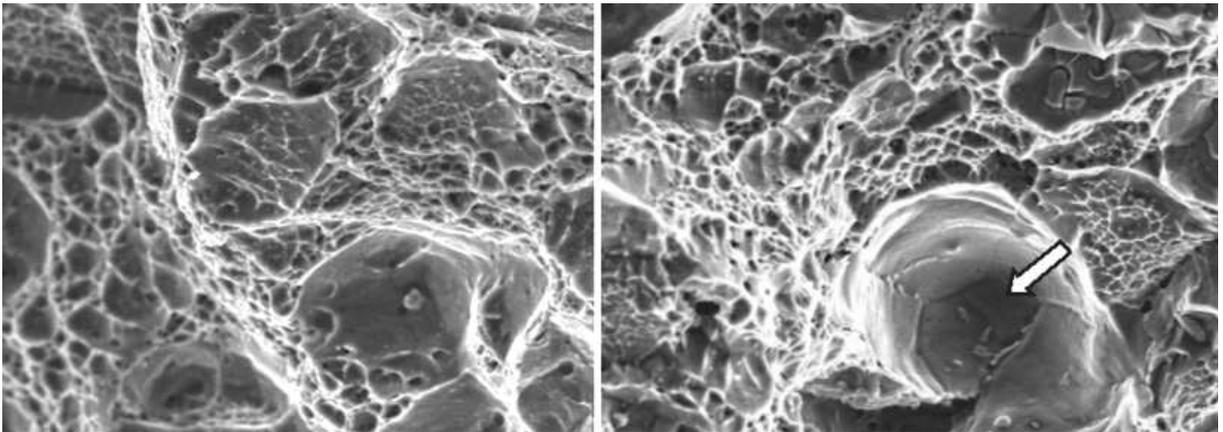


Figure I-11. Exemples de cupules observées en fatigue, se formant par MVC et FVC (flèche blanche) [25].

I.3.3 Phénoménologie de l'influence de l'environnement sur la propagation

I.3.3.1 Fissuration en milieu gazeux

De nombreuses études sur des alliages à base d'aluminium, de cuivre, de fer, de titane et de nickel ont permis de dégager les résultats suivants sur la propagation de fissures de fatigue sous environnement gazeux [21] :

- 1/ Effet néfaste de la vapeur d'eau sur la plupart des matériaux métalliques.

2/ Effet de l'environnement plus important pour les faibles facteurs d'intensité de contraintes (et donc les faibles vitesses de propagation).

3/ Possibilité de forte interaction entre la microstructure et l'environnement gazeux.

4/ Influence possible de l'environnement sur les mécanismes de rupture.

5/ Influence d'un environnement gazeux dépendante de la nature du glissement et du rapport de charge.

L'augmentation des vitesses de fissuration en milieu gazeux est attribuée à la fragilisation par l'hydrogène et/ou à l'adsorption de vapeur d'eau. Ces deux mécanismes apparaissent alors de façon séquentielle (adsorption de vapeur d'eau puis fragilisation par l'hydrogène), et seront présentés dans la suite du rapport. Sous air, l'adsorption de vapeur d'eau se traduit par une translation de la courbe $da/dN-\Delta K$ tandis que la fragilisation par l'hydrogène induit un changement de pente caractéristique (Figure I-12).

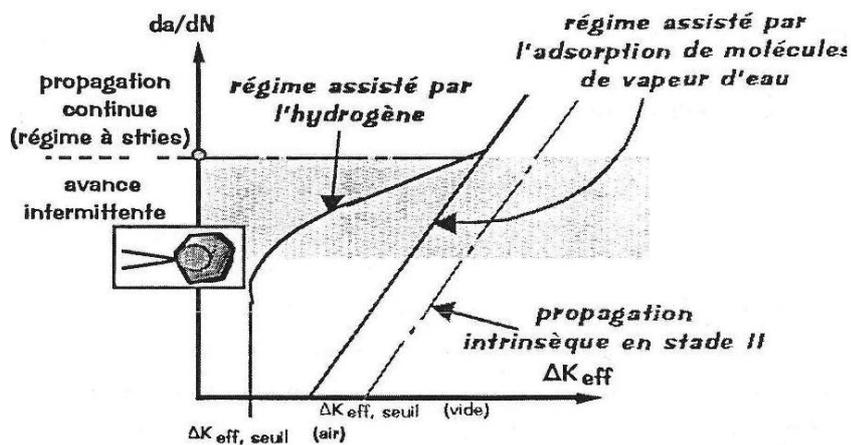


Figure I-12. Influence d'un environnement gazeux sur la propagation de fissures [26].

Meyn [27] a examiné dans les années 1960 l'action de l'air sur la propagation de fissures de fatigue dans l'alliage 2024-T3, dans le régime de Paris. Cet auteur mesure une forte augmentation des vitesses par rapport au vide (Figure I-13). De plus, Meyn est le premier à avoir observé l'influence de l'environnement sur les surfaces de rupture produites sur un alliage d'aluminium en fatigue sous vide et sous air [27]. Le résultat marquant est l'absence de stries sous vide, alors qu'elles apparaissent nettement sous air, avec une interstrie correspondant à la vitesse de propagation macroscopique.

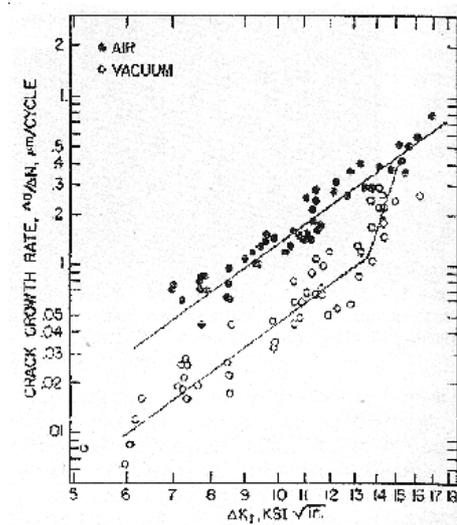


Figure I-13. Vitesse de propagation de l'alliage 2024-T3 sous vide (2.10^{-6} torr) et sous air. Signal sinus. $R=0$. $f=12$ Hz. [27].

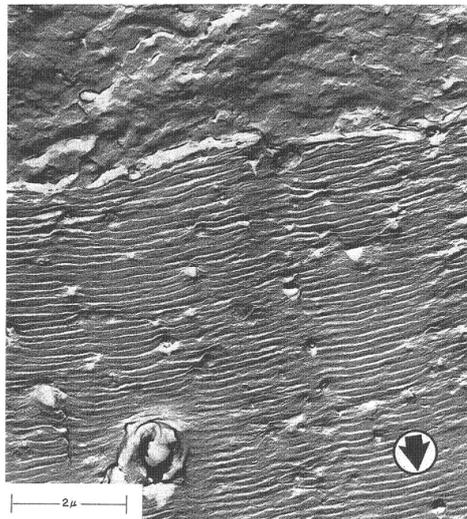


Figure I-14. Surfaces de rupture sous vide (haut) et sous air (bas) observé par Meyn sur un 2024-T3. Signal sinus. $R=0$. $f=12$ Hz. [27].

Dans le cas des alliages d'aluminium, l'oxygène a peu d'effet sur les vitesses de propagation de fissures. Ainsi la Figure I-15 montre, dans le cas de l'alliage Al-Cu-Li 2090 [28, 29], que les vitesses de propagation sous oxygène, hélium et vide sont les mêmes.

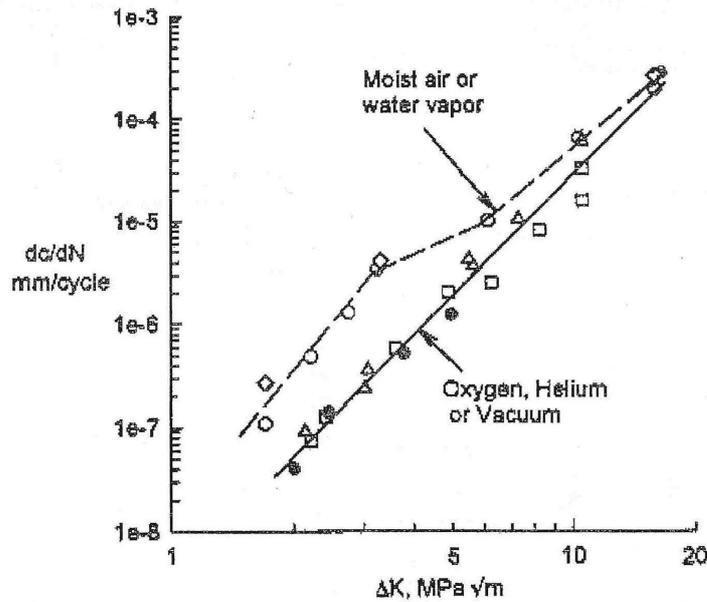


Figure I-15. Vitesses de propagation pour plusieurs environnements pour l'alliage 2090 [28, 29].

I.3.3.2 Fissuration en milieu aqueux

L'influence de la corrosion aqueuse se traduit généralement par deux effets [21]. Le premier est l'action des espèces agressives contenues dans la solution sur l'endommagement généré par la déformation cyclique en pointe de fissure, menant à une translation de la courbe $da/dN-\Delta K$ vers des vitesses plus élevées (Figure I-16a). Le deuxième effet est la superposition d'un dommage de type corrosion sous contrainte au dommage de fatigue, qui se traduit par un plateau de la courbe $da/dN-\Delta K$ lorsque K_{max} atteint K_{ISCC} (Figure I-16b). Il est courant que les deux effets agissent simultanément pour donner naissance au comportement de la Figure I-16c.

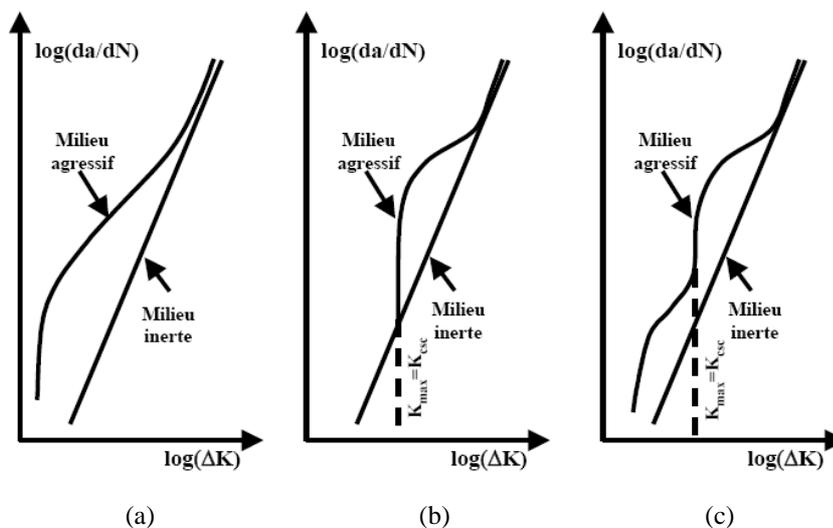


Figure I-16. Schématisation de l'influence de l'environnement sur la propagation de fissures.

Si la littérature est volumineuse sur la propagation de fissures en fatigue corrosion sur les alliages d'aluminium 7XXX, les alliages de la série 2XXX ont été moins étudiés. La plupart des études concernant la propagation de fissures en fatigue corrosion et utiles à notre réflexion sont reportées et discutées à la fin du rapport lors de la discussion des résultats expérimentaux et ne seront donc pas abordées ici. Les exemples suivants ont pour but de confirmer l'intérêt du premier objectif de l'étude, à savoir la caractérisation des domaines de synergie entre fatigue et corrosion en propagation de fissures en solution saline.

La Figure I-17 montre la forte influence de la fréquence lors de la fissuration en solution saline d'un alliage 2618 [30]. A 35 Hz, les vitesses de propagation dans l'air et en solution à 3.5% NaCl sont identiques tandis qu'à 0.15 Hz, les vitesses de fissuration en solution saline sont supérieures aux vitesses sous air. Cette augmentation des vitesses peut atteindre la moitié d'un ordre grandeur pour un ΔK d'environ $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. La fréquence de chargement apparaît donc comme un facteur important qu'il conviendra d'examiner en détail.

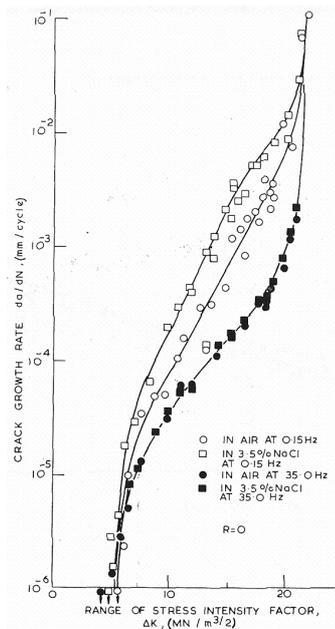


Figure I-17. Influence de la fréquence sur l'effet de la solution saline en fatigue corrosion pour l'alliage 2618-T651 [30].

On peut également noter que le sens S-L est peu étudié par rapport au sens L-T ou T-L [31-34] et que les tendances observées sont parfois contradictoires. Par exemple Zamponi *et al.* [35] ont étudié l'influence du milieu sur la plasticité en pointe de fissure, pour les alliages 2024 et 6013, lors d'essais de fatigue à température ambiante sous solution saline et sous air. Pour les deux alliages, la zone plastique en pointe de fissure est plus grande en solution saline que sous air. Cet effet est plus important dans le cas du 2024 que pour le 6013. Cette variation de la zone plastique est supposée diminuer les vitesses de propagation de fissure. Ceci compenserait alors en partie l'effet néfaste de la

solution saline sur les vitesses de propagation. So *et al.* observent, eux, une zone plastique plus petite en fatigue corrosion qu'en fatigue sous air sur l'alliage 2024-T3 [36].

Plus récemment, Pauze a étudié la corrosion, la corrosion sous traction lente, et la fatigue corrosion de l'alliage 2024-T351 dans le sens travers court [8]. L'auteur étudie finement la transition entre un défaut de corrosion localisée et les premiers stades de propagation d'une fissure longue de fatigue corrosion. Pour la fatigue corrosion des fissures longues, l'auteur observe de nombreuses synergies entre fréquence, contrainte, corrosion intergranulaire et dommage transgranulaire, synergies ayant une influence notable sur les vitesses de propagation, et l'étude présentée dans ce rapport constitue le prolongement logique de la caractérisation de ces synergies.

Finalement, plusieurs arguments (peu d'études sur les alliages 2XXX par rapport aux alliages 7XXX, sens S-L peu examiné et tendances contradictoires) confirment l'intérêt du premier objectif de cette étude, à savoir caractériser les interactions entre la microstructure, un chargement cyclique et la corrosion saline, leur influence sur les cinétiques de propagation de fissures de fatigue, et l'identification des mécanismes responsables de ces synergies.

I.4 Mécanismes et modèles de fissuration assistée par l'environnement

Dans cette partie nous présenterons dans un premier temps les mécanismes élémentaires responsables de la fissuration assistée par l'environnement. Cette partie est indépendante des parties fatigue et corrosion sous contrainte car les mêmes mécanismes sont généralement avancés pour ces deux modes d'endommagement. La déformation cyclique induite par la fatigue corrosion apporte quelques particularités, notamment lors de la prise en compte de ces mécanismes dans les modèles de fissuration. Notons également que la fragilisation par l'hydrogène est active dans les milieux gazeux comme dans les milieux aqueux, alors que la dissolution anodique n'est possible qu'en milieu aqueux.

Nous exposerons ensuite les principaux modèles de propagation assistée par l'environnement. Ces modèles se basent sur une action séquentielle ou synergétique entre les mécanismes de fissuration assistée par l'environnement et d'autres phénomènes comme la passivation, le clivage, la formation de lacunes ou encore le glissement en pointe de fissure. Nous définissons ainsi un mécanisme comme une action relativement « élémentaire » de l'environnement sur le matériau, tandis qu'un modèle est une séquence de mécanismes et de phénomènes menant à une avancée de fissure dans le matériau.

I.4.1 Mécanismes de rupture assistée par l'environnement

I.4.1.1 Fragilisation par l'hydrogène

L'atome d'hydrogène, par sa petite taille, peut pénétrer et/ou diffuser au sein de la plupart des matériaux métalliques et fragiliser le matériau. Cet hydrogène peut être interne, c'est-à-dire déjà présent au sein du matériau lors du début de la propagation (hydrogène capté lors de la fabrication du matériau ou du composant), ou apporté par l'environnement [37]. Dans le dernier cas on parle d'hydrogène externe, même si on peut supposer que l'origine de l'hydrogène n'a plus d'influence lorsqu'il a pénétré au sein du matériau. Nous considérerons plus en détail ce cas de figure. Gangloff résume les différentes étapes de la production, l'apport et la pénétration de l'hydrogène au sein de la zone plastique, pour un milieu constitué d'hydrogène, pour la vapeur d'eau et pour un électrolyte (Figure I-18).

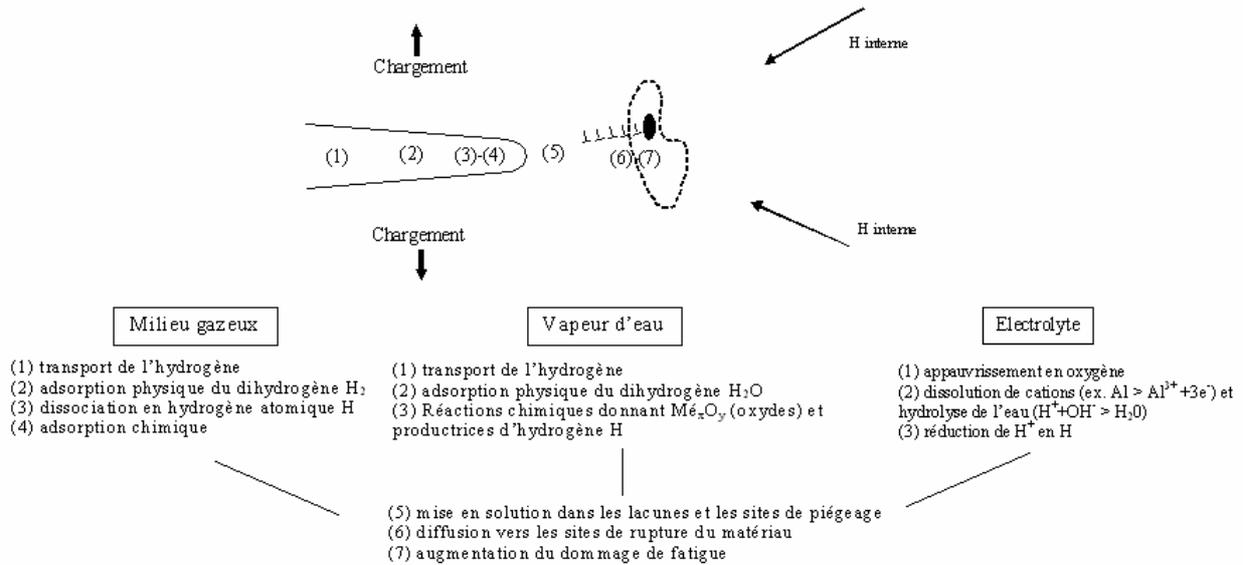


Figure I-18. Etapes de la fragilisation par l'hydrogène pour différents milieux [37].

Pour expliquer l'effet néfaste de l'hydrogène au sein de la zone plastique, deux principales familles de mécanismes sont généralement avancées : HEDE pour Hydrogen-Enhanced DEcohesion et HELP pour Hydrogen-Enhanced Localised Plasticity. Ces deux types de mécanismes sont illustrés en Figure I-19.

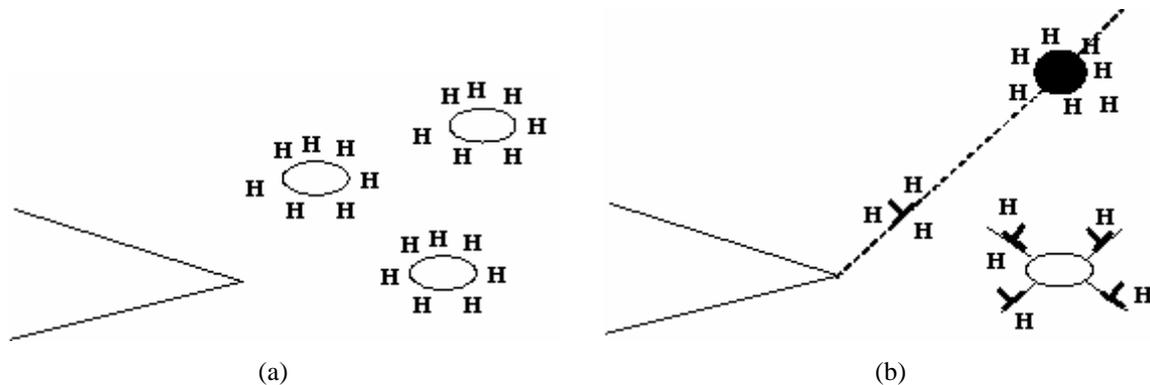


Figure I-19. Mécanismes de fragilisation par l'hydrogène (a) HEDE (b) HELP.

Le mécanisme de décohésion HEDE suppose la diminution de la contrainte de cohésion du réseau due à l'hydrogène, théorie proposée tout d'abord par Troiano [38] puis reprise notamment par Oriani [39]. L'hydrogène en insertion dans la matrice et à la surface de la pointe de fissure diminuerait la densité de charges électriques entre les atomes, et donc la force d'attraction interatomique. Lorsque la concentration en hydrogène atteindrait une valeur seuil, la décohésion produirait une microfissure qui se propagerait dans les zones enrichies en hydrogène. L'avancée de fissure par ce mécanisme se produirait suivant les plans de clivage, les joints de grain et les interfaces entre les précipités ou les dispersoïdes, et la matrice. Ce mécanisme est souvent cité pour expliquer la fissuration en l'absence de contrainte.

Le caractère ductile de la fissuration en milieu hydrogénant, montré notamment par Beachem [40] constitue le support du mécanisme HELP. Des observations in-situ ont montré que l'hydrogène favorise la création et le mouvement des dislocations, ce qui augmente la déformation au voisinage de la surface de rupture [41-43]. Ces observations ont également mis en évidence la corrélation entre l'activité des dislocations en pointe de fissure et la présence d'hydrogène dans l'atmosphère [44, 45]. Selon ce mécanisme, l'hydrogène pénètre dans le matériau, suit les dislocations et les aide à passer les obstacles comme les précipités ou les dispersoïdes. Par conséquent, HELP facilite la coalescence de vides autour de ces obstacles, donc on peut attendre une augmentation du nombre de cupules avec ce mécanisme.

En réalité il est fortement possible que ces mécanismes agissent en même temps, et que la prédominance de l'un ou l'autre dépende de nombreux facteurs [46].

I.4.1.2 Dissolution anodique

La dissolution anodique est le passage en solution d'un atome d'aluminium sous forme d'un cation, accompagné d'une perte d'électrons. L'équation bilan est de la forme $Al \rightarrow Al_3^+aq + 3e^-$ [10]. On parle d'équation bilan car en réalité la dissolution anodique est la conséquence de plusieurs réactions chimiques se produisant à l'interface entre le métal et l'électrolyte. Toute réaction anodique s'accompagne d'une réaction cathodique, qui est, pour les alliages d'aluminium, la formation d'une couche d'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$. La dissolution est traitée dans la suite du rapport comme mécanisme de propagation de fissures à part entière.

I.4.1.3 Réduction de l'énergie de surface

L'adsorption d'espèces agressives, comme la vapeur d'eau, en surface de la pointe de fissure peut diminuer l'énergie requise pour propager la fissure [47, 48]. Cette réduction de l'énergie de surface peut être due à une décohésion facilitée par les espèces adsorbées, ou par l'émission de dislocations facilitée en pointe de fissure.

I.4.2 Modèles de fissuration assistée par l'environnement

Dans cette partie nous présentons les principaux modèles de fissuration assistée par l'environnement. En solution aqueuse, beaucoup de ces modèles partent de la même étape, à savoir la rupture d'un film passif créant de la dissolution anodique en fond de fissure. Certains s'arrêtent à cette étape (dissolution assistée par le glissement par exemple), d'autres considèrent qu'il y a interaction avec la plasticité, avec la localisation de la déformation en pointe de fissure, avec le microclivage induit dans le matériau par rupture fragile du film ou encore avec la mobilité des atomes en surface.

I.4.2.1 Modèle de Wei

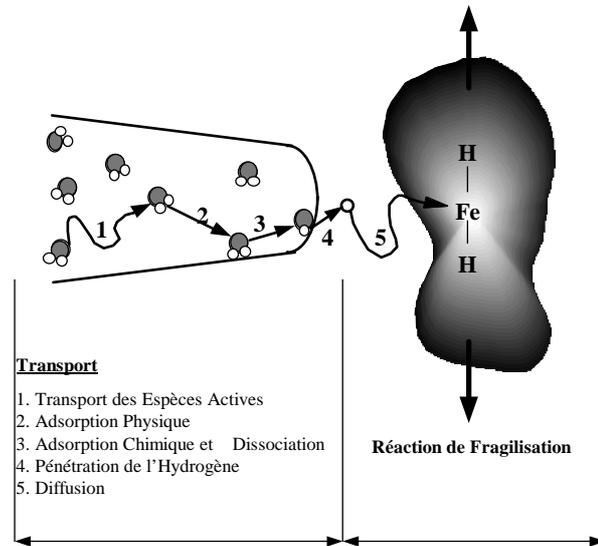


Figure I-20. Mécanisme de propagation assistée par l'hydrogène proposé par Wei [49].

Wei propose le modèle séquentiel illustré en Figure I-20, avec adsorption de la vapeur d'eau en pointe de fissure, dissociation des molécules d'eau avec création d'hydrogène, pénétration de l'hydrogène dans le matériau, diffusion dans le réseau et finalement fragilisation du matériau. Le transport ou la dissociation des molécules de vapeur d'eau limiteraient la cinétique de ce phénomène suivant l'alliage considéré, mais seule la fragilisation serait responsable des vitesses de propagation plus élevées que sous vide.

I.4.2.2 Modèle de « dissolution assistée par le glissement »

Ce modèle a été introduit par Champion [50] et Logan [51] et a été repris par différents auteurs dont Ford [52]. La propagation de la fissure se produirait par dissolution du matériau en fond de fissure, après rupture du film protecteur. Lors de la déformation plastique, des marches de glissement créent une surface de métal non passivé. Il y a alors compétition entre dissolution de cette surface et reconstitution du film. Une vitesse moyenne de propagation de fissures a été proposée, dérivée de la loi de Faraday [53] :

$$V_p = \left(\frac{M}{\rho \cdot z \cdot F} \right) \left(\frac{i_0 \cdot t_0^n}{1-n} \right) \left(\frac{\dot{\epsilon}_{ff}}{\epsilon_r} \right)^n$$

Équation I-2. Modèle de propagation de fissures par dissolution anodique [53].

Avec ε_r : déformation à rupture du film protecteur ; M , ρ : masses atomique et volumique du métal ; i_o : densité de courant ; $\dot{\varepsilon}_{ff}$: vitesse de déformation en fond de fissure ; F : constante de Faraday et Z : nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction d'oxydation.

Ce modèle est difficile à identifier et à mettre en oeuvre car la densité de courant i_o à l'instant t_o et la vitesse de déformation en fond de fissure sont des grandeurs difficiles à calculer et/ou à mesurer.

Vogt et Speidel observent une bonne corrélation entre la prédiction des vitesses de propagation du modèle de dissolution anodique de Shoji [54] et les données expérimentales de corrosion sous contrainte obtenues sur un alliage d'aluminium 2014 [55]. Le modèle de Shoji est basé sur la loi de Faraday, comme pour le modèle de Ford, mais prend en compte l'influence de l'avancée de fissure sur la distribution de la déformation en pointe de fissure [54].

I.4.2.3 Mobilité des atomes de surface

Galvele [56] postule que la propagation assistée par l'environnement est due à la diffusion superficielle des lacunes en pointe de fissure (Figure I-21). La sensibilité du matériau à la fissuration dépend alors du coefficient de diffusion superficielle des éléments de base ou d'espèces adsorbées qui se forment en solution. Dans ce mécanisme, une lacune vient remplacer un atome dans le réseau métallique, ce qui aboutit à la propagation de la fissure sur une distance interatomique.

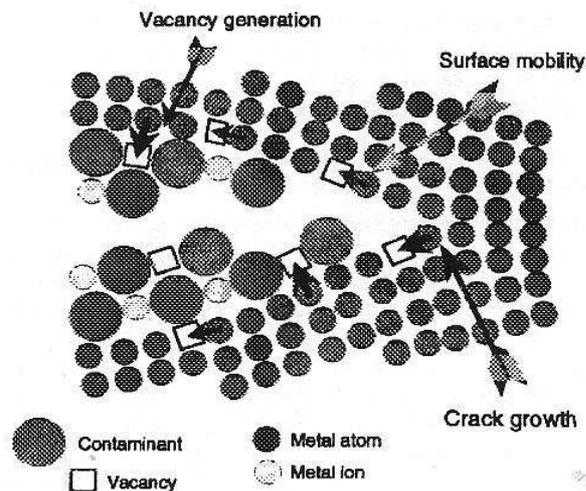


Figure I-21. Modèle « Mobilité des atomes de surface » proposé par Galvele [56].

Vogt et Speidel ont démontré que ce modèle ne convenait pas pour décrire la fissuration en corrosion sous contrainte d'un alliage d'aluminium 2014 [55].

I.4.2.4 Rupture fragile d'un film passif

Le modèle de Sieradzki et Newman [57] considère que le film de surface subit une rupture fragile, due à la dissolution, et entraîne la propagation de la fissure par microclivage dans le matériau à nu. Pour les films passifs qui se forment en solution à la surface d'un alliage d'aluminium, aucune mesure n'est reportée sur la résistance mécanique de ces films et donc leur capacité à se rompre de façon fragile et à provoquer un microclivage dans le matériau n'a jamais été directement prouvée.

I.4.2.5 Localisation de la déformation de type AIDE

Le modèle « *Adsorption Induced Dislocation Emission* » (AIDE) de Lynch est un modèle de localisation de la déformation due à l'adsorption d'espèces en pointe de fissure [46]. En environnement inerte les dislocations sont émises exactement en pointe de fissure mais également tout autour, ce qui contribue à émousser la fissure mais peu à la faire propager. En effet seules les dislocations partant exactement de la pointe de fissure participent à la propagation. Or l'adsorption d'espèces agressives favoriserait l'émission de dislocations à partir de la pointe de fissure en diminuant la contrainte de cohésion des atomes placés exactement en pointe et soumis à la plus forte contrainte (réduction de l'énergie de surface), réduisant ainsi l'émoussement, et toute l'énergie apportée par le chargement mécanique se concentrerait sur les dislocations partant de la pointe et menant à la propagation.

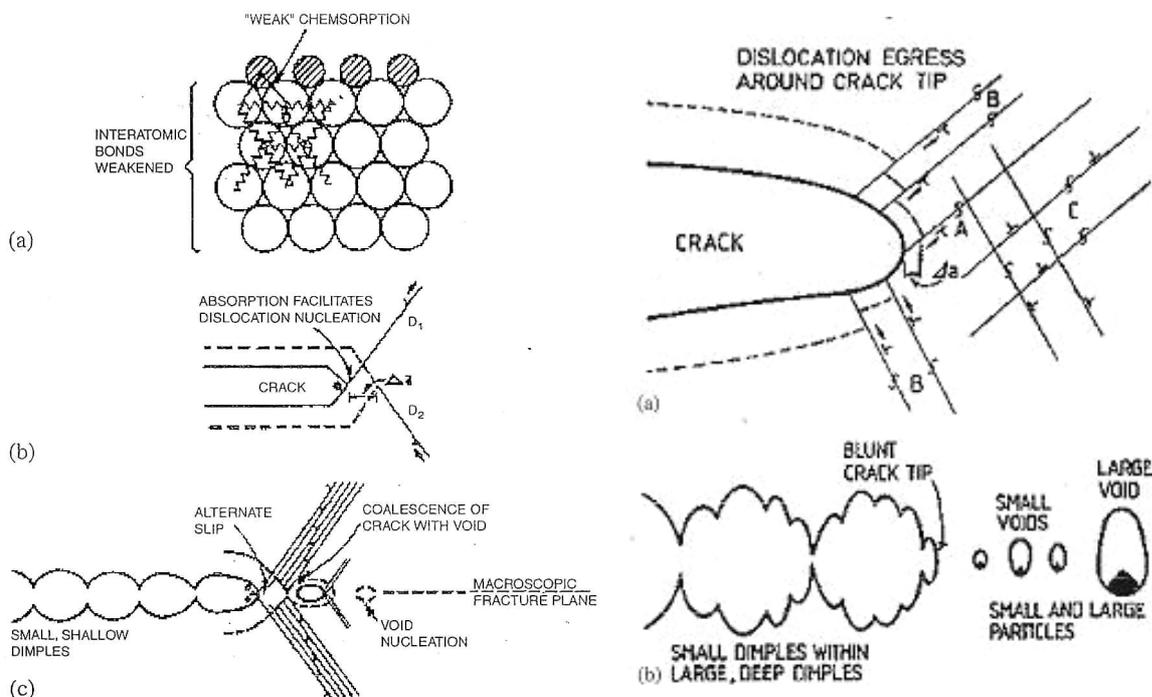


Figure I-22. Adsorption Induced Dislocation Emission de Lynch [46].

Un argument majeur avancé par Lynch en faveur du mécanisme AIDE est la similitude des surfaces de rupture avec l'endommagement dans les milieux de type métaux liquides. En présence de métaux liquides en pointe de fissure, les vitesses de fissuration sont plus grandes que sous air, alors que la solubilité des espèces dans le métal est très faible. Ceci réfute donc l'hypothèse d'un endommagement dans le matériau en pointe de fissure lié à la pénétration d'espèces au sein du réseau et, par élimination, conforte l'idée que la propagation est gouvernée par l'adsorption en surface. Par ailleurs, ce mécanisme de localisation peut expliquer à la fois l'influence d'un milieu gazeux et d'un milieu aqueux.

I.4.2.6 Quasi clivage induit par adoucissement localisé (CEPM)

Le modèle de Magnin, CEPM pour Corrosion Enhanced Plasticity Model, est illustré en Figure I-23. Il suppose un mécanisme de clivage induit par adoucissement localisé. Les étapes successives du modèle sont les suivantes [58-60] :

1/ Le film passif est rompu par les dislocations venant des plans de glissement activés en pointe de fissure, ce qui entraîne une dissolution anodique du matériau.

2/ Sous l'effet de cette dissolution, des lacunes apparaissent et de l'hydrogène atomique se forme par réaction cathodique. Deux phénomènes interviennent alors. Les lacunes adoucissent localement le matériau et augmentent la plasticité en favorisant le déplacement des dislocations. Par ailleurs l'absorption d'hydrogène atomique diminue les contraintes de cœur des dislocations. Les dislocations coin sont plus mobiles et un adoucissement localisé se crée dans les plans {111} actifs en pointe de fissure. L'émoussement est donc réduit.

3/ Les dislocations, rendues très mobiles au niveau de la zone adoucie en pointe de fissure, se déplacent en avant de la fissure sur un plan de glissement jusqu'à ce qu'elles rencontrent un obstacle (précipité, joint de grain). Cet obstacle peut aussi être la zone écrouie du métal, plus en amont de la fissure, qui n'a pas subi d'adoucissement localisé par dissolution (on considère alors deux zones au voisinage de la fissure). Les dislocations s'empilent sur cet obstacle, ce qui provoque une concentration de contraintes au niveau de cet empilement.

4/ Localement, au niveau de l'obstacle, la ténacité du matériau, K_{Ic} , est dépassée et la rupture intervient.

5/ L'hydrogène transporté par les dislocations vers l'empilement diminue localement l'énergie de cohésion des plans {111}. La rupture se propage le long de ces plans.

6/ Le processus se répète suivant un plan symétrique au plan précédent, cause une rupture en « zig-zag ».

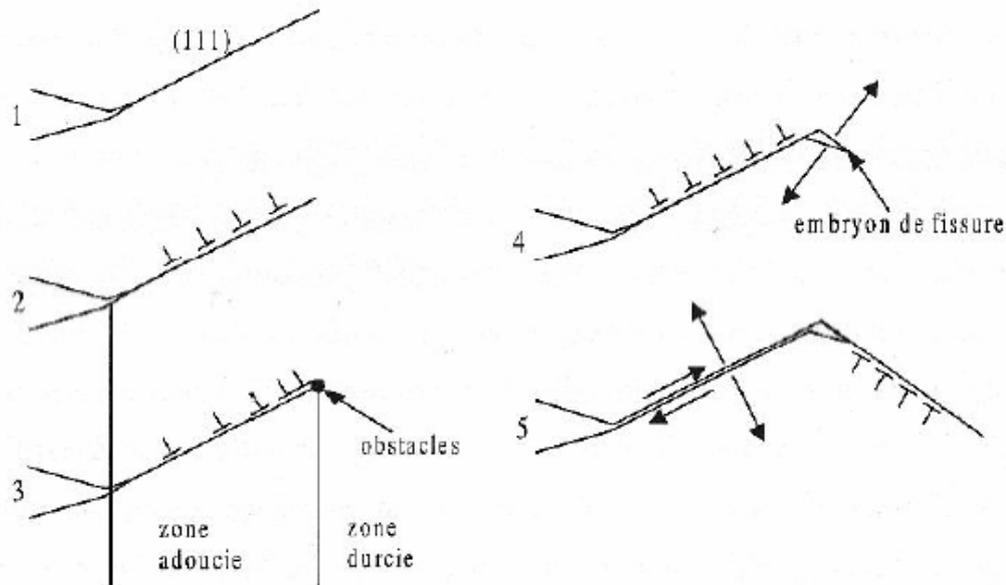
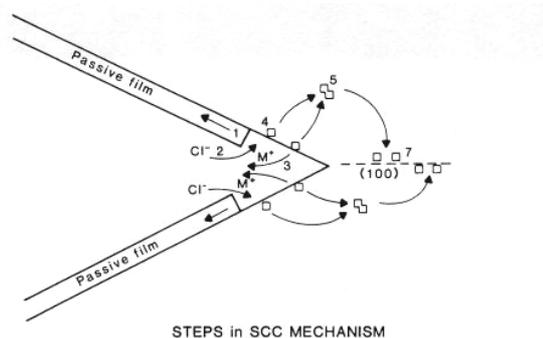


Figure I-23. Modèle de Magnin [58, 59].

I.4.2.7 Modèle de Jones

Pour JONES [61], la pointe de fissure constitue un site anodique (perte d'électrons par dissolution du métal en ions métalliques), tandis que les lèvres sont des sites cathodiques (gain d'électrons par création de couches d'oxyde). La dissolution anodique en fond de fissure est favorisée par ce couplage, et la transformation des atomes métalliques en ions en solution amène la formation de lacunes dans le réseau. Ces lacunes se déplacent vers la zone plastifiée en fond de fissure sous l'effet de la déformation. Leur accumulation provoque l'apparition de bilacunes qui favorisent la clivage suivant les plans $\{100\}$ (Figure I-24).



- STEPS in SCC MECHANISM
1. Film rupture by mechanical stress
 2. Retarded repassivation by competitive adsorption of critical species, e.g. Cl^-
 3. Anodic dissolution by coupling to surrounding passive surfaces
 4. Vacancy formation from rapid dissolution
 5. Divacancy formation and migration
 6. Crack initiation (Omitted from diagram)
 7. Crack propagation by cleavage due to accumulation of divacancies on prismatic planes, e.g. $\{100\}$

Figure I-24. Modèle de Jones [61].

I.5 Influence de cycles d'immersion émergence et de l'exposition séquentielle entre fatigue et corrosion

I.5.1 Immersion émergence en corrosion

Cette partie s'inspire largement du livre « Corrosion of Aluminium » de Vargel, Jacques et Schmidt [62].

En corrosion atmosphérique, la plupart des métaux se corrodent plus rapidement lorsqu'ils sont soumis à des cycles de pluie et de séchage. Par exemple, un alliage 6060 exposé à un environnement industriel pendant 1 an a montré des piqûres de corrosion profondes d'environ 0.065 mm sur la face avant, exposée au soleil, tandis que sur la face arrière la profondeur était de 0.040 mm. Pour la face tournée vers la soleil, le film d'humidité est plus rapidement séché donc moins épais, ce qui facilite la diffusion de l'oxygène.

En corrosion aqueuse, une exposition périodique dans l'eau de mer corrode plus vite les structures métalliques qu'une immersion permanente. Par exemple, en milieu côtier, les parties des structures soumises à l'action des vagues et des marées se corrodent toujours plus vite que les parties immergées en permanence. L'eau apportée par les vagues et les marées contient plus d'oxygène que l'eau moins renouvelée dans les zones d'immersion permanente, ce qui favorise les réactions cathodiques et la dissolution anodique du matériau.

Les alliages d'aluminium sont généralement peu sensibles à ces cycles d'immersion séchage, sauf les alliages 2XXX et les alliages 7XXX contenant du cuivre. Vargel, Jacques et Schmidt reportent des résultats de Rozenfeld sur la vitesse de corrosion d'un alliage 1050 et d'un alliage 2017 pour différentes expositions à une solution saline (Figure I-25). La vitesse de corrosion de l'alliage 2017 augmente fortement entre les cycles d'immersion séchage et l'immersion permanente alors que pour l'alliage 1050 le nombre de cycles n'a que peu d'influence. De plus, lorsque la fréquence des cycles d'immersion séchage augmente, la vitesse de corrosion augmente.

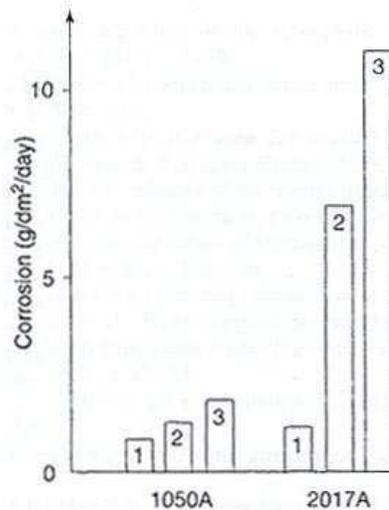


Figure I-25. Vitesse de corrosion pour une immersion périodique dans 3%NaCl pendant 30 jours pour des alliages 1050 et 2017. (1) immersion permanente (2) immersion 1 fois par jour (3) immersion 6 fois par jour (de Rozenfeld repris par Vargel, Jacques et Schmidt [62]).

I.5.2 Exposition séquentielle fatigue – corrosion en durée de vie

Peu d'études examinent l'influence d'une exposition séquentielle à la fatigue et à la corrosion sur la durée de vie en fatigue des alliages d'aluminium [63-65].

Les auteurs des études référencées [63-65] appliquent aux éprouvettes une exposition séquentielle fatigue sous air / corrosion sans chargement mécanique, suivant l'idée qu'un avion, lorsqu'il est au sol, n'est pas soumis à des contraintes et est exposé à un environnement agressif (corrosion pure), alors qu'en vol à haute altitude le milieu est moins corrosif mais les contraintes mécaniques sont importantes (fatigue sous air).

Yao [65] considère l'influence d'une exposition séquentielle en fatigue et en corrosion sur l'alliage LY12-CZ, qui désigne un alliage 2XXX à l'état T4 (Cu 4.34%, Mg 1.48%, Mn 0.77%, Fe 0.29%, Si <0.15%, Zn <0.1%, Ni <0.05%. Limite d'élasticité 359 MPa, limite à rupture 470 MPa). Des éprouvettes lisses sont soumises alternativement à un environnement corrosif de nature non précisée et à un chargement cyclique, à $R=0.16$, à différentes contraintes maximales, jusqu'à ce que la fissure atteigne une longueur d'environ 2 mm. L'auteur développe un modèle de cumul de dommages avec superposition, mais aussi compétition entre les dommages de corrosion et de fatigue. Il prédit avec succès la durée de vie de ses éprouvettes ayant subi une gamme variée d'alternances de corrosion et de fatigue, pour différents temps de corrosion et différentes valeurs de la contrainte maximale en fatigue. Cependant, son modèle n'est pas mis en relation avec les mécanismes de corrosion et de fatigue, et il manque des données expérimentales et théoriques importantes, comme le milieu utilisé.

Du *et al.* [63, 64] considèrent également l'influence d'une exposition séquentielle fatigue sous air / corrosion sans chargement mécanique sur la durée de vie du 2024-T3, sur éprouvettes lisses. Tout d'abord, l'éprouvette est soumise à un chargement cyclique, à une fréquence $f=9$ Hz, un rapport de

charge $R=0.2$ et une contrainte maximale de 200 MPa, pendant un nombre de cycles variable. Ensuite, l'éprouvette est immergée en solution saline à 3.5% NaCl en masse + 10% H_2O_2 en volume, pendant 48h. Finalement, l'éprouvette est retirée de la solution, rincée à l'eau distillée, et soumise à un chargement de fatigue identique au chargement initial, jusqu'à rupture. La durée de vie obtenue par cette exposition séquentielle est toujours supérieure à la durée de vie du matériau soumis seulement à la corrosion puis soumis à la fatigue jusqu'à rupture (Figure I-26). De plus, si le nombre de cycles du chargement de fatigue initial est supérieur à la moitié de la durée de vie en fatigue sous air du matériau, alors la durée de vie totale sous cette exposition séquentielle devient supérieure à la durée de vie du matériau sous air. Les auteurs supposent que la corrosion émousse la pointe des micro fissures amorcées en fatigue et supprime les extrusions et intrusions formées lors du premier chargement cyclique, ce qui retarderait la création d'une fissure mécanique macroscopique.

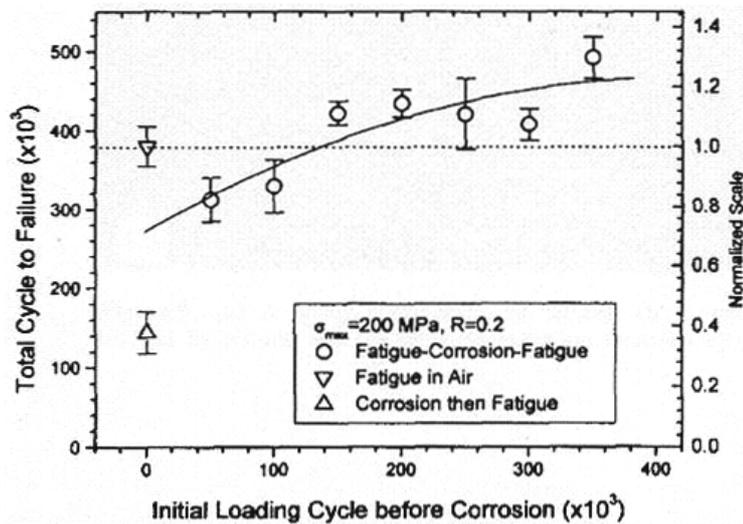


Figure I-26. Durée de vie du 2024-T3 pour une exposition séquentielle fatigue - corrosion - fatigue. L'axe y à droite est normalisé pour 380 000 cycles.

I.5.3 Immersion émergence en propagation de fissures de fatigue

A la connaissance de l'auteur, une étude existe sur l'influence de séquences d'immersion et d'émergence sur la propagation de fissures de fatigue dans les alliages d'aluminium, sur l'alliage 7075-T6 [66].

Shafiq et Agarwala ont réalisé des essais de fissuration en faisant varier l'environnement en fonction de la longueur de fissure ou à intervalles de temps réguliers [66]. L'environnement n'a donc pas varié sur un cycle mais une avancée de fissure était effectuée sous air, puis une autre avancée sous solution saline puis sous air...etc. Selon les auteurs, dans chaque phase de propagation (sous air et sous solution) la propagation de la fissure se fait à la vitesse typique de l'environnement (Figure I-27). Les premiers essais avec variation de l'environnement ont été réalisés à $R=0.1$ et $R=0.4$, pour un K_{max} constant de $6.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, à 1 Hz. Les auteurs observent une forte diminution de la vitesse de

propagation lors des phases de transition, et plus particulièrement lors du passage propagation sous air – propagation sous solution. Cette diminution peut même conduire à un arrêt complet de la propagation (Figure I-27). Les auteurs attribuent cet arrêt de la fissure à une soudaine variation de la fermeture de fissure (Figure I-28).

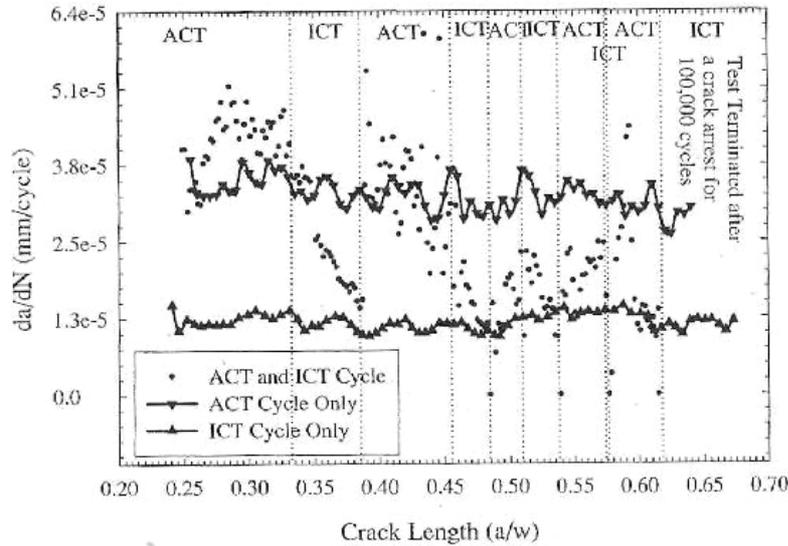


Figure I-27. Vitesse de propagation en fonction de la longueur de fissure lors d'un environnement de type immersion émerision [66]. (ICT=air sec, ACT=1%NaCl).

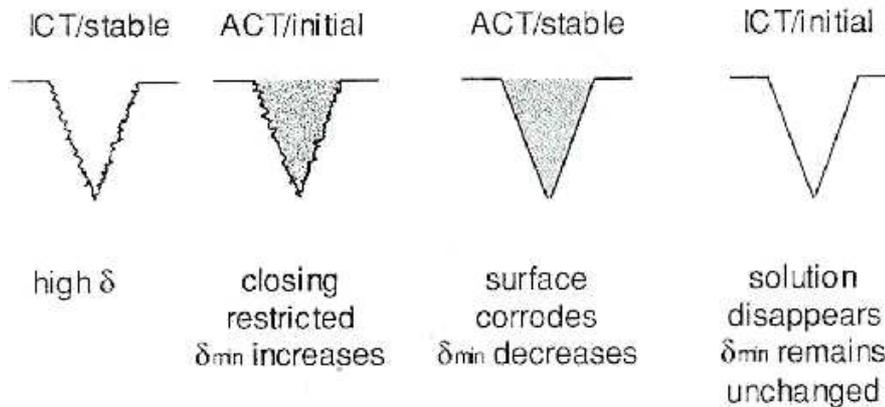


Figure I-28. Influence d'un changement d'environnement sur l'ouverture de la fissure. ICT=air sec, ACT=1%NaCl. Stable : condition sans effet transitoire. Initial : condition transitoire après le changement d'environnement [66].

I.5.4 Conclusion partielle sur l'influence de l'immersion émerision en fatigue et l'exposition séquentielle fatigue/corrosion

Sur les alliages d'aluminium, les effets d'environnement observés sous immersion émerision en corrosion et en propagation de fissures de fatigue peuvent être très différents de ceux observés sous immersion permanente. Les études avec exposition séquentielle fatigue – corrosion – fatigue montrent que, même dans le cas d'une exposition séquentielle entre fatigue sous air et corrosion, il y a synergie

entre ces deux phénomènes. Leur influence n'est pas seulement additive, et la corrosion peut agir sur le dommage de fatigue précédemment créé, tandis que le dommage de fatigue est un site privilégié d'attaque de la corrosion. Par ailleurs, en propagation de fissures sous alternances d'immersion et d'émersion, les brusques arrêts de la fissure observés par Shafiq et Agarwala [66] peuvent modifier les durées de vie réelles des structures en service. Toutefois ces données sont limitées du fait d'un manque d'études systématiques et peu de mécanismes sont avancés. Il apparaît donc légitime de vouloir examiner l'influence d'une immersion émersion en propagation de fissures de fatigue. Ceci constitue le deuxième objectif de notre étude.

I.6 Conclusion de la partie bibliographie

Cette bibliographie montre que la fissuration en fatigue des alliages d'aluminium en milieu gazeux est relativement bien connue, mais qu'en immersion permanente les études peuvent rapporter de nombreux résultats contradictoires et les mécanismes sont moins bien compris. Par ailleurs, les modèles de propagation en fatigue sont souvent des extensions des modèles de corrosion sous contrainte. Finalement, presque aucune donnée n'existe sur l'influence d'une immersion émergence en propagation de fissure de fatigue.

Schmidt et Brandecker [67] soulignent que, « *chaque nouveau matériau, pour des zones dont le critère de dimensionnement est la tolérance aux dommages, ne peut être accepté que si le comportement en propagation de fissures de fatigue sous un environnement réel et une fréquence réelle est au moins aussi bon que celui du 2024-T3* ». La mise en oeuvre d'un tel principe suppose d'une part la connaissance approfondie du comportement en fissuration du matériau de référence, d'autre part la définition de ce que représentent un environnement réel et une fréquence réelle. L'examen de la littérature montre que les connaissances actuelles sur le comportement en fatigue corrosion des alliages d'aluminium de la série 2XXX doivent être améliorées afin de réaliser des essais de laboratoire permettant de mieux représenter cette fréquence et cet environnement réels et d'établir des outils prédictifs fiables..

Dans ce cadre, le comportement en fissuration par fatigue de l'alliage d'aluminium 2024-T351 sous des expositions à la solution saline de type immersion permanente et immersion émergence constitue l'objet de cette étude. La démarche est de choisir un matériau de référence, le 2024-T351, dans l'orientation la plus sensible à la corrosion sous contrainte, le sens S-L, de bien examiner et comprendre les mécanismes actifs en immersion permanente, notamment par l'influence de la fréquence, puis d'explorer des conditions d'exposition plus représentatives des conditions de vie en service.

Références Bibliographiques

1. AFNOR, Norme internationale ISO8044, 1989.
2. R. Develay, Aluminium et alliages d'aluminium corroyés : propriétés métalliques. M438, in www.techniques-ingenieur.fr.
3. M.S. Hunter and P. Fowle, Naturally and Thermally Formed Oxide Films on Aluminum, *Journal of the Electrochemical Society*, 103, 1956. p. 482.
4. C. Augustin, E. Andrieu, C. Blanc, G. Mankowski, and J. Delfosse, Intergranular corrosion of 2024 alloy in chloride solutions, *Journal of the Electrochemical Society*, 154, 2007. p. C637-C644.
5. M. Khobaib and M.S. Donley, Effect of corrosion damage on fatigue behavior of Al 2024, American Society of Mechanical Engineers (Publication) NDE. 2001, 127-133.
6. E.J. Dolley, B. Lee, and R.P. Wei, The effect of pitting corrosion on fatigue life, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 23(7), 2000. p. 555-560.
7. E.M. Radetskaya, Y.I. Makeev, T.I. Novikova, and I.A. Nabatova, Corrosion-Fatigue of High-Strength Aluminum-Alloys, *Protection of Metals*, 29(4), 1993. p. 532-535.
8. N. Pauze, Fatigue corrosion dans le sens travers court de tôles d'aluminium 2024-T351 présentant des défauts de corrosion localisée, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne, 2008
9. S. Cabrol, Modélisation de la croissance des piqûres dans l'alliage d'aluminium 2024 T351 en milieu chloruré, *Annales de Chimie Science des Matériaux*, 24(4-5), 1999. p. 307-311.
10. D. Landolt, 12. Corrosion et chimie de surface des métaux. Traité des Matériaux, ed. D. Landolt. 1993: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.
11. J.J. De Luccia, The corrosion of aging aircraft and its consequences, A.I.o.A.a. Astronautics, Editor. 1991. p. 1667-1675.
12. P.V. Petroyiannis, A.T. Kermanidis, R. Akid, C.A. Rodopoulos, and S.G. Pantelakis, Analysis of the effects of exfoliation corrosion on the fatigue behaviour of the 2024-T351 aluminium alloy using the fatigue damage map, *International Journal of Fatigue*, 27(7), 2005. p. 817-827.
13. ASTM, G34-01. Standard Test Method for Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX Series Aluminum Alloys (EXCO Test), 2001
14. D.O. Sprowls and R.H. Brown, Stress corrosion mechanism for aluminum alloys, International corrosion conference series NACE 1. 1969.
15. R. Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. M440, in www.techniques-ingenieur.fr.
16. E.H.J. Dix, R.H. Brown, and W.W. Binger, *ASM Metals Handbook 8th edition*, 1. p. 916.
17. M.S. Hunter, G.R. Frank, and D.L. Robinson, Mechanism of Corrosion of 2024 Alloy as revealed by Electron Microscopy, Second International Congress on Metallic Corrosion. National Association of Corrosion Engineers, 1963, 102.
18. W. Dietzel, K.-H. Schwalbe, and D. Wu, Application of fracture mechanics techniques to the environmentally assisted cracking of aluminium 2024, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 12(6), 1989. p. 495-510.
19. C. Laird and G.C. Smith, *Phil. Mag.*, 7, 1962. p. 847-857.
20. R.M.N. Pelloux, Mechanisms of Formation of Ductile Fatigue Striations, *Trans ASM*, 62(1), 1969. p. 281-285.
21. J. Petit, G. Hénaff, and C. Sarrazin Baudoux, Environmentally Assisted Fatigue in the Gaseous Atmosphere, in *Comprehensive Structural Integrity*, I. Milne, D. Ritchie, and B. Karihaloo, Editors. 2003. p. 211-280.
22. C. Gasquères, Fissuration par Fatigue et Ténacité d'Alliages d'Aluminium 2XXX à 223K, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2006

23. S. Suresh, A.K. Vasudevan, and P.E. Bretz, Mechanisms of Slow Fatigue Crack-Growth in High-Strength Aluminum-Alloys - Role of Microstructure and Environment, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 15(2), 1984. p. 369-379.
24. T.S. Srivatsan and T.S. Sudarshan, Fracture of Precipitation Strengthened Aluminum-Alloys - Role of Environment, *Engineering Fracture Mechanics*, 37(3), 1990. p. 569-&.
25. R. Sunder, A unified model of fatigue kinetics based on crack driving force and material resistance, *International Journal of Fatigue*
Fatigue Damage of Structural Materials VI, The Sixth International Conference on Fatigue Damage of Structural Materials, 29(9-11), 2007. p. 1681-1696.
26. G. Hénaff, G. Odemer, and A. Tonneau-Morel, Environmentally-assisted fatigue crack growth mechanisms in advanced materials for aerospace applications, *International Journal of Fatigue*
Fatigue Damage of Structural Materials VI, The Sixth International Conference on Fatigue Damage of Structural Materials, 29(9-11), 2007. p. 1927-1940.
27. D.A. Meyn, The Nature of Fatigue-Crack Propagation in Air and Vacuum for 2024 Aluminum, *Trans ASM*, 61(1), 1968. p. 52-61.
28. R.S. Piascik and R.P. Gangloff, Environmental fatigue of an Al-Li-Cu alloy: part I. intrinsic crack propagation kinetics in hydrogenous environments, *Metall. Trans.*, 22A, 1991a. p. 2415-2428.
29. R.S. Piascik and R.P. Gangloff, Environmental fatigue of an Al-Li-Cu alloy: part II. Microscopic hydrogen cracking processes, *Metall. Trans.*, 22A, 1991b. p. 2751-2762.
30. D. Rhodes, J.K. Musuva, and J.C. Radon, The significance of stress corrosion cracking in corrosion fatigue crack growth studies, *Engineering Fracture Mechanics*, 15(3-4), 1981. p. 407-419.
31. R.S. Piascik and R.P. Gangloff, Aqueous Environment Effects on Intrinsic Corrosion Fatigue Crack Propagation in an Al-Li-Cu Alloy, 1st International Conference on Environment Induced Cracking of Metals. Kohler, Wisconsin, USA, R.P. Gangloff and M.B. Ives, NACE, 1988, 233.
32. F.P. Ford, Corrosion Fatigue Crack Propagation in Aluminum-7% Magnesium Alloy, *Corrosion*, 35(7), 1979. p. 281-287.
33. I. Trockels, A. Gysler, and G. Lütjering, Influence of Frequency on Fatigue Crack Propagation Behavior of Aluminum Alloys in Aggressive Environment, *Fatigue'96*. 1996.
34. I. Haase, K. Nocke, H. Worch, G. Zouhar, and G. Tempus, An investigation of the fatigue behaviour of the aluminium alloy AA 6013 T6 in a corrosive medium, *Prakt. Metallogr.*, 38(3), 2001.
35. C.H. Zamponi, S.T. Sonneberger, M. Haaks, I. Müller, T. Staab, K. Maier, and G. Tempus, Investigation of fatigue cracks in aluminium alloys 2024 and 6013 in laboratory air and corrosive environment, *Journal of Materials Science*, 39(23), 2004. p. 6951-6956.
36. H. So, G.C. Tu, and J.-Y. Huang, EFFECTS OF CORROSION ON FATIGUE CRACK PROPAGATION IN 2024-T3 ALUMINIUM, *Chung-kuo Kung Ch'eng Hsueh K'an/Journal of the Chinese Institute of Engineers*, 9(5), 1986. p. 465-473.
37. R.P. Gangloff, Hydrogen assisted cracking of high strength alloys, in *Comprehensive Structural Integrity*, I. Milne, R.O. Ritchie, and B. Karihaloo, Editors. 2003, Elsevier Science: New York.
38. A.R. Troiano, The Role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals, *Trans ASM*, 52, 1960. p. 54-80.
39. R.A. Oriani, *Berichte Bunsengesellschaft für physikalische chemie*, 76(8), 1972. p. 848-857.
40. C.D. Beachem, A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen "embrittlement"), *Metall Trans*, 3(February), 1972. p. 437-451.
41. H.K. Birnbaum and P. Sofronis, Mechanism for Hydrogen-Related Fracture - A Review, *Corrosion-Deformation Interactions CDI'96*. Nice, France, The Institute of Materials, 1996, 172-195.
42. I.M. Robertson and D. Teter, Micorscopic Studies on Hydrogen Effects on Mechanical Properties, *Journal of Metals, JOM*, (November), 1996. p. 55-60.

43. I.M. Robertson, The effect of hydrogen on dislocation dynamics, *Engineering Fracture Mechanics*, 68(6), 2001. p. 671-692.
44. T. Tabata and H.K. Birnbaum, Direct Observations of Hydrogen-Enhanced Crack Propagation in Iron, *Scripta Metall*, 18, 1984. p. 231-236.
45. T. Tabata and H.K. Birnbaum, Direct Observations of the Effect of Hydrogen on the Behavior of Dislocations in Iron, *Scripta Metall*, 17, 1984. p. 947-950.
46. S.P. Lynch, Mechanisms of hydrogen assisted cracking - A review, *Hydrogen Effects on Material Behavior and Corrosion Deformation Interactions*, 2003. p. 449-466.
47. N.J. Petch, The lowering of fracture stress due to surface adsorption, *Phil Mag*, I(4), 1956. p. 331-337.
48. G. Henaff, K. Marchal, and J. Petit, On Fatigue-Crack Propagation Enhancement by a Gaseous Atmosphere - Experimental and Theoretical Aspects, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 43(8), 1995. p. 2931-2942.
49. R.P. Wei and G.W. Simmons, Recent progress in understanding environment-assisted fatigue crack growth, *International Journal of Fracture*, 17(2), 1981. p. 235-247.
50. F.A. Champion, in *Symposium on Internal Stress in Metal*, *Inst. of Metals*. 1948. p. 468.
51. J.H. Logan, *J. Res. Nat. Bur. Std*, 48, 1952. p. 99.
52. F.P. Ford, QUANTITATIVE EXAMINATION OF SLIP-DISSOLUTION AND HYDROGEN-EMBRITTEMENT THEORIES OF CRACKING IN ALUMINIUM ALLOYS., *Met Sci*, 12(7), 1978. p. 326-334.
53. F.P. Ford, Quantitative prediction of environmentally assisted cracking, *Corrosion*, 52(5), 1996. p. 375-395.
54. T. Shoji, S. Suzuki, and R.G. Ballinger, *Int. Symp. on Plant Aging and Life Prediction of Corrodible Structures*. Sapporo, Japan, H. NACE, 1995, 881.
55. H. Vogt and M.O. Speidel, Stress corrosion cracking of two aluminium alloys: A comparison between experimental observations and data based on modelling, *Corrosion Science*, 40(2-3), 1998. p. 251-270.
56. J.R. Galvele, A Stress Corrosion Cracking Mechanism Based on Surface Mobility, *Corrosion Science*, 27, 1987. p. 1.
57. K. Sieradzki and R.C. Newman, *Phil. Mag. A*, 51, 1985. p. 95.
58. T. Magnin, A Unified Model for Trans and Intergranular Stress Corrosion Cracking, *CDI'92 Corrosion-Deformation Interactions*. Fontainebleau, France, T. Magnin and J.M. Gras, les Éditions de Physique, 1992, 27-41.
59. T. Magnin, A. Chambreuil, and B. Bayle, *Acta Materialia*, 44, 1996. p. 1457.
60. D. Delafosse, J.-P. Chateau, A. Chambreuil, and T. Magnin, Dislocation-hydrogen interactions during stress corrosion cracking in fcc metals: experiments on single crystals and numerical simulations, *Materials Science and Engineering A*, 234-236, 1997. p. 889-892.
61. D.A. Jones, *Metal. Trans.*, A16A, 1985. p. 1133.
62. C. Vargel, M. Jacques, and M.P. Schmidt, Corrosion of Aluminium, ed. Elsevier. 2004.
63. M.L. Du, F.P. Chiang, S.V. Kagwade, and C.R. Clayton, Synergism between corrosion and fatigue of Al2024-T3 alloy, *American Society of Mechanical Engineers, Aerospace Division (Publication) AD*. 1995, 119-128.
64. M.L. Du, F.P. Chiang, S.V. Kagwade, and C.R. Clayton, Damage of Al 2024 alloy due to sequential exposure to fatigue, corrosion and fatigue, *International Journal of Fatigue*, 20(10), 1998. p. 743-748.
65. W.X. Yao, A Cumulative Fatigue Damage Rule Under the Alternative of Corrosion or Cyclic Loading, *Acta Metall Sin*, 20(1), 2007. p. 65-71.
66. B. Shafiq and V.S. Agarwala, Corrosion fatigue in 7075-T6 aluminum: Life prediction issues for carrier-based operations, *Journal of Aircraft*, 41(2), 2004. p. 393-398.
67. H.-J. Schmidt and B. Brandecker, Corrosion fatigue, data and design from an aircraft manufacturer's point of view, *Fatigue'96*. 1996.

II Matériau et méthodes expérimentales

II.1 Matériau de l'étude

Le matériau de cette étude est l'alliage d'aluminium 2024-T351. Il provient d'une plaque de 50 mm d'épaisseur fournie par EADS IW et produite par la société CORUS.

II.1.1 Composition chimique

L'alliage d'aluminium 2024-T351 est un alliage ternaire de type Al-Cu-Mg. La composition donnée par CORUS est présentée dans le Tableau II-1. Le principal élément d'addition du 2024, comme tous les alliages de la série 2000, est le cuivre. La partie bibliographique de ce rapport a montré l'importance de cet élément d'addition vis-à-vis de la résistance à la corrosion du 2024.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Ni	Cr	Ti+Zr	Autres
Min.	/	/	3.8	0.30	1.2	/	/	/	/	/	/
Max.	0.50	0.50	4.9	0.9	1.8	0.25	0.15	/	0.10	0.20	Chacun 0.05 Total 0.15
Corus	0.057	0.129	4.464	0.602	1.435	0.021	0.03	0.005	0.00	0.031	0.015

Tableau II-1. Composition chimique de l'alliage 2024. Al : reste. Min-Max : norme AFNOR pour les produits laminés.

II.1.2 Procédé d'obtention de l'alliage 2024-T351

Les différentes étapes d'obtention de l'alliage 2024 sous la forme T351 sont la coulée, l'homogénéisation, le laminage puis le durcissement structural.

Après la coulée, l'homogénéisation consiste en un maintien à haute température, autour de 500°C, du matériau pendant 6 à 48h. Son but est d'atténuer la ségrégation des éléments d'alliage.

Le laminage a pour objectif l'écroutissage du matériau et sa mise en forme à l'épaisseur demandée. Cette étape engendre un allongement des grains dans la direction de laminage et un aplatissement dans l'épaisseur, ce qui donne une texture très marquée de la morphologie des grains. On verra plus tard que cette texture modifie considérablement les propriétés mécaniques du produit obtenu.

Après la coulée, l'homogénéisation et le laminage, l'alliage 2024-T351 subit un traitement thermique de durcissement structural : mise en solution de 4h à 495°C, trempe rapide à l'eau à 20°C, détensionnement par traction sans dressage à 2% d'allongement, maturation à l'ambiante pendant 4 jours. La trempe rapide permet de figer la solution sursaturée en atomes de cuivre dans la matrice et donc de conserver cette solution sursaturée à température ambiante. Ce traitement thermique est à l'origine des bonnes propriétés mécaniques de l'alliage mais aussi de sa grande sensibilité à la corrosion. L'état T3 ne subit aucun revenu après la trempe.

II.1.3 Microstructure

II.1.3.1 Techniques d'observation

La microstructure a été principalement observée aux microscopes optique et électronique à Transmission (MET).

Le microscope optique permet d'observer les grains, joints de grains ainsi que les gros précipités intermétalliques issus de la coulée. Une attaque est réalisée avec le réactif de Keller sur échantillon poli jusqu'au grain 1 micron. L'attaque Keller révèle la précipitation intergranulaire et donc les joints de grains. La composition de ce réactif est la suivante : Eau (95%), acide nitrique (2.5%), acide chlorhydrique (1.5%) et acide fluorhydrique (1%). Quelques gouttes sont déposées sur la surface à étudier pendant 30 secondes, puis l'éprouvette est rincée à l'eau.

L'analyse des précipités et des dispersoïdes se fait au microscope électronique à transmission (MET), sur des lames minces prélevées dans le matériau.

II.1.3.2 Taille et morphologie des grains

La microstructure est présentée en Figure II-1. Les grains sont de type « pancake », c'est-à-dire fortement allongés suivant la direction de laminage L et aplatis suivant l'épaisseur S. Lorsque qu'une éprouvette de type Compact Tension est prélevée dans le sens S-L, les grains sont donc allongés dans la direction de propagation de la fissure.

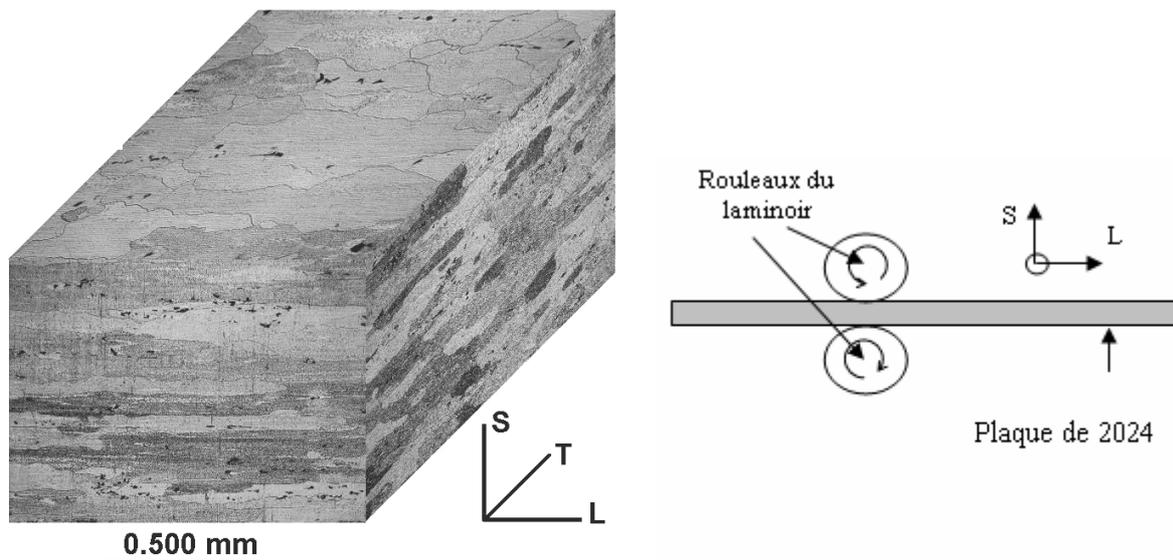


Figure II-1 : Microstructure du 2024-T351 au cœur de la plaque (L : direction de laminage ; S : épaisseur ; T : travers court).

La taille moyenne des grains a été mesurée au microscope optique. Après polissage du matériau jusqu'au grain 1 micron, une attaque est réalisée avec le réactif de Keller afin de révéler les joints de

grains. Plusieurs clichés sont pris à des grossissements de $\times 1.6$ ou $\times 2.5$. Des lignes sont ensuite tracées dans chaque direction S (travers court), T (travers long) et L (laminage) et le nombre de grains coupés par cette ligne est compté. La taille moyenne des grains est la longueur de la ligne divisée par le nombre de joints de grains qu'elle coupe. Par cette méthode, 2800, 1500 et 430 grains ont été respectivement mesurés dans les sens S, T et L. La taille moyenne des grains est d'environ $90\ \mu\text{m}$ suivant S, $210\ \mu\text{m}$ suivant T et $820\ \mu\text{m}$ suivant L.

Des grains de forme quasi circulaire, de diamètre moyen de quelques dizaines de μm sont aussi visibles (Figure II-2). Kemp *et al.* [1] observent des grains de même morphologie sur une plaque de 2024-T351 d'épaisseur 25 mm.

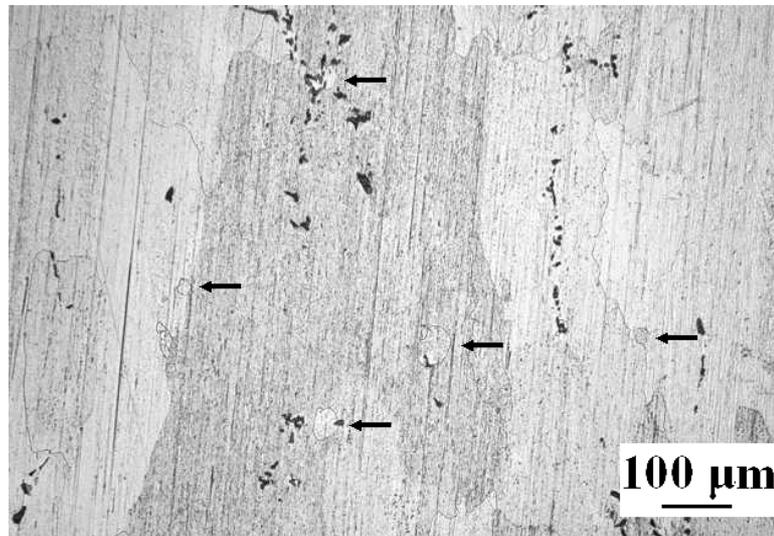


Figure II-2. Grains quasi circulaires de faible diamètre (flèches noires). Vertical : L. Horizontal : T.

II.1.3.3 Précipitation de l'alliage 2024 à l'état T351

Trois types de précipitation sont présents dans l'alliage 2024 pour la teneur T3 (alliage sans revenu) : les intermétalliques d'une taille moyenne de 1 à $10\ \mu\text{m}$, les dispersoïdes qui mesurent de quelques dizaines à quelques centaines de nm et enfin les Zones de Guinier-Preston-Bagaryatskii GPB, d'environ 10 nm [2].

II.1.3.3.1 Précipités intermétalliques

Les précipités intermétalliques proviennent généralement d'impuretés présentes dans le matériau, comme le fer Fe ou le silicium Si. Ils se forment lors de la coulée et sont peu modifiés par les autres traitements. Lors du laminage ces précipités sont cassés et éparpillés suivant la direction de laminage (Figure II-3).

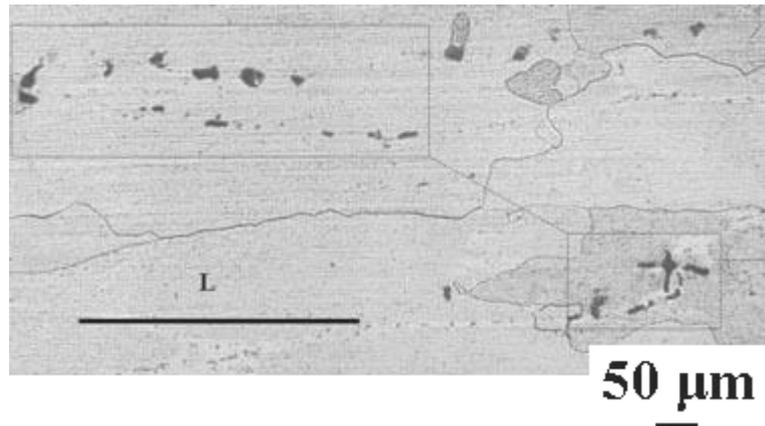


Figure II-3. Précipités grossiers observés au microscope optique (cadres).

II.1.3.3.2 Dispersoïdes

De phase binaire ou ternaire, ils sont dus à certains éléments d'addition permettant de contrôler la recristallisation (ex. Chrome, Zirconium, Manganèse, Titane) [2]. Leur taille varie de 10 à 500 nm [3]. Ils se forment lors de la coulée ou lors de l'homogénéisation et, comme pour les précipités intermétalliques, sont peu modifiés par les traitements ultérieurs et alignés dans la direction de laminage. $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$, Al_3Zr et $\text{Al}_{18}\text{Cr}_2\text{Mg}_3$ sont des exemples de dispersoïdes rencontrés dans les aluminiums de la série 2000. Ces dispersoïdes sont pour la plupart incohérents avec la matrice. La Figure II-4 montre des exemples de dispersoïdes observés au MET (formes noires).

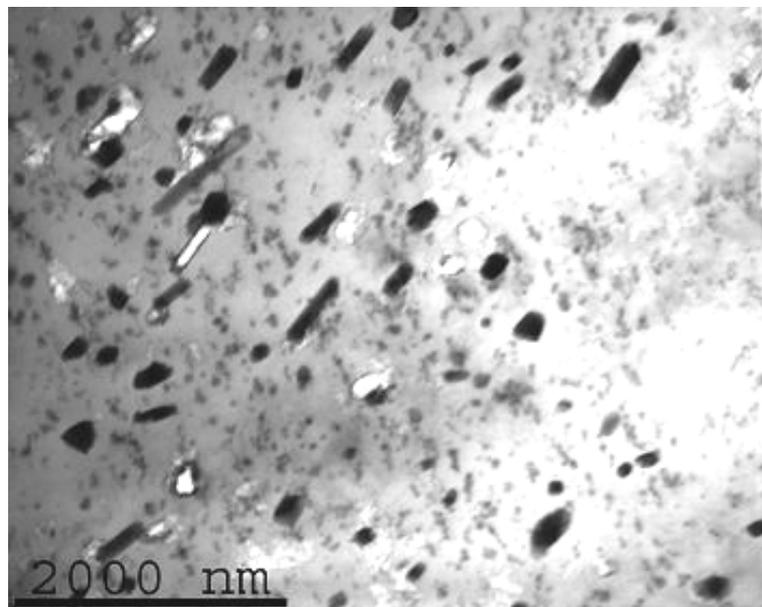


Figure II-4. Dispersoïdes observés au MET dans l'alliage 2024-T351.

II.1.3.3.3 Précipitation durcissante

Pour l'état sous revenu la précipitation durcissante est sous la forme de zones de Guinier-Preston-Bagaryatskii appelées zones GPB et cohérentes avec la matrice. Ces zones sont des amas

d'atomes de cuivre et de magnésium sous la forme de disques parallèles aux plans {100} de la maille de la matrice d'aluminium, de diamètre compris entre 2 et 5 nm pour une longueur d'environ 10 nm. Comme ces zones sont cohérentes avec la matrice elles sont difficilement visibles au MET [2, 4].

II.1.4 Propriétés mécaniques du 2024-T351

Les propriétés mécaniques de l'alliage 2024-T351 sont récapitulées dans le Tableau II-2.

	2024-T351	2024-T851
Densité ρ	2.77	2.77
Module d'Young E (MPa)	73000	72400
Coefficient de Poisson ν	0.33	0.33
Limite élastique Rp0.2% (MPa)	S : 270 T : 300 L : 325	448
Limite à rupture Rm (MPa)	S : 380 T : 428 L : 430	483
Allongement A (%)	S : 4 T : 9 L : 12	7
Ténacité KIC (MPa \sqrt{m})	S-L : 26 T-L : 32 L-T : 34	18 22 26

Tableau II-2. Propriétés physiques et mécaniques du 2024-T351 (T351 : valeurs minimales données par Corus et EADS IW, T851 : [5, 6]).

L'anisotropie des propriétés peut être attribuée à la forte texture morphologique des grains.

Afin d'étudier l'influence de la microstructure, certaines éprouvettes ont subi un traitement thermique de 12 et 16h à 190°C. Ce revenu permet de modifier la microstructure aux grains et joints de grains. Un traitement thermique de 12 à 16h correspond à l'état T8 [6, 7]. Les propriétés mécaniques du 2024-T851 sont données dans le Tableau II-2. On peut noter une augmentation des limites élastique et à rupture et une nette diminution de la ténacité.

Des essais de dureté ont été effectués au laboratoire sur un échantillon de T351 puis sur le même échantillon vieilli 12h à 190°C (T851). La dureté Vickers pour l'état T351 est de 137. Elle monte à 156 après le revenu. Ces résultats confirment une augmentation de la dureté du matériau due au vieillissement, donc une diminution de la ténacité et une augmentation des limites élastique et à rupture.

II.2 Protocole expérimental

II.2.1 Introduction

Cette partie résume l'ensemble des méthodes et dispositifs expérimentaux utilisés pour cette étude. Ces méthodes et dispositifs ont été établis à l'aide des normes ASTM E647-00, G1-03, G44-99, G47-98, AFNOR A 05-301 et A 05-501-1 [8-13].

II.2.2 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes sont de type Compact Tension $W=40$ mm et d'épaisseur $B=10$ mm, conformes à la norme ASTM E647 [8] (Figure II-5). La plupart des éprouvettes ont été prélevées dans le sens S-L (chargement mécanique suivant le sens travers court S, propagation de la fissure suivant la direction de laminage L). Quelques essais ont été réalisés dans le sens L-T (chargement mécanique suivant la direction de laminage L et propagation de la fissure suivant le sens travers long T). Les éprouvettes sont usinées par électroérosion puis polies aux grains 320, 500, 1000, 2400, 4000 puis 1 micron.

Plusieurs éprouvettes CT40 d'épaisseur 4 mm ont aussi été testées en corrosion sous contrainte, fatigue sous l'air du laboratoire et fatigue en solution saline. Cette épaisseur est relativement faible mais elle reste en accord avec la norme ASTM E647 qui conseille que l'épaisseur B soit comprise entre $W/20$ et $W/4$, donc, pour une CT $W=40$ mm, entre 2 et 10 mm.

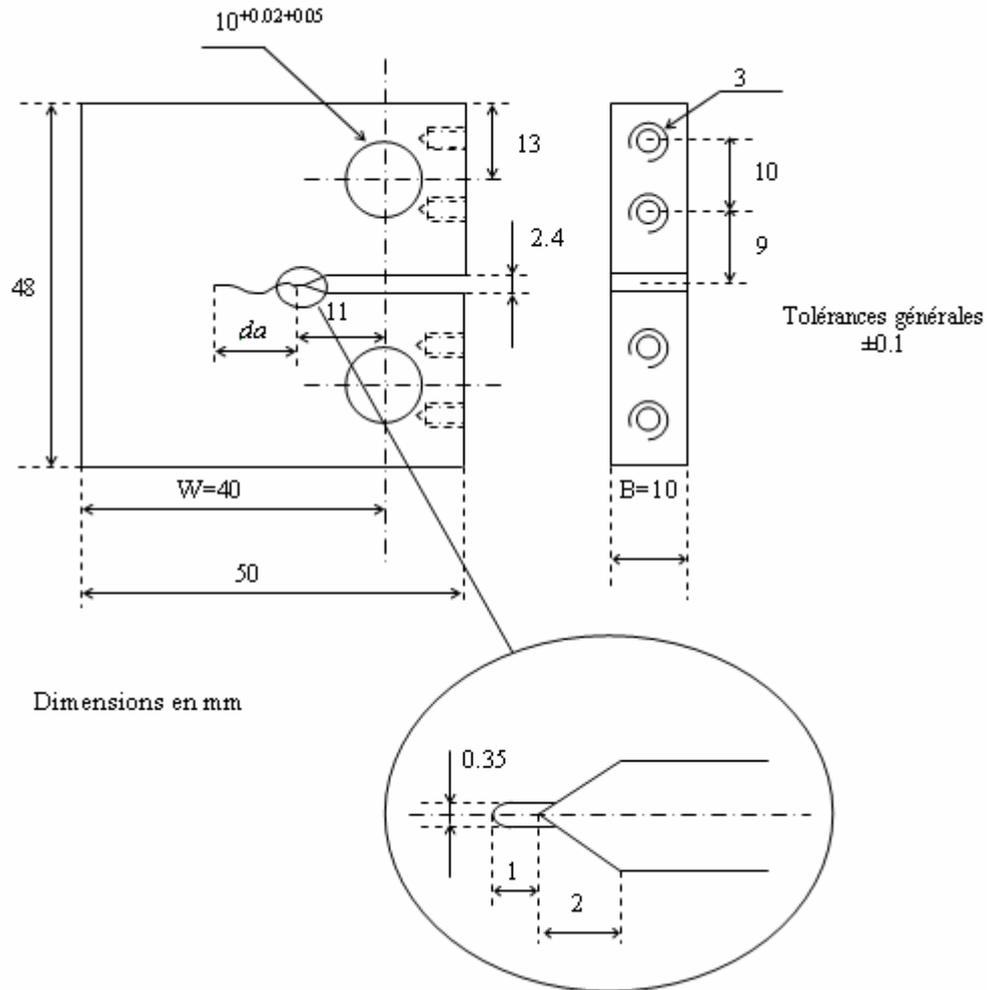


Figure II-5 : Epruvettes Compact Tension utilisées pour l'ensemble des essais de l'étude. W=40 mm. B=10 mm.

II.2.3 Suivi de la longueur de fissure et de la fermeture de fissure

Trois méthodes expérimentales sont utilisées pour déterminer la longueur de fissure durant l'essai : mesure optique à la surface de l'éprouvette, mesure par différence de potentiel, et mesure par complaisance. La fermeture de fissure est déterminée en mesurant la complaisance de l'éprouvette sur un cycle de chargement.

II.2.3.1 Mesure optique

Le suivi optique est effectué à l'aide d'une lunette binoculaire fixée sur une vis micrométrique. La précision de cette vis est d'environ ± 0.01 mm. Pour la plupart des essais la longueur de fissure n'est mesurée que sur une face de l'éprouvette. Cependant, pour l'étalonnage de l'extensomètre et de la mesure par différence de potentiel, la fissure est lue de chaque côté de l'éprouvette. En fin d'essai la longueur de fissure est mesurée sur les bords de l'éprouvette à l'aide d'un microscope optique muni

d'une vis micrométrique, et au cœur sur les surfaces de rupture, pour déterminer une longueur de fissure moyenne. La longueur de fissure est alors corrigée si nécessaire.

II.2.3.2 Différence de potentiel

Pour la mesure de longueur de fissure par différence de potentiel, on fait passer dans l'éprouvette un courant électrique à intensité imposée. Les lignes de courant qui traversent l'éprouvette engendrent un potentiel électrique car l'éprouvette agit comme une résistance. Lorsque la fissure se propage, elle coupe ces lignes de courant et fait varier la résistance électrique de l'éprouvette, ce qui fait varier le potentiel. On peut alors corréliser la longueur de fissure en fonction de la variation de potentiel mesurée. En pratique on établit un polynôme reliant la longueur de fissure normalisée a/w en fonction de V/V_0 . Ceci permet de s'affranchir des paramètres matériaux (type de matériau...), ou encore de la température. La méthode d'étalonnage utilisée est la suivante :

- 1/ Mesure optique de la longueur de fissure initiale (après usinage)
- 2/ Mesure du potentiel initial V pour $da=0$
- 3/ Propagation de la fissure par fatigue (essai de fatigue sous air à $R=0.1$ 10 Hz)
- 4/ Lecture, pour chaque avancée, de la longueur de fissure par suivi optique et du potentiel V
- 5/ Détermination de V_0 en prenant $V=V_0$ pour $a/w=0.278$
- 6/ Corrélation de a/w en fonction du rapport V/V_0 par un polynôme.

Le polynôme obtenu est le suivant :

$$\frac{a}{w} = 22.018 - 75.145 * \frac{V}{V_0} + 94.715 * \frac{V^2}{V_0^2} - 51.842 * \frac{V^3}{V_0^3} + 10.535 * \frac{V^4}{V_0^4}$$

Équation 1. Longueur de fissure normalisée a/w en fonction de V/V_0 .

Une fois ce polynôme établi, pour chaque éprouvette on mesure V au début de l'essai pour une valeur de a/w mesurée visuellement. Cette valeur de a/w est la valeur de l'éprouvette non fissurée ou la valeur de a/w après pré-fissure. On détermine alors un nouveau V_0 pour que le rapport V/V_0 donné par le polynôme soit égal au rapport a/w lu par mesure optique.

Le branchement des fils de potentiel sur une éprouvette est présenté en Figure II-6. Les fils branchés près des bords de l'éprouvette font passer l'intensité imposée et les fils connectés au centre de l'éprouvette mesurent le potentiel généré par le passage du courant. Des bagues en céramique, matériau isolant, sont placées entre l'éprouvette et les goupilles (Figure II-7).

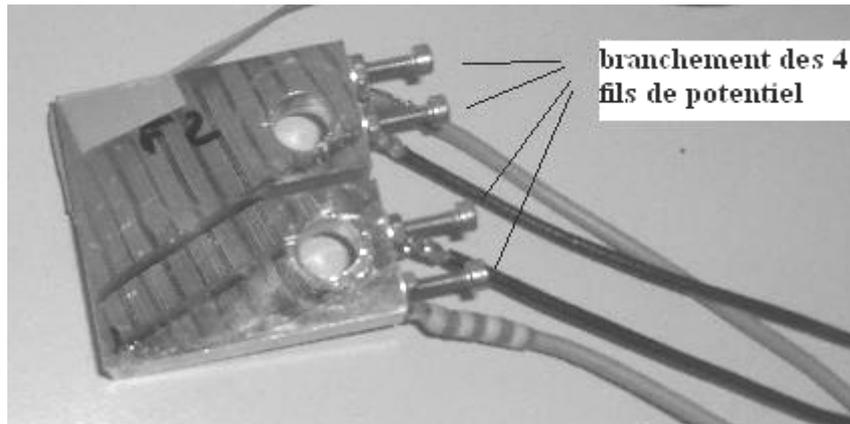


Figure II-6. Branchement des fils électriques pour mesure de longueur de fissure par différence de potentiel.

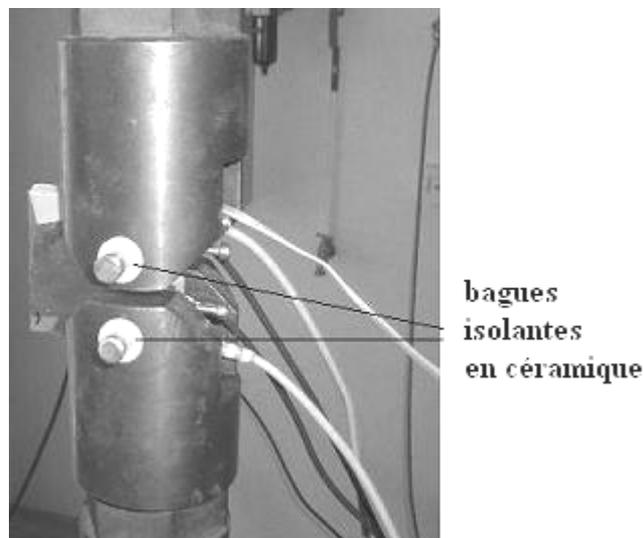


Figure II-7. Mise en place de l'éprouvette avec suivi de potentiel dans les mors de la machine de fatigue.

II.2.3.3 Variation de la complaisance

La mesure de fissure par complaisance est effectuée à l'aide d'un extensomètre placé en face avant de l'éprouvette. La complaisance α , pente de la droite reliant la charge P appliquée à l'ouverture de fissure induite δ , dépend de la longueur de fissure. En connaissant la charge P , et en mesurant l'ouverture de fissure δ , on peut donc déterminer la longueur de fissure normalisée a/w . L'étalonnage consiste à mesurer, pour une longueur donnée, la longueur de fissure da de façon optique et tracer la droite δ en fonction de P . On peut alors établir un polynôme entre a/w et δ/P .

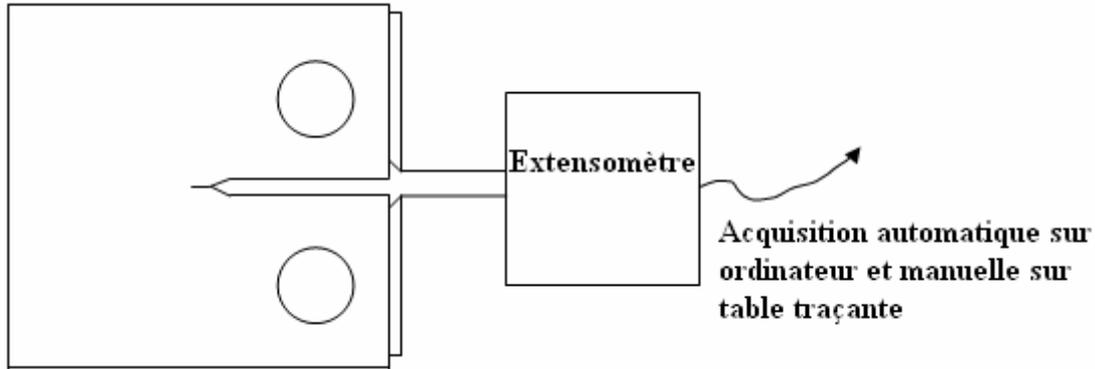


Figure II-8. Mesure de longueur de fissure par complaisance.

Le polynôme obtenu est le suivant :

$$a/w = 15847.Ux^5 - 11786.Ux^4 + 3412.Ux^3 - 482.33.Ux^2 + 30.33.Ux + 0.0675$$

Équation 2. Longueur de fissure normalisée a/w en fonction du déplacement mesuré par l'extensomètre et de la charge P imposée

$$\text{Avec } Ux = \left(\frac{E.\delta.B}{P} + 1 \right)^{-1}, \text{ B épaisseur de l'éprouvette, E module d'Young.}$$

II.2.3.4 Comparaison des méthodes de mesure de longueur de fissure

Trois éprouvettes ont été testées avec les mêmes conditions expérimentales, chacune par une méthode de mesure différente (Figure II-9). On observe une bonne homogénéité des 3 méthodes de mesure.

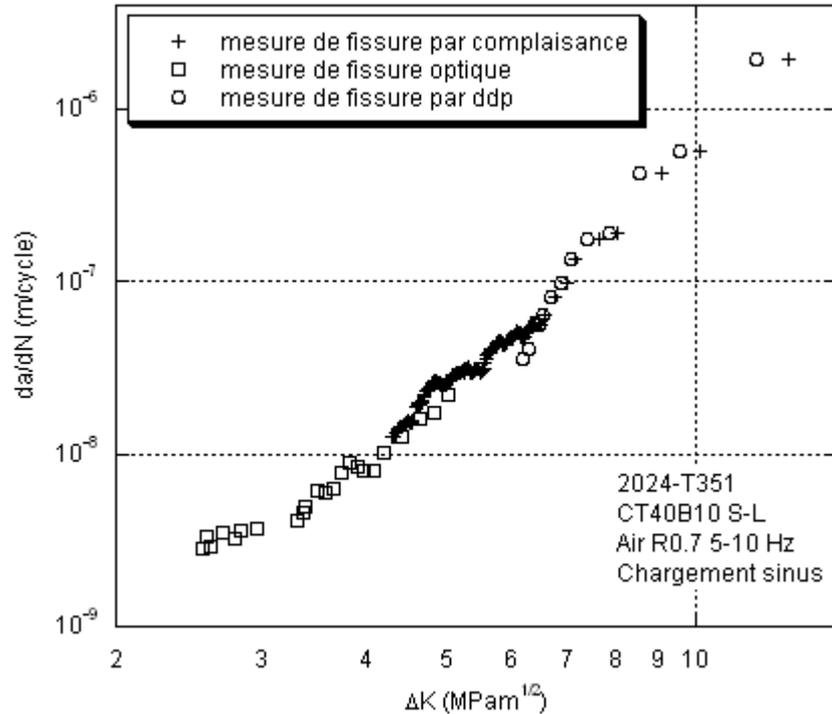


Figure II-9. Comparaison des 3 méthodes de mesure de fissure dans les mêmes conditions d'essai (1 éprouvette différente par méthode de mesure).

II.2.3.5 Fermeture de fissure

La mesure de fermeture de fissure s'effectue à l'aide d'un capteur capacitif pour les essais sous vide et d'un capteur d'ouverture de fissure (extensomètre) pour les essais sous air.

Le principe de la mesure est le même pour les deux types de capteur. On trace l'ouverture δ de la fissure en fonction de la charge P appliquée. La pente de cette droite est la complaisance α , fonction uniquement de la longueur de fissure. Quand la fissure est entièrement ouverte, δ varie linéairement avec P . Lorsque la fissure se referme partiellement, une variation de complaisance apparaît. Un système électronique permet de retirer la partie linéaire de l'ouverture δ et d'amplifier la partie non linéaire δ' . On obtient alors $\delta' = \delta - \alpha \cdot P$, avec δ' partie non linéaire de l'ouverture et α complaisance de l'éprouvette. δ' est nulle lorsque la fissure est ouverte mais non nulle lorsque la fissure est encore fermée. Un coude net apparaît donc sur la droite P - δ' . Grâce à ce coude on détermine U , facteur

d'Elber, défini par $U = \frac{\Delta P_{ow}}{\Delta P}$. U permet finalement de calculer la facteur d'intensité de contraintes

efficace ΔK_{eff} , par la formule $\Delta K_{eff} = U \cdot \Delta K$.

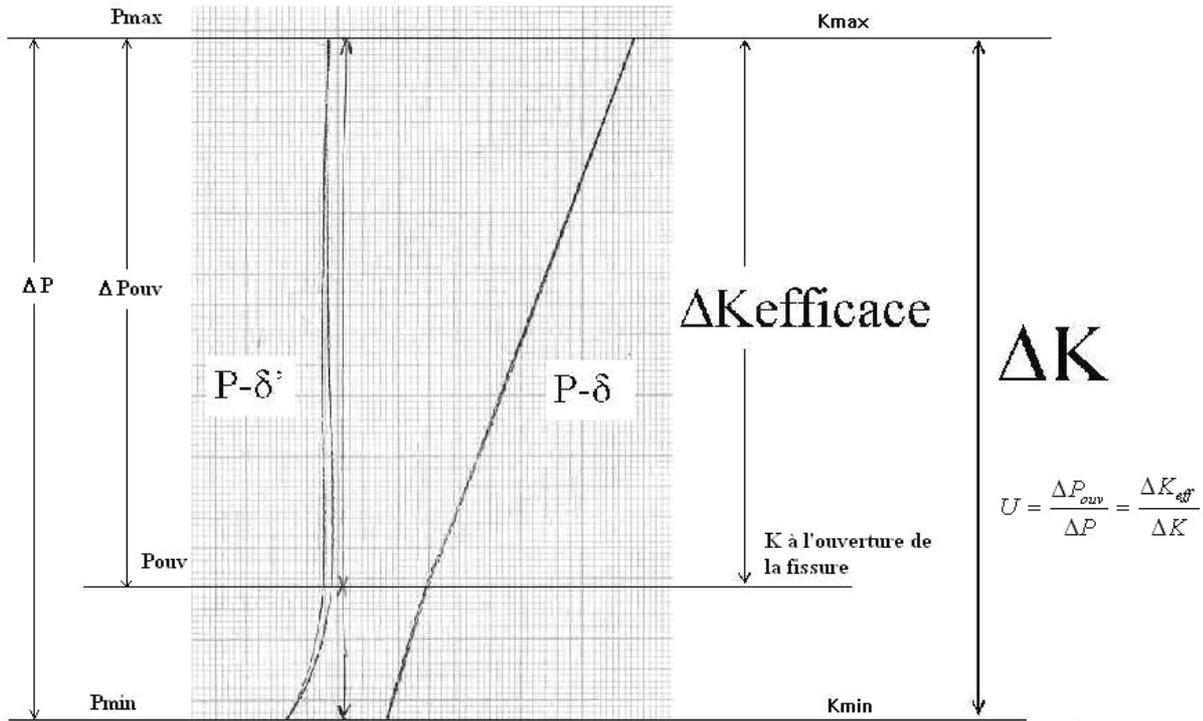


Figure II-10. Mesure de fermeture de fissure et détermination graphique du rapport U.

II.2.4 Environnements étudiés

La résistance à la propagation de fissures a été étudiée dans cinq milieux : l’ultravide, l’air, l’eau distillée, l’eau distillée avec ajout de 3.5% en masse de NaCl (chlorure de sodium pur à 99.9%), et l’immersion émerison. Les principales caractéristiques des environnements sont données dans le Tableau II-3.

Ultravide
Température : 20 à 25°C. Pression : environ 1.10^{-7} mbar.
Air
Humidité relative 20 à 50%. Température : 20 à 30°C pour les essais de fatigue, et 19 à 22°C pour les essais de corrosion sous contrainte (pièce climatisée)
Eau distillée
Conductivité 1 μ S/cm. Température ambiante (voir température de l’air). pH \approx 7. Débit 0.3 à 0.5 L/min.
Eau distillée + 3.5% NaCl
(appelé immersion permanente en corrosion sous contrainte et 3.5%NaCl en fatigue corrosion) Salinité 3.5% en masse. Température ambiante (voir température de l’air). pH \approx 7. Débit 0.3 à 0.5 L/min. Oxygène dissout 5.5 à 9 mg/L.
Immersion émerison
Alternances d’expositions à l’air ambiant et à la solution saline 3.5% NaCl (immersion 1 min 3 fois par jour matin, midi et soir, 1 fois par jour le week-end)

Tableau II-3. Caractéristiques des 5 environnements étudiés.

Trois des ces milieux ont été considérés en corrosion sous contrainte : l'air, l'eau avec 3.5% NaCl (immersion permanente), et l'immersion émergence. Un milieu supplémentaire a été employé en corrosion sous contrainte lors d'un seul essai : des cycles de type immersion 10 minutes en solution saline à 3.5% NaCl puis émergence sous air pendant 50 minutes.

Pour les longs essais de fatigue corrosion et corrosion sous contrainte, la salinité est mesurée et ajustée tous les deux à trois jours. Le pH a été suivi sur un essai de corrosion sous contrainte en immersion permanente dans une solution à 3.5% NaCl pendant environ 1 semaine et n'a pas montré de variations importantes. La teneur en oxygène dissout a été mesurée lors d'un essai de corrosion en immersion permanente dans une solution à 3.5% NaCl. Ces grandeurs n'ont ensuite plus été mesurées sur le reste des essais de fatigue corrosion et corrosion sous contrainte.

Remarque : la solution saline est changée toutes les semaines et le volume minimal de solution recommandé est respecté (voir suite du rapport), donc la norme ASTM G44-99 confirme qu'il n'est pas nécessaire d'ajuster le pH [10].

II.2.5 Essais de fissuration en fatigue

II.2.5.1 Introduction

Tous les essais de fissuration de cette étude sont à amplitude de chargement ΔP constante et ont été réalisés en suivant les indications de la norme ASTM E647-00 [8]. Ceci implique une amplitude du facteur d'intensité de contraintes ΔK croissante pendant l'essai.

La plupart des essais sont arrêtés avant la rupture de l'éprouvette pour observer les chemins de fissuration en surface et corriger la longueur totale de fissure si nécessaire. Les éprouvettes sont ensuite rompues sous chargement monotone pour l'analyse des surfaces de rupture.

II.2.5.2 Signaux de chargement considérés

Différents signaux de chargement ont été appliqués lors des essais de fatigue. Le signal par défaut est le signal sinusoïdal. Les signaux de la Figure II-11b-c sont des dents de scie. Ils permettent de garder une durée de cycle constante tout en faisant varier le temps de mise en chargement. La fréquence est alors constante, $f=1/TI$ avec TI : temps d'immersion. Les signaux d-e sont des signaux triangles auxquels on a rajouté des temps de maintien à la charge minimale P_{min} ou à la charge maximale P_{max} . Enfin, un signal de chargement à amplitude variable a été considéré. La charge maximale reste la même pour chaque cycle et la charge minimale varie pour alterner des cycles à $R=0.1$ et des cycles à $R=0.7$.

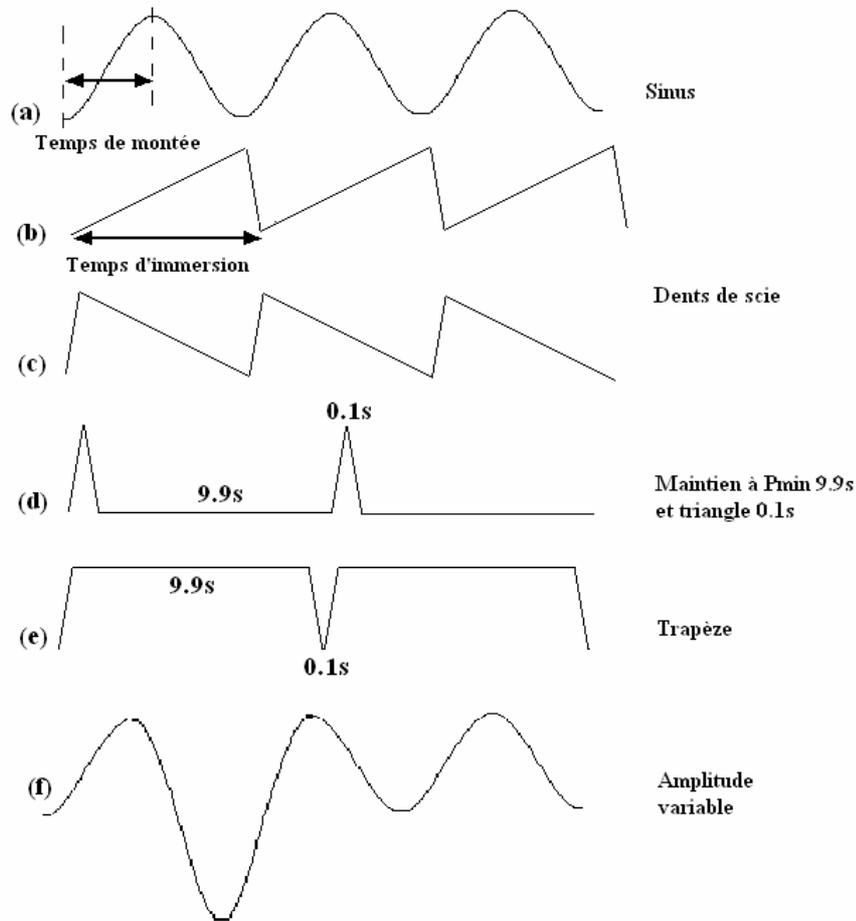


Figure II-11. Signaux considérés pour la campagne de fatigue.

II.2.5.3 Fatigue sous vide

Les essais sous ultravide sont conduits sur une machine INSTRON 1271. La longueur de fissure est mesurée par différence de potentiel avec acquisition automatique. La fermeture de fissure est déterminée à l'aide d'un capteur capacitif CAPACITEC modèle HPC 75-22859.

Une préfissure est effectuée sous air, jusqu'à obtenir une avancée d'environ 0.6 mm, avec un signal sinusoïdal à 10 Hz, et un K_{\max} en fin de préfissure inférieur au K_{\max} au début de l'essai sous vide.



Figure II-12. Machine de fatigue sous vide INSTRON 1271.

II.2.5.4 Fatigue sous air

Les essais de fatigue sous air sont réalisés sur une machine servohydraulique INSTRON 1341 d'une capacité de 10 kN en traction/compression (Figure II-13). La longueur de fissure est mesurée par méthode optique, différence de potentiel et/ou complaisance. La préfissure est effectuée dans les conditions exactes de l'essai.



Figure II-13. Machine de fatigue sous air INSTRON 1341.

II.2.5.5 Fatigue corrosion

II.2.5.5.1 Enceinte de corrosion

Il existe deux principaux types de montage pour réaliser des essais de fatigue corrosion [14]. Le premier consiste à fixer deux pièces en plexiglas le long du chemin de fissuration de l'éprouvette, en gardant le reste de l'éprouvette sous air (Figure II-14). L'avantage principal de ce montage est que la mesure de la longueur et fermeture de fissure en face avant (extensomètre, capteur capacitif, différence de potentiel...etc.) reste possible et aucun dispositif de protection des capteurs vis-à-vis de l'eau n'est nécessaire. De plus, les mors ne sont pas immergés donc il est possible de garder des mors classiques en acier. Cependant, ce montage perd facilement son étanchéité, l'accès de l'eau par l'avant de la fissure n'est pas favorisé, le suivi optique de la fissure est difficile à réaliser, la solution au voisinage de l'éprouvette n'est pas en contact avec l'air et peut perdre sa teneur en oxygène, et il n'est pas possible de placer des capteurs près de l'éprouvette ou même dans l'éprouvette (sondes pH, salinité....etc.).

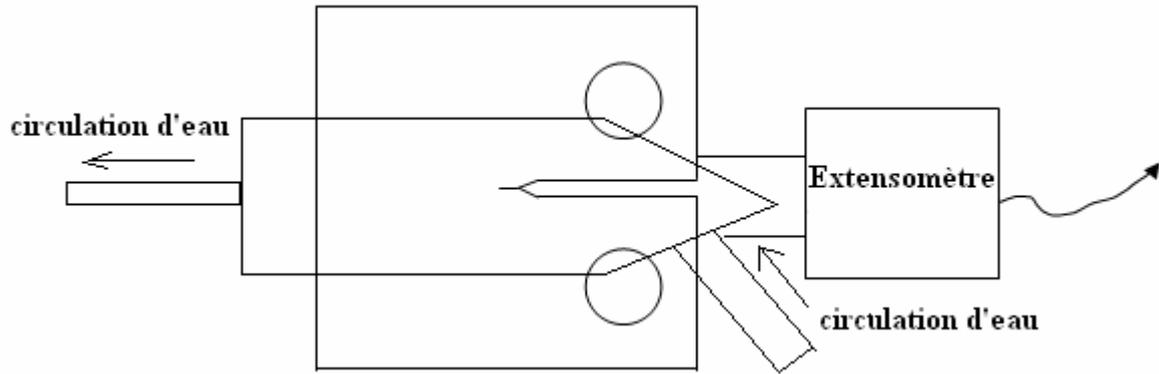


Figure II-14. Premier type de montage couramment utilisé dans la littérature pour les essais de fatigue corrosion [14, 15].

Le deuxième type de montage consiste à immerger totalement l'éprouvette [14, 16-18]. La mesure de la longueur de fissure est fortement compliquée car elle nécessite un système de mesure résistant à l'eau. De plus, les mors et les goupilles sont immergés, par conséquent des mors « classiques » en acier ne peuvent pas être utilisés car ils pourraient interagir de façon électrochimique avec l'éprouvette (notion de corrosion galvanique), et il faut également vernir les goupilles. Par contre, l'accès à la solution en pointe de fissure, l'ajout de capteurs près de l'éprouvette, l'oxygénation et le remplacement de l'eau ainsi que l'observation visuelle de la fissure sont aisément réalisables.

Pour garder possible l'examen visuel de la fissure et l'utilisation éventuelle de capteurs dans ou autour de l'éprouvette, mais surtout pour assurer de manière optimale l'accès de la solution en pointe de fissure et l'oxygénation de l'eau, le deuxième type de montage a été préféré, à savoir fabriquer un bac pour immerger totalement l'éprouvette. De plus, ce montage est le plus efficace pour réaliser des cycles d'immersion émersion car la vidange du bac est simple à contrôler. L'enceinte conçue, fabriquée au laboratoire et assemblée sur la machine de fatigue utilisée pour les essais sous air est présentée en Figure II-15. Toutes les pièces (pompes, tuyaux, robinets, cellule de corrosion, mors, visserie...etc.) sont en matière non métallique pour éviter tout phénomène de pile électrochimique avec l'éprouvette. Les goupilles en acier inoxydable sont vernies. Le potentiel de corrosion a été mesuré et ne varie pas en présence des goupilles en acier inoxydable vernies donc elles n'interagissent pas avec l'éprouvette. Une description détaillée de l'enceinte est donnée en annexe 1.

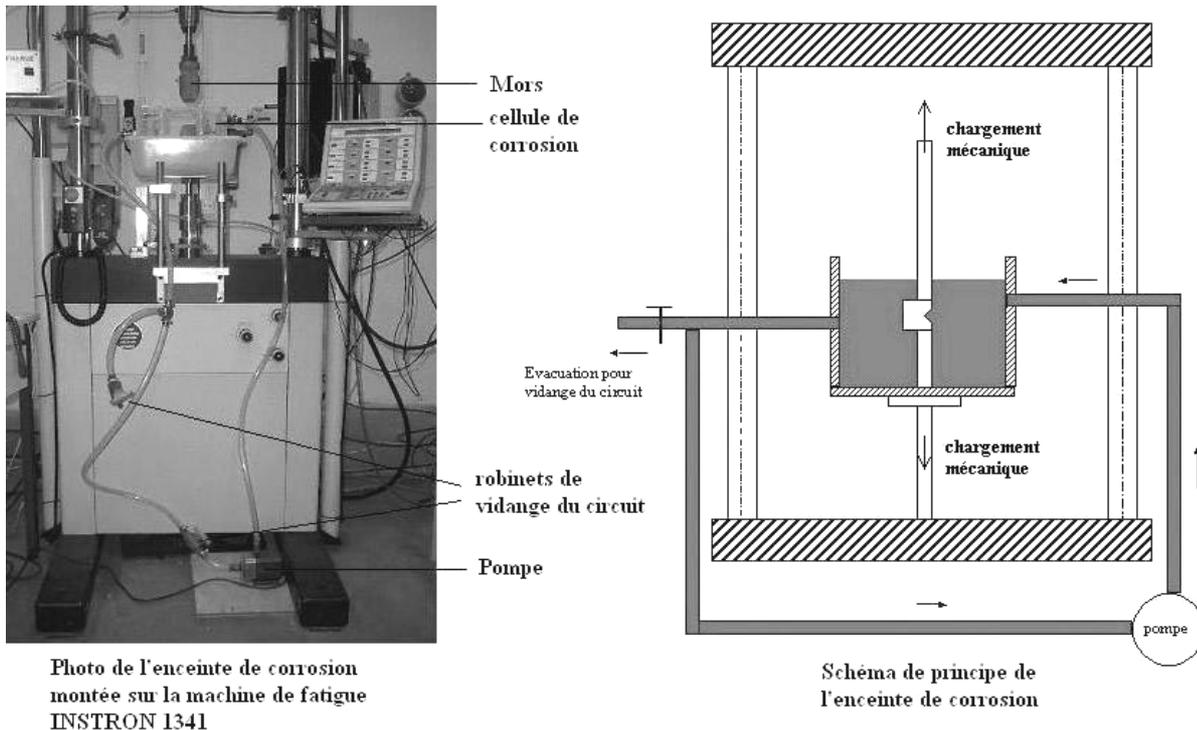


Figure II-15. Photo et schéma de principe de l'enceinte de fatigue corrosion.

II.2.5.5.2 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes sont immergées en solution saline à 3,5% NaCl pendant 24h avant l'essai de fatigue corrosion, conformément à ce que conseille la norme ASTM E647 [8].

La préfiissure est commencée sous air, à une fréquence de 10 Hz, sous chargement sinusoïdal, jusqu'à une avancée de fissure de au moins 0,5 mm. L'amplitude et le rapport de chargement ne sont pas toujours ceux de l'essai mais après cette avancée, le facteur d'intensité de contrainte maximal K_{max} est toujours inférieur au K_{max} obtenu lorsque l'on passe dans les conditions de l'essai. La préfiissure est ensuite terminée dans les conditions exactes de l'essai pour environ 1 mm. C'est ce que la norme ASTM E647 préconise pour les préfiissures de fatigue corrosion [8]. D'après la norme, ce premier millimètre de fissure parcouru peut être le lieu d'effets transitoires entre la préfiissure sous air et la fissuration dans l'eau. Des effets transitoires (type « fissures courtes ») ont effectivement parfois été observés lors de la fissuration de ce premier millimètre.

II.2.5.5.3 Mesure de la longueur et de la fermeture de fissure

Pour l'ensemble des essais de fatigue corrosion présentés ici, la longueur de fissure est déterminée par mesure optique, à l'aide d'une lunette binoculaire, sur une face de l'éprouvette vernie avant l'essai. Le vernis utilisé est un spray silicone haute dureté. Il montre une grande résistance à la solution saline et se dissout facilement dans l'acide nitrique, ce qui permet à la fin de l'essai de le retirer totalement par immersion de l'éprouvette dans une solution d'acide nitrique. La fermeture de fissure n'a pas été mesurée lors des essais de fatigue corrosion.

II.2.5.5.4 Mesure de potentiel électrochimique

Pour plusieurs essais de fatigue en solution saline le potentiel de l'éprouvette a été mesuré à l'aide d'une électrode au calomel saturé KCl 4.2 mol/L. Son potentiel par rapport à l'électrode à hydrogène, à 25°C, est de 0.241 V [19]. Le dispositif expérimental est présenté en Figure II-16.

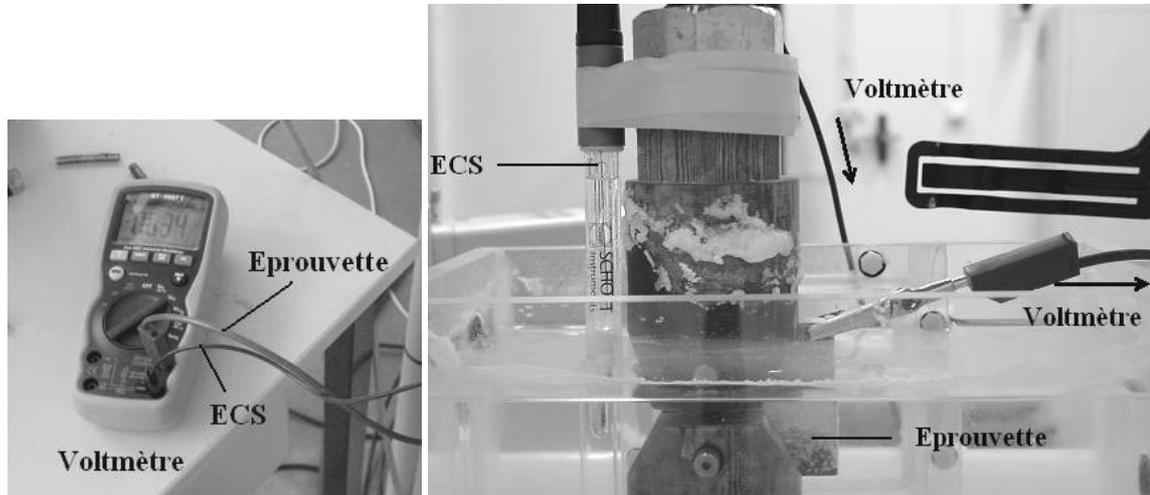


Figure II-16. Mesure du potentiel de l'éprouvette par rapport à une électrode au calomel saturé (ECS).

II.2.5.6 Campagne d'essais de fatigue et fatigue corrosion

Les essais de fatigue sont résumés dans le Tableau II-4.

Milieu	Fréquence	Rapport de charge	Signaux de chargement
Vide	15 Hz	R=0.1-0.7	Sinus
Air	5-10 Hz	R=0.1-0.7	Sinus
Eau distillée	5 Hz	R=0.7	Chargement sinus à amplitude variable
Eau distillée +3.5% NaCl	0.05 à 10 Hz	R=0.1-0.5-0.7-0.8	Sinus
			Sinus
			Dents de scie positives
			Dents de scie négatives
			Trapèze
			Maintien à Pmin 9.9s + triangle 0.1s
			Chargement sinus à amplitude variable
Immersion éersion	0.1 Hz	R=0.7	Sinus
			Trapèze

Tableau II-4. Résumé de la campagne d'essais de fatigue

II.2.6 Essais de fissuration en corrosion sous contrainte

II.2.6.1 Enceinte de corrosion sous contrainte

Une enceinte de corrosion avec cycles d'immersion éersion a été conçue spécialement pour les essais de corrosion sous contrainte et assemblée sur un banc de fluage fonctionnant à effort imposé (Figure II-17). Les mors et la cellule de corrosion sont identiques à ceux de l'enceinte de fatigue

corrosion. Les goupilles sont vernies, comme en fatigue corrosion. Une description plus détaillée de l'enceinte est donnée en annexe 1.

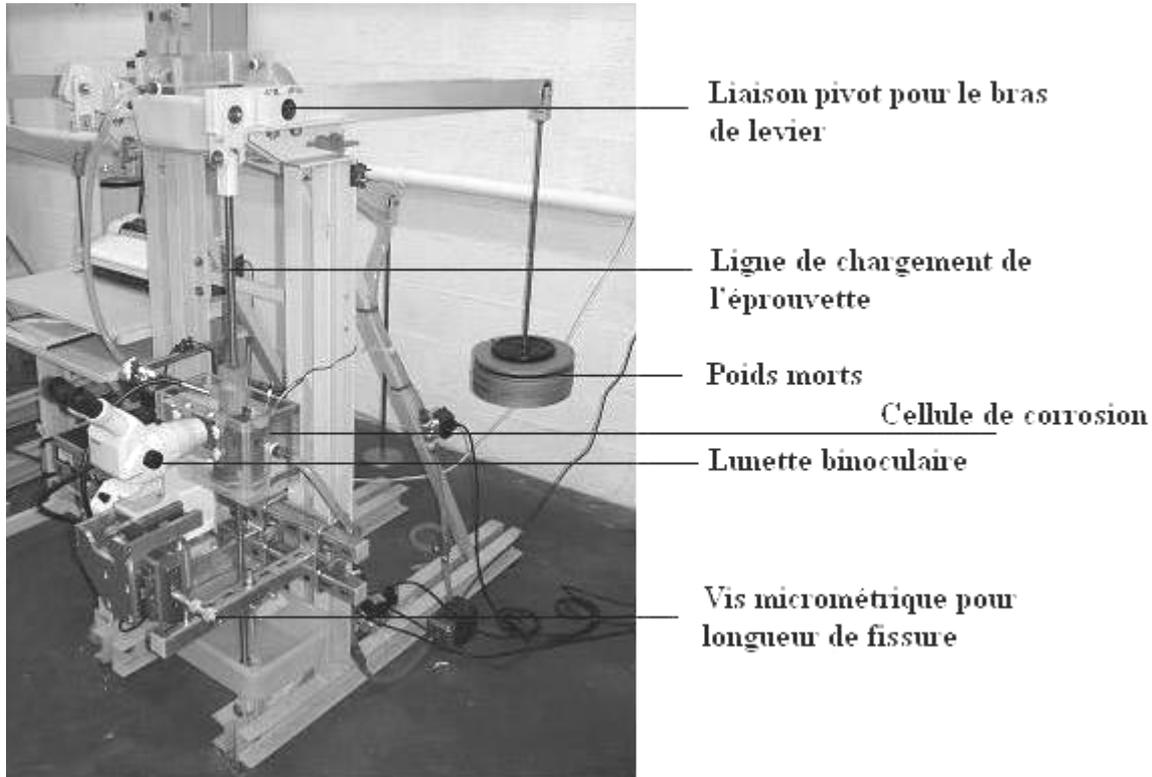


Figure II-17. Enceinte de corrosion installée sur un banc de fluage à effort imposé.

La machine a au préalable été étalonnée, à l'aide d'un anneau dynamométrique, pour connaître exactement l'effort sur l'éprouvette en fonction de la masse suspendue au bout du bras de levier. La relation est la suivante : $F = 99.775.m + 558.56 - P_l$, avec m : masse suspendue au bout du bras de levier en kg, F : force exercée sur l'éprouvette en N, P_l : poids de la partie supérieure de la ligne d'amarrage en N.

Les essais sont réalisés à effort imposé. Ceci implique que K , facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure, augmente lorsque la longueur de fissure augmente. La longueur de fissure est mesurée optiquement, par mesure sur une face vernie de l'éprouvette.

II.2.6.2 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées en corrosion sous contrainte sont du même type que celles de fatigue corrosion (CT40B10) et préparées de la même manière (polissage jusqu'au grain $1 \mu\text{m}$ et immersion en solution saline 24h avant l'essai). Sauf mention contraire, les éprouvettes ne sont pas pré-fissurées.

II.2.6.3 Campagne d'essais pour la corrosion sous contrainte

Le résumé des essais de corrosion sous contrainte est donné en Tableau II-5.

Objectif et remarques	Préfiissure	Environnement	Kinitial (MPa√m)
Influence de l'environnement après différentes préfiissures (trans-intergranulaires) ou sans préfiissure 4 éprouvettes testées en i/e sans préfiissure 10 min 3.5% NaCl-50 min air : exposition imposée par les normes ASTM	Air 10 Hz R=0.1 Kmax=10.2 MPa√m	50 min air – 10 min 3.5% NaCl	14.5
	Charge statique i/e Kmax=12.5 MPa√m	Air	12.5
	/	i/e	10.8 à 11.1
	Air 15 Hz R=0.1 Kmax=8 MPa√m	Immersion permanente	12.9
	Charge statique i/e Kmax=14.5 MPa√m	Immersion permanente	14.5
	/	Alternances i/e – immersion permanente	10.8
Etude du sens L-T	Air 5 Hz R=0.1 Kmax=7.5 MPa√m	i/e	10.7
	Air 10 Hz R=0.1 Kmax=11.5 MPa√m	i/e	17.5 puis saut à 21.1
Influence d'une préfiissure de fatigue sous air transgranulaire avec Kmax<Kinitial et Kmax>Kinitial	Air 5 Hz R=0.1 Kmax=7.9 MPa√m	i/e	10.8
	Air 10 Hz R=0.7 Kmax=19.2 MPa√m	i/e	10.4
	Air 10 Hz R=0.1 Kmax=23.3 MPa√m	i/e	10.4
Influence de l'épaisseur (CT40 Epaisseur 4 mm)	/	i/e	10.6
Influence d'un traitement thermique 16h à 190°C	/	i/e	11.2 puis saut à 13.9
Influence d'un traitement thermique 12h à 190°C	/	i/e	11.0
Influence du chargement : essai à déplacement imposé	NaCl 10 Hz R=0.8 Kmax=20.8 MPa√m	i/e	20.8

Tableau II-5. Résumé des essais de corrosion sous contrainte. I/e : air et immersion 2 minutes 3 fois par jour (1 fois par jour le week-end).

II.2.6.4 Analyse des résultats de corrosion sous contrainte

Les résultats de corrosion sous contrainte seront présentés sous la forme de courbes donnant la longueur de fissure normalisée a/w en fonction de temps, ainsi que les vitesses de fissuration da/dt en fonction du facteur d'intensité de contrainte K . Le temps à rupture ainsi que la vitesse moyenne de fissuration sur tout l'essai seront aussi des données utilisées pour l'analyse des résultats. Comme aucun dispositif de suivi automatique n'est installé sur l'enceinte de corrosion sous contrainte, la rupture est constatée lors de l'inspection périodique de l'éprouvette. L'heure de la rupture est prise comme l'heure moyenne entre la dernière inspection avant rupture et l'heure où la rupture est constatée. Les inspections ne sont pas espacées de plus de 24h donc cette heure est déterminée à $\pm 12h$ de précision dans le pire des cas. Le temps de rupture est finalement la durée entre le début de mise en charge de l'éprouvette et l'heure de la rupture. Pour un essai de 450h, l'incertitude sur l'heure exacte de la rupture représente moins de 3% d'incertitude sur le temps de rupture.

La vitesse moyenne de fissuration est la longueur totale de fissure après rupture de l'éprouvette divisée par le temps de propagation de la fissure. Le temps de propagation de la fissure peut être

assimilé au temps de rupture de l'éprouvette. En effet, ce temps de rupture comprend le temps d'amorçage et de propagation de la fissure mais l'amorçage s'est avéré très rapide, moins de 12h environ. L'incertitude sur un essai de 450h est d'environ 3%. Finalement, l'incertitude sur le moment exact de la rupture et le fait d'assimiler le temps de propagation au temps total de l'essai donnent une incertitude totale sur le temps de propagation de moins de 6%, donc autant sur la vitesse moyenne de fissuration.

II.2.7 Nettoyage et analyse post-mortem des éprouvettes

II.2.7.1 Nettoyage des éprouvettes

Pour les éprouvettes testées sous vide et sous air il n'est pas nécessaire de nettoyer les éprouvettes après l'essai.

Pour les éprouvettes de fatigue testées en eau distillée et solution saline ainsi que les éprouvettes de corrosion sous contrainte, la procédure de nettoyage est donnée ci-dessous. Afin d'éviter toute corrosion des surfaces après l'essai, cette procédure est accomplie immédiatement après l'essai et au plus tard le lendemain de l'essai. En effet, lorsque les produits de corrosion ne sont pas retirés immédiatement, ils sèchent et deviennent très difficiles à enlever. La procédure est la suivante :

- 1/ Immersion dans un bain à ultrasons environ 10 min
- 2/ Immersion dans une solution d'acide nitrique (HNO_3 sp. gr 1.42) pendant 1 à 5 min à température ambiante [11]
- 3/ Polissage aux grains 4000 et 1 μm pour enlever les produits de corrosion restants
- 4/ Observations du chemin de fissure au microscope optique
- 5/ Attaque au réactif de Keller de la fissure en surface
- 6/ Observations du chemin de fissure au microscope optique avec l'attaque Keller
- 7/ Lecture de la longueur de fissure da sur les deux faces pour correction
- 8/ Rupture de l'éprouvette par chargement en traction monotone
- 9/ Immersion dans un bain à ultrasons environ 10 min
- 10/ Immersion dans une solution d'acide nitrique (HNO_3 sp. gr 1.42) pendant 1 à 5 min à température ambiante [11]
- 11/ Lecture de la longueur de fissure au cœur et moyenne avec les longueurs en surface pour correction
- 12/ Analyse du surfaces de rupture au microscope optique et électronique à balayage

Remarque : les éprouvettes sont parfois rompues pendant l'essai. Dans de tels cas le chemin de fissuration n'est pas observable et la longueur de fissure sur les deux bords de l'éprouvette est lue directement sur les surfaces de rupture. Tout le reste de la procédure reste inchangé.

II.2.7.2 Observations microscopiques

Les chemins de fissure sont observés au microscope optique, aux grossissements x2 à x50. Pour les essais de fatigue corrosion et corrosion sous contrainte, les chemins sont ceux de la face vernie, afin d'éviter de confondre la fissure avec des défauts de corrosion créés en surface de l'éprouvette. La face non vernie pourra éventuellement être présentée si elle ne montre pas de corrosion en surface trop importante.

Les surfaces de rupture sont observées à la lunette binoculaire et au microscope électronique à balayage MEB (JEOL JSM 6400 et 6100) en électrons secondaires, à des grossissements allant de x10 à x10000, sous un courant de sonde de 20 ou 25 kV. Par défaut les photos sont prises au cœur de l'éprouvette et la direction de propagation macroscopique est de bas en haut.

II.2.7.3 Analyse quantitative des surfaces de rupture

Certains aspects typiques de mécanismes particuliers de fatigue, fatigue corrosion ou corrosion sous contrainte ont été analysés de façon quantitative, afin d'évaluer l'importance relative des mécanismes auxquels ils sont dus. Cette analyse est réalisée grâce au logiciel VISILOG. La Figure II-18 donne les différentes étapes de l'analyse d'une image MEB. Le pourcentage de la surface de rupture totale que représentent les zones noires de la Figure II-18c est ainsi calculé.

Ces analyses quantitatives sont effectuées sur des images à un grossissement relativement faible de x50. Cependant, ce grossissement permet de sonder une surface importante (2.24x1.8mm) tout en restant suffisamment précis et détaillé. En effet, les tailles de grains sont élevées (820x210x90 μm) et un trop fort grossissement ne permettrait pas d'englober suffisamment de grains pour une analyse statistique pertinente. Sur une image à un grossissement de x50, la largeur comprend environ 10.7 grains et la longueur comprend 2.2 grains en moyenne, soit presque 24 grains par image.

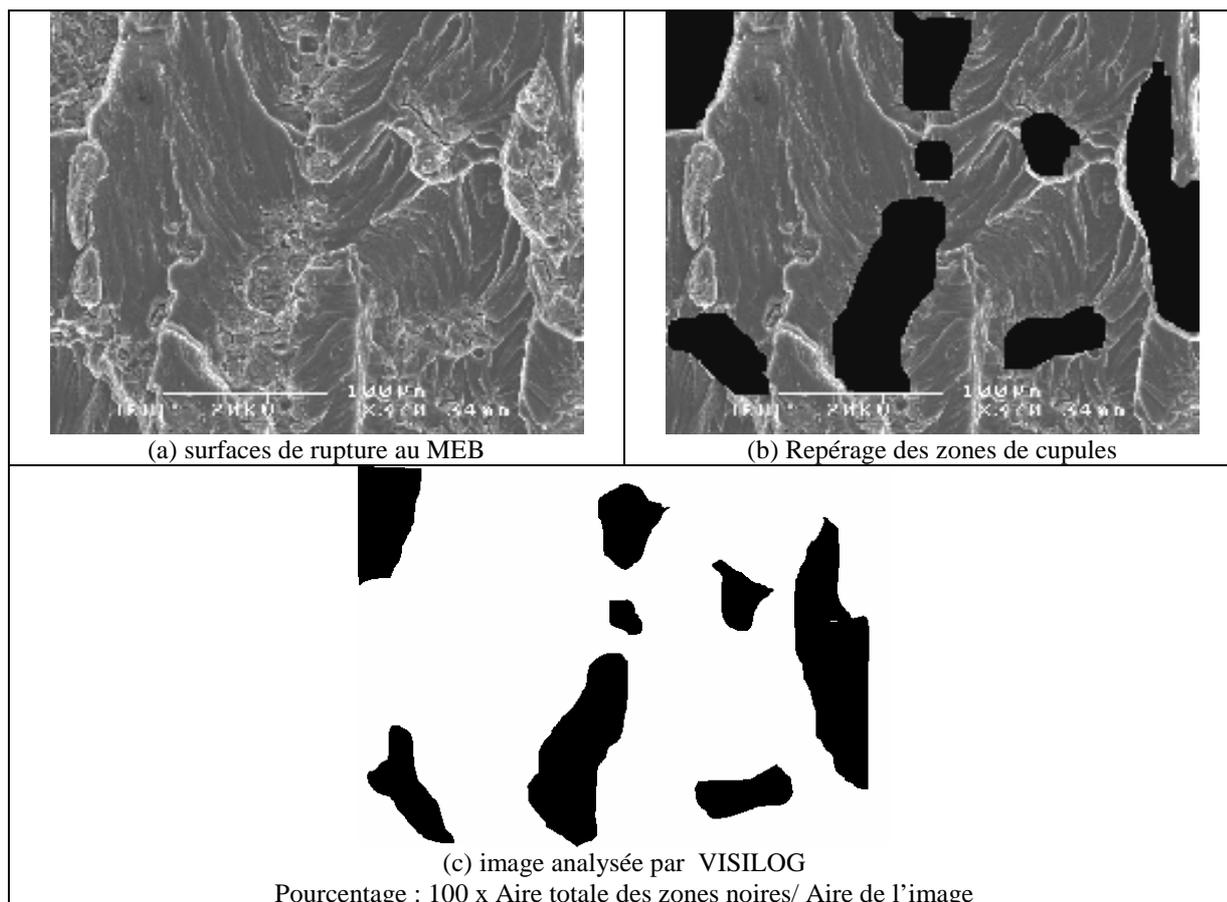
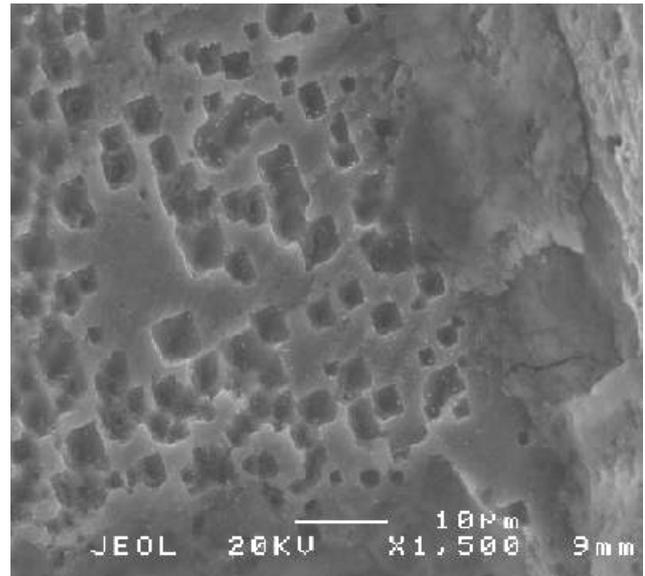
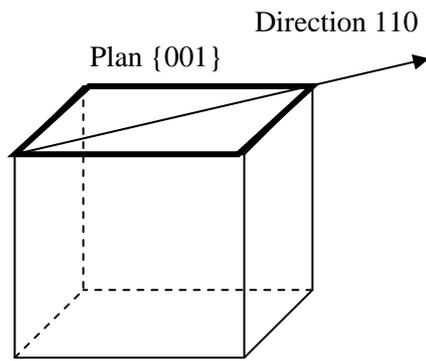


Figure II-18. Analyse des surfaces à l'aide du logiciel VISILOG.

II.2.7.4 Identification des plans de rupture par la méthode des piqûres

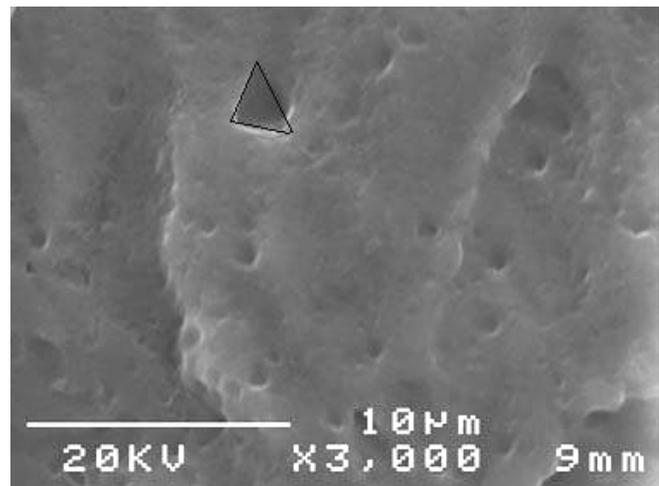
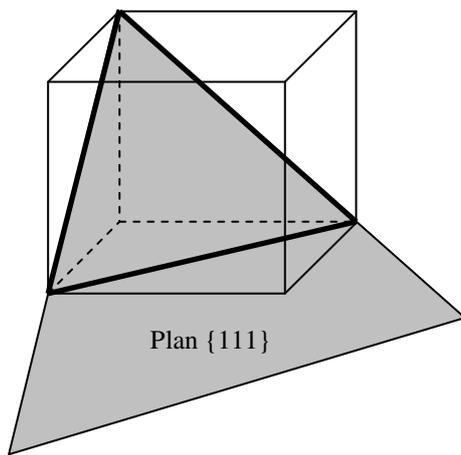
Une solution aqueuse reprenant les mêmes composants chimiques que le réactif de Keller mais dans des concentrations plus importantes est appliquée pendant quelques secondes sur les surfaces de rupture afin de révéler la nature cristallographique des plans de rupture. Cette solution chimique est constituée de 50% d'eau H_2O , 50% d'acide nitrique HNO_3 , 32% d'acide chlorhydrique HCl et 2% d'acide fluorhydrique HF [20]. Elle corrode les surfaces et fait apparaître des piqûres dont la forme nous renseigne sur la nature cristallographique du plan de rupture (Figure II-19 et Figure II-20) [2].



(a)

(b)

Figure II-19. Identification d'un plan de type {100} par les piqûres (a) schéma de formation d'une piqûre carrée et du plan {100} correspondant (b) observation au MEB.



(a)

(b)

Figure II-20. Identification d'un plan de type {111} par les piqûres (a) schéma de formation d'une piqûre triangle et du plan {111} correspondant (b) observation au MEB.

Références Bibliographiques

1. R.M.J. Kemp, R.N. Wilson, and P.J. Gregson, Comparison of the corrosion fatigue properties of plate aluminum alloys for aerospace applications, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, 207(2), 1993, 97-104.
2. C. Gasquères, Fissuration par Fatigue et Ténacité d'Alliages d'Aluminium 2XXX à 223K, PhD Thesis, University of Poitiers, 2006
3. B. Dubost and P. Sainfort, Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. M240, in www.techniques-ingenieur.fr.
4. G. Odemer, Tolérance au dommage avec prise en compte des interactions fatigue-fluage de l'alliage d'aluminium 2650 T6, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2005
5. R. Develay, Données numériques sur les alliages d'aluminium de transformation. M445, in www.techniques-ingenieur.fr.
6. Aluminum and Aluminum Alloys, in *ASM Specialty Handbook*, J.R. Davis and D. Associates, Editors. 1993, ASM International.
7. R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium. M1290, in www.techniques-ingenieur.fr.
8. ASTM, E647-00. Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, 1998
9. ASTM, G47-98. Standard Test Method for Determining Susceptibility to SCC of 2XXX and 7XXX Aluminium Alloy Products., 1998
10. ASTM, G44-99. Exposure of metals and alloys by alternate immersion in neutral 3.5% sodium chloride solution, 1999
11. ASTM, G1-03. Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens, 2003
12. AFNOR, NF A 05-301. Alliages d'aluminium: essai de corrosion sous contrainte des produits épais, 1981
13. AFNOR, NF A 05-501-1. Essais de corrosion sous contrainte. Partie 1 : guide général des méthodes d'essai, 1991
14. H.-P. Lieurade, Essais de Fatigue Corrosion M135, in www.techniques-ingenieur.fr.
15. R.P. Gangloff, Corrosion Fatigue Cracking, in *Corrosion Tests And Standards: Application and Interpretation 2nd edition*, R. Baboian, Editor. 2005, ASTM international: West Conshohocken. p. 302-321.
16. S. Yannacopoulos, T.P. Kishchuk, and X. Guo, Environmentally induced crack propagation behavior of 2219 aluminum: microstructural effects, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 36(3), 1997, 157-167.
17. C. Purry, A. Fien, and K. Shankar, The effect of corrosion preventative compound on fatigue crack growth properties of 2024-T351 aluminium alloys, *International Journal of Fatigue*, 25(9-11), 2003, 1175-1180.
18. J.M. Barsom, Mechanisms of Corrosion Fatigue Below KIsc, *International Journal of Fracture Mech*, 7(2), 1971, 163-182.
19. D. Landolt, 12. Corrosion et chimie de surface des métaux. *Traité des Matériaux*, ed. D. Landolt. 1993: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.
20. I. Sinclair and P.J. Gregson, Fatigue 93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 635.

**III Caractérisation du comportement de
l'alliage 2024-T351 en fissuration par
corrosion sous contrainte**

III.1 Introduction

Ce chapitre présente les principaux résultats expérimentaux sur la caractérisation de l'alliage 2024-T351 en corrosion sous contrainte (CSC). L'influence de l'environnement et du chargement mécanique sont d'abord considérées, puis l'influence d'une préfissure de fatigue, du sens de prélèvement et de l'épaisseur seront exposées. L'influence du chargement mécanique, d'une préfissure de fatigue, du sens de prélèvement et de l'épaisseur seront analysées dans ce chapitre car ils ne font pas partie intégrante des objectifs principaux de cette étude, qui sont le comportement en fatigue corrosion et l'influence d'une immersion émergence sur la tolérance aux dommages de l'alliage 2024-T351. L'influence de l'exposition à l'environnement (immersion permanente, immersion émergence), qui est une des problématiques de l'étude, sera analysée et discutée dans le chapitre VI de ce rapport.

Nous nous intéresserons principalement à l'évolution de la longueur de fissure en fonction du temps et des vitesses de fissuration da/dt en fonction du facteur d'intensité de contraintes K . Ces données seront analysées et mises en relation avec l'analyse post mortem des éprouvettes.

On rappelle que l'étude de la fissuration de l'alliage 2024-T351 en corrosion sous contrainte a été lancée pour évaluer la contribution possible de la CSC lors des essais de fatigue corrosion en terme de vitesse de propagation, mais aussi pour déterminer le mode de rupture de l'alliage pour ce type de sollicitation.

III.2 Remarque préliminaire

Les essais sont réalisés à effort constant, donc, pour une longueur de fissure croissante, à un facteur d'intensité de contrainte K en pointe de fissure croissant. La valeur initiale de K a été prise entre 10 et 11 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Cette valeur a été choisie pour deux raisons :

- En premier lieu, idéalement, afin de caractériser au mieux le matériau en corrosion sous contrainte, il faudrait mesurer la vitesse da/dt pour des valeurs de K allant de la valeur seuil K_{ISCC} jusqu'au K à rupture de l'éprouvette. Cela implique donc de parcourir les 3 phases de la courbe da/dt en fonction de K (Figure III-1a). Dans la phase I, les vitesses sont très faibles, ce qui conduirait à des durées d'essais de presque 1 an, donc des essais beaucoup trop longs à l'échelle d'une thèse. Avec une vitesse de propagation proche de celle du plateau (phase II), le temps d'un essai a été estimé à 1 mois, ce qui représente une durée convenable pour un essai de laboratoire. Il a donc été décidé de commencer chaque essai en fixant K au début de ce plateau afin de parcourir l'ensemble de la phase II et de la phase III de la courbe de fissuration en corrosion sous contrainte. Pour le 2024-T351 chargé dans le sens S-L la valeur de K pour la transition entre la phase I et la phase II est comprise entre 10 et 12 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, d'après la littérature (Figure III-1b [1]).

- En second lieu, dans l'optique d'utiliser les résultats de corrosion sous contrainte pour estimer la contribution possible de ce type de chargement lors des essais de fatigue corrosion en terme de vitesse de propagation, le domaine de K parcouru en corrosion sous contrainte devait être identique à celui parcouru lors des essais de fatigue corrosion. La plupart des essais de fatigue corrosion ont été menés à un ΔK initial proche de 4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, soit à $R=0.7$, un K_{min} d'environ 9.3 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, et jusqu'à un K proche de la rupture de l'éprouvette. La valeur minimale de K considérée en corrosion sous contrainte devait donc autour de 9.3 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

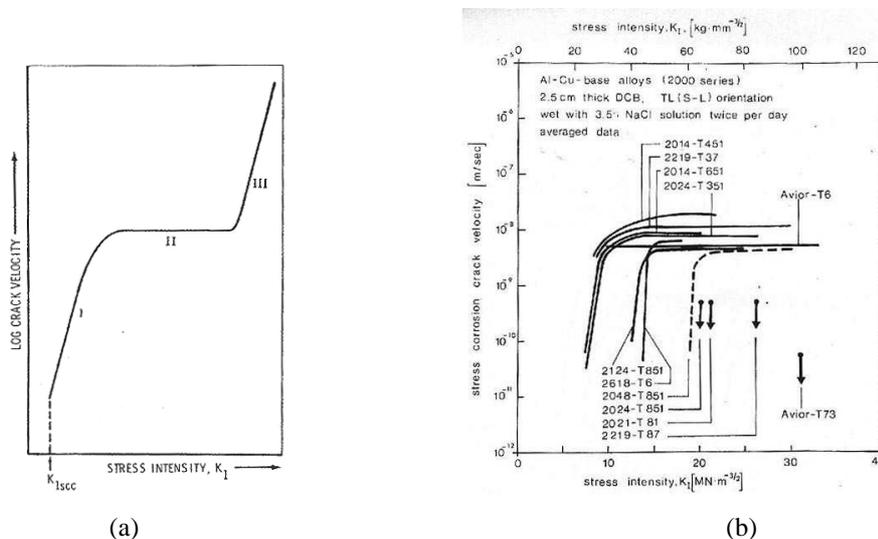


Figure III-1. (a) courbe schématique de corrosion sous contrainte pour la plupart des alliages métalliques (b) courbe de corrosion sous contrainte pour le 2024-T351 sens S-L.

III.3 Influence de l'exposition à l'environnement

III.3.1 Comparaison des différents environnements

Quatre types d'environnement ont été étudiés : l'immersion permanente en solution saline à 3.5% NaCl, l'air du laboratoire (émersion permanente, 19 à 21°C, humidité relative 20-50%), l'immersion émersion (immersion en solution saline 3 fois par jour pendant 2 minutes et 1 fois par jour le week-end) et des cycles de type 10 minutes en solution saline 3.5% NaCl – 50 minutes sous air. Pour comparer ces trois environnements on utilisera le Tableau III-1 ainsi que la Figure III-2 qui donne la longueur de fissure normalisée a/w en fonction du temps.

Essai	Pré-fissure	Milieu	Plage de K parcourue (MPa√m)	Résultat
CSC6	Effort constant i/e K _{max} =12.5 MPa√m da=2.58 mm	Air	12.5 - 12.5	Après passage à l'air, avancée de 0.6 mm en 522h (≈ 21.8 jours)
CSC2	Fatigue Air 15 Hz R=0.1 K _{max} =8.1 MPa√m da=8.91 mm	Immersion permanente	12.9 - 12.9	Pas de fissuration en 1680h (≈ 70 jours)
CSC13	Effort constant i/e K _{max} =14.5 MPa√m da=4.83 mm		14.5 - 14.5	Pas de fissuration en 173h (≈ 7.2 jours)
CSC1	Fatigue Air 10 Hz R=0.1 K _{max} =10.2 MPa√m da=3.87 mm	50 min air – 10 min 3.5% NaCl	14.5 - 14.5	Pas de fissuration en 442h (≈ 18.5 jours)
CSC4	/	i/e	10.9 à rupture	da/dt moyenne ≈ 8.4x10 ⁻⁹ m/s Temps à rupture ≈ 470h (≈ 19.6 jours)
CSC5			10.8 à rupture	da/dt moyenne ≈ 1.0x10 ⁻⁸ m/s Temps à rupture ≈ 447h (≈ 18 ⁻⁶ jours)
CSC15			11.1 à 16.8	da/dt moyenne ≈ 9.0x10 ⁻⁹ m/s
CSC7	/	Alternances i/e – immersion permanente	10.8 à 19.4	Pas de fissuration pendant les phases d'immersion permanente Fissuration nette pendant les phases d'i/e

Tableau III-1. Paramètres et résultats des essais réalisés pour étudier l'influence de l'environnement en corrosion sous contrainte (i/e : immersion émersion).

D'après les résultats exposés dans le Tableau III-1 et la Figure III-2, l'immersion émersion est le seul environnement permettant d'obtenir une fissuration en corrosion sous contrainte.

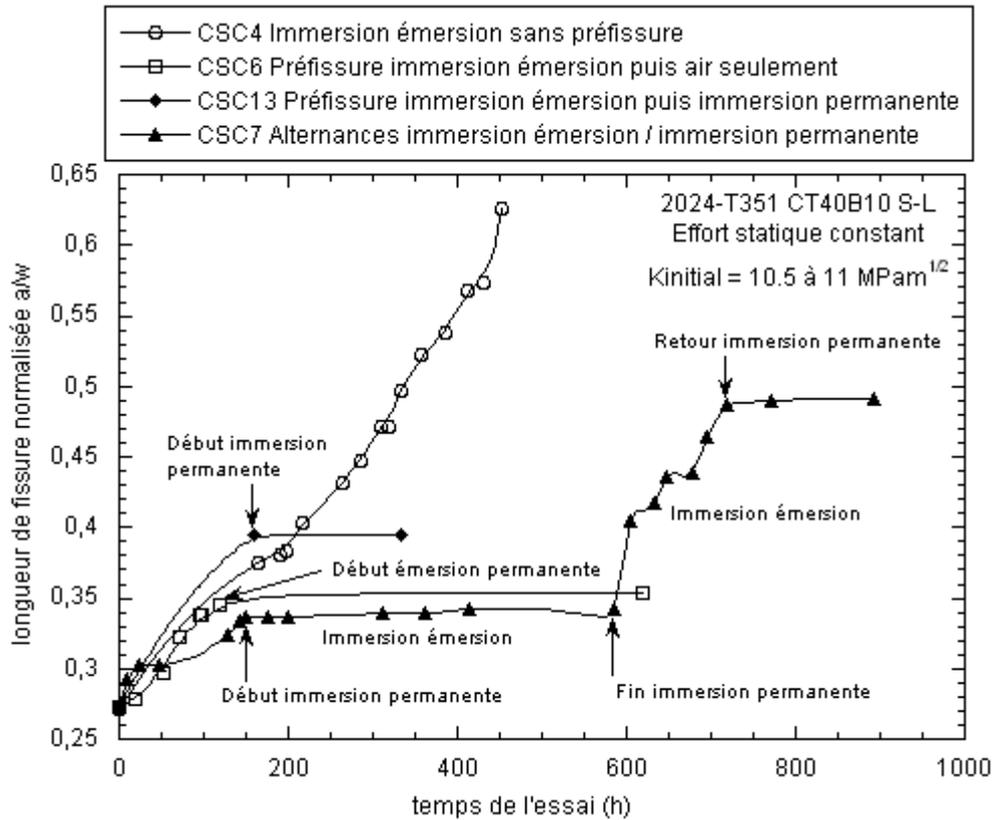


Figure III-2. Influence de l'environnement. Longueur de fissure normalisée a/w lue sur la face vernie de l'éprouvette en fonction du temps total de l'essai.

Aucun essai réalisé en immersion permanente dans une solution saline à 3.5% NaCl n'a abouti à une fissure de corrosion sous contrainte. Pour ces essais, deux types de préfissure ont été considérés : une préfissure transgranulaire de fatigue sous air et une préfissure intergranulaire obtenue sous un chargement à effort constant en immersion émergence. Dans aucun de ces deux cas une propagation en CSC n'a été détectée. Par conséquent cette absence de fissuration n'est pas due à la préfissure. D'autre part, l'essai avec alternances d'immersion émergence et d'immersion permanente démontre que l'arrêt ou la reprise de la fissuration lors du passage d'un milieu à un autre sont presque instantanés.

Même si l'immersion permanente ne produit pas de fissuration en corrosion sous contrainte, l'apport régulier de solution saline est nécessaire, comme le montre l'essai réalisé dans l'air (CSC6). Une avancée de fissure de 0.6 mm a tout de même été détectée. On verra dans la suite du rapport qu'une immersion en solution saline a un effet d'une vingtaine d'heures sur la fissuration : pendant environ 20h après l'immersion, la fissure peut se propager sous l'effet de cette immersion. A la vitesse de 10^{-8} m/s, l'avancée possible de fissure pendant 20h est d'environ 0.72 mm, ce qui correspond globalement à l'avancée observée sous air, due à la dernière immersion en solution saline.

Deux éprouvettes, dont les résultats ne sont pas reportés dans les tableaux, n'ont pas fissuré en corrosion sous contrainte en immersion émergence, sans préfissure, en environ 1 semaine, à K égal à 10.6 et 11.7 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, pour des raisons non élucidées. En comptant toutes les éprouvettes de corrosion

sous contrainte de cette étude, ainsi que les éprouvettes de fatigue préfissurées en corrosion sous contrainte, une fissuration de CSC a été observée pour 17 éprouvettes sur 19, soit environ 90% des éprouvettes.

III.3.2 Vitesses de fissuration

Les vitesses de fissuration en fonction du facteur d'intensité de contrainte K sont reportées sur la Figure III-3, pour l'immersion émergence. Sur la plage de K étudiée, la fissuration se produit à vitesse presque constante jusqu'à rupture. La vitesse moyenne de fissuration est comprise entre 8.10^{-9} m/s et 1.10^{-8} m/s, soit environ 0.8 mm par jour. Cette vitesse est en très bon accord avec les données disponibles de la littérature [1-5].

La grande dispersion des vitesses peut provenir de deux sources. En premier lieu, on ne mesure la longueur de fissure que sur un point en surface de tout le front de fissure. Comme ce front n'est pas parfaitement rectiligne, la propagation du point de mesure peut être irrégulière. En second lieu, le mécanisme qui gouverne la fissuration en corrosion sous contrainte peut-être de nature discontinue, avec alternances entre avancées brutales et temps de latence. Il serait intéressant de brancher un système de mesure de fissure automatique permettant de détecter de très faibles avancées pour savoir si la propagation est continue ou si elle se produit par à coups. Par manque de temps ceci n'a pas été fait.

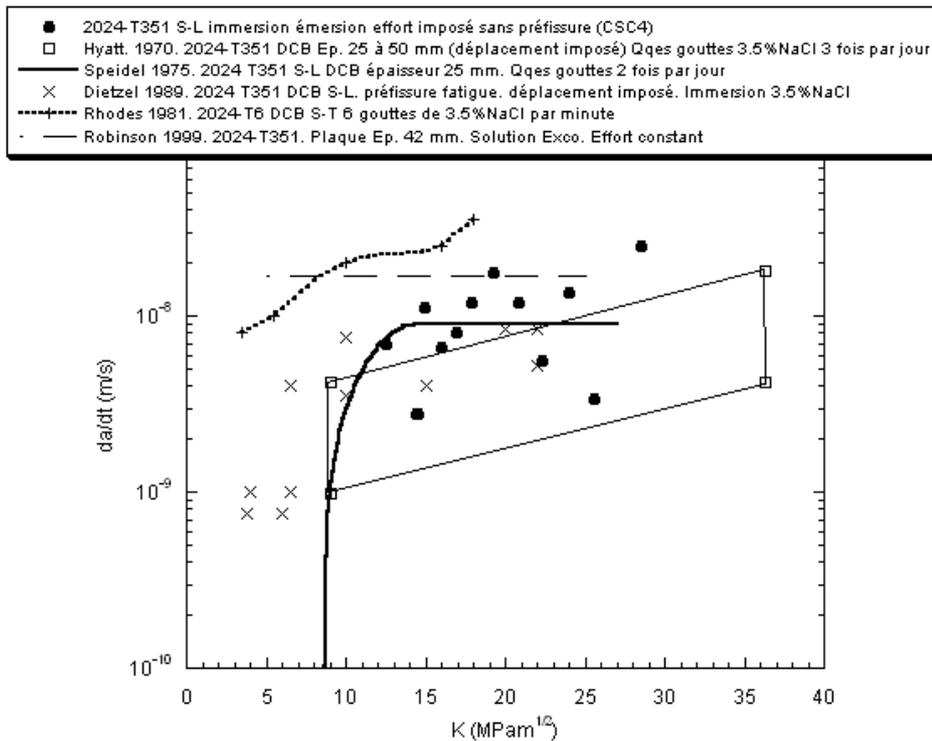


Figure III-3. Vitesses de fissuration da/dt en fonction du facteur d'intensité de contrainte K pour les essais en immersion émergence ($K_{initial}=10.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, mesure de longueur de fissure en surface) et comparaison avec différentes études de la littérature [1-5].

III.3.3 Chemins de fissure

Les chemins de fissure en surface ont été photographiés pendant l'essai à travers la lunette binoculaire permettant la mesure de la longueur de fissure. Sauf mention contraire, tous les résultats présentés ici ont été obtenus pour l'environnement de type « immersion émergence » car seul cet environnement permet d'obtenir une fissuration significative du matériau.

En premier lieu il n'est pas rare d'observer plusieurs fissures. Elles se propagent parfois à la même vitesse sur plusieurs millimètres et peuvent ensuite se rejoindre. Certaines d'entre elles peuvent aussi s'arrêter tandis que l'une continue de se propager jusqu'à la rupture finale. On peut donc parler de multifissuration. Un exemple est donné en Figure III-4.

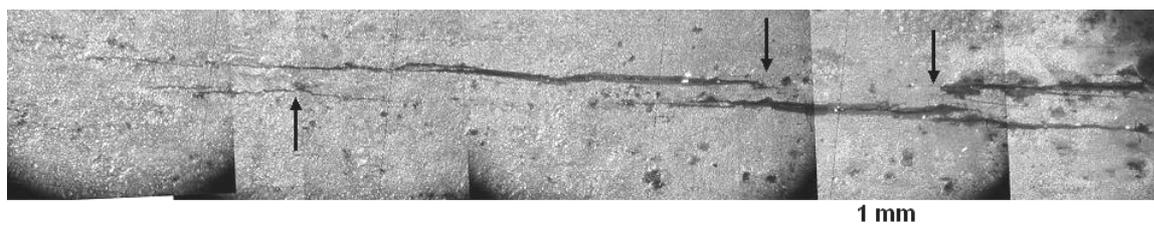


Figure III-4. Fissures se propageant simultanément en corrosion sous contrainte sous immersion émergence (propagation de droite à gauche).

En second lieu, après attaque Keller, le chemin de fissure en surface montre une fissuration intergranulaire très marquée, comme on peut le voir en Figure III-5.

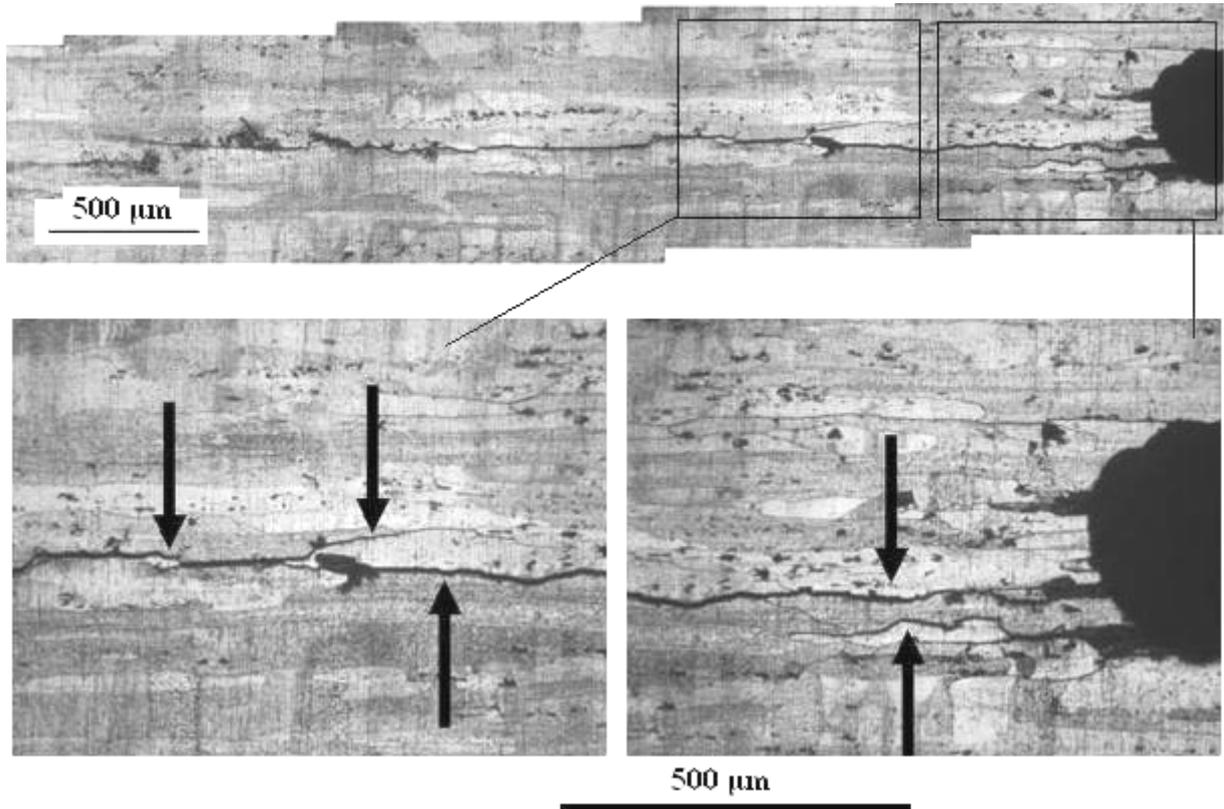


Figure III-5. Chemin de fissure en surface de l'éprouvette après nettoyage et attaque Keller (immersion émergence, effort constant). Flèches noires : exemples de propagation intergranulaire.

III.3.4 Surfaces de rupture

Les surfaces de rupture confirment la fissuration de type intergranulaire observée en surface (Figure III-6). La rupture semble de type fragile car les surfaces sont plates et ne présentent presque aucun signe de déformation plastique.

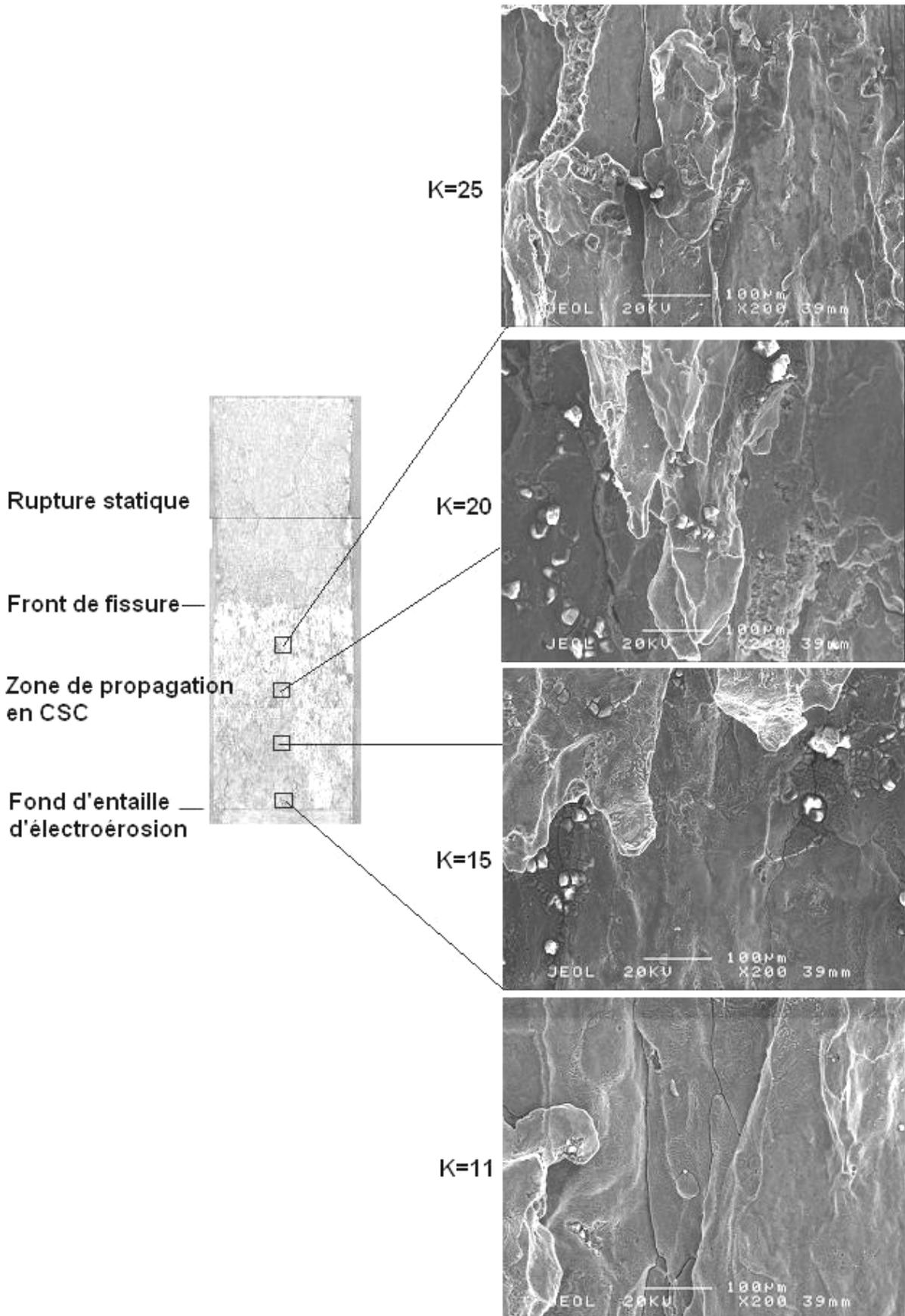


Figure III-6. Surfaces de rupture en corrosion sous contrainte en immersion émerision (CSC4). Propagation de bas en haut. K en MPa√m.

En observant l'éprouvette aux microscopes optique ou électronique à balayage avec un fort angle par rapport à la verticale, des joints déchaussés ainsi que des joints de grains attaqués par la corrosion peuvent être observés (Figure III-7 et Figure III-8).

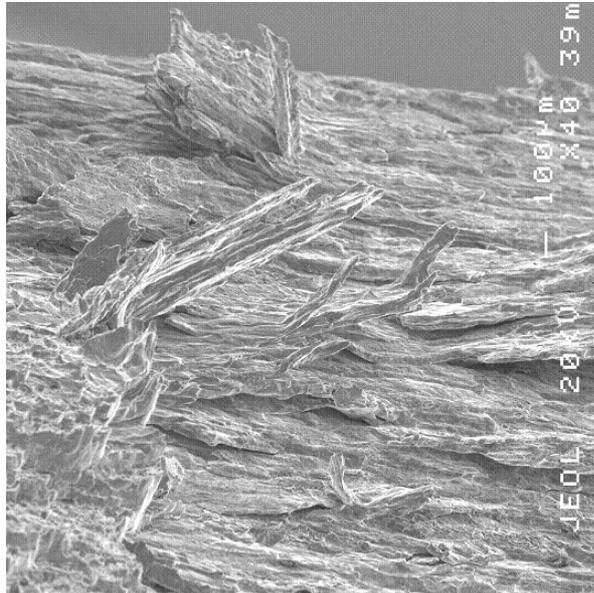


Figure III-7. Décollement des grains observé au MEB. Angle de 50° par rapport à la verticale. Flèche noire : sens de propagation de la fissure (immersion émerision, effort constant).

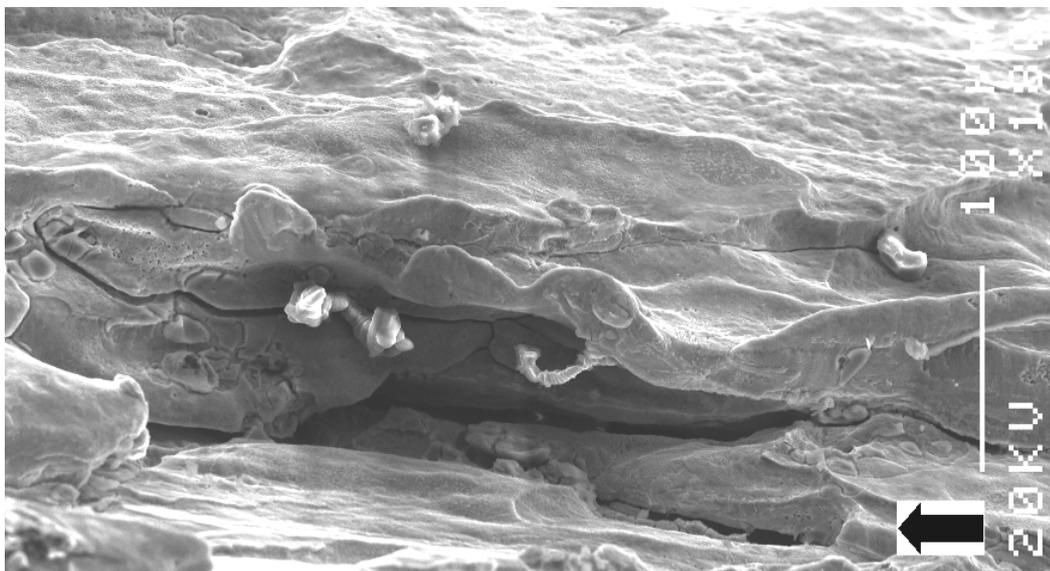
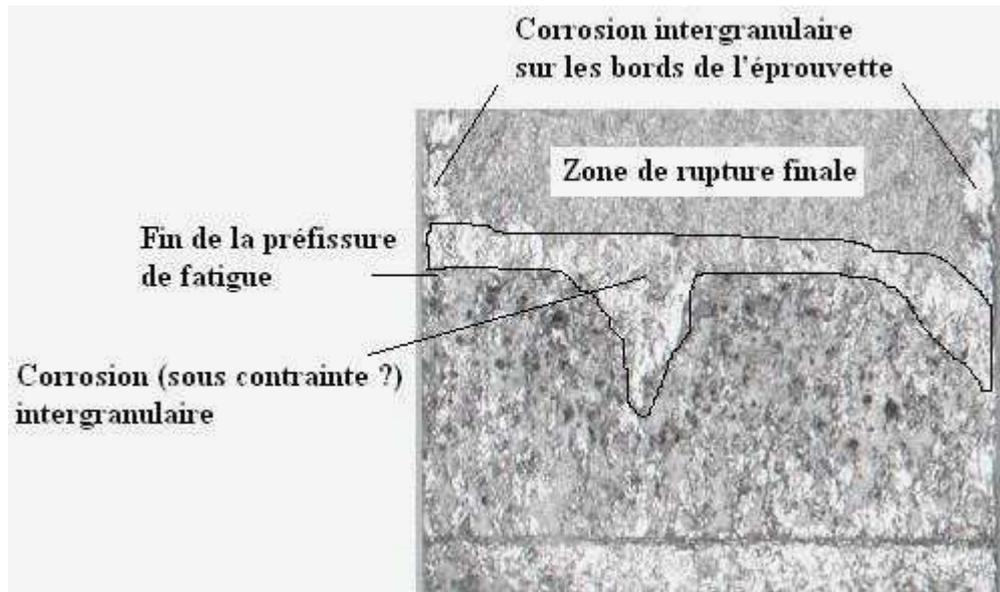


Figure III-8. Décohésion des grains vue au MEB. Angle 58° par rapport à la verticale. Flèche noire : sens de propagation macroscopique de la fissure (immersion émerision, effort constant).

Pour l'environnement 10 min 3.5% NaCl – 50 min air, une fine bande de corrosion (sous contrainte ?) a été observée après la préfissure de fatigue en environ 3 semaines. L'éprouvette présente une caractéristique inhabituelle : dans la zone de préfissure de fatigue, une zone de corrosion intergranulaire est observée au milieu de l'éprouvette (Figure III-9a). La Figure III-9a-b montre que cette zone correspond à un réamorçage de fissures intergranulaires dans le sillage car elle n'est pas

dans le même plan que celui de la préfissure de fatigue. Cependant l'environnement utilisé n'a pas permis une fissuration suffisante dans le temps de l'essai et on ne peut pas savoir si en continuant l'essai, la corrosion aurait pu induire une fissuration menant à rupture.



(a)



(b)

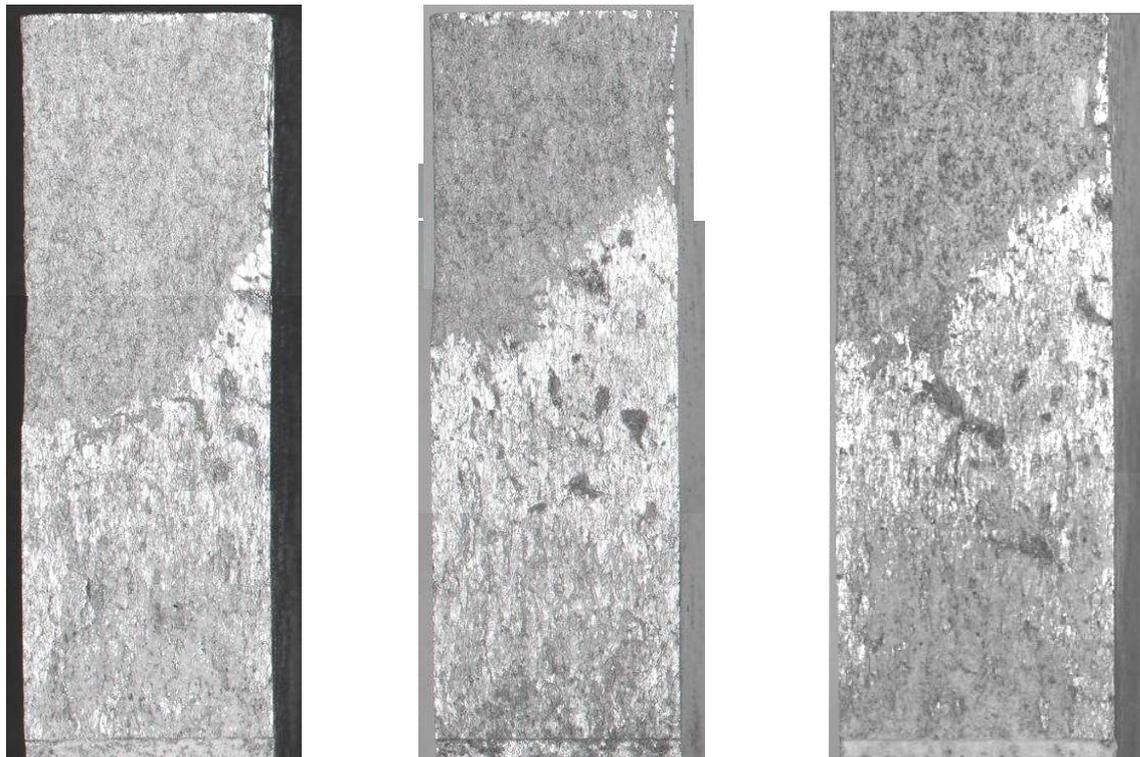


(c)

Figure III-9. Surfaces de rupture pour l'éprouvette testée sous des cycles air 50 min - 3.5% NaCl 10 min (a) vue au microscope optique (b) fine bande de corrosion (sous contrainte ?) intergranulaire au niveau du front de préfissure (c) vue au MEB avec inclinaison de 68° par rapport à la verticale de la zone de corrosion intergranulaire dans le sillage de la préfissure.

III.3.5 Effets de bord et déviation du front de fissure

Sur certaines éprouvettes une déviation importante du front de fissure a été observée (Figure III-10). Cette déviation s'est produite sur une éprouvette non préfissurée et testée en immersion émergence ainsi que sur deux des éprouvettes préfissurées en fatigue puis testées en immersion émergence.



(a) immersion émergence sans préfissure (CSC5)

(b) préfissure de fatigue puis immersion émergence (CSC8)

(c) préfissure de fatigue puis immersion émergence (CSC14)

Figure III-10. Effets de bord sur plusieurs éprouvettes testées en corrosion sous contrainte. Côté gauche de l'éprouvette : face vernie. Côté droit : face non vernie.

Plusieurs remarques s'imposent.

1/ Le calcul de la longueur de fissure moyenne sur la surface de rupture à la fin de l'essai est perturbé mais reste possible car le front se distingue très bien de la zone de rupture catastrophique.

2/ Comme le montre la Figure III-10, le côté où la fissure s'est le plus propagée est le côté où l'éprouvette n'a pas été vernie. Ainsi, le vernis semble avoir une influence sur le comportement en corrosion sous contrainte de l'éprouvette. On peut donc supposer qu'il ralentit la fissuration en empêchant la corrosion intergranulaire de s'amorcer au bord du front de fissure, à la surface de l'éprouvette. Afin de vérifier cette hypothèse, une éprouvette a été testée en immersion émergence, sans préfissure, avec les deux faces non vernies. Le résultat est donné et comparé aux autres essais dans le Tableau III-2. Le temps de rupture est diminué (17.0 au lieu de 19.1 jours), donc le vernis ralentit légèrement la fissuration. La diminution du temps de rupture est d'environ 11%, ce qui en théorie

induit la même erreur sur les vitesses. En pratique, l'écart sur les vitesses diffère car il faut aussi prendre en compte l'erreur sur l'estimation de la longueur de fissure moyenne en fin d'essai.

Essai	Application du vernis	Pré-fissure	Milieu	Plage de K parcourue (MPa√m)	Résultat
CSC4	Une face vernie	/	i/e	10.9 à rupture	da/dt moyenne $\approx 8.4 \times 10^{-9}$ m/s Temps à rupture ≈ 470 h (≈ 19.6 jours)
CSC5	Une face vernie			10.8 à rupture	da/dt moyenne $\approx 1.0 \times 10^{-8}$ m/s Temps à rupture ≈ 447 h (≈ 18.6 jours)
CSC21	Aucune face vernie			10.7 à rupture	da/dt moyenne $\approx 1.0 \times 10^{-8}$ m/s Temps à rupture ≈ 409 h (≈ 17.0 jours)

Tableau III-2. Analyse de l'influence du vernis sur la propagation en corrosion sous contrainte.

3/ Bien que non souhaitée lors des essais de cette étude, cette déviation du front de fissure due au vernis est un résultat important. En effet cette déviation pose la question de l'influence de la corrosion intergranulaire à la surface de l'éprouvette, et donc de la différence de comportement entre le cœur et les bords de la fissure. On peut alors s'interroger sur l'influence d'une faible épaisseur en corrosion sous contrainte. Cette influence sera étudiée dans la suite du rapport.

4/ En fatigue ces effets de bord peuvent aussi exister et il n'y a aucune certitude que la solution saline corrode de manière égale le cœur et les bords de l'éprouvette. On peut tout de même supposer que lors d'un chargement cyclique, la solution rentre plus facilement par phénomène de « pompage » de la solution par la fissure. Dans la littérature certains auteurs présentent ce phénomène comme bénéfique pour l'accès de la solution en pointe et certains auteurs avancent que la solution rentrera encore moins facilement. Cependant, même pour les longs essais de fatigue (essais de 2.5 semaines), les fronts de fissure sont très droits, il n'y a aucun décalage entre le côté de la face vernie et le côté de la face non vernie. Ceci est dû au fait que la propagation en fatigue est surtout due à des phénomènes mécaniques qui ne dépendent pas de l'accès de la solution dans la fissure et qui font avancer le front de fissure de façon homogène sur toute l'épaisseur de l'éprouvette.

III.3.6 Rupture au niveau d'un trou de goupille

Pour la première éprouvette qui a fissuré en corrosion sous contrainte (CSC4 : immersion émérsion effort constant), des fissures ont été observées au niveau d'un trou de goupille, notamment dans la section située entre un trou de goupille et la face avant de l'éprouvette. Elle passe par un trou fileté qui permet de fixer des vis pour mesure de potentiel ou de complaisance en face avant (Figure III-11). Hyatt observe aussi ce phénomène sur des éprouvettes WOL [4].

Deux remarques s'imposent au sujet de cette rupture.

En premier lieu, on peut se poser la question de l'influence de cette rupture sur les résultats. Avec la rupture de la section entre le trou de goupille et la face avant, la déformée de l'éprouvette et

donc l'état de contrainte en pointe de fissure se trouvent modifiés. Cependant, comme la propagation du 2024-T351 se produit à vitesse constante dans la phase II de la courbe de fissuration de corrosion sous contrainte (voir Figure III-1a), même si le K réel en pointe de fissure est modifié, la vitesse n'est pas nécessairement changée si l'on reste dans la phase II de la courbe da/dt - K . De plus, la rupture de la section est peut-être apparue très tard et probablement pas dès le début de l'essai. La vitesse de propagation moyenne et le temps de rupture concordent avec les autres essais (CCS5-CSC15) et la littérature, ce qui confirme que l'essai a été peu perturbé.

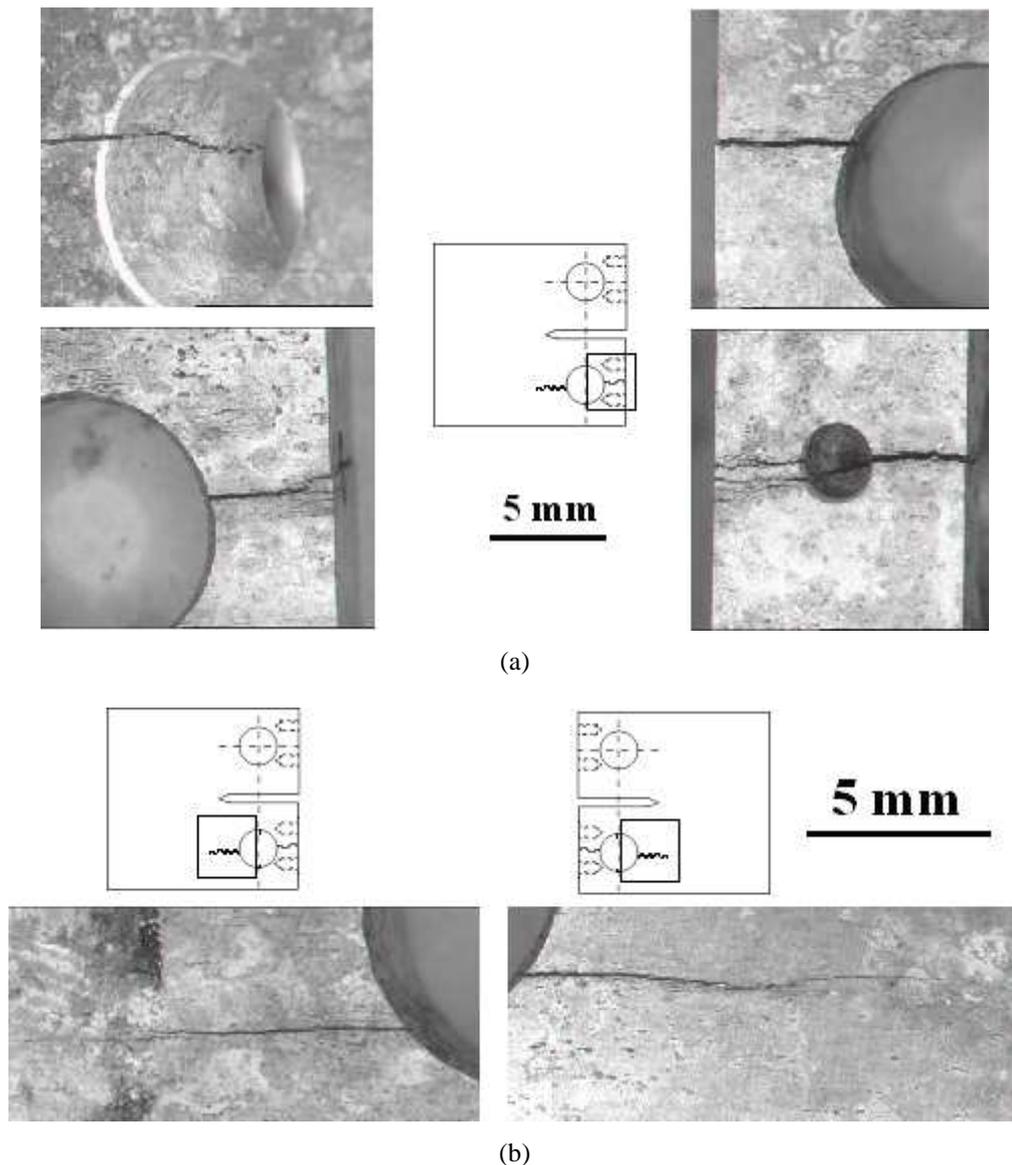


Figure III-11. Fissuration au niveau d'un trou de goupille pour CSC4 (immersion émerision effort constant sans préfissure) (a) entre le trou de goupille et la face avant (b) au niveau du trou de goupille.

En second lieu, cette rupture peut être analysée comme résultat à part entière. Dans cette section la contrainte n'est pas aussi élevée qu'en pointe de fissure et pourtant une très nette fissuration s'est produite. Les surfaces de rupture révèlent une zone entièrement intergranulaire (Figure III-12). La ou

les zones d'amorçage ne peuvent pas être détectées car elles sont de type intergranulaire tout comme les zones de propagation. Par ailleurs, aucune rupture finale ductile se produisant lorsque K dépasse le K à rupture du matériau ou de l'éprouvette n'est détectée, donc K n'a pas dépassé la ténacité du matériau.



Figure III-12. Rupture intergranulaire entre un trou de goupille et la face avant de CSC4.

Sur le plan mécanique, on peut suspecter un effet de concentration de contraintes du au trou fileté en face avant et au trou de goupille. Afin de vérifier cette hypothèse, une modélisation par éléments finis avec le code de calcul Abaqus a été réalisée (Figure III-13). Pour ce modèle, un déplacement est imposé sur une goupille qui entre en contact avec l'éprouvette. Le contact modélisé permet le glissement de l'éprouvette par rapport à la goupille. Or l'essai est à effort constant, donc on a déterminé le déplacement par l'Équation III-1 (p105), équation issue de la norme ASTM E647 qui relie, pour une longueur de fissure donnée, le déplacement et la charge imposés au niveau de la ligne de chargement. La longueur de fissure a (longueur prise à partir du fond d'entaille) est de 14 mm, longueur tout à fait arbitraire. Pour la charge imposée ($P=4140$ N) et la longueur de fissure donnée ($a=14$ mm), le déplacement correspondant est de 0.43 mm. La loi de comportement utilisée est élastique linéaire. Les éléments du maillage sont de type C3D10M (tétraèdres quadratiques modifiés à 10 nœuds). Une demi éprouvette est modélisée et une symétrie est imposée sur le ligament non fissuré de l'éprouvette.

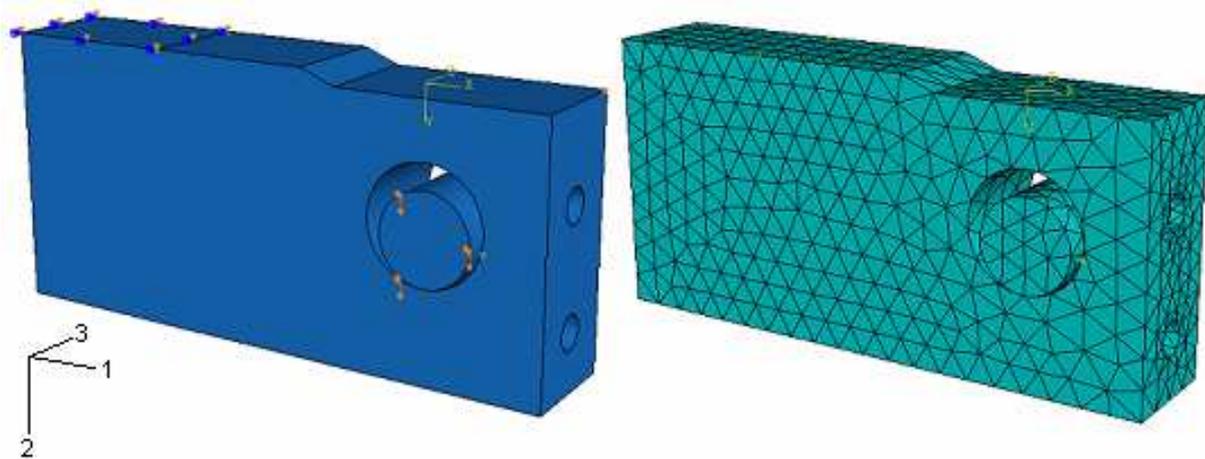


Figure III-13. Modèle numérique 3D sous Abaqus de la goupille et de la demi éprouvette.

D'après [6], la contrainte seuil pour la rupture en corrosion sous contrainte en immersion émérsion dans une solution à 3.5% NaCl sur éprouvettes lisses est inférieure à 55 MPa pour le 2024-T3 dans le sens travers court. Par conséquent les résultats par la méthode des éléments finis sont analysés en repérant les points de l'éprouvette où cette contrainte est dépassée. La contrainte demandée est S22, contrainte suivant la direction de chargement de l'éprouvette. En effet, la microstructure est très texturée et on est dans le sens S-L. Par conséquent les contraintes suivant la direction 1 et 3 seront peu dommageables pour le matériau (dans la suite du rapport on verra que dans le sens L-T le matériau est très résistant à la corrosion sous contrainte). Les trois zones les plus sensibles de l'éprouvette apparaissent : le plan classique de fissuration, et deux zones au niveau des trous de goupille. Ces deux zones sont précisément celles qui ont fissuré lors de l'essai, donc l'effet supposé de concentration de contraintes au niveau du trou de goupille est confirmé par la modélisation sous Abaqus.

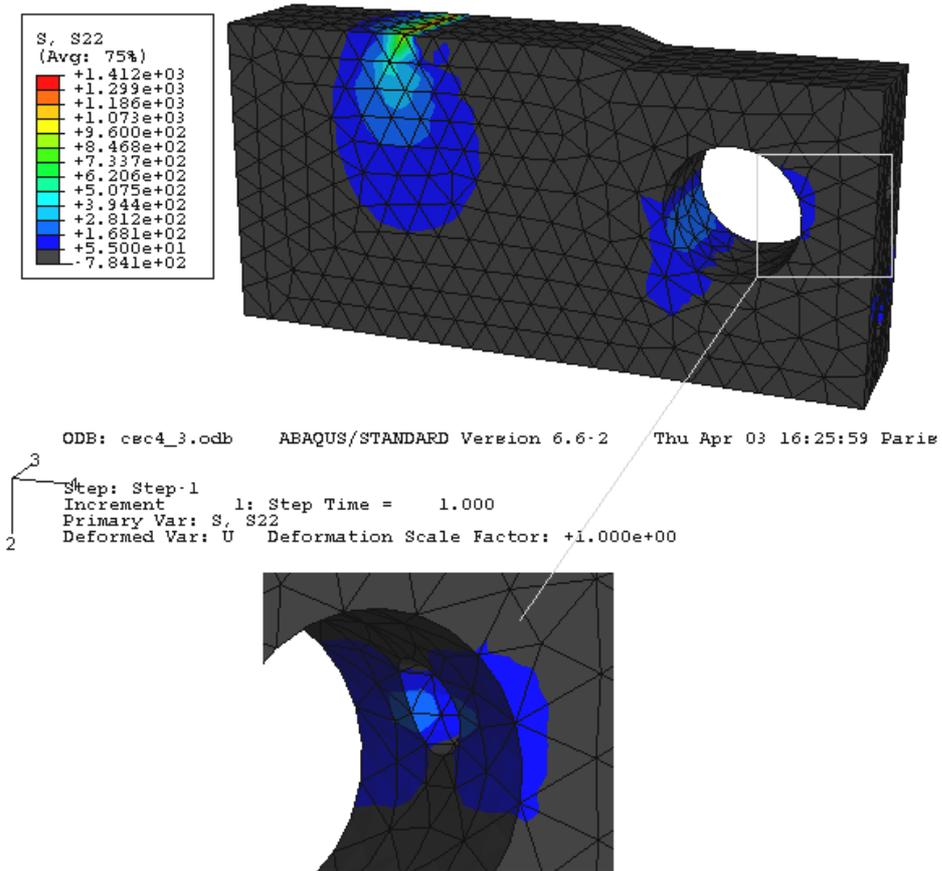


Figure III-14. Modélisation des effets de concentration de contraintes sur Abaqus.

Pour les autres éprouvettes de l'étude, la face avant et l'intérieur des trous de goupille ont été vernis afin d'éviter toute rupture dans cette zone pendant l'essai.

III.4 Influence du chargement mécanique

III.4.1 Corrosion sans chargement

III.4.1.1 Immersion émergence sans chargement mécanique

Une éprouvette a été préfissurée en fatigue sous air jusqu'à une longueur de fissure $a \approx 2$ mm, puis soumise à une exposition de type immersion émergence pendant 234h (≈ 10 jours) sans aucun chargement mécanique. Aucune fissuration ne s'est produite, ce qui confirme que l'application d'un chargement mécanique est indispensable à la propagation.

III.4.1.2 Corrosion en pointe d'une fissure existante

Une éprouvette a été préfissurée en fatigue sous air jusqu'à une longueur de fissure $a = 8.23$ mm ($R=0.1$, 5 Hz, $K_{\max}=7.7$ MPa \sqrt{m}), puis immergée en solution saline à 3.5% NaCl sans aucun chargement mécanique pendant 436h (environ 18 jours). Deux zones apparaissent : une zone fortement corrodée proche de l'entaille d'électroérosion et sur les bords de l'éprouvette et une zone au cœur, nettement moins corrodée que l'autre (Figure III-15). Ce résultat montre que sans chargement mécanique pour ouvrir la fissure, l'eau ne peut pas corroder de façon importante le cœur de l'éprouvette.

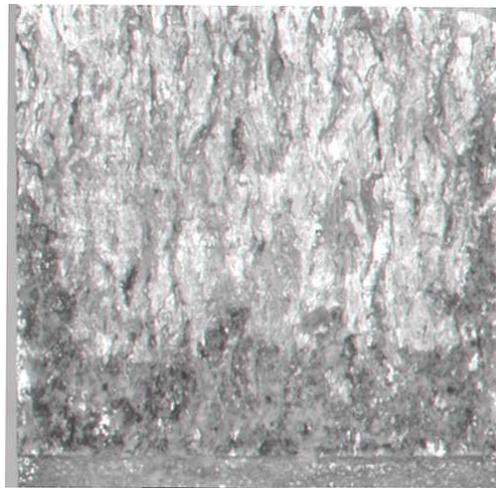


Figure III-15. Corrosion sans chargement mécanique sur une éprouvette CT40B10 préfissurée en fatigue.

III.4.2 Essai à déplacement imposé

Un chargement de type déplacement imposé a été testé en immersion émergence sur la machine utilisée pour les essais de fatigue. Une préfissure de fatigue a été réalisée jusqu'à $a=2.65$ mm ($R=0.8$, 10 Hz, $K_{\max}=20.8$ MPa \sqrt{m}). Le déplacement imposé est celui correspondant à la charge maximale en

fin de préfissure donc, au début de l'essai, $K=K_{\max}=20.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Une avancée de fissure moyenne de 7 mm a été enregistrée. La fissuration est de type intergranulaire (Figure III-16).

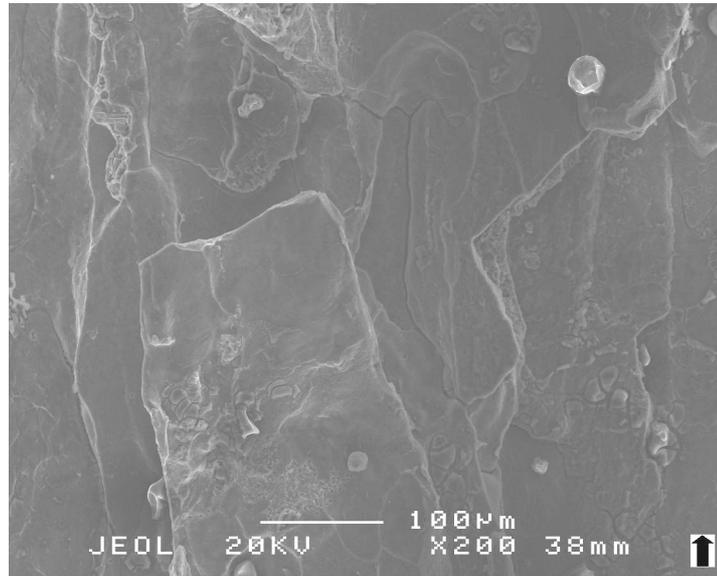


Figure III-16. Surfaces de rupture intergranulaire pour un chargement de type déplacement imposé en immersion émerision.

La vitesse moyenne de propagation est de $6.3 \times 10^{-9} \text{ m/s}$. Cette vitesse est similaire aux vitesses enregistrées sur éprouvettes préfissurées et testées en immersion émerision à effort constant (Tableau III-3). Elle est un peu plus faible que les vitesses mesurées sans préfissure mais comme on le verra plus tard, le temps de propagation est assimilé au temps de rupture, qui prend en compte le temps d'amorçage. Cet amorçage peut être retardé par la préfissure. De plus, de longues périodes sans immersion ont été appliquées afin de fournir des résultats supplémentaires. C'est le point qui sera abordé dans le paragraphe suivant.

En effet, on peut extraire un autre résultat intéressant de cet essai. Le chargement choisi est de type déplacement constant. D'après l'Équation III-1, si le déplacement est constant, lorsque la longueur de fissure augmente, la charge P diminue. Cette tendance est normale : plus la fissure est longue, plus la charge à imposer pour obtenir une ouverture donnée est faible.

$$\alpha = a/W = C_0 + C_1 \cdot U_x + C_2 \cdot U_x^2 + C_3 \cdot U_x^3 + C_4 \cdot U_x^4 + C_5 \cdot U_x^5$$

$$\text{avec } U_x = \left\{ \left[\frac{E \nu B}{P} \right]^{0.5} + 1 \right\}^{-1}, \text{ E : module d'Young du matériau, P : charge, B : épaisseur de}$$

l'éprouvette, et ν : déplacement dans la ligne de chargement.

Équation III-1. Relation entre la charge P, le déplacement ν dans la ligne de chargement et la longueur de fissure a (norme ASTM E647).

On peut donc suivre l'évolution de la fissure en mesurant la force P appliquée lors de l'essai. La courbe de la Figure III-17 trace la charge P mesurée par la cellule de charge de la machine en fonction du temps. Au début de l'essai, P diminue, ce qui est normal car la longueur de fissure mesurée optiquement augmente et le déplacement est constant. Après environ 126h l'éprouvette n'est plus immergée régulièrement en solution saline. La charge P continue de diminuer pendant environ 23h puis se stabilise. En interprétant la stabilisation de la charge par un arrêt de la fissure, on peut conclure que l'immersion en solution saline a un effet d'une vingtaine d'heures. Ce résultat est confirmé par une autre longue période sans immersion à la suite de l'essai, où la charge se stabilise après environ 19h.

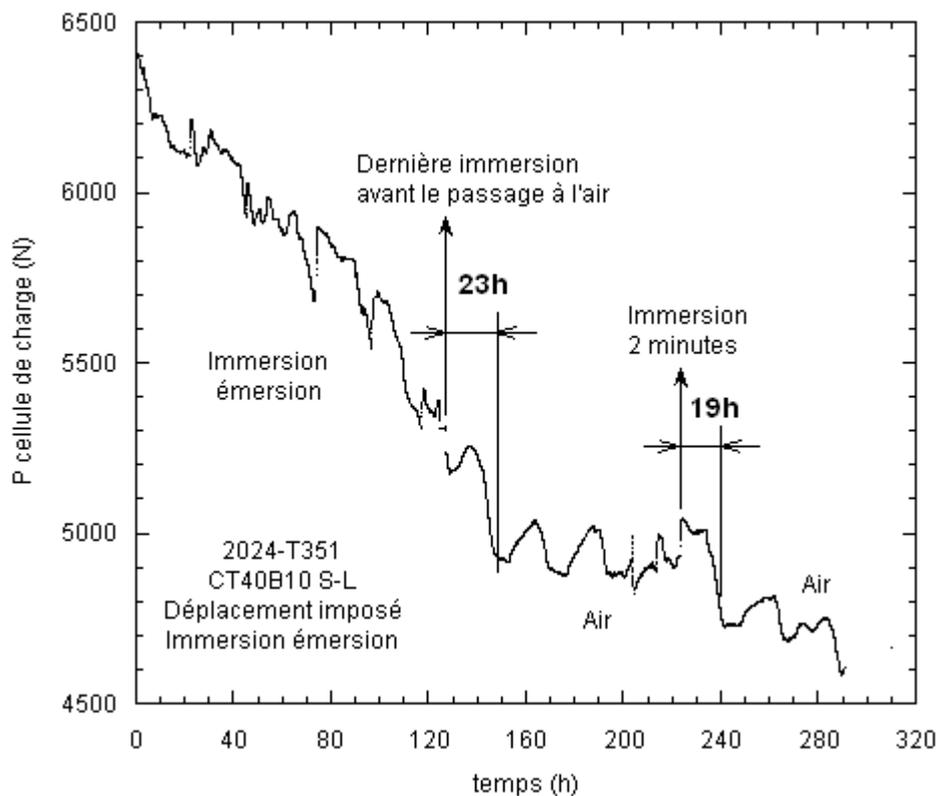


Figure III-17. Charge P en fonction du temps pour un déplacement imposé en immersion émerision.

Les fluctuations de la charge P enregistrées et présentées en Figure III-17, d'une amplitude de quelques centaines de N et sur des périodes d'environ 24h, ne semblent pas témoigner d'un mécanisme physique au niveau de la fissure mais semblent être plutôt dues à l'asservissement du vérin et au bruit de la machine, comme le montre un essai à déplacement imposé avec une pièce en acier prise comme éprouvette et n'ayant pas de fissure pouvant se propager (Figure III-18).

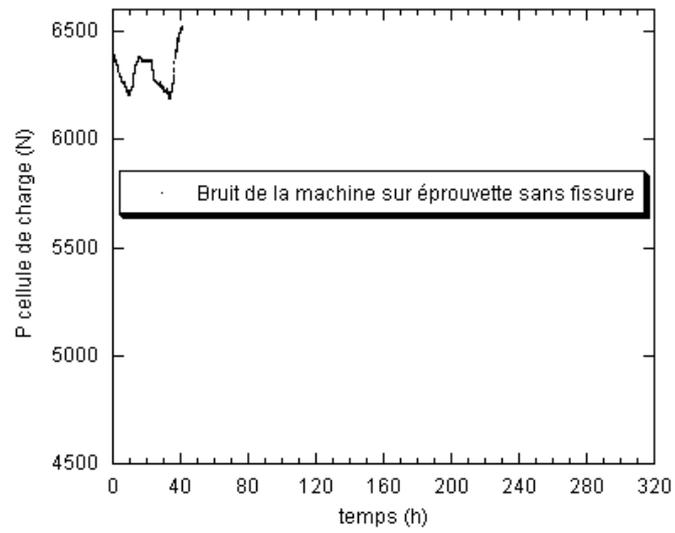


Figure III-18. Bruit de la machine enregistré à déplacement imposé.

III.5 Influence d'une préfissure transgranulaire

III.5.1 Résultats expérimentaux

Nous venons de voir qu'à effort constant, seule l'immersion émergence génère l'amorçage et la propagation d'une fissure intergranulaire. L'influence d'une préfissure transgranulaire a été considérée, et notamment l'influence du facteur d'intensité de contrainte maximal K_{\max} à la fin de la préfissure de fatigue sur la transition transgranulaire/intergranulaire a été analysée. Pour cela, des essais avec K_{\max} inférieur et supérieur à $K_{\text{début CSC}}$, valeur de K au début de l'essai de corrosion sous contrainte, ont été réalisés. Le Tableau III-3 fournit les paramètres et résultats des essais pour l'influence de la préfissure.

Essai	Préfissure	Milieu	Plage de K parcourue ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	Résultat
CSC4	/	i/e	10.9 à rupture	da/dt moyenne $\approx 8.4 \times 10^{-9}$ m/s Temps à rupture $\approx 470\text{h}$ (≈ 19.6 jours) Une face vernie. Pas d'effets de bord.
CSC5			10.8 à rupture	da/dt moyenne $\approx 1.0 \times 10^{-8}$ m/s Temps à rupture $\approx 447\text{h}$ (≈ 18.6 jours) Une face vernie. Effets de bord importants.
CSC15			11.1 à 16.8	da/dt moyenne $\approx 9.0 \times 10^{-9}$ m/s Une face vernie. Pas d'effets de bord.
CSC8	Air 5 Hz R=0.1 $K_{\max}=7.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ $da=8.51 \text{ mm}$		10.8 à rupture	da/dt moyenne $\approx 5.8 \times 10^{-9}$ m/s Une face vernie. Effets de bord importants.
CSC14	Air 10 Hz R=0.7 $K_{\max}=19.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ $da=2.15 \text{ mm}$		10.4 à rupture	da/dt moyenne $\approx 7.3 \times 10^{-9}$ m/s Une face vernie. Effets de bord importants.
CSC16	Air 10 Hz R=0.1 $K_{\max}=23.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ $da=3.19 \text{ mm}$		10.4 à 21.1	da/dt moyenne $\approx 3.4 \times 10^{-9}$ m/s Deux faces vernies. Pas d'effets de bord.

Tableau III-3. Paramètres et résultats des essais réalisés pour étudier l'influence de la préfissure en immersion émergence.

Comparons les essais CSC8, CSC14 et CSC16 avec les éprouvettes non préfissurées. La vitesse moyenne sur tout l'essai est légèrement inférieure à la vitesse sans préfissure (Tableau III-3). Ces vitesses sont déterminées à l'aide du temps total de l'essai qui prend en compte le temps d'amorçage. Cette donnée seule ne permet donc pas de savoir si la préfissure a ralenti la phase d'amorçage et/ou la phase de propagation de la fissure de corrosion sous contrainte. Pour répondre à cette question, la longueur de fissure normalisée a/w est tracée en fonction de temps (Figure III-19). L'origine du temps correspond au début de l'essai de corrosion sous contrainte. Pour les 3 essais avec préfissure, le début de l'essai est marqué par un temps d'incubation. Une fois que la fissure a amorcé et s'est légèrement propagée, elle évolue à une vitesse similaire à la vitesse sans préfissure. C'est donc le temps de ré-

amorçage en mode intergranulaire qui est augmenté à cause de la préfissure en fatigue transgranulaire. Par ailleurs, l'augmentation de ce temps est plus marquée pour les préfissures avec $K_{\max} > K_{\text{début csc}}$ que pour l'essai avec $K_{\max} < K_{\text{début csc}}$. Comme mentionné précédemment, des effets de bord ont perturbé les résultats de CSC8 et CSC14. L'augmentation du temps d'amorçage n'est donc observée et commentée que pour la face vernie de l'éprouvette. Pour la face non vernie le temps d'amorçage a peut-être moins augmenté.

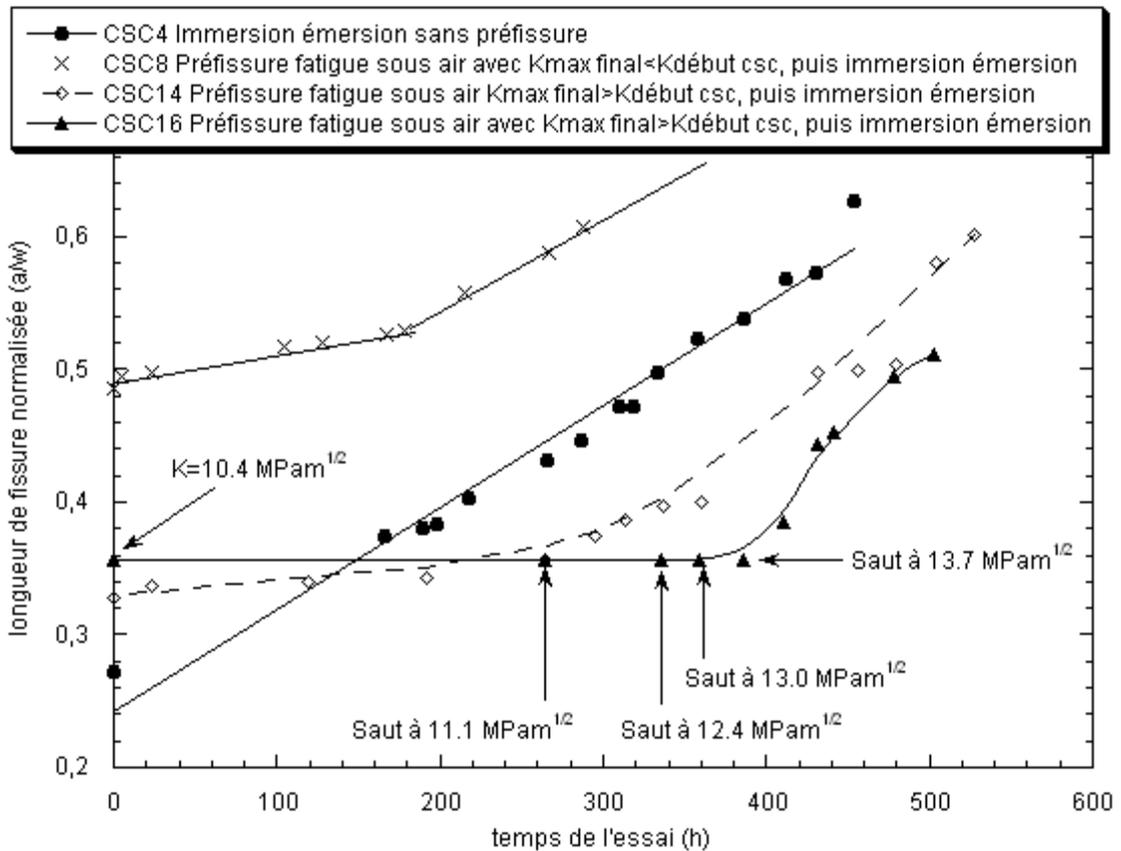


Figure III-19. Influence de la préfissure en immersion émergence à effort constant. Longueur de fissure normalisée a/w lue sur la face vernie de l'éprouvette en fonction du temps.

Pour éprouver au maximum la capacité de l'immersion émergence à produire une fissuration en corrosion sous contrainte, les conditions a priori les plus défavorables possibles ont été réunies. L'éprouvette CSC16 a ainsi été préfissurée jusqu'à K_{\max} de $23.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour obtenir une grande zone plastique, jusqu'à une avancée Δa de 3.19 mm afin que la pointe de fissure constitue un milieu aussi confiné que possible, et les deux faces de l'éprouvette ont été vernies. La Figure III-19 montre que la corrosion sous contrainte a quand même pu apparaître et mener à la rupture de l'éprouvette. Notons tout de même que la fissure a amorcé après environ 386 h , et pour $K=13.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. L'essai a été démarré à un $K=10.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ mais comme aucune fissuration ne se produisait, la charge a régulièrement été augmentée. Il ne faut donc pas exclure l'hypothèse que, sans l'augmentation du facteur d'intensité de contrainte K jusqu'à une certaine valeur critique comprise entre 10.4 et 13.7

$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, l'amorçage ne se serait peut-être jamais réalisé avec des cinétiques appréciables en laboratoire. On peut tout de même raisonnablement supposer que le long temps d'amorçage est seulement dû aux deux faces vernies et/ou à la valeur élevée du facteur d'intensité de contrainte maximal K_{max} en fin de préfiessure. Finalement, une fois la fissure amorcée, la fissure s'est propagée à une vitesse similaire à la vitesse typique de propagation en corrosion sous contrainte, environ 10^{-8} m/s.

Pour toutes les éprouvettes testées avec une préfiessure de fatigue, la propagation en corrosion sous contrainte est de type intergranulaire, comme le montre la Figure III-20.

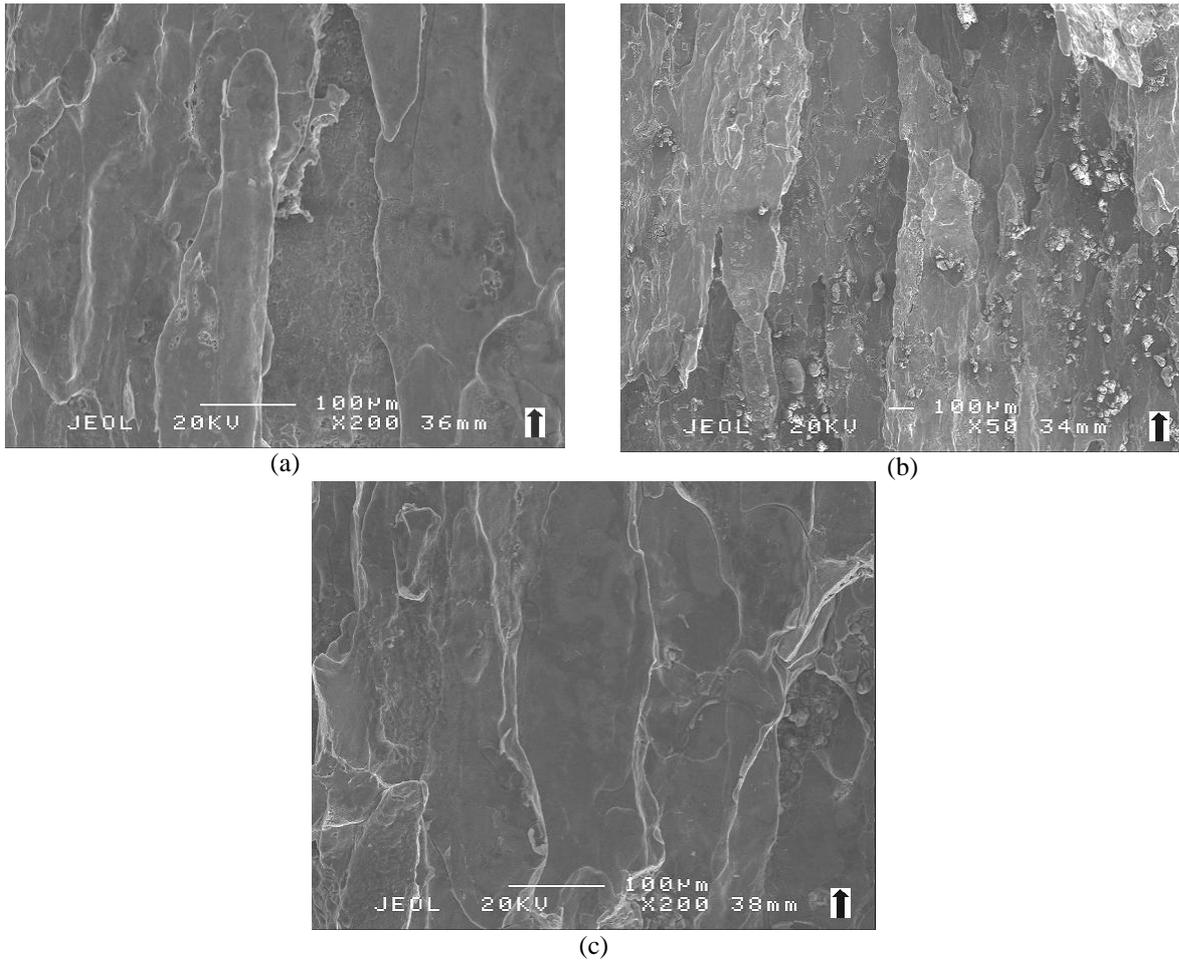


Figure III-20. Surfaces de rupture de corrosion sous contrainte en immersion émerision pour éprouvettes préfiessurées en fatigue (a) CSC8. $K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) CSC14. $K= 18.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (c) CSC16. $K= 18.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Le chemin de fissure d'une des éprouvettes (CCS16) a été photographié lors de l'essai (Figure III-21). La fissure de corrosion sous contrainte semble partir du sillage de la préfiessure.

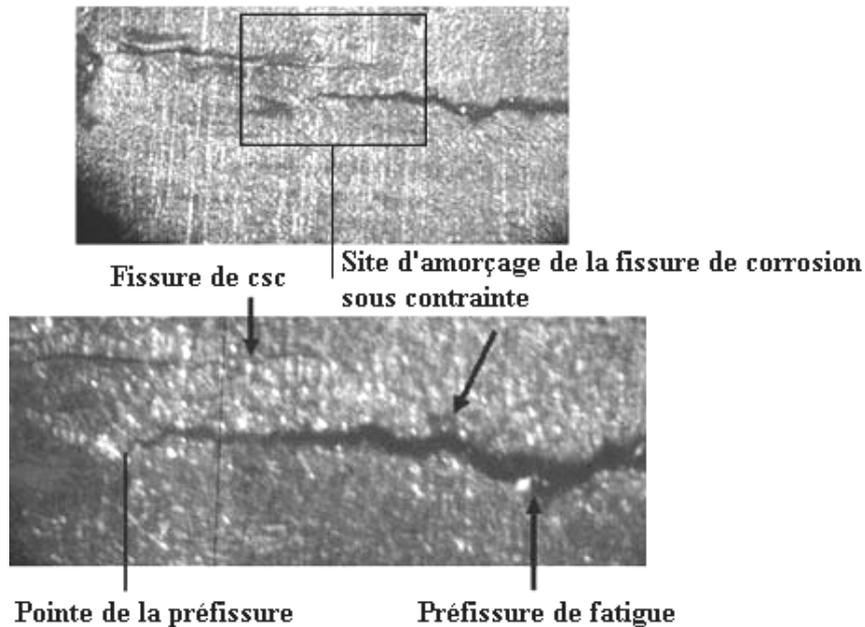


Figure III-21. Amorcage d'une fissure de corrosion sous contrainte dans le sillage de la préfissure de fatigue.

La corrosion sous contrainte dans cet alliage étant un mécanisme intergranulaire, l'amorçage ne peut pas se faire exactement à partir de la pointe de la préfissure transgranulaire, qui se trouve par définition à l'intérieur d'un grain. A l'échelle du grain, il y a donc nécessairement réamorçage de la fissure à partir de la préfissure car elle ne peut pas se propager de l'intérieur du grain. La mécanique de la rupture prévoit l'amorçage de la nouvelle fissure à l'endroit où le facteur d'intensité de contrainte est maximal, donc à la pointe exacte de la préfissure. Ceci n'est pas observé si l'on se place à l'échelle du grain. Cependant, à l'échelle macroscopique, la pointe de la préfissure et le lieu d'amorçage de la fissure intergranulaire sont très proches.

En fin d'essai, les chemins de fissure au cœur de l'éprouvette CSC16 ont été observés (Figure III-22). Des fissures intergranulaires apparaissent dans la zone de préfissure de fatigue. Par conséquent, l'observation des chemins de fissure sans connaissance de l'historique de chargement, pourrait laisser penser, à tort, que la fissure a amorcé en corrosion sous contrainte. L'identification des causes de rupture en service pourrait alors être faussée par cette corrosion intergranulaire du sillage de la préfissure, postérieure à la propagation.

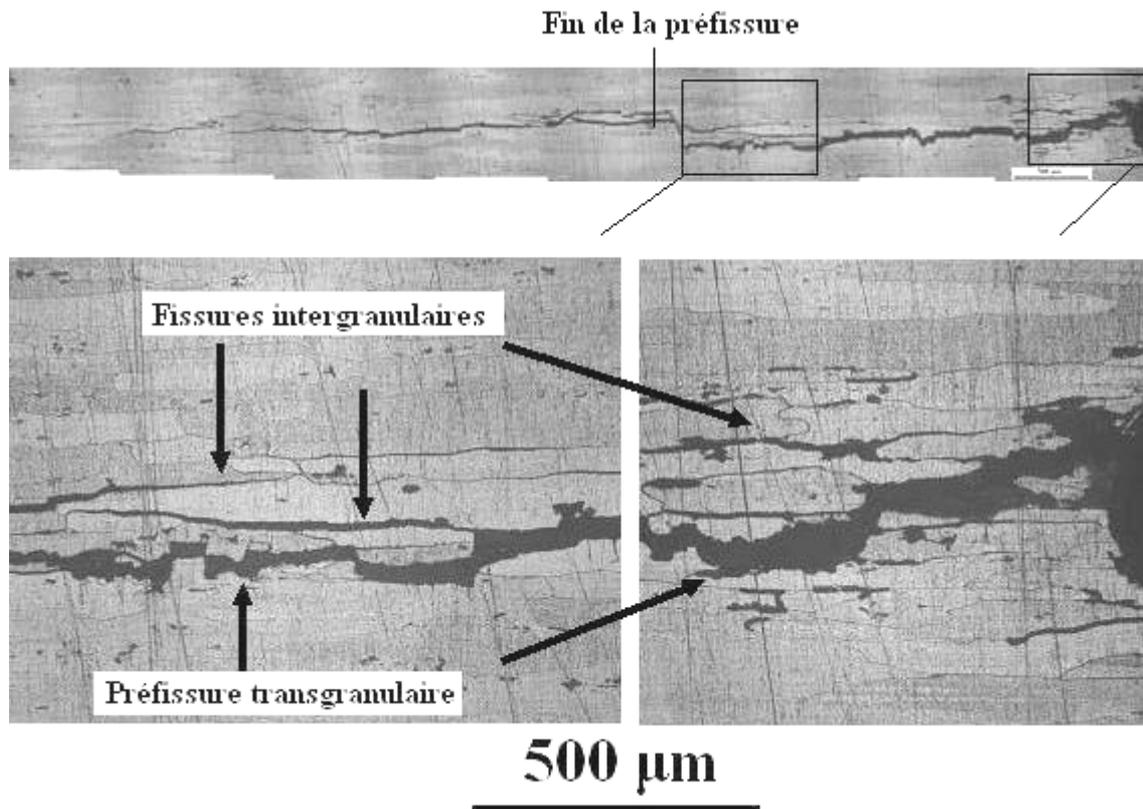


Figure III-22. Observation au coeur d'une éprouvette préfissurée en fatigue sous air puis fissurée en corrosion sous contrainte en immersion émergence et à effort constant. Propagation de droite à gauche.

III.5.2 Analyse de l'influence de la préfissure

L'influence de la préfissure de fatigue est traitée dans cette partie car elle ne rentre pas dans les trois objectifs principaux de l'étude.

Les résultats présentés ici démontrent que quelque soit la valeur de K_{max} en fin de préfissure, la corrosion sous contrainte peut se produire et mener jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La valeur de K_{max} contrôle le degré de plasticité en pointe de fissure, lié aux dislocations à l'intérieur des grains. Or la fissuration en corrosion sous contrainte est intergranulaire et il n'est donc pas surprenant qu'elle soit peu influencée par la valeur de K_{max} en fin de préfissure. Dans la littérature, de nombreuses études confirment la possibilité de fissurer de façon intergranulaire en corrosion sous contrainte après une préfissure de fatigue transgranulaire pour les alliages 2XXX mais aussi 7XXX [3, 4, 7-13].

Cependant on a tout de même pu observer une augmentation du temps d'amorçage de la fissure de corrosion sous contrainte liée à la préfissure, surtout lorsque K_{max} en fin de préfissure était supérieur au K au début de l'essai. Deux hypothèses peuvent être formulées pour expliquer le retardement de l'amorçage.

La première concerne la précorrosion de l'éprouvette pendant 24h, avant l'essai, sans chargement. Sur les éprouvettes non préfissurées, pendant l'immersion de 24h, la solution saline accède facilement au fond d'entaille d'électroérosion donc des défauts de corrosion apparaissent facilement. Par contre, sur les éprouvettes préfissurées, cette immersion permanente de 24h en solution saline est réalisée après la préfissure de fatigue. Cette préfissure constitue un milieu confiné et ne permet peut-être pas de réaliser une précorrosion optimale, induisant des défauts de corrosion suffisamment importants pour faciliter l'amorçage de la fissure en corrosion sous contrainte.

La deuxième cause concerne les mécanismes mis en jeu. Le passage d'une fissure transgranulaire à une fissure intergranulaire impose l'amorçage d'une fissure intergranulaire dans le sillage de la préfissure car on ne peut pas réamorcer à partir de la pointe de fissure située à l'intérieur du grain. Plusieurs fissures peuvent amorcer à des sites différents au sein du sillage et il faut attendre qu'elles se rejoignent pour donner une fissure macroscopique. De plus, au sein de la zone plastique, la zone écrouie peut fortement perturber les chemins intergranulaires de fissuration comme l'illustre la Figure III-23. Le cheminement intergranulaire à travers cette zone plastique risque alors d'être ralenti. Ce mécanisme n'a toutefois pas été mis en évidence sur les essais de cette étude. Dorward et Hasse [9] observent, pour des alliages de la série 7XXX, en exposition alternée à de l'eau de mer artificielle, sur éprouvettes DCB, un temps d'incubation sur les vitesses de propagation, après leur préfissure, qu'ils attribuent au temps que la fissure de corrosion sous contrainte met à « trouver un chemin » intergranulaire au bout de la préfissure transgranulaire.

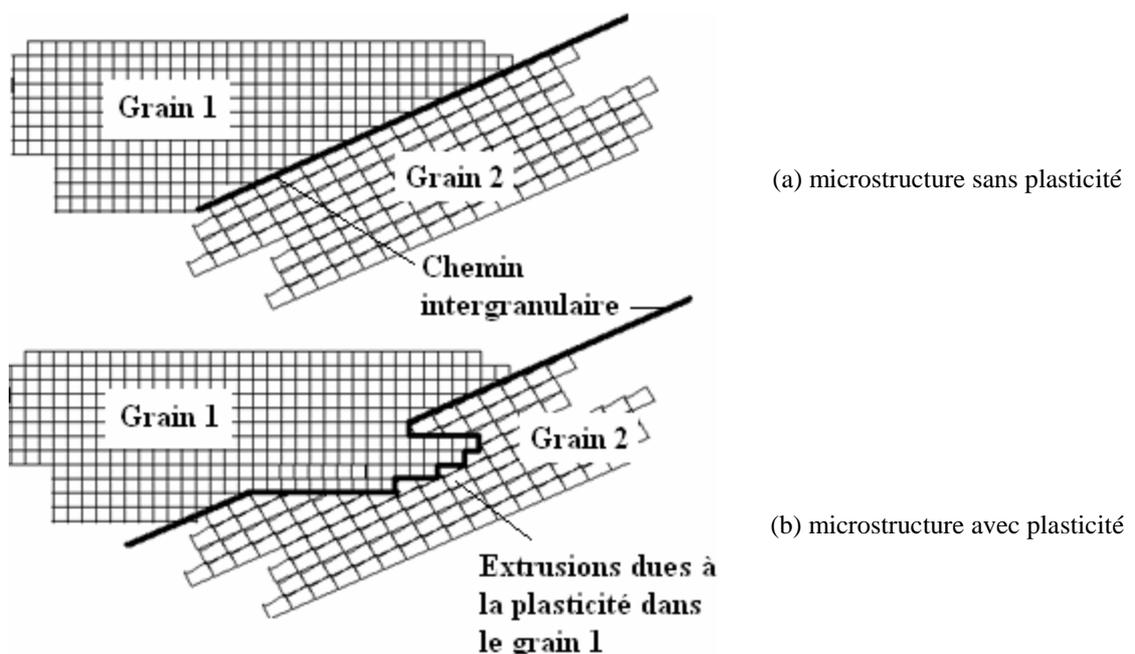


Figure III-23. Influence possible de la plasticité sur le chemin de fissuration intergranulaire de corrosion sous contrainte.

III.6 Influence du sens de prélèvement

III.6.1 Résultats expérimentaux

Deux éprouvettes CT40B10 ont été prélevées dans le sens L-T et testées en corrosion sous contrainte avec un environnement de type immersion émergence. Aucune fissuration n'a pu être observée en environ 3 semaines (Tableau III-4).

Essai	Sens de prélèvement	Pré-fissure	Milieu	Plage de K parcourue (MPa√m)	Résultat
CSC4	S-L	/	i/e	10.9 à rupture	da/dt moyenne $\approx 8.1 \times 10^{-9}$ m/s Temps à rupture ≈ 470 h (≈ 19.6 jours)
CSCLT11	L-T	Air 5 Hz R=0.1 K _{max} = 7.5 MPa√m da=1.70 mm		10.7-10.7	Aucune fissuration en 550h (≈ 22.9 jours)
CSCLT12	L-T	Air 10 Hz R=0.1 K _{max} = 11.5 MPa√m da=3.91 mm		17.5 puis saut à 21.1	Aucune fissuration en 463h (≈ 19.3 jours)

Tableau III-4. Paramètres et résultats des essais réalisés pour étudier l'influence du sens de prélèvement sur la fissuration du 2024-T351 en corrosion sous contrainte.

Les chemins de fissure montrent que dans le sillage de la pré-fissure de fatigue, la corrosion intergranulaire s'est effectuée parallèlement à la direction de chargement mais cette corrosion n'a pas pu se développer et entraîner une rupture dans le plan de fissuration (Figure III-24). La Figure III-25 montre une fissure de fatigue sous air, donc non corrodée, pour une éprouvette prélevée dans le sens L-T. La comparaison confirme que les défauts observés sur la Figure III-24 sont bien apparus pendant l'essai de corrosion sous contrainte et sont dus à la corrosion intergranulaire de l'éprouvette.

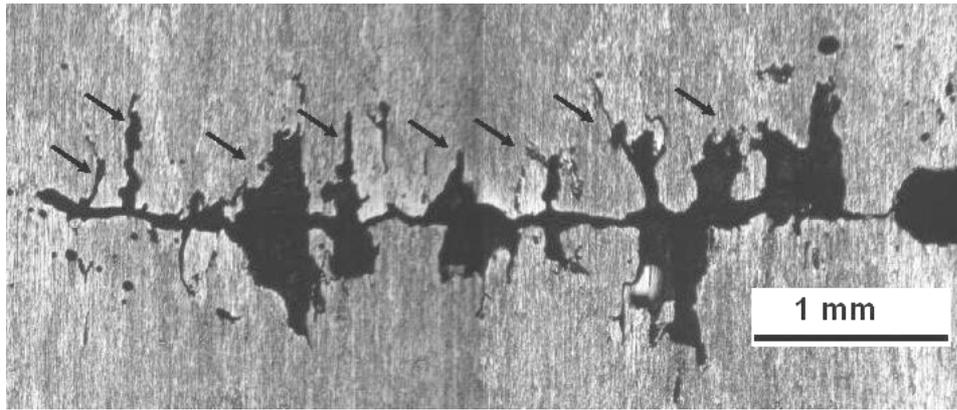


Figure III-24. Corrosion intergranulaire dans le sillage de la préfissure de fatigue sous air (10 Hz R=0.1) pour une éprouvette sens L-T (immersion émerision effort constant). $K_{max} = 8.9$ à 11.5 MPa \sqrt{m} . Flèches noires : défauts de corrosion intergranulaire apparus lors de l'essai.



Figure III-25. Fissure de fatigue sous air. 10 Hz R=0.7 Sens L-T. $K_{max} = 13.3$ à 17.5 MPa \sqrt{m} .

Sur une des éprouvettes prélevées dans le sens L-T, la corrosion intergranulaire s'est effectuée sur une distance importante au niveau du front de la préfissure de fatigue suivant la direction de chargement. Lors de la rupture statique de l'éprouvette sous chargement de traction monotone, la rupture a suivi cette zone puis est repartie suivant un plan parallèle au plan de fissuration (Figure III-26).

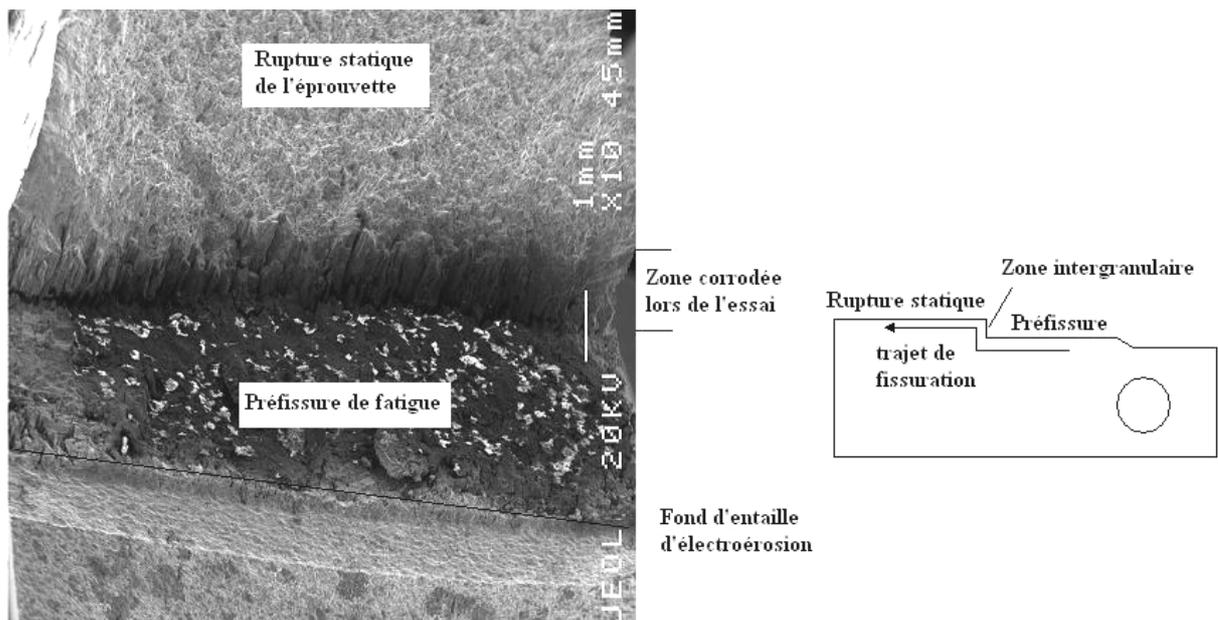


Figure III-26. Surfaces de rupture dans le sens L-T (immersion émerision effort constant).

La zone corrodée lors de l'essai est présentée à plus fort grossissement sur la Figure III-27. Elle apparaît clairement de type intergranulaire.

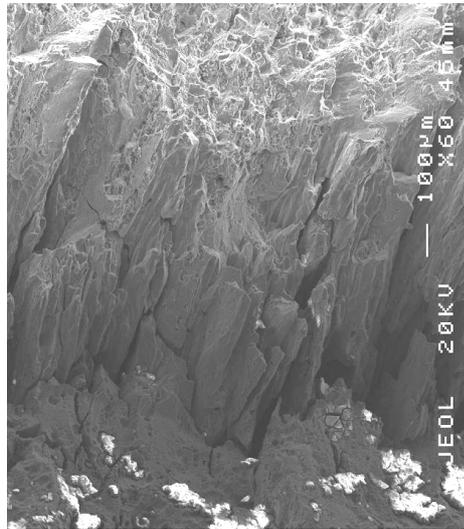


Figure III-27. Zone intergranulaire obtenue lors de l'immersion émergence à effort constant. Sens L-T.

III.6.2 Analyse de l'influence du sens de prélèvement

Cette influence du sens de prélèvement sur la résistance à la corrosion sous contrainte des alliages d'aluminium est un résultat connu de la littérature [14] (Figure III-28).

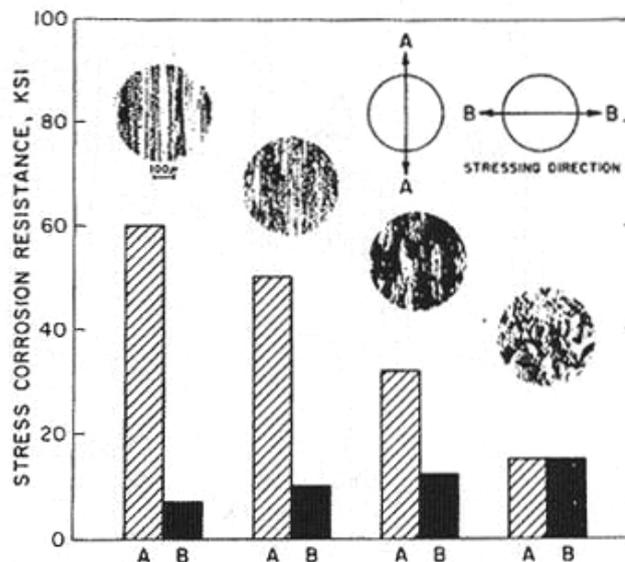


Figure III-28. Influence de la géométrie et de l'orientation des grains en CSC sur un alliage 7075-T6 fortement texturé. Résistance : plus haute contrainte ne causant pas de fissure en 84 jours d'immersion émergence. Travaux de Sprowls et Brown [14].

On a vu que la fissuration du 2024-T351 en corrosion sous contrainte est intergranulaire. Dans le sens L-T, l'orientation des grains n'est pas favorable à la fissuration suivant les joints de grains donc

la résistance du 2024-T351 dans ce sens était attendue. La forte texture morphologique des grains, qui fait la sensibilité à la corrosion sous contrainte de l'alliage 2024-T351 dans le sens S-L, confère une bonne résistance de ce même alliage dans le sens L-T, par effet barrière des grains.

III.7 Influence de l'épaisseur

Les effets de bord observés sur les éprouvettes CT40B10 (Figure III-10) montrent qu'aux bords de l'éprouvette le comportement en corrosion sous contrainte n'est pas le même qu'au cœur. Par conséquent on peut supposer que l'épaisseur de l'éprouvette aura une influence notable sur la corrosion sous contrainte du 2024-T351. Pour vérifier cette hypothèse, une éprouvette CT40 d'épaisseur 4 mm a été testée sans préfissure, en immersion émerision, à effort constant. Afin de favoriser au maximum la corrosion menant à la fissuration du matériau, aucune face n'a été vernie pour cette éprouvette. Les résultats sont présentés dans le Tableau III-5. Pour une épaisseur de 10 mm, la vitesse moyenne de propagation est de 9.7×10^{-9} m/s. Pour une épaisseur de 4 mm, la vitesse moyenne de propagation est de 1.3×10^{-8} m/s, soit environ 34% de plus que pour l'épaisseur 10 mm. Cette augmentation des vitesses n'est pas négligeable, même si les deux vitesses donnent le même ordre de grandeur, qui est de 10^{-8} m/s.

Essai	Préfissure	Milieu	Plage de K parcourue (MPa \sqrt{m})	Résultat
CSC21 B=10 mm	/	i/e	10.7 à rupture	da/dt moyenne $\approx 1.0 \times 10^{-8}$ m/s Temps à rupture ≈ 409 h (≈ 17.0 jours) Aucune face vernie
CSC18 B=4 mm			10.6 à rupture	da/dt moyenne $\approx 1.3 \times 10^{-8}$ m/s Temps à rupture ≈ 360 h (≈ 14.9 jours) Aucune face vernie

Tableau III-5. Paramètres et résultats des essais réalisés pour étudier l'influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur la fissuration du 2024-T351 en corrosion sous contrainte.

La Figure III-29 confirme que les effets de bord sont plus importants pour l'éprouvette d'épaisseur 4 mm que pour l'éprouvette d'épaisseur 10 mm.

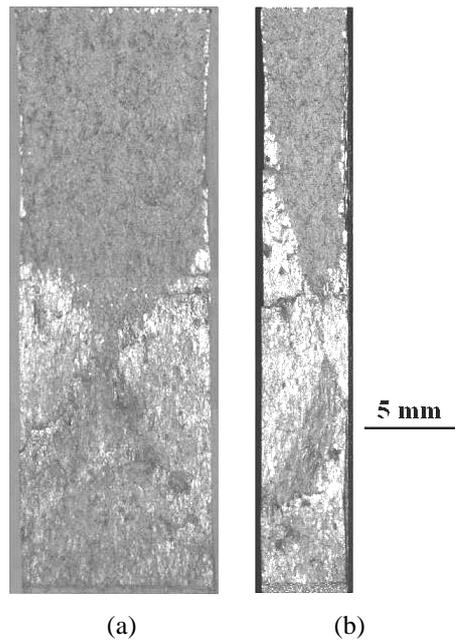


Figure III-29. Vue générale des surfaces de rupture en corrosion sous contrainte pour deux épaisseurs. (a) B=10 mm (b) B=4 mm.

Sur la Figure III-30, on peut voir qu'au cœur de l'éprouvette le matériau n'est pas fissuré en corrosion sous contrainte sur une longue distance, tandis que la fissuration intergranulaire est très marquée sur les bords.

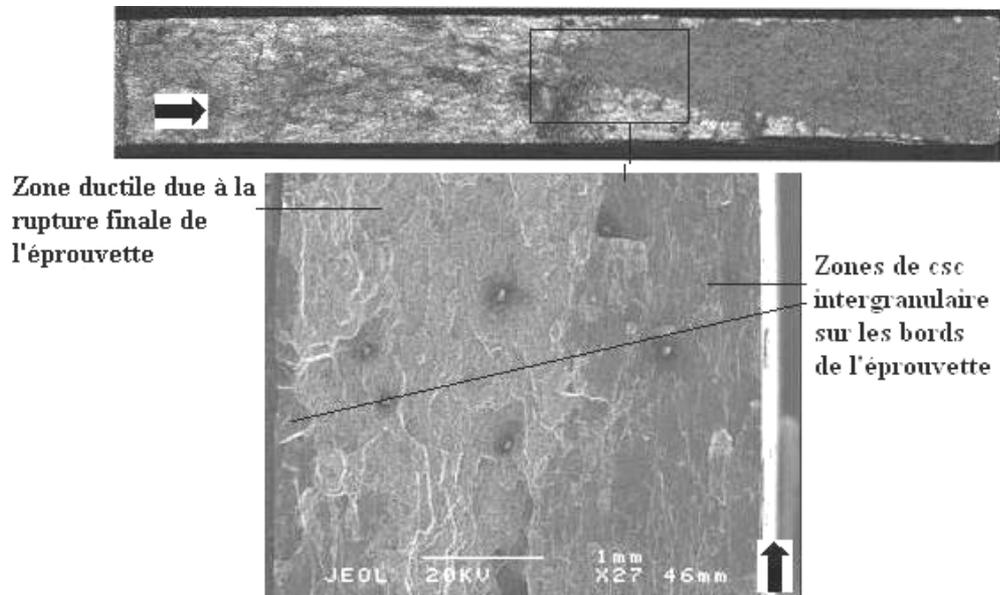


Figure III-30. Effets de bord sur une éprouvette d'épaisseur 4 mm (immersion émergence effort constant).

Par ailleurs, la fissuration s'est produite sur plusieurs plans parallèles au plan principal de fissuration. Ceci a déjà été observé sur des éprouvettes plus épaisses mais ici le caractère multiple de la fissuration est très développé. La Figure III-31 présente plusieurs plans macroscopiques de

fissuration sur les surfaces de rupture observées au MEB. Chaque petite flèche noire indique un plan de fissuration différent.

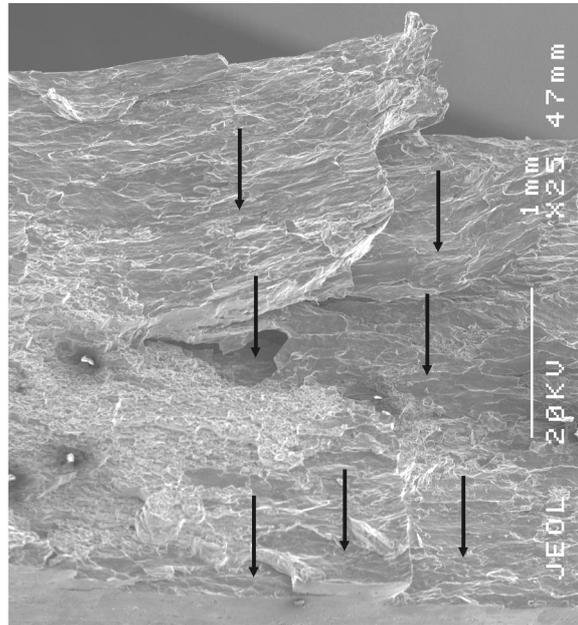
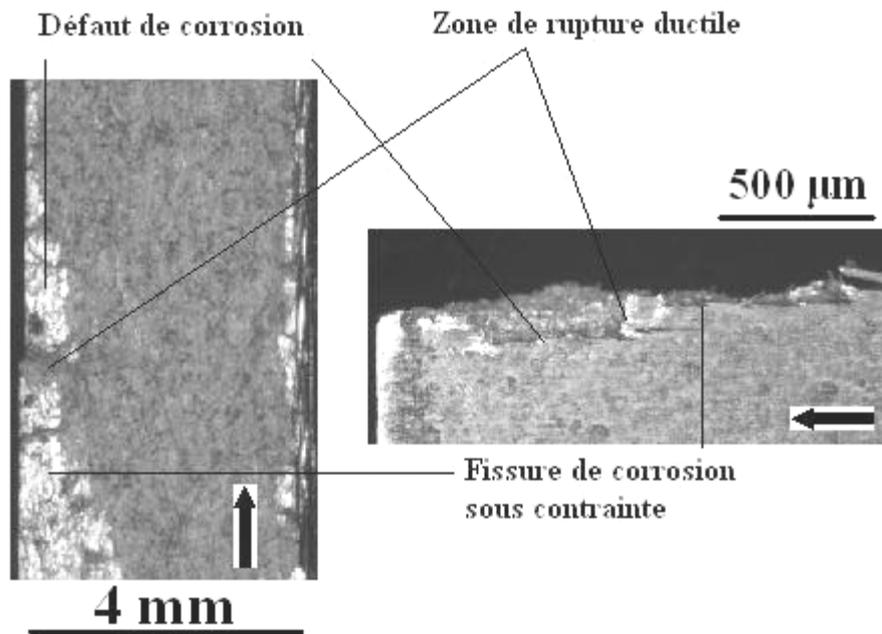
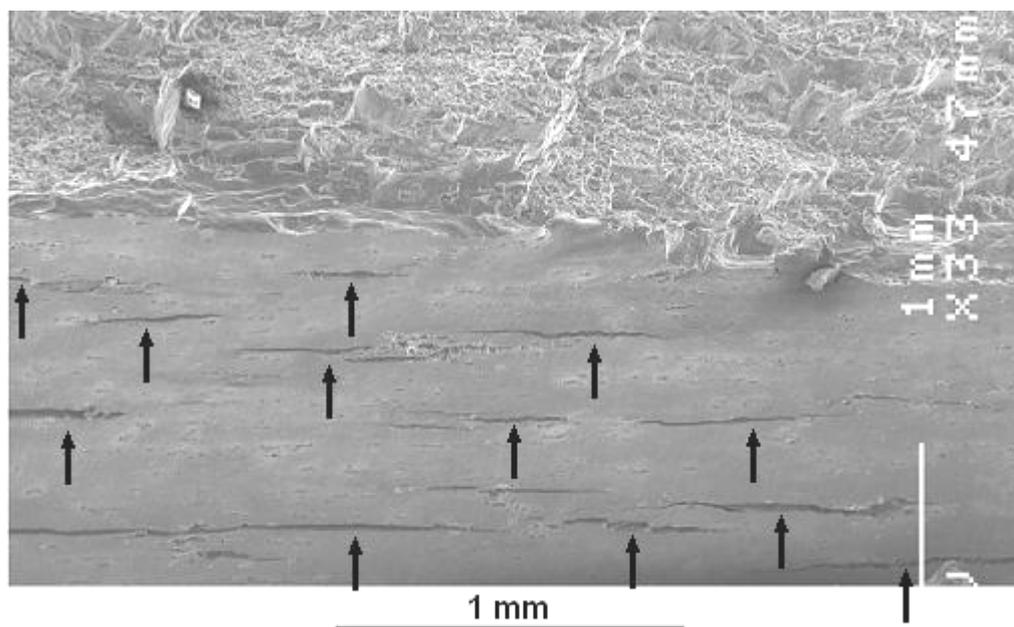


Figure III-31. Surfaces de rupture au MEB sur CT40B4. Angle 40° par rapport à la verticale (immersion émergence effort constant). Flèches noires : plans de propagation de la fissure.

L'influence de l'épaisseur lors de la rupture finale de l'éprouvette est illustrée en Figure III-32. Sur cette figure on voit que lors de la rupture catastrophique de l'éprouvette qui s'est produite durant l'essai, le plan de rupture a rejoint un défaut de corrosion initialement présent au bord de l'éprouvette. Ce défaut est relativement loin du plan principal de fissuration mais le plan de rupture a quand même pu être dévié par ce dernier. Ceci illustre la forte interaction entre un défaut de surface initialement présent et la rupture de l'éprouvette lorsque l'épaisseur diminue. La Figure III-32b donne des exemples de nombreux défauts en surface susceptibles d'interagir avec l'éprouvette lors de la fissuration et lors de la rupture finale.



(a)



(b)

Figure III-32. (a) interaction entre un défaut de surface et la fissure de corrosion sous contrainte lors de la rupture finale de l'éprouvette (b) nombreux défauts en surface susceptibles d'interagir avec l'éprouvette lors de la fissuration et lors de la rupture finale.

Pour conclure, une plus faible épaisseur d'éprouvette a deux conséquences principales :

- Une augmentation du caractère multiple de la fissuration en corrosion sous contrainte.
- Des effets de bord plus importants qui se traduisent par une augmentation de la vitesse de propagation et une plus forte interaction de la fissure principale avec des défauts de corrosion en surface lorsque la pointe de fissure arrive à leur niveau.

III.8 Modèles de propagation: effets de bord et influence de l'épaisseur

Le comportement de l'éprouvette d'épaisseur 4 mm, mais aussi les effets de bord observés entre la face vernie et la face non vernie indiquent que la fissuration en corrosion sous contrainte doit être analysée en deux dimensions, et non pas avec une seule dimension. Une illustration est donnée en Figure III-33. Un modèle pertinent pourrait utiliser un paramètre $\alpha=a/b$, afin de définir la proportion entre la composante bidimensionnelle (aux bords) et la composante unidimensionnelle de la fissuration (au cœur).

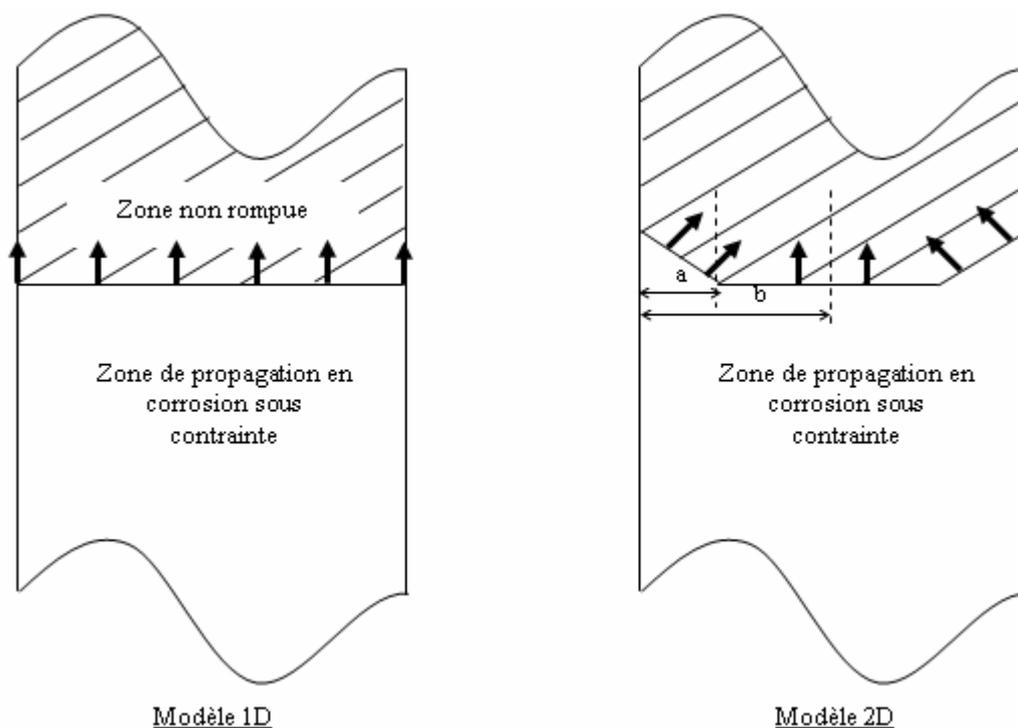


Figure III-33. Modèles 1D et 2D de fissuration en corrosion sous contrainte.

Remarque : cette déviation du front de fissure n'a été observée que sur certaines éprouvettes d'épaisseur 10 mm vernies sur une face. Ainsi, pour une épaisseur de 10 mm avec une face vernie, les effets de bord présentés dans la partie « résultats de corrosion sous contrainte » ne sont pas toujours observés. On ignore pourquoi certaines éprouvettes ont vu ces effets de bord et pourquoi le front de fissure s'est propagé de façon rectiligne sur d'autres. Si une déviation s'amorce, elle peut se résorber ou s'amplifier, suivant le chargement, la forme du front de fissure au moment de la déviation....etc.

III.9 Conclusion

Le résultat principal de la caractérisation de l'alliage 2024-T351 en fissuration par corrosion sous contrainte est qu'à effort constant, l'immersion permanente en solution à 3.5% NaCl n'est pas propice à la fissuration, et il faut soumettre le matériau à de longs cycles d'immersion émergence pour faire apparaître la corrosion sous contrainte. Aucune fissuration n'a été observée en immersion permanente pour 3 éprouvettes, à des valeurs de K comprises entre 12.9 et 19.2 MPa \sqrt{m} , avec des préfissures transgranulaires ou intergranulaires, et à effort constant, pour une durée allant jusqu'à 70 jours. La fissuration ne peut cependant pas se produire sans apport régulier de solution saline comme l'essai sous air l'a démontré. Au total, pour l'alliage 2024-T351 dans le sens S-L, en immersion émergence, une fissuration menant à rupture à une vitesse moyenne d'environ 10^{-8} m/s a été observée sur 17 éprouvettes (13 éprouvettes pour des essais de corrosion sous contrainte et 4 préfissures pour essais de fatigue corrosion). Ces éprouvettes ont été préparées avec une préfissure transgranulaire ou sans préfissure, avec une épaisseur de 4 et 10 mm, pour des chargements de type effort constant et déplacement imposé. Par ailleurs, le sens L-T résiste mieux à la fissuration en corrosion sous contrainte que le sens S-L.

La fissuration intergranulaire doit être considérée aussi bien en avant de la fissure que sur les bords du front de fissure, comme l'ont montré les effets de bord observés sur plusieurs éprouvettes. Par conséquent, il faudra prendre en compte l'épaisseur des structures réelles, mais aussi les moyens d'accès de la solution saline (faces protégées ou non).

Il convient également de noter que si les essais de traction lente couramment réalisés dans la littérature peuvent fournir des indications sur le type de rupture apparaissant en fonction de l'environnement, et sur les vitesses de propagation (si la vitesse de déformation est suffisamment lente [3]), la sensibilité à l'environnement de l'alliage 2024-T351 sous effort statique constant ne peut pas être finement caractérisée par ce type d'essais. En effet ils échouent à reproduire l'absence de fissuration en immersion permanente et la nécessité d'exposer la fissure à une immersion-émergence.

Dans le chapitre « discussion » du rapport, nous analyserons plus en détail la différence entre l'immersion émergence et l'immersion permanente. Nous discuterons différentes hypothèses susceptibles d'expliquer pourquoi l'immersion émergence donne une nette fissuration alors que l'alliage est résistant à la corrosion sous contrainte en immersion permanente.

Références Bibliographiques

1. M.O. Speidel, Stress Corrosion Cracking of Aluminium Alloys, *Met. Trans.*, 6A, 1975. p. 631.
2. D. Rhodes, J.K. Musuva, and J.C. Radon, The significance of stress corrosion cracking in corrosion fatigue crack growth studies, *Engineering Fracture Mechanics*, 15(3-4), 1981. p. 407-419.
3. W. Dietzel, K.-H. Schwalbe, and D. Wu, Application of fracture mechanics techniques to the environmentally assisted cracking of aluminium 2024, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 12(6), 1989. p. 495-510.
4. M.V. Hyatt, Use of Precracked Specimens in Stress Corrosion Testing of High Strength Aluminum Alloys, *Corrosion*, 26(11), 1970. p. 487-503.
5. M.J. Robinson and N.C. Jackson, The Influence of grain structure and intergranular corrosion rate on exfoliation and stress corrosion cracking of high strength Al-Cu-Mg alloys, *Corrosion Science*, 41, 1999. p. 1013-1028.
6. R. Develay, Aluminium et alliages d'aluminium corroyés : propriétés métalliques. M438, in www.techniques-ingenieur.fr.
7. M.R. Bayoumi, The mechanics and mechanisms of fracture in stress corrosion cracking of aluminium alloys, *Engineering Fracture Mechanics*, 54(6), 1996. p. 879-889.
8. L. Schra and R.J.H. Wanhill, The influence of different environments on SCC of high strength aluminium alloy forgings, *Aluminium*, 59(3), 1983. p. 191-194.
9. R.C. Dorward and K.R. Hasse, Flaw growth in high strength Al-Zn-Mg-Cu alloys exposed to stress corrosion environments, *Corrosion*, 34(11), 1978. p. 386-395.
10. J.G. Rinker, M. Marek, and T.H. Sanders, Microstructure, Toughness and Stress Corrosion Cracking Behavior of Aluminum Alloy 2020, *Materials Science and Engineering*, 64, 1984. p. 203-211.
11. D.O. Sprowls, J.W. Coursen, and J.D. Walsh, Evaluating Stress-Corrosion Crack-Propagation Rates in High-Strength Aluminum Alloys with Bolt Loaded Precracked Double-Cantilever Beam Specimens, *ASTM STP 610*, 1976. p. 143-156.
12. K.R. Cooper, L.M. Young, R.P. Gangloff, and R.G. Kelly, The electrode potential dependence of environment-assisted cracking of AA 7050, in *Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties, Pts 1-3*. 2000, TRANS TECH PUBLICATIONS LTD: Zurich-Uetikon. p. 1625-1633.
13. S.M. Lee, S.I. Pyun, and Y.G. Chun, A Critical-Evaluation of the Stress-Corrosion Cracking Mechanism in High-Strength Aluminum-Alloys, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 22(10), 1991. p. 2407-2414.
14. D.O. Sprowls and R.H. Brown, Stress corrosion mechanism for aluminum alloys, International corrosion conference series NACE 1. 1969.

IV Résultats expérimentaux de fatigue sous vide et sous air

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons les résultats expérimentaux en fissuration par fatigue sous ultravide et sous air de l'alliage 2024-T351.

La première partie est dédiée aux résultats sous ultravide, ce qui permettra l'étude du comportement intrinsèque du matériau dans la suite du rapport. Les deux sens de prélèvement sont considérés à $R=0.7$ et seul le sens S-L est considéré à $R=0.1$.

La deuxième partie traitera des résultats sous air. Nous caractériserons le comportement dans le sens S-L à $R=0.1$ et les deux sens de prélèvement à $R=0.7$. Nous analyserons également l'influence de l'épaisseur de l'éprouvette.

L'analyse des vitesses de propagation est basée sur les observations microscopiques des chemins de fissure et des surfaces de rupture. L'observation des chemins de fissure ne représente qu'une indication partielle mais elle permet parfois d'appréhender les mécanismes de fissuration plus simplement que sur les surfaces de rupture.

IV.2 Caractérisation du 2024-T351 en fatigue sous ultravide

IV.2.1 Courbes nominales

La Figure IV-1 présente les vitesses de propagation de fissure nominales mesurées sous ultravide et tracées en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK pour deux rapports de charge : $R=0.1$ et $R=0.7$. Les courbes obtenues pour les deux rapports de charge sont très proches. Pour le rapport $R=0.1$, deux régimes apparaissent, correspondant à deux pentes différentes pour la droite da/dN en fonction de ΔK en échelle log-log. Jusqu'à $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ la pente est élevée, environ 9. Ensuite, la pente est plus faible, environ 5.6. Seul le premier régime a été observé pour la valeur $R=0.7$ (du rapport de charge) car le facteur d'intensité de contrainte maximal K_{\max} étant plus élevé qu'à $R=0.1$ pour un même ΔK , la plage de ΔK disponible avant l'apparition du domaine III de la courbe $da/dN - \Delta K$ est plus réduite.

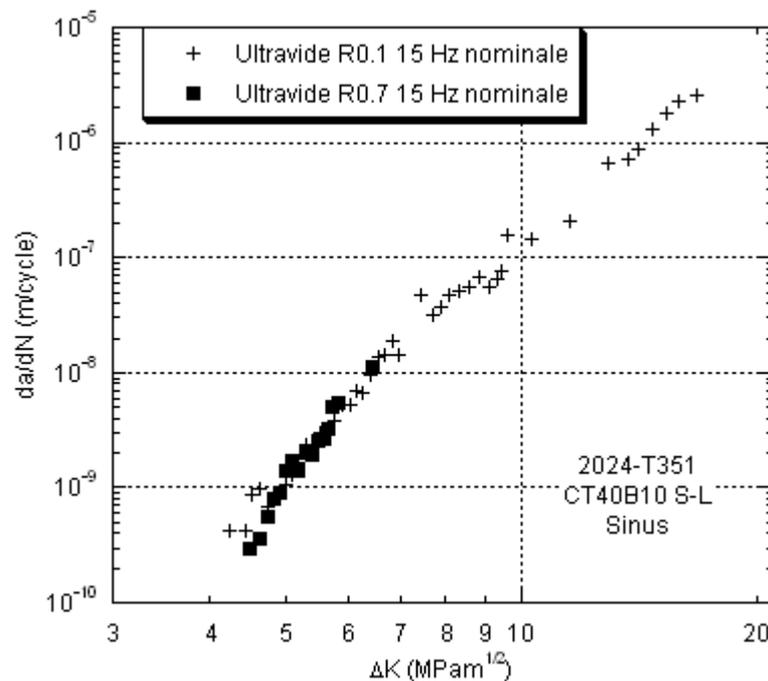


Figure IV-1. Courbes nominales de fissuration sous ultravide à $R=0.1$ et 0.7 .

IV.2.2 Prise en compte des effets de fermeture

La Figure IV-2 donne les vitesses de fissuration effectives sous ultravide, donc après prise en compte de la fermeture de fissure. Pour le rapport $R=0.7$ aucune fermeture n'a été détectée. Une légère fermeture a pu être décelée pour $R=0.1$ aux faibles valeurs de ΔK . Les courbes effectives ont la même

allure et sont très rapprochées. Cependant, pour les faibles ΔK la différence de vitesses entre $R=0.1$ et $R=0.7$ s'accroît et les vitesses pour $R=0.1$ sont plus élevées que pour $R=0.7$.

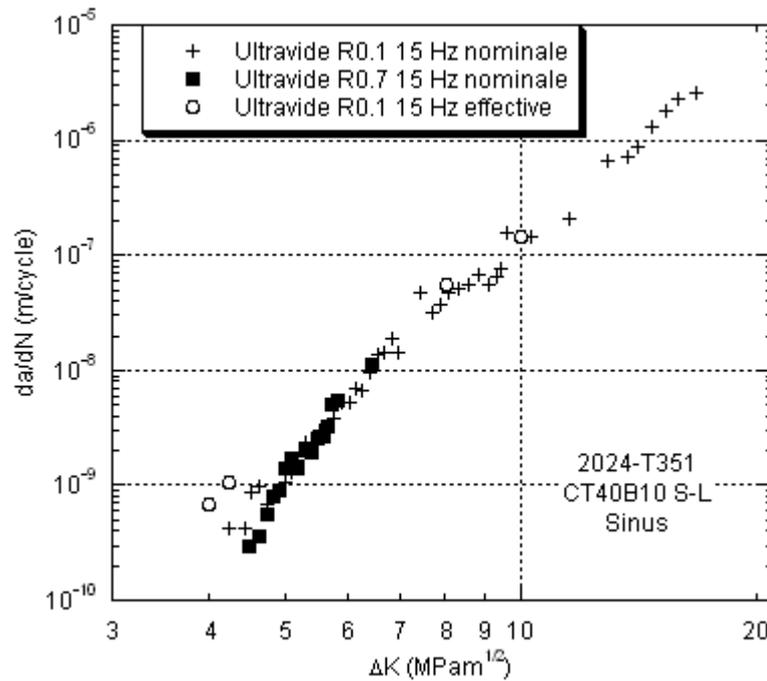


Figure IV-2. Courbes nominales et effectives de fissuration sous ultravide à $R=0.1$ et 0.7 .

IV.2.3 Chemins de fissure et surfaces de rupture

Comme expliqué dans la bibliographie, les alliages d'aluminium à durcissement structural présentent deux modes de fissuration intrinsèques : le pseudo-stade I et le stade II. Nous allons donc analyser les chemins de fissure et les surfaces de rupture avec comme principal objectif d'identifier l'un ou l'autre de ces modes de fissuration. Si les deux modes sont rencontrés nous tenterons alors de caractériser l'influence du chargement mécanique sur leur domaine d'existence et de prédominance.

IV.2.3.1 Rapport de charge $R=0.1$

A $R=0.1$, le chemin de fissure indique une propagation majoritairement transgranulaire (Figure IV-3). Ceci est cohérent avec la nature des mécanismes intrinsèques de fissuration des alliages d'aluminium, le pseudo-stade I et le stade II intrinsèque.

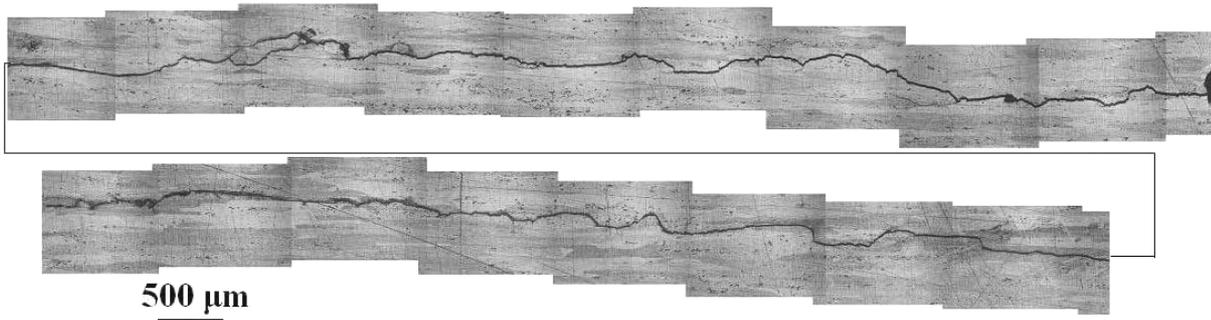
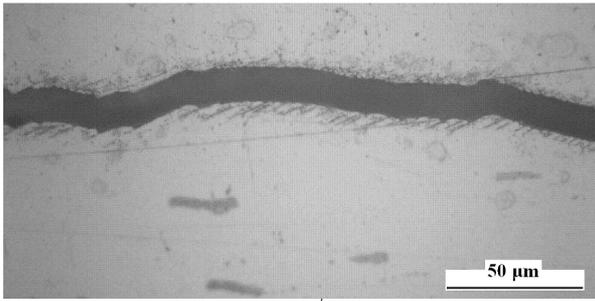
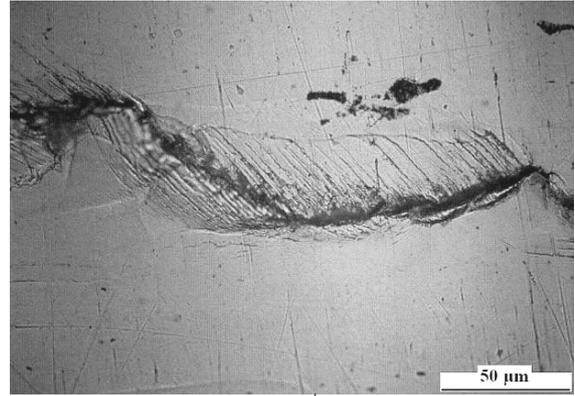


Figure IV-3. Chemin de fissure sous ultravide. $R=0.1$. Sens S-L. Propagation de droite à gauche.

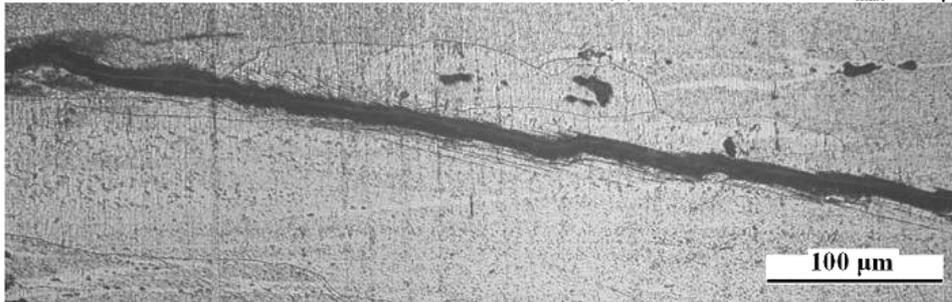
Des bandes de glissement (persistantes) apparaissent nettement (Figure IV-4). De manière générale la densité et la longueur maximale de ces bandes augmentent avec ΔK . Ce résultat dépend toutefois de l'orientation cristallographique des grains en fonction de la direction de propagation de la fissure et de la direction de chargement. Si la direction de fissuration suit une direction de glissement favorable du réseau cristallin, les bandes sont parallèles à la fissure, longues et peu nombreuses (Figure IV-4c). Dans le cas contraire, les bandes sont inclinées par rapport à la fissure, plus courtes et plus denses (Figure IV-4a-b-d). Les aspects de la Figure IV-4 plaident plutôt en faveur d'une fissuration en stade II.



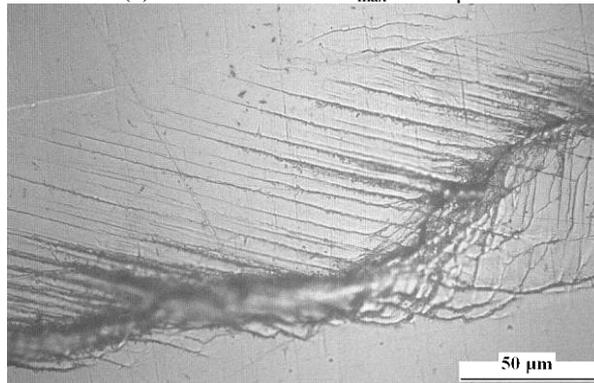
(a) $\Delta K=6.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. $l_{\text{max}}=9 \text{ }\mu\text{m}$



(b) $\Delta K=15.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. $l_{\text{max}}=47 \text{ }\mu\text{m}$



(c) $\Delta K=7.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. $l_{\text{max}}=118 \text{ }\mu\text{m}$



(d) $\Delta K=16.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. $l_{\text{max}}=140 \text{ }\mu\text{m}$

Figure IV-4. Bandes de glissement sous vide à $R=0.1$. Propagation de droite à gauche.

Aux faibles valeurs de ΔK , des bandes de glissement sont observées seulement lors d'un branchement, suivi d'un changement de direction de la fissure (Figure IV-5a-b). Pour une plus forte valeur de ΔK , un branchement du même type mais de taille plus importante est présent sur le chemin de fissure (Figure IV-5c).

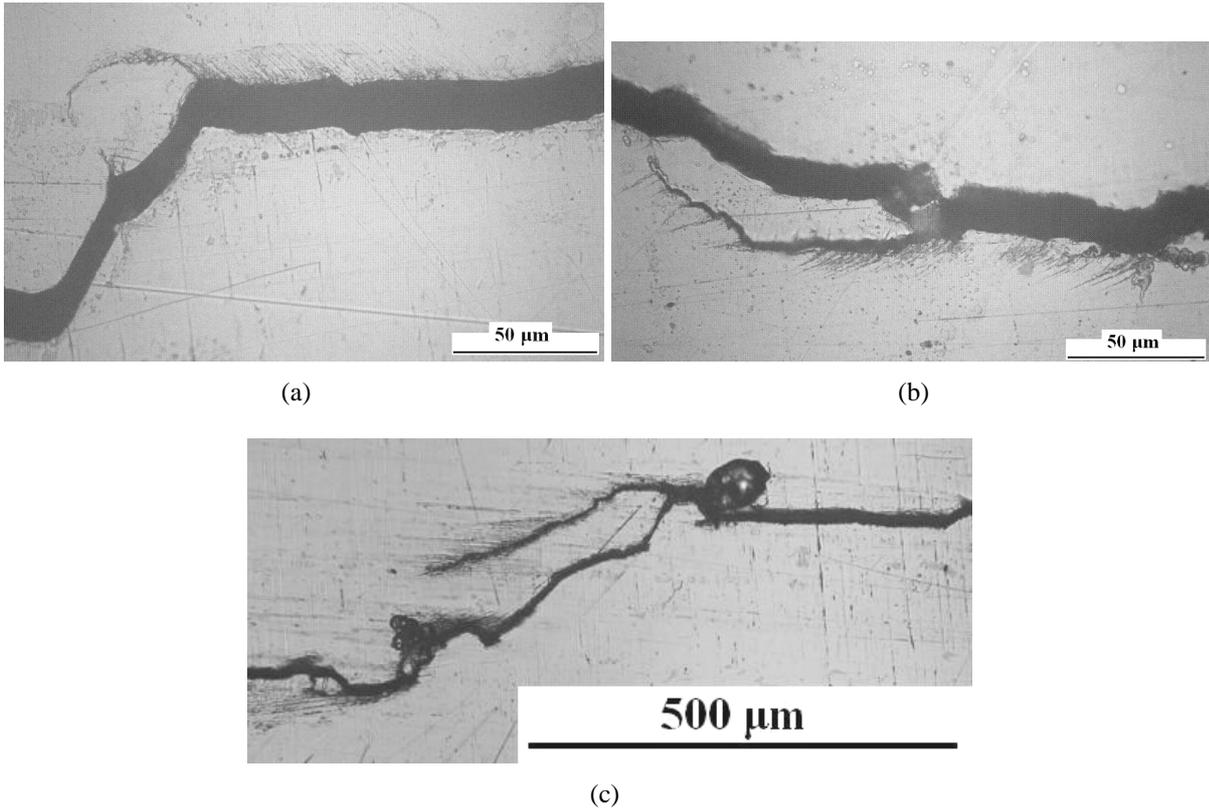
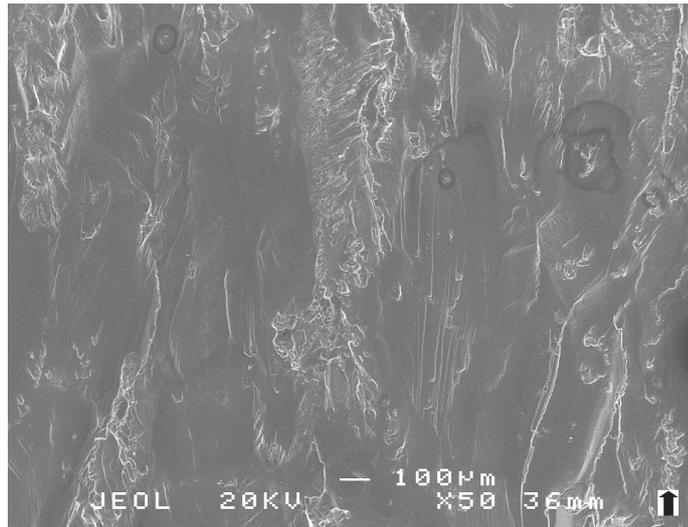
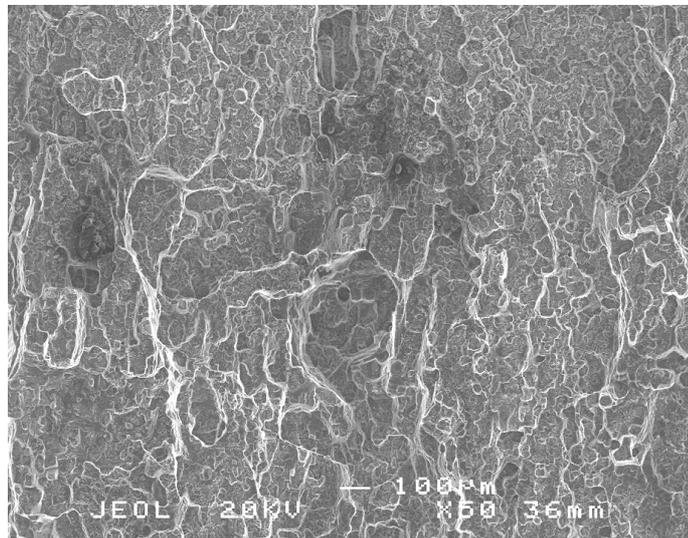


Figure IV-5. Branchements sous vide à R=0.1. (a) $\Delta K=5.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) $\Delta K=5.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (c) $\Delta K=7.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

Les observations des surfaces de rupture confirment la prédominance du stade II (Figure IV-6). Des cupules se formant par coalescence de vide ou cisaillement au niveau de précipités intermétalliques grossiers sont détectées sur toute la plage de ΔK considérée, cependant elles sont rares aux faibles ΔK et de plus en plus nombreuses lorsque le chargement augmente. Ceci est cohérent avec la littérature disponible sur les alliages d'aluminium [1]. Finalement, pour les fortes valeurs de ΔK , le mécanisme menant à la formation de ces cupules domine, mécanisme induisant une propagation en stade II.



(a) $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$



(b) $\Delta K=18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Figure IV-6. Surfaces de rupture sous ultravide pour $R=0.1$.

Aux faibles valeurs de ΔK (juste après la préfissure), un mode de rupture cristallographique caractéristique du pseudo-stade I est observé mais il ne constitue pas le mécanisme dominant. Un exemple est donné en Figure IV-7.

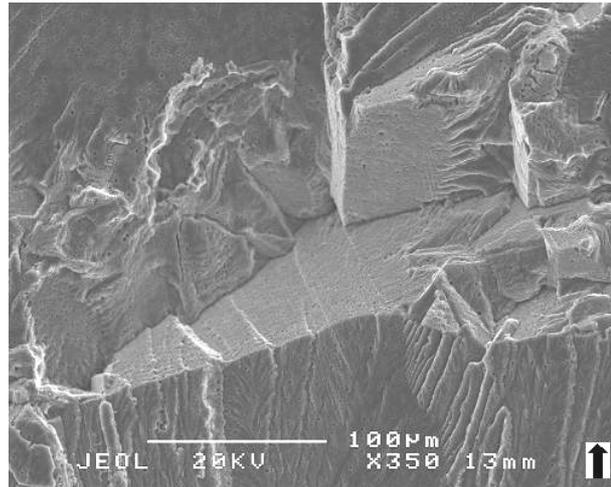


Figure IV-7. Aspects cristallographiques typiques du pseudo-stade I. Ultravide. $R=0.1$. $\Delta K=4.5$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

On retrouve également les deux mécanismes de formation de cupules (Fatigue Void Coalescence FVC et Micro-Void coalescence MVC) décrits par Sunder [2], et illustrés dans le chapitre « bibliographie » du rapport.

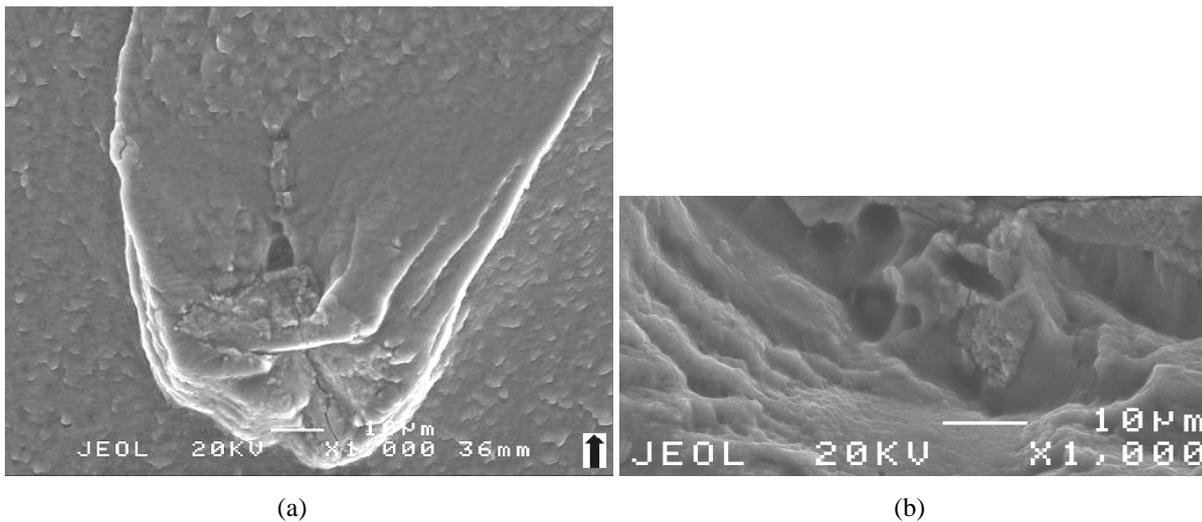


Figure IV-8. Cupules observés sous ultravide à $R=0.1$. (a) par mécanisme de type FVC $\Delta K=7$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) par mécanisme de type MVC $\Delta K=12$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (selon la terminologie de Sunder [2]).

Finalement, sous ultravide, à $R=0.1$, la fissuration est principalement de type stade II avec propagation par quasi clivage et formation de cupules, même si aux faibles valeurs de ΔK on observe quelques aspects de pseudo-stade I. Par ailleurs, aucune strie de fatigue n'a été détectée.

IV.2.3.2 Rapport de charge $R=0.7$

Le chemin de fissure indique une propagation transgranulaire (Figure IV-9). Il semble qu'un compromis entre pseudo-stade I et stade II existe sur tout le chemin de fissure (Figure IV-10).



Figure IV-9. Chemin de fissure sous ultravide. R=0.7. Sens S-L. Propagation de droite à gauche.

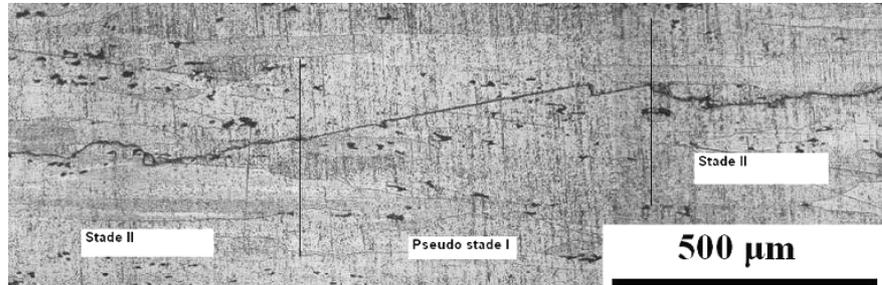


Figure IV-10. Pseudo-stade I et stade II. Vide. R=0.7. $\Delta K=6.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

Les bandes de glissement ne sont pas nombreuses et difficiles à déceler (Figure IV-11). La Figure IV-11c montre une transition entre le stade II intrinsèque, où les bandes de glissement sont très inclinées par rapport à la direction de la fissure et le pseudo-stade I où les bandes sont plus longues, moins nombreuses et parallèles à la fissure. On peut aussi noter que dans la zone de stade II intrinsèque les bandes semblent s'arrêter lorsqu'elles rencontrent un joint de grain.

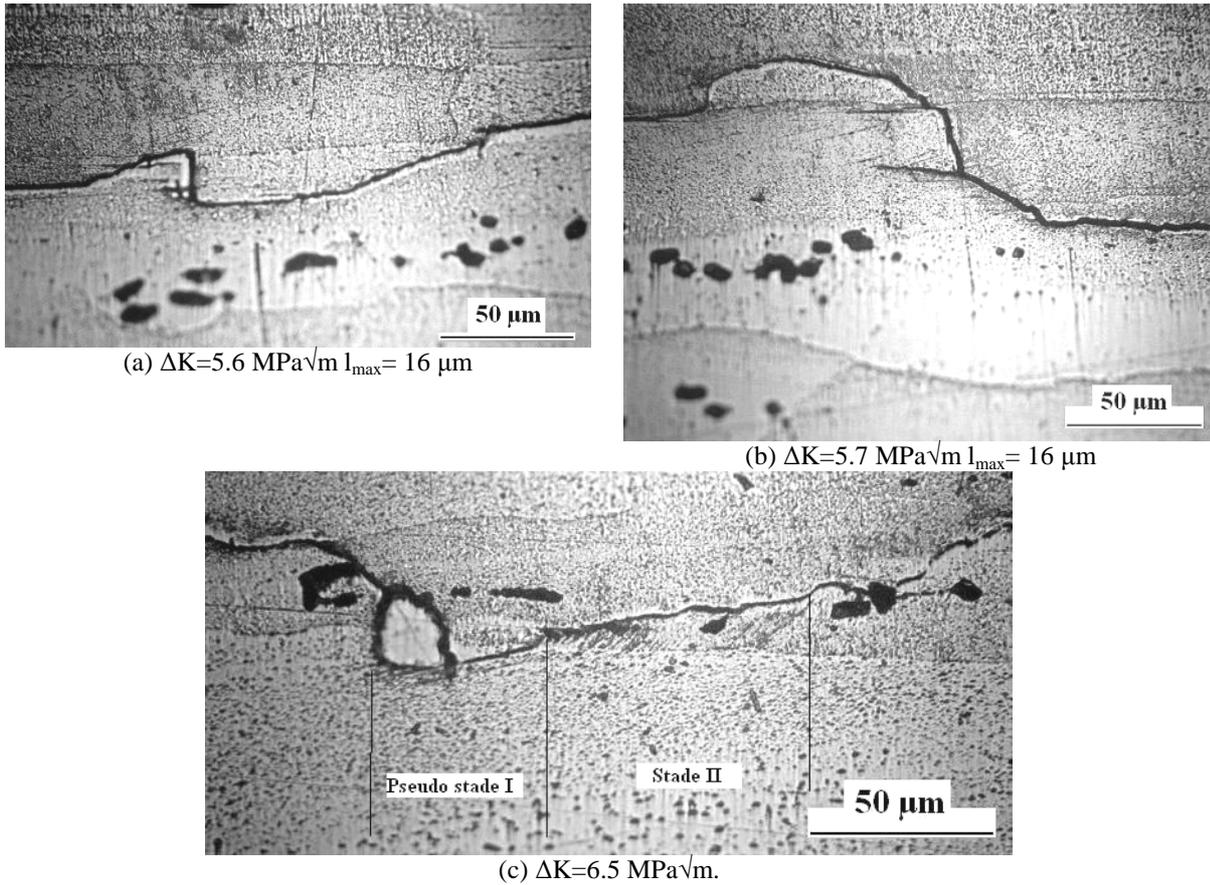


Figure IV-11. Vide. $R=0.7$. Evolution des bandes de glissement en fonction de ΔK . Propagation de droite à gauche.

Les surfaces de rupture sont fournies en Figure IV-12 et Figure IV-13. Pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ le pseudo-stade I est très marqué mais le stade II est aussi présent (Figure IV-12).

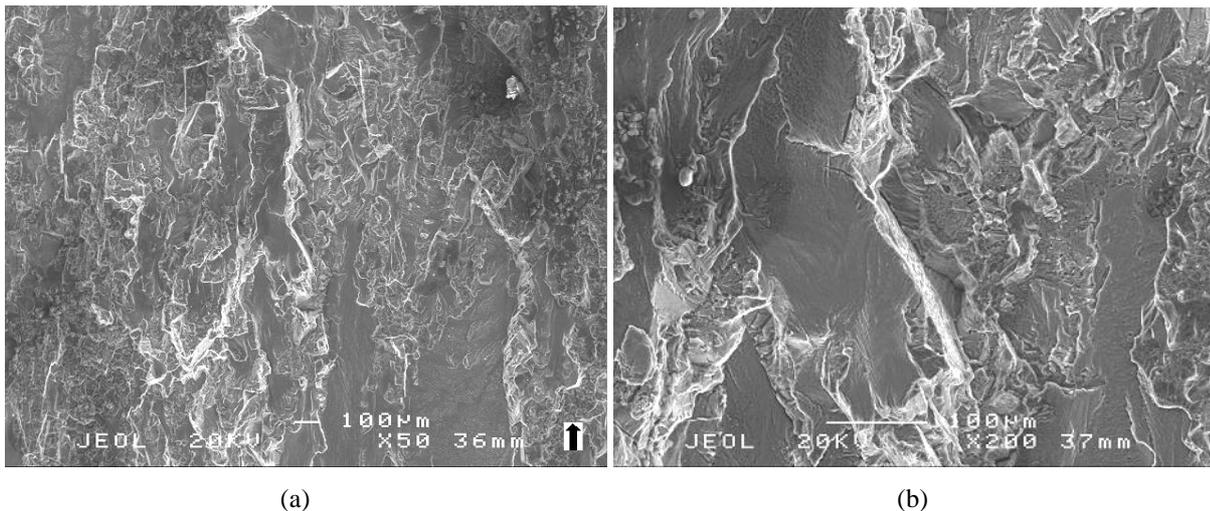
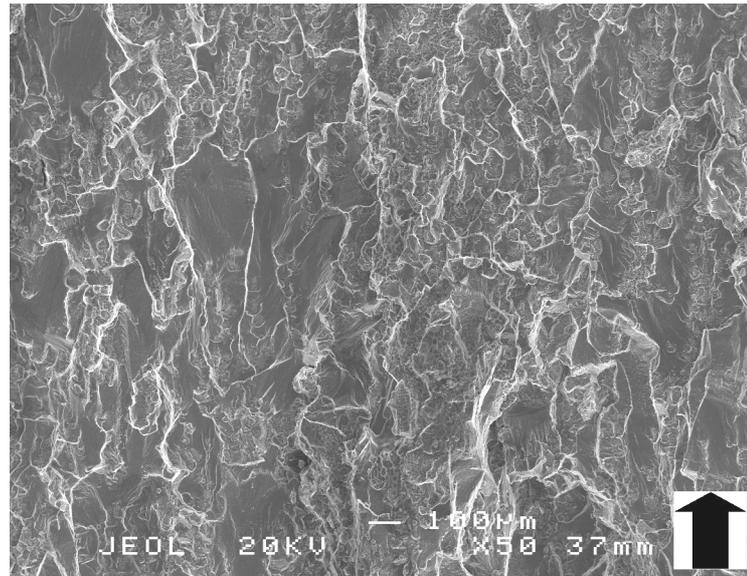
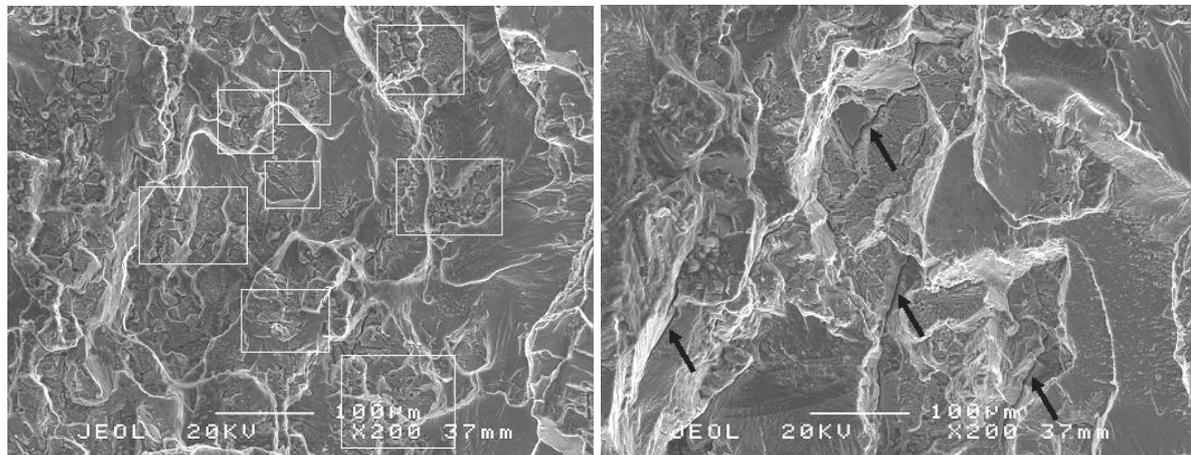


Figure IV-12. Fatigue sous vide à $R=0.7$. $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) vue générale (b) vue détaillée.



(a)



(b)

(c)

Figure IV-13 : Fatigue sous vide à $R=0.7$. $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) vue générale (b) stade II. Carrés blancs : colonies de cupules. (c) pseudo-stade I. Flèches noires : fissures secondaires.

La Figure IV-13a donne une vue générale pour un ΔK moyen de $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. L'observation à un plus fort grossissement fait ressortir deux aspects typiques : de nombreuses colonies de cupules en Figure IV-13b (carrés blancs), et un fort caractère cristallographique en Figure IV-13c marqué par des fissures secondaires (flèches noires). Ces fissures secondaires sont typiques du pseudo-stade I qui engendre généralement beaucoup de branchement.

En conclusion, au rapport de charge $R=0.7$, les deux modes de fissurations apparaissent. Aux faibles valeurs de ΔK le pseudo-stade I semble dominer. Lorsque le chargement augmente, cette domination diminue au profit du stade II, et notamment au profit de la propagation en stade II par formation de cupules. Par ailleurs, comme pour $R=0.1$, aucune strie de fatigue n'a été détectée.

IV.2.4 Influence du sens de prélèvement

IV.2.4.1 Vitesses de fissuration

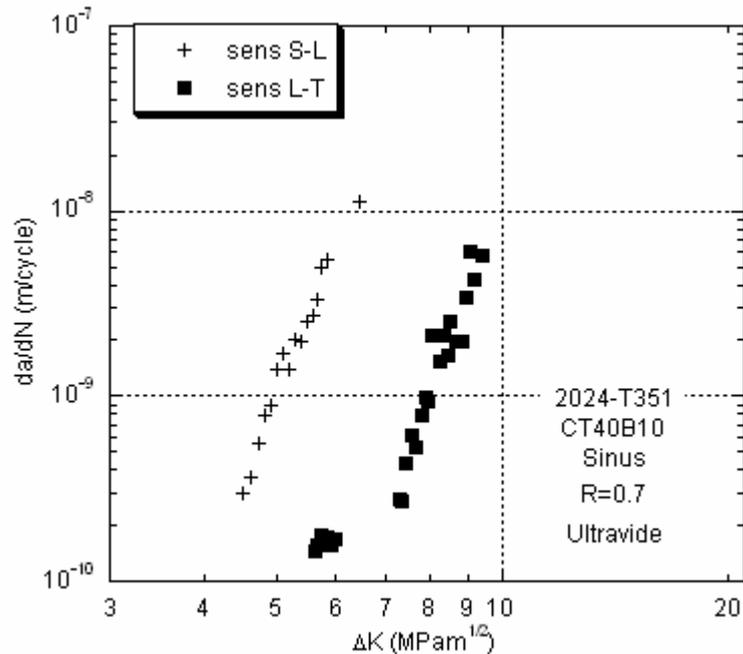


Figure IV-14. Courbes de fissuration pour les sens L-T et S-L sous ultravide à R=0.7.

La Figure IV-14 montre les vitesses de fissuration sous ultravide, à R=0.7, pour les sens S-L et L-T. On observe une nette diminution des vitesses de fissuration lorsque que l'éprouvette est prélevée et sollicitée dans le sens L-T. La fissuration sous ultravide n'étant pas soumise aux effets d'environnement, seule la microstructure est responsable de cette diminution des vitesses. Cependant il faut noter que la fermeture de fissure n'a pas été mesurée. L'influence possible de la fermeture de fissure sera discutée ultérieurement.

Dans cette partie nous observerons tout d'abord les chemins de fissure et les surfaces de rupture du sens L-T indépendamment du sens S-L. Dans la partie discussion nous comparerons les deux sens en essayant d'expliquer l'écart remarqué sur les vitesses de fissuration.

IV.2.4.2 Chemins de fissure et surfaces de rupture

Comme pour le sens S-L, on tentera ici d'identifier les deux mécanismes intrinsèques de fissuration en fatigue des alliages d'aluminium. Par ailleurs, indépendamment de l'identification de ces deux mécanismes, toute observation sur les chemins de fissure et surface de rupture sera reportée afin de fournir un maximum d'éléments de comparaison avec le sens S-L.

Le chemin de fissuration pour le sens L-T sous ultravide est présenté en Figure IV-15. Après la pré-fissure de fatigue sous air, on observe l'apparition d'un pseudo-stade I marqué (détail en Figure

IV-16), avec de nombreux branchements ramifiés. Ces branchements se propagent en pseudo-stade I, comme le montre la Figure IV-17.

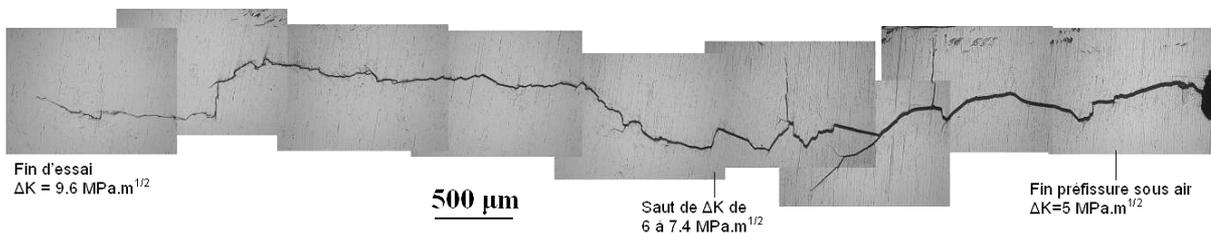


Figure IV-15. Chemin de fissure sous ultravide pour le sens L-T à R=0.7. Propagation de droite à gauche.

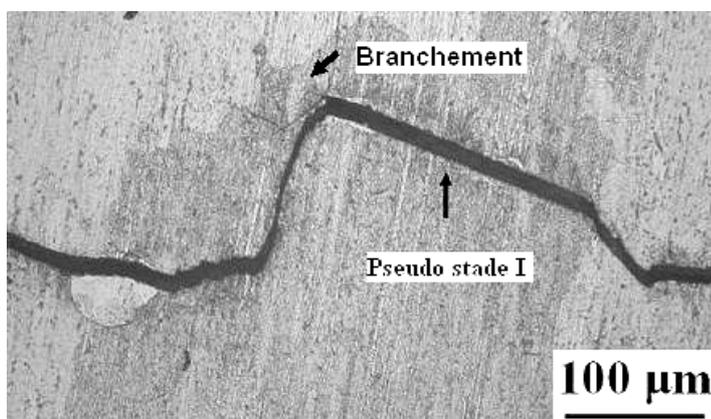


Figure IV-16. Exemple de pseudo-stade I. Ultravide. R=0.7. Sens L-T. $\Delta K=5.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

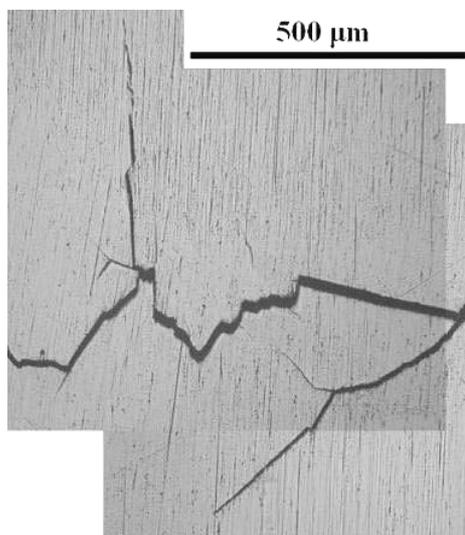


Figure IV-17. Fissures secondaires ramifiées. Ultravide. R=0.7. Sens L-T. $\Delta K=5.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

Après le saut de ΔK pour diminuer le temps d'essai, d'autres branchements sont détectés mais ils sont nettement moins développés (Figure IV-18). Ces branchements ne se propagent plus en pseudo-stade I et proviennent de l'interaction avec des précipités intermétalliques grossiers. Par

ailleurs, sur la Figure IV-18a on voit que ces précipités peuvent aussi être cisailés sous l'action du chargement mécanique, créant localement une petite fissure secondaire qui ne rentre jamais en contact avec la fissure principale.

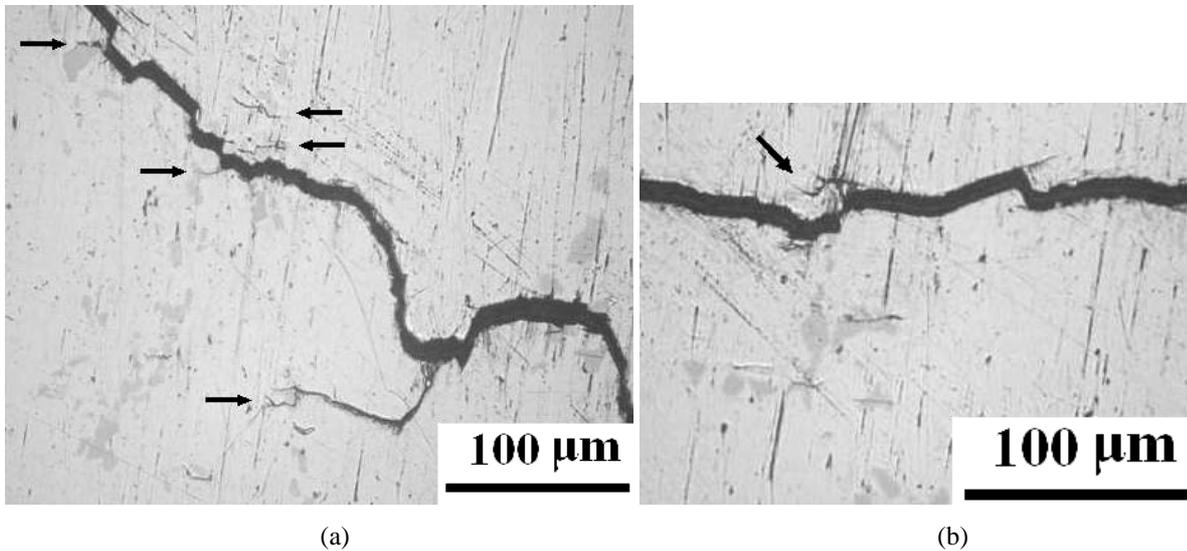


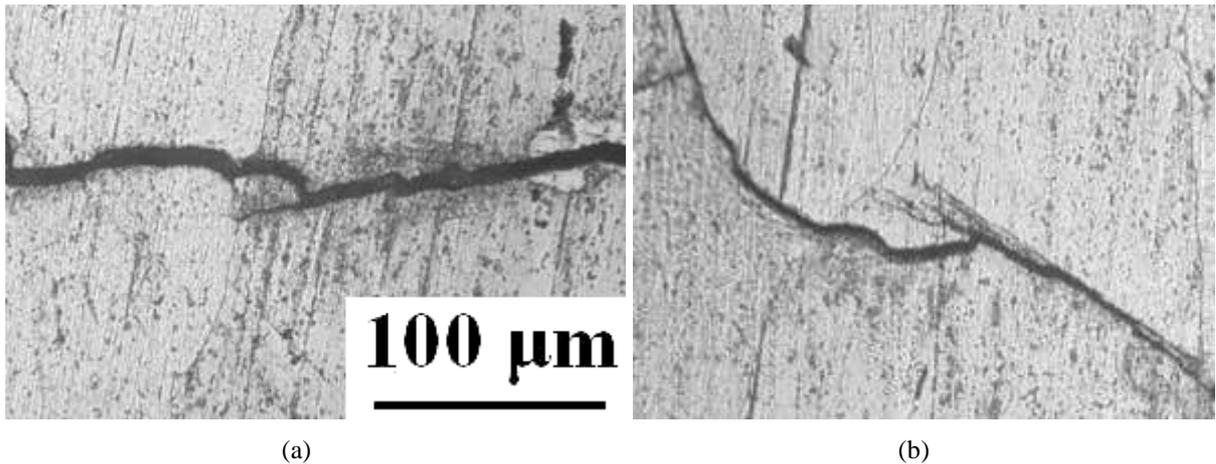
Figure IV-18. Interactions entre la fissure et des précipités intermétalliques grossiers. Ultravide. R=0.7. Sens L-T. (a) $\Delta K=7.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. (b) $\Delta K=7.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

La Figure IV-19 montre l'effet barrière d'un joint de grains (flèche noire). Cet effet se caractérise par une déviation de la direction de propagation.



Figure IV-19. Effet barrière d'un joint de grains (flèche noire). Ultravide. R=0.7. Sens L-T. $\Delta K=8.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

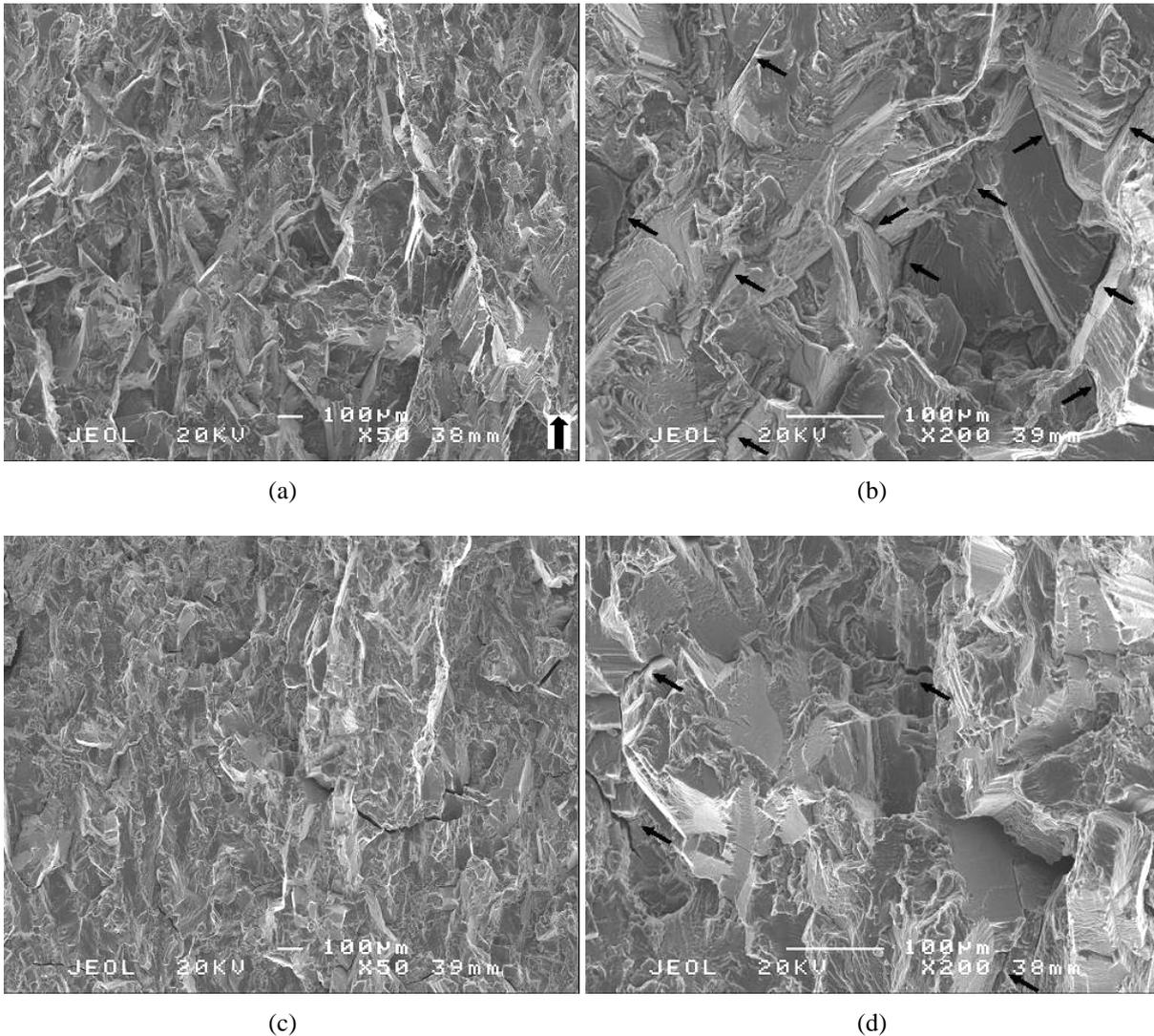
Enfin, avant de passer à l'analyse des surfaces de rupture, une dernière observation peut être extraite du chemin de fissuration. Lorsque la fissure se propage dans un grain, elle semble dévier juste avant de rencontrer le prochain joint de grains, tout en laissant un léger branchement rejoindre le joint avec la direction de propagation initiale. Comme la fissure dévie régulièrement cette observation n'est peut-être qu'une coïncidence mais il est intéressant de le mentionner ici. Des exemples sont donnés en Figure IV-16 et Figure IV-20.



(a) (b)
Figure IV-20. Déviation de la fissure juste avant de rencontrer un joint de grains. Ultravide. R=0.7. Sens L-T. (a) $\Delta K=8.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. (b) $\Delta K= 8.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

En résumé, les chemins de fissure indiquent une nette domination du pseudo-stade I, marquée par un fort effet barrière des joints de grains et de nombreux branchements aux faibles valeurs de ΔK .

Les surfaces de rupture confirment ce que l'on peut voir sur les chemins de fissure, à savoir un pseudo-stade I très prononcé, même aux très forts ΔK (Figure IV-21). De nombreuses fissures secondaires sont visibles (flèches noires), suggérant une fissuration en pseudo-stade I.



**Figure IV-21. Fatigue sous vide. $R=0.7$ sens L-T. (a)-(b) $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (c)-(d) $\Delta K=9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.
Flèches noires : fissures secondaires.**

En conclusion, dans le sens L-T, le pseudo-stade I est extrêmement prononcé sur toute la gamme de chargement explorée. Les vitesses de fissuration sont nettement plus faibles que pour le sens S-L avec presque un ordre de grandeur de diminution. Cependant il est important de noter que la fermeture de fissure n'a pas été prise en compte. Après prise en compte de cette fermeture, la différence serait certainement plus faible car plus le pseudo-stade I est prononcé, plus la fermeture est importante, et on observe plus de pseudo-stade I dans le sens L-T que dans le sens S-L. Comme pour le sens S-L, aucune strie n'est observée.

IV.3 Caractérisation du 2024-T351 en fatigue sous air

IV.3.1 Courbes nominales

Les courbes de propagation nominales, donc sans prise en compte de la fermeture de fissure, sont données en Figure IV-22. Les vitesses sont plus élevées pour $R=0.7$ que pour $R=0.1$. Nous verrons plus tard si cela est essentiellement dû à un effet de fermeture de fissure. Pour le rapport de charge $R=0.7$, autour de 3×10^{-9} m/s, on observe une modification de la pente de la droite. Ce léger plateau sera analysé ultérieurement. Pour $R=0.1$, la pente de la droite est de 4.7. Pour $R=0.7$, après le léger plateau observé à 3×10^{-9} m/s, la pente est de 4.3.

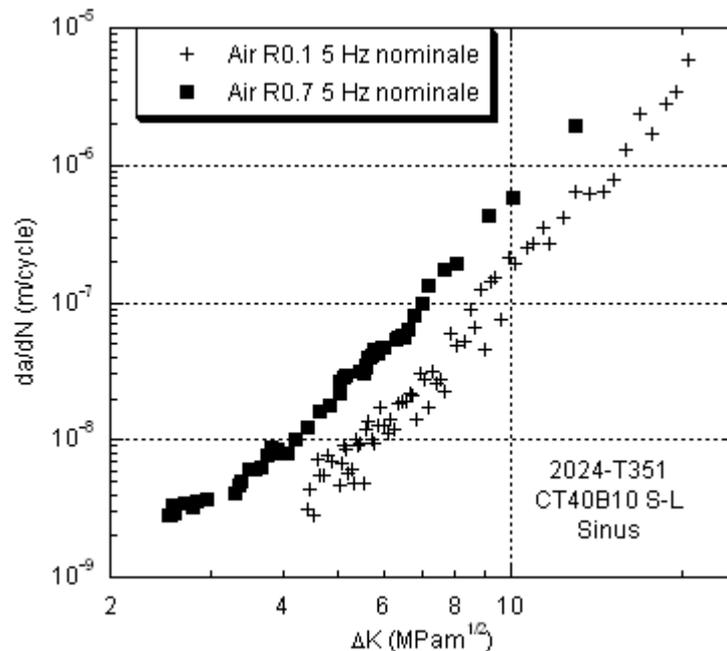


Figure IV-22. Courbes nominales de fissuration sous air à $R=0.1$ et 0.7 .

IV.3.2 Prise en compte des effets de fermeture

Aucune fermeture n'a été détectée à $R=0.7$ donc les vitesses nominales et effectives sont les mêmes. Après correction pour le rapport de charge $R=0.1$, les vitesses effectives des deux rapports sont presque identiques. On voit donc que l'influence du rapport de charge peut être essentiellement expliquée par la notion de fermeture de fissure. Notons tout de même qu'aux faibles ΔK les vitesses pour $R=0.1$ semblent supérieures aux vitesses pour $R=0.7$.

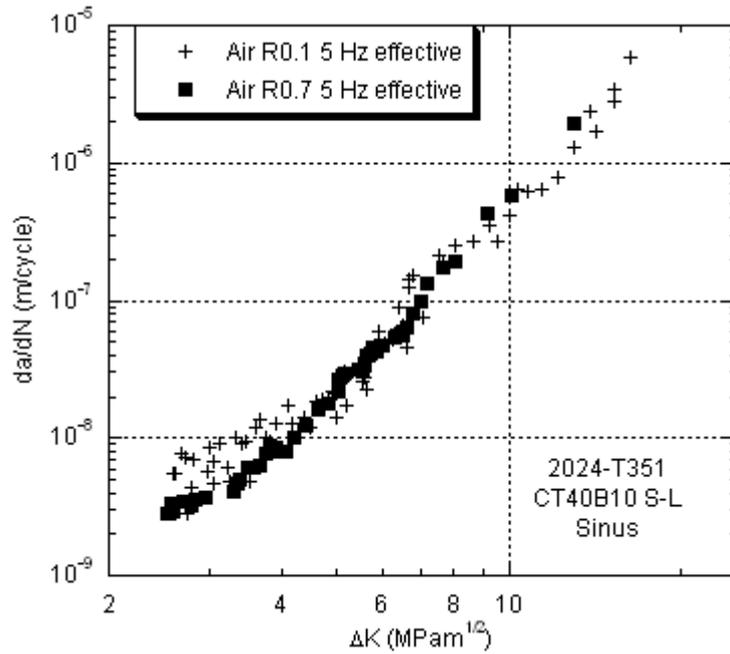


Figure IV-23. Courbes effectives de fissuration sous air à R=0.1 et 0.7.

IV.3.3 Comparaison avec les modèles de la littérature

Afin de vérifier les résultats expérimentaux exposés ici, les vitesses de propagation sont comparés à quelques données et lois empiriques de la littérature (Tableau IV-1). Maymon [3] a développé son modèle de telle sorte qu'une seule expression soit valable pour tout rapport de charge R. McMaster et Smith [4] corrélaient directement les vitesses de fissuration qu'ils mesurent avec le facteur d'intensité de contraintes efficace, donc indépendant de la fermeture de fissure. L'équation NASGRO [5, 6] a été développée par Forman et Newman à la NASA, de Koning au NLR et Henriksen à l'ESA. Cette équation a pour avantage de décrire tout le domaine de propagation, du seuil jusqu'à rupture. Par l'intermédiaire de la fonction f, la fermeture de fissure est prise en compte. L'épaisseur de l'éprouvette est prise en compte par l'intermédiaire de la fonction K_{crit} .

Modèle NASGRO	$\frac{da}{dN} = C \cdot \left[\left(\frac{1-f}{1-R} \right) \cdot \Delta K \right]^n \cdot \frac{\left(1 - \frac{\Delta K_{th}}{\Delta K} \right)^p}{\left(1 - \frac{K_{max}}{K_{crit}} \right)^q}$ <p> C=7.073x10⁻¹¹ ; n=3.353 ; p=0.5 ; q=1 ; ΔK₀=2.857 ; C_{th}=1.5 ; α=1.5 ; S_{max}/S₀=0.3 Valable pour -0.3≤R≤0.7 2024-T351 Sens T-L. E=73084 MPa ; Re=358 MPa ; K_{IC}=31.8 MPa√m </p>
Mc Master & Smith. 2001. [4]	$\frac{da}{dN} = C1 \cdot \Delta K_{eff}^{C2}$ <p> avec C1=1.0237x10⁻¹⁴ ; C2=4.1925 C1 en MPa^{-C2}.mm^{1-C2/2} ; da/dN en mm/cycle ; ΔK en MPa√mm Indépendant de R car prend en compte la fermeture de fissure 2024-T351. Plaque épaisseur 15.7 mm. </p>
Maymon. 2005. [3]	$\frac{da}{dN} = C \cdot PK^m$ <p> avec C=7.648x10⁻¹² ; m=4.05 ; PK = (ΔK.K_{max})^{0.5} PK en MPa√m. Pour R≥0 2024-T351 </p>
Kemp 1993. [7]	$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m$ <p> . da/dN en mm/cycle. A R=0.1, C=2.4x10⁻⁸ ; m=3.80 2024-T351 sens T-L. Taille de grains 800, 300 et 50 μm dans les sens L, T, S. Plaque épaisseur 25 mm. CT50B25. </p>

Tableau IV-1. Modèles et données de la littérature pour le 2024-T351 sous air.

Pour le rapport de charge R=0.7 (Figure IV-24), l'accord avec les données d'EADS IW [8] est très bon. Aux très faibles et très hauts ΔK les résultats semblent se rapprocher du modèle de Maymon tandis que pour les valeurs intermédiaires de ΔK les vitesses sont plus proches des données de Kemp *et al.* et de McMaster et Smith.

On doit noter que pour Kemp *et al.* [7] ainsi que pour l'équation NASGRO c'est le sens T-L qui est étudié donc les grains ne sont pas orientés de la même manière que pour le sens S-L étudié ici. Cela nous indique que la direction du chargement mécanique importe peu entre S ou T, tant que la propagation de la fissure se fait suivant la direction L. L'influence de l'orientation des grains sera vue plus en détail lors de l'étude du sens L-T et on verra que le comportement du matériau peut dépendre beaucoup de l'orientation de la direction de propagation par rapport à la microstructure.

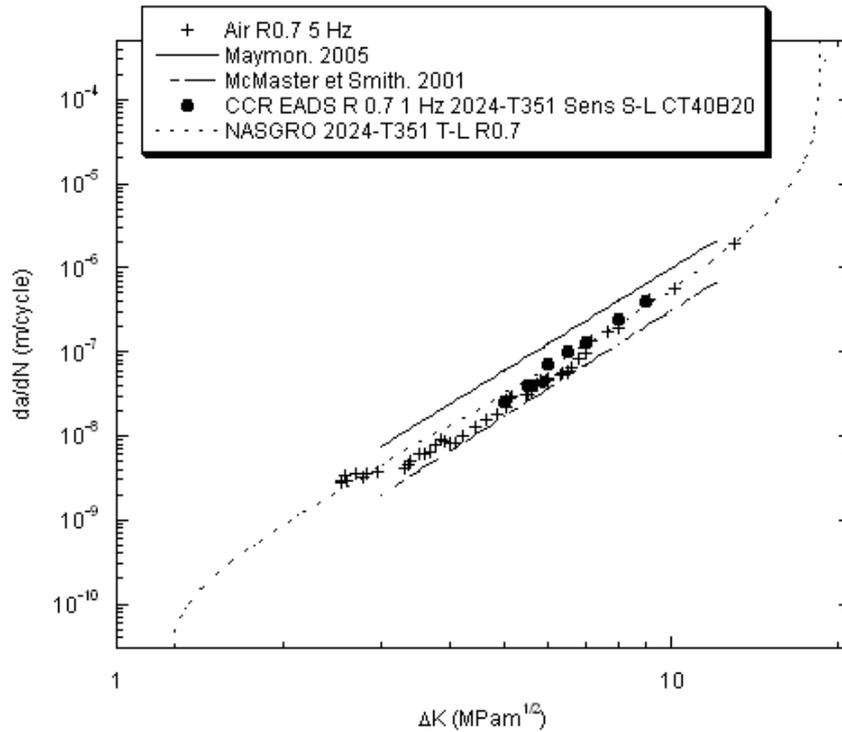


Figure IV-24. Comparaison des vitesses nominales sous air à R=0.7 avec la littérature [3, 4, 8].

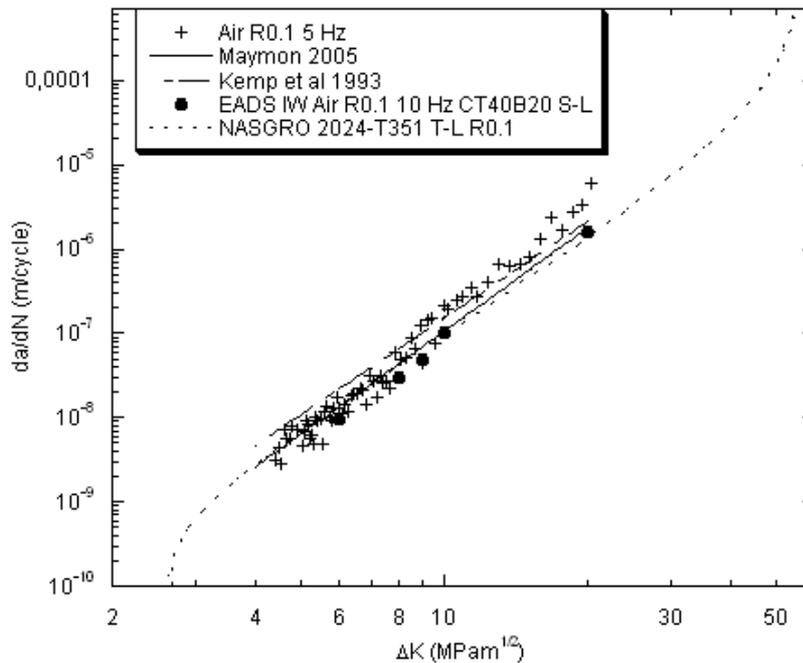


Figure IV-25. Comparaison des vitesses nominales sous air à R=0.1 avec la littérature [3, 7, 8].

Pour le rapport de charge R=0.1 (Figure IV-25), l'accord avec les données d'EADS IW est encore satisfaisant. Pour ce rapport de charge la loi de Maymon est ici bien adaptée pour corréliser les vitesses de fissuration mesurées tandis que les données de Kemp *et al.* donnent une pente légèrement inférieure à la courbe sous air, à R=0.1. Le stade III apparaît plus tard dans le cas du modèle NASGRO que dans notre cas. Cependant, pour le modèle NASGRO présenté ici, le 2024-T351 est prélevé dans

le sens T-L. Dans ce sens la ténacité K_{IC} du 2024-T351 est d'environ $32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (donnée NASGRO en accord avec les données EADS IW [8]) alors qu'elle est d'environ $26 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le sens S-L, sens étudié ici. On sait que la ténacité a peu d'influence sur le domaine de Paris mais qu'elle est déterminante pour l'apparition du stade III, ce qui explique la différence d'apparition du stade III entre NASGRO et les données de notre étude.

IV.3.4 Chemins de fissure et surfaces de rupture

IV.3.4.1 Rapport de charge $R=0.1$



Figure IV-26. Chemin de fissure général. Air. $R=0.1$. 10 Hz. Propagation de droite à gauche.

Le chemin de fissure montre principalement une rupture transgranulaire en stade II avec une fissure sinueuse et perpendiculaire à la direction de chargement (Figure IV-26). On peut tout de même observer quelques aspects cristallographiques (Figure IV-27a). Comme pour les essais sous vide, les bandes de glissement se densifient et deviennent plus longues lorsque ΔK augmente (Figure IV-27). La longueur et la densité des bandes de glissement dépendent de l'orientation du grain et peuvent s'arrêter à un joint de grain (Figure IV-27f).

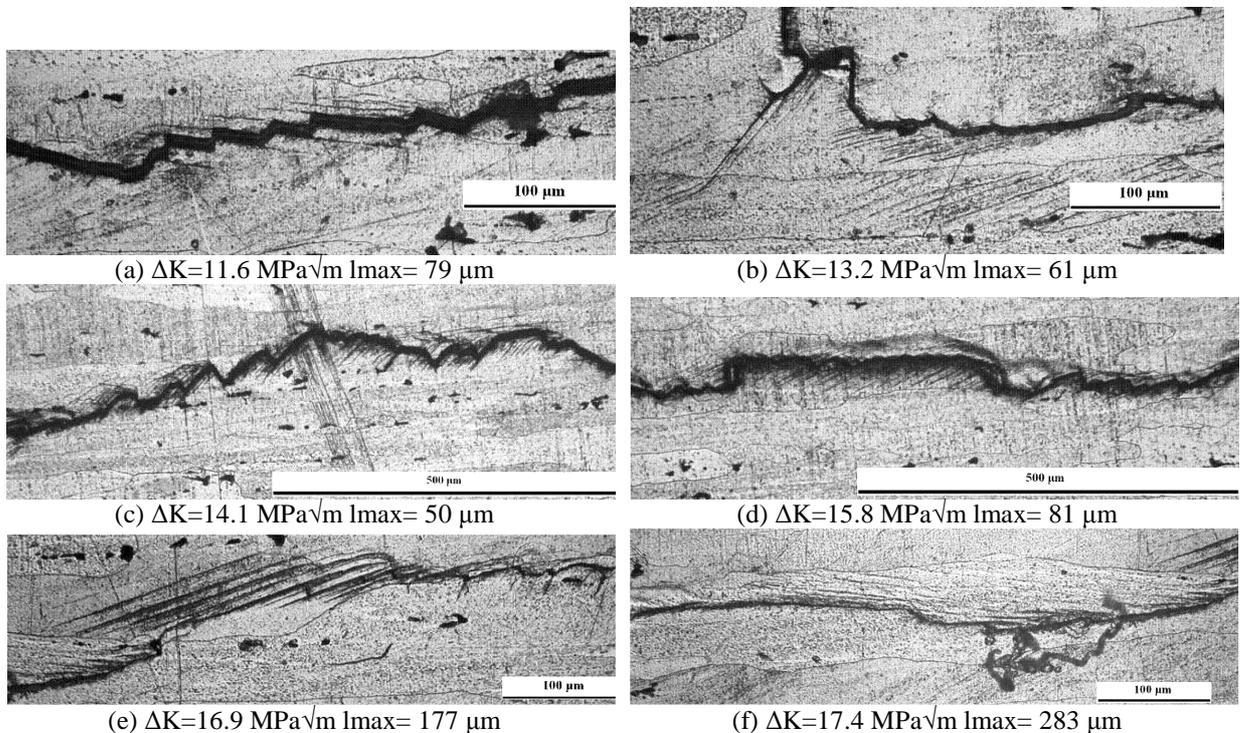
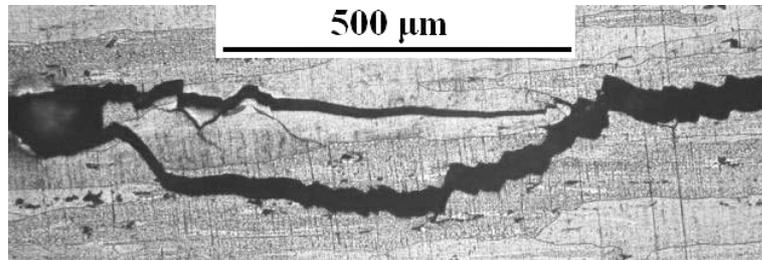
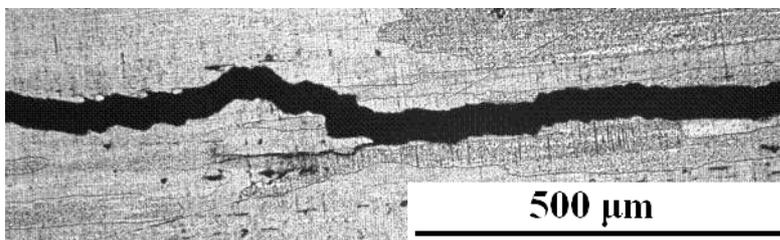


Figure IV-27. Bandes de glissement sous air à $R=0.1$. Propagation de droite à gauche.

Jusqu'à environ $9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ on observe fréquemment de courts branchements de la fissure (Figure IV-28). Le branchement de la Figure IV-28a est le seul de cette longueur rencontré sur le chemin de fissure. La plupart des branchements sont similaires à celui de la Figure IV-28b.



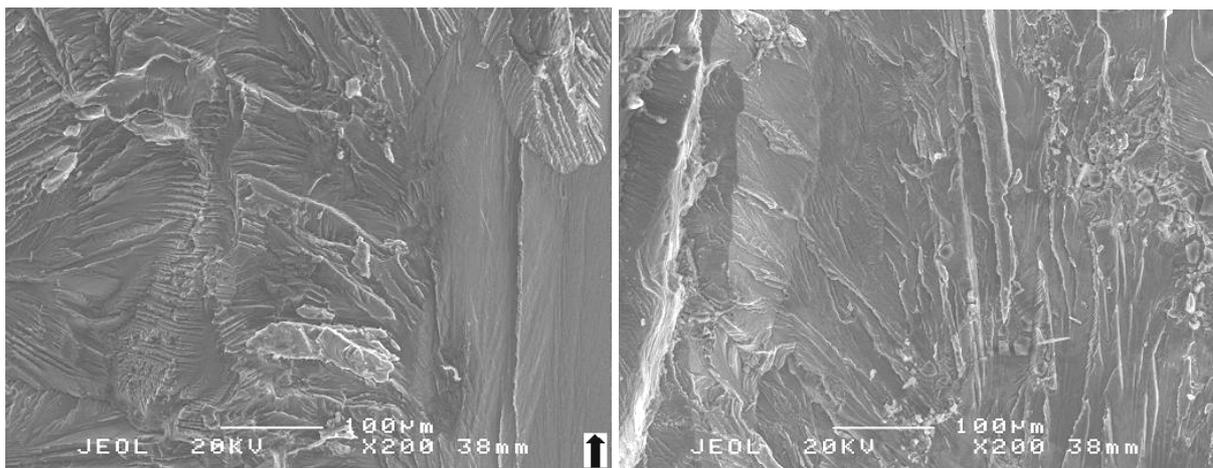
(a)



(b)

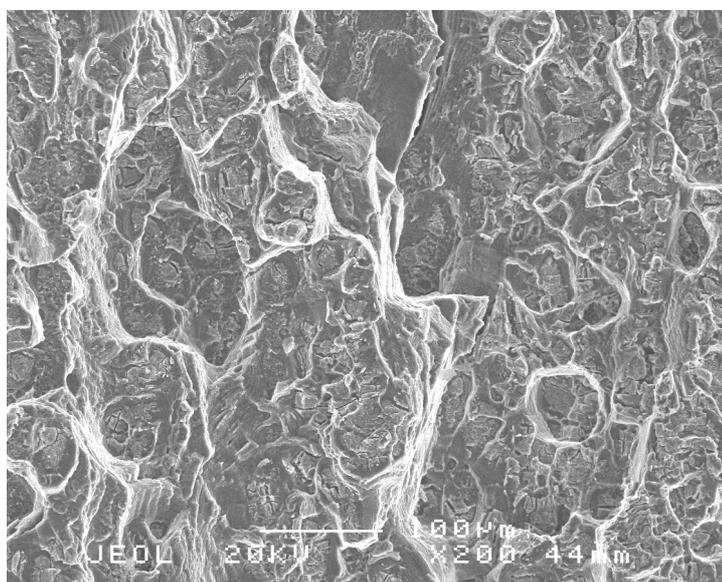
Figure IV-28. Branchements observés sous air à $R=0.1$ (a) $\Delta K=5.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) $\Delta K=6.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

La rupture transgranulaire en stade II observée en surface est confirmée par l'observation MEB des surfaces de rupture (Figure IV-29).



(a) $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

(b) $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$



(c) $\Delta K=20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Figure IV-29. Surfaces de rupture sous air. R=0.1. 5 Hz.

Deux mécanismes transgranulaires, menant à une propagation en stade II, sont détectés : la rupture par quasi clivage qui se traduit par des marches de clivage, et la rupture au niveau de précipités grossiers intermétalliques par cisaillement ou coalescence de vide qui se traduit par la formation de cupules. Ces cupules seront présentées plus en détail pour le rapport de charge R=0.7.

Quelques exemples de marches de clivage sont présentés en Figure IV-30. La Figure IV-30c montre que de part et d'autre d'un joint de grain, ces marches n'ont pas le même aspect. En effet, l'aspect des marches de clivage dépend de l'orientation cristallographique du grain.

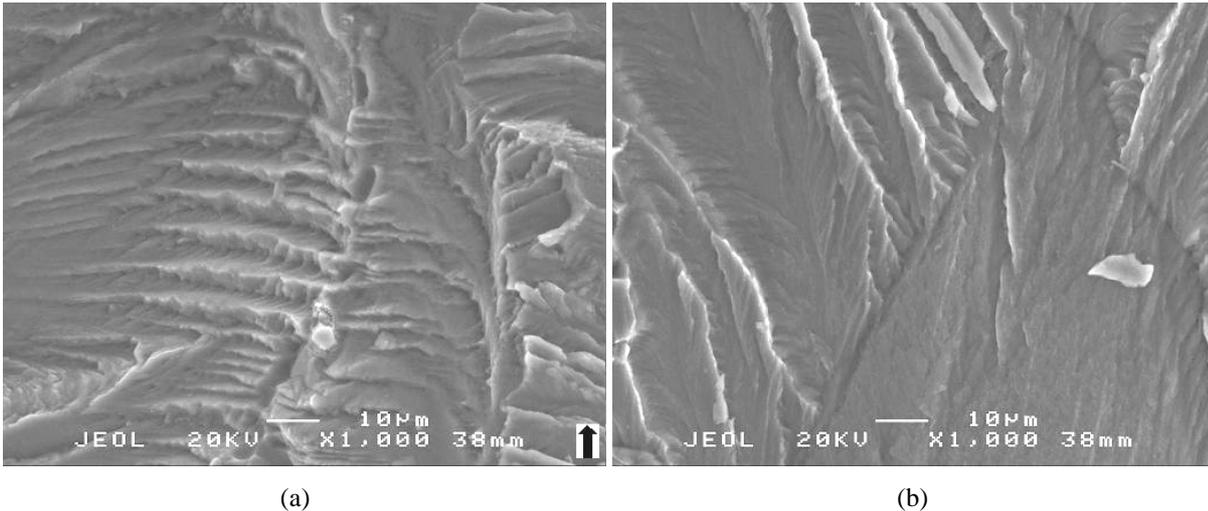


Figure IV-30. Marches de clivage en fatigue sous air. $R=0.1$. 5 Hz. $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

A partir d'un ΔK d'environ $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ($da/dN \approx 5 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$) et jusqu'à la fin de l'essai (rupture) on observe de nombreuses stries ductiles dont l'espacement (m/strie) correspond aux vitesses macroscopiques mesurées (m/cycle). Les mécanismes proposés pour expliquer l'apparition de ces stries ont été précédemment présentés dans la bibliographie. La Figure IV-31 montre quelques exemples de stries ductiles. Les lignes noires correspondent aux mesures de vitesses microscopiques sur ces stries. L'espace entre chaque strie, en m/strie, est la longueur de la ligne divisée par le nombre de stries. Sur la Figure IV-32 on compare les vitesses microscopiques mesurées grâce aux stries avec les vitesses macroscopiques de fissuration mesurées pendant l'essai. L'accord est très bon, ce qui est utile pour l'expertise de pièces rompues en service. Notons tout de même que ces stries n'apparaissent que pour des conditions de chargement et de vitesses très précises. Par ailleurs, l'incertitude sur la mesure des vitesses microscopiques n'a pas été quantifiée car l'objectif est seulement ici de démontrer la corrélation possible entre les stries de fatigue et les vitesses macroscopiques, et donner leur domaine d'existence sous air à $R=0.1$.

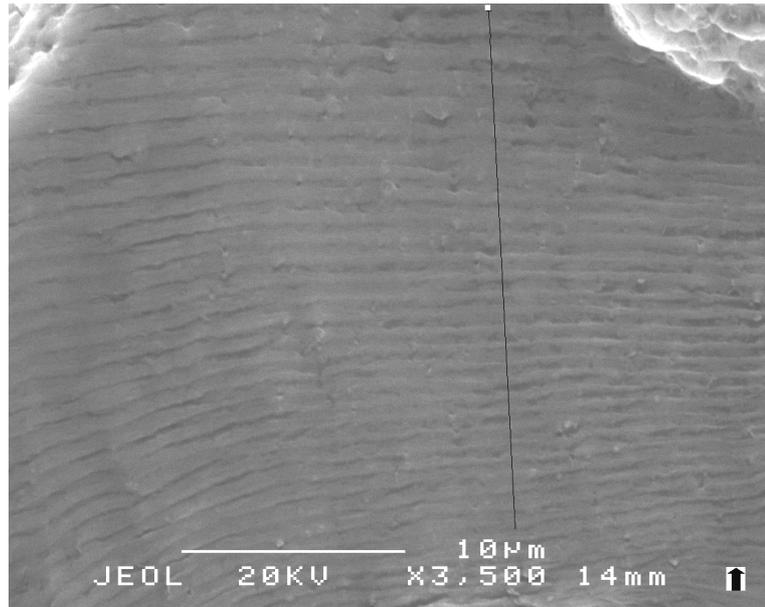


Figure IV-31. Exemple de stries de fatigue à $R=0.1$ $\Delta K=15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. $8.7 \times 10^{-7} \text{ m/strie}$.

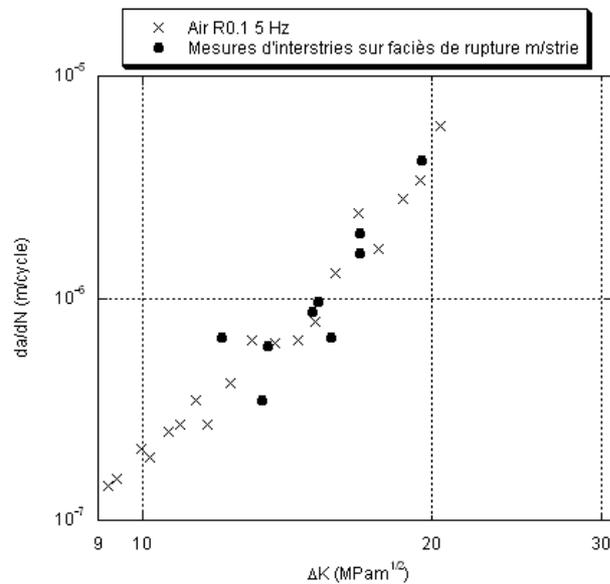


Figure IV-32. Comparaison des vitesses microscopiques mesurées avec les stries avec les vitesses macroscopiques (moyenne de 20 stries par point de mesure). 2024-T351. CT40B10 S-L.

IV.3.4.2 Rapport de charge $R=0.7$

Comme pour le rapport de charge $R=0.1$, le chemin de fissure est transgranulaire avec une propagation en stade II (Figure IV-33). Les bandes de glissement sont peu nombreuses et très difficiles à déceler.

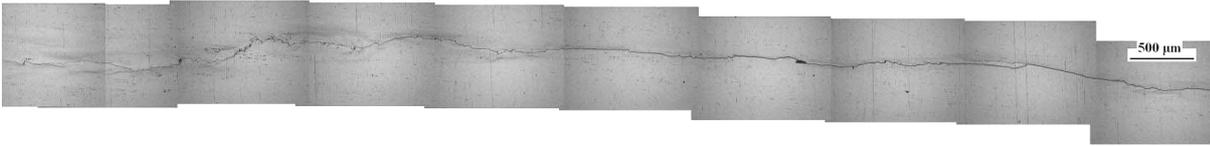


Figure IV-33. Chemin de fissure général. Air. $R=0.7$. 5 Hz. ΔK 2.5 à 5.1 MPa \sqrt{m} . Propagation de droite à gauche.

La Figure IV-34 montre l'interaction entre des précipités grossiers et la fissure principale. A $\Delta K=3.5$ MPa \sqrt{m} (Figure IV-34a), un branchement se crée et contourne le précipité car le chargement n'est pas assez important pour le cisailer. On peut supposer ici un effet barrière induit par des précipités, avec comme principal conséquence le ralentissement de la propagation. A $\Delta K=4.2$ MPa \sqrt{m} (Figure IV-34b), le chargement est suffisamment important pour cisailer le précipité, alors même que ce dernier se trouve relativement éloigné de la fissure. La Figure IV-34c montre l'interaction entre la fissure et un groupe de précipités étalés suivant la direction de laminage, qui dans le sens S-L est aussi la direction de propagation de la fissure. De nombreux branchements apparaissent, donnant naissance à une longue fissure secondaire. Au bout d'environ 200 μm , cette dernière est déviée par un autre chapelet de précipités puis s'arrête.

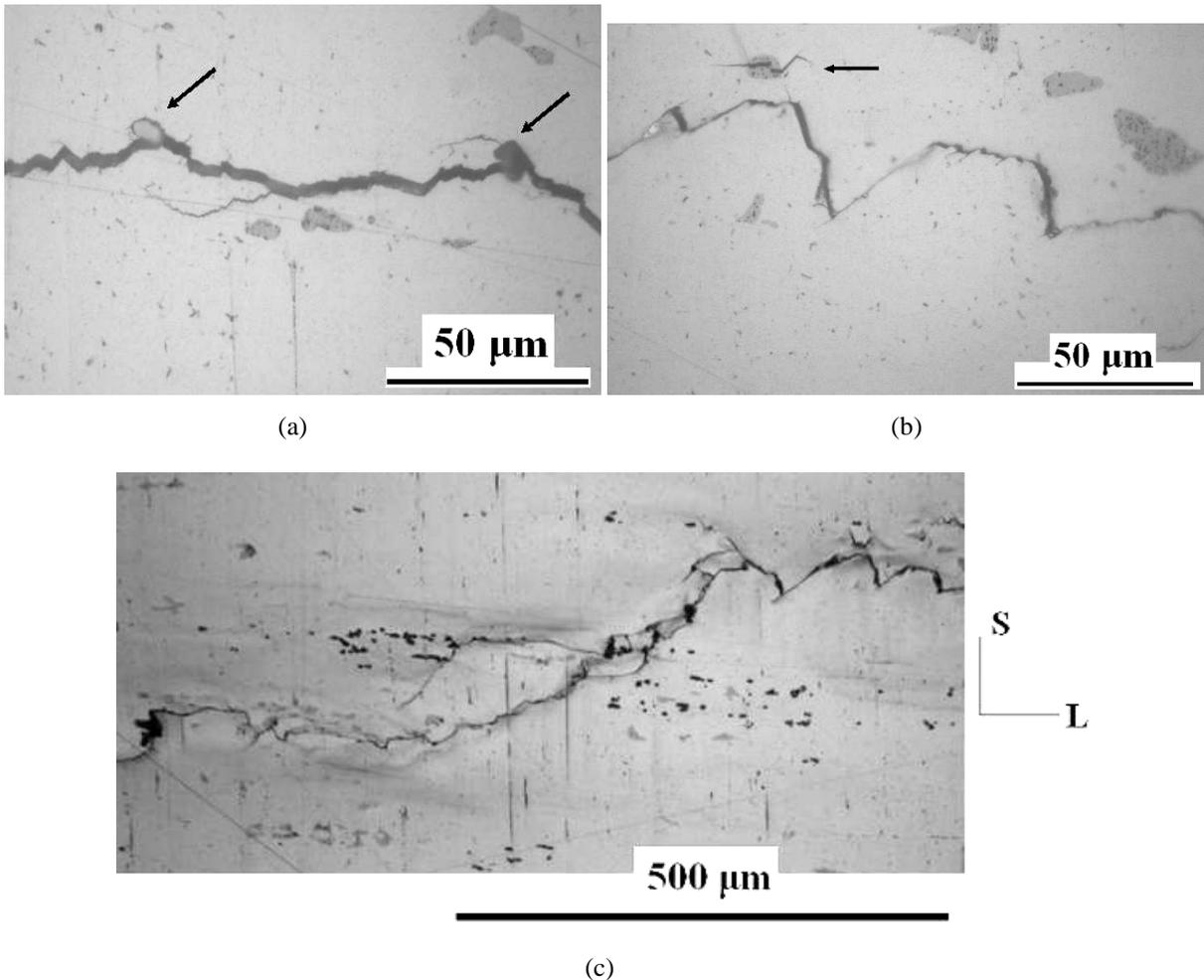
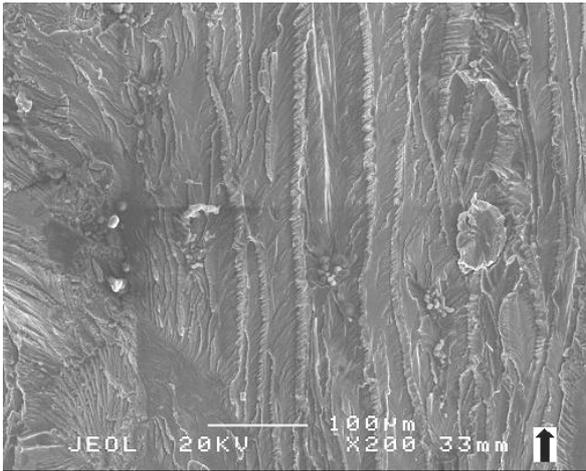
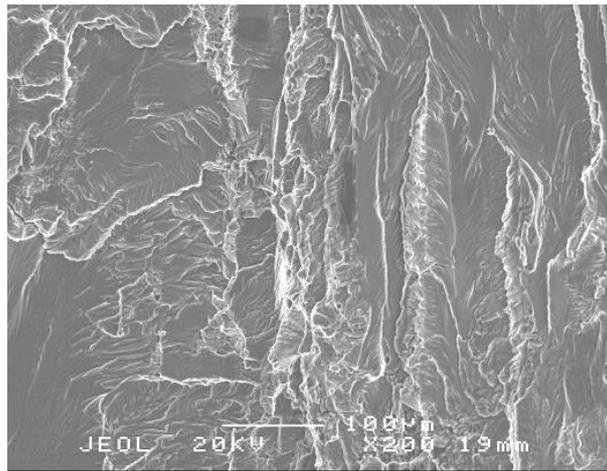


Figure IV-34. Air. R=0.7. 5 Hz. Interactions entre la fissure principale et des précipités grossiers intermétalliques (a) $\Delta K=3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. branchements dus à des précipités (b) $\Delta K=4.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. cisaillement d'un précipité. (c) $\Delta K=4.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. branchements dus à un chapelet de précipités. Propagation de droite à gauche.

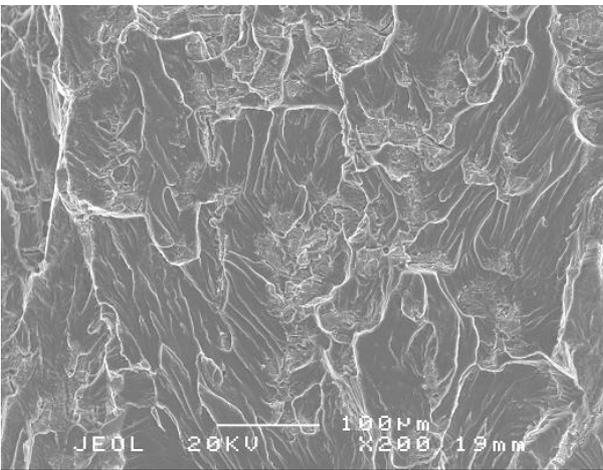
L'analyse des surfaces de rupture confirme les observations sur les chemins de fissure (Figure IV-35) et montre que, comme pour le rapport de charge $R=0.1$, la fissuration en fatigue sous air à $R=0.7$ est principalement de type transgranulaire par quasi clivage avec des zones de cupules dues aux précipités intermétalliques. Lorsque ΔK augmente les plages de quasi clivage deviennent moins nombreuses au profit des cupules.



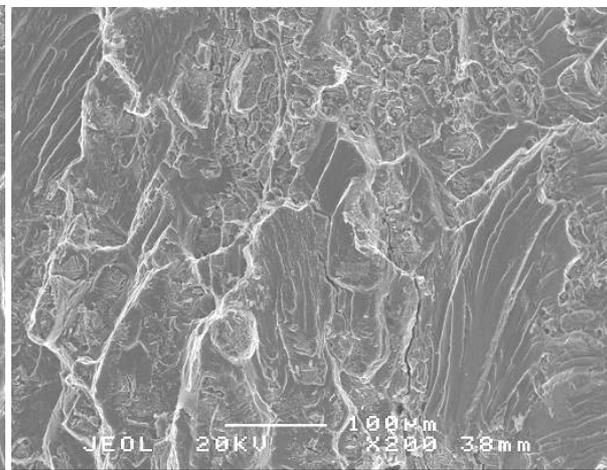
(a) $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$



(b) $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$



(c) $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$



(d) $\Delta K=8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Figure IV-35. Surfaces de rupture sous air. $R=0.7$. 5 Hz.

La Figure IV-36 montre, pour différentes valeurs du chargement ΔK , des cupules formées autour de précipités grossiers. Pour $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ les cupules ne sont pas cisillées, alors que pour $\Delta K=4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, certaines cupules sont cisillées. Les observations sur les chemins de fissure présentées en Figure IV-34 sont donc confirmées par les surfaces de rupture.

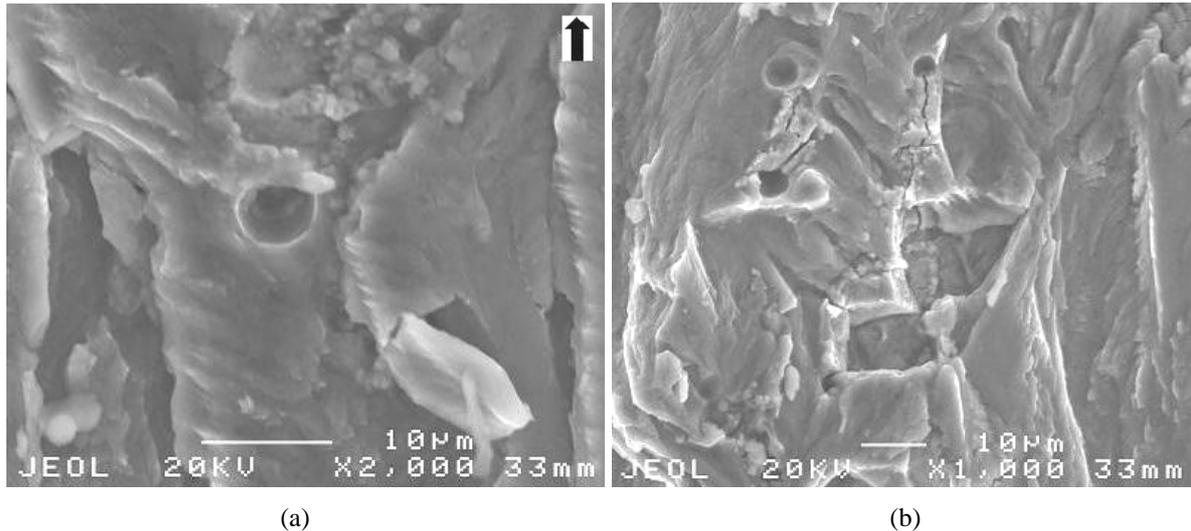


Figure IV-36. Surfaces de rupture sous air. R=0.7. 5 Hz. (a) $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Cupule non cisailée. (a) $\Delta K=4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Cupules cisillées.

En Figure IV-34c nous avons vu que le fait que les précipités grossiers sont distribués suivant la direction de laminage et donc, pour le sens S-L, dans la direction de propagation, pouvait avoir une influence sur la fissuration du matériau. Les surfaces de rupture confirment cette influence. En effet, en Figure IV-37, les cupules, qui se forment au niveau de ces précipités, sont alignées dans la direction de propagation. La fissure a donc probablement intercepté un chapelet de précipités alignés dans la direction de laminage qui a donné naissance à un groupe de cupules allongé dans cette même direction.

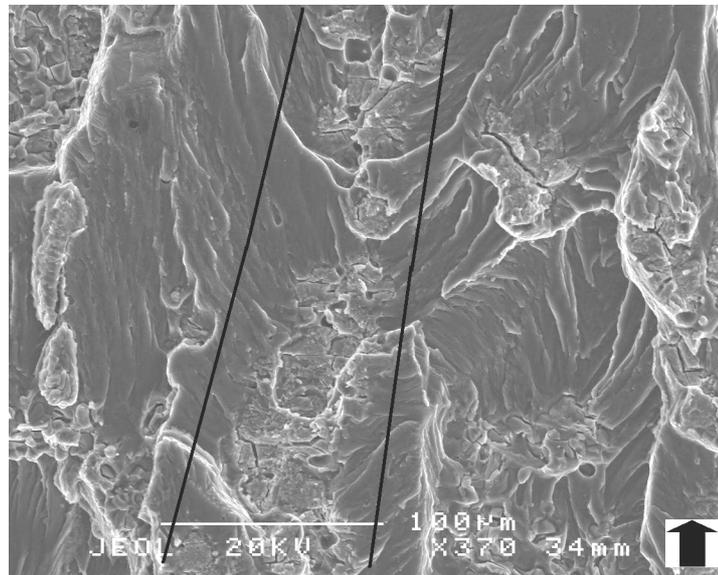


Figure IV-37. Groupe de cupules alignées dans la direction de propagation. Air. R=0.7. 5 Hz.

Une dernière observation concerne les stries de fatigue observées à $R=0.7$. Ces stries n'apparaissent pas avant un ΔK d'environ $8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Leur domaine d'existence est limité car lorsque ΔK dépasse $8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la valeur de K_{max} devient proche de la valeur critique à rupture de l'éprouvette et le mécanisme qui domine totalement est la formation de cupules. Un exemple est fourni en Figure IV-38 mais il constitue la seule plage de stries qui a pu être observée. La vitesse microscopique mesurée grâce aux stries est d'environ $3.5 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$, ce qui est proche de la valeur macroscopique (environ $2 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$).

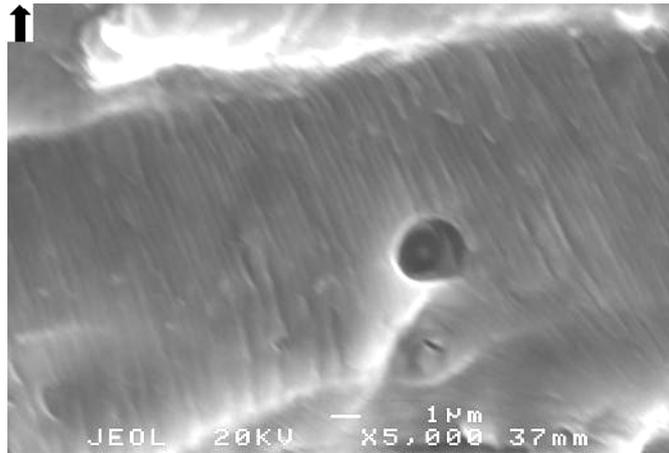


Figure IV-38. Stries sous air à $R=0.7$. Sens S-L. $\Delta K=8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

IV.3.5 Influence du sens de prélèvement

IV.3.5.1 Vitesses de fissuration

La Figure IV-39 montre que le 2024-T351 fissure moins vite sous air dans le sens L-T que dans le sens S-L. Cependant la diminution des vitesses de propagation est moins prononcée pour l'air que pour le vide. Ainsi, sous air, les vitesses nominales sont plus élevées dans le sens S-L que dans le sens L-T d'un facteur 2 environ, alors que sous ultravide elles sont supérieures d'un ordre de grandeur. Cependant il faudrait considérer l'influence de la fermeture de fissure sous ultravide pour le sens L-T.

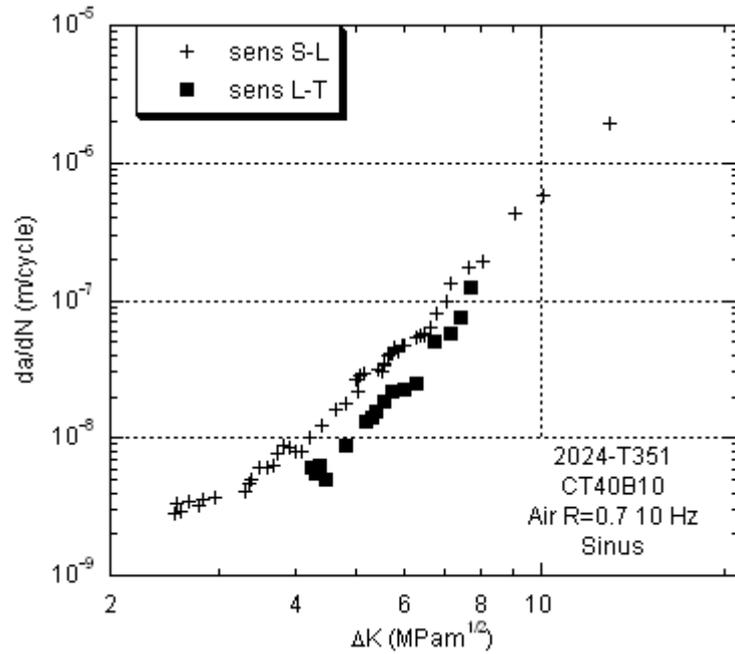


Figure IV-39. Courbes de fissuration dans les sens S-L et L-T sous air à R=0.7.

IV.3.5.2 Chemins de fissure et surfaces de rupture

En Figure IV-40, on constate une propagation transgranulaire en stade II tout le chemin de fissure. Par rapport au vide, le régime cristallographique typique du pseudo-stade I a disparu.



Figure IV-40. Chemin de fissure sous air à R=0.7. Sens L-T. Propagation de droite à gauche.

De courts mais fréquents branchements sont observés quand la fissure rencontre des lignes de précipités intermétalliques (Figure IV-41).

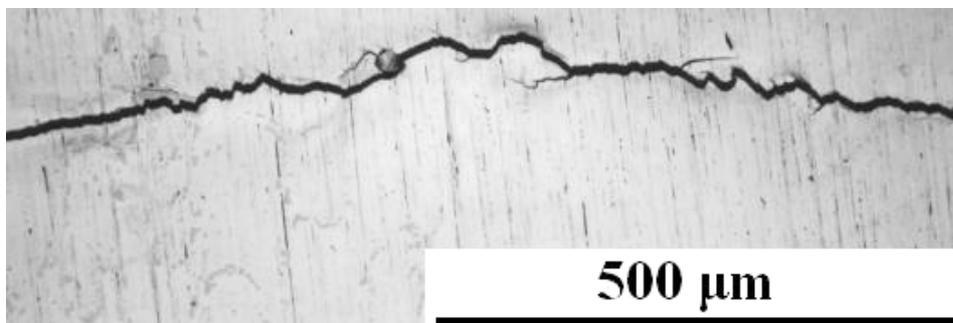


Figure IV-41. Branchements lors de la rencontre entre la fissure et des lignes de précipités. $\Delta K=4.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Propagation de droite à gauche.

Sous air on retrouve l'effet barrière des joints de grains observé sous vide (Figure IV-42). Il faut mentionner que cet effet existe aussi pour le sens S-L, mais que dans le sens L-T, la fissure rencontre

beaucoup plus souvent des joints de grains, du fait de l'orientation des grains par rapport à la direction de chargement.

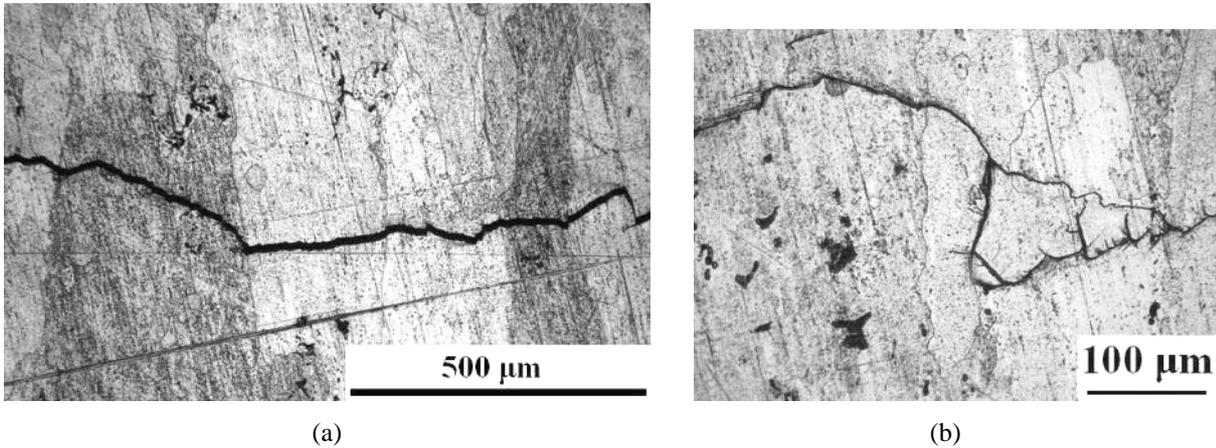


Figure IV-42. Effet barrière de joints de grains sous air dans le sens L-T à $R=0.7$ 10 Hz (a) $\Delta K=4.2$ MPa \sqrt{m} (b) $\Delta K=6.7$ MPa \sqrt{m} . Propagation de droite à gauche.

Comme pour le sens S-L, les surfaces de rupture montrent une propagation transgranulaire en stade II par quasi clivage et formation de cupules (Figure IV-43). Cependant, aux faibles ΔK , quelques aspects très cristallographiques sont détectés (Figure IV-43a). Même aux forts niveaux de chargement les cupules semblent moins nombreuses que dans le sens S-L (Figure IV-43b). La comparaison des deux sens de prélèvement sera réalisée en détail dans la partie « discussion » du rapport.

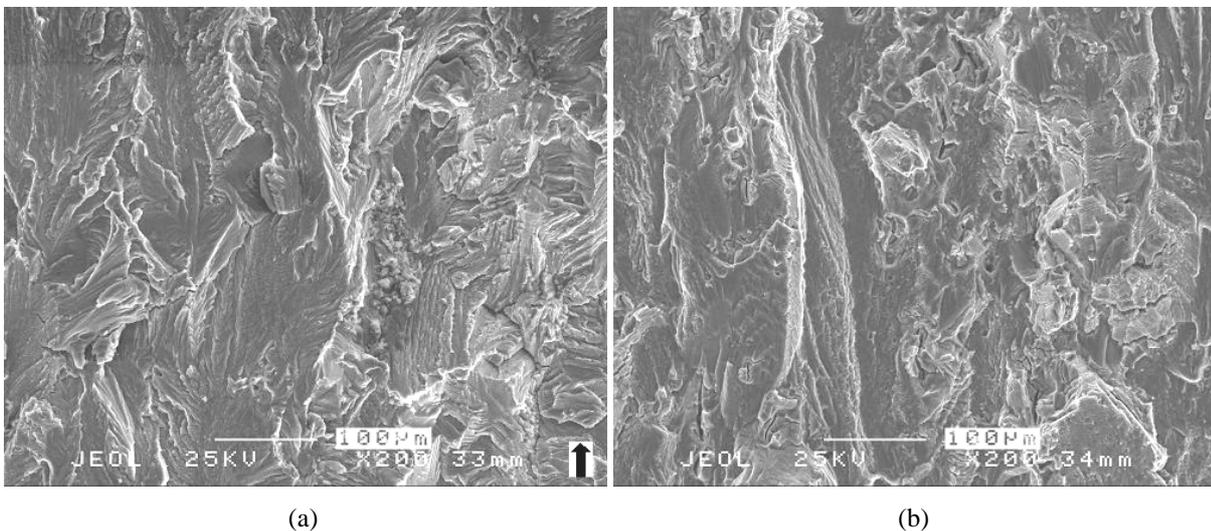


Figure IV-43. Surfaces de rupture sous air dans le sens L-T. $R=0.7$. 5-10 Hz. (a) $\Delta K= 4.5$ MPa \sqrt{m} (b) $\Delta K= 7$ MPa \sqrt{m} .

IV.3.6 Influence de l'épaisseur

IV.3.6.1 Vitesses de fissuration

Dans la gamme de ΔK explorée une épaisseur de 4 mm au lieu de 10 mm n'a pas d'influence sur les vitesses de propagation (Figure IV-44).

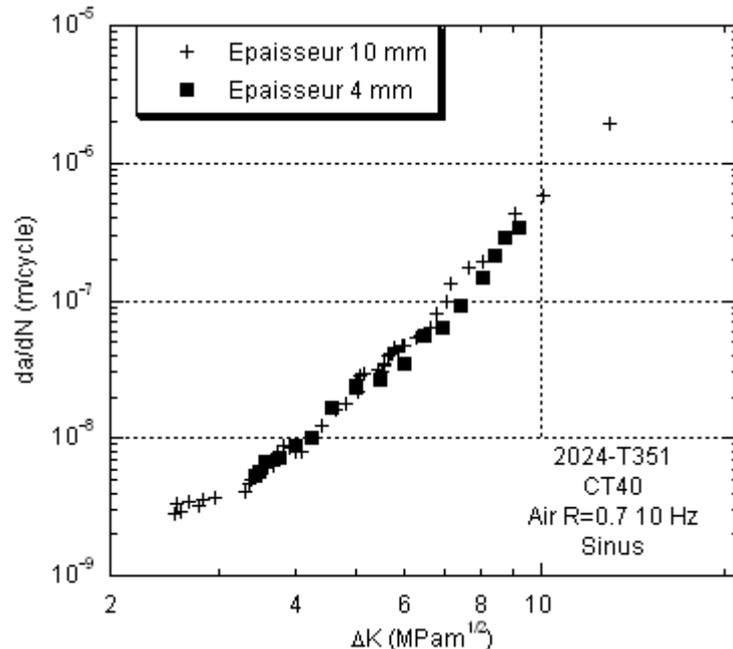


Figure IV-44. Influence de l'épaisseur en fatigue sous air à R=0.7. Sens S-L.

On peut tout de même supposer qu'à de plus forts ΔK il y aura divergence des deux courbes sur l'apparition du domaine III, domaine de propagation instable de la fissure menant très vite à rupture. En effet lorsque K_{max} s'approchera de la valeur critique à rupture de l'éprouvette et que la plasticité sera importante, la différence de proportion entre contraintes planes et déformations planes augmentera entre les deux épaisseurs. Or l'apparition du domaine III de la courbe da/dN - ΔK est gouvernée par la ténacité du matériau mais aussi l'état de contraintes en pointe de fissure (contraintes planes ou déformations planes). Le ΔK d'apparition de ce domaine risque donc d'être différent pour les deux épaisseurs et les courbes s'éloigneront l'une de l'autre. C'est ce qui est observé par EADS IW pour des éprouvettes CT sur le 2024-T351 [8]. Une simulation sous AFGROW prédit effectivement un nombre de cycles à rupture plus élevé pour l'épaisseur 4 mm (Figure IV-45). Les données matériau sont les mêmes, seul change l'état de contraintes calculé par AFGROW. Ce dernier détermine l'état de contraintes par la relation suivante :

$$A = 6.7037 - 1.4972 \left(\frac{K_{\max}}{\sigma_y} \right)^2 \cdot \frac{1}{B}$$

Équation 1. Formule utilisée par AFGROW et proposée par Harter pour qualifier l'état de contraintes.

avec A indice reflétant l'état de contraintes, K_{\max} facteur d'intensité de contrainte maximal en pointe de fissure $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, σ_y limite d'élasticité MPa, B épaisseur de l'éprouvette (m). Si $A \geq 6$, l'état est de type « déformations planes ». Si $A \leq 2$, l'état est de type « contraintes planes ».

Cette simulation nous montre tout de même qu'entre les deux épaisseurs, la différence dans l'état de contraintes est suffisante pour induire une légère variation du nombre de cycles à rupture. Ainsi, l'épaisseur 4 mm a une plus grande proportion de contraintes planes, ce qui retarde sa rupture par rapport à l'épaisseur 10 mm.

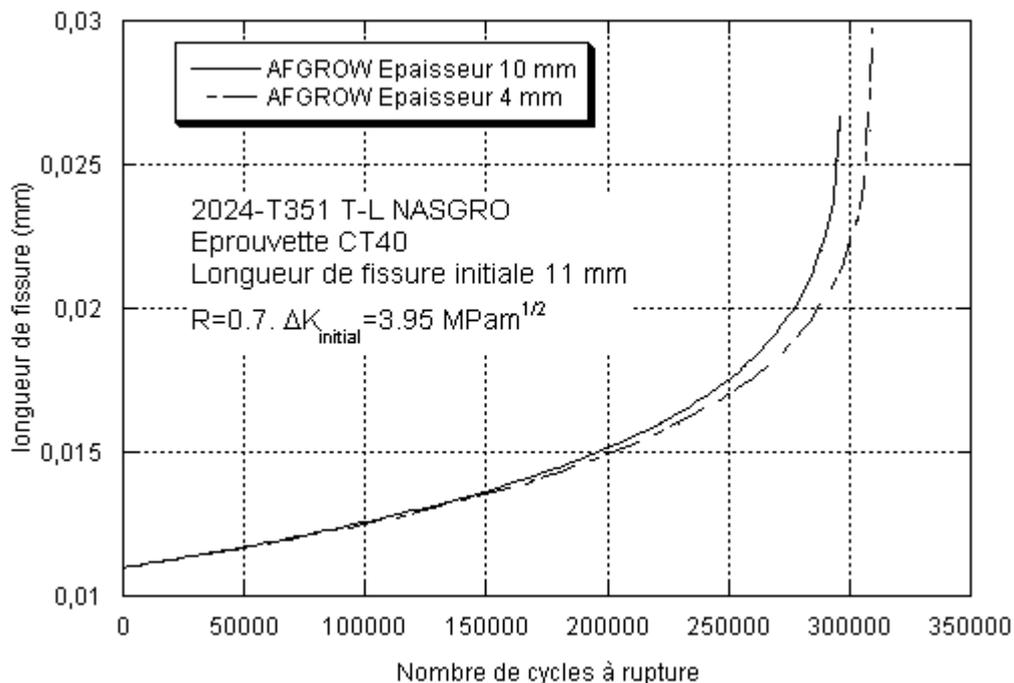


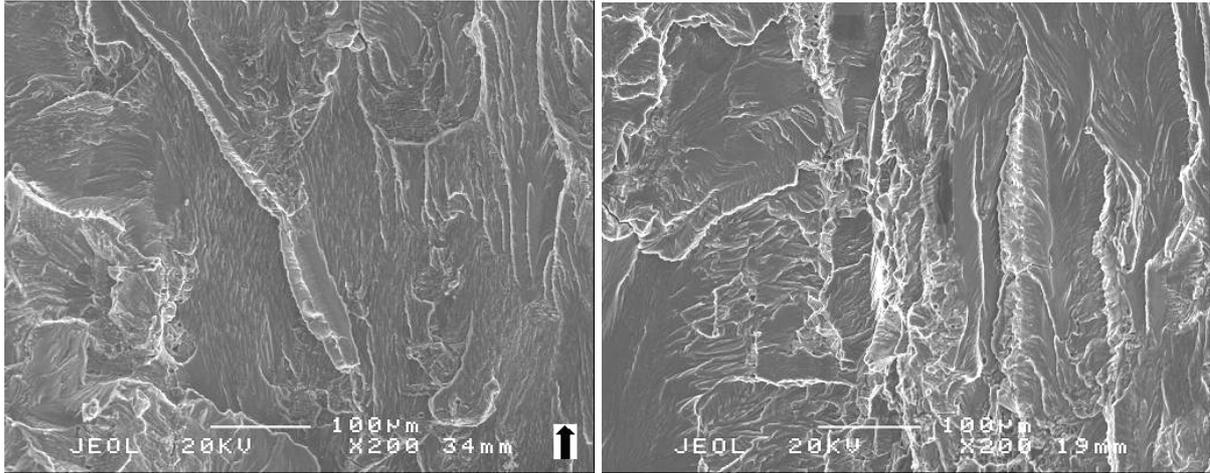
Figure IV-45. Longueur de fissure en fonction du nombre de cycles déterminée par le logiciel AFGROW pour deux géométries d'éprouvette : CT40B10 et CT40B4.

Par ailleurs, la fermeture de fissure n'a pas été mesurée sur l'éprouvette d'épaisseur 4 mm. Par conséquent la courbe de la Figure IV-44 est la courbe nominale pour cet essai. Pour l'épaisseur 4 mm la proportion de contraintes planes est supérieure à la proportion pour l'épaisseur 10 mm car plus l'éprouvette est fine plus on se rapproche des conditions de contraintes planes. Par ailleurs, en contraintes planes la fermeture est plus importante qu'en déformations planes [9, 10]. Par conséquent si des effets de fermeture de fissure intervenaient ils seraient plus importants a priori pour l'épaisseur 4 mm et les vitesses de fissuration seraient inférieures aux vitesses de l'épaisseur 10 mm. Aucun écart n'est constaté avec la courbe pour l'épaisseur 10 mm, ce qui suggère fortement que la fermeture de

fissure n'affecte pas la propagation à ce rapport de charge élevé. On verra que ce résultat est important en fatigue corrosion.

IV.3.6.2 Surfaces de rupture

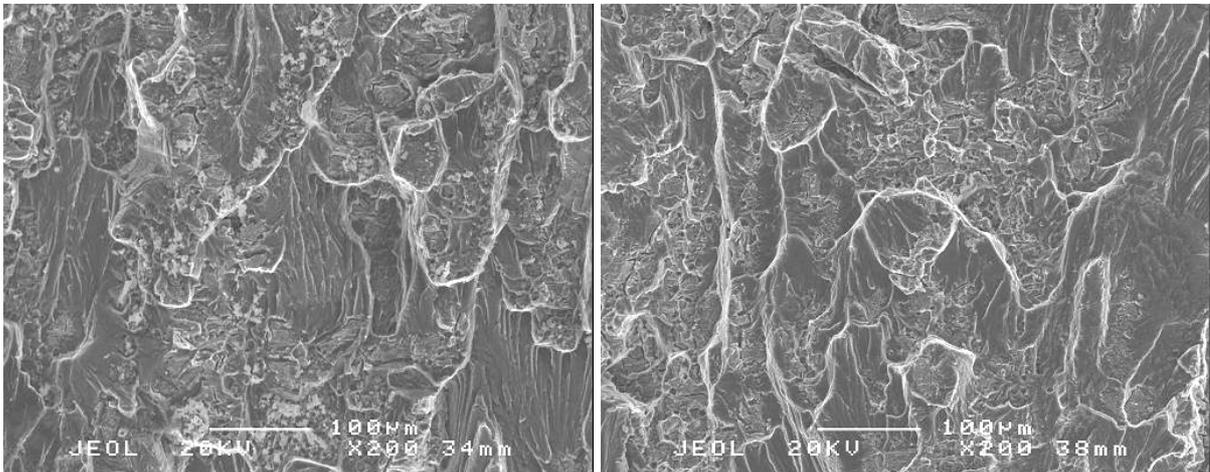
Les surfaces de rupture sont relativement similaires à ceux présentés pour l'épaisseur 10 mm, avec des aspects marqués de pseudo clivage et des cupules dues aux précipités intermétalliques grossiers (Figure IV-46 et Figure IV-47).



(a)

(b)

Figure IV-46. Surfaces de rupture sous air. $R=0.7$. 5 Hz. $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) $B=4 \text{ mm}$ (b) $B=10 \text{ mm}$.



(a)

(b)

Figure IV-47. Surfaces de rupture sous air. $R=0.7$. 5 Hz. $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) $B=4 \text{ mm}$ (b) $B=10 \text{ mm}$.

IV.4 Conclusion

Le comportement en fatigue de l'alliage 2024-T351 a été caractérisé sous vide et sous air, dans le sens S-L à $R=0.1$ et $R=0.7$. L'influence de l'épaisseur et du sens de prélèvement a également été analysée à $R=0.7$.

Sous vide, dans le sens S-L, la fissuration se caractérise par l'existence du pseudo-stade I et du stade II, pour $R=0.7$, et par la domination du stade II à $R=0.1$. Lorsque le chargement mécanique augmente, le pseudo-stade I disparaît au profit du stade II. Dans le sens L-T le pseudo-stade I est très prononcé et peu de stade II est observé, ce qui implique des vitesses de fissuration nominales plus faibles de presque un ordre de grandeur dans le sens L-T que dans le sens S-L.

Sous air, pour les deux sens de prélèvements et les deux rapports de charge, la fissuration se produit nettement en stade II, avec des marches de clivage typiques du pseudo clivage, et des cupules résultant de l'interaction du chargement mécanique avec les précipités intermétalliques grossiers, par coalescence de vide ou cisaillement. Par ailleurs, sous air, à $R=0.7$, dans la gamme de ΔK explorée ($3.5 \leq \Delta K \leq 9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$), pour une épaisseur de 4 mm on observe les mêmes vitesses de fissuration et les mêmes surfaces de rupture que pour une épaisseur de 10 mm.

Références Bibliographiques

1. n. Ranganathan, Contribution d'une Approche Energétique à la Propagation d'une Fissure de Fatigue, Université de Poitiers, 1985
2. R. Sunder, A unified model of fatigue kinetics based on crack driving force and material resistance, *International Journal of Fatigue*
Fatigue Damage of Structural Materials VI, The Sixth International Conference on Fatigue Damage of Structural Materials, 29(9-11), 2007. p. 1681-1696.
3. G. Maymon, A 'unified' and a $(\Delta K + \dot{K}_{max})^{1/2}$ crack growth models for aluminum 2024-T351, *International Journal of Fatigue*, 27(6), 2005. p. 629-638.
4. F.J. McMaster and D.J. Smith, Predictions of fatigue crack growth in aluminium alloy 2024-T351 using constraint factors, *International Journal of Fatigue*, 23(Supplement 1), 2001. p. 93-101.
5. NASGRO Fracture Mechanics and Fatigue Crack Growth Analysis Software. 2002, NASA Southwest Research Institute: San Antonio, TX.
6. M. Skorupa, T. Machniewicz, J. Schijve, and A. Skorupa, Application of the strip-yield model from the NASGRO software to predict fatigue crack growth in aluminium alloys under constant and variable amplitude loading, *Engineering Fracture Mechanics*, 74(3), 2007. p. 291-313.
7. R.M.J. Kemp, R.N. Wilson, and P.J. Gregson, Comparison of the corrosion fatigue properties of plate aluminum alloys for aerospace applications, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, 207(2), 1993. p. 97-104.
8. M. Pachoutinsky, Influence de la synergie fatigue-corrosion sur la propagation de fissures dans l'alliage d'aluminium 2024-T351, 2005
9. K. Tanaka and Y. Akiniwa, 4.06 Modeling of Fatigue Crack Growth: Mechanistic Models, in *Comprehensive Structural Integrity*. 2003, Elsevier Ltd. p. 172.
10. J.C. Newman jr, 4.08 Modeling of Fatigue Crack Growth: Numerical Models, in *Comprehensive Structural Integrity*. 2003, Elsevier Ltd. p. 209-220.

V Résultats expérimentaux de fatigue
corrosion

V.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les résultats expérimentaux de fissuration en fatigue corrosion dans le domaine de Paris.

Nous prendrons comme référence un essai relativement classique de la littérature. Cet essai a les paramètres suivants : sens S-L, $R=0.7$, 1 Hz, signal sinusoïdal, amplitude constante, solution saline à 3.5%NaCl, immersion permanente, température ambiante, $pH=7$, potentiel de corrosion et aération libres. L'immersion en eau distillée avec ajout d'ions chlorure à température ambiante et à pH neutre est largement utilisée dans la plupart des études de fatigue corrosion pour de nombreux matériaux [1-15]. Le rapport de charge $R=0.1$ est peut-être plus commun que le rapport $R=0.7$ [4, 11, 12, 15, 16] mais cette valeur a été choisie pour des raisons qui seront expliquées plus tard. La fréquence de chargement de 1 Hz est assez habituelle car afin d'exacerber les effets de la corrosion sur la fissuration, la plupart des auteurs diminuent la fréquence par rapport aux fréquences utilisées sous air [5, 6, 8, 12]. Le signal sinusoïdal à amplitude constante est le plus courant de tous les signaux utilisés en fatigue corrosion [4, 5, 8, 15]. Enfin, le potentiel électrochimique et la quantité d'oxygène dissous sont souvent laissés « libres » [4, 5, 7, 9, 10, 14-16]. Une fois l'essai de référence exposé, nous ferons varier la plupart des paramètres de l'essai et exposerons les résultats sous la forme de 3 grands groupes, à savoir les paramètres mécaniques, les paramètres environnementaux et les paramètres métallurgiques. Une partie sera dédiée à chacun de ces groupes. La première partie concernera donc les paramètres mécaniques essentiels, comme la fréquence de chargement, la forme du signal pour une fréquence donnée et le rapport de charge. La deuxième partie s'attachera à l'environnement, à travers l'influence des ions chlorure et une exposition de type immersion émergence. Enfin, la dernière partie portera sur un paramètre métallurgique important, à savoir le sens de prélèvement (on doit mentionner que la microstructure ne varie pas avec ce paramètre. C'est son orientation par rapport au chargement mécanique qui varie).

Avant de passer à la suite du chapitre, nous ferons quelques remarques sur la campagne d'essais de fatigue corrosion et la présentation des résultats.

Tout d'abord, il convient de rappeler que la fermeture de fissure n'a pas été mesurée en fatigue corrosion. Les courbes $da/dN-\Delta K$ exposées ici sont donc toutes nominales. Cependant, la plupart des essais ont été conduits avec une valeur élevée du rapport de charge, $R=0.7$, et la fermeture de fissure est peu susceptible de se produire à un tel rapport de charge. Cette hypothèse sera discutée dans le dernier chapitre du rapport.

Ensuite, pour la plupart des essais présentés ici le rapport de charge par défaut est le rapport $R=0.7$, pour éviter toute fermeture de fissure mais aussi pour se placer à des valeurs du facteur d'intensité de contrainte K favorables à l'apparition de la corrosion sous contrainte, afin de considérer

de possibles interactions/compétitions/superpositions entre la corrosion sous contrainte et la fatigue corrosion.

Enfin, malgré le vernis appliqué sur une des faces pour la mesure optique de la longueur de fissure, la corrosion post-mortem du sillage peut détruire certains détails tels que les bandes de glissement, les légers branchements, les fissures secondaires...etc. Nous ne ferons donc pas une analyse des chemins de fissure aussi détaillée que pour les essais de fatigue sous vide et sous air.

V.2 Essai de référence

V.2.1 Introduction

Dans cette partie nous allons rapporter les résultats de l'essai de référence de la campagne de fatigue corrosion. Les paramètres importants sont classés dans le Tableau V-1.

Paramètres mécaniques		Paramètres environnementaux		Paramètres métallurgiques	
Rapport de charge R	0.7	Milieu	3.5%NaCl Immersion permanente	Sens de prélèvement	S-L
Fréquence f	1 Hz	Température	20-30°C	Etat métallurgique	T351
Signal	Sinus	Potentiel Ecorr	libre	Epaisseur	10 mm
Amplitude ΔP	constante	Oxygène dissous	libre		
		pH	7		

Tableau V-1. Paramètres de l'essai de fatigue corrosion de référence.

V.2.2 Vitesses de fissuration

Les vitesses de fissuration sont tracées et comparées avec celles obtenues à l'air en Figure V-1. Trois domaines se distinguent :

1/ Pour des valeurs de ΔK comprises entre 3 et 3.5 MPa \sqrt{m} , la courbe $da/dN-\Delta K$ donne une droite de pente proche de 4 et les vitesses sont augmentées d'un facteur 4 environ par rapport à l'air. 2/ Pour des valeurs de ΔK comprises entre 3.5 et 4.5 MPa \sqrt{m} on observe une transition, marquée par un plateau de la courbe $da/dN-\Delta K$. 3/ Pour des valeurs de ΔK supérieures à 4.5 MPa \sqrt{m} et jusqu'à la fin de la gamme de chargement explorée, la droite $da/dN-\Delta K$ est parallèle à celle sous air donc de même pente ; mais les vitesses n'y sont plus augmentées que d'un facteur d'environ 1.5.

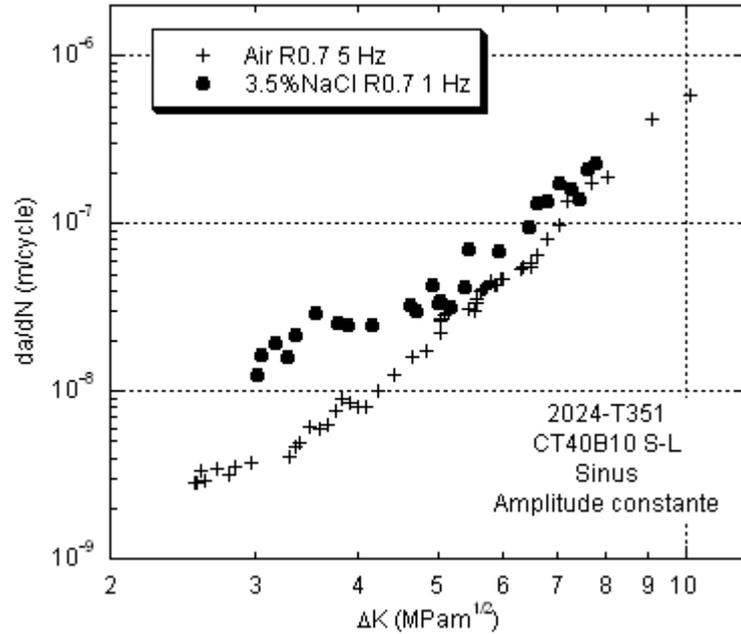


Figure V-1. Vitesses de fissuration pour l'essai de référence et comparaison avec l'air.

V.2.3 Chemins de fissure et surfaces de rupture

Comme sous air, le chemin de fissure observé lors de l'essai de référence indique une propagation principalement transgranulaire (Figure V-2).



Figure V-2. Chemins de fissure pour l'essai de référence. $\Delta K=4$ à $7.9 MPa\sqrt{m}$. Propagation de droite à gauche.

Par ailleurs, en corrosion sous contrainte, on a vu qu'une déviation du front de fissure pouvait être induite lorsqu'une seule face de l'éprouvette était vernie. Pour les essais de fatigue corrosion cette déviation n'a jamais été observée, certainement parce qu'en fatigue la contribution du chargement mécanique est plus importante que la contribution de la corrosion, même si les deux agissent en synergie. La Figure V-3 montre, pour l'essai de référence, que même avec une face vernie le front de fissure reste droit. La courbure observée est usuelle et due à une différence de proportion « contraintes - déformations planes » entre les bords et le cœur.

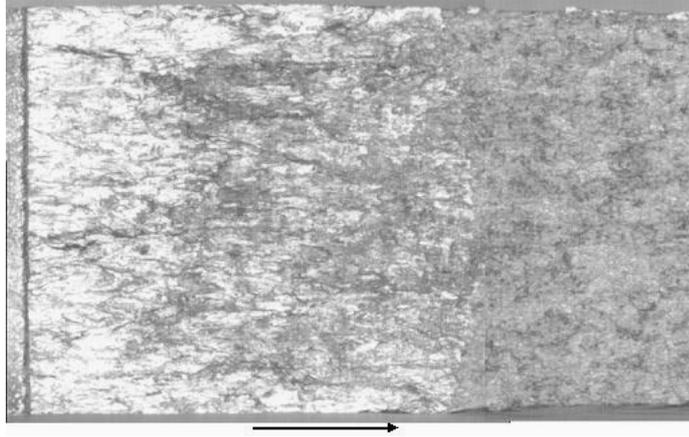


Figure V-3. Courbure du front de fissure. Flèche noire : sens de propagation.

L'analyse des surfaces de rupture confirme la propagation principalement transgranulaire observée sur le chemin de fissure (Figure V-4). Cette propagation intervient par les mécanismes connus de pseudo clivage et formation de cupules par coalescence de vides et cisaillement autour des précipités intermétalliques grossiers et des dispersoïdes (Figure V-5a). Comme sous vide et sous air, plus ΔK est grand et plus la propagation par formation de cupules autour des précipités domine la fissuration. En conclusion le principal résultat est qu'il n'y a pas de modification fondamentale des surfaces de rupture entre l'air et la solution saline.

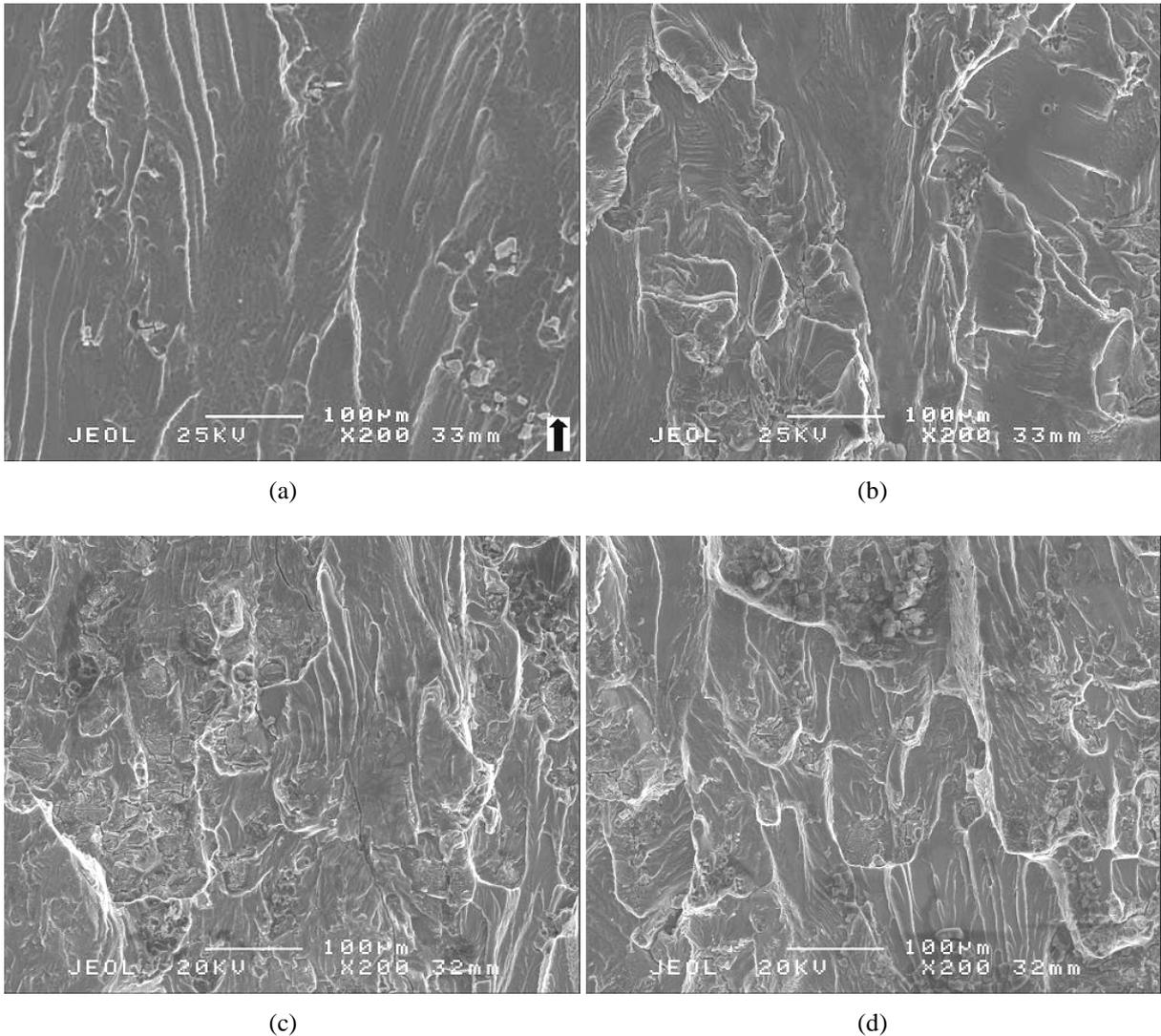


Figure V-4. Surfaces de rupture de l'essai de référence. 3.5% NaCl. R=0.7. 1 Hz. (a) $\Delta K=3$ MPa \sqrt{m} (b) $\Delta K=4.5$ MPa \sqrt{m} (c) $\Delta K=6$ MPa \sqrt{m} (d) $\Delta K=7$ MPa \sqrt{m} .

Le chargement étant à amplitude de chargement constante, le facteur d'intensité de contrainte augmente lors de l'essai. Par conséquent c'est aux faibles valeurs de ΔK que le temps de corrosion post mortem est le plus important. Ceci explique pourquoi à $\Delta K=3$ MPa \sqrt{m} (Figure V-4a), les surfaces sont très corrodées et inexploitable. La Figure V-5b montre des fissures secondaires présentes sur les surfaces. On peut difficilement savoir si ces fissures sont apparues après le passage de la fissure ou pendant la fissuration de l'éprouvette. Si elles sont apparues dans le sillage après le passage de la fissure, elles auront peu d'influence sur les mécanismes de propagation mais permettront tout de même d'identifier la fatigue corrosion en expertise de pièces. Par contre, si elles se sont créées pendant la fissuration, il faudra les prendre en compte lors de l'étude des mécanismes de propagation en fatigue corrosion.

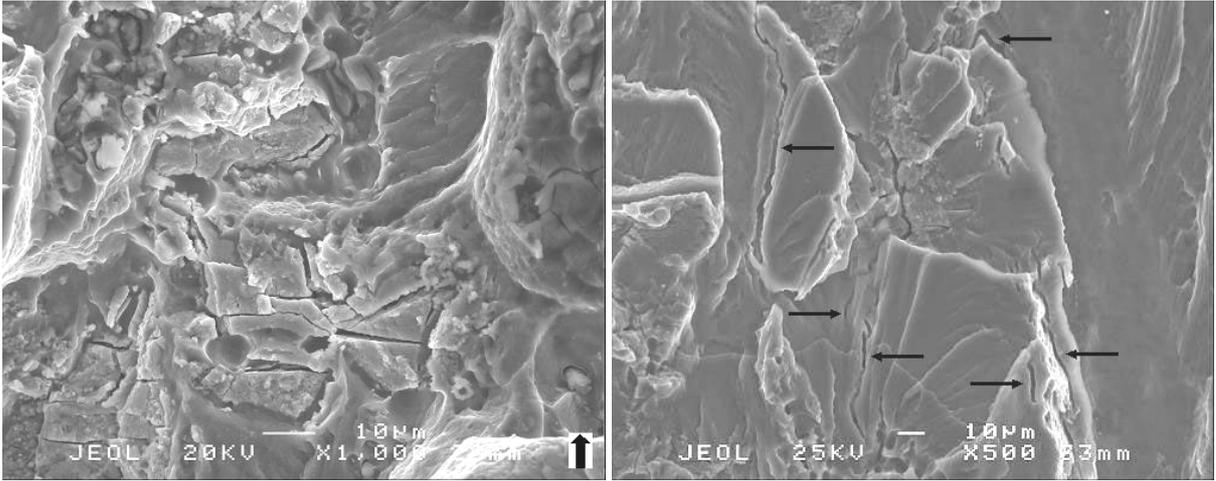


Figure V-5. Surfaces de rupture de l'essai de référence. 3.5% NaCl. R=0.7. 1 Hz. (a) cupules par coalescence de vide ou cisaillement. $\Delta K=6.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) fissures secondaires $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.2.4 Comparaison avec quelques données de la littérature

En Figure V-6 les vitesses de fissuration obtenues pour l'essai de référence sont comparées à des données de la littérature sur le même matériau, dans un sens de prélèvement similaire, pour la même fréquence de chargement et de forts rapports de charge R [17, 18]. L'accord avec ces données est satisfaisant.

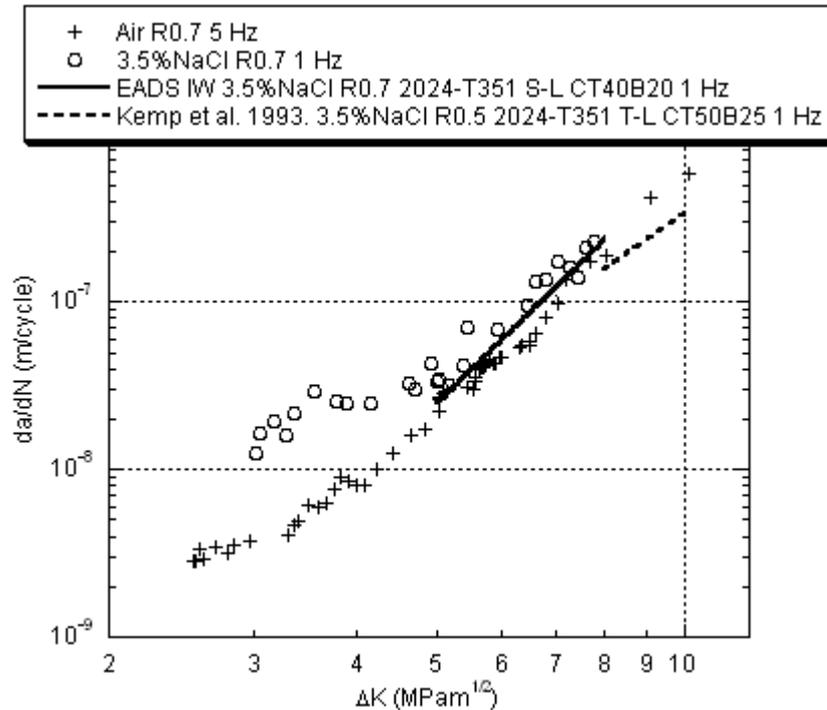


Figure V-6. Comparaison de l'essai de référence avec la littérature [17, 18].

V.3 Influence des paramètres mécaniques

V.3.1 Fréquence de chargement

V.3.1.1 Vitesses de fissuration

Le premier paramètre mécanique étudié est la fréquence de chargement. Les vitesses de fissuration obtenues pour une gamme de fréquences allant de 10 à 0.1 Hz sont tracées sur la Figure V-7.

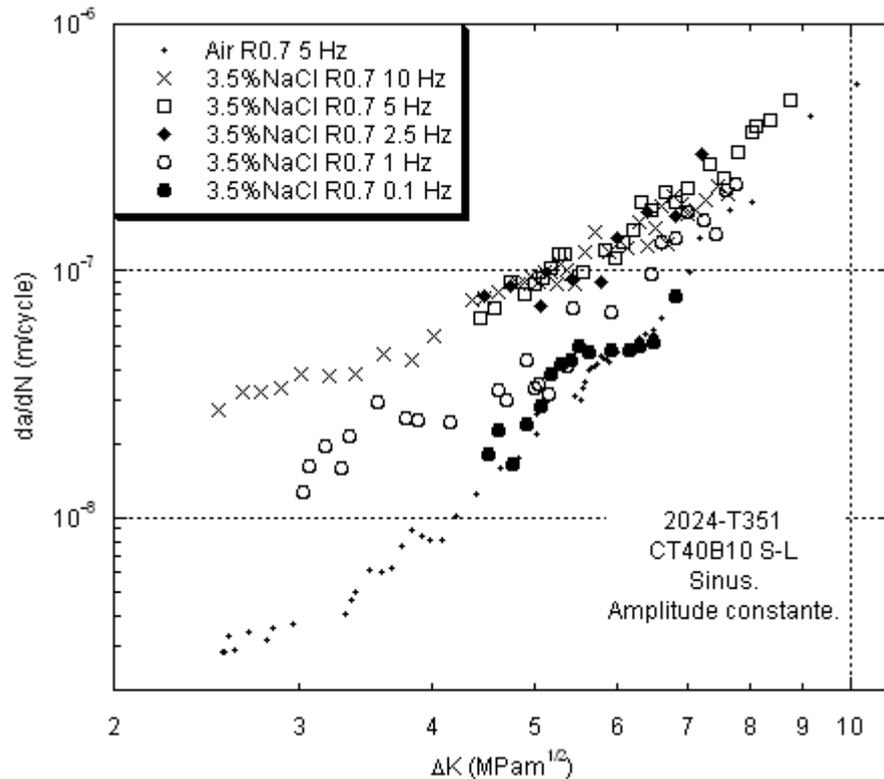


Figure V-7. Influence de la fréquence de chargement sur les vitesses de fissuration dans 3.5%NaCl.

Le résultat le plus marquant est la diminution des vitesses de fissuration lorsque la fréquence diminue. Dans la littérature certains auteurs parlent dans ce cas d'effet de fréquence « négatif » [19]. Plus précisément on peut schématiser l'influence de f en considérant deux régimes :

Le premier régime est observé pour une fréquence comprise entre 10 et 2.5 Hz. Dans ce domaine les vitesses sont indépendantes de la fréquence. La courbe da/dN - ΔK peut être modélisée par une droite de pente légèrement supérieure à 2. Les vitesses sont nettement supérieures aux vitesses mesurées sous air. En effet, l'écart dépasse un ordre de grandeur aux très faibles ΔK .

Le second régime est observé pour une fréquence comprise entre 1 et 0.1 Hz. Dans ce domaine les vitesses de fissuration diminuent quand f diminue. A 0.1 Hz les vitesses diminuent même jusqu'à retrouver celles observées sous air. De plus la courbe $da/dN-\Delta K$ a la même allure que celle sous air.

Afin de mieux illustrer les résultats observés, les vitesses de propagation sont tracées en fonction de la fréquence en Figure V-8, pour plusieurs valeurs de ΔK . On retrouve le régime indépendant de la fréquence entre 10 et 2.5 Hz. Une diminution brutale des vitesses se produit lors du passage à 1 Hz. Enfin, à 0.1 Hz, les vitesses diminuent encore pour atteindre le niveau de l'air. De plus, on voit que plus la valeur de ΔK est élevée, moins la fréquence a d'influence sur les vitesses. La transition entre les deux régimes est ainsi bien plus marquée pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ que pour $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

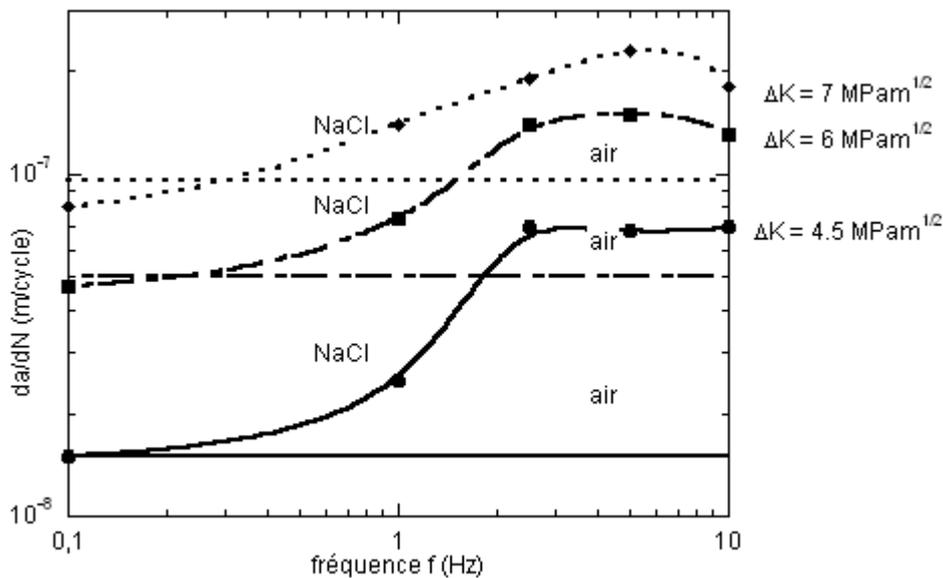


Figure V-8. Vitesses de fissuration en fonction de la fréquence pour plusieurs valeurs de ΔK . 2024-T351 CT40B10 S-L. R=0.7. Chargement sinus à amplitude constante.

A ce stade de la caractérisation une remarque s'impose. Le fait qu'à 0.1 Hz les vitesses soient similaires aux vitesses sous air n'est peut-être qu'une coïncidence et il serait très dangereux d'avancer qu'il n'y a aucune synergie entre chargement mécanique et corrosion. Cependant il est vrai que si l'on définit un effet de fatigue corrosion par une accélération de la propagation par rapport à l'air, alors il n'y a pas d'effet de fatigue corrosion à 0.1 Hz. Nous discuterons ce point dans le chapitre VI de ce rapport.

Nous terminerons la caractérisation de l'influence de la fréquence sur les vitesses de fissuration par une dernière observation. Lorsque l'on observe les courbes de propagation pour 10 et 2 Hz, un « coude » apparaît pour ces deux courbes (Figure V-9a-b). Ces coudes peuvent être dus à des transitions entre différents mécanismes gouvernant la propagation.

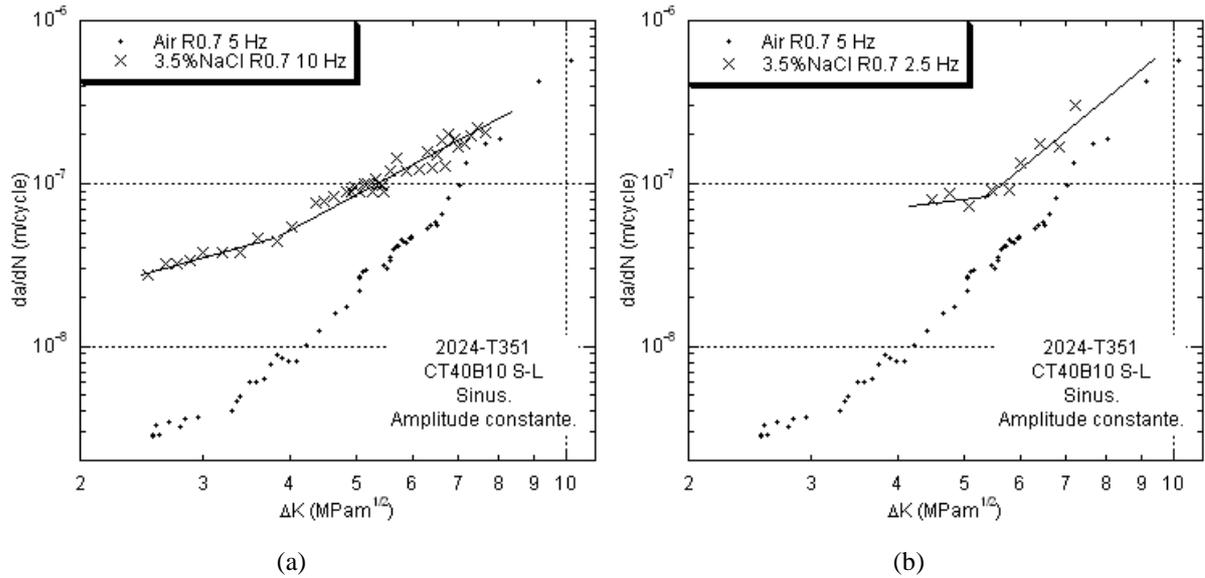
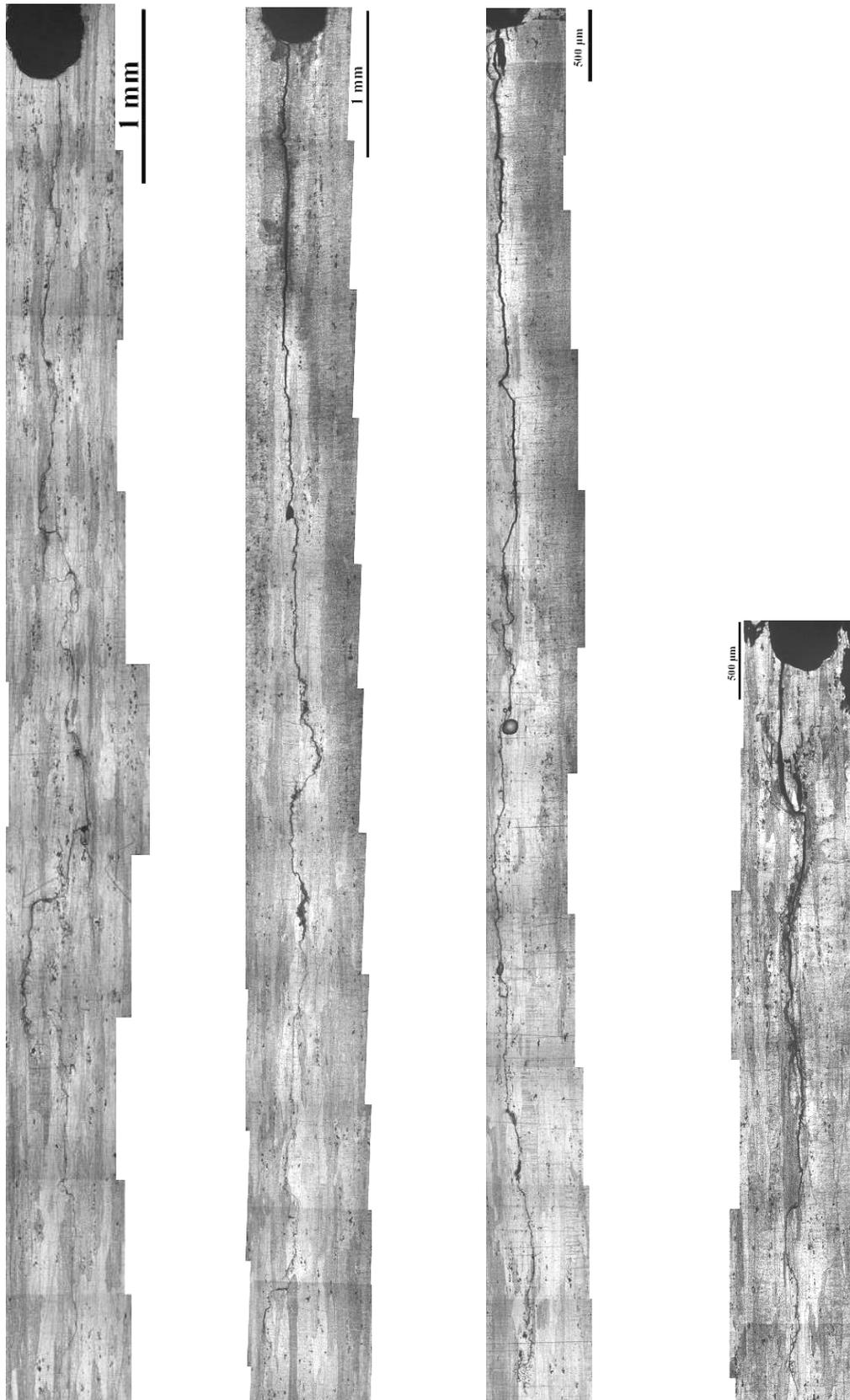


Figure V-9. Légère modification de la pente da/dN - ΔK observée à 10 et 2.5 Hz dans 3.5%NaCl.

V.3.1.2 Chemins de fissure et surfaces de rupture

Les chemins de fissure sont présentés en Figure V-10 pour différentes fréquences. Tous les chemins semblent révéler une fissuration principalement transgranulaire et aucune différence notable n'apparaît en fonction de la fréquence.



(a) air

(b) 3.5%NaCl 10 Hz

(c) 3.5%NaCl 1 Hz

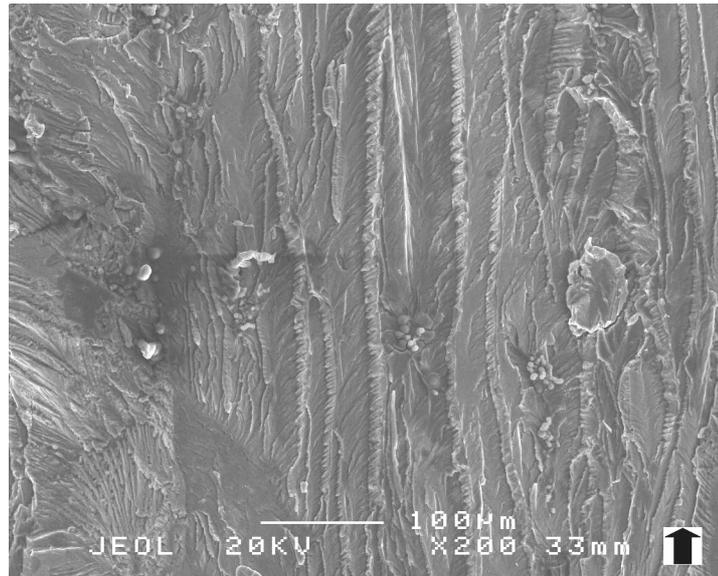
(d) 3.5%NaCl 0.1 Hz

Figure V-10. Chemins de fissure de fatigue corrosion et comparaison avec l'air.

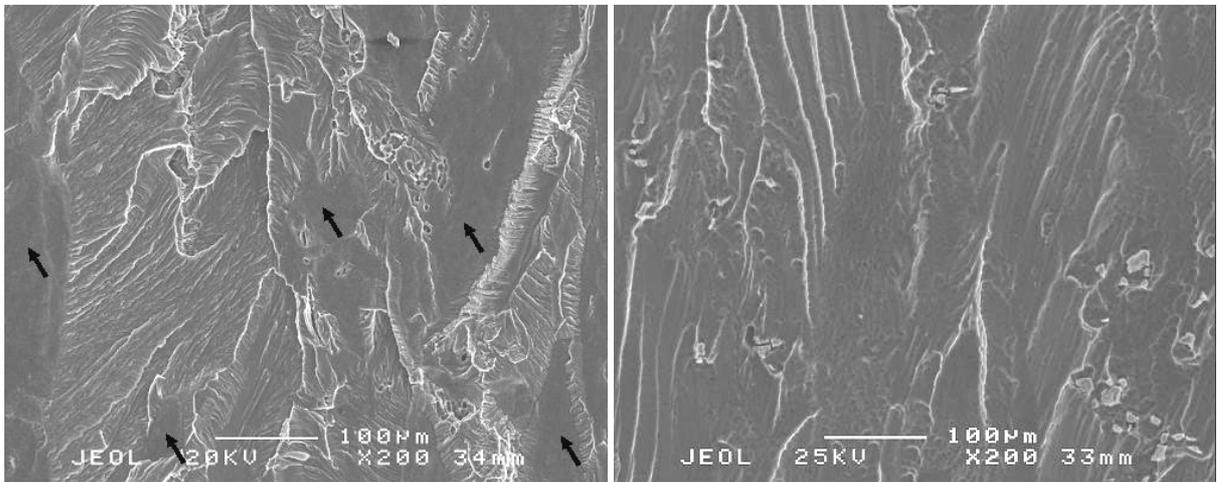
Les surfaces de rupture sont présentées pour chaque fréquence étudiée et confrontées à l'air, pour différentes valeurs de ΔK , en Figure V-11, Figure V-12 et Figure V-13.

Le résultat principal est que, quelle que soit la fréquence, et pour tout le domaine de chargement exploré, les surfaces ne subissent pas de modification fondamentale et marquante par rapport aux surfaces sous air. Ceci est en accord avec l'observation des chemins de fissuration. On retrouve donc du pseudo clivage, et des cupules dont la proportion augmente avec ΔK . Par conséquent, si les mêmes détails caractéristiques apparaissent mais que seule leur proportion change suivant le milieu et la fréquence, alors la comparaison des surfaces de fatigue corrosion avec les surfaces de fatigue sous air nécessitera une analyse quantitative.

A $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Figure V-11), les surfaces de rupture obtenues d'une part en solution saline à 10 Hz, et d'autre part à l'air, présentent une différence significative : de longues plages lisses sont observées pour 3.5%NaCl 10 Hz (flèches noires sur la Figure V-11b). Ces plages seront considérées plus en détail dans la suite de ce chapitre.



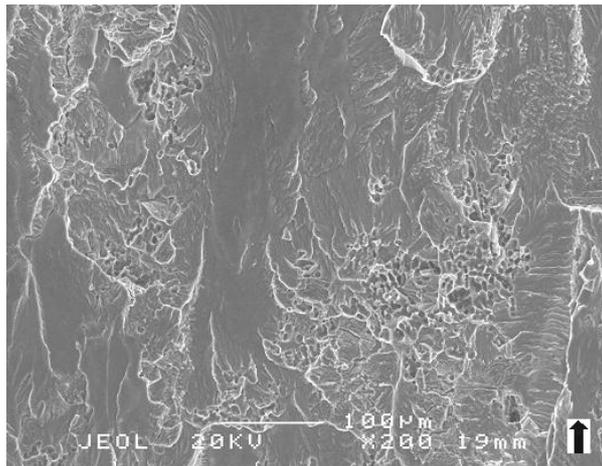
(a)



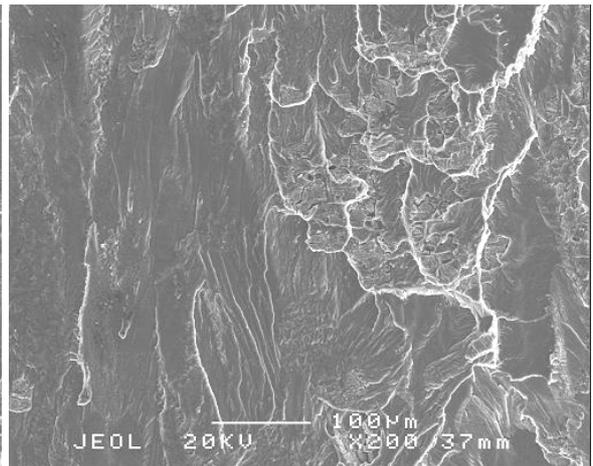
(b)

(c)

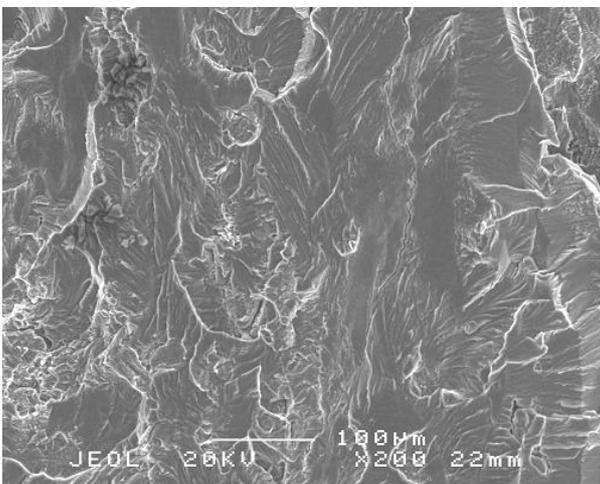
Figure V-11. Surfaces de rupture de fatigue pour différentes fréquences à $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) air (b) 10 Hz. Flèches noires : plages lisses qui seront analysées dans la suite du rapport (c) 1 Hz.



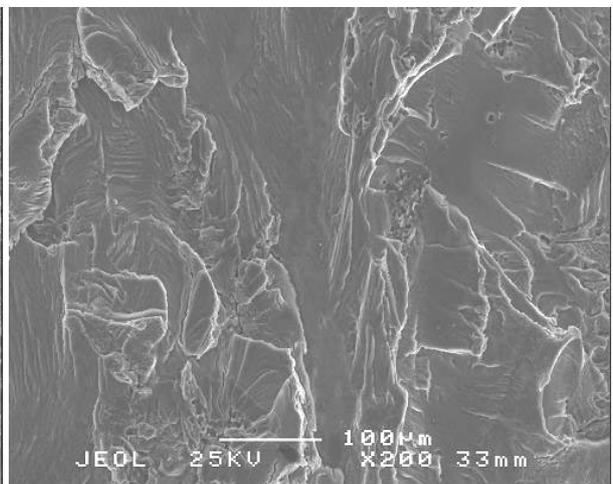
(a) 10 Hz



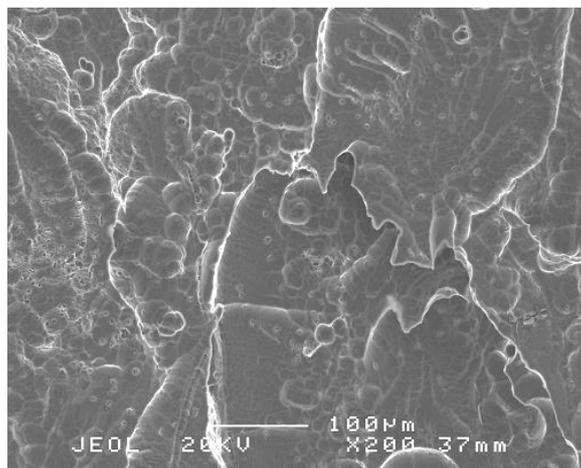
(b) 5 Hz



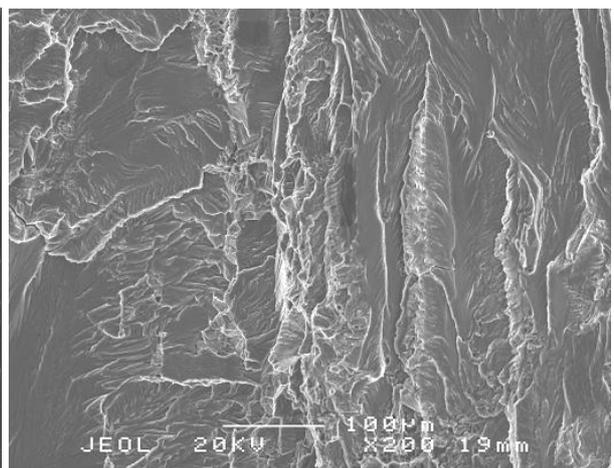
(c) 2.5 Hz



(d) 1 Hz

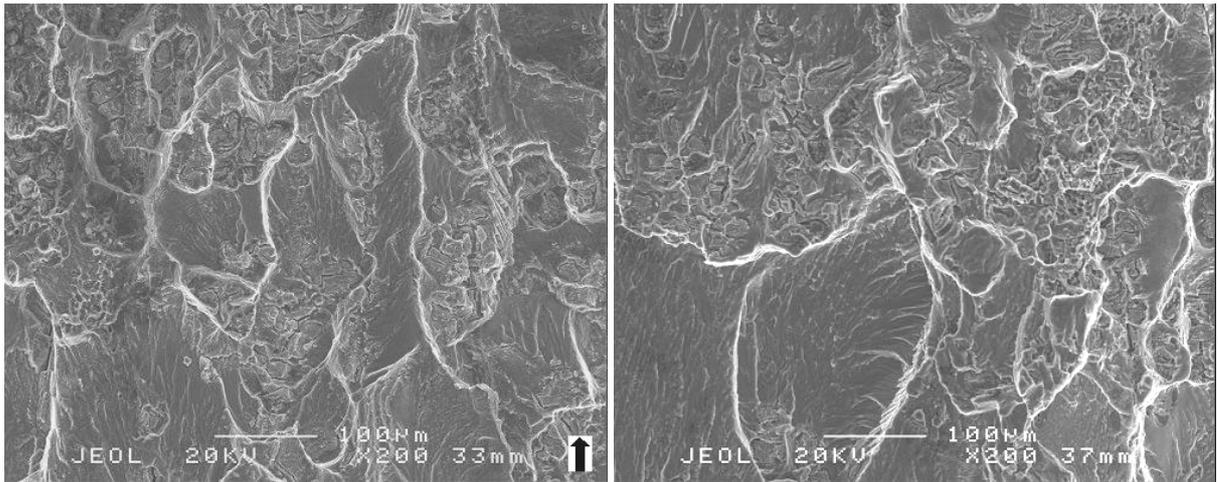


(e) 0.1 Hz



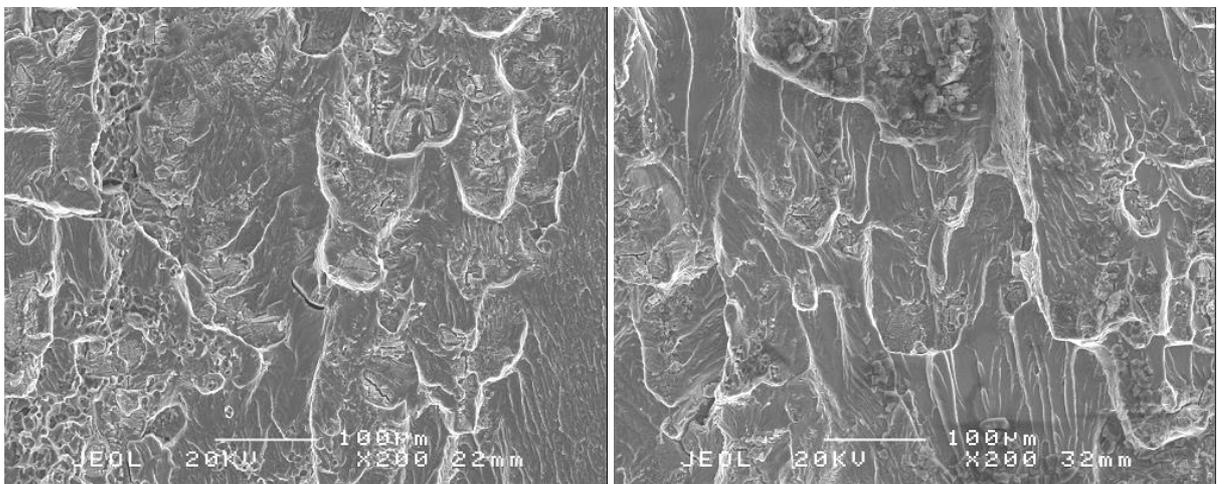
(f) Air

Figure V-12. Surfaces de rupture de fatigue pour différentes fréquences à $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) (b) (c) (d) (e) 3.5% NaCl 10 à 0.1 Hz (f) air.



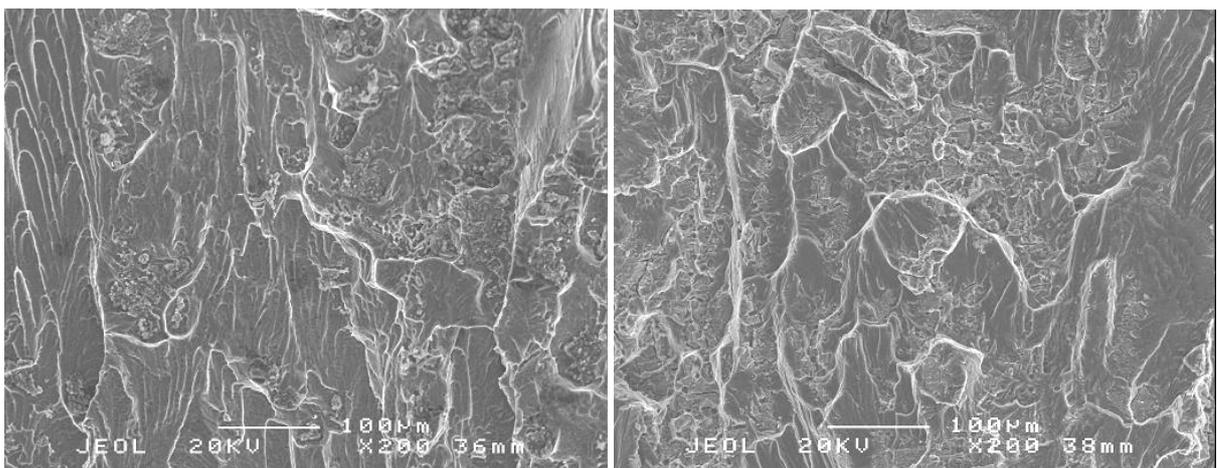
(a) 10 Hz

(b) 5 Hz



(c) 2.5 Hz

(d) 1 Hz



(e) 0.1 Hz ($\Delta K=6.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)

(f) Air

Figure V-13. Surfaces de rupture de fatigue pour différentes fréquences à $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) (b) (c) (d) (e) 3.5% NaCl 10 à 0.1 Hz (f) air. (Pour 0.1 Hz, $\Delta K=6.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.)

V.3.1.2.1 *Stries de fatigue*

Dans le domaine de chargement exploré aucune strie de fatigue n'a été détectée. On a vu précédemment sous air que, pour $R=0.7$ et dans la gamme de chargement considérée, les stries n'apparaissent pas avant environ $8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et restent très rares.

V.3.1.2.2 *Surfaces rugueuses*

Pour toutes les fréquences, de grandes surfaces rugueuses apparaissent. Un exemple est donné en Figure V-14. Elles semblent tout de même moins nombreuses sous air et aux faibles fréquences de chargement.

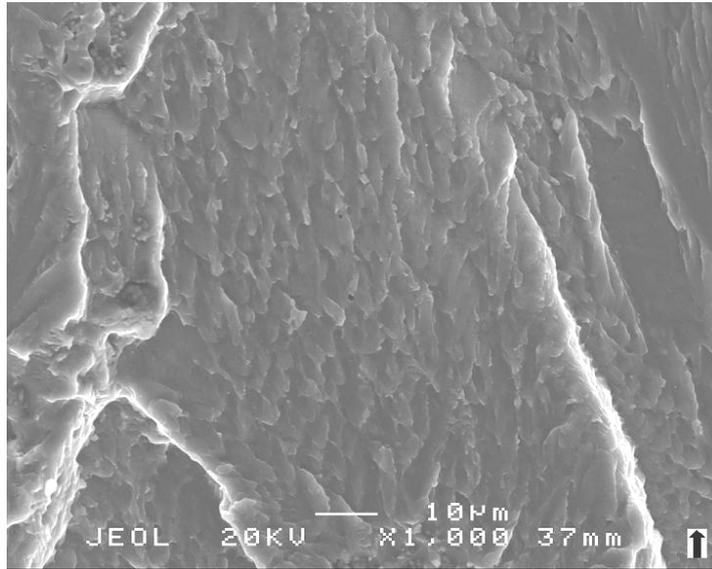


Figure V-14. Surfaces rugueuses observées plutôt aux hautes fréquences en solution saline. $R=0.7$. 5 Hz. Sinus. $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.3.1.2.3 *Éléments non identifiés typiques de la solution saline*

Des éléments spécifiques, c'est-à-dire non observés sous air, apparaissent en solution saline, pour toutes les fréquences, et toute la gamme de chargement balayée. Quelques exemples sont donnés en Figure V-15 (carrés noirs). La nature exacte de ces éléments sera examinée dans la suite du rapport, lors de l'analyse des résultats de fatigue corrosion.

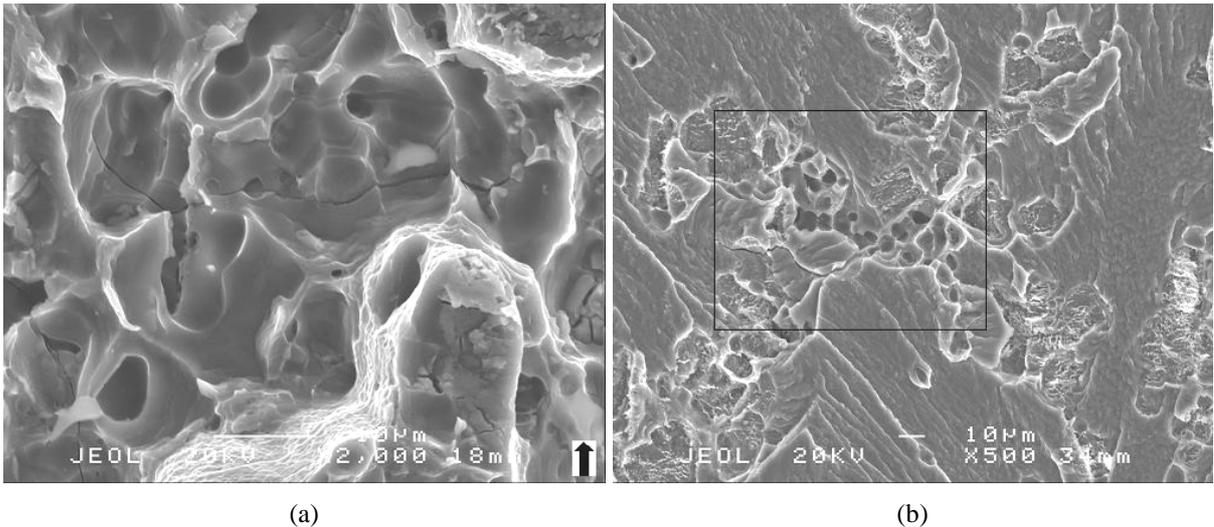


Figure V-15. Eléments non identifiés typiques de la fissuration dans 3.5%NaCl pour le régime des vitesses élevées (a) 10 Hz $\Delta K=7.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) 10 Hz $\Delta K=4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.3.1.2.4 Fissures secondaires

Pour la gamme de fréquences élevées, entre 10 et 2.5 Hz, sur toute la gamme de chargement explorée, peu de fissures secondaires apparaissent en solution saline. Pour le deuxième gamme de fréquences, entre 1 et 0.1 Hz, quelques fissures secondaires sont observées par rapport à l'air pour des valeurs de ΔK inférieures à $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Un exemple est donné en Figure V-16.

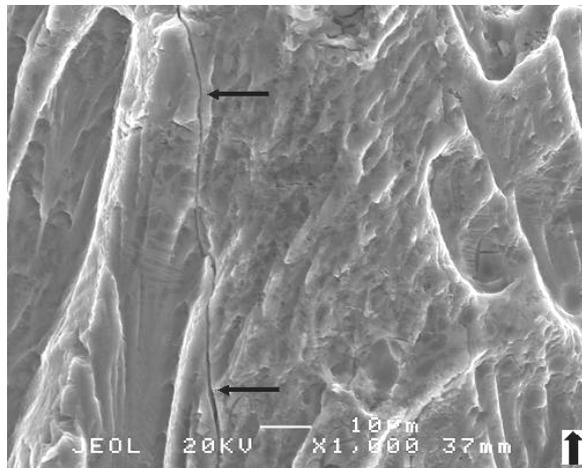


Figure V-16. Exemple de fissure secondaire aux basses fréquences. 0.1 Hz $\Delta K=5.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Une éprouvette testée à 0.1 Hz et $R=0.7$ dans une solution à 3.5%NaCl a été découpée au cœur avant d'être rompue pour examiner les fissures secondaires et les branchements sur le chemin de fissuration (Figure V-17).

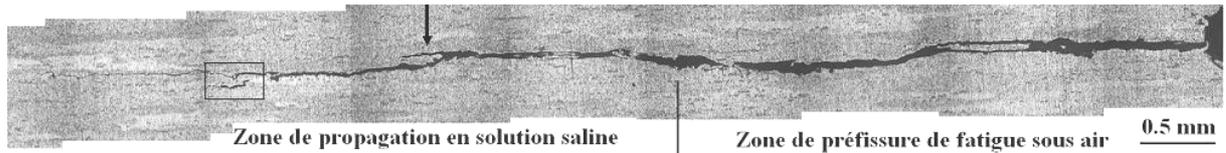


Figure V-17. Chemin de fissure au coeur d'une éprouvette de fatigue corrosion. 3.5%NaCl. R=0.7. 0.1 Hz. Sinus. Après préfissure : $\Delta K=5.1$ à $6.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Durée d'immersion : 11 jours. Propagation de droite à gauche.

Dans la zone de propagation en solution saline très peu de fissures secondaires et de branchements sont observés. Le seul branchement détecté, repéré par une flèche noire, ne dépasse pas $250 \mu\text{m}$ sur une longueur totale d'avancée de fissure en solution saline d'environ 4.2 mm . Une fissure secondaire d'environ $250 \mu\text{m}$ est repérée par un carré noir. Seul un comptage statistique ainsi qu'une mesure de leur longueur, suivis d'un calcul, pourraient quantifier la variation des vitesses due à ces fissures secondaires. Ceci n'a pas été réalisé car l'analyse de l'influence de la fréquence ne se basera pas sur cet argument, notamment parce qu'on ne soupçonne pas d'influence importante de ces fissures.

V.3.1.2.5 Plages lisses

Des plages, dont des exemples sont délimités par des lignes noires en Figure V-18, sont observées, surtout aux faibles facteurs d'intensité de contrainte et aux hautes fréquences (2.5, 5 et 10 Hz). Ces plages sont très peu présentes sous air. La Figure V-18b montre qu'elles sont très lisses et ne semblent pas comporter de marches de clivage ni de stries.

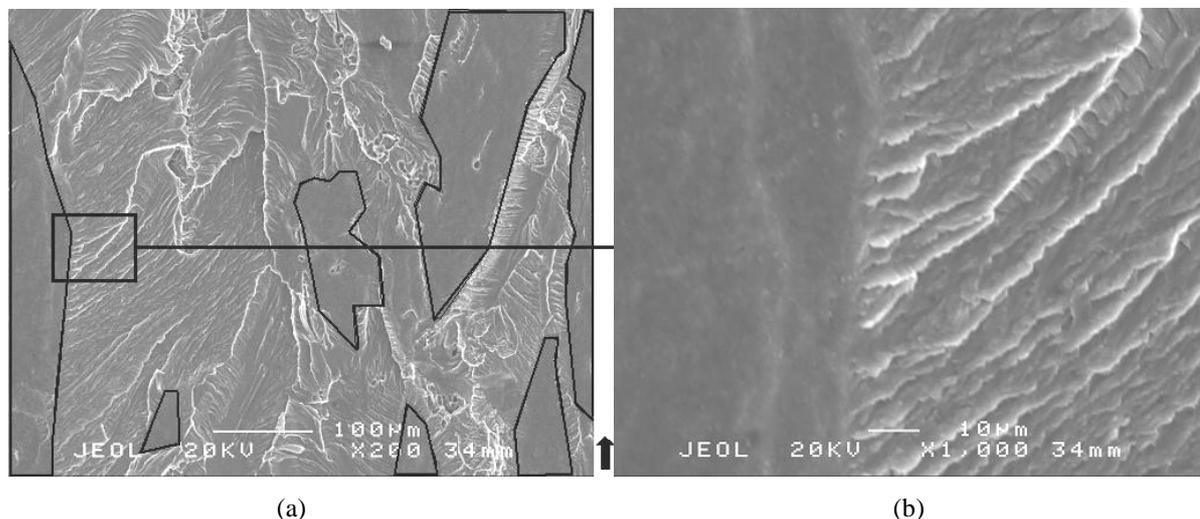


Figure V-18. Exemples de plages lisses observées sous 3.5% NaCl aux faibles chargements (a) 10 Hz $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) vue détaillée d'une plage lisse à gauche et de marches de clivage à droite.

Il semble que pour une fréquence donnée, plus le facteur d'intensité de contrainte est faible, plus ces plages sont grandes et nombreuses par rapport à l'air. Or, pour une fréquence donnée, plus ΔK est faible, plus les vitesses de propagation en solution sont grandes par rapport aux vitesses sous air. De plus ces plages apparaissent plus souvent pour les hautes fréquences. A 10 Hz et à un très faible

chargement ($\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$), la modification des surfaces de rupture par rapport à l'air est la plus marquée (Figure V-11a-b). Or c'est pour cette condition (10 Hz aux faibles valeurs de ΔK), que la différence entre les vitesses de propagation en solution saline et les vitesses sous air est la plus grande (Figure V-7). On peut donc penser que la formation de ces plages est intimement liée au mécanisme de fissuration qui gouverne la fatigue corrosion du 2024-T351. Dans le chapitre VI ces plages seront comptées de façon quantitative pour valider cette hypothèse et constitueront une base de réflexion sur l'influence de la solution saline par rapport à l'air.

V.3.2 Forme du signal

L'influence de la fréquence de chargement peut en fait se décomposer suivant l'effet de deux facteurs, à savoir le temps de montée TM et le temps d'immersion TI. Ces deux facteurs peuvent être étudiés séparément en faisant varier la forme du signal. Une illustration de ces paramètres est donnée en Figure V-19, avec l'ensemble des signaux utilisés pour examiner l'influence de la forme du signal.

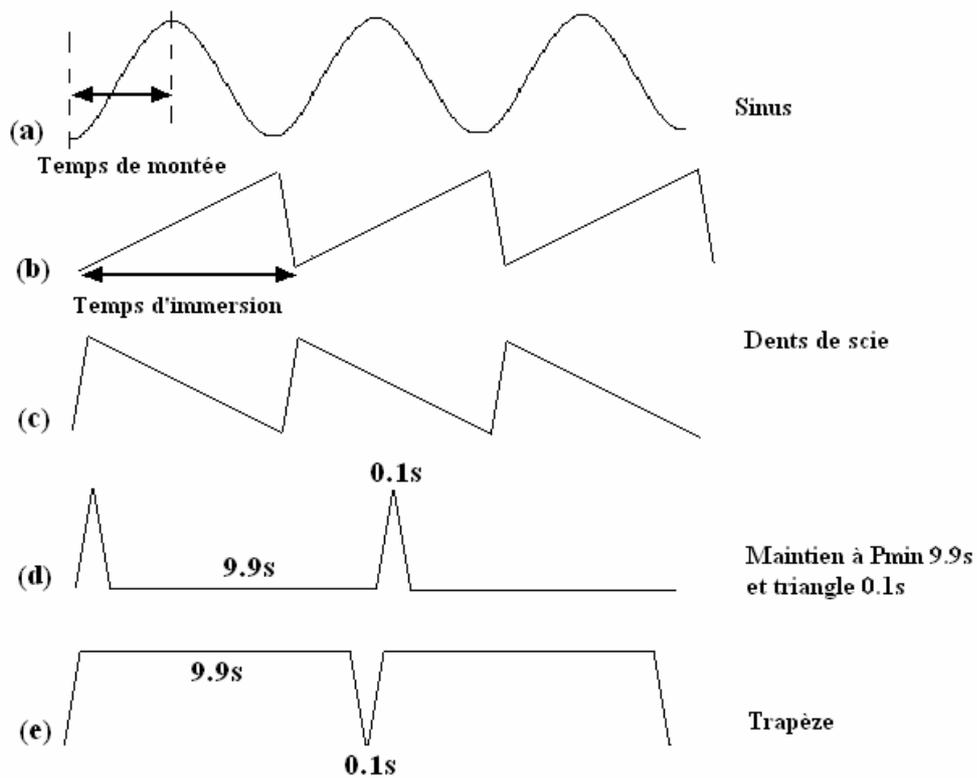


Figure V-19. Paramètres et signaux utilisés pour étudier l'influence de la forme du signal.

Remarque : le temps d'immersion TI n'est autre que l'inverse de la fréquence, soit la période du signal. Pour simplifier nous avons choisi de considérer le temps d'immersion TI comme un paramètre à part entière.

V.3.2.1 Influence du temps de montée TM pour un temps d'immersion constant

V.3.2.1.1 Influence du temps de montée à 5 Hz

Dans cette partie la fréquence est maintenue égale à 5 Hz, le temps d'immersion TI est donc constant. Les variations du temps de montée TM sont obtenues en appliquant des signaux en dents de scie.

Les vitesses de fissuration sont données en Figure V-20. Aucune variation des vitesses n'est observée par rapport au chargement sinus à la même fréquence.

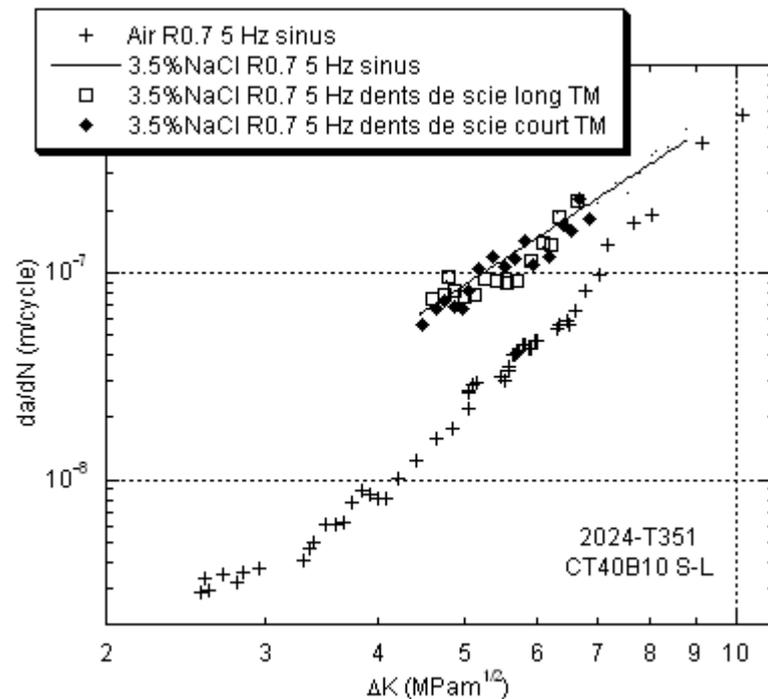


Figure V-20. Influence du temps de montée TM à 5 Hz sur les vitesses de propagation.

On remarque qu'un coude apparaît pour l'essai avec un long temps de montée. Ce coude est similaire à celui détecté pour le chargement sinus à une fréquence de 2.5 Hz (Figure V-21). Or, entre les deux couples {fréquence ; signal} que sont {2.5 Hz ; sinus} et {5 Hz ; dents de scie avec long TM}, le temps d'immersion change mais le temps de montée est presque identique. Par conséquent le coude observé à 2.5 Hz n'est peut-être pas du à une incertitude expérimentale et est peut-être gouverné par le temps de montée TM.

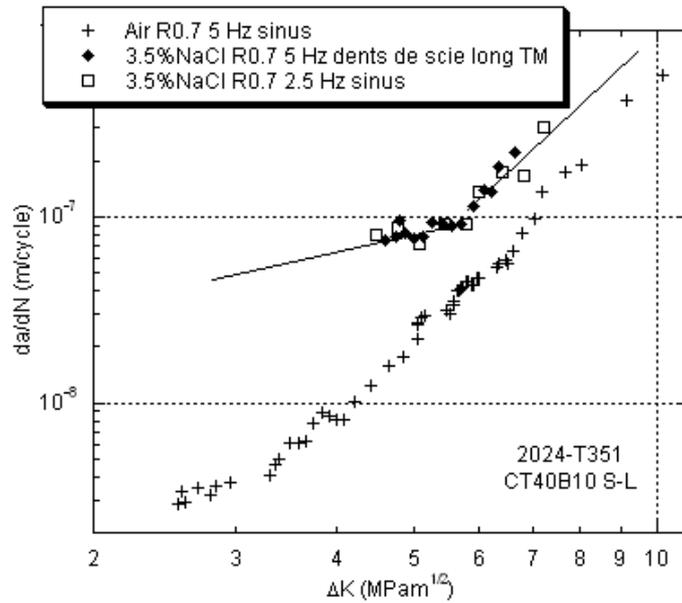
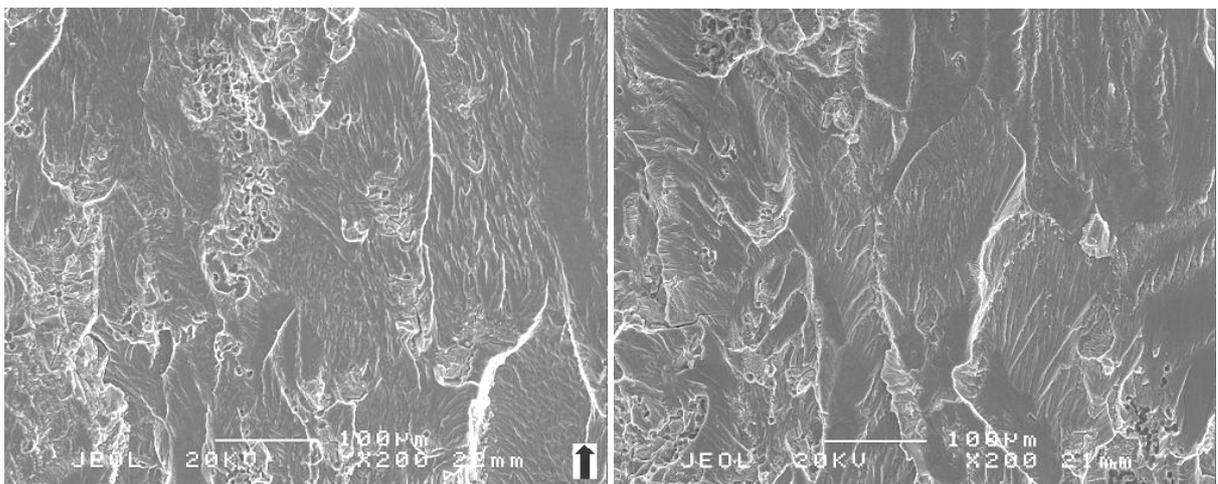


Figure V-21. Modification de la pente dans le régime de pente 2 observé sur les vitesses de fissuration à 2.5 Hz sinus et répété pour 5 Hz dents de scie long temps de montée TM.

On retrouve sur les surfaces de rupture les aspects caractéristiques d’une propagation transgranulaire par pseudo clivage et formation de cupules (Figure V-22 et Figure V-23). Pour $\Delta K=4.5$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, de nombreuses plages lisses et surfaces rugueuses sont visibles, comme pour les essais sous chargement sinus à hautes fréquences. De plus, entre les deux types de dents de scie, aucune différence notable n’apparaît sur les surfaces, ce qui est cohérent avec les vitesses de propagation identiques mesurées.



(a)

(b)

Figure V-22. Surfaces de rupture pour essai dents de scie à 5 Hz. $\Delta K=4.5$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) long temps de montée (b) court temps de montée.

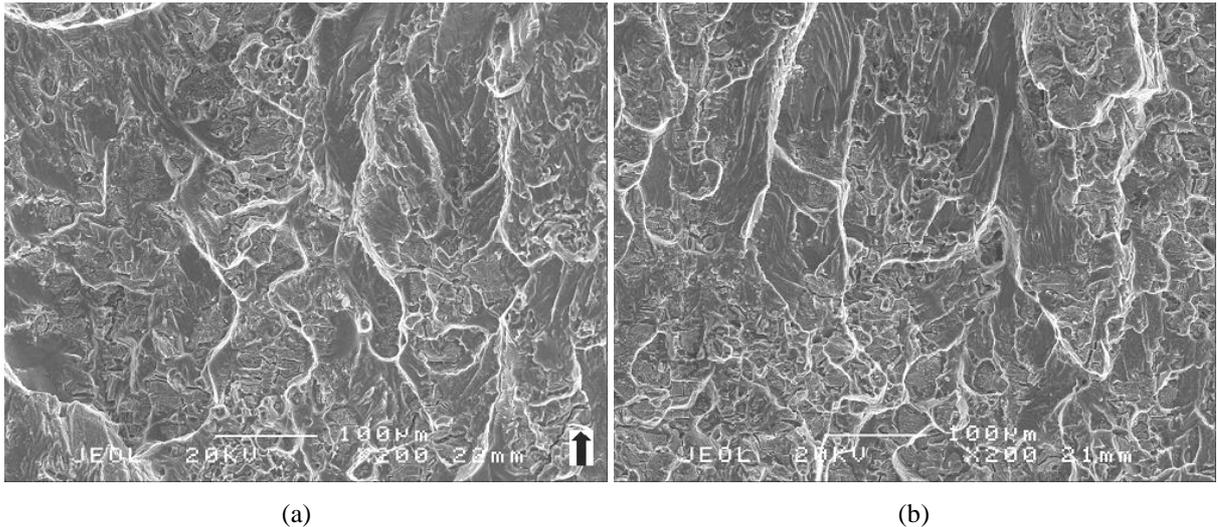


Figure V-23. Surfaces de rupture pour essai dents de scie à 5 Hz. $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) long temps de montée (b) court temps de montée.

V.3.2.1.2 Influence du temps de montée TM à 1 Hz

Dans cette partie la méthode est identique à celle employée à 5 Hz : la fréquence est maintenue égale à 1 Hz, le temps d’immersion TI est donc constant. Les variations du temps de montée TM sont obtenues en appliquant des signaux en dents de scie.

Les vitesses de fissuration sont données en Figure V-24. Les deux essais correspondant à des valeurs différentes de TM donnent chacun un résultat que nous allons exposer séparément.

Pour l’essai avec un court temps de montée, les vitesses de fissuration mesurées se trouvent dans le domaine des vitesses obtenues pour les hautes fréquences sous un chargement sinusoïdal. Dans cet essai le temps d’immersion correspond à celui d’un essai sinus à 1 Hz mais avec un temps de montée extrêmement élevé, comme pour les chargements sinus à 10 Hz. Par conséquent, il apparaît que le temps de montée gouverne la transition entre le régime des vitesses élevées avec une pente 2 pour $\text{da}/\text{dN}-\Delta K$ et le régime des vitesses proches de celles sous air, en pente 4. Ce n’est donc pas exactement la fréquence qui gouverne la transition entre les deux régimes de vitesses, mais le temps de montée.

Pour l’essai avec un long temps de montée, on reste dans le régime de pente 4, ce qui confirme la conclusion effectuée précédemment sur l’influence de TM . De plus un résultat supplémentaire apparaît : les vitesses de fissuration sont légèrement inférieures aux vitesses de l’essai avec chargement sinus à 1 Hz. Le temps de montée semble donc être également à l’origine du ralentissement de la propagation lorsque la fréquence baisse, au sein du régime de pente 4.

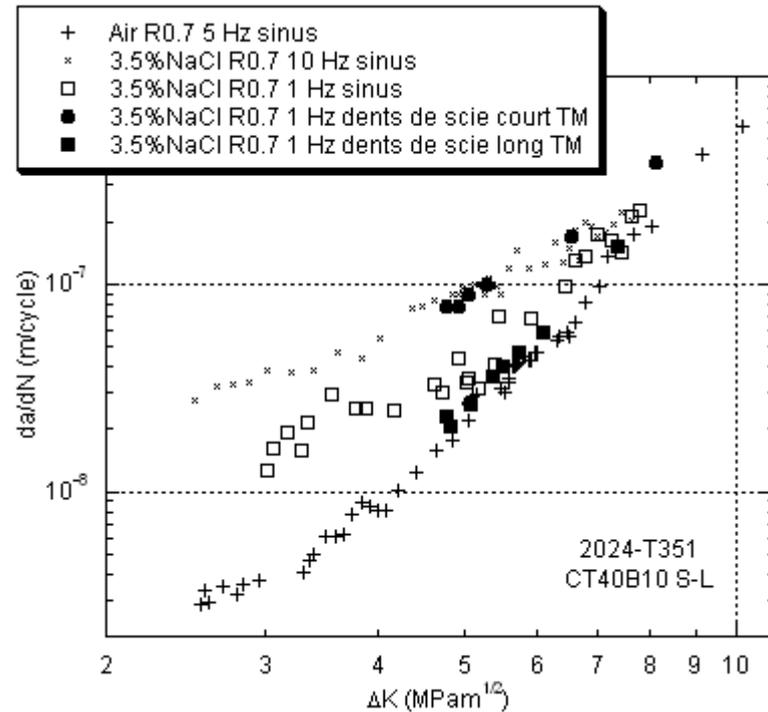


Figure V-24. Influence du temps de montée TM à 1 Hz sur les vitesses de propagation.

Les surfaces de rupture présentent les aspects caractéristiques d'une propagation transgranulaire par pseudo clivage et formation de cupules (Figure V-25 et Figure V-26). Pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la surface pour le long temps de montée est très corrodée, car les vitesses étant faibles, l'essai a duré presque 3 jours et par conséquent la corrosion post mortem est importante (Figure V-25a). Pour l'essai avec un court temps de montée, on retrouve de grandes plages lisses, comme pour les essais sous chargement sinus à hautes fréquences (Figure V-25b). Pour $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, les surfaces sont très similaires pour les deux signaux en dents de scie (Figure V-26). Pour cette valeur de ΔK les vitesses de propagation sont peu influencées par la forme du signal, et probablement dominées par le seul chargement cyclique donc il est cohérent d'observer des surfaces analogues.

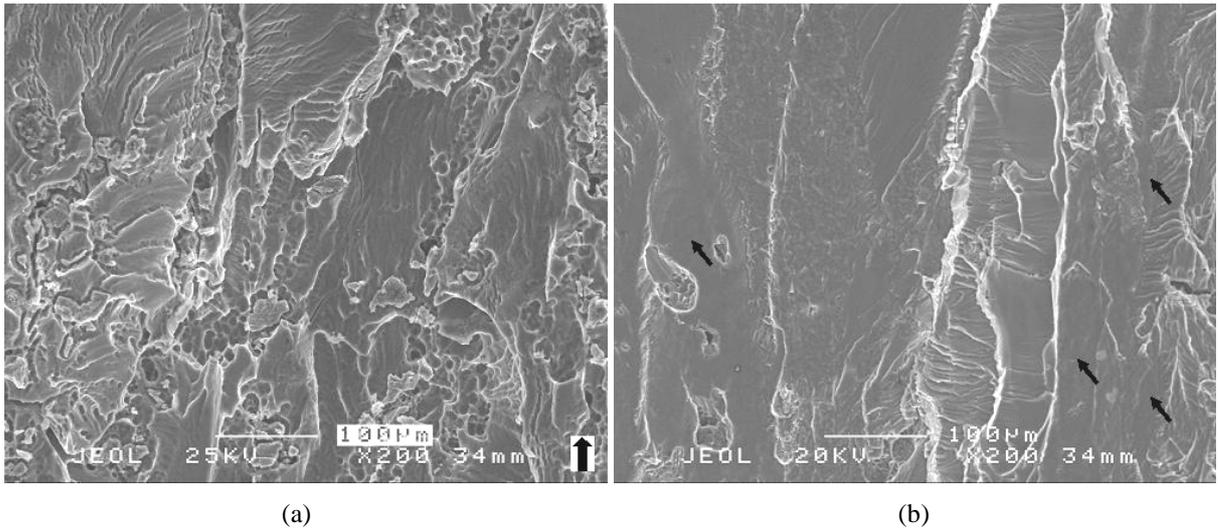


Figure V-25. Surfaces de rupture pour essai dents de scie à 1 Hz. $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) long temps de montée (b) court temps de montée.

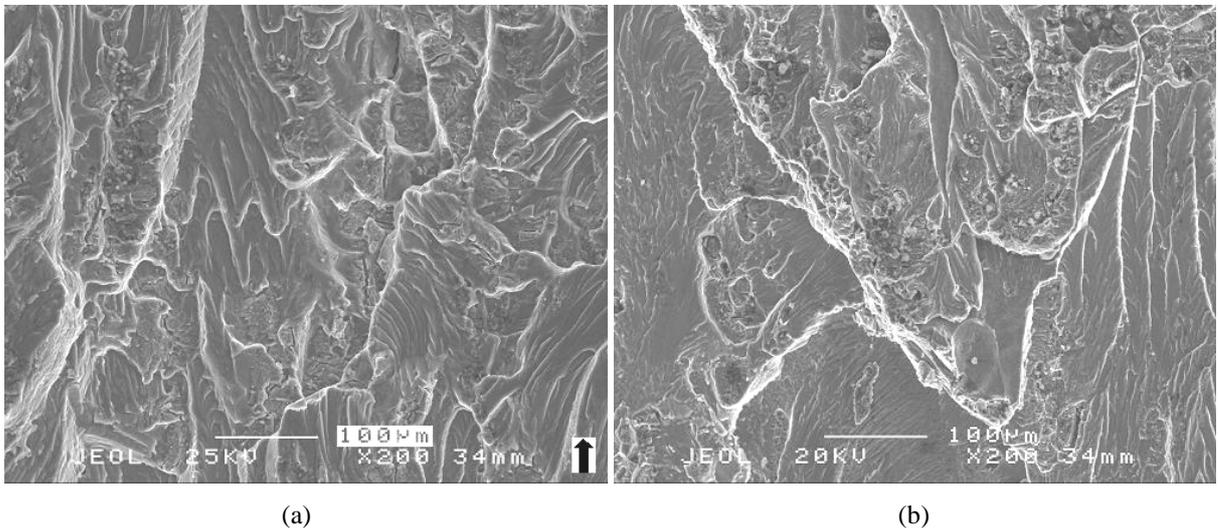


Figure V-26. Surfaces de rupture pour essai dents de scie à 1 Hz. $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) long temps de montée (b) court temps de montée.

V.3.2.2 Influence du temps d'immersion TI pour un temps de montée constant

V.3.2.2.1 Triangle 10 Hz avec maintien à la charge minimale pendant 9.9 secondes

Un essai composé d'un triangle de période 0.1s, suivi d'un maintien à la charge minimale pendant 9.9s a été accompli afin d'étudier l'influence du temps d'immersion. Pour cet essai, le temps de montée est celui d'un chargement sinus à 10 Hz, mais le temps d'immersion est celui d'un chargement sinus à 0.1 Hz. Les vitesses obtenues appartiennent au régime de pente 2 donc c'est encore une fois le temps de montée qui gouverne la fissuration (Figure V-27).

On doit tout de même remarquer pour ΔK inférieur à $5.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la courbe $da/dN-\Delta K$ semble suivre une pente 4 au lieu d'une pente 2. Il conviendrait d'examiner le comportement pour des valeurs de ΔK inférieures à $4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour s'assurer que la fissuration suit une pente 2 dans ce domaine.

Quoi qu'il en soit, les vitesses de fissuration sont très nettement supérieures aux vitesses du chargement sinus à 0.1 Hz et cet effet est clairement attribué au temps de montée, car pour les deux essais le temps d'immersion est identique et seul le temps de montée varie.

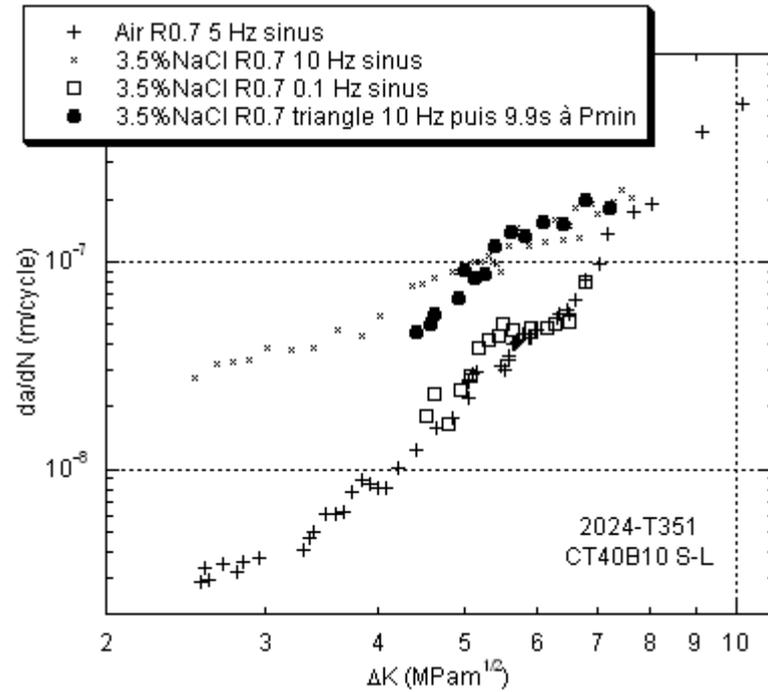


Figure V-27. Vitesses de fissuration pour un triangle 10 Hz avec maintien à la charge minimale pendant 9.9 secondes.

Au niveau des surfaces de rupture, la corrosion est très marquée pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et les surfaces ne peuvent pas fournir d'information (Figure V-28a). En effet si les vitesses de fissuration sont élevées, le temps de maintien à la charge minimale à chaque cycle implique des cycles de 10 secondes, donc un essai très long, plus de 9 jours, et la corrosion post mortem est très marquée. Pour $\Delta K=6.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ les surfaces sont habituelles ; pseudo clivage et cupules (Figure V-28b).

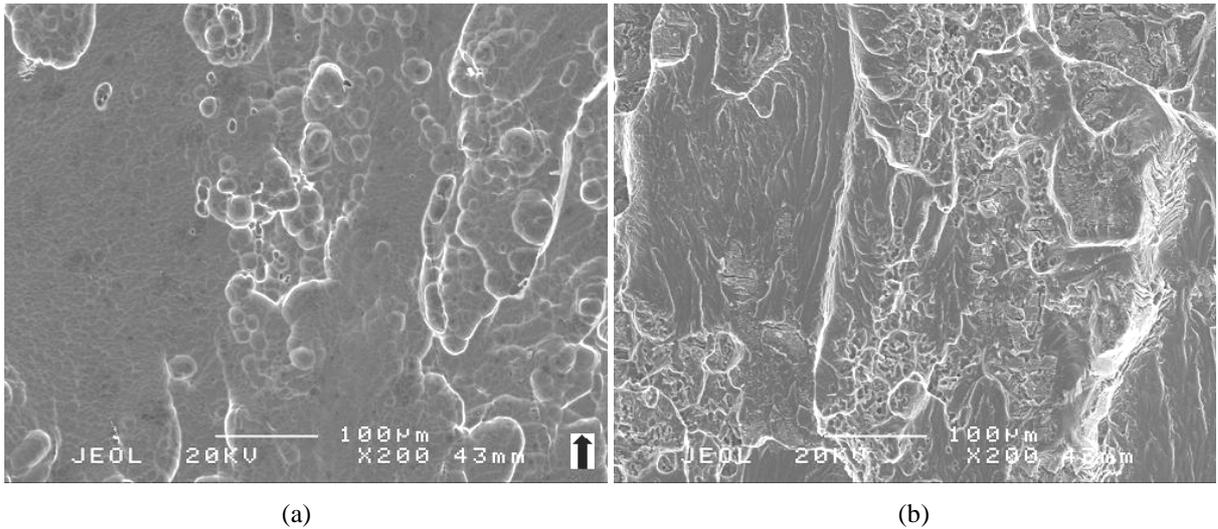


Figure V-28. Surfaces de rupture pour essai triangle 10 Hz avec maintien à la charge minimale pendant 9.9 secondes (a) $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) $\Delta K=6.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.3.2.2.2 *Trapèze à 0.1 Hz*

Un essai avec un signal trapèze consistant en un court temps de montée, un temps de maintien à la charge maximale pendant 9.9 secondes puis un retour rapide à la charge minimale a été réalisé (Figure V-19e). Dans ce cas, TM correspond au temps de montée d'un essai sinus 10 Hz, alors que le temps d'immersion TI est de 10 secondes, comme pour un essai sinus 0.1 Hz. Par conséquent, si TM gouverne les deux régimes de vitesse, on doit retrouver le régime des vitesses élevées en pente 2. Si TI gouverne les deux régimes de vitesse, on doit retrouver le régime des vitesses faibles en pente 4. Les vitesses de propagation sont tracées en Figure V-29. Le régime de pente 2 est observé. Par conséquent pour un essai trapèze, le maintien à la charge maximale et le temps d'immersion n'influencent pas la propagation et seul le temps de montée contrôle la fissuration.

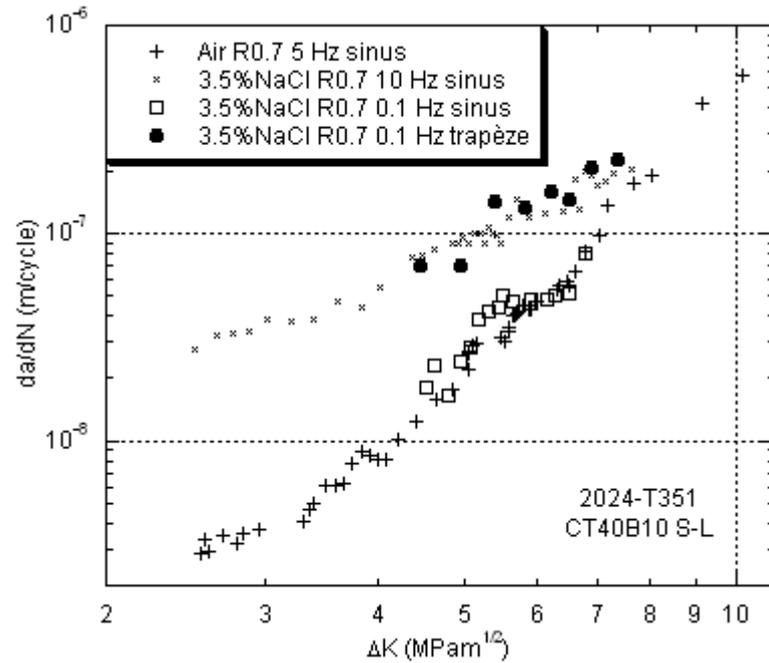


Figure V-29. Vitesses de fissuration pour un essai trapèze à 0.1 Hz.

A $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Figure V-30a), les surfaces de rupture sont très corrodées car les cycles longs impliquent un temps d'essai important, donc une forte corrosion du sillage. Pour information, cet essai a duré environ 9 jours. A $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ les surfaces sont similaires à celles observées sous air (Figure V-30b).

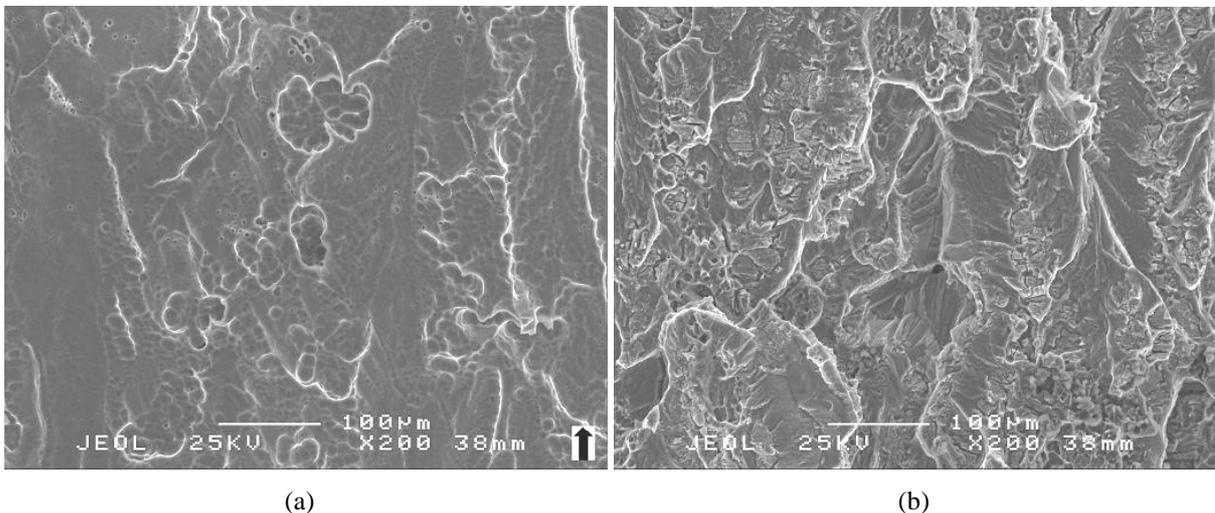


Figure V-30. Essai trapèze à 0.1 Hz (a) $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.3.2.3 Récapitulatif sur l'influence de la forme du signal

Dans le Tableau V-2, les résultats des essais sur la forme du signal (vitesse moyenne et pente de la droite $da/dN - \Delta K$) sont résumés en fonction du temps d'immersion et du temps de montée. Les données du Tableau V-2 sont reprises sous forme de graphiques sur les Figure V-31 et Figure V-32.

Forme du signal	Fréquence (Hz)	TI (s)	TM (s)	da/dN pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	Pente de la droite da/dN- ΔK entre 4.5 et 7 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
AIR sinus	5	0.2	0.1	1.5E-8	3.9
Eau distillée sinus	5	0.2	0.1	2E-8	
Sinus	0.1	10	5	1.5E-8	3.2
Sinus	1	1	0.5	2.5E-8	4.1
Sinus	2.5	0.4	0.2	7E-8	2.6
Sinus	5	0.2	0.1	6.8E-8	2.8
Sinus	10	0.1	0.05	7E-8	2.1
Dents de scie	5	0.2	0.18	7E-8	2.5
Dents de scie	5	0.2	0.018	7E-8	2.8
Dents de scie	1	1	0.018	7E-8	2.9
Dents de scie	1	1	0.98	1.8E-8	4.5
Maintien à Pmin	0.1	10	0.05	5E-8	3.0
Trapèze	0.1	10	0.05	7E-8	2.4

Tableau V-2. TI : temps d'immersion. TM : temps de montée.

Les Figure V-31a-b donnent la vitesse moyenne sur l'intervalle de ΔK [4.5 ; 7 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] en fonction du temps d'immersion et du temps de montée. Pour le temps d'immersion, aucune tendance ne se dégage (Figure V-31a). Pour le temps de montée (Figure V-31b), la courbe suit tout d'abord un plateau (zone 1), correspondant au domaine des hautes vitesses en pente 2. La vitesse moyenne chute alors brusquement pour rejoindre le domaine des basses vitesses en pente 4 (zone de transition 2). Finalement, dans ce domaine, lorsque le temps de montée augmente la vitesse moyenne de propagation diminue doucement (zone 3).

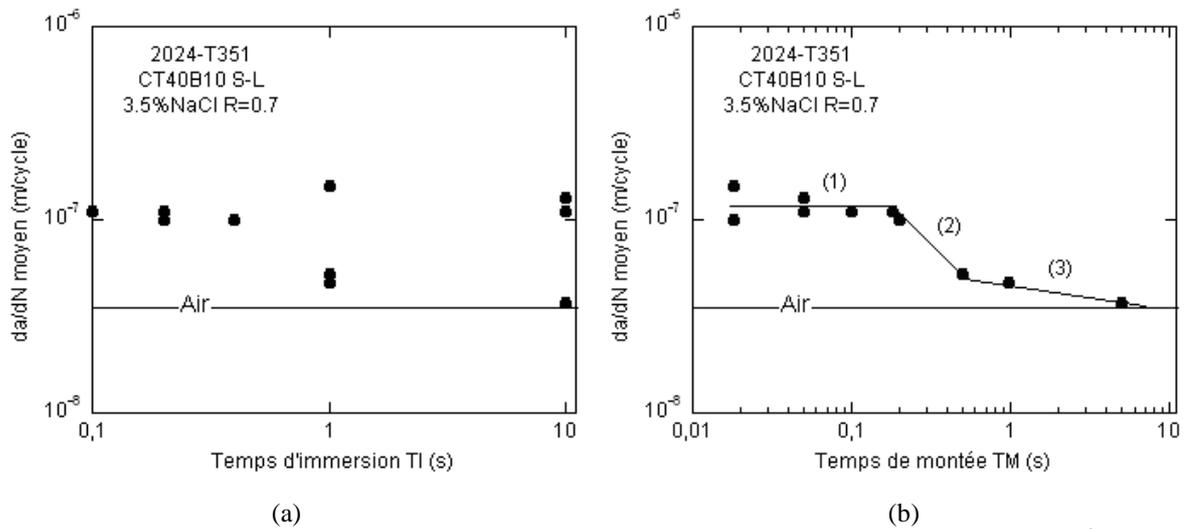


Figure V-31. Vitesses moyennes de fissuration pour l'intervalle de ΔK [4.5 ; 7 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] en fonction de (a) temps d'immersion TI (b) temps de montée TM.

Les Figure V-32a-b donnent la pente de la droite da/dN- ΔK sur l'intervalle de ΔK [4.5 ; 7 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] en fonction du temps d'immersion TI et du temps de montée. Comme pour la vitesse moyenne, aucune tendance ne se dégage pour le temps d'immersion (Figure V-32a), tandis que pour le temps de montée on retrouve les deux régimes de fissuration observés lors de l'étude de la fréquence

(Figure V-32b). Les valeurs des pentes sont relativement dispersées car la corrélation en loi puissance est très sensible aux légères variations de courbe.

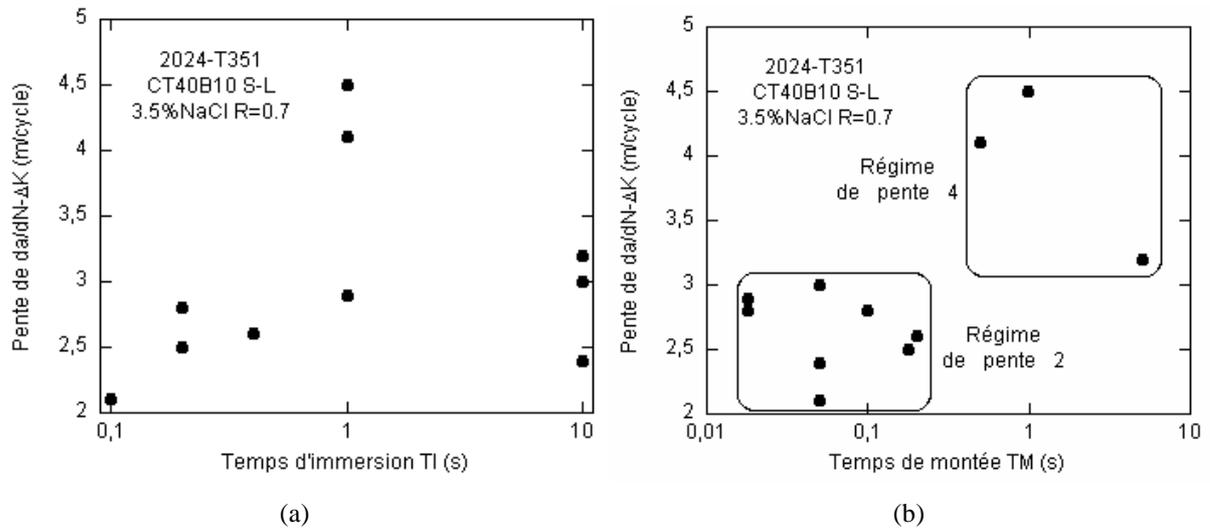


Figure V-32. Pente de $da/dN-\Delta K$ sur l'intervalle de ΔK [4.5 ; 7 MPa \sqrt{m}] en fonction de (a) temps d'immersion T_I (b) temps de montée T_M .

V.3.3 Rapport de charge

Jusqu'à présent tous les essais ont été réalisés au rapport de charge $R=0.7$. Le but était de ne pas induire de fermeture de fissure, et d'obtenir de forts K_{max} pour entrer dans le domaine d'apparition de la corrosion sous contrainte et essayer de faire interagir la fatigue avec la corrosion sous contrainte. Des essais ont été réalisés à $R=0.1$, pour différentes valeurs de fréquence sous un chargement sinus.

Nous étudierons dans un premier temps l'influence de R pour deux fréquences données, 0.1 et 10 Hz. Nous avons considéré plusieurs valeurs de f car nous avons vu qu'à $R=0.7$ le comportement était très dépendant de la fréquence de chargement (pour un chargement sinusoïdal). Ensuite nous examinerons l'influence de la fréquence pour le rapport $R=0.1$. Dans cette deuxième partie la question sera de savoir si l'influence de la fréquence observée à $R=0.7$ change lorsque l'on propage à $R=0.1$.

V.3.3.1 Influence de R en solution saline à 10 Hz

A 10 Hz, pour le rapport de charge $R=0.1$ dans la gamme de ΔK explorée, en solution saline, deux régimes de propagation apparaissent. Pour ΔK inférieur à 10 MPa \sqrt{m} les vitesses sont supérieures aux vitesses sous air. Aux très faibles ΔK l'écart atteint presque un ordre de grandeur, comme pour $R=0.7$. Ensuite, Pour ΔK supérieur à 10 MPa \sqrt{m} les vitesses sont identiques à celles observées à l'air.

Cependant, contrairement à la courbe 3.5%NaCl $R=0.7$, il semble que la courbe suive une évolution de type pente 4 – transition – pente 4, au lieu de suivre une pente 2 puis une pente 4 aux forts ΔK , comme pour $R=0.7$. Néanmoins, la fermeture de fissure n'a pas été mesurée et elle ne devrait

pas être négligée, surtout aux faibles ΔK . Par conséquent nous ne pouvons pas déterminer si l'effet observé est lié à la fermeture de fissure. Ceci est très préjudiciable pour l'analyse des résultats et nous nous garderons de faire toute conclusion hasardeuse. Gardons tout de même en tête le résultat important de cet essai : à 10 Hz, à R=0.1 comme à R=0.7 la propagation sous 3.5%NaCl est plus rapide que sous air.

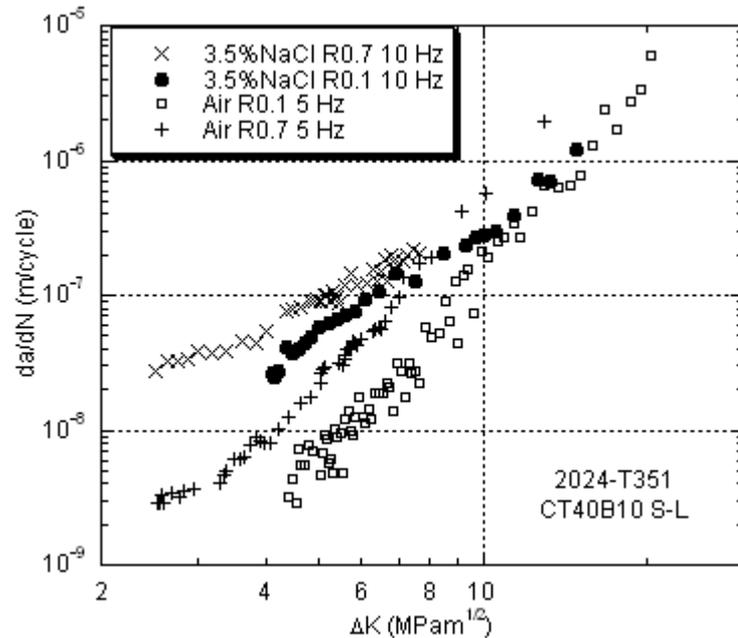
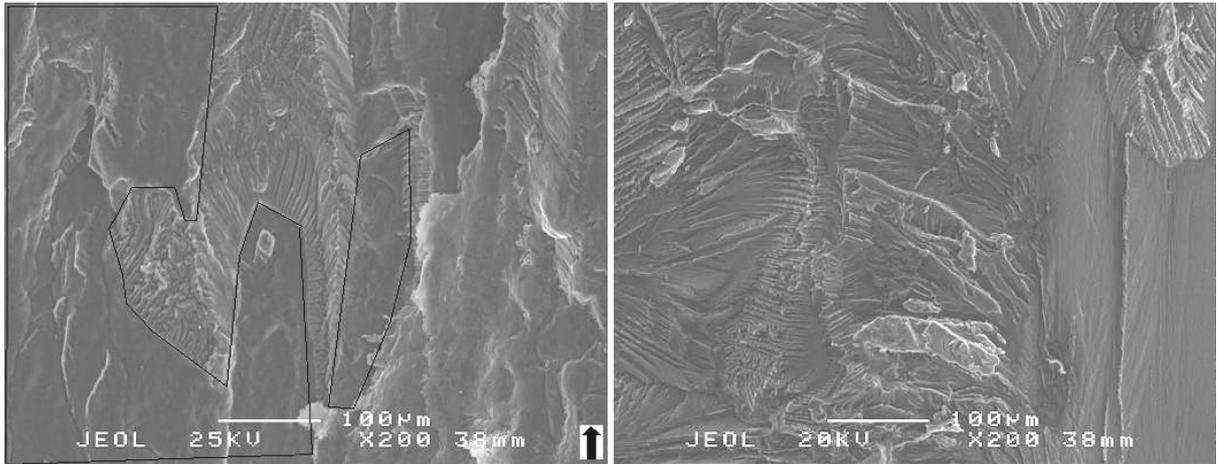
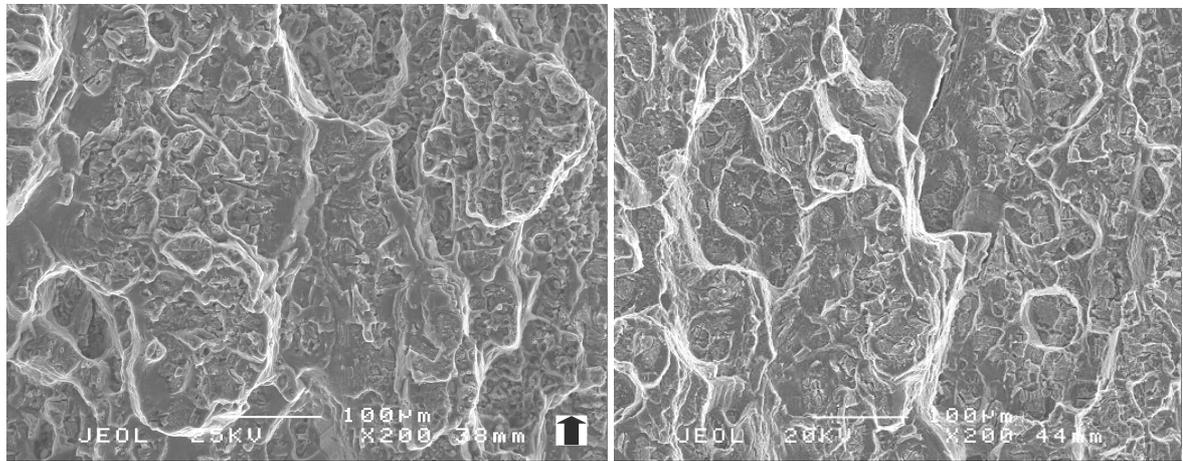


Figure V-33. Influence du rapport de charge en solution saline 3.5%NaCl à 10 Hz.

Les surfaces de rupture en solution saline à R=0.1 10 Hz sont présentées, pour les deux zones de vitesses, en Figure V-34 et Figure V-35. Pour ΔK inférieur à $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ on retrouve du clivage et peu de cupules, comme pour l'air, mais aussi beaucoup de plages lisses, qui ne semblent pas comporter de marches de clivage, comme pour les surfaces en solution aux fortes fréquences à R=0.7. Quelques exemples sont délimités par une ligne noire. Comme pour le rapport R=0.7, dans cette gamme de chargement les vitesses sont supérieures aux vitesses sous air, ce qui confirme que ces plages lisses méritent une analyse plus détaillée. Pour ΔK supérieur à $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, les surfaces sont identiques à celles sous air, ce qui concorde bien avec des vitesses de propagation identiques.



(a) (b)
Figure V-34. Surfaces de rupture $R=0.1$ $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) 3.5%NaCl 10 Hz (a) Air 5 Hz.



(a) (b)
Figure V-35. Surfaces de rupture $R=0.1$ (a) 3.5%NaCl 10 Hz $\Delta K=18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) Air 5 Hz $\Delta K=20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.3.3.2 Influence de R en solution saline à 0.1 Hz

A 0.1 Hz, pour le rapport de charge $R=0.1$, on trouve également deux domaines de vitesses. Pour ΔK inférieur à $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ les vitesses de fissuration sont supérieures à l'air. Ceci est nouveau par rapport au rapport de charge $R=0.7$. En effet, à $R=0.7$ 0.1 Hz on observe des vitesses égales à celles mesurée sous air (Figure V-7). Pour ΔK supérieur à $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ on retrouve les vitesses mesurées sous air. Pour les très forts ΔK , à partir d'environ $18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, les vitesses sous solution saline semblent même inférieures aux vitesses mesurées sous air.

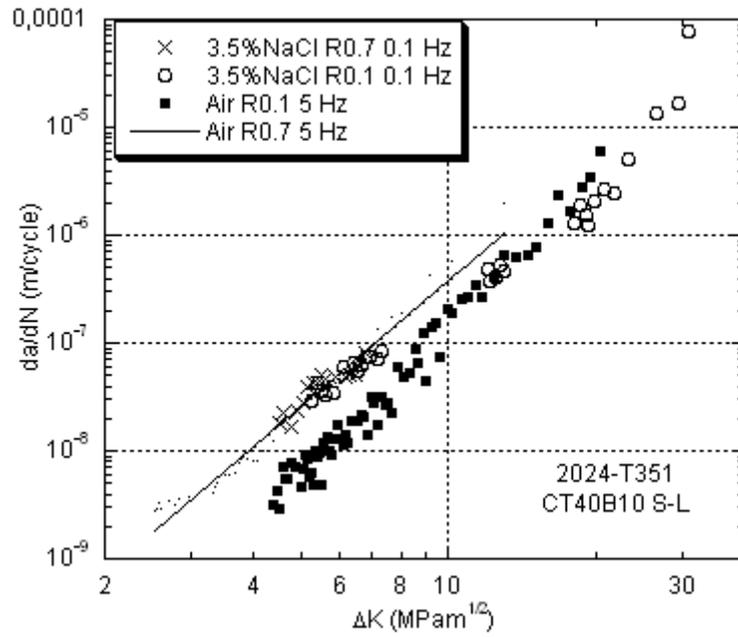


Figure V-36. Influence du rapport de charge en solution saline 3.5%NaCl à 0.1 Hz.

Les surfaces de rupture en solution saline à R=0.1 10 Hz sont présentées, pour les deux zones de vitesses, en Figure V-37 et Figure V-38. Pour une comparaison directe, chaque surface est placée à côté de la surface sous air au même chargement. Pour l'ensemble de la gamme de chargement explorée, il n'y a pas de différence importante entre la solution saline et l'air.

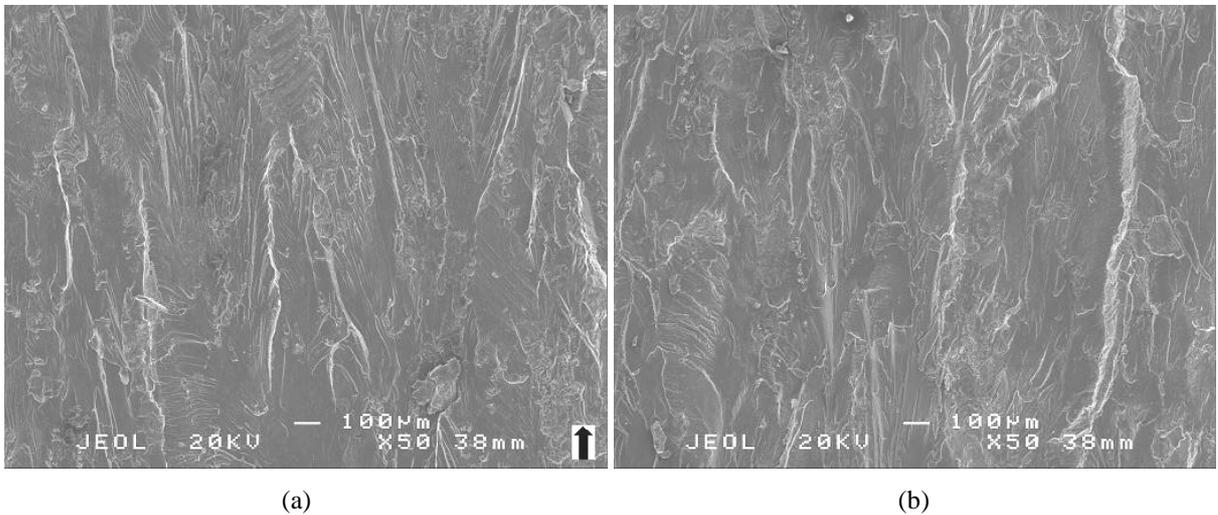


Figure V-37. Surfaces de rupture R=0.1 $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) 3.5%NaCl 0.1 Hz (a) Air 5 Hz.

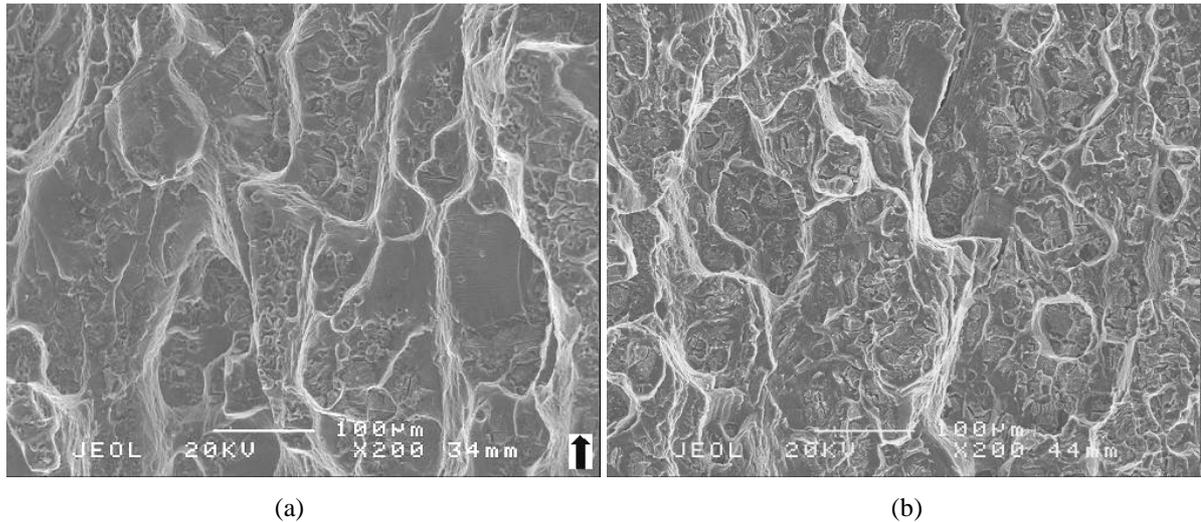


Figure V-38. Surfaces de rupture R=0.1 (a) 3.5%NaCl 0.1 Hz $\Delta K=21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) Air 5 Hz $\Delta K=20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.3.3.3 Analyse des stries pour les deux fréquences de chargement

Pour les deux fréquences de chargement, des stries apparaissent nettement pour les forts ΔK , correspondant à des vitesses supérieures à environ $5 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$. Cette vitesse est comparable à celle d'apparition des stries sous air. Quelques exemples sont donnés en Figure V-39. En Figure V-40, les vitesses microscopiques mesurées sur les interstries sont comparées aux vitesses macroscopiques. Comme sous air, ces vitesses sont similaires aux vitesses macroscopiques donc chaque strie est bien due à un cycle de fatigue.

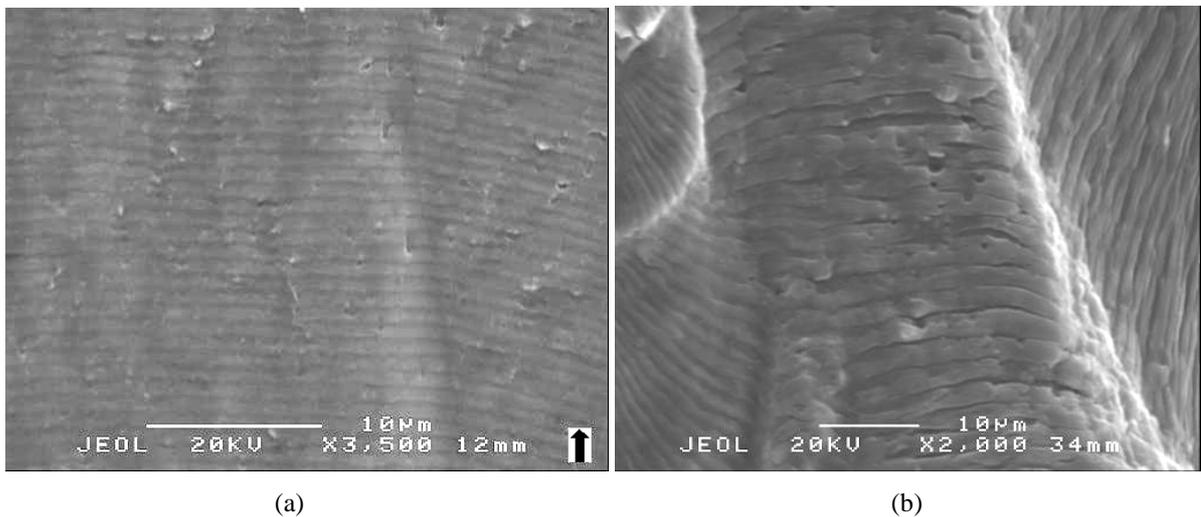


Figure V-39. Exemples de stries observées en fatigue corrosion à R=0.1 pour les deux fréquences étudiées (a) 10 Hz $\Delta K=16.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) 0.1 Hz $\Delta K=21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

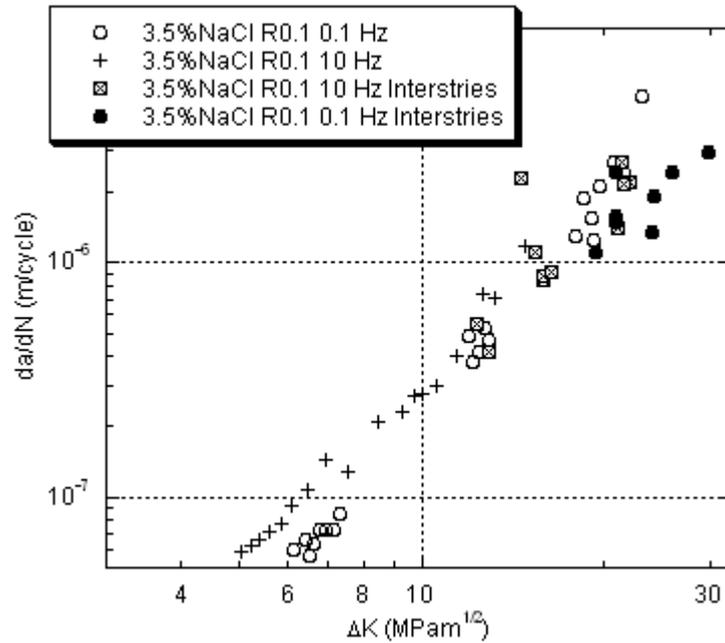


Figure V-40. Comparaison des vitesses microscopiques données par les stries avec les vitesses macroscopiques.

V.3.3.4 Influence de la fréquence en solution saline à R=0.1

Les vitesses de fissuration à R=0.1 pour 10 Hz et 0.1 Hz sont tracées sur un même graphique (Figure V-41). Dans la gamme de chargement utilisée à R=0.7, on retrouve la même tendance que pour le rapport R=0.7 : les vitesses pour 10 Hz sont supérieures aux vitesses à 0.1 Hz. Au delà de 10 MPa√m, les vitesses de fissuration sont toutes similaires entre la solution saline et l'air. On peut penser ici que le chargement mécanique domine totalement la fissuration, avec très peu d'interaction avec la corrosion, donc la fréquence a moins d'influence sur les mécanismes de propagation.

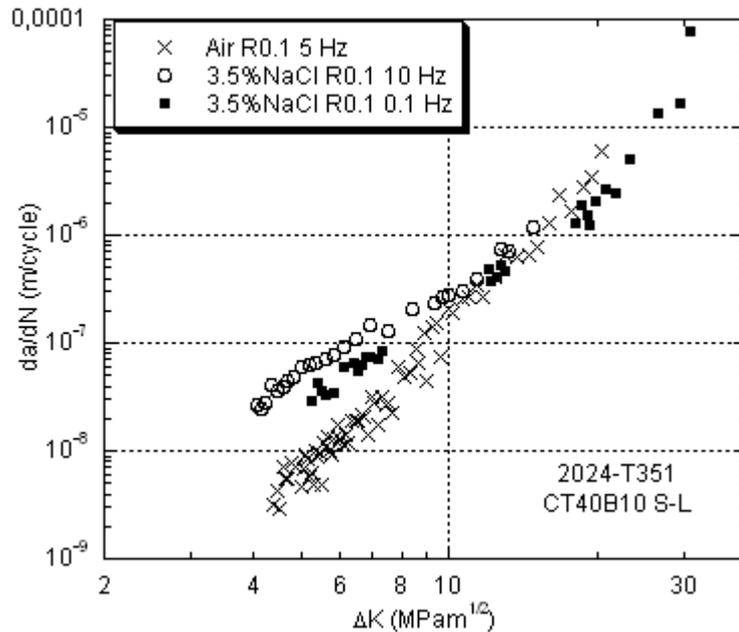


Figure V-41. Influence de la fréquence au rapport de charge $R=0.1$.

V.3.4 Conclusion sur l'influence des paramètres mécaniques

En conclusion, le résultat le plus important de cette première partie porte sur l'influence de la fréquence de chargement. Ainsi, à $R=0.7$, dans le sens S-L, en solution saline 3.5% NaCl, les vitesses de propagation diminuent lorsque la fréquence diminue. Deux régimes de propagation apparaissent, correspondant à des pentes différentes de la droite $da/dN-\Delta K$ dans le domaine de Paris. Entre 10 et 2.5 Hz, la pente de la droite $da/dN-\Delta K$ est proche de 2 et les vitesses sont supérieures aux vitesses sous air de presque un ordre de grandeur. Entre 1 et 0.1 Hz, les vitesses diminuent lorsque la fréquence diminue. A 0.1 Hz on retrouve alors les vitesses mesurées sous air.

Par l'influence de la forme du signal, on a vu que le temps de montée gouverne cet effet de fréquence. Le temps d'immersion sur un cycle n'a pas d'influence sur la propagation en fatigue corrosion du 2024-T351.

Par ailleurs, à $R=0.1$ on retrouve les mêmes tendances que pour $R=0.7$ au niveau de l'influence de la fréquence. La pente 2 n'est pas observée mais on ne peut savoir si cela est dû à la fermeture de fissure.

Finalement, les surfaces de rupture ne révèlent pas de différence fondamentale avec l'air. On retrouve de la propagation par quasi clivage et formation de cupules. Cependant, certains aspects, notamment les plages lisses, semblent pouvoir expliquer l'effet de fréquence observé et seront analysés plus en détail dans le chapitre VI.

V.4 Influence des paramètres environnementaux

V.4.1 Ions chlorure en solution

Un essai à $R=0.7$ à 5 Hz a été réalisé dans l'eau distillée pour étudier l'influence des ions chlorure. Cette eau est identique à celle utilisée pour fabriquer la solution saline à 3.5%NaCl. Les vitesses de propagation sont tracées en Figure V-42 et comparées aux vitesses sous air et en solution saline. On retrouve les vitesses sous air, pour toute la gamme de chargement explorée. Par conséquent, au niveau des paramètres environnementaux, les ions chlorure sont indispensables pour obtenir le régime des vitesses élevées en pente 2 à hautes fréquences.

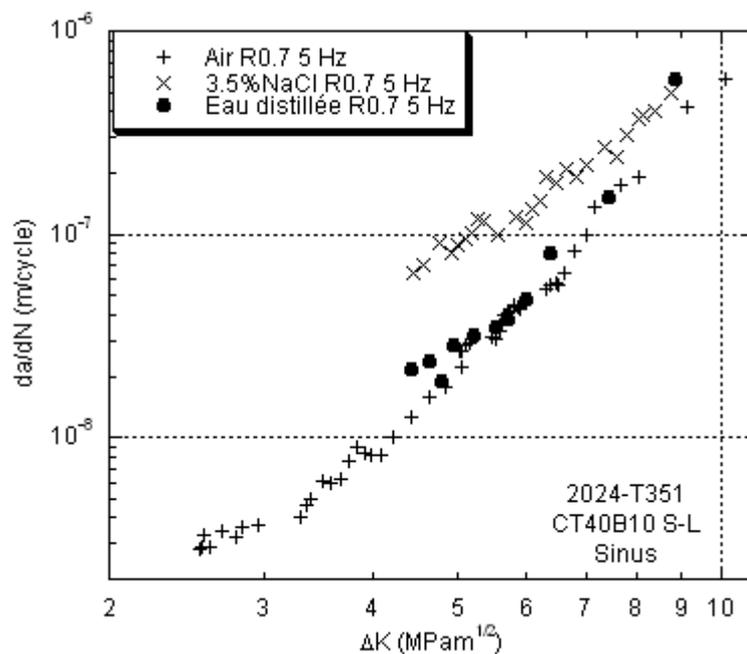


Figure V-42. Influence des ions chlorure sur les vitesses de propagation à 5 Hz $R=0.7$.

Comme pour les vitesses de fissuration, les surfaces de rupture sont similaires à celles observées sous air (Figure V-43).

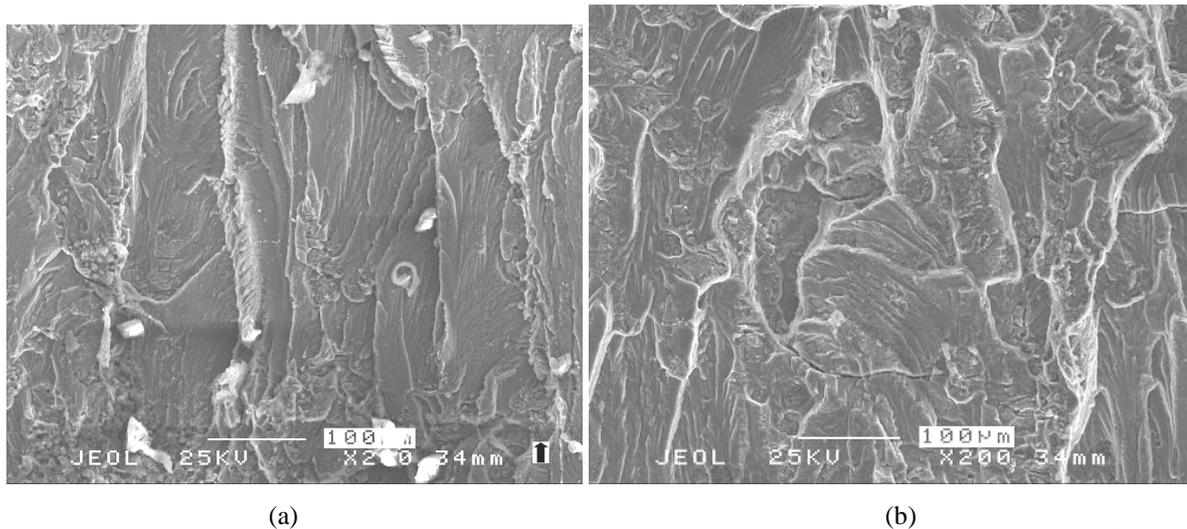


Figure V-43. Surfaces de rupture de fatigue dans l'eau distillée à 5 Hz (a) $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.4.2 Exposition de type immersion émerision

V.4.2.1.1 Introduction

Nous avons vu qu'en immersion permanente la fissuration de l'alliage 2024-T351 en corrosion sous contrainte ne se produit pas sur des temps d'essais de plusieurs semaines (chapitre III). Or en immersion émerision, la fissuration en corrosion sous contrainte mène à une rupture catastrophique en moins de 20 jours pour les conditions considérées. Nous venons également de voir qu'en immersion permanente la fatigue corrosion du 2024-T351 est principalement transgranulaire et indépendante du temps d'immersion. Il n'y a donc pas apparition de la corrosion sous contrainte, même pour des essais de presque 15 jours. On peut donc se poser la question suivante : En fatigue, avec une exposition de type immersion émerision, va-t-il y avoir apparition d'un dommage dépendant du temps, de type corrosion sous contrainte, où est-ce que la fissuration sera toujours gouvernée par une synergie entre la déformation cyclique et la corrosion, comme en immersion permanente ?

V.4.2.1.2 Première campagne d'essais

Deux essais ont d'abord été réalisés avec les conditions suivantes : préfissure sous charge statique en immersion émerision, puis fissuration en fatigue à $R=0.7$; signal sinus ; 0.1 Hz ; immersion émerision. Pour réaliser des cycles d'immersion émerision sur plusieurs jours la fréquence a été baissée à 0.1 Hz.

Pour les deux essais la préfissure a été très longue à se réaliser car, de façon inhabituelle, les vitesses de propagation étaient inférieures d'un ordre de grandeur à la vitesse classique de CSC.

La Figure V-44 présente les surfaces de rupture obtenues sur le premier essai. L'amorce est de type intergranulaire, comme attendu avec les conditions de préfissure réalisées. Une zone mixte intergranulaire – transgranulaire apparaît ensuite au début du chargement de fatigue. Finalement la

fissuration devient principalement transgranulaire. On observe des marches de clivage ainsi que des cupules typiques d'une propagation en stade II. Faute de temps l'avancée de fissure est faible (1.03 mm) et les vitesses de fissuration peuvent être dues à des effets transitoires et ne seront donc pas présentées.

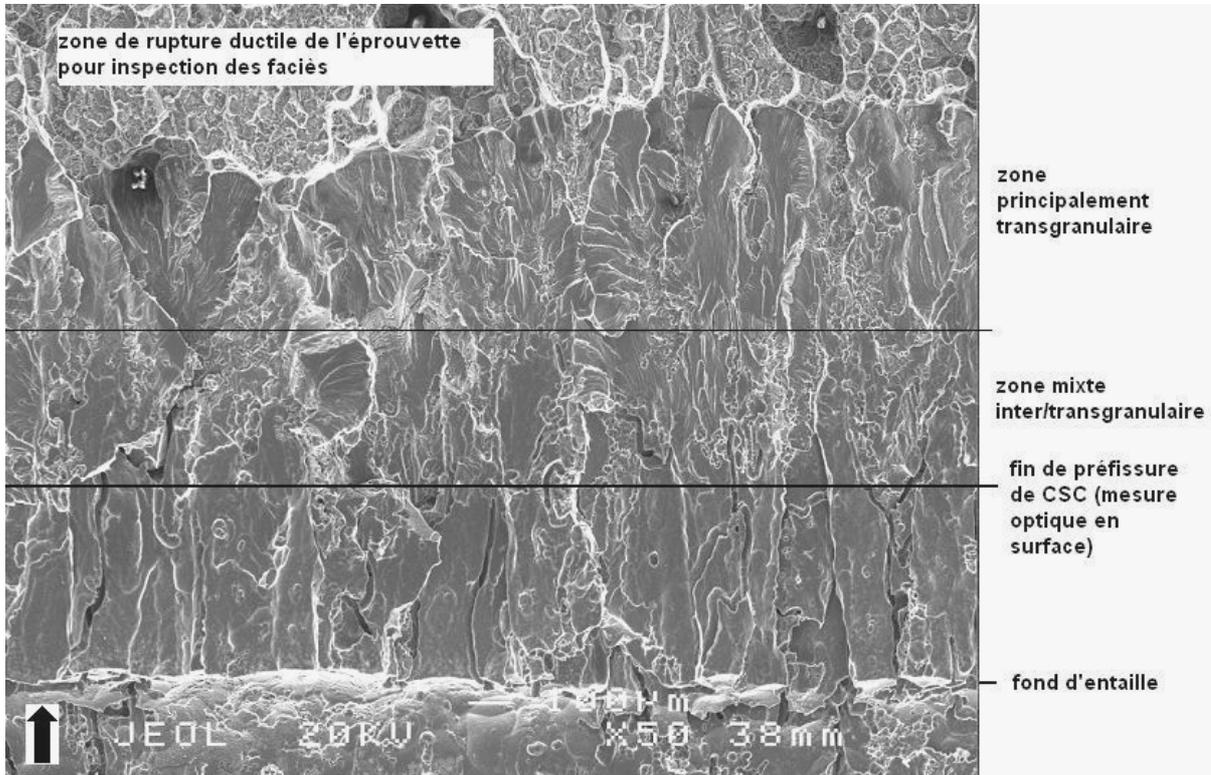
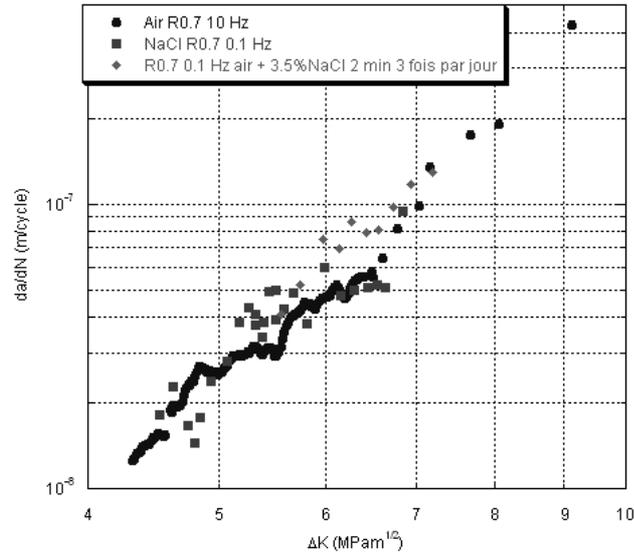
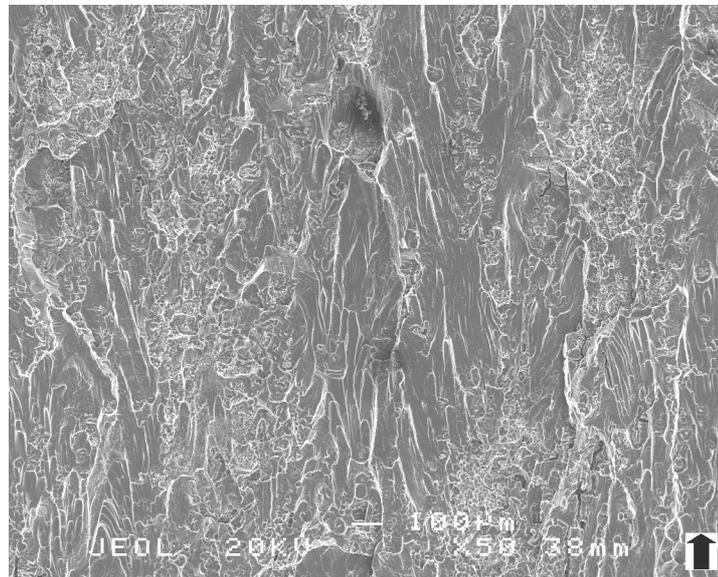


Figure V-44. Vue générale de la préfissure et de la zone de propagation pour le premier essai de fatigue en immersion émerision.

Pour le deuxième essai les vitesses de propagation ont pu être mesurées en immersion émerision à 0.1 Hz. Ces vitesses sont tracées en Figure V-45b. La propagation est un peu plus rapide que sous air donc ajouter un peu d'eau à intervalles réguliers suffit à accélérer la fissuration. Cependant l'accélération de la propagation par rapport à l'air et à l'immersion permanente en solution saline est faible.



(a)



(b)

Figure V-45. (a) Vitesses de fissuration sous air, 3.5% NaCl et immersion émerision (b) R=0.7. 0.1 Hz. Sinus. Immersion émerision (3 fois par jour en laissant l'eau en fond de cellule). $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

La propagation très lente lors de la préfissure de CSC pour les deux premiers essais a imposé une réflexion sur ses origines. La seule différence avec les essais classiques de corrosion sous contrainte était que pour ces deux essais, un fond d'eau est resté constamment dans le fond de la cellule alors que sur les essais de corrosion sous contrainte l'eau est totalement retirée. Un troisième essai a donc été réalisé dans les conditions suivantes : préfissure de fatigue, puis charge statique avec i/e en laissant l'eau en fond de cellule, puis charge statique avec i/e en enlevant l'eau en fond de cellule. Après la préfissure de fatigue, une très faible propagation est observée pendant les 5 jours d'i/e avec eau en fond de cellule. En retirant l'eau, en 2 jours on observe une propagation sur plus de 3 mm. Ce résultat est confirmé par un essai de corrosion sous contrainte réalisé sur l'enceinte de CSC sans

pré-fissure de fatigue. Ces deux essais sont illustrés en Figure V-46. On peut donc penser que l'eau en fond de cellule ralentit la propagation de la fissure en créant un environnement de type « brouillard salin » du à l'évaporation de l'eau tout autour de la fissure, ce qui pourrait perturber les cycles d'immersion émergence en retardant le séchage de la fissure. Si une influence de l'eau en fond de cellule est observée sous un chargement statique, on peut penser qu'elle aura également une influence sous un chargement cyclique. Une deuxième campagne d'essais a donc été réalisée en enlevant l'eau en fond de cellule.

Remarque : lorsque l'eau reste « en fond de cellule », la ligne d'eau est au bas de l'éprouvette, donc à environ 2.5 cm du plan de fissuration.

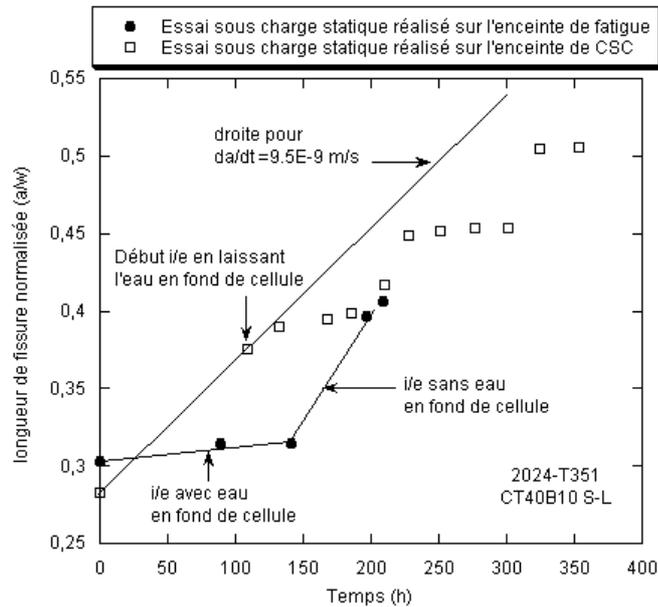


Figure V-46. Immersion émergence. Influence de l'eau en fond de cellule sous charge statique.

V.4.2.1.3 Deuxième campagne d'essais

Deux essais ont été réalisés en fatigue avec immersion émergence en enlevant l'eau en fond de cellule. Les vitesses sont tracées en Figure V-47 en fonction de ΔK .

Par rapport à l'immersion permanente, l'immersion émergence accélère fortement la propagation, quelle que soit la forme du signal. Une immersion 1 fois par jour suffit à obtenir une nette accélération, et semble même avoir plus d'effet qu'une immersion 3 fois par jour. De plus, la forme du signal devient moins importante en immersion émergence qu'en immersion permanente.

Pour l'essai avec immersion 1 fois par jour et signal sinusoïdal, les mesures sont extrêmement dispersées, très probablement à cause du caractère intergranulaire très prononcé de la fissuration qui peut induire une propagation du front non rectiligne. La droite $da/dN-\Delta K$ semble cependant suivre une pente 2. Pour l'essai avec immersion 3 fois par jour et signal trapèze, la pente est de 4, comme sous

air. Ceci suggère que le mécanisme dominant n'est pas le même pour les deux essais. Il faut tout de même rester prudent sur les pentes des droites $da/dN-\Delta K$ en immersion émergence car la dispersion des vitesses est très importante.

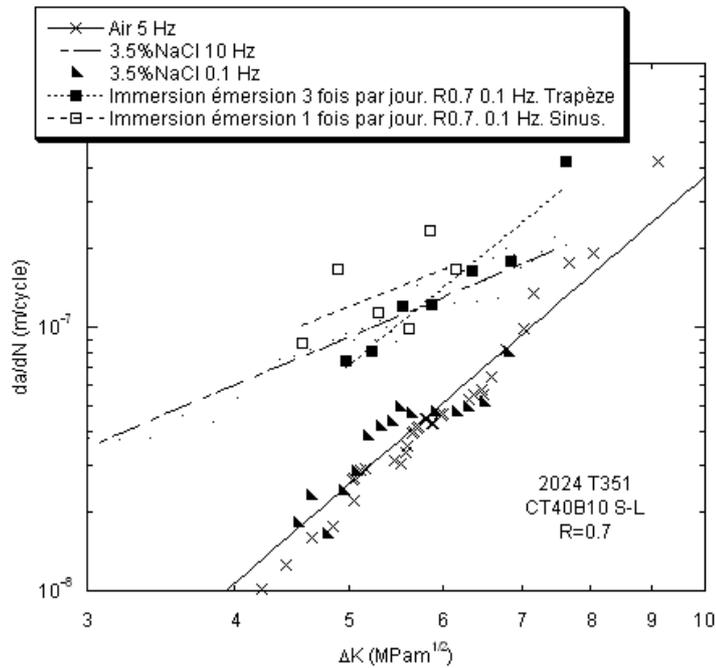


Figure V-47. Fatigue en immersion émergence (immersion 1 fois par jour en enlevant l'eau en fond de cellule). R=0.7. 0.1 Hz.

Pour l'essai avec signal sinus et immersion 1 fois par jour, on voit sur les surfaces de rupture qu'il y a eu déviation du front de fissure (Figure V-48), due à une propagation plus importante sur la partie du front proche de la face non vernie que sur la partie proche de la face vernie. Ce résultat contrarie la mesure de longueur moyenne de fissure mais ne remet pas en cause l'accélération de la fissuration par rapport à l'immersion permanente. Au contraire la fissure moyenne est plus longue que ce qui a été mesuré sur la face vernie donc les vitesses réelles sont probablement plus grandes que celles tracées en Figure V-47. Par contre, cette déviation du front de fissure, jamais observée lors d'essais de fatigue en immersion permanente, suggère que la propagation intergranulaire de type corrosion sous contrainte est venue s'ajouter à l'avancée par fatigue mécanique. Cette propagation intergranulaire est confirmée sur la Figure V-49. Au cœur, il y a eu propagation de type mixte, inter-transgranulaire (Figure V-49).

Remarque : pour l'ensemble des essais de fatigue en immersion émergence de cette étude, le chargement cyclique est appliqué au début de l'essai puis n'est jamais stoppé, même lors des immersions. Seule l'exposition à la solution saline est séquentielle.

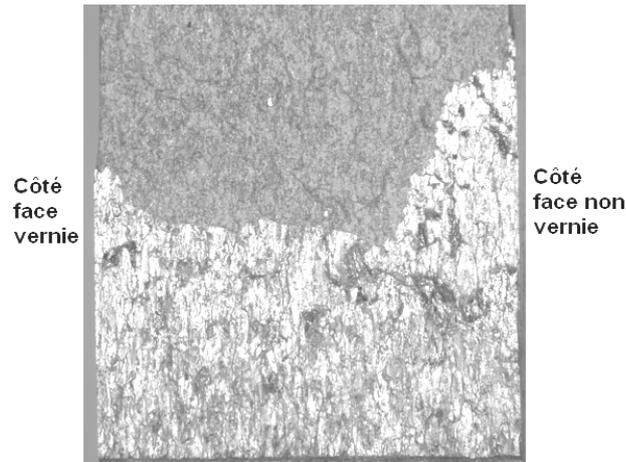


Figure V-48. Fatigue en immersion émergence. Immersion 1 fois par jour en enlevant l'eau en fond de cellule. R=0.7. 0.1 Hz. Sinus. $\Delta K=5.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Vue générale de la surface.

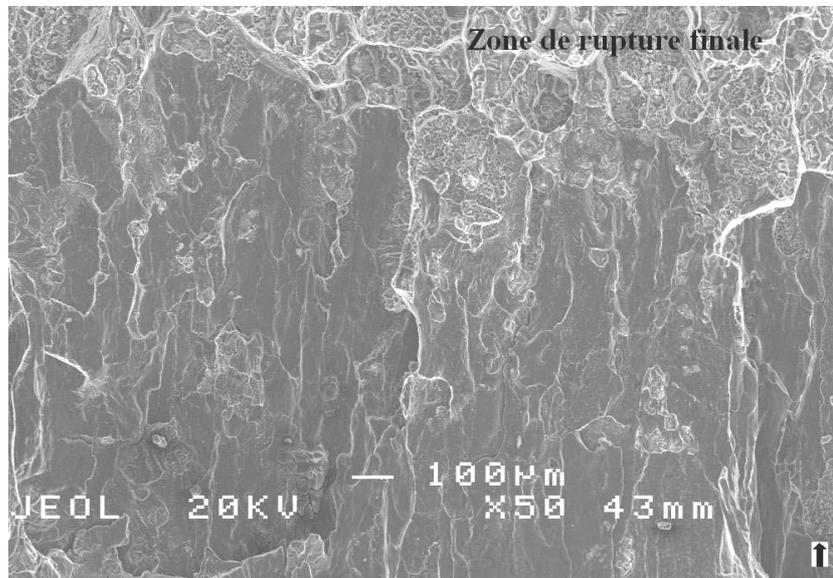


Figure V-49. Fatigue en immersion émergence. Immersion 1 fois par jour en enlevant l'eau en fond de cellule. R=0.7. 0.1 Hz. Sinus. $\Delta K=5.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Coeur : zone mixte inter-transgranulaire.

V.4.2.1.4 Conclusion

La propagation de fissures de fatigue en immersion émergence est très sensible aux conditions expérimentales et à l'exposition à l'environnement (eau en fond de cellule, vernis sur une face, fréquence d'immersion), et peut donner une fissuration discontinue, donnant des vitesses difficiles à mesurer et analyser.

Quelques gouttes de solution saline suffisent à accélérer considérablement la propagation de fissures de fatigue par rapport à l'air. Ainsi, pour un signal sinus et trapèze, à R=0.7, 0.1 Hz, l'immersion émergence accélère fortement les vitesses de propagation par rapport à l'air et à l'immersion permanente pour cette fréquence (jusqu'à un demi ordre de grandeur dans l'intervalle de ΔK considéré) et fait apparaître une fissuration principalement intergranulaire.

V.5 Influence des paramètres métallurgiques

V.5.1 Sens de prélèvement

Des éprouvettes ont été prélevées dans le sens L-T et testées en fatigue corrosion pour les deux domaines de fréquences correspondant aux deux régimes de fissuration observés dans le sens S-L.

V.5.1.1 Influence du sens L-T dans le domaine des hautes fréquences

En Figure V-50, les vitesses de fissuration en solution saline sont tracées dans le sens L-T pour une fréquence de 10 Hz. Comme pour le sens S-L, la propagation est accélérée par la solution saline. Le comportement caractérisé par une pente 2 et observé à 10 Hz dans le sens S-L n'est pas constaté dans le sens L-T. On observe une pente proche de celle sous air pour ΔK compris entre 2.5 et 4.5 MPa \sqrt{m} avec des vitesses 2 fois supérieures aux vitesses sous air, une « bosse » pour ΔK compris entre 4.5 et 8 MPa \sqrt{m} , avec des vitesses 2 à 4 fois supérieures à celles sous air, puis un retour à une pente 4 après $\Delta K=8$ MPa \sqrt{m} , avec des vitesses identiques à l'air.

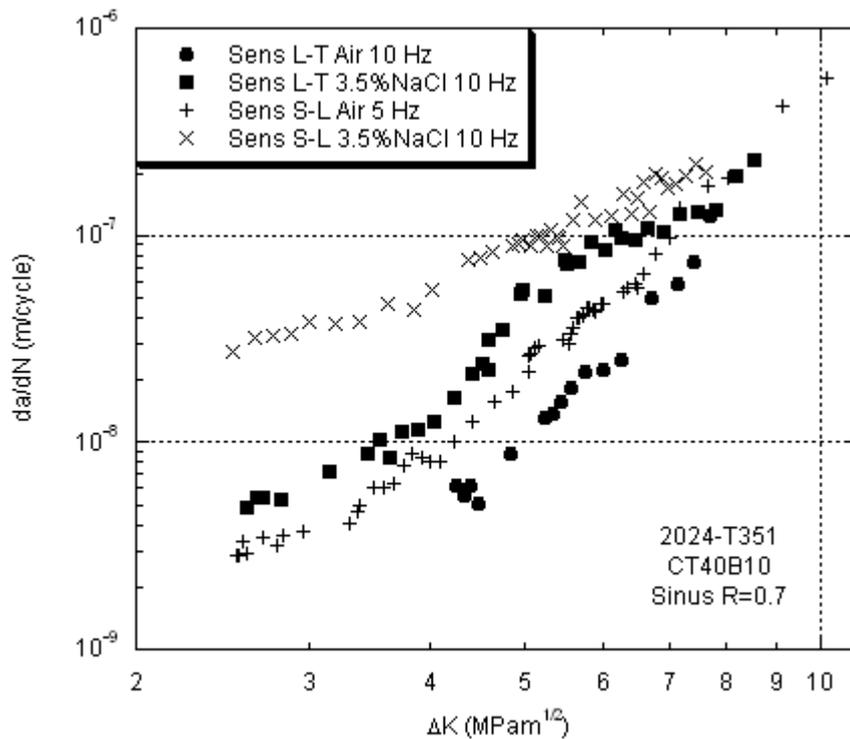


Figure V-50. Vitesses de propagation en solution saline dans le sens L-T à 10 Hz.

Les surfaces de rupture ne présentent pas de différence notable avec les surfaces sous air (Figure V-51), avec une prédominance du pseudo clivage et quelques rares cupules.

Dans le domaine des hautes fréquences, dans le sens S-L, on a vu que l'apparition d'une pente 2 sur la droite $da/dN-\Delta K$ et que certains aspects de la rupture (plages lisses), supposaient que le mécanisme qui gouverne la fissuration en solution saline est différent de celui sous air. Or dans le sens L-T, très peu de plages lisses sont détectées sur les surfaces de rupture et les courbes $da/dN-\Delta K$ évoluent de la même manière que sous air. Ceci confirme l'intérêt d'étudier plus en détail ces plages lisses. Cette analyse sera réalisée dans le chapitre VI.

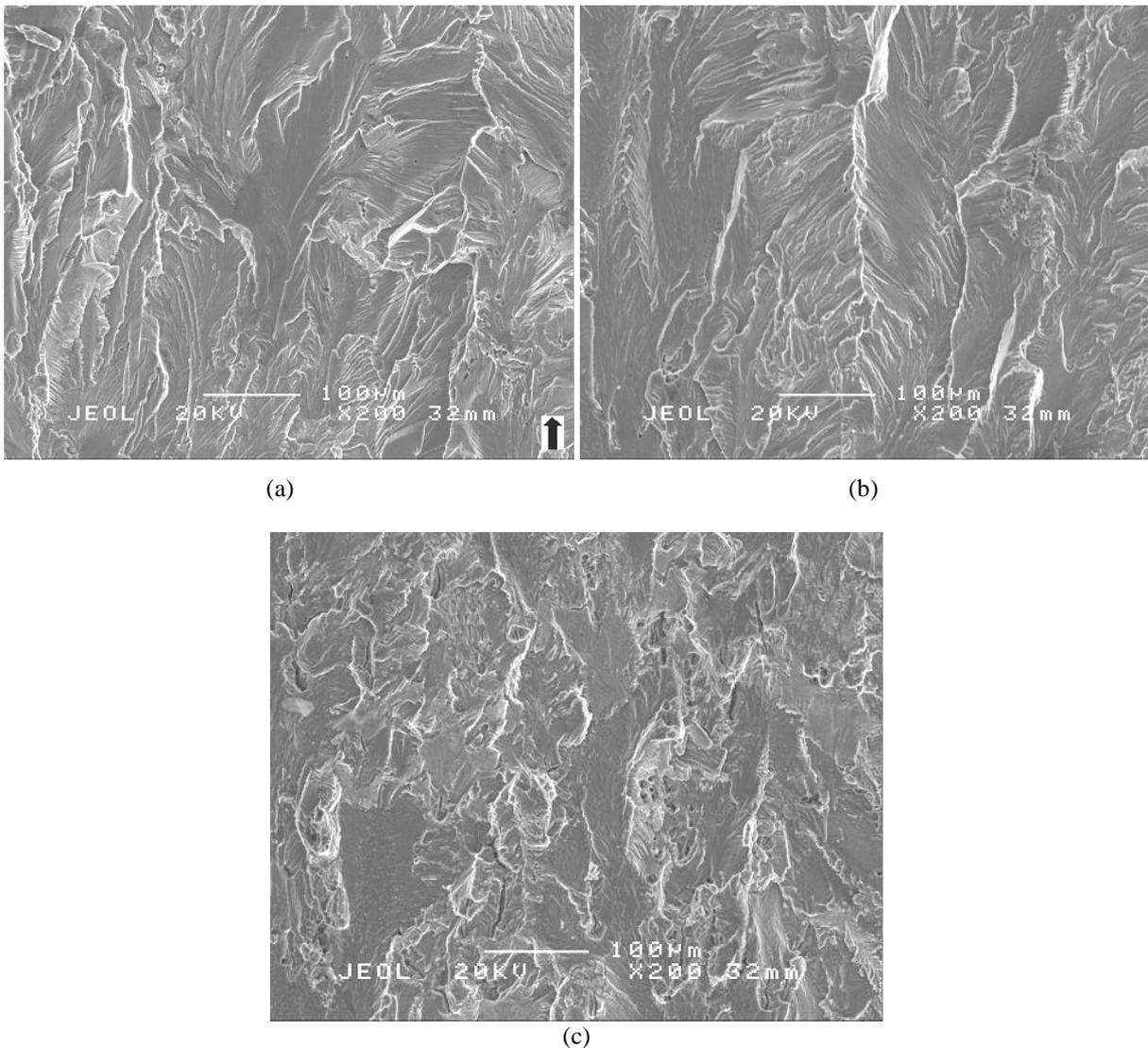


Figure V-51. Surfaces de rupture en fatigue corrosion dans le sens L-T à 10 Hz. R=0.7. 3.5%NaCl. (a) $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) $\Delta K=4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (c) $\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

V.5.1.2 Influence du sens L-T dans le domaine des basses fréquences

En Figure V-52, les vitesses de fissuration en solution saline sont tracées dans le sens L-T pour une fréquence de 0.5 et 1 Hz. Pour les très basses fréquences, la valeur de 0.5 Hz a été préférée à la valeur 0.1 Hz afin de réduire le temps de l'essai. Comme pour le sens S-L, les courbes, à 0.5 et 1 Hz, donnent une droite de pente 4. Cependant, pour 1 Hz, lorsque ΔK passe en dessous de $4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ on

ne retrouve pas la transition observée dans le sens S-L. De plus, pour le sens L-T, il n'y a pas de différence notable entre 0.5 et 1 Hz (Figure V-24).

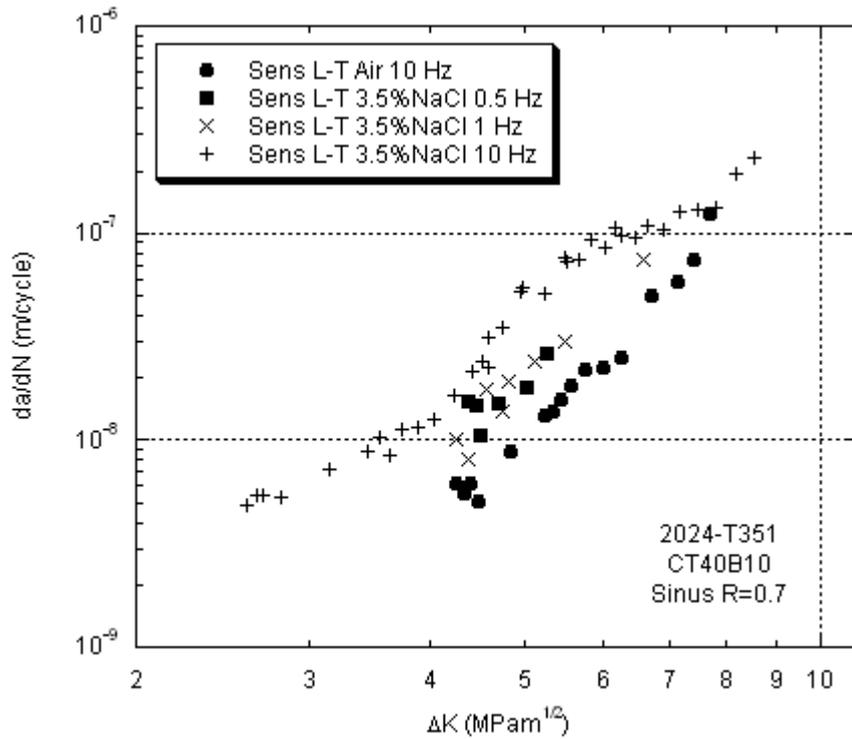


Figure V-52. Vitesses de propagation en solution saline dans le sens L-T à 0.5 et 1 Hz.

Encore une fois on ne retrouve pas de différence fondamentale avec l'air au niveau des surfaces de rupture (Figure V-53). Pour 0.5 et 1 Hz, aux faibles ΔK les surfaces de rupture étaient trop détériorées par la corrosion post mortem et ne sont pas présentées. Pour $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ à 1 Hz de grandes fissures secondaires intergranulaires apparaissent tout de même (Figure V-53).

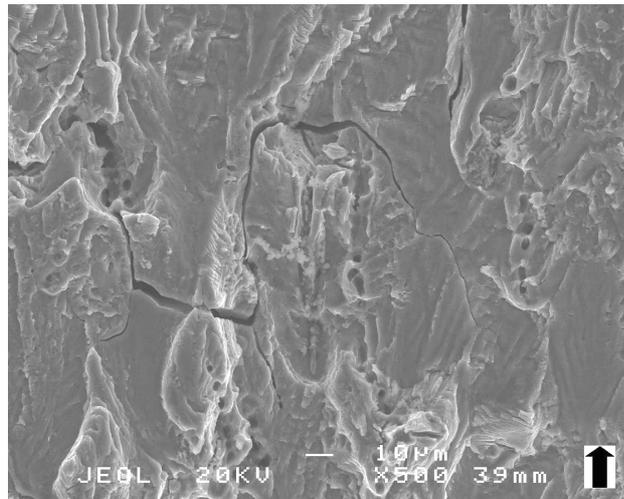


Figure V-53. Surfaces de rupture en fatigue corrosion dans le sens L-T à 1 Hz $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

V.6 Conclusion

Les résultats présentés dans ce chapitre mettent en évidence une influence plus ou moins marquée d'une solution saline par rapport à l'air.

A $R=0.7$, dans le sens S-L, en solution saline 3.5% NaCl, les vitesses de propagation diminuent lorsque la fréquence diminue. Deux régimes de propagation apparaissent, correspondant à des pentes différentes de la droite $da/dN-\Delta K$ dans le domaine de Paris. Entre 10 et 2.5 Hz, la pente de la droite $da/dN-\Delta K$ est proche de 2 et les vitesses sont supérieures aux vitesses sous air de presque un ordre de grandeur. Entre 1 et 0.1 Hz, les vitesses diminuent lorsque la fréquence diminue. A 0.1 Hz on retrouve alors les vitesses mesurées sous air. Le temps de montée gouverne cet effet de fréquence. Le temps d'immersion n'a pas d'influence sur la propagation en fatigue corrosion du 2024-T351.

Les surfaces de rupture produites en fatigue corrosion ne révèlent pas de différence fondamentale avec l'air. On retrouve de la propagation par quasi clivage et formation de cupules. Cependant, certains aspects, notamment les plages lisses, semblent pouvoir fournir des informations supplémentaires sur l'effet de fréquence observé et seront analysés plus en détail dans le chapitre VI.

Les ions chlorure sont nécessaires pour observer l'effet de fréquence décrit précédemment. De plus, dans le sens L-T le régime de pente 2 n'est pas observé aux hautes fréquences de chargement. Il faudra donc prendre en compte l'influence de ces ions et l'influence de l'orientation des grains lors de l'identification du ou des mécanismes gouvernant l'effet de fréquence observé.

L'immersion émergence est un phénomène délicat sur le plan expérimental mais pour certaines conditions une nette augmentation des vitesses est observée par rapport à l'immersion permanente.

Dans le chapitre VI nous tenterons d'identifier le ou les mécanismes qui gouvernent l'influence de la fréquence, en solution saline, dans le sens S-L, à $R=0.7$. Tous les autres résultats (sens L-T, $R=0.1$, ions chlorure, forme du signal...etc.) seront utilisés comme supports à cette réflexion. Par ailleurs nous tenterons de mettre en commun les résultats de corrosion sous contrainte et de fatigue corrosion en immersion émergence pour analyser l'influence de ce type d'exposition en fatigue.

Références Bibliographiques

1. O. Uehara, Y. Higo, and S. Nunomura, Effect of the Corrosion Fatigue Testing Frequency on the Crack Growth Rate and its Model for Metals, Fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 745-756.
2. M. Shimojo, N. Chujo, Y. Higo, and S. Nunomura, Quantification of Fresh Surface Area Produced at a Fatigue Crack Tip, Fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 751.
3. D.C. Slavik and R.P. Gangloff, Microscopic Processes of Environmental Fatigue Crack Propagation in Al-Li-Cu Alloy 2090, Fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 757.
4. J. Ruiz, J. Llorca, and M. Elices, Influence of the Environment on Fatigue Crack Growth in a SiC Reinforced Al Alloy, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 767.
5. S.L. Liu, H. Ouyang, and X.R. Wu, Influence of Seawater, Stress Ratio and Frequency on Fatigue Crack Growth Behavior in 7475-T7351 Al Alloy, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 773.
6. M. Nakajima, H. Kunieda, and K. Tokaji, Small Fatigue Crack Growth of High-Strength Steel in an Alkaline Environment, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 779.
7. M.Z. Shah Khan and I.A. Burch, Effect of Plate Orientation and Weld Metal on the Corrosion Fatigue Crack Propagation Behaviour of a New Submarine Hull Steel, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 793.
8. T. Slind, T.G. Eggen, E. Bardal, and P.J. Haagenen, Crack Growth Curves and Threaded Bolt S-N Curves for Different Bolt Materials in Air and in Seawater with Cathodic Protection, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 799.
9. Q. Wang and Y. Song, The Influence of Grain Size on Corrosion Fatigue of A537 Steel, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 809.
10. Z.Q. Xing and Y.J. Song, Fatigue Behaviour of Structural Steels with Various Carbon Contents in Aqueous 3.5% Sodium Chloride, fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 817.
11. K. Komai, S. Murayama, and H. Kanasaki, Corrosion-Products Induced Wedge Effect and Fatigue Crack Growth of Stainless Steels, 6th International Conference on Fracture. New Delhi, INDIA, S.R. Valluri, et al., 1984, 2489-2496.
12. M. Habashi, G. Philipponneau, S. Widawski, and J. Galland, Interactions Between Fatigue Crack Growth Rate and Kinetics of Magnesium Calcium Deposits Formation at Crack Tip of Mild Steel Cathodically Polarized in Sea Water, 6th International Conference on Fracture. New Delhi, INDIA, S.R. Valluri, et al., 1984, 2521.
13. C. Amzallag, P. Rabbe, and M. Truchon, Failure of Stainless Steels by Corrosion-Fatigue, Fracture 1977, 4th International Conference on Fracture. Waterloo, Canada, D.M.R. Taplin, University of Waterloo press, 1977, 873.
14. J.D. Atkinson and T.C. Lindley, The Effect of Frequency and Temperature on Environmentally Assisted Fatigue Crack Growth Below KISCC in Steels, *I. Mech. E. Conf. Publ.*, 4, 1977. p. 65-74.
15. D.B. Dawson and R.M. Pelloux, Corrosion Fatigue Crack Growth of Titanium Alloys in Aqueous Environments, *Metallurgical Transactions*, 5, 1974.
16. M. Ait Bassidi, J.I. Dickson, J.P. Bailon, and J. Masounave, The DeltaKth Behaviour of Three Stainless Steels in Different Environments, 6th International Conference on Fracture : advances in fracture research. New Delhi, INDIA, S.R. Valluri, et al., 1984, 2473.
17. R.M.J. Kemp, R.N. Wilson, and P.J. Gregson, Comparison of the corrosion fatigue properties of plate aluminum alloys for aerospace applications, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, 207(2), 1993. p. 97-104.

18. M. Pachoutinsky, Influence de la synergie fatigue-corrosion sur la propagation de fissures dans l'alliage d'aluminium 2024-T351, 2005
19. A.D.B. Gingell and J.E. King, The effect of frequency and microstructure on corrosion fatigue crack propagation in high strength aluminium alloys, *Acta Materialia*, 45(9), 1997. p. 3855-3870.

VI Analyse des résultats expérimentaux et discussion

VI.1 Introduction

La première partie de ce chapitre concerne la caractérisation du comportement intrinsèque du matériau, c'est-à-dire le comportement en fissuration uniquement contrôlé par le chargement mécanique et la microstructure. Cette caractérisation s'appuie sur les résultats de fatigue obtenus sous ultravide, milieu considéré inerte. L'objectif sera de procurer un support de connaissances sur le comportement intrinsèque en propagation de fissures du 2024-T351 qui sera utilisé pour l'analyse des résultats de fatigue sous air et de fatigue corrosion.

La deuxième partie de ce chapitre porte sur les résultats de fissuration en fatigue sous air. Cette deuxième partie a deux objectifs. Le premier est d'étudier les résultats sous air dans une optique orientée ingénierie, à savoir la mise en place de modèles de dimensionnement en fatigue ou l'expertise de structures rompues en service. Le deuxième objectif est le même que celui de la première partie, c'est-à-dire fournir une caractérisation précise sur le comportement sous air du 2024-T351 sous la forme d'éprouvettes CT40 B10 et B4, dans les sens S-L et L-T afin de fournir un support pour l'analyse des résultats de fatigue corrosion.

Il convient de noter que la propagation de fissures de fatigue dans les alliages d'aluminium, notamment sous air, est bien documentée dans la littérature. Les deux premières parties de ce chapitre ne prétendent donc pas fournir de nouvelles données ou effectuer de nouvelles analyses sur les mécanismes de fatigue sous vide et sous air de ces alliages. L'objectif est avant tout de caractériser le comportement du matériau de l'étude pour la géométrie d'éprouvettes sélectionnée, CTW40 B10 et B4, suivant deux sens de prélèvement, les sens S-L et L-T. Plus précisément, le but est de quantifier les vitesses de fissuration, d'établir une base de données microfractographiques pour l'analyse des résultats de fatigue corrosion, et d'identifier les mécanismes actifs en fonction du domaine de chargement mécanique, de l'environnement et du sens de prélèvement.

Finalement, les trois dernières parties répondent aux trois objectifs de l'étude, à savoir la caractérisation et la compréhension des synergies entre fatigue mécanique et corrosion, l'influence d'une immersion-émersion sur la propagation de fissures de fatigue, et la notion de matériau représentatif du comportement des diverses familles d'alliages d'aluminium couramment utilisés dans l'aéronautique.

VI.2 Fissuration en fatigue sous vide

VI.2.1 Comportement intrinsèque dans le sens S-L

VI.2.1.1 Analyse des vitesses de propagation

Les chemins de fissure et surfaces de rupture présentés dans le chapitre « résultats de fatigue sous vide et sous air » suggèrent que pour $R=0.1$ la propagation se produit principalement en stade II avec une faible contribution de pseudo-stade I aux faibles ΔK , tandis que pour $R=0.7$ la propagation est plutôt de type mixte pseudo-stade I - stade II, avec, pour les deux rapports du charge, la disparition progressive du pseudo-stade I au profit du stade II lorsque la valeur de ΔK augmente.

Afin de vérifier ces observations, les vitesses de fissuration sont tracées en fonction du paramètre $\Delta K_{\text{eff}}/E$ et comparées à des données issues de la littérature sur un grand nombre d'alliages d'aluminium [1-5] (Figure VI-1). On voit que les observations expérimentales résumées précédemment sont en bon accord avec les données de la littérature.

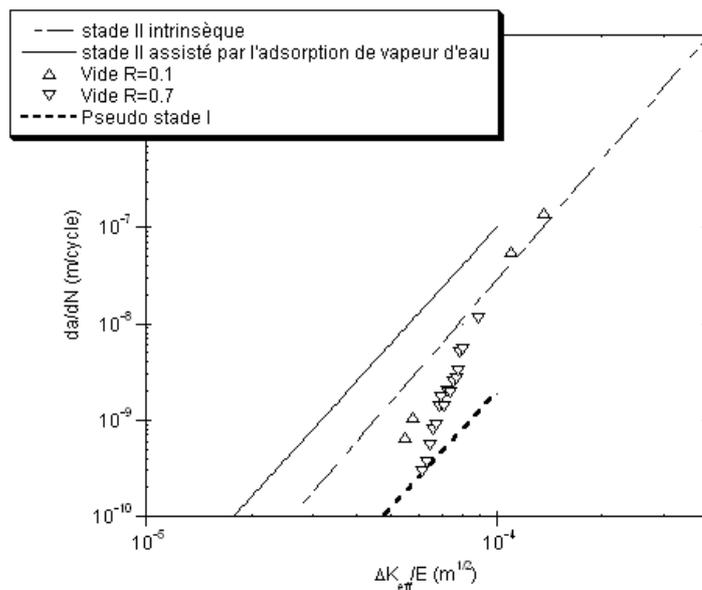


Figure VI-1. Comparaison des vitesses sous vide à $R=0.1$ et $R=0.7$ avec les données de la littérature [1-5].

Les zones GP(B) sont cohérentes avec la matrice et n'opposent donc pas de résistance au passage des dislocations, ce qui localise la déformation selon un seul plan et est à l'origine de la propension du 2024-T351 à fissurer en pseudo-stade I [2].

Par ailleurs, nous avons vu que pour $R=0.1$, la proportion de pseudo-stade I est beaucoup moins importante que pour $R=0.7$ dans la gamme de chargement considérée. Ceci implique des vitesses de fissuration supérieures à $R=0.1$. Ce résultat est intéressant car il est assez peu documenté dans la

littérature. Lafarie-Frenot observe les mêmes tendances pour un alliage 7075-T7351 [6]. Pour $\Delta K < 5$ MPa \sqrt{m} , elle observe des vitesses de fissuration nominales supérieures pour $R=0.1$ que pour $R=0.5$. Une fois la fermeture de fissure prise en compte, l'écart est encore plus important entre les deux rapports de charge. De plus, Lafarie-Frenot observe une transition pseudo-stade I / stade II pour $\Delta K=5$ MPa \sqrt{m} à $R=0.5$, alors que cette transition apparaît dès 3.2 MPa \sqrt{m} à $R=0.1$. Cette transition explique alors la différence de vitesses observées. Cependant aucune hypothèse n'est avancée pour expliquer le décalage de cette transition pseudo-stade I / stade II du au rapport de charge. Pour expliquer cette augmentation des vitesses de fissuration due à une transition pseudo-stade I / stade II plus précoce pour $R=0.1$, on peut émettre l'hypothèse qu'à $R=0.1$, lors de la fermeture de la fissure pour P proche de P_{min} , la mise en contact des lèvres de la fissure induit des contraintes de compression en pointe de fissure, ce qui, par la compression des lèvres de la fissure, faciliterait l'activation de systèmes de glissement supplémentaires. La littérature reporte très peu de résultats expérimentaux sur cette influence de R , et, à la connaissance de l'auteur, pas d'hypothèse pour expliquer ce phénomène.

VI.2.1.2 Identification des plans de rupture par la méthode des piqûres

Toujours dans le but d'identifier les mécanismes sous vide et de pousser plus loin l'analyse de ces mécanismes, une attaque a été réalisée sur les surfaces de rupture. Comme expliqué dans le chapitre II, la forme des piqûres obtenues par attaque chimique nous renseigne sur la nature des plans cristallographiques sur lesquels elles se forment. Sur les Figure VI-2 et Figure VI-3, la forme des piqûres révèle la nature des plans cristallographiques. Ainsi, la prépondérance des plans de type $\{111\}$ confirme une propagation en pseudo-stade I, tandis que les plans de type $\{100\}$ sont typiques d'une propagation en stade II.

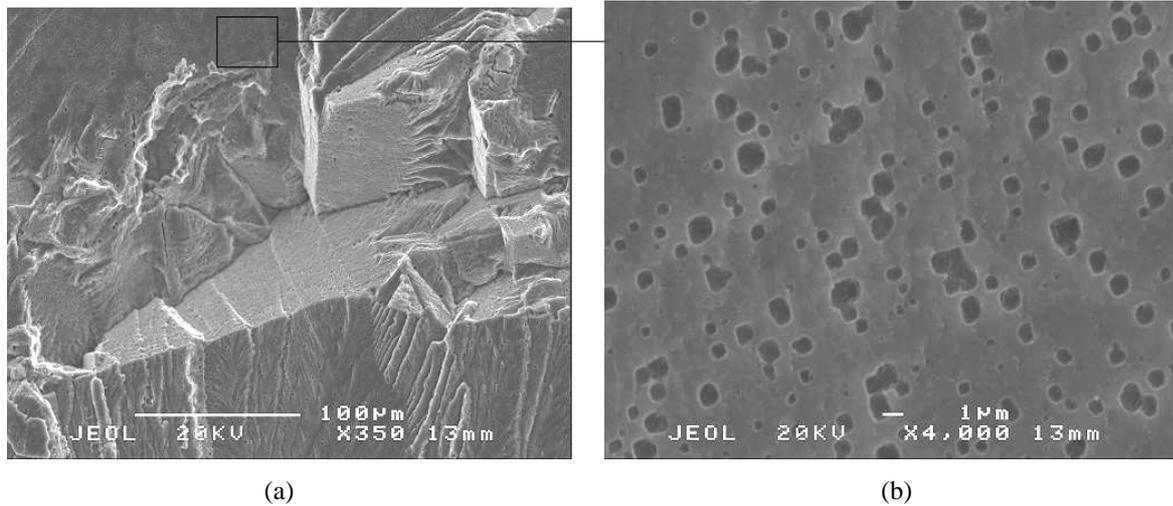


Figure VI-2. Piqûres obtenues par attaque des surfaces de rupture sous vide. $R=0.1$. $\Delta K=4.5$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) localisation des piqûres (b) propagation en stade II par pseudo-clivage le long des plans de type $\{100\}$.

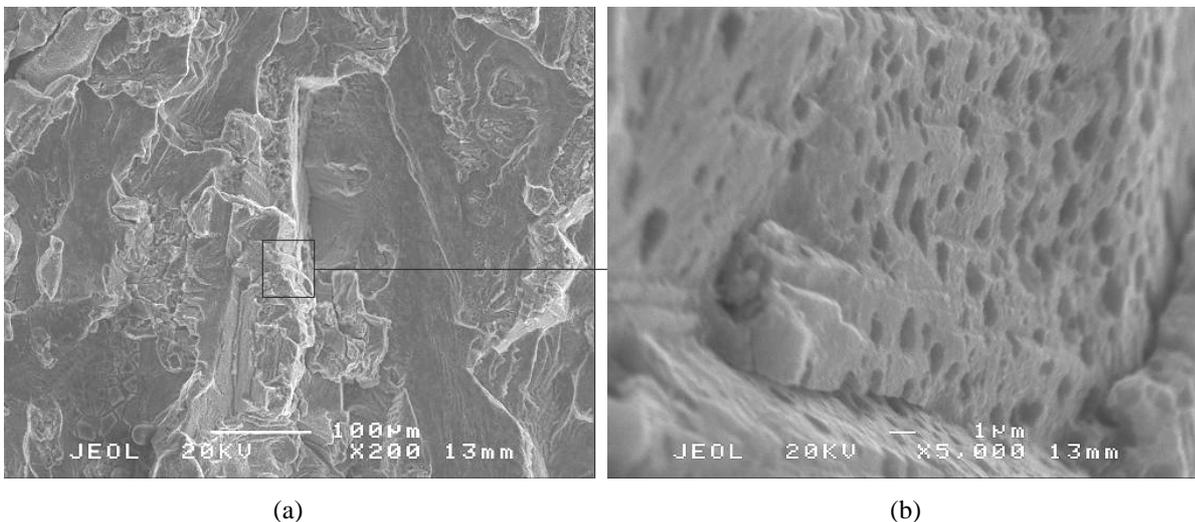


Figure VI-3. Piqûres obtenues par attaque des surfaces de rupture sous vide. $R=0.7$. $\Delta K=4.8$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) localisation des piqûres (b) propagation en pseudo-stade I le long des plans de type $\{111\}$.

Ces résultats sont en accord avec la littérature disponible sur les aluminiums 2XXX ainsi que sur l'alliage Aluminium-Lithium 8090 [2, 7-13]. En particulier, Gasquères observe, sur l'alliage 2024A-T351, des piqûres triangulaires en fatigue sous ultravide à $R=0.7$, indiquant une propagation en pseudo-stade I le long des plans de type $\{111\}$ [2]. Ro *et al.* ont réalisé des analyses EBSD sur des surfaces de rupture obtenues sous ultravide sur l'alliage 2024-T351 vieilli 1h à 190°C dans le sens L-T, pour un fort rapport de charge, afin d'identifier l'orientation cristallographique des facettes [7]. Comme le montre la Figure VI-4, le pseudo-stade I est très marqué et les surfaces de rupture, d'aspect très cristallographique, sont similaires à celles observées dans les sens S-L et L-T pour $R=0.7$. Ces analyses EBSD ont permis d'identifier la nature des plans cristallographiques visibles sur les surfaces. 90% des plans mesurés sont proches, à moins de 15° près, des plans de type $\{111\}$.

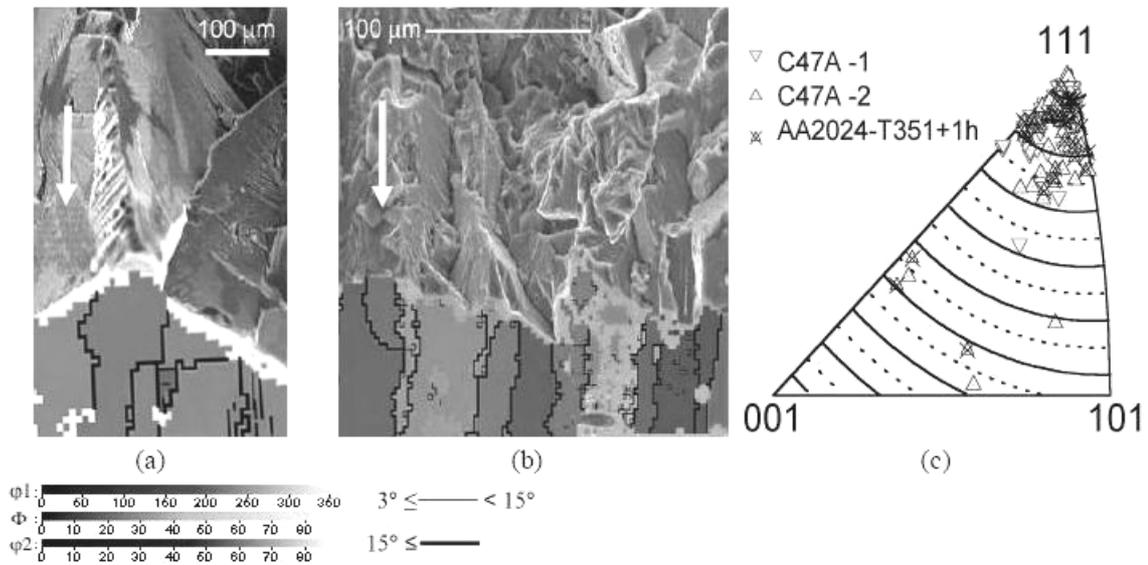


Figure VI-4. Analyse EBSD de surfaces de rupture sous ultravide (a) C47A-T8 $\Delta K=4.7$ à $5.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $da/dN=1.9$ à $2.8 \times 10^{-10} \text{ m/cycle}$ (b) 2024-T351 vieilli 1h, $\Delta K=5.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $da/dN=6.0 \times 10^{-10} \text{ m/cycle}$ (c) orientation cristallographique des facettes mesurées sur le 2024-T351 [7].

VI.2.2 Influence du sens de prélèvement

VI.2.2.1 Introduction

Les résultats expérimentaux indiquent que dans le sens L-T, le pseudo-stade I est dominant sur toute la plage de ΔK considérée et nettement plus prononcé que pour le sens S-L. C'est ce qui explique les vitesses de fissuration inférieures dans le sens L-T, car le pseudo-stade I induit une propagation plus lente que le stade II. La question est donc la suivante : Comment la différence d'orientation de la microstructure par rapport aux directions de chargement mécanique et de propagation peut-elle expliquer la différence de comportement observé entre les deux sens de prélèvement, à savoir la plus forte tendance du sens L-T à fissurer en pseudo-stade I ?

Les deux sens de prélèvement diffèrent sur deux principaux points (Figure VI-5).

1/ Les grains ne sont pas orientés de la même manière par rapport à la direction de propagation de la fissure. Dans le cas d'une microstructure équiaxe non texturée cette différence serait sans conséquence. Cependant ici les grains sont fortement allongés suivant la direction de laminage. Par conséquent entre les deux sens de prélèvement il existe une différence morphologique importante d'orientation entre les grains et la direction de propagation.

2/ Les précipités intermétalliques, dispersés et alignés suivant la direction de laminage, ne sont pas orientés de la même manière par rapport à la direction de propagation de la fissure.

Nous allons voir que ces deux points peuvent expliquer la différence de comportement intrinsèque entre les deux sens de prélèvement.

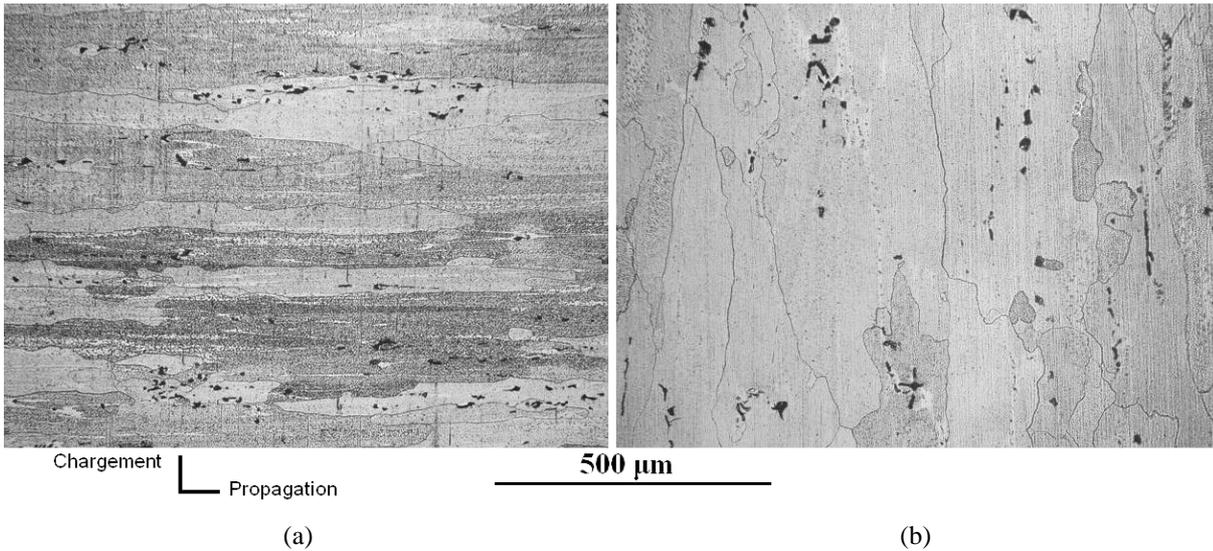


Figure VI-5. Orientation de la microstructure par rapport à la direction de propagation (horizontale) et de chargement (verticale) (a) sens S-L (b) sens L-T.

VI.2.2.2 Influence de l'orientation des grains

Considérons l'orientation des grains en fonction de la direction de propagation de fissure. Sous vide, lorsque la fissure rencontre un nouveau grain, si le chargement mécanique n'est pas assez élevé le réamorçage dans le grain suivant se fera en stade I. Ce réamorçage en stade I dans un nouveau grain ralentit la propagation de la fissure. Or, dans le sens S-L, la fissure rencontre un nouveau grain en moyenne tous les 820 μm , alors que dans le sens L-T, la fissure rencontre un nouveau grain tous les 210 μm . Par conséquent dans le sens L-T la fissuration est plus fréquemment ralentie que dans le sens S-L (Figure VI-6).

On peut également supposer qu'il y a empilement des dislocations sur la barrière que constitue le joint de grains. Cet empilement crée une contrainte de retour qui bloque l'avancée de la fissure et l'oblige à dévier, ce qui peut la ralentir. Les joints étant plus fréquemment rencontrés dans le sens L-T, ce raisonnement va dans le sens d'une diminution des vitesses dans le sens L-T par rapport au sens S-L.

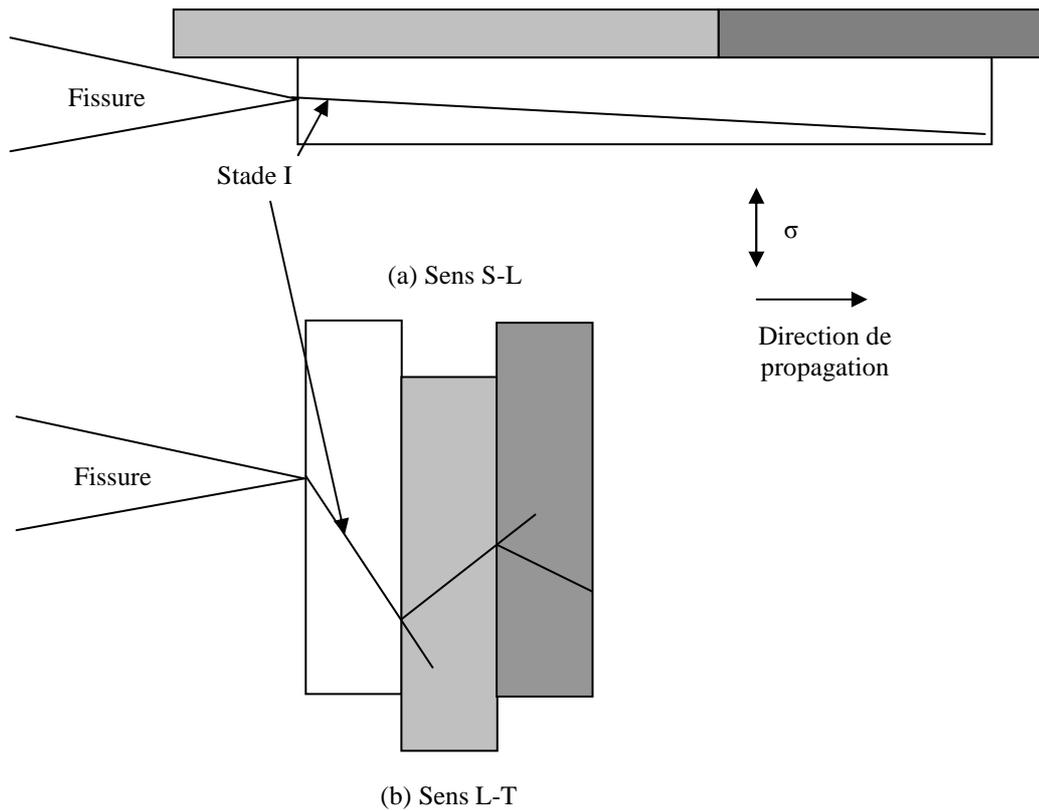


Figure VI-6. Influence de l'orientation des grains sur la fissuration en pseudo-stade I.

VI.2.2.3 Influence de l'orientation des précipités intermétalliques

Considérons ici la deuxième différence importante entre les deux sens de prélèvement : l'orientation des précipités intermétalliques grossiers. Ces précipités sont alignés suivant la direction de laminage, qui se trouve être la direction de propagation dans le S-L alors qu'elle est la direction de chargement dans le sens L-T. Ces précipités mènent à une fissuration en stade II par coalescence de vides ou cisaillement (voir chapitre « bibliographie » du rapport). Par conséquent, comme la principale différence de comportement entre le sens S-L et le sens L-T est la plus grande sensibilité du sens S-L au stade II, on peut supposer que la différence d'orientation des précipités est en partie responsable de cette différence de comportement. Nous allons donc tenter de confirmer cette hypothèse.

On sait que la propagation en stade II par formation de cupules par coalescence de vides et cisaillement dépend du facteur d'intensité de contrainte maximal (mécanismes quasi statiques). En particulier, la rupture monotone du matériau se produit essentiellement par ces deux mécanismes. Comparons alors les zones de rupture statique de chaque sens de prélèvement pour voir si une différence notable existe. Ces deux zones sont présentées en Figure VI-7. L'aspect diffère fortement entre les deux sens de prélèvement. De plus, pour le sens S-L on n'observe pas de lèvres de cisaillement au bord de l'éprouvette alors que ces lèvres apparaissent clairement pour le sens L-T (Figure VI-8). Par conséquent l'orientation entre la direction de laminage, suivant laquelle les

précipités intermétalliques sont alignés, et la direction de chargement mécanique a bien une influence sur les mécanismes de formation de cupules par coalescence de vide et cisaillement. Cette influence est certainement un des phénomènes qui explique la plus grande sensibilité du sens S-L à fissurer en stade II que le sens L-T.

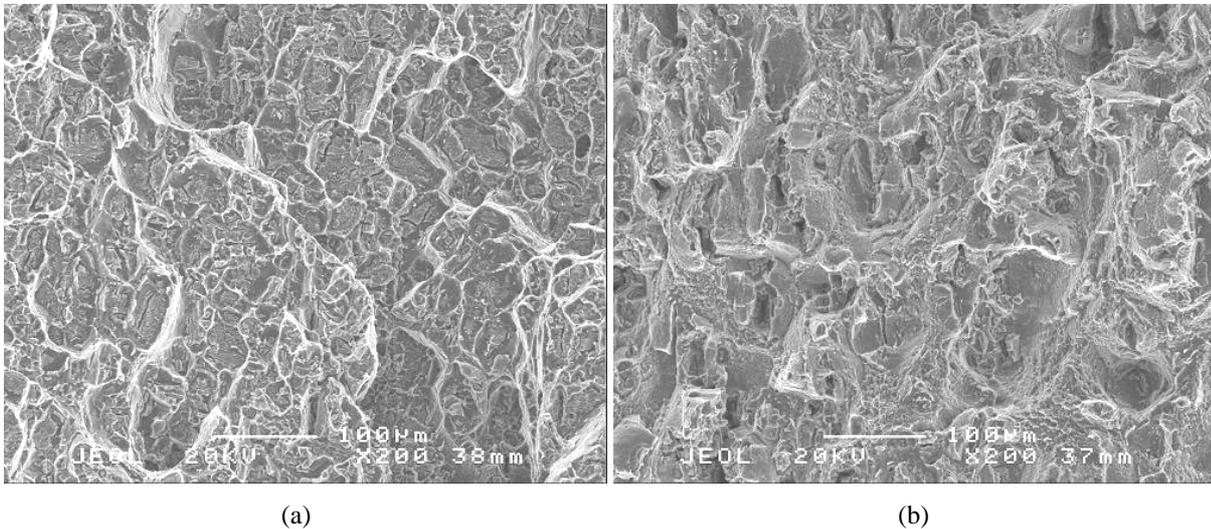


Figure VI-7. Surfaces de rupture en traction monotone au cœur de l'éprouvette (a) sens S-L (b) sens L-T.

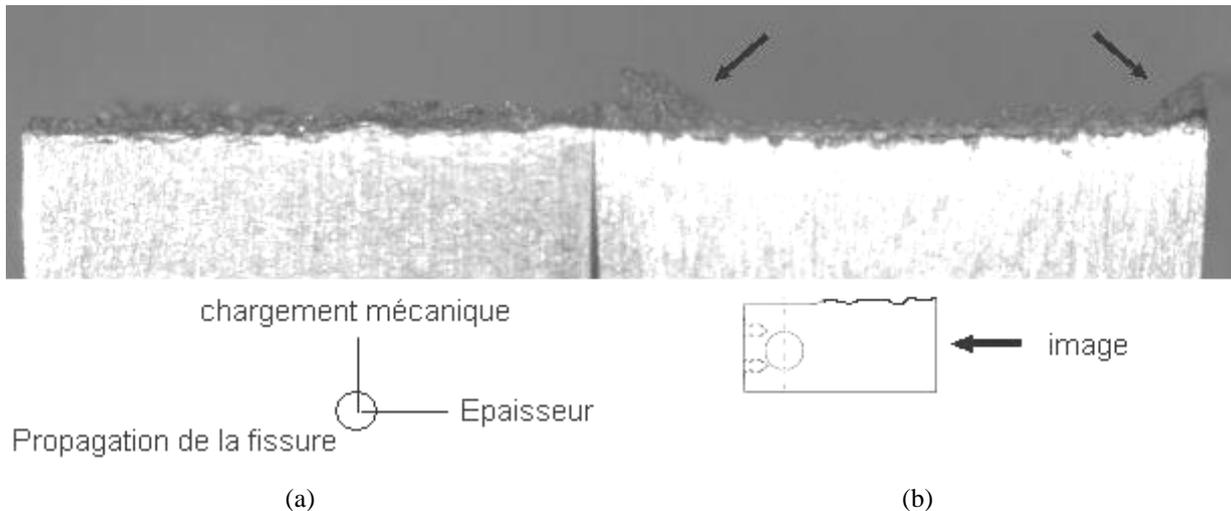


Figure VI-8. Rupture en traction monotone sous ultravide (a) sens S-L (b) sens L-T.

On doit alors se poser la question suivante : Comment l'orientation des précipités par rapport au chargement mécanique peut-elle modifier la sensibilité du matériau aux mécanismes de formation des cupules ?

La Figure VI-9 explique comment l'orientation des précipités peut mener à une faible ou, au contraire, une forte tendance à fissurer en stade II. Dans le cas du sens S-L, les chapelets de précipités sont alignés dans la direction de propagation de la fissure. Ces chapelets peuvent alors fournir un chemin préférentiel de propagation en stade II pour la fissure par formation de cupules. Par contre,

dans le sens L-T, les chapelets sont alignés dans la direction du chargement mécanique. Lorsque la fissure rencontre un de ces chapelets, plusieurs phénomènes peuvent apparaître. En premier lieu les précipités éloignés du plan de fissure peuvent créer un branchement, ce qui ralentit la fissuration. En second lieu, à l'approche d'un précipité la fissure peut partir en stade II, mais il n'y aura pas de précipité suivant pour l'aider à continuer à se propager en stade II. Au lieu de rencontrer d'autres précipités, nous avons vu qu'elle était même susceptible de rencontrer un joint de grain, du fait de l'orientation des grains. Des exemples d'interaction avec des précipités sont donnés en Figure IV-18 du chapitre « résultats de fatigue sous vide et sous air ».

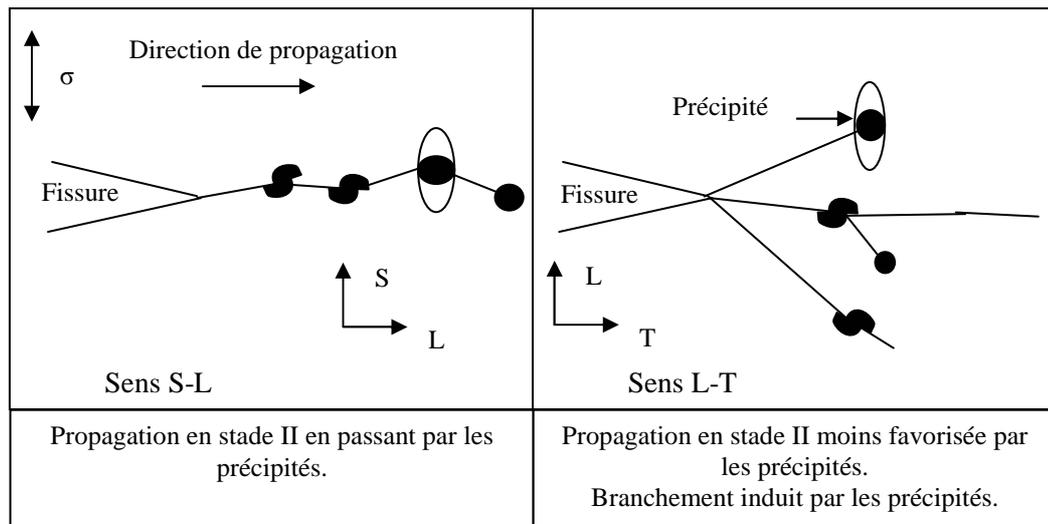


Figure VI-9. Influence des précipités intermétalliques en fonction du sens de prélèvement.

Toutes ces données restent qualitatives et analysées avec une vision en 2 dimensions d'une fissure, vision simple mais réductrice. Cette étude peut cependant fournir les paramètres importants à prendre en compte pour la modélisation de l'influence des précipités sur la résistance à la fatigue du 2024-T351. En effet, lorsque Sunder [14] considère la formation des cupules par « Fatigue Void Coalescence » ou « Micro-Void Coalescence » autour des précipités, il prend en compte une distribution homogène de la précipitation (Figure VI-10). Cependant, dans la présente étude, il apparaît nécessaire de considérer l'orientation spatiale des précipités, groupés en chapelets alignés dans la direction de laminage. Il faudra aussi considérer l'espacement entre chaque chapelet de précipités. La Figure VI-11 donne la première idée des paramètres à prendre en compte pour bien quantifier l'influence des précipités intermétalliques grossiers sur la propagation de fissures de fatigue. Les paramètres sont ainsi : d distance entre chaque précipité du chapelet, L longueur totale du chapelet, α angle d'inclinaison entre la direction de laminage et la direction de chargement, ainsi que D distance entre deux chapelets de précipités.

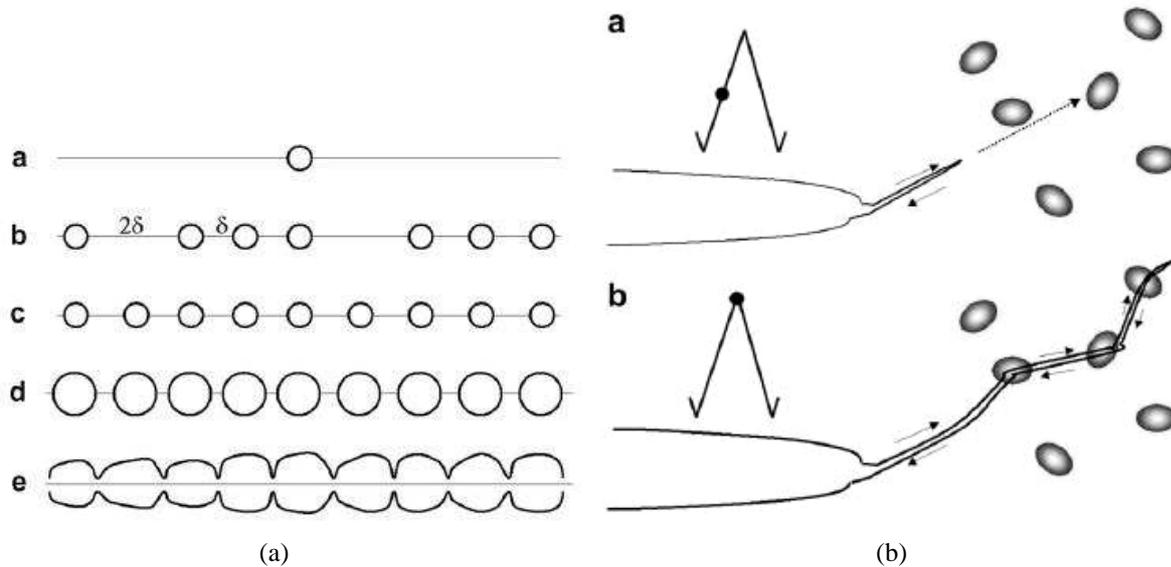


Figure VI-10. Distribution des précipités intermétalliques considérée par Sunder pour les mécanismes (a) MVC et (b) FVC [14].

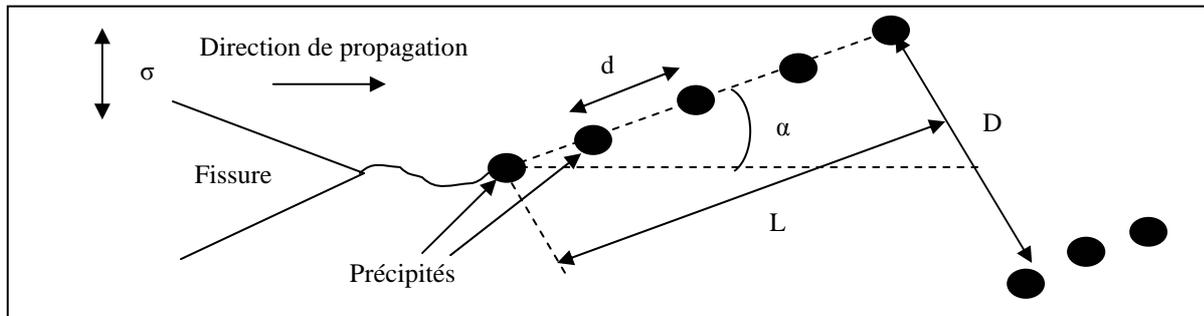


Figure VI-11. Paramètres à considérer pour modéliser l'influence des précipités sur des propriétés comme la ténacité ou la résistance à la fatigue.

Remarque 1 : ces deux différences dans l'orientation de la microstructure mènent à une augmentation du pseudo-stade I dans le sens L-T. Un autre phénomène mérite d'être mentionné. Dans le cas d'un pseudo-stade I très important et pour de faibles chargements mécaniques, Petit a noté que pour une charge inférieure à la charge maximale, les lèvres de la fissure pouvaient une nouvelle fois entrer en contact, comme à l'approche de la charge minimale [15]. Il parle de fermeture de fissure « par le haut du cycle ». Ce contact induit que le reste du cycle compris entre cette charge P et la charge P_{max} ne participe plus à la fissuration. Il y a donc une baisse du ΔK effectif, donc une baisse des vitesses de fissuration. Le pseudo-stade I étant plus marqué dans le sens L-T que dans le sens S-L, ce phénomène sera plus marqué pour le sens L-T. Cependant nous n'avons pas réalisé les mesures permettant de le mesurer.

Remarque 2 : nous avons considéré que les seules différences entre les sens S-L et L-T étaient d'ordre morphologique, à savoir une orientation différente entre la direction de laminage et la direction de propagation. Nous avons donc supposé que notre matériau n'avait pas de texture cristallographique. En effet si le laminage induit une texture sur la forme des grains et la dispersion des précipités, il peut

aussi induire une texture dans l'orientation cristallographique des grains : la direction de laminage peut alors concorder avec une direction cristallographique particulière identique pour une majorité de grains. Pour information Ro et al. n'observent pas de texture cristallographique pour une plaque laminée de 2024-T351 d'épaisseur 13 mm [16].

VI.2.3 Conclusion sur le comportement intrinsèque du 2024-T351

Dans le sens S-L, l'ensemble des résultats tirés des observations expérimentales des chemins de fissure et des surfaces de rupture exposés dans le chapitre IV est confirmé par la comparaison avec la littérature. A $R=0.1$ le stade II intrinsèque domine la fissuration même si quelques traces de pseudo-stade I sont présentes aux faibles chargements juste après la préfissure. A $R=0.7$ on observe une propagation mixte pseudo-stade I – stade II, et la proportion de stade II augmente avec ΔK . Le stade II est obtenu par deux mécanismes : le pseudo-clivage et la formation de cupules. Lorsque K_{\max} augmente, la formation de cupules devient le mécanisme prépondérant.

Dans le sens L-T, la domination du pseudo-stade I et donc le ralentissement de la propagation ont plusieurs causes liées à la microstructure. En premier lieu, les grains ne sont pas orientés de la même manière par rapport à la direction de propagation. L'effet barrière de ces joints est plus important dans le sens L-T car la fissure doit plus souvent amorcer dans un nouveau grain. Par ailleurs, le faible espacement entre chaque grain empêche la fissure de passer en stade II à la rencontre d'un obstacle (précipité...etc.). En second lieu, les groupes de précipités intermétalliques ne sont pas alignés dans la direction de propagation de la fissure et participent donc moins à la fissuration en stade II par formation de cupules que dans le sens S-L. Le premier mécanisme est assurément le plus important car aux faibles ΔK peu de cupules sont observées.

VI.3 Fissuration en fatigue sous air

VI.3.1 Effet d'environnement air/vider dans le sens S-L

VI.3.1.1 Analyse des vitesses de fissuration

Par la comparaison des vitesses de fissuration avec la littérature on peut voir que la propagation se passe essentiellement en stade II (Figure VI-12), ce qui est en accord avec les observations des chemins de fissure et surfaces de rupture présentés dans le chapitre IV. Sur toute la gamme de chargement, le stade II est assisté par l'adsorption de vapeur d'eau et le mode de propagation cristallographique de type pseudo-stade I est inhibé. Le coude observé sous air, à environ 3×10^{-9} m/s, provient vraisemblablement de la transition entre le régime de stade II assisté par l'adsorption de vapeur d'eau et un régime de fissuration assistée par l'hydrogène. Des essais à de plus faibles valeurs de da/dN sont nécessaires pour confirmer ce résultat.

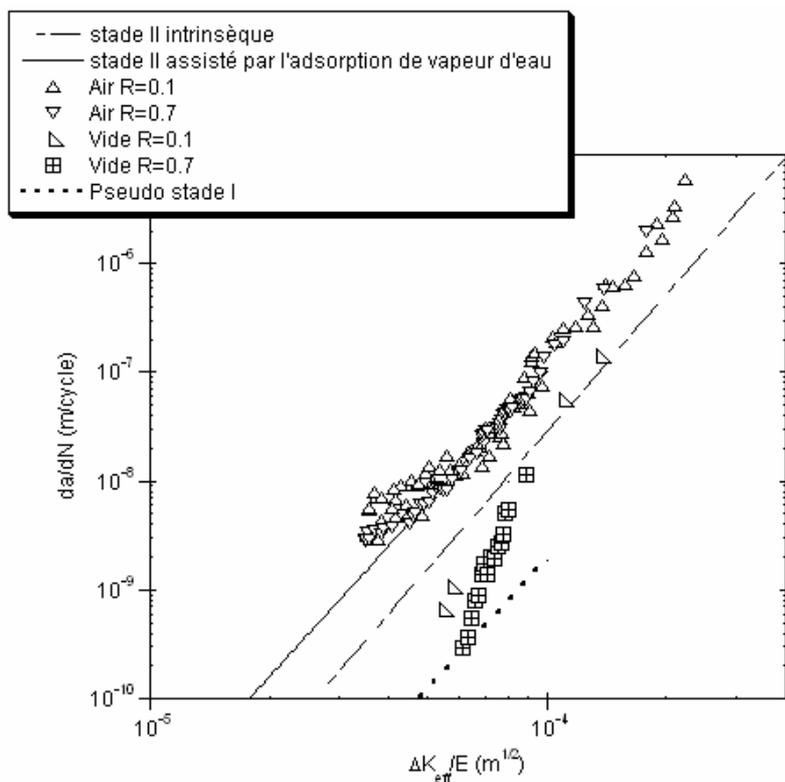


Figure VI-12. Comparaison des mesures sous air avec les données de la littérature [2, 17].

VI.3.1.2 Stries de fatigue

Sous ultravide, aucune strie ductile n'est détectée. Sous air, la présence de telles stries est particulièrement marquée pour le rapport $R=0.1$. Nous avons par ailleurs confirmé que l'espace entre ces stries, en m/strie, était équivalent aux vitesses macroscopiques de fissuration en m/cycle, ce qui

témoigne que chaque strie correspond à la progression de la fissure sur un cycle de fatigue. La formation de ces stries a beaucoup été étudiée et il existe de nombreuses études à ce sujet. Comparons donc nos observations avec la littérature.

Le fait qu'aucune strie n'apparaît sous ultravide est en accord avec le mécanisme d'irréversibilité du glissement proposé par Pelloux [18] et le mécanisme de couplage entre glissement et rupture fragile en mode II proposé par Sunder [14]. Sur un alliage de titane Ti6Al4V, Beevers. [19] n'observe pas de stries pour un chargement sous vide et seulement aux faibles R sous air. En particulier il n'observe pas de stries sous air au rapport $R=0.7$. Par ailleurs, il constate que l'espace entre chaque strie correspond aux vitesses macroscopiques de fissuration. Il observe également des stries à $R=0.35$, à environ $21\text{MP}\sqrt{\text{m}}$, sur un alliage d'aluminium 7XXX. Ces résultats sont en accord avec ceux de notre étude. D'après De Fouquet [20], les stries ductiles apparaissent, si les conditions de chargement sont réunies, seulement pour des vitesses supérieures à environ 5×10^{-8} m/cycle, pour la plupart des matériaux métalliques. Nous avons très nettement observé des stries pour des vitesses à partir d'environ 2×10^{-7} m/cycle. Notre intervalle de vitesses est donc compatible avec celui de De Fouquet. Entre 5×10^{-8} et 2×10^{-7} m/cycle nous n'avons cependant pas décelé de stries.

Finalement, il est nécessaire de retenir que les stries ductiles n'apparaissent que pour des domaines bien particuliers de vitesse, de chargement et d'environnement. Par conséquent si des stries impliquent la présence d'une propagation en fatigue, l'absence de stries n'implique pas l'absence d'une propagation en fatigue.

VI.3.1.3 Identification des plans de rupture par la méthode des piqûres

L'analyse des surfaces de rupture par attaque chimique révèle des piqûres carrées sur l'ensemble des surfaces, pour toute la gamme de ΔK explorée. Ces piqûres carrées sont typiques d'une propagation en stade II le long des plans de type $\{100\}$. Ces observations sont en bon accord avec les données de la littérature sur les alliages 2XXX et 7XXX [2, 7, 8, 18, 21, 22].

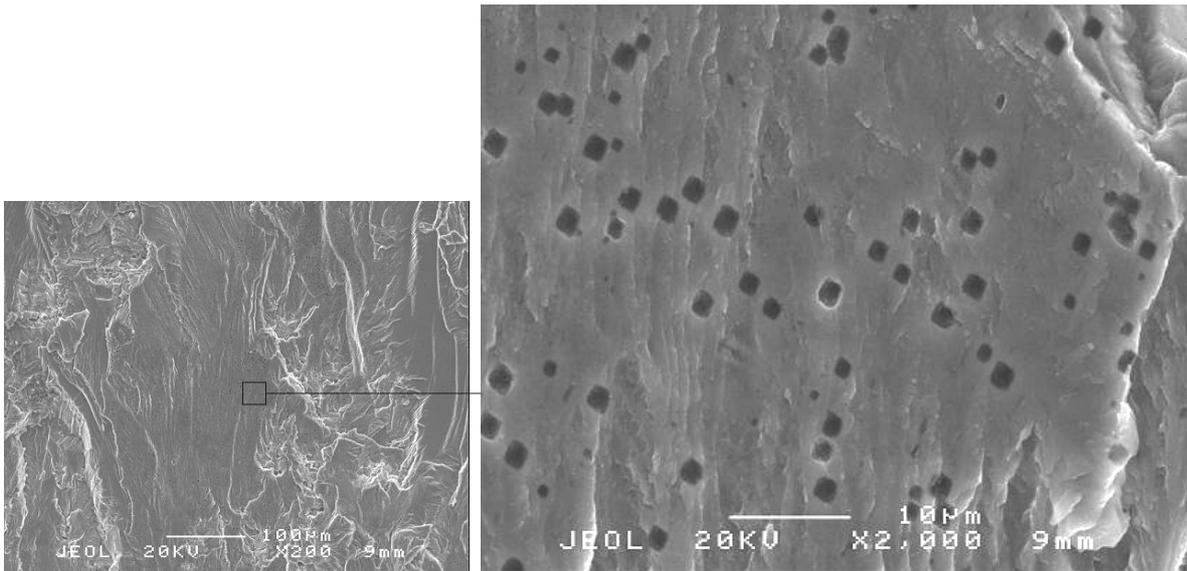


Figure VI-13. Piqûres obtenues par attaque des surfaces de rupture sous air. $R=0.7$. $\Delta K=3.5$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$: propagation en stade II le long des plans de type $\{100\}$.

Thompson & Craig [23] observent sur une hélice d'avion en 2219-T6 rompue en service, une fissuration suivant des plans proches à moins de 5° des plans de type $\{111\}$. Si les avions sont bien sûrs sollicités sous air, Gasquères *et al.* [3] ont démontré que des températures très basses comme celles rencontrées à haute altitude pouvaient modifier les mécanismes de fissuration en fatigue et mener, même sous air, à une propagation cristallographique donnant du pseudo-stade I, donc selon des plans de type $\{111\}$. Les résultats de Thompson & Craig ne sont donc pas en désaccord avec ceux de notre étude, et posent la question connue de « milieu représentatif » des conditions de service. L'air à température ambiante n'est peut-être pas assez représentatif des conditions de vol à haute altitude. Les récentes thèses de Gasquères et Odemer étudient le comportement d'alliages d'aluminium 2XXX en milieu plus représentatif que l'air du laboratoire [2, 3, 24, 25].

VI.3.2 Influence du sens de prélèvement

VI.3.2.1 Vitesses de fissuration

La Figure VI-14 montre que l'air atténue la différence de résistance à la fissuration entre les deux sens de prélèvement. Sous ultravide, l'écart des vitesses est de presque un ordre de grandeur, alors que sous air ce facteur vaut 2 environ.

Remarque : sous ultravide ce résultat est à considérer avec précaution car pour le sens L-T la fermeture de fissure n'a pas été mesurée et, compte tenu de l'importance du pseudo-stade I pour ce sens de prélèvement on peut supposer plus de fermeture de fissure dans le sens L-T que dans le sens S-L. Par conséquent, après prise en compte de la fermeture, l'écart des vitesses entre les deux sens de prélèvement devrait être réduit.

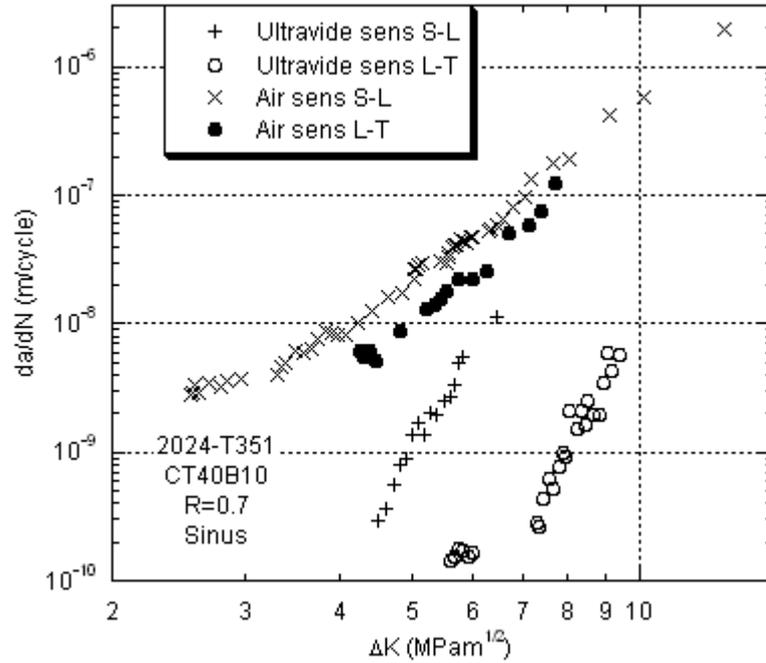


Figure VI-14. Effet d'environnement sur l'influence du sens de prélèvement.

L'influence du sens de prélèvement est en bon accord avec les travaux de Sarioglu et Orhaner sur l'alliage 2024-T3, à $R=0.3$, pour les sens T-L et L-T [26] (Figure VI-15). En effet, ces auteurs observent eux aussi des vitesses très légèrement inférieures pour le sens L-T que pour le sens T-L.

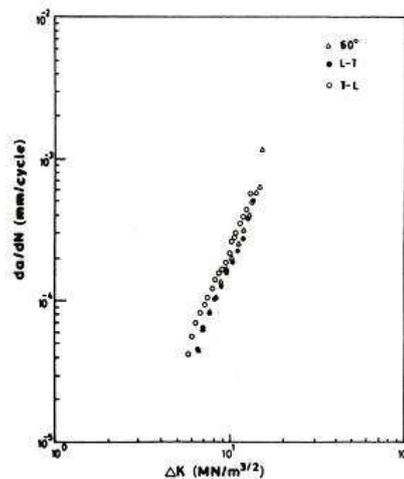


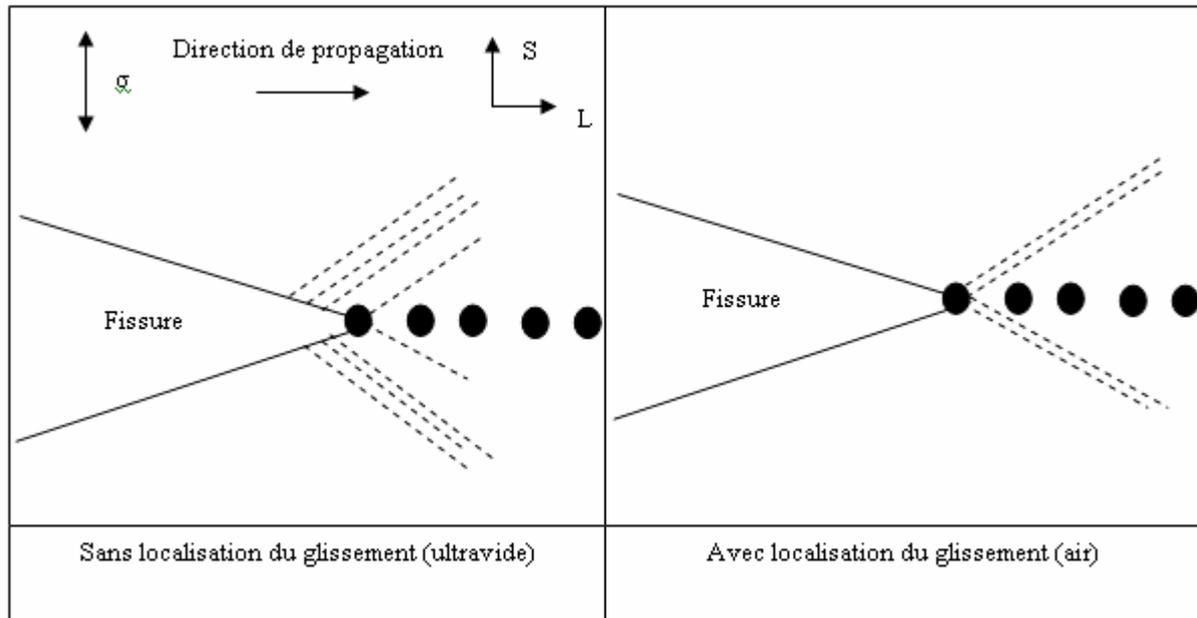
Figure VI-15. Vitesses de propagation pour le 2024-T3 sous air. $R=0.3$. 5 Hz [26].

VI.3.2.2 Effet d'environnement sur l'influence du sens de prélèvement

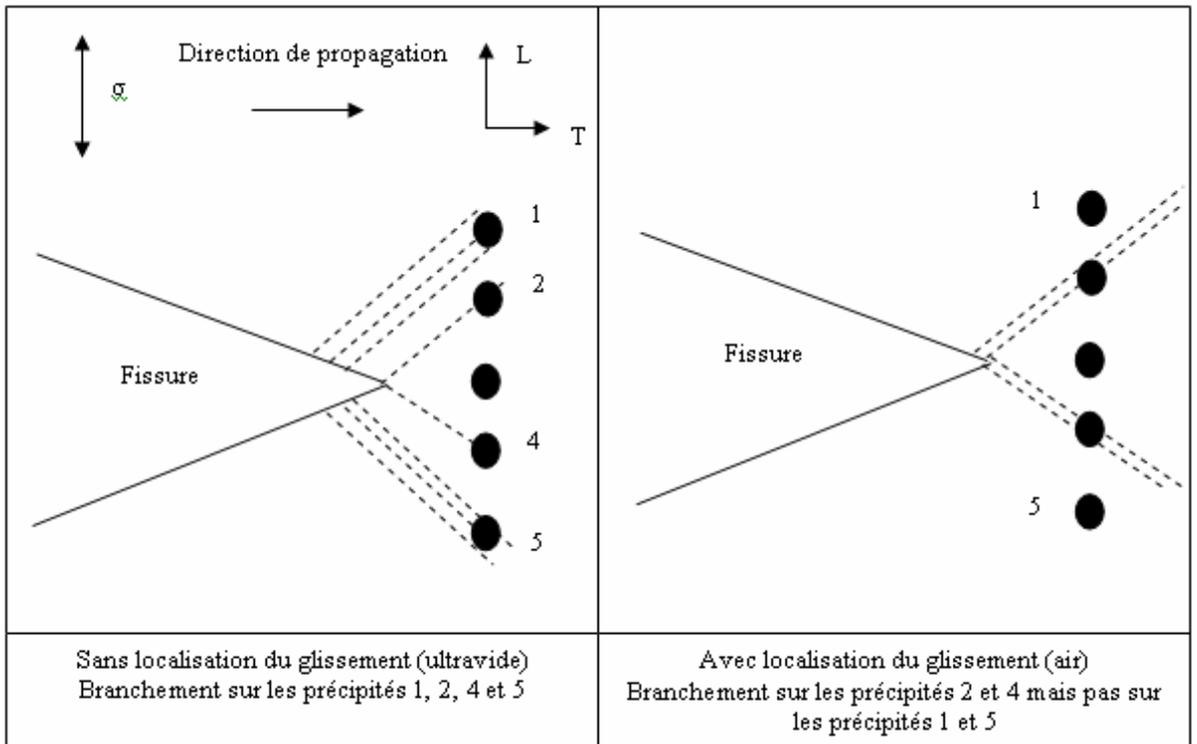
Nous allons tenter d'expliquer l'homogénéisation du comportement du matériau entre l'ultravide et l'air, marquée par la diminution de l'écart sur les vitesses de fissuration entre les sens S-L et L-T lorsque l'on passe de l'ultravide à l'air. Pour cela nous examinerons l'influence de l'air ambiant sur les deux différences entre les sens S-L et L-T qui ont servi à expliquer les vitesses de

propagation inégales sous vide. Ces deux différences sont l'interaction du chargement avec les précipités intermétalliques et l'orientation des grains par rapport à la direction de propagation.

Dans le cas des précipités intermétalliques, l'adsorption de vapeur d'eau, en localisant l'émission des dislocations à la pointe de fissure par un mécanisme de type AIDE [27], peut empêcher le branchement dû à des précipités proches du plan de fissuration. On a vu que dans le sens L-T l'orientation des précipités favorise un tel branchement par rapport au sens S-L, donc la localisation de l'émission des dislocations aura plus d'influence dans le sens L-T. La Figure VI-16 illustre la possible influence de la localisation du glissement en pointe de fissure sur les chapelets de précipités.



(a) Faible influence de la localisation du glissement sur le branchement



(b) Forte influence de la localisation du glissement sur le branchement

Figure VI-16. Influence de la localisation du glissement sur l'interaction entre les précipités et le chargement mécanique lors de la propagation en stade II (a) sens S-L (b) sens L-T.

Par ailleurs, l'adsorption de vapeur d'eau sous air favorise le glissement de plusieurs plans au lieu d'un seul plan, donc induit une propagation en stade II et fait totalement disparaître le pseudo-stade I. Le stade II est nettement moins sensible à la rencontre d'un nouveau grain donc l'effet barrière des joints de grains sera atténué sous air.

Ces deux hypothèses peuvent expliquer la diminution de l'écart sur les vitesses de fissuration entre les sens S-L et L-T lorsque l'on passe de l'ultravide à l'air. Notons que, de ces deux raisons, c'est de façon certaine la contribution de la deuxième (diminution de l'effet barrière des joints de grain lors de la propagation en stade II par rapport au pseudo-stade I) qui est la plus importante.

VI.3.3 Influence du rapport de charge

Pour les deux rapports de charge étudiés, $R=0.1$ et $R=0.7$, on a vu que la proportion de cupules augmente lorsque l'amplitude ΔK du facteur d'intensité de contrainte augmente. Cependant cette observation est pour le moment restée qualitative. Une analyse quantitative des surfaces de rupture avec le logiciel VISILOG a donc été effectuée afin de confirmer cette tendance.

Pour les deux rapports de charge, la proportion surfacique de zones occupées par des cupules augmente lorsque ΔK augmente (Figure VI-17a), ce qui confirme les observations expérimentales. D'autre part, pour une même valeur de ΔK , le pourcentage de cupules à $R=0.7$ est nettement supérieur au pourcentage pour $R=0.1$, donc l'amplitude ΔK du facteur d'intensité de contrainte n'est pas le seul paramètre qui contrôle ce mécanisme et le rapport de charge doit être pris en compte. Traçons alors, pour les deux rapports R , le pourcentage de cupules en fonction du facteur d'intensité de contrainte maximal K_{\max} vu par la pointe de fissure (Figure VI-17b). Les pourcentages mesurés pour les deux rapports R sont proches lorsqu'ils sont tracés en fonction de K_{\max} . Le facteur d'intensité de contrainte maximal K_{\max} est donc le paramètre mécanique qui contrôle les mécanismes d'apparition des cupules, qui sont le cisaillement d'un précipité et la coalescence de vides toujours autour d'un précipité. Ceci confirme que les cupules se forment principalement par un ou des mécanismes de traction monotone (quasi statique) lors d'un cycle de fatigue, comme exposé dans le chapitre « bibliographie » de ce rapport.

Cette méthode d'analyse quantitative pourrait être utile pour l'expertise de structures réelles car elle permettrait d'estimer le chargement maximal rencontré par la structure par l'analyse des surfaces de rupture, grâce à la relation unique entre le taux de cupules et la valeur de K_{\max} appliquée.

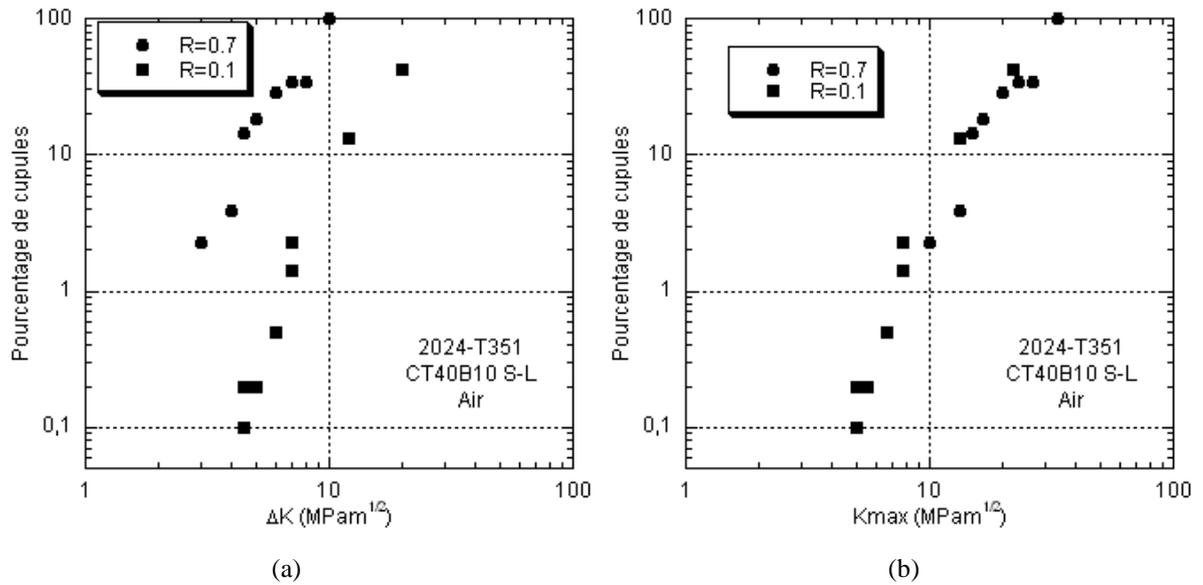


Figure VI-17. Analyse quantitative des surfaces de rupture sous air, à R=0.1 et R=0.7. (a) pourcentage de cupules en fonction de ΔK (b) pourcentage de cupules en fonction de K_{max} .

Remarque : chaque point des courbes correspond à l'analyse d'une image au MEB. Pour établir ces courbes avec une vision quantitative, 3 éprouvettes ont été analysées pour le rapport R=0.7 et 2 éprouvettes ont été analysées pour le rapport R=0.1.

Pour une épaisseur de 4 mm, la proportion de cupules semble légèrement moins élevée que pour les éprouvettes d'épaisseur 10 mm, malgré la dispersion expérimentale des mesures (Figure VI-18). Il faudra donc certainement considérer l'influence du taux de triaxialité des contraintes sur le pourcentage de cupules.

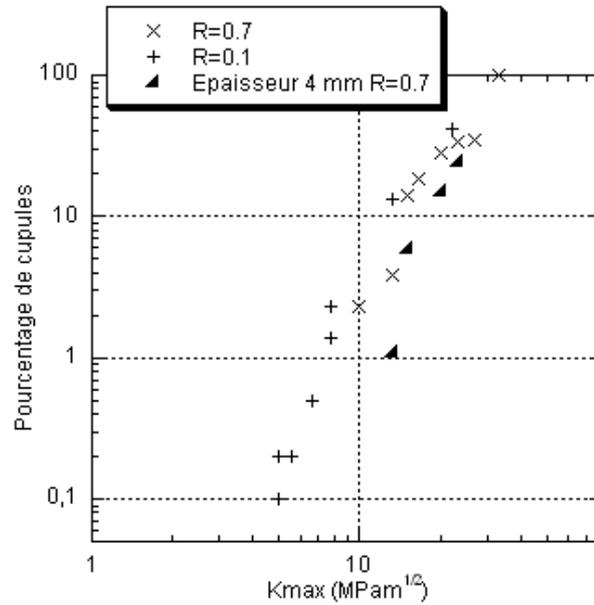


Figure VI-18. Influence de l'épaisseur sur la relation entre le pourcentage de cupules et K_{\max} .

Par ailleurs, ce résultat est relativement original car il existe peu d'analyses quantitatives des surfaces de rupture en fatigue. En effet dans la littérature les observations restent très souvent qualitatives. Benguediab *et al.* [28] exposent une méthode d'analyse quantitative des surfaces de rupture observées au MEB. Les évolutions qu'ils obtiennent sur le 2024-T351 à $R=0.33$ sous air sont en bon accord avec notre étude (Figure VI-19).

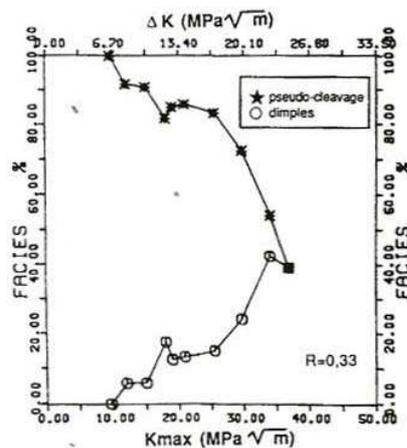


Figure VI-19. Analyse quantitative des surfaces de rupture. Air. $R=0.33$. 2024-T351 [28].

Nous avons comparé de façon quantitative leurs résultats avec ceux de notre étude. La comparaison est donnée en Figure VI-20. Leurs valeurs sont assez proches de celles de l'étude. Cependant leurs éprouvettes sont des CT75 d'épaisseur 12 mm, soit une épaisseur voisine de la notre, mais le sens de prélèvement n'est pas donné et la microstructure n'est pas détaillée. La comparaison reste donc délicate.

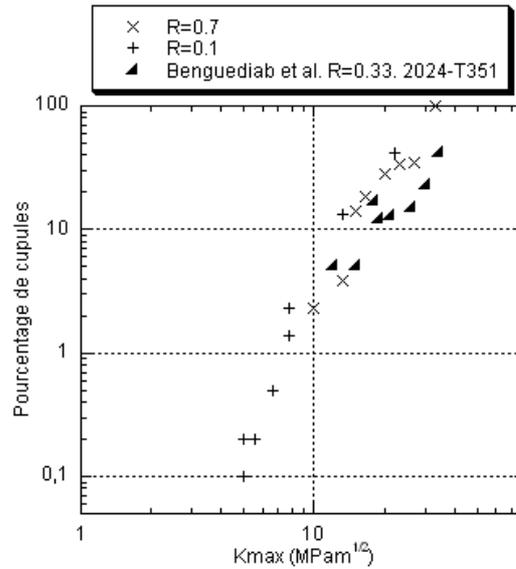


Figure VI-20. Comparaison de l'influence de K_{max} sur le pourcentage de cupules avec les résultats de l'étude [28].

Il a été montré que la valeur de K_{max} vue par la pointe de fissure pouvait être estimée à partir du pourcentage de cupules mesuré sur les surfaces de rupture. Vérifions que ceci est encore exact pour un chargement à amplitude variable. Le chargement considéré consiste en des successions de 20 cycles à $R=0.7$ et de 2 cycles à $R=0.1$. Le choix de faire 2 cycles successifs à $R=0.1$ et de fixer la fréquence de ces cycles à 0.1 Hz a été imposé par des contraintes expérimentales liées à la génération du signal de chargement par le logiciel INSTRON Waverunner. On doit donc faire l'hypothèse que dans l'intervalle [0.1, 10 Hz], la fréquence n'a pas d'influence sur les vitesses de fissuration. Pour le même matériau, sous air, dans le sens L-T à $R=0.1$, EADS IW n'observe pas d'influence de la fréquence entre 1 et 10 Hz [29].

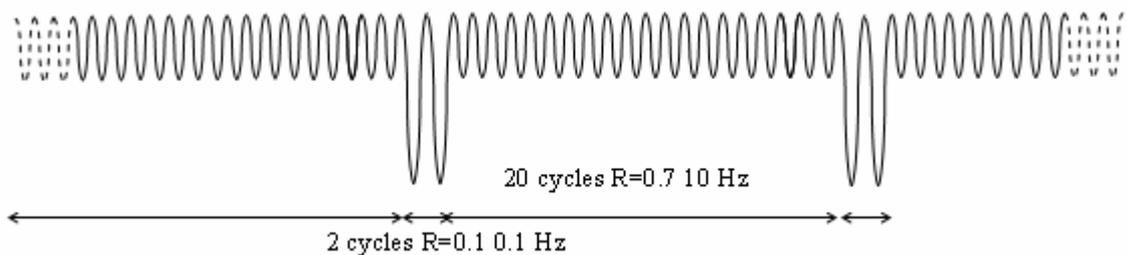


Figure VI-21. Chargement variable utilisé sous air pour tester le cumul de dommages.

Le pourcentage de cupules en fonction de K_{max} est tracé sur la Figure VI-22 et comparé aux données à $R=0.1$ et $R=0.7$ sous chargement à amplitude constante. On voit que la dépendance entre le pourcentage de cupules et K_{max} reste vérifiée, même sous le chargement à amplitude variable de la Figure VI-21, ce qui est compatible avec la dépendance en K_{max} des mécanismes de coalescence de vide et de cisaillement autour des précipités.

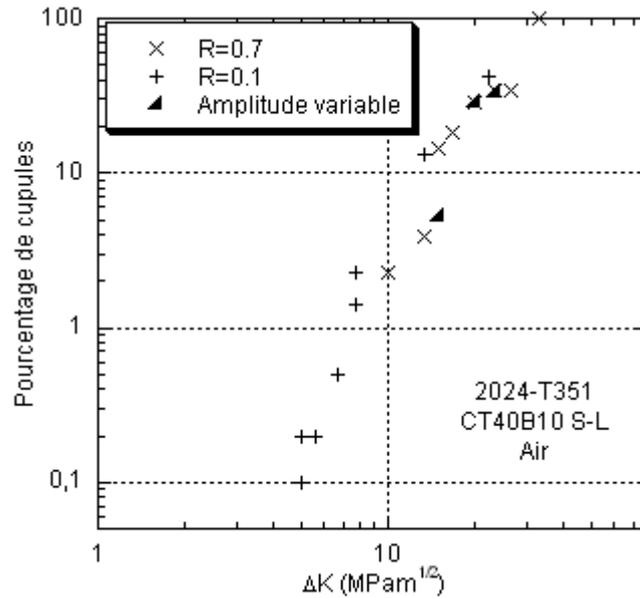


Figure VI-22. Pourcentage de cupules en fonction de K_{\max} pour un chargement à amplitude variable.

VI.3.4 Conclusion sur le comportement sous air du 2024-T351

Par rapport au vide, l'adsorption de vapeur d'eau sous air supprime totalement la propension à fissurer en mode cristallographique (pseudo-stade I) et la propagation sous air se produit en stade II assistée par l'adsorption de vapeur d'eau. Par ailleurs, l'influence du rapport de charge s'explique par la fermeture de fissure. A $R=0,1$ on observe des stries pour les forts ΔK (à partir de 12 MPa \sqrt{m} environ). Très peu de stries sont observées à $R=0,7$.

L'influence du sens de prélèvement est fortement réduite par rapport au vide. Ceci est dû au passage à une propagation en stade II, propagation beaucoup moins sensible aux joints de grains que le pseudo-stade I, et dans une moindre mesure à une possible diminution du branchement dû aux précipités intermétalliques par une localisation du glissement en pointe de fissure due à l'environnement.

On a également confirmé que la proportion de cupules peut se corrélérer avec la valeur de K_{\max} , quelque soit le rapport de charge. Cependant on suppose que cette proportion ne sera pas la même suivant l'état de contraintes (contraintes ou déformations planes).

VI.4 Synergies entre fissuration par fatigue et corrosion saline

VI.4.1 Introduction

Cette partie tente de répondre au premier objectif de cette étude, relatif à l'identification et à l'analyse des synergies entre fatigue et corrosion saline. Nous tenterons d'identifier les mécanismes à l'origine des synergies existantes en fatigue corrosion entre les paramètres métallurgiques, mécaniques et environnementaux étudiés dans le chapitre V. Pour cela nous prendrons comme fil directeur le résultat le plus marquant de la campagne d'essais de fatigue corrosion, à savoir l'influence de la fréquence de chargement observée en solution saline, pour un signal sinusoïdal, dans le sens S-L, à $R=0.7$, sur l'alliage d'aluminium 2024, à l'état T351. La compréhension des mécanismes obtenus pour ce cas de figure particulier permettra de connaître la possibilité d'étendre les résultats à d'autres chargements et à d'autres alliages de la série 2XXX, voire d'autres alliages d'aluminium.

Tout d'abord nous ferons un bilan des résultats expérimentaux sur l'influence de la fréquence de chargement et dégagerons une problématique générale. Nous ferons ensuite l'analyse de ces résultats, puis nous dresserons un état de l'art des études de la littérature rapportant un même effet de fréquence et nous confronterons l'analyse de nos résultats aux hypothèses de la littérature pour répondre à la problématique de l'étude. Dans la conclusion nous résumerons le comportement en fatigue corrosion du 2024, et avancerons des perspectives pour de futures études sur ce sujet. Par ailleurs, malgré une littérature abondante sur la fatigue corrosion des alliages d'aluminium [11, 30-43], nous tenterons d'isoler, parmi les résultats expérimentaux obtenus ici, les phénomènes peu observés auparavant et qui constituent donc un résultat nouveau sur la fatigue corrosion des alliages d'aluminium de la série 2XXX.

VI.4.2 Bilan des résultats expérimentaux

À $R=0.7$, dans le sens S-L, en solution saline 3.5% NaCl, les vitesses de propagation diminuent lorsque la fréquence diminue. Nous parlerons « d'effet de fréquence négatif » [44] pour décrire ce phénomène. Deux régimes de propagation apparaissent, caractérisés par des pentes différentes sur la courbe $da/dN-\Delta K$ dans le domaine de Paris. En effet, entre 10 et 2.5 Hz, la pente de la droite $da/dN-\Delta K$ est proche de 2 et l'augmentation des vitesses par rapport à l'air atteint presque un ordre de grandeur aux faibles valeurs de ΔK . Entre 2.5 et 1 Hz, pour une valeur constante de ΔK , les vitesses diminuent brutalement, et le deuxième régime, marqué par une pente 4 sur la courbe $da/dN-\Delta K$, apparaît. Dans ce régime, les vitesses diminuent lorsque la fréquence diminue. Enfin, les essais avec différentes formes de signal montrent que le temps de montée gouverne cet effet de fréquence, et que le temps d'immersion sur un cycle n'a pas d'influence sur la propagation en fatigue corrosion du

2024-T351. La Figure VI-23 synthétise schématiquement cette influence de la fréquence et de la forme du signal sur la propagation de fissure de fatigue dans le 2024-T351 sens S-L.

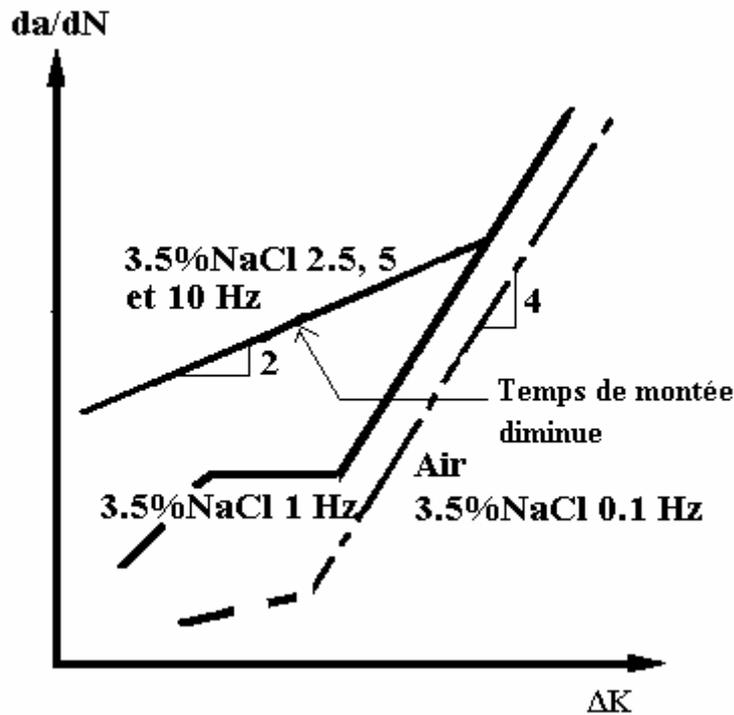


Figure VI-23. Influence de la fréquence en fatigue corrosion. R=0.7. Sens S-L. Signal sinusoïdal.

Cette synthèse soulève plusieurs questions essentielles :

- 1/ Quels est le mécanisme gouvernant le régime de propagation en pente 4 ?
- 2/ Quels sont le ou les phénomènes gouvernant la transition régime pente 2 – régime pente 4 ?
- 3/ Quels est le mécanisme gouvernant le régime de propagation en pente 2 ?

Les paragraphes suivants visent à apporter des éléments de réponse à ces différentes questions. Une analyse des résultats expérimentaux exposés dans le chapitre V est ainsi réalisée : un examen microfractographique des surfaces de rupture, l'apparition d'un mode de fissuration intergranulaire, l'influence de l'état de contraintes et finalement les conditions chimiques et électrochimiques au sein de la fissure sont successivement considérés en détail. Un état de l'art sera ensuite dressé sur les études observant un effet de fréquence négatif semblable, dans le but de dégager les hypothèses proposées pour expliquer cet effet. Ces hypothèses seront finalement discutées à l'aide de l'analyse des résultats expérimentaux.

VI.4.3 Analyse des résultats expérimentaux

VI.4.3.1 Analyse microfractographique : éléments de nature non identifiée

On a vu que des éléments microfractographiques (Figure V-15) dont la nature reste à identifier sont observés en solution saline alors qu'ils n'apparaissent pas sous air. On peut donc émettre trois hypothèses sur la nature de ces éléments.

1/ Il peut s'agir de piqûres apparues après la fissuration par corrosion post mortem du sillage.

2/ Ces éléments peuvent être des cupules se formant par coalescence de vides puis se réunissant par striction de façon plus marquée que sous air.

3/ Ces éléments peuvent aussi correspondre à des cupules classiques formées lors de la fissuration puis ultérieurement dégradées par corrosion.

Ces hypothèses sont fondamentalement différentes et il n'est pas inutile de vouloir identifier ces éléments. En effet, si ces derniers sont des piqûres apparues post mortem ou des cupules apparues lors de la fissuration puis dégradées par corrosion post mortem, ils auront peu d'intérêt pour l'analyse des mécanismes de fatigue corrosion (hypothèses 1-3). Par contre, s'il s'agit de cupules formées par coalescence de vides puis striction avec une très forte déformation plastique localisée due à l'environnement, alors la formation de cupules par coalescence de cavités et striction est exacerbée par l'environnement et cela pourra peut-être expliquer l'augmentation des vitesses de fatigue corrosion par rapport aux vitesses sous air (hypothèse 2).

VI.4.3.1.1 Première hypothèse : piqûres de corrosion

En Figure VI-24 ces éléments sont comparés à des piqûres de corrosion post mortem créées sur une éprouvette préfissurée en fatigue sous air puis immergée en solution saline à 3.5% NaCl.

La forme, la taille, et la répartition topologique des éléments sont différentes de celles des piqûres apparues sur l'éprouvette de fatigue sous air puis immergée en solution. Ces éléments ne sont donc pas des piqûres apparues post mortem.

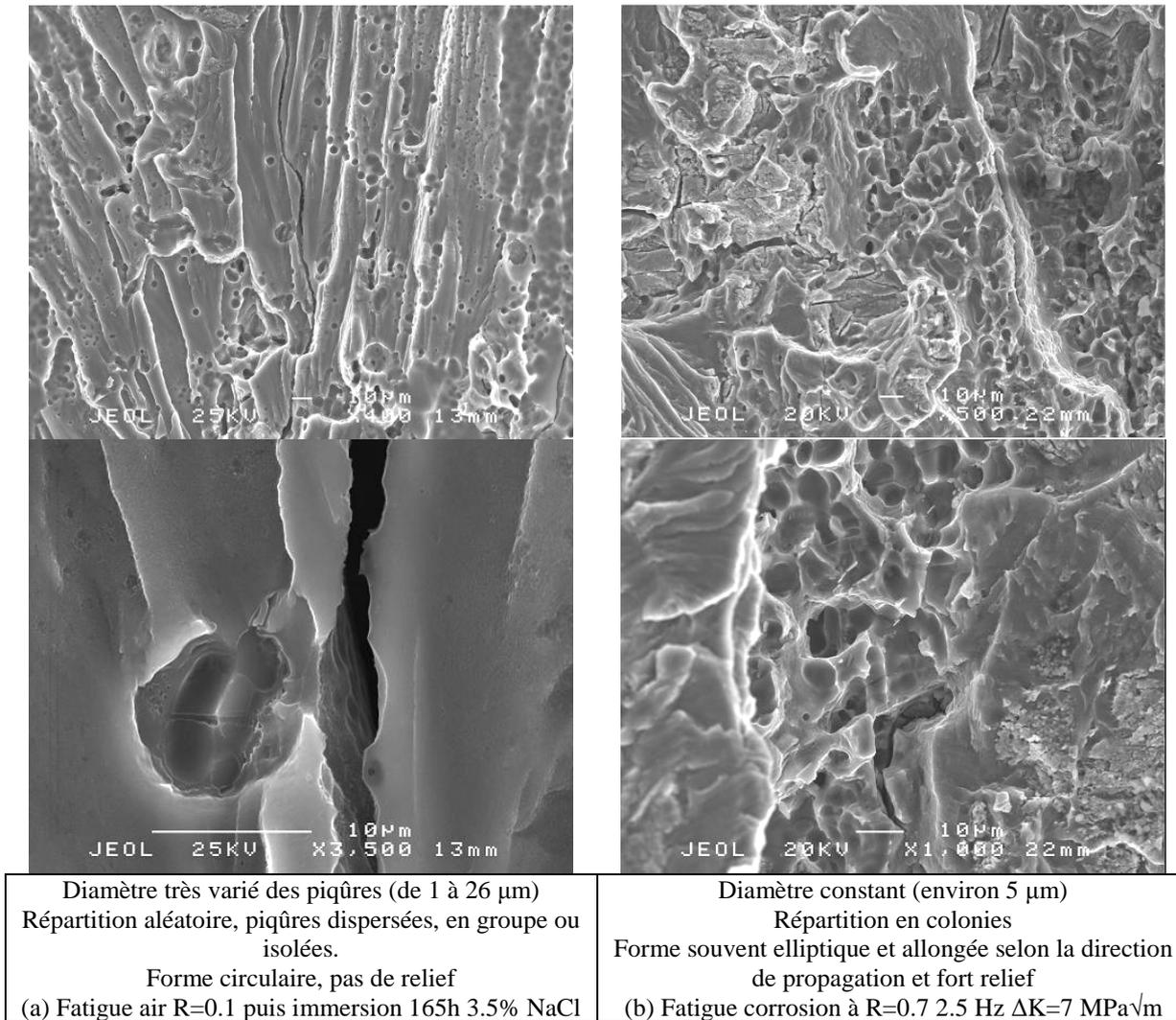


Figure VI-24. Comparaison d'un faciès de fatigue sous air puis immergé en solution saline (a) avec un faciès de propagation en fatigue corrosion (b).

VI.4.3.1.2 Deuxième hypothèse : cupules apparues par coalescence de vides et striction avec une forte déformation plastique localisée

La deuxième hypothèse est que l'hydrogène formé favoriserait la déformation plastique du matériau et donc augmenterait la formation de cupules par coalescence de vides puis striction. Cette hypothèse est appuyée par le fait que la dissolution anodique en pointe de fissure produit indirectement une grande quantité d'hydrogène atomique qui peut ensuite pénétrer et diffuser au sein de la zone plastique. L'augmentation de la déformation plastique due à l'hydrogène est la base des théories de type HELP, comme exposé dans la bibliographie.

Thompson et Bernstein [45] observent des cupules apparues par coalescences de vides avec une forte déformation plastique sur des aciers chargés en hydrogène. Ces aspects ressemblent fortement aux éléments dont nous cherchons à identifier la nature, ce qui conforte cette hypothèse (Figure VI-25).

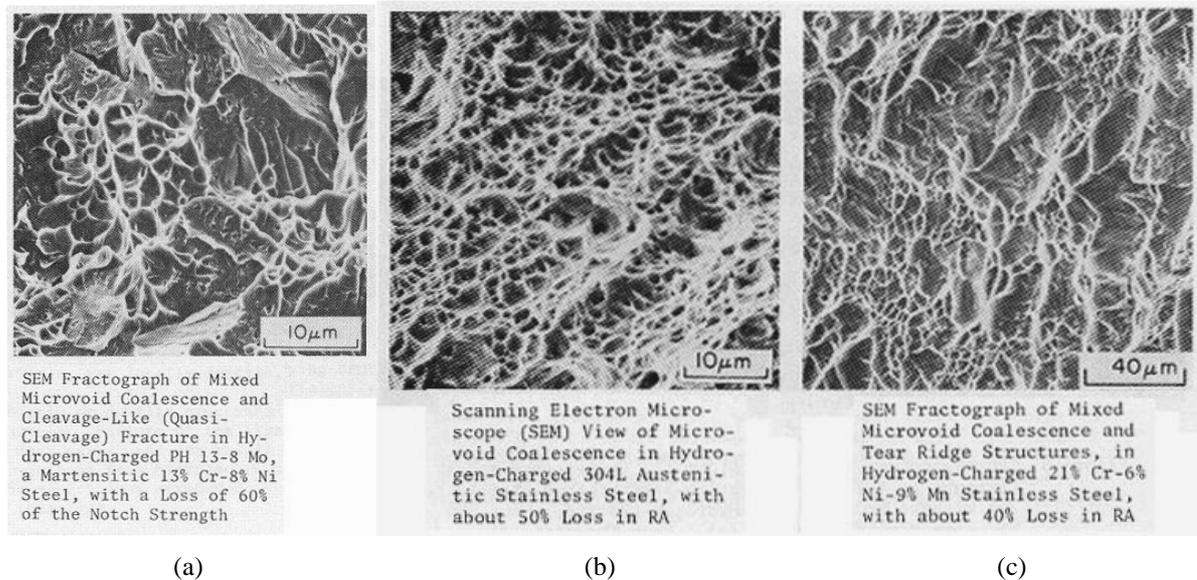


Figure VI-25. Cupules se formant par coalescence de vide sur différents aciers chargés en hydrogène (a) coalescence de vides et pseudo clivage (b) coalescence de vides (c) coalescence de vides et lignes de déformation plastique intense [45].

VI.4.3.1.3 Troisième hypothèse : cupules apparues pendant la fissuration puis corrodées

Si ces éléments sont des cupules obtenues classiquement lors de la fissuration puis corrodées par la solution saline, on devrait les observer sur le faciès de fatigue sous air qui a été immergé en solution saline. La zone de rupture quasi statique de l'éprouvette a été observée car cette rupture se produit essentiellement par formation de cupules. La Figure VI-26 montre que les cupules corrodées observées sur le faciès de fatigue sous air immergé en solution saline ressemblent très fortement aux éléments que nous cherchons à identifier.

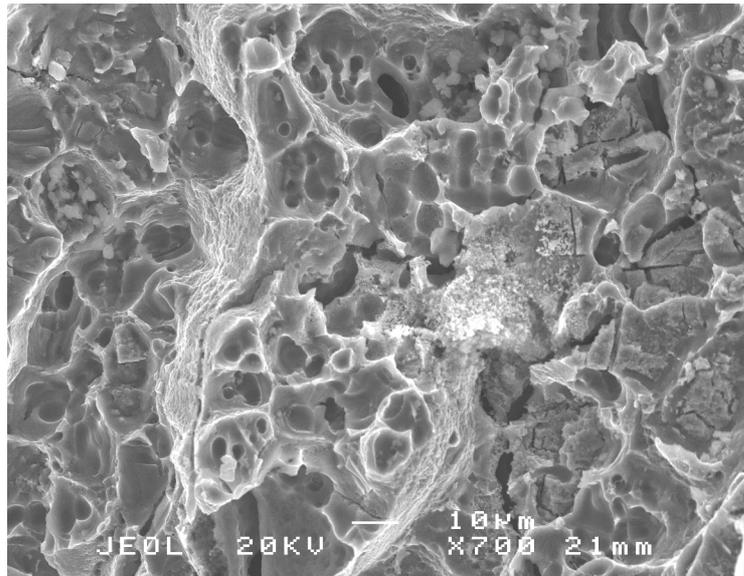


Figure VI-26. Exemples de cupules corrodées observées sur la zone de rupture finale d'un faciès de fatigue sous air immergé en solution saline à 3.5%NaCl pendant 165h.

VI.4.3.1.4 Bilan

Avant de conclure, nous ferons deux remarques sur ces éléments. En premier lieu, il serait bon de quantifier la proportion de ces éléments en fonction de la fréquence de chargement dans 3.5%NaCl, afin de savoir s'ils sont typiques d'un régime de propagation (ou s'ils apparaissent pour toute fréquence). En second lieu, il convient de rappeler que ces éléments n'apparaissent pas pour l'essai sous eau distillée. Toutefois cet argument ne permet pas départager les trois hypothèses. En effet, les ions chlorure sont nécessaires pour rompre le film passif en surface et ralentir sa reformation et ainsi permettre la dissolution anodique, dissolution menant à la corrosion post mortem (hypothèses 1 et 2), et à la production d'hydrogène (hypothèse 3).

Finalement, la troisième hypothèse paraît la plus crédible, à savoir des cupules classiques dégradées par la corrosion post mortem, car ces éléments ressemblent fortement aux cupules corrodées observées sur le faciès de fatigue sous air immergé en solution. Toutefois la deuxième hypothèse, à savoir des cupules obtenues par une forte déformation plastique localisée due à un mécanisme de fragilisation par l'hydrogène de type HELP, ne saurait être définitivement écartée. L'analyse de ces éléments ne permet donc pas de progresser sur l'identification des mécanismes de fatigue corrosion.

VI.4.3.2 Fissuration intergranulaire

VI.4.3.2.1 Introduction

L'observation des surfaces de rupture produites en fatigue corrosion (Figure V-18), a révélé la présence de plages lisses, qui semblent plus grandes et plus nombreuses dans le régime des faibles temps de montée TM en solution saline (régime de pente 2 sur la courbe $da/dN-\Delta K$). Par ailleurs, en

solution saline elles apparaissent de façon plus marquée pour les faibles valeurs de ΔK , là où l'effet de fatigue corrosion sur les vitesses de propagation est le plus élevé. Ces observations suggèrent donc une forte relation entre l'apparition du régime de pente 2 et la formation de ces plages, ce qui permettrait, en considérant ces plages plus en détail, d'identifier les mécanismes responsables de l'apparition du régime de pente 2. Dans la suite du rapport nous allons donc finement examiner leur domaine d'apparition en fonction des paramètres mécaniques, métallurgiques et environnementaux, ainsi que la nature de ces plages lisses. Cette analyse constituera alors un support important pour la discussion des mécanismes de fatigue corrosion.

VI.4.3.2.2 Analyse quantitative des plages lisses

Tout d'abord, la proportion de ces plages par rapport à la surface totale de rupture a été estimée par analyse d'image à l'aide du logiciel VISILOG à partir des clichés obtenus au microscope électronique. La Figure VI-27a trace, pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, le pourcentage de plages lisses en fonction du temps de montée T_M . Chaque point de la courbe correspond au comptage sur une éprouvette, ce qui donne un échantillon statistique raisonnable. Les vitesses de propagation sont aussi tracées en fonction de T_M . Le pourcentage de plages lisses et les vitesses de propagation montrent la même dépendance envers T_M . Ce paramètre contrôle donc la formation des plages lisses.

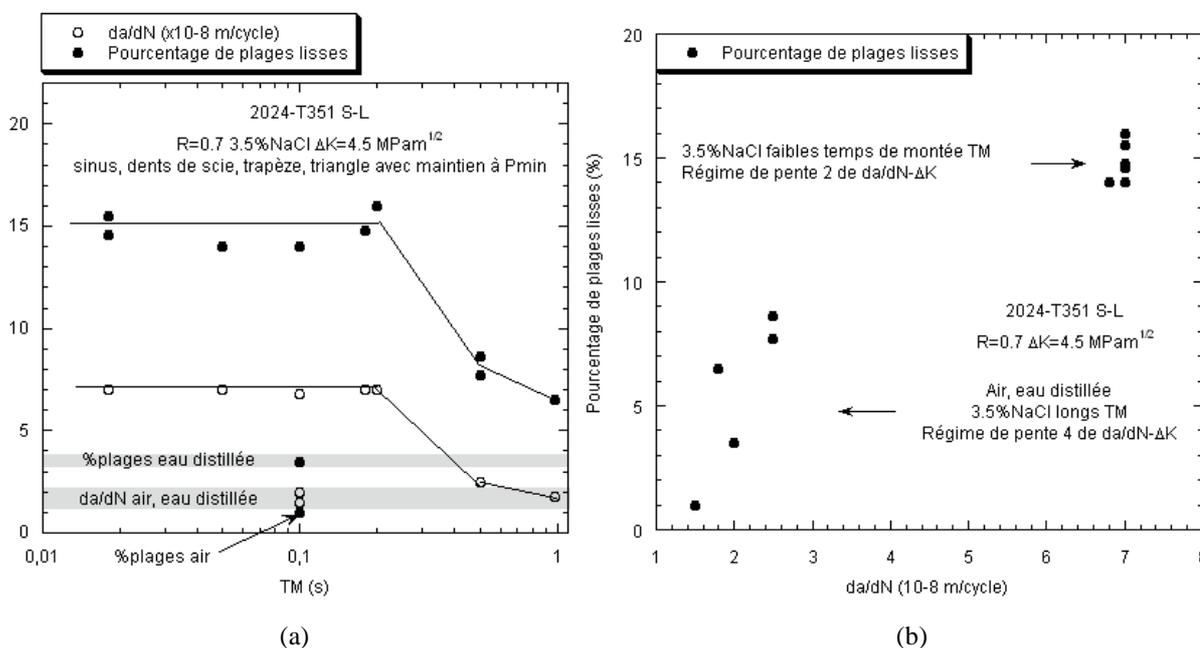


Figure VI-27. (a) % de plages lisses et da/dN en fonction du temps de montée T_M à $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) % de plages lisses en fonction de da/dN pour différents T_M à $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

La Figure VI-27b reprend les données de la Figure VI-27a mais illustre le lien entre le pourcentage de plages et la vitesse de propagation, indépendamment de l'environnement. Deux groupes de données se distinguent. Ces deux groupes correspondent en fait aux deux régimes de fissuration observés (régime de pente 2 et régime de pente 4). Ces plages pourraient donc être plus

typiques d'un régime de fissuration particulier que directement de l'environnement. Notons tout de même que la différence dans les proportions n'est pas considérable : 5-9% de plages pour le régime de pente 4 et 14-16% pour le régime de pente 2 pour $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, et que l'incertitude sur les mesures est très difficile à quantifier.

L'hypothèse émise dans le chapitre V semble néanmoins vérifiée : la quantité de plages lisses est liée au(x) mécanisme(s) qui gouverne(nt) les vitesses de propagation en solution saline. La nature de ces plages devrait donc contribuer à l'identification de ce(s) mécanisme(s).

Pour la suite de la réflexion, une cartographie générale de la proportion de plages lisses sur une courbe $da/dN-\Delta K$, de l'environnement, de la fréquence et du signal de chargement est donnée en Figure VI-28. Chaque valeur est calculée en faisant la moyenne des données collectées sur tous les essais. Pour une idée de la dispersion des mesures, chaque point de mesure, qui correspond à une image MEB d'une éprouvette, est tracé en fonction de ΔK en Figure VI-29.

Nous allons maintenant tenter d'identifier la nature de ces plages lisses, ce qui permettra, lors la discussion des mécanismes de fatigue corrosion, de déterminer le ou les mécanismes à l'origine de leur formation.

VI.4.3.2.3 Identification de la nature des plages lisses

Tout d'abord, ces plages sont extrêmement lisses, sans détails particuliers, comme le montre la Figure VI-30.

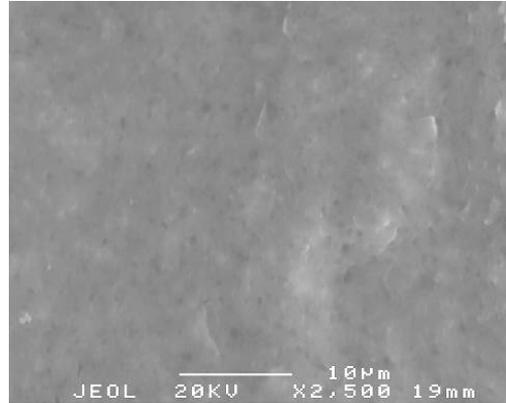


Figure VI-30. Etat de surface des plages lisses. 3.5%NaCl. R=0.7. $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

La morphologie des plages est examinée plus en détail sur la Figure VI-31. Une éprouvette sollicitée dans des conditions conduisant à des vitesses du régime de pente 2 a été découpée au cœur et examinée au MEB. La direction de propagation est de droite à gauche, indiquée par la flèche noire. Deux éléments caractéristiques apparaissent.

- 1/ Le grand carré noir en haut à droite indique une plage lisse montrant une forme courbe.
- 2/ La frontière de la plage du bas correspond à des joints de grain (flèches noires).

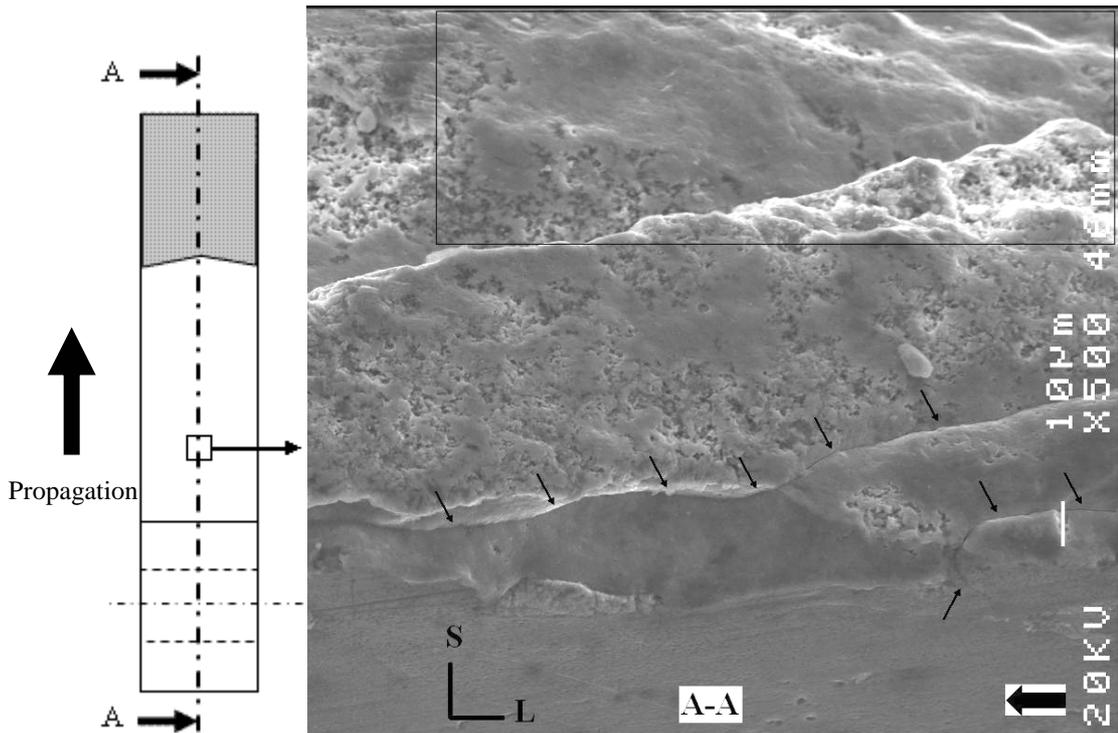


Figure VI-31. Chemin de fissuration au coeur le long d'une plage lisse. Vue au MEB avec tilt 40° par rapport à la verticale. 3.5%NaCl. R=0.7. 10 Hz.

La Figure VI-32 montre une autre caractéristique morphologique de ces plages. La plupart d'entre elles sont délimitées par des formes arrondies et allongées suivant la direction de laminage, similaire à la forme allongée des grains du matériau (Figure II-1 p60).

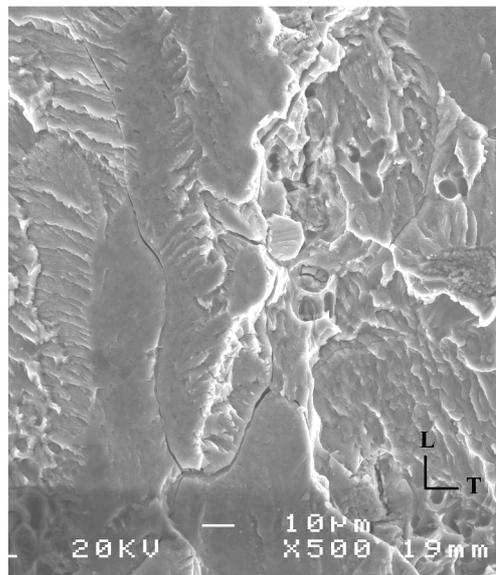


Figure VI-32. Forme des plages lisses. 3.5%NaCl 10 Hz sinus R=0.7 $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Enfin, des piqûres ont été réalisées sur ces plages lisses afin d'identifier leur possible nature cristallographique, selon la méthode illustrée dans le chapitre II. La plupart des plages ne montrent des piqûres ni carrées ni triangles (Figure VI-33). Ce ne sont donc ni des plans proches de $\{100\}$ ni des

plans proches de $\{111\}$. De plus, pour certaines plages lisses, la forme des piqûres n'est pas la même sur toute la surface de la plage. Ceci suggère fortement que la plupart des plages observées en solution saline ne correspondant pas à des plans cristallographiques particuliers.

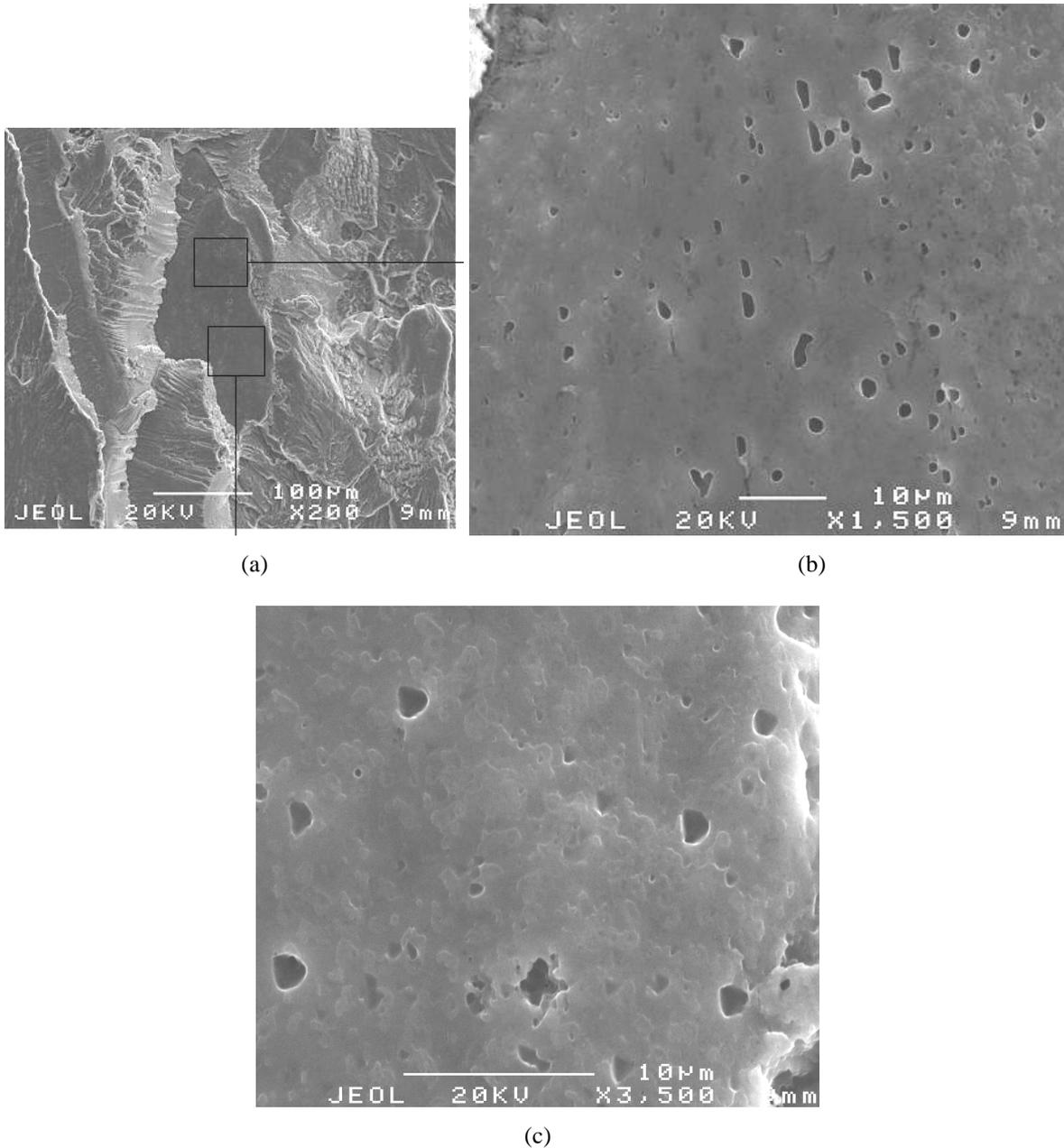


Figure VI-33. Forme des piqûres créées sur les plages lisses dans 3.5%NaCl. R=0.7. 5 Hz. $\Delta K=5.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) vue générale de la plage lisse (b)-(c) forme des piqûres.

Il convient de rapporter une dernière observation. Comme le montre la Figure VI-34a, les plages, délimitées par des lignes noires, sont très semblables aux surfaces intergranulaires observées en corrosion sous contrainte de la Figure VI-34b.

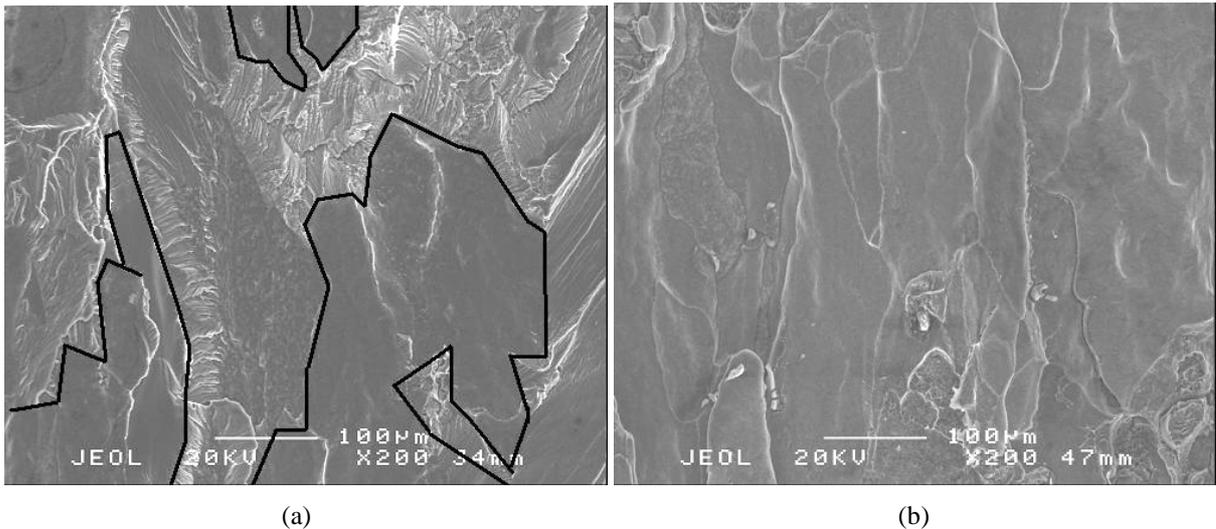


Figure VI-34. Comparaison des plages lisses avec la propagation intergranulaire observée en CSC. (a) 3.5%NaCl R=0.7 sinus 10 Hz $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (b) surface totalement intergranulaire (corrosion sous contrainte immersion-émersion $K\approx 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Au total, l'état de surface, la morphologie, le caractère non cristallographique et la ressemblance avec des surfaces de CSC intergranulaires suggèrent que ces plages reflètent des décohésions intergranulaires apparues pendant la fissuration. En effet, du fait de leur forme, des interactions avec les zones de pseudo-clivage et de cupules, il est clair que ces plages ne sont pas apparues post mortem par corrosion du sillage.

Dans la suite nous allons confirmer et discuter plus en détail la nature intergranulaire de ces plages. Nous allons notamment confronter leur formation à l'absence de pente 2 pour le rapport $R=0.1$, pour le 2024-T351 L-T et pour le 2024-T851 S-L, ce qui fournira des informations supplémentaires sur le comportement de l'alliage 2024 en fatigue corrosion.

VI.4.3.2.4 Chemins de fissure

Nous avons vu que la propagation en fatigue corrosion était majoritairement transgranulaire, surtout aux forts niveaux de chargements, mais des passages intergranulaires sont détectés sur les chemins de fissure, comme le montre la Figure VI-35. L'observation des chemins de fissure en surface confirme donc la possibilité d'une propagation intergranulaire en fatigue corrosion.

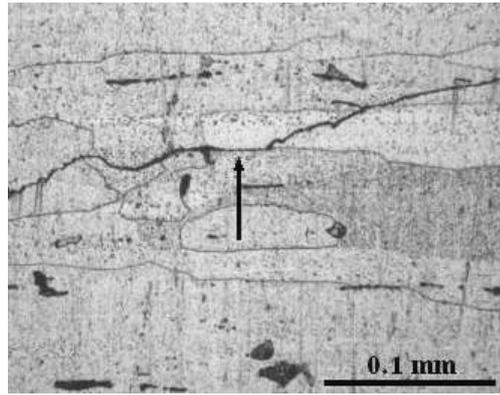


Figure VI-35. Passage intergranulaire en fatigue corrosion (flèche noire). 3.5%NaCl 0.1 Hz trapèze R=0.7 $\Delta K=6.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

VI.4.3.2.5 Influence du rapport de charge sur la formation des plages lisses

A R=0.1, de nombreuses plages lisses sont également observées, comme le montre la Figure VI-36. Ceci suggère qu'à R=0.1 comme à R=0.7 une rupture intergranulaire peut apparaître, même si elle ne mène pas au régime de pente 2. Il conviendrait d'étudier plus en détail les raisons de cette absence de pente 2 en solution saline à R=0.1 aux hautes fréquences. On peut bien sûr penser à d'éventuels effets de fermeture de fissure, mais aussi au fait que comme à R=0.1, pour une même valeur de ΔK , K_{max} est plus faible que pour R=0.7, donc la formation de cupules est moins prononcée que pour R=0.7, ce qui favoriserait la formation de nombreuses plages lisses.

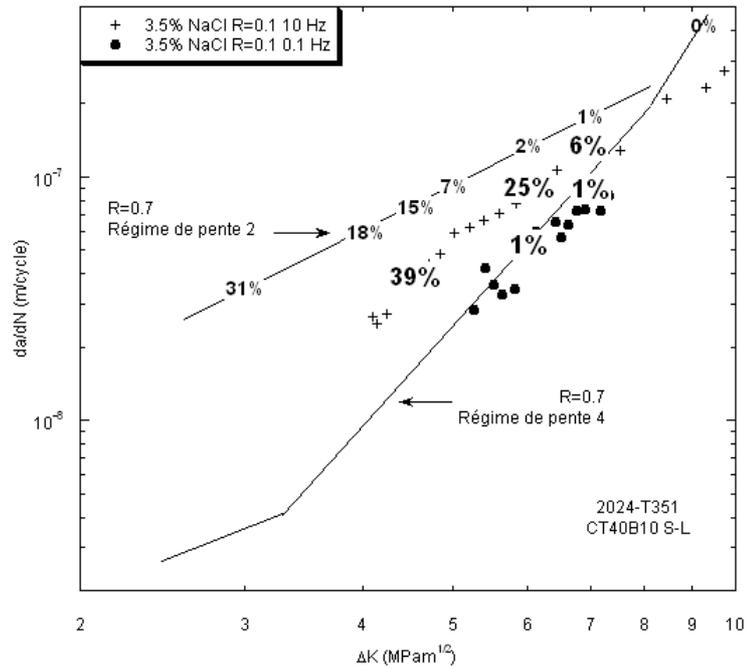


Figure VI-36. Influence du rapport de charge sur la proportion de plages lisses dans 3.5%NaCl.

VI.4.3.2.6 Influence de l'orientation des grains

On a vu en fatigue sous vide et sous air et en corrosion sous contrainte que l'orientation des grains par rapport au chargement mécanique peut avoir une influence notable sur le comportement en fissuration du matériau. Des essais sur l'alliage 2024-T351 ont donc été réalisés dans le sens L-T en solution saline pour obtenir plus d'informations sur son comportement en fatigue corrosion. Les résultats, présentés en détail dans le chapitre V, sont résumés et analysés ci-dessous.

Il convient tout d'abord de rappeler que dans le sens L-T, le régime de pente 2 de la droite $da/dN-\Delta K$ n'est jamais observé (Figure VI-37). Or la Figure VI-37 montre que le pourcentage de plages lisses est identique au pourcentage observé dans le sens S-L dans le régime de pente 4. Ceci supporte l'hypothèse que l'augmentation de la quantité de plages lisses accompagne l'augmentation des vitesses, et, pour les faibles temps de montée, le régime de pente 2.

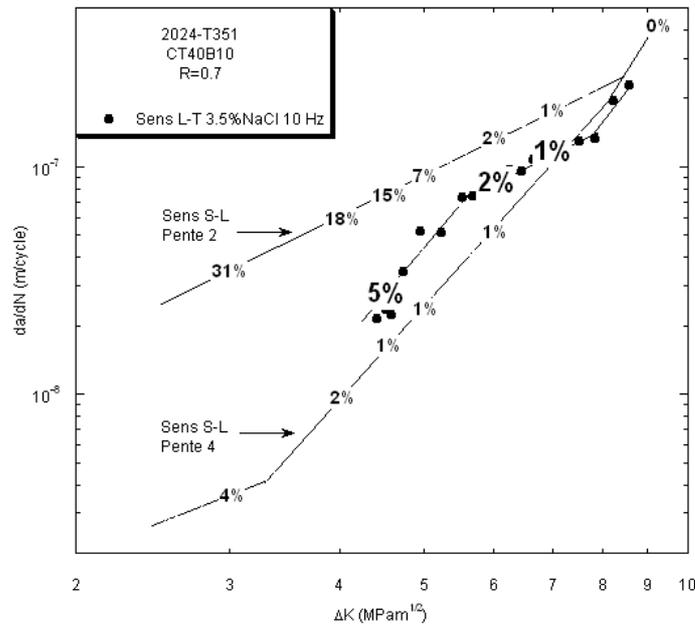


Figure VI-37. Pourcentage de plages lisses dans le sens L-T, 3.5%NaCl R=0.7 sinus 10 Hz.

En second lieu, le chapitre III a montré l'importance de l'orientation des grains sur la fissuration intergranulaire en corrosion sous contrainte. En effet le sens L-T s'est révélé insensible à la fissuration intergranulaire pour des valeurs de K conduisant à une rupture rapide dans le sens S-L. Ce résultat a été attribué à l'orientation des joints de grain qui n'offre pas de chemin favorable à la rupture intergranulaire dans le sens L-T. Par conséquent, la quasi absence de plages lisses dans le sens L-T en fatigue corrosion, associée à l'insensibilité à la fissuration intergranulaire du sens L-T en corrosion sous contrainte, supportent l'hypothèse de nature intergranulaire des plages lisses dans le sens S-L.

VI.4.3.2.7 Influence de l'état métallurgique

D'après la bibliographie (chapitre I), la sensibilité à la fissuration intergranulaire du 2024-T351 provient d'une sensibilité à la corrosion intergranulaire par dissolution anodique des joints de grains. Cette sensibilité est due à des précipités intermétalliques grossiers riches en cuivre qui se forment aux joints de grains et appauvrissent la matrice adjacente. Entre cette zone, les précipités, et la matrice à l'intérieur des grains, une différence de potentiel apparaît, qui rend anodique la matrice proche des joints et, en présence d'un électrolyte, mène à la corrosion intergranulaire. Par ailleurs, un revenu à 190°C pendant environ 12h permet de modifier, par redistribution du cuivre, les potentiels entre la zone appauvrie en cuivre et la matrice au centre des grains [46, 47]. La dissolution n'est plus localisée aux joints de grains mais est répartie dans tout le grain par piqûres. A l'état T8, il n'existe donc plus de chemin continu de dissolution intergranulaire, et de ce fait le matériau perd sa sensibilité à la fissuration intergranulaire. De nombreuses études sur les alliages Al-Cu traités au pic de revenu et sur-revenu confirment la meilleure résistance de cet état à la fissuration intergranulaire par rapport à l'état non revenu [46-50].

En premier lieu, le changement de sensibilité à la corrosion saline, entre l'état T3 et l'état T8, a été confirmé au microscope électronique : la Figure VI-38 montre un défaut typique de corrosion obtenu par une immersion permanente dans 3.5%NaCl pendant 1 semaine pour (a) l'état T3 et (b) l'état T8. Pour l'état T3, la corrosion est principalement localisée sur les joints de grains alors que le reste du matériau demeure sain. Par contre, pour l'état T8, la corrosion est plus homogène, se développant dans les joints de grains et à l'intérieur des grains. De plus, l'attaque aux joints de grain est continue sur de longues distances pour l'état T3 tandis que l'attaque n'est pas continue pour l'état T8.

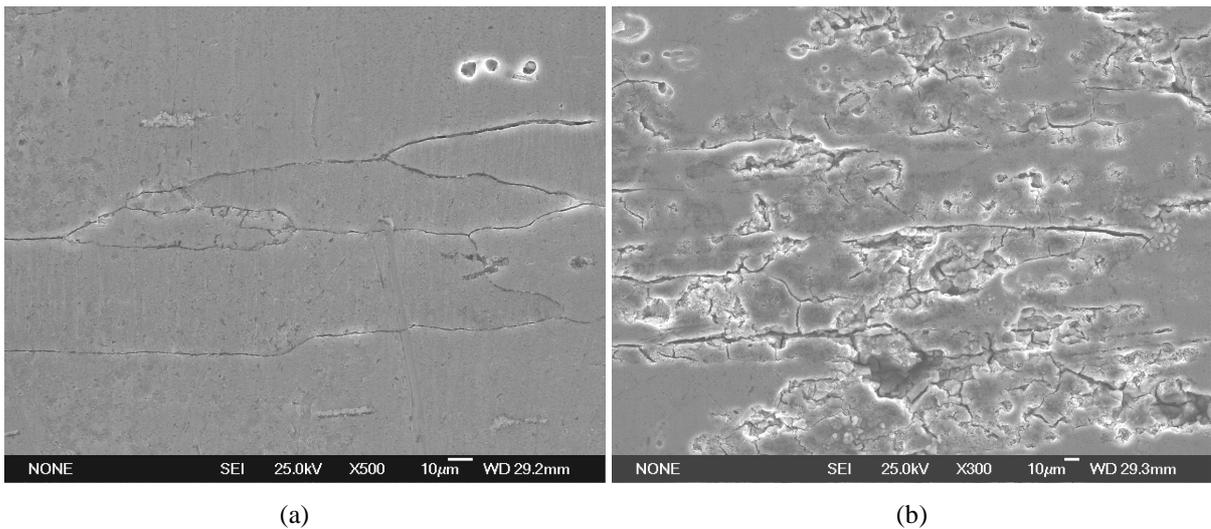


Figure VI-38. Corrosion saline observée au microscope électronique sur (a) état T3 (b) état T8. Immersion en solution saline pendant 1 semaine.

En second lieu, la différence de sensibilité des deux états de revenu à la fissuration intergranulaire en CSC a été vérifiée. Des revenus de 12 et 16h à 190°C, menant à l'état T8, ont été réalisés sur des éprouvettes CT40B10 sens S-L [50-53]. Aucune fissuration n'a été observée en 14 et 25 jours, alors qu'à l'état T3 la rupture d'une éprouvette de même géométrie est obtenue en environ 20 jours pour des mêmes conditions de chargement (Tableau VI-1).

Essai	Préfissure	Milieu	Plage de K parcourue (MPa√m)	Résultat
T3	/	i/e	10.9 à rupture ($K \approx 32$ MPa√m)	da/dt moyenne $\approx 8.1 \times 10^{-9}$ m/s Temps à rupture ≈ 470 h (≈ 19.6 jours)
T3+ 16h à 190°C (T8)			11.2 MPa√m pendant 288h (12 jours) puis 13.9 MPa√m pendant 40h (1.7 jours)	Aucune fissuration en 328h (≈ 13.7 jours)
T3+ 12h à 190°C (T8)	Pas de préfissure puis, après 389h, préfissure de fatigue sous air avec $K_{max}=18$ MPa√m		Voir Figure VI-39	Aucune fissuration en 602h (≈ 25.1 jours)

Tableau VI-1. Paramètres et résultats des essais de corrosion sous contrainte réalisés pour étudier l'influence d'un revenu à 190°C sur la fissuration intergranulaire du 2024-T351 (i/e : immersion-émersion).

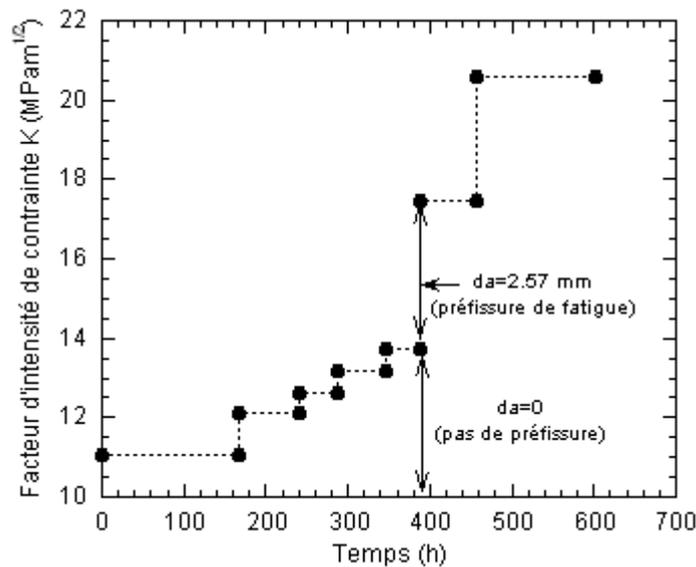


Figure VI-39. Evolution du facteur d'intensité de contraintes K en fonction du temps pour l'essai T3+12h à 190°C. (Aucune avancée de fissure observée).

Ces résultats confirment qu'un revenu de 12h à 190°C rend l'alliage 2024 insensible à la fissuration intergranulaire dans le sens S-L. Il paraît donc légitime de supposer que, si les plages lisses viennent d'une rupture intergranulaire et accompagnent le régime de pente 2, alors en fissuration en solution saline, à haute fréquence, sur l'alliage 2024-T351 vieilli 12h à 190°C, ce régime ne sera pas observé sur les courbes de propagation en fatigue corrosion, et les surfaces de rupture ne présenteront pas de plages lisses. Des essais de propagation ont par conséquent été menés à $R=0.7$, sous air et en solution saline 3.5%NaCl, à l'état T8, à 10 Hz, pour un signal sinusoïdal, afin de vérifier cette hypothèse. Les résultats sont reportés sur la Figure VI-40, et comparés à ceux obtenus pour l'état T3 dans les mêmes conditions d'essai.

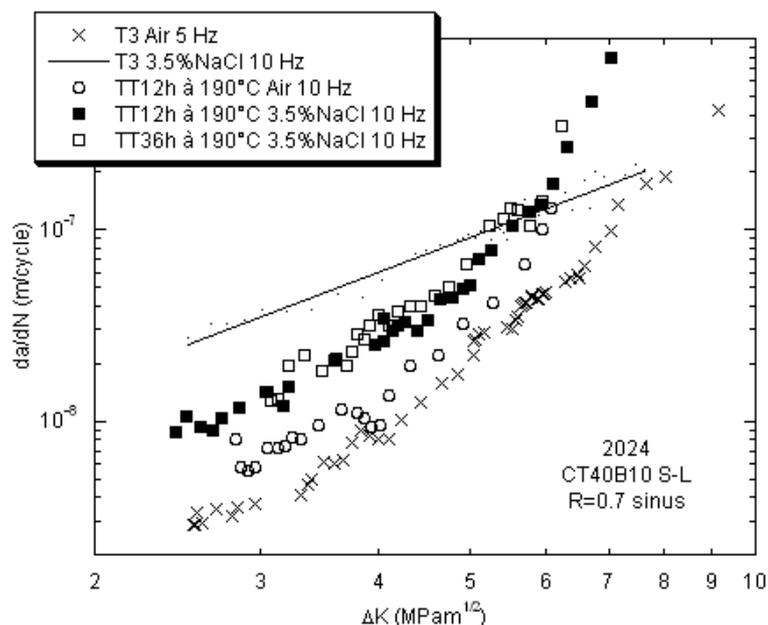


Figure VI-40. Influence de l'état métallurgique sur le comportement en fatigue corrosion du 2024.

Deux résultats apparaissent :

1/ L'immersion en solution saline n'a qu'une faible influence sur la résistance à la propagation de l'état T851. Pour $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, l'immersion en solution saline pour l'état T351 augmente les vitesses d'un ordre de grandeur par rapport à l'air. A l'état T851, cette augmentation n'est que d'un facteur x2 environ.

2/ Le régime de pente 2 observé pour l'état sous revenu disparaît après le revenu à 190°C. Dans l'état sur revenu, la courbe $da/dN-\Delta K$ suit une droite de pente 4 dans le domaine de Paris, comme sous air.

Le résultat attendu est bien sûr la disparition du régime de pente 2. Pour analyser cette la disparition de ce régime, les surfaces de rupture sous air et en solution saline sont présentées en Figure VI-41 et directement comparées aux surfaces de l'état T351. Aucune différence fondamentale n'est à noter entre les deux environnements : la rupture est de type transgranulaire par pseudo-clivage et formation de cupules. Cependant, en solution saline, moins de plages lisses se forment pour l'état T851 que pour l'état T351 (Figure VI-41c-d et Figure VI-42). La dispersion des mesures est indiquée en Figure VI-42b.

Finalement, la résistance à la corrosion sous contrainte de l'état sur-revenu, liée à l'absence de régime de pente 2 et de plages lisses en fatigue corrosion à haute fréquence supportent l'hypothèse que ces plages sont typiques d'une rupture intergranulaire.

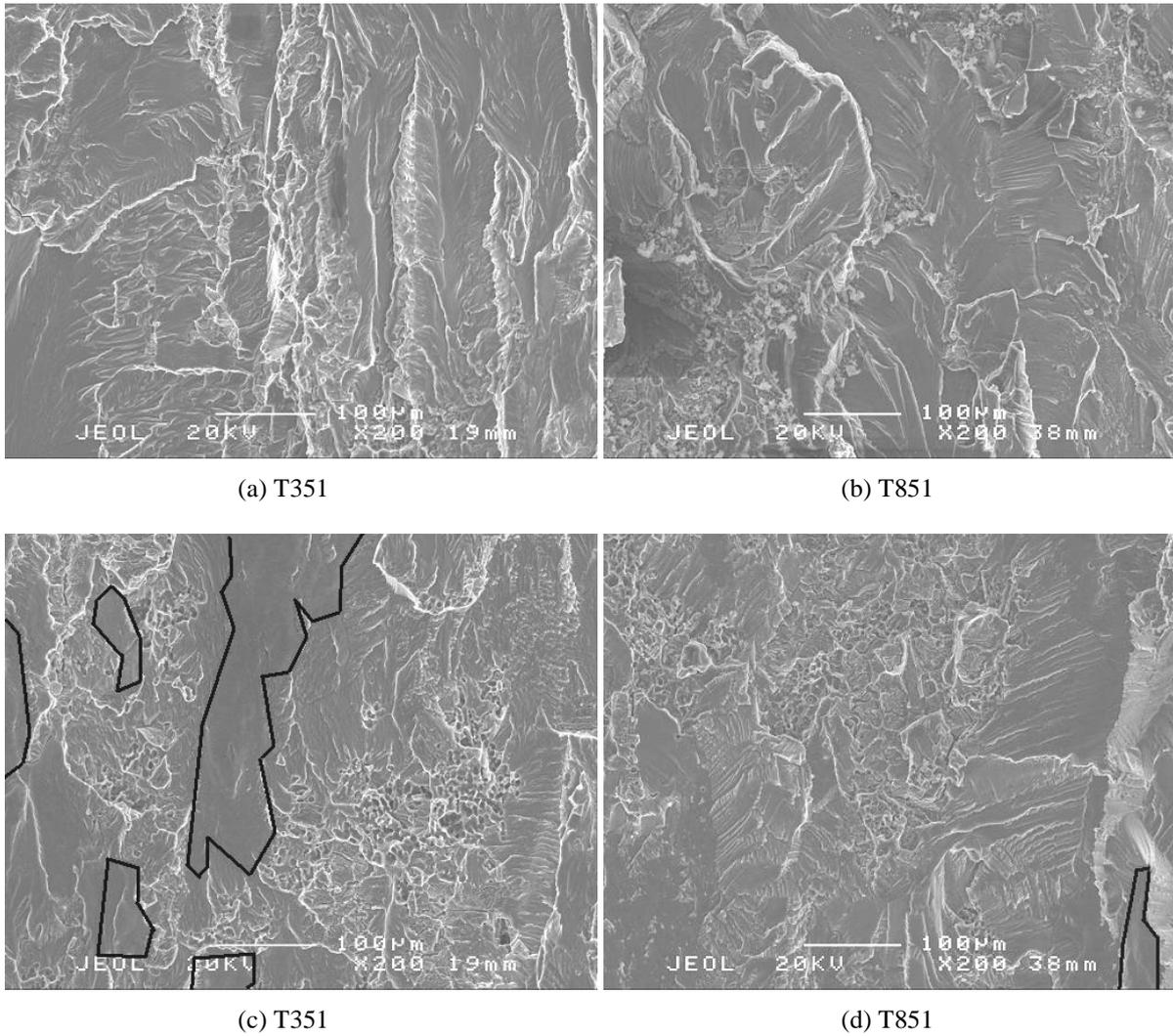


Figure VI-41. Influence de l'état métallurgique. Surfaces de rupture en fatigue et fatigue corrosion. $\Delta K=4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. (a)-(b) air (c)-(d) 3.5%NaCl. Formes noires : plages lisses.

conduit sur une éprouvette d'épaisseur 4 mm, où la part de contraintes planes est plus importante, dans le sens S-L en solution saline, à $R=0.7$ et à une fréquence de 10 Hz. Les vitesses de propagation obtenues sont identiques à celles mesurées sur les éprouvettes d'épaisseur 10 mm (Figure VI-43).

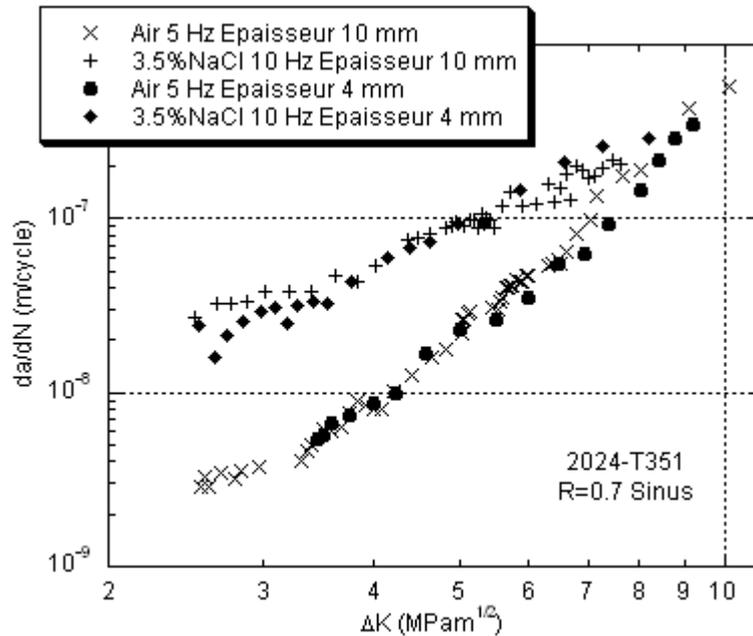


Figure VI-43. Influence de l'épaisseur dans le sens S-L $R=0.7$ 10 Hz signal sinus.

Sur la Figure VI-44, la quantité de plages lisses pour l'éprouvette d'épaisseur 4 mm est indiquée sur la cartographie du pourcentage de plages pour les éprouvettes d'épaisseur 10 mm. Les pourcentages pour $B=10$ mm et $B=4$ mm sont proches, comme le sont les vitesses de fissuration. Par conséquent le comportement en fatigue corrosion n'est pas modifié par l'état de contraintes lorsque l'épaisseur est dans la gamme [4 ; 10 mm].

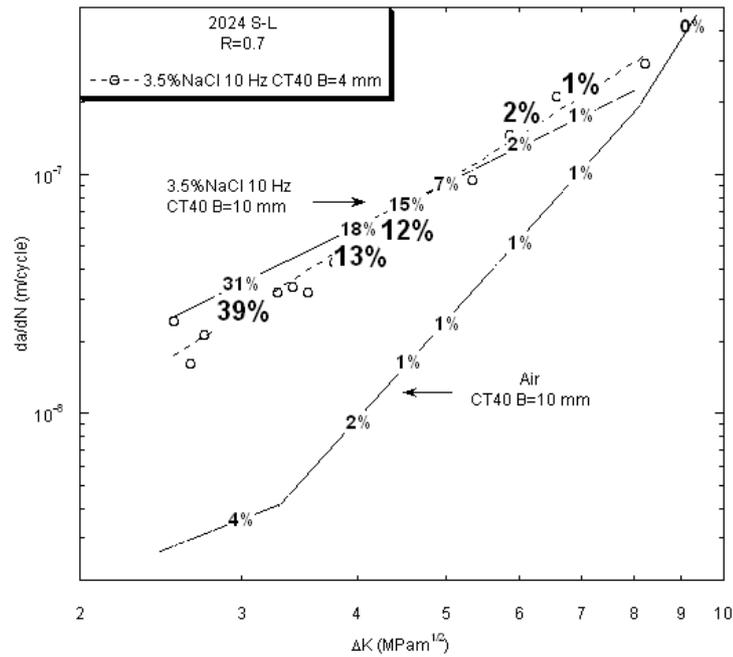


Figure VI-44. Pourcentage de plages lisses pour l'éprouvette CT40B4 testée en fatigue corrosion.

VI.4.3.4 Conditions chimiques et électrochimiques dans la fissure

VI.4.3.4.1 Présence d'ions chlorure

Dans le chapitre V on a vu que les ions chlorure sont indispensables pour déclencher le régime de pente 2 en solution saline aux hautes fréquences. Par conséquent, la présence de ces ions est une condition nécessaire à l'activation du ou des mécanismes qui gouvernent le régime de pente 2, et très probablement du ou des mécanismes responsables de l'accélération de la propagation dans le régime de pente 4 aux faibles fréquences. On a vu dans la bibliographie que ces ions chlorure ralentissent les cinétiques de passivation par compétition avec les molécules d'eau et favorisent la dissolution anodique. L'accélération de la propagation et l'effet de fréquence observé en solution saline ne peuvent donc s'expliquer que par ces différents mécanismes.

VI.4.3.4.2 Mesure du potentiel électrochimique de l'éprouvette

Afin d'examiner les conditions électrochimiques lors de la fissuration en solution saline dans les deux régimes de propagation (hautes et basses fréquences), le potentiel E de l'éprouvette a été mesuré à l'aide d'une Electrode au Calomel Saturé (ECS), lors d'un essai en solution saline à 0.1 Hz et à 10 Hz, les autres paramètres de l'essai étant identiques entre ces deux essais (milieu, R, amplitude de chargement, signal, préfissure sous air). Le dispositif est décrit dans le chapitre II. Les mesures de E pendant les essais sont données en Figure VI-45.

Pendant l'essai à 10 Hz la longueur de fissure n'a pas été mesurée optiquement pour ne pas perturber les conditions électrochimiques. La longueur de fissure a/w est donc déterminée en fonction

du nombre de cycles à l'aide des vitesses classiques de fissuration à 10 Hz en solution saline (vitesses du régime de pente 2). Pour l'essai à 0.1 Hz, quelques mesures de longueur de fissure ont été faites et la longueur de fissure relative a/w en fonction du nombre de cycles a été corrélée grâce à ces mesures pour chaque point de mesure du potentiel. Le nombre de cycles appliqués lors de cet essai n'est pas suffisant pour que la fissure parcoure plus d'1 mm donc le régime permanent de propagation à 0.1 Hz n'a pas été atteint. Cependant on observe que le potentiel chute au fur et à mesure que la longueur de fissure augmente. La mesure de ce potentiel est en réalité une mesure sur « fissure courte » mais elle illustre tout de même une chute de E à 0.1 Hz qui n'est pas observée pour 10 Hz.

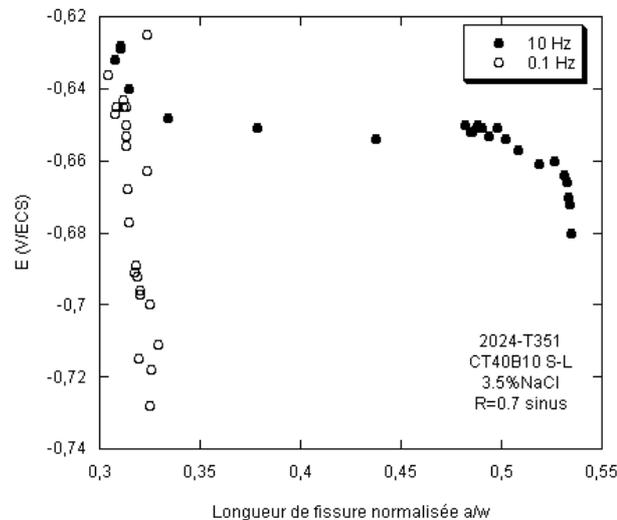


Figure VI-45. Potentiel E mesuré en fatigue corrosion pour 10 et 0.1 Hz. Temps d'essai à 10 Hz : environ 2h30. Temps d'essai à 0.1 Hz : environ 3 jours.

Lorsque l'on compare le potentiel d'un essai à 10 Hz et d'un essai à 0.1 Hz en fonction du nombre de cycles ou de la longueur de fissure, on fait une hypothèse très forte, à savoir que les conditions électrochimiques ne dépendent pas du temps passé en immersion mais ne dépendent que du chargement mécanique, de la longueur de fissure et de la vitesse de propagation. En effet, l'essai à 0.1 Hz a duré environ 3 jours alors que l'essai à 10 Hz a été mené à rupture en environ 2h30.

Afin de vérifier le résultat obtenu sur la Figure VI-45 et étudier l'influence du temps d'immersion, un essai a été réalisé avec alternances de propagation à 10 Hz et à 0.1 Hz. Les résultats sont donnés en Figure VI-46. La tendance des deux essais précédents est confirmée : lors de la propagation à 0.1 Hz, le potentiel chute vers des niveaux plus bas que pour la propagation à 10 Hz.

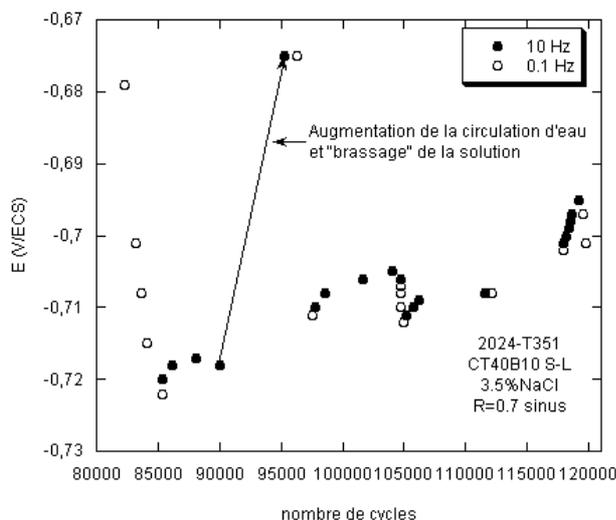


Figure VI-46. Mesure de potentiel sur essai de fatigue corrosion avec alternance de la fréquence 10-0.1 Hz.

D'après la courbe de la Figure VI-47 (Travaux de Guillaumin et Mankowski [54]), lorsque le potentiel diminue, le courant de dissolution diminue également, entre -400 et -720 mV/SCE. Ensuite le courant augmente puis un palier apparaît. D'après cette courbe et nos valeurs de potentiel, on peut conclure que, lors de la propagation à 10 Hz, le courant de dissolution est supérieur au courant obtenu lorsque la fréquence de chargement est de 0.1 Hz. Cependant la courbe de la Figure VI-47 a été obtenue sur un matériau non soumis à une contrainte, donc la comparaison est délicate.

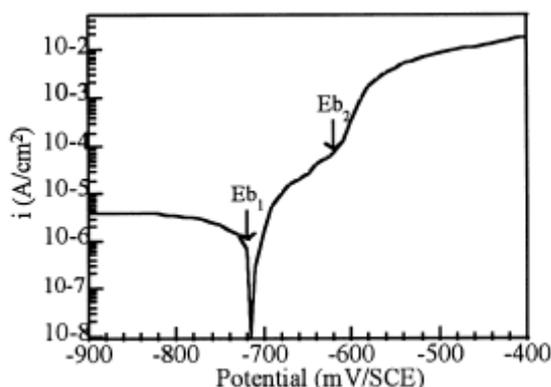


Figure VI-47. Travaux de Guillaumin et Mankowski (1999). Courbe de polarisation du 2024-T351 dans 1M NaCl, sur matériau sans chargement mécanique.

Une analyse des résultats expérimentaux vient d'être réalisée : aucun effet de l'état de contrainte n'a été détecté, le régime de pente 2 est accompagné d'une rupture intergranulaire, et les ions chlorure et le potentiel électrochimique suggèrent la passivation du matériau couplée à la dissolution anodique. Un état de l'art va maintenant être dressé sur les études rapportant le même effet de fréquence. Le but de cet état de l'art est de dégager des hypothèses déjà avancées sur les mécanismes de fatigue

corrosion et sur les phénomènes expliquant cet effet de fréquence. Ces hypothèses seront alors discutées et confrontées à l'analyse des résultats expérimentaux.

VI.4.4 Bibliographie sur l'influence de la fréquence en fatigue corrosion

Plusieurs auteurs rapportent un effet de fréquence négatif en solution saline, notamment sur les alliages d'aluminium 2024-T351, 6013-T6 et 7475 [32-36, 55], sur un alliage Al-7%Mg [30], sur l'alliage Al-Li-Cu 2090 [11, 37], sur un alliage Al-Zn-Mg pour des chargement proches du seuil [56], ainsi que sur des aciers [57] et des alliages de titane [58] pour des domaines particuliers de ΔK .

Trockels, Lütjering et Gysler [32, 33] étudient les alliages 2024-T351 sens T-L, 6013-T6 sens T-L et 7475 sens L-T en solution saline à 3.5%NaCl (avec ajout d'inhibiteurs de corrosion 0.3% $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ + 0.2% Na_2CrO_4), à $R=0.1$, pour les fréquences 20, 1 et 0.1 Hz. Les données pour le 2024-T351 sont comparées avec nos essais en Figure VI-48a. Notons que les vitesses de fissuration que nous mesurons sont plus élevées, ce qui paraît cohérent avec le fait que les auteurs utilisent des inhibiteurs de corrosion. Sur les 3 alliages les auteurs observent que la propagation accélère lorsque la fréquence passe de 20 à 1 Hz. De 1 à 0,1 Hz, la propagation diminue fortement et peut même descendre à des vitesses inférieures à celles mesurées à 20 Hz. Dans tous les cas la rupture reste transgranulaire (Figure VI-48b-c). Selon les auteurs, pour les fréquences 1 et 20 Hz les surfaces sont plates et d'apparence fragile. Pour les éprouvettes testées à 0,1 Hz, les surfaces montrent un aspect plus ductile. Sous vide les auteurs observent des aspects qu'ils considèrent ductiles, similaires à ceux de fatigue corrosion à 0,1 Hz. Par leurs observations des surfaces de rupture et des résultats d'essais sous chargements à amplitude variable, les auteurs supposent qu'entre 20 et 1 Hz la fissuration est plus rapide car l'hydrogène a plus de temps à chaque cycle pour pénétrer et diffuser dans la zone plastique, ce qui expliquerait l'apparence fragile des surfaces de rupture. Entre 1 et 0,1 Hz, ils suggèrent que la fissuration ralentit car il y a passivation de la pointe de fissure, ce qui empêche l'accès de l'hydrogène. Notons également que les auteurs ont mesuré la fermeture de fissure sur chaque alliage et observent des degrés de fermeture faibles et indépendants de la fréquence.

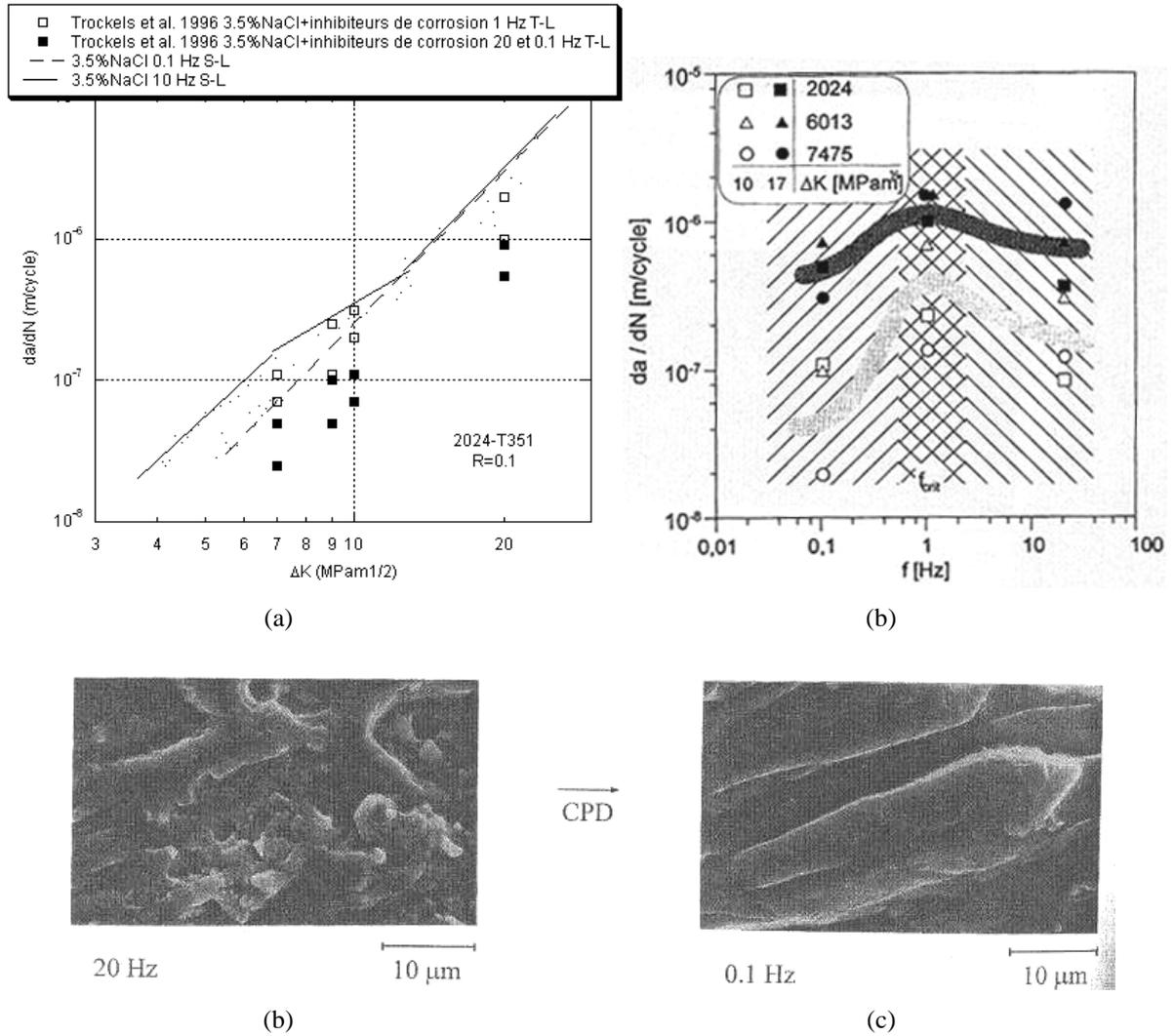


Figure VI-48. Travaux de Trockels, Lütjering et Gysler [32, 33] (a) Vitesses de propagation à 0.1, 1 et 20 Hz en solution saline pour l'alliage 2024-T351. $R=0.1$ (b)-(c) Surfaces de rupture à $\Delta K=10.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. $R=0.1$.

Nocke, Haase *et al.* [34-36] obtiennent des résultats similaires à ceux de Trockels *et al.* dans le cas de l'alliage 6013-T6 dans le sens T-L. Ces auteurs ont conduit des essais sous air, eau distillée et solution à 3,5% NaCl, à $R=0,1$ pour des fréquences allant de 40 mHz à 40 Hz (Figure VI-49a). Dans l'eau distillée ils n'observent pas de variation des vitesses de propagation par rapport à l'air, ce qui est en accord avec les résultats expérimentaux de la présente étude. L'effet de fatigue corrosion observé dépend également du pH de la solution, un milieu acide accélérant la propagation (Figure VI-49b). Les auteurs ont en outre effectué des mesures de dureté, de quantité d'hydrogène et de longueur de fissures secondaires en pointe de fissure. Tous ces paramètres présentent la même dépendance envers la fréquence que les vitesses de propagation (Figure VI-49c-d-e). Entre 20 et 1 Hz elles augmentent, puis diminuent lorsque la fréquence passe de 1 à 40 mHz. Les auteurs suggèrent un mécanisme de fragilisation par l'hydrogène créé lors de la réaction cathodique qui accompagne la dissolution anodique du matériau au niveau des fissures secondaires. Ceci expliquerait l'augmentation des vitesses

de propagation entre 20 et 1 Hz car le temps alloué à la dissolution anodique, à la production d'hydrogène et à la pénétration de l'hydrogène dans le matériau augmente. Pour rendre compte de la diminution observée des vitesses entre 1 et 40 mHz, ils avancent la formation d'un film passif en pointe de fissure qui empêcherait la pénétration de l'hydrogène dans le métal.

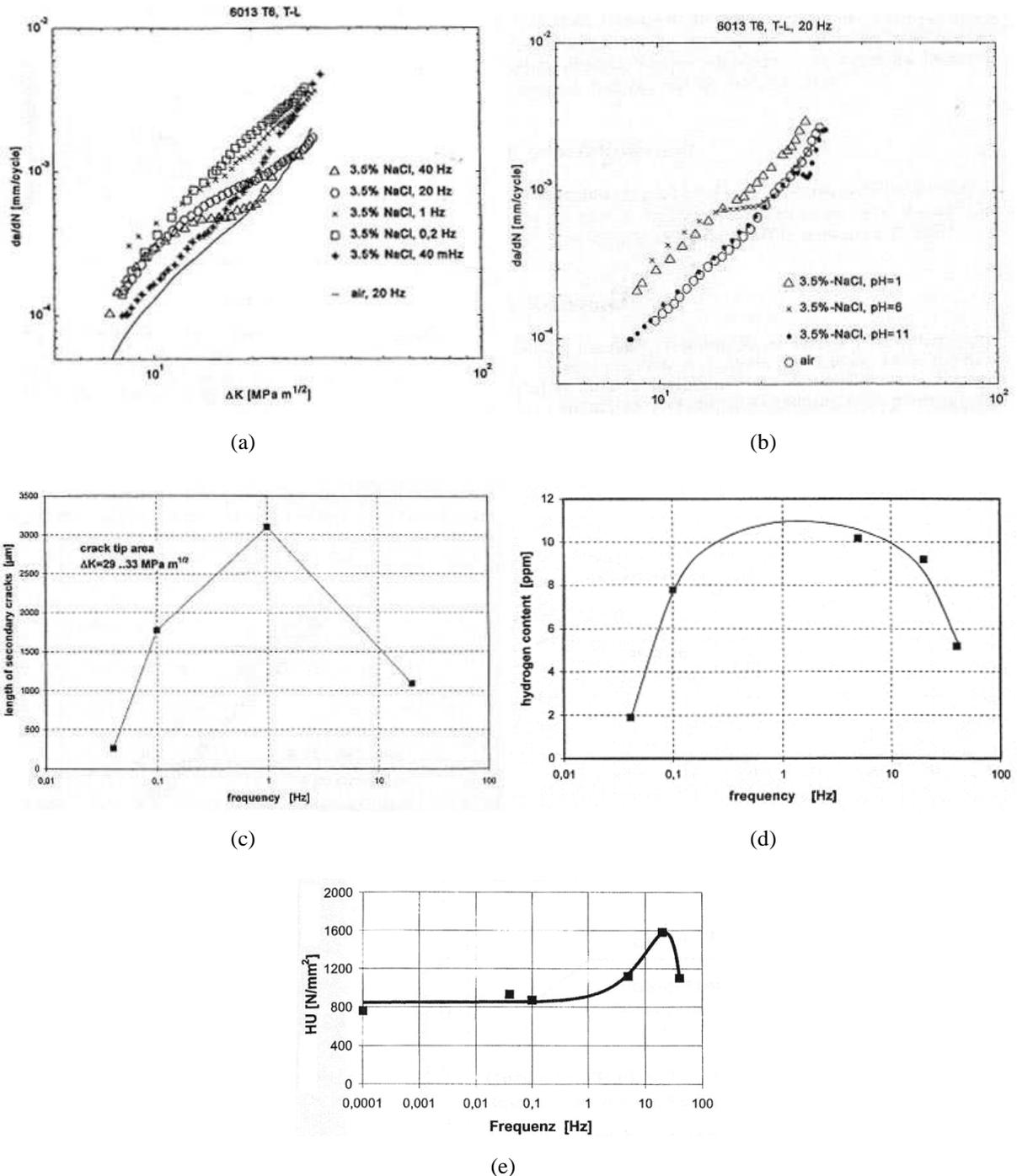


Figure VI-49. Travaux de Nocke, Haase et al. [34-36] sur le 6013-T6 T-L en solution saline 3.5%NaCl (a) da/dN pour différentes fréquences (b) influence du pH sur da/dN (c) longueur de fissures secondaires en fonction de la fréquence $\Delta K=30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (d) quantité d'hydrogène en pointe de fissure en fonction de la fréquence $\Delta K=30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (e) dureté en pointe de fissure en fonction de la fréquence $\Delta K=30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Piasek et Gangloff [11, 37, 59] observent, sur l'alliage 2090 traité au pic de revenu, dans le sens L-T, à $\Delta K=9.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $R=0.1$, un ralentissement de la propagation lorsque la fréquence passe de 5 à 0.1 Hz (Figure VI-50a). Par contre ils ne mesurent pas de variation importante de la vitesse, à ΔK constant ($\Delta K=2.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) et $R=0.8$, entre 0.07 et 20 Hz (Figure VI-50a). Ces résultats sont en

accord avec nos observations pour le sens L-T. Les auteurs observent également un régime de pente 2 pour $da/dN-\Delta K$, pour le milieu NaCl sous polarisation cathodique et vapeur d'eau. Les auteurs constatent de plus faibles vitesses lors de l'ajout de Li_2CO_3 (Figure VI-50b) et supposent que les ions Lithium Li permettent la formation d'un film protecteur stable même en présence d'ions chlorure [60]. Les auteurs notent également une diminution des vitesses de propagation lors d'un essai sous protection cathodique (Figure VI-50b). Sur la base de ces trois arguments (effet de fréquence, ajout de Li_2CO_3 et protection cathodique) et d'essais menés sous air, vapeur d'eau, hélium et oxygène, les auteurs supposent que la fissuration en solution saline du 2090 est gouvernée par une compétition entre la formation d'un film d'oxyde protecteur face à la dissolution anodique et la pénétration de l'hydrogène, et la production d'hydrogène qui accélère la fissuration.

Les auteurs établissent une cartographie des surfaces de rupture en fonction du chargement mécanique et de l'environnement pour ce même alliage (Figure VI-50c). Ils retrouvent, comme dans l'étude présentée ici, des surfaces rugueuses pour les environnements contenant de l'hydrogène, et identifient ces surfaces comme la rupture de sous joints de grains. Ces surfaces sont similaires aux surfaces « rugueuses » que nous avons observées mais que nous n'avons pas pu compter de façon quantitative. Ces auteurs suggèrent que ces surfaces pourraient être typiques des hautes vitesses de fissuration et dues à la fragilisation par l'hydrogène.

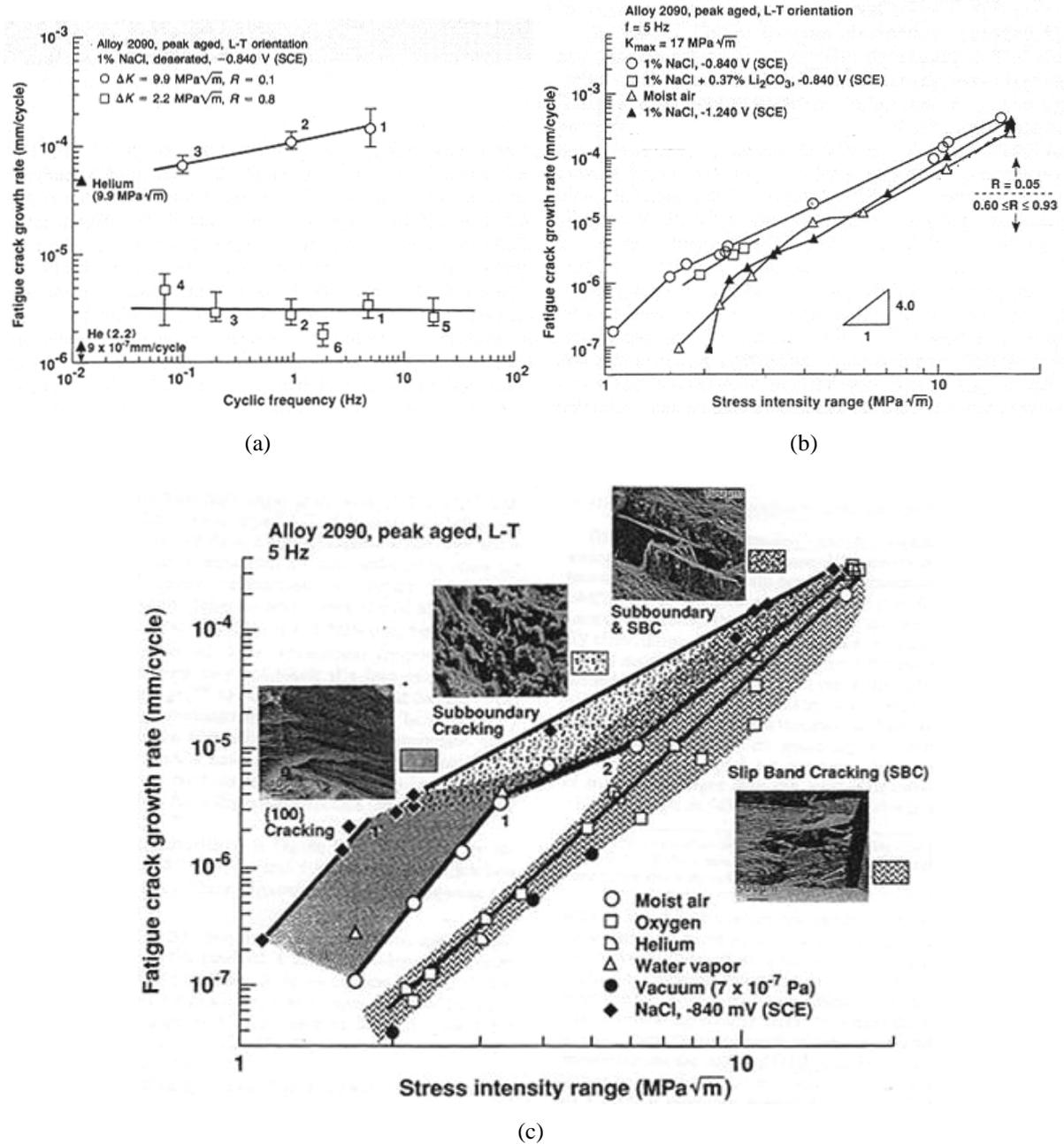


Figure VI-50. Travaux de Piascik et Gangloff [11, 59] sur l'alliage 2090 sens L-T (a) Effet de fréquence négatif (b) Influence de l'ajout de Li_2CO_3 et de la protection cathodique sur les vitesses de propagation (c) cartographie des surfaces de rupture en fonction du chargement et de l'environnement.

Sur un alliage d'aluminium Al-7%Mg à l'état H36, à R=0, dans des solutions contenant des ions chlorure ou sulfate Na₂SO₄, à différents potentiels, pour un intervalle de fréquence compris entre 33.3 à 3.4 Hz, Ford [30] observe une diminution des vitesses de propagation lorsque la fréquence diminue (Figure VI-51a). Il suppose également que la propagation peut être décrite par superposition de la fatigue intrinsèque et d'une contribution da/dt due à l'environnement (Figure VI-51b). En se basant sur l'influence du potentiel, de la température, de la fréquence et de la concentration en anions agressifs, il suggère que le terme environnemental est dû à la dissolution anodique et le quantifie à l'aide d'un modèle basé sur la dissolution. Les vitesses de propagation seraient ainsi contrôlées par une compétition entre la formation d'un film passif et la dissolution anodique (Équation VI-1). Plus précisément, pour certains potentiels et aux fortes valeurs de K, la pointe ne se passiverait pas et la contribution environnementale sur l'avancée de fissure totale serait proportionnelle au courant de dissolution anodique. Pour des potentiels plus nobles et de plus faibles chargements mécaniques, ce terme serait gouverné par la croissance du film d'oxyde (Figure VI-51c). La fréquence contrôlerait alors le temps entre chaque rupture de ce film, c'est-à-dire le temps t* sur la Figure VI-51d et dans l'Équation VI-1.

$$\frac{da}{dt} = \frac{M \cdot i_a}{Z \cdot \beta \cdot F \cdot \rho \cdot t^*} (1 - \exp(-\beta \cdot t^*))$$

Équation VI-1. Vitesse de propagation due à la dissolution anodique basée sur la loi de Faraday d'après le modèle de dissolution de Ford [30].

Avec M=26.98 masse atomique de l'aluminium, ρ=2.7 densité de l'aluminium, Z=3 charge du cation Al³⁺, F=96500 Coulombs/g constante de Faraday, da/dt en cm/s, β paramètre quantifiant la cinétique de passivation et t* périodicité de rupture de l'oxyde.

Il convient de souligner que dans l'étude de Ford le rôle supposé primordial de la dissolution anodique n'est pas étayé par des observations micrographiques.

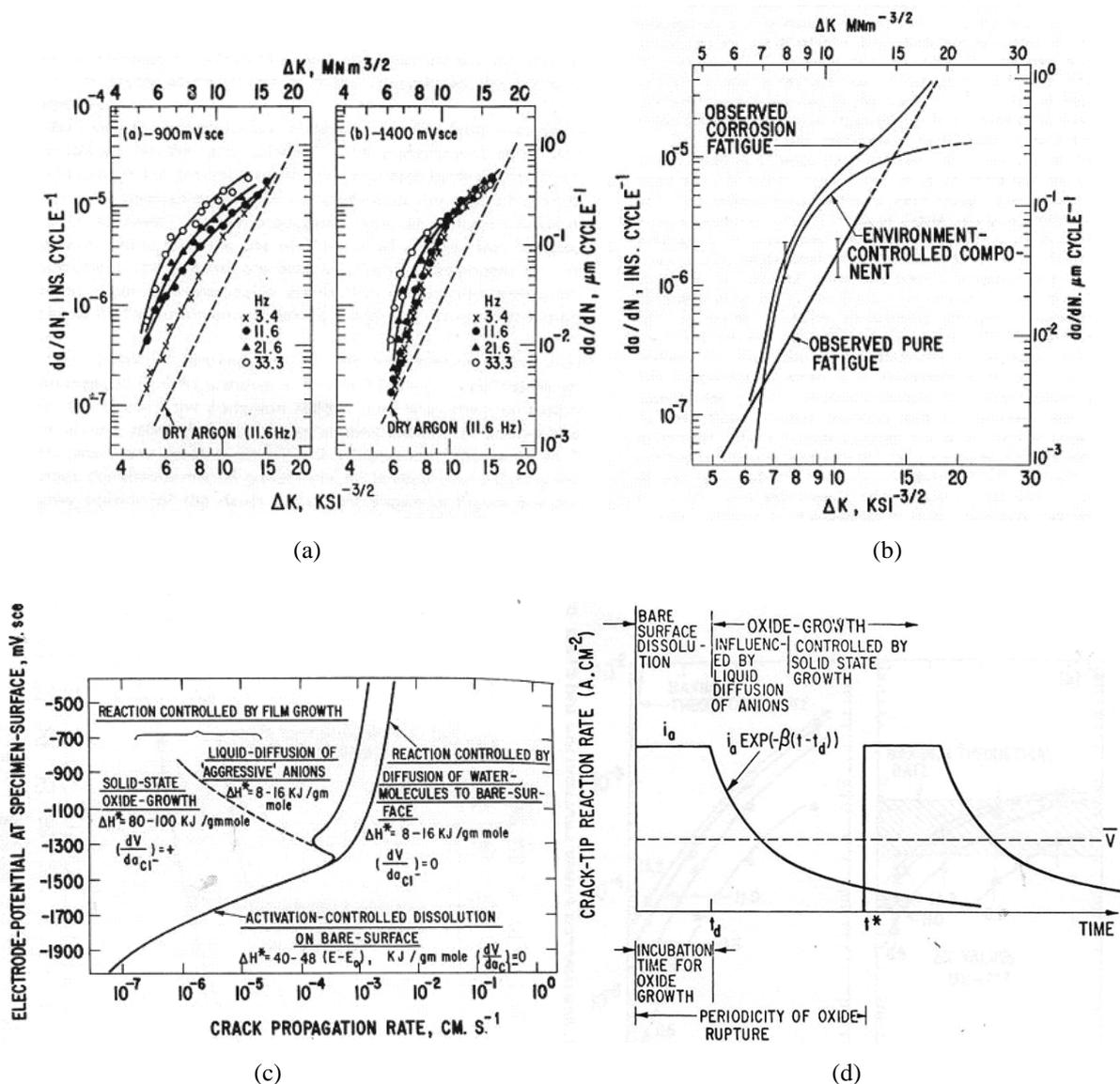


Figure VI-51. Travaux de Ford sur un alliage Al-7%Mg [30]. (a) influence de la fréquence en solution Na₂SO₄, pH 2.0, 20°C, pour différents potentiels E. (b) décomposition de la vitesse totale en un terme de fatigue pure et un terme environnemental. (c) influence du potentiel sur les mécanismes gouvernant le terme environnemental de da/dN . (d) influence de la passivation et de la périodicité de rupture du film passif sur la vitesse de réaction anodique.

Chun *et al.* [56] observent, en solution saline, sur un alliage Al-Zn-Mg (série 7XXX) dans le sens T-L, un effet de fréquence « négatif » aux faibles ΔK , à R=0.1 et R=0.5, pour des fréquences comprises entre 0.5 et 10 Hz. En dessous d'un certain ΔK (ΔK_{tr}), l'effet de fréquence est « négatif ». Il redevient « positif » lorsque ΔK est supérieur à ΔK_{tr} . Selon les auteurs, cette valeur ΔK_{tr} correspond au début de la fermeture de fissure assistée par les débris de corrosion. Au dessus de cette valeur, il n'y a plus de fermeture de fissure et l'effet de fréquence redevient « positif » : les vitesses augmentent lorsque la fréquence diminue.

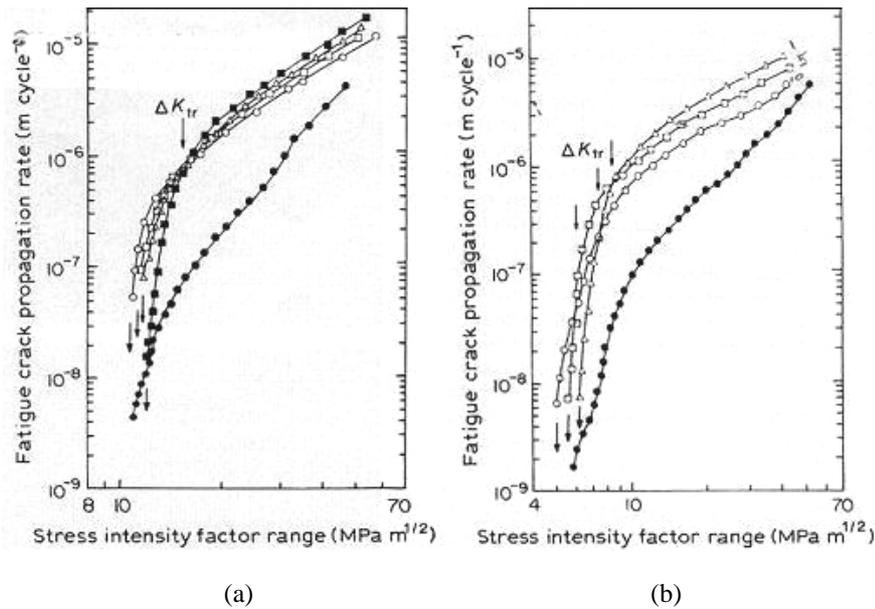


Figure VI-52. Travaux de Chun et al. [56]. Influence de la fréquence sur un alliage Al-Zn-Mg sens TL en solution saline (a) R=0.1 (b) R=0.5.

Atkinson et Lindley [57], sur un acier inoxydable martensitique et sur un acier faiblement allié, en eau distillée et en solution saline à 3% NaCl, pour des chargements inférieurs à $K_{\max} < K_{ISCC}$, observent un effet de fréquence complexe autour d'une fréquence critique f_{crit} (Figure VI-53). Pour $f > f_{crit}$, les vitesses de fissuration augmentent lorsque la fréquence diminue (domaine A). Pour $f < f_{crit}$, les vitesses de fissuration diminuent lorsque la fréquence diminue (domaine B). En faisant varier la forme du signal, les auteurs démontrent que le temps de montée gouverne ces tendances et que le temps d'immersion a peu d'influence. Nous avons une influence identique pour le temps de montée et le temps d'immersion. Par ailleurs, les essais en eau distillée et en solution saline donnent les mêmes vitesses de fissuration, ce qui n'est pas en accord avec ce que nous observons sur le 2024-T351. Dans le domaine où $f < f_{crit}$, Atkinson et Lindley discutent trois hypothèses pour expliquer la diminution des vitesses avec la fréquence. Ces trois hypothèses sont la formation d'un film passif, l'émoussement de la fissure et la fermeture de fissure due aux produits de corrosion. Les auteurs réfutent la dernière hypothèse car leurs valeurs de ΔK sont trop élevées pour que ce processus puisse avoir des effets significatifs. Les auteurs privilégient la formation d'un film passif, dont la cinétique de rupture/repassivation dépend de la vitesse de déformation macroscopique $\dot{\epsilon}$. Pour $f > f_{crit}$, les auteurs discutent leurs résultats selon deux mécanismes : la dissolution de la pointe de fissure et la fragilisation par l'hydrogène, mais ne tranchent pas en faveur de l'un ou l'autre de ces mécanismes. Ils suggèrent même que la domination de l'un ou l'autre puisse dépendre du potentiel appliqué à l'éprouvette.

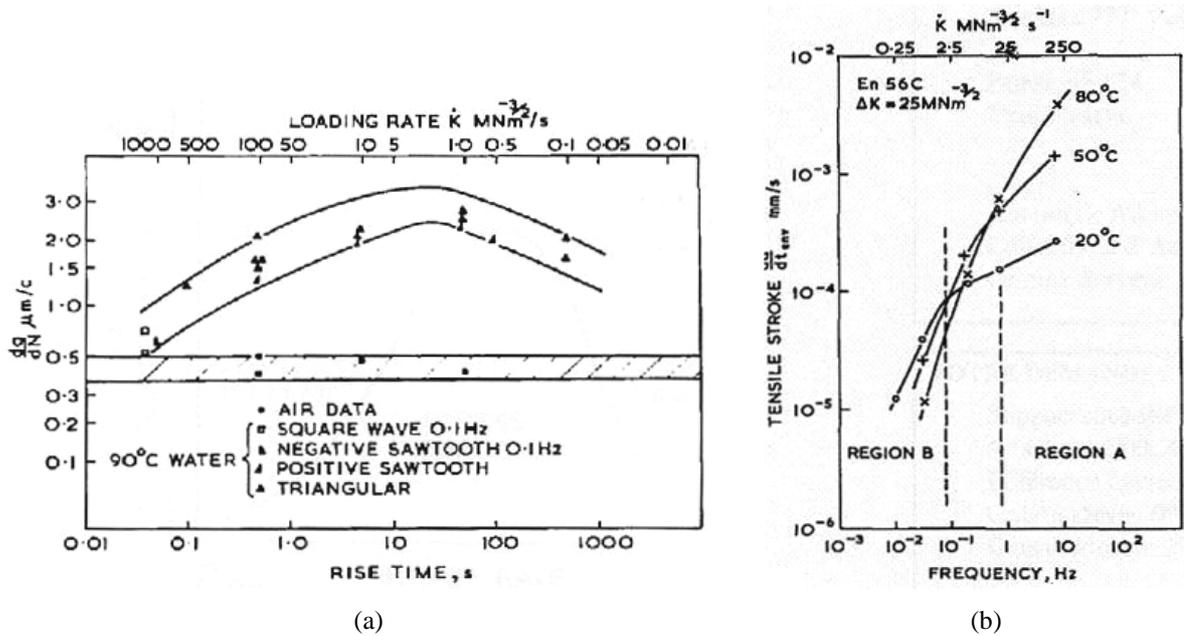


Figure VI-53. Travaux de Atkinson et Lindley [57] sur un acier inoxydable martensitique et un acier faiblement allié, pour $K_{\text{max}} < K_{\text{ISCC}}$. (a) influence du temps de montée sur la fissuration l'acier A533B-1. $\Delta K = 50 \text{ MNm}^{-3/2}$ (b) influence de la fréquence sur la contribution environnementale da/dt_{env} des vitesses de fatigue da/dN_{total} .

Dawson et Pelloux [58] ont caractérisé le comportement en fatigue corrosion des alliages de titane Ti-6Al-6V-2Sn et Ti-6Al-4V, à $R=0.1$, dans l'eau distillée et l'eau distillée avec ajout d'anions (NaCl, LiCl...etc.), pour des chargements sinus, carré et dents de scie positives (long temps de montée), pour différentes fréquences. Pour $K_{\text{max}} < K_{\text{ISCC}}$ ils observent un effet de fréquence « négatif » illustré en Figure VI-54. Les auteurs supposent une compétition entre la passivation et la corrosion sous contrainte pour rendre compte de cet effet. Ainsi à hautes fréquences (courts temps de montée), le film passif n'a pas le temps de se former et la corrosion sous contrainte par dissolution anodique et/ou fragilisation par l'hydrogène intervient même pour des chargements inférieurs à K_{ISCC} . Aux basses fréquences, la passivation inhibe ces mécanismes. Les auteurs considèrent alors une valeur seuil ΔK_{SCC} , au dessus de laquelle la passivation ne peut plus empêcher la rupture par corrosion sous contrainte du matériau, et où on retrouve donc un effet de fréquence « positif ».

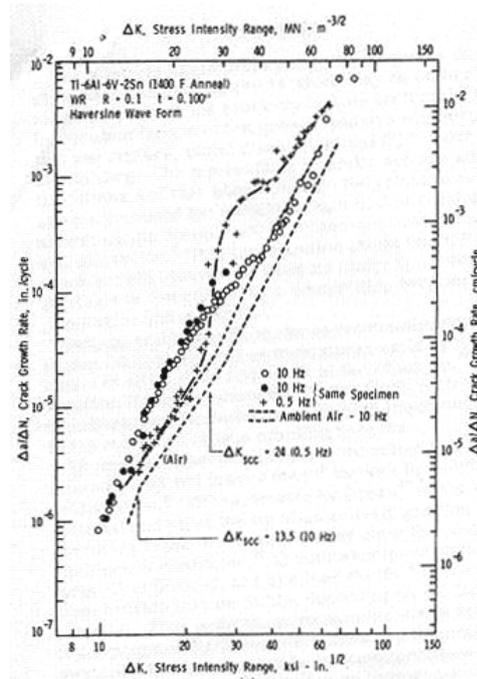
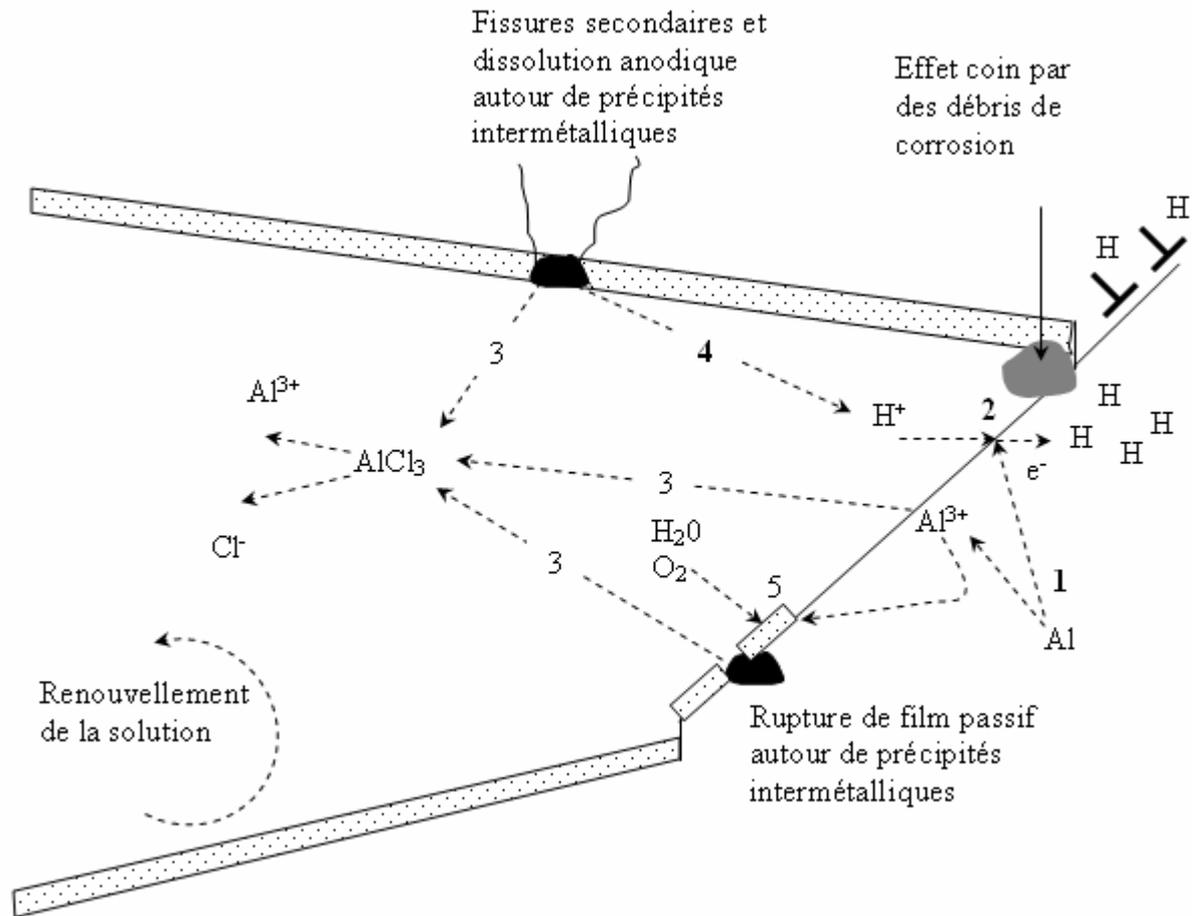


Figure VI-54. Travaux de Dawson et Pelloux sur le Ti-6Al-6V-2Sn en solution 0.6M NaCl [58]. Vitesses de propagation en fonction de la fréquence de chargement. Signal sinusoïdal. R=0.1.

La Figure VI-55 résume les différents mécanismes et paramètres importants considérés dans la littérature. Ce schéma ne reprend pas de façon exhaustive l'ensemble des interactions chimiques et électrochimiques en pointe de fissure et est par conséquent très simplifié. Toutefois il reprend les éléments des études présentées précédemment : la réaction anodique (1) favorisée par les ions chlorure (3), la réduction de l'hydrogène (2), son passage dans le matériau et son transport par les dislocations, la production d'hydrogène due à la dissolution anodique (4), la création d'un film passif d'hydroxyde d'aluminium (5), le renouvellement de la solution, les précipités intermétalliques qui favorisent la rupture du film passif et créent des fissures secondaires, et la fermeture due aux débris de corrosion. Cette figure servira de support pour l'analyse des résultats expérimentaux.



- 1 Réaction anodique $\text{Al} \rightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{e}^-$
- 2 Réduction de H^+ : $\text{H}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{H}_{\text{ad}}$
- 3 Dissolution assistée par les ions chlorure : $\text{Al}^{3+} + 3\text{Cl}^- \rightarrow \text{AlCl}_3$
- 4 Dissolution en milieu acide : $\text{Al} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_2^+ + 2\text{H}^+ + 3\text{e}^-$
- 5 Passivation : $4\text{Al} + 6\text{H}_2\text{O} + 3\text{O}_2 \rightarrow 4\text{Al}(\text{OH})_3$
- 6 Réaction cathodique en solution aérée acide $2\text{H}^+ + 1/2 \text{O}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$

Figure VI-55. Schéma basé sur les résultats et hypothèses de la littérature [11, 30, 32-37, 56-58].

VI.4.5 Discussion des mécanismes de fissuration en fatigue corrosion

Nous reprenons ici les questions soulevées lors de la synthèse des résultats expérimentaux (p239) et tentons d'y répondre en confrontant les données de la littérature à l'analyse des résultats expérimentaux.

VI.4.5.1.1 Mécanisme gouvernant l'effet de fréquence « négatif »

L'émoussement de la fissure n'a pas été reporté dans la littérature pour expliquer un effet de fréquence négatif, mais il pourrait être responsable de la diminution des vitesses aux faibles fréquences. Les ions chlorure favoriseraient la dissolution anodique du matériau, émoussement la

fissure, ce qui diminuerait l'intensité de la contrainte maximale en pointe de fissure et par conséquent les vitesses de propagation diminueraient également.

L'ensemble des mécanismes directement ou indirectement dépendant du temps total d'immersion (émoussement, fermeture de fissure, écrantage de la fissure par formation de fissures secondaires intergranulaires...etc.) ne peuvent pas expliquer l'influence de la forme du signal mise en évidence dans cette étude, car on a vu que le temps d'immersion sur un cycle n'a pas d'influence sur les vitesses de propagation. Par ailleurs, l'absence d'influence de l'épaisseur à $R=0.7$ ne plaide pas en faveur de la fermeture de fissure, dont les effets seraient plus prononcés en contraintes planes.

Les résultats obtenus sur l'influence des ions chlorure, du temps de montée et du temps d'immersion sur un cycle semblent en meilleur accord avec l'hypothèse de passivation de la pointe de fissure. De plus, cette hypothèse, contrairement à la fermeture de fissure ou à l'émoussement en pointe de fissure, peut traduire la brusque diminution des vitesses de propagation en fonction de la fréquence. Cette baisse brutale, entre $T_M=0.2s$ et $T_M=0.5s$ dans notre cas, serait expliquée par la brusque réduction du courant de dissolution anodique due à la création du film passif, comme illustrée par Ford sur la Figure VI-51. La formation du film passif diminuerait l'intensité de la dissolution anodique, mais aussi éventuellement la pénétration de l'hydrogène au sein du matériau.

Cette hypothèse implique que la passivation ait atteint un stade suffisamment avancé pour diminuer la dissolution, en un temps compris entre 0.2s et 0.5s. Des cinétiques de passivation aussi rapides semblent physiquement réalisables. En effet, Ambrose ([61] repris dans [58]) mesure le temps de repassivation d'un titane exposé à des solutions agressives : l'auteur observe qu'un film d'oxyde se forme en une durée allant de 5 ms dans l'eau avec ajout de $NaNO_3$ à 40 ms dans l'eau avec ajout de $NaCl$.

Finalement, pour la suite du rapport nous ferons l'hypothèse que la création d'un film passif en pointe de fissure, régulièrement rompu par le glissement activé en pointe par le chargement mécanique, explique l'effet de fréquence négatif observé sur les vitesses de propagation, effet gouverné par le temps de montée. La passivation serait alors en compétition avec les mécanismes menant à l'augmentation des vitesses de propagation en solution saline par rapport à l'air et l'eau distillée, mécanismes que nous allons maintenant tenter d'identifier. Le Tableau VI-2 résume la confrontation des résultats expérimentaux avec les différents mécanismes avancés pour expliquer l'effet de fréquence négatif observé.

Remarque : nous avons fait l'hypothèse qu'à chaque mise en charge, quelque soit le temps de montée, le film passif est rompu par le chargement mécanique. Warner et Gangloff [62] supposent de leur côté qu'aux très longs temps de montée T_M (c'est-à-dire aux très faibles vitesses de déformation en pointe de fissure), le film passif n'est même pas rompu par le chargement mécanique, du fait d'un comportement visqueux. Ils supposent alors trois domaines de vitesses en fonction du temps de

montée : 1/ *TM* élevés : pas de rupture du film, vitesses constantes en fonction de *TM* et proches de celles sous air 2/ *TM* intermédiaires : compétition passivation/dissolution+hydrogène, vitesses augmentant lorsque *TM* diminue 3/ *TM* faibles : aucune passivation, forte augmentation des vitesses de propagation par rapport à l'air, vitesses constantes en fonction de *TM*. Cette légère variation dans l'hypothèse ne remet pas en cause le principe de compétition entre passivation et attaque de la solution saline.

Mécanisme	Pour	Contre
Emoussement de la pointe de fissure	- Influence des ions chlorure : ils favorisent la dissolution de la pointe de fissure	- Ce mécanisme dépend du temps d'immersion. Or il n'y a pas d'influence de ce temps. - Ne rend pas compte de la brusque diminution de da/dN en fonction du temps de montée.
Fermeture de fissure	- Les débris de corrosion pourraient faire « effet coin ».	- Ce mécanisme dépend du temps d'immersion. Or il n'y a pas d'influence de ce temps. - Haut rapport de charge et forts ΔK - Ne rend pas compte de la brusque diminution de da/dN en fonction du temps de montée. - Influence de l'état de contrainte : pas de fermeture de fissure pour éprouvette épaisseur 4 mm
Passivation de la pointe de fissure	- Rend compte de la brusque diminution de da/dN en fonction du temps de montée. - Supportée par l'influence des ions chlorure - Cinétiques de passivation cohérentes avec les valeurs de transition du temps de montée	

Tableau VI-2. Synthèse des mécanismes pouvant gouverner l'effet de fréquence négatif.

VI.4.5.1.2 Mécanisme(s) en compétition avec la passivation

Nous faisons maintenant l'hypothèse que le film d'oxyde vient juste d'être rompu par le glissement en pointe de fissure, et que par conséquent la solution saline est en contact direct avec le métal. Dans ce cas, quels sont le ou les mécanismes susceptibles d'accélérer la propagation par rapport à la propagation sous air et dans l'eau distillée ?

Parmi les études résumées précédemment, aucune de celles qui supposent la compétition de la dissolution anodique et/ou de la fragilisation par l'hydrogène avec un film passif ne réfute la dissolution anodique. Par contre, Ford ne prend en compte que ce mécanisme et suppose que c'est le seul à contribuer effectivement à l'avancée de fissure, alors que Piascik et Gangloff [11, 37, 59], Trockels, Lütjering et Gysler [32, 33], Nocke et Haase [34-36], Atkinson et Lindley [57] prennent en compte la dissolution anodique mais aussi l'hydrogène généré par les réactions de dissolution. La plupart de ces auteurs ne voient en fait la dissolution anodique que comme une étape menant à la production supplémentaire d'hydrogène, et postulent que c'est ce dernier qui est à l'origine de l'augmentation des vitesses de propagation.

Sur la base des essais réalisés dans cette étude sous eau distillée, des mesures de potentiel électrochimique et de la comparaison de nos résultats avec la littérature, il semble que la dissolution anodique soit active durant la propagation. Nous supposons également que cette dissolution participe à la production d'hydrogène en pointe de fissure.

Il faut alors se poser la question de la contribution de la dissolution anodique dans le processus de propagation.

Dans l'Équation VI-1 p270, la contribution da/dt de la dissolution anodique peut être déterminée par le modèle de Ford sur la base de la loi de Faraday. M , Z , F et ρ sont des paramètres connus. Pour estimer la contribution possible maximale de la dissolution anodique sur l'avancée de fissure, le paramètre β et le courant de dissolution i_a restent à déterminer.

La littérature fournit des valeurs variant sur plusieurs ordres de grandeurs pour ce courant de dissolution [54, 63-68] car une légère modification des conditions expérimentales (matériau, pH, oxygène, circulation de la solution, température, chargement mécanique...etc.) peut entraîner d'importantes variations de i_a . Il n'est donc pas possible de le déterminer ou de proposer même une fourchette restreinte de valeur. Estimer la contribution de la dissolution anodique sur l'avancée de fissure n'est donc pas réalisable de façon suffisamment précise.

Cependant, il est possible d'évaluer la valeur maximale que le courant i_a devrait atteindre pour que la dissolution anodique soit entièrement responsable de l'augmentation des vitesses par rapport à l'eau distillée. Pour $\Delta K=3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $R=0.7$, 5 Hz, pour l'essai en dents de scie avec un temps de montée de 0.018 secondes, dans 3.5%NaCl, la vitesse de propagation est $da/dN=3 \times 10^{-8} \text{ m/cycle}$ et pour un signal sinus, sous air, on a $da/dN=2 \times 10^{-8} \text{ m/cycle}$. Par conséquent, la contribution de la dissolution anodique da/dt serait de $(3 \times 10^{-8} - 2 \times 10^{-8}) \times 1/0.018 \text{ m/s}$, soit $3.3 \times 10^{-4} \text{ cm/s}$. A partir du

modèle de Ford, $\frac{da}{dt} = \frac{M \cdot i_a}{Z \cdot F \cdot \rho}$, on obtient une densité de courant anodique $i_a \approx 10 \text{ A/cm}^2$. Cette

valeur ne semble pas réaliste par rapport aux données de la littérature ([54, 63-68], Figure VI-47 p263, Figure VI-72 p302). Par ailleurs, la propagation par dissolution anodique donnerait une rupture 100% intergranulaire, comme en CSC, ce qui n'est pas le cas ici (40% maximum de rupture intergranulaire est mesurée). On peut donc penser que la dissolution anodique ne suffit pas à expliquer l'avancée de fissure en fatigue corrosion dans le régime de pente 2. Des mécanismes liés à l'hydrogène, généré par les réactions de dissolution puis drainé par les dislocations mobiles, sont donc à considérer.

Si l'on suppose que l'hydrogène produit par la dissolution anodique est responsable de l'accélération de la propagation par rapport à la propagation en eau distillée, alors les plages lisses, dont on a confirmé la nature intergranulaire, et sur lesquelles aucune microcupule n'est observée, supportent un mécanisme de type HEDE basé sur la décohésion du matériau. L'aspect non fragile des surfaces rugueuses observées (Figure V-14 p186) surtout aux hautes fréquences mais dont la

proportion n'a pas été quantifiée, va plutôt dans le sens du mécanisme HELP. Ces surfaces rugueuses sont similaires aux aspects de type « subboundary cracking » observés par Piascik et Gangloff [59] (Figure VI-50c p269), rupture que les auteurs attribuent à l'hydrogène, et plus précisément à un mécanisme de type HEDE. L'hydrogène ségrège au niveau des murs de dislocation, ce qui entraîne la rupture du matériau.

Toujours en supposant que la fragilisation par l'hydrogène est responsable de l'apparition du régime de pente 2, ce résultat est à mettre en parallèle avec le « coude » observé sous air aux faibles valeurs de ΔK et attribué à l'hydrogène (Figure VI-12 p228). En effet, pour ces faibles valeurs de ΔK sous air, environ 4% de plages lisses sont observées (Figure VI-28 p247), alors que pour les plus hautes valeurs de ΔK elles occupent 1 à 2% de la surface totale de rupture, ce qui indiquerait qu'entre ce « coude » sous air et le régime de pente 2 en solution saline, le comportement serait identique. En solution saline aux courts temps de montée, la quantité d'hydrogène obtenue serait supérieure à celle produite sous air, ce qui déplacerait alors la valeur critique du couple (da/dN_{cr} ; ΔK_{cr}) où le retour à un régime de pente 4 se produirait. De plus, cette quantité importante d'hydrogène contrôlerait la propagation jusqu'à de fortes valeurs de ΔK , malgré la compétition avec un dommage purement mécanique qui augmente lorsque ΔK augmente, et malgré un volume toujours plus important de métal frais créé à chaque cycle en pointe de fissure, diminuant la quantité d'hydrogène disponible par unité de volume de métal.

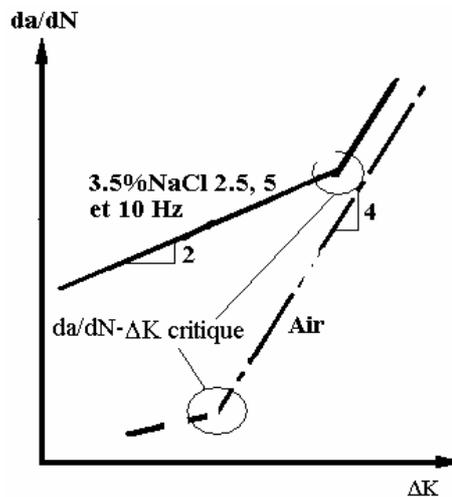
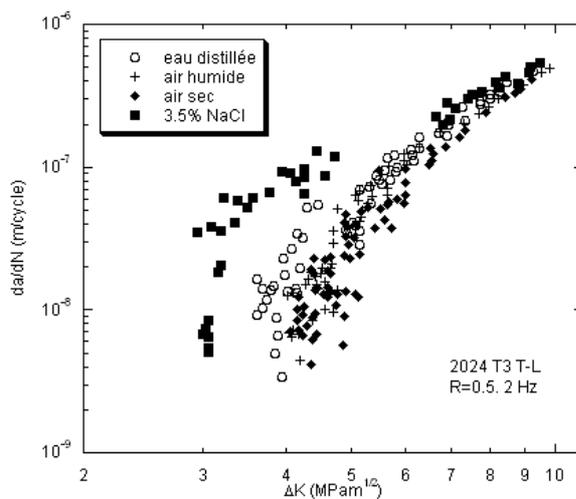


Figure VI-56. Modification du couple (da/dN ; ΔK) critique de disparition de l'influence de l'hydrogène.

Feeney *et al.* [43] détectent également un passage pente 2 – pente 4 sur l'alliage 2024-T3 lorsqu'ils testent le matériau en solution saline (Figure VI-57a). Leur hypothèse est que quand K_{max} atteint le K de transition déformations planes - contraintes planes, la fragilisation par l'hydrogène est atténuée et les vitesses retombent au niveau de l'air car cet état de contraintes serait moins sensible aux effets d'environnement. C'est alors l'épaisseur de l'éprouvette qui gouvernerait la valeur des

éléments du couple (da/dN ; ΔK) critique (Figure VI-57b-c). Cette hypothèse est contredite par l'étude de l'influence de l'épaisseur, où des vitesses de propagation similaires ont été observées entre les épaisseurs 4 et 10 mm malgré des états de contrainte différents (Figure VI-43 p260). Piascik et Gangloff [11] contestent également cette hypothèse par des essais à K_{max} constant et sur des éprouvettes dont l'épaisseur est plus grande que la zone plastique en pointe de fissure.



(a)

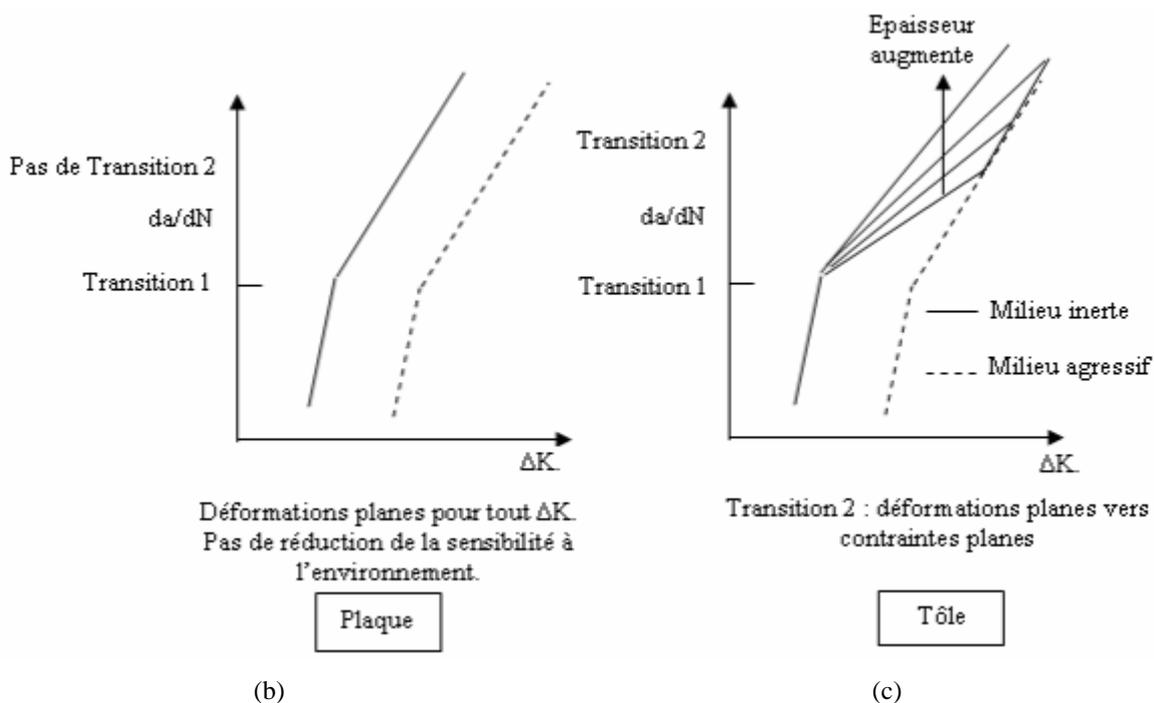


Figure VI-57. Travaux et hypothèse de Feeney *et al.* [43] pour expliquer le changement de pente en solution saline sur le 2024-T3. (a) vitesses de propagation (b)-(c) interprétation de l'influence de l'épaisseur.

Enfin, le Tableau VI-3 résume la confrontation des hypothèses de la littérature sur l'effet de fatigue corrosion observé sur les alliages d'aluminium avec les résultats expérimentaux fournis par cette étude.

	Pour	Contre	Analyses supplémentaires à réaliser
Fragilisation par l'hydrogène [11, 34-37, 57]	<ul style="list-style-type: none"> - Production d'hydrogène favorisée par l'électrochimie dans la fissure - Surfaces rugueuses nombreuses aux hautes fréquences 		<ul style="list-style-type: none"> - Essais sous différents pH afin d'examiner l'influence de la concentration en hydrogène
Dissolution anodique [30, 34-36, 57]	<ul style="list-style-type: none"> - Besoin d'ions chlorure - Fissuration intergranulaire - Influence de l'état métallurgique - Mesure de potentiel électrochimique 	<ul style="list-style-type: none"> - Demande un courant anodique trop important en pointe de fissure pour expliquer totalement la fissuration 	<ul style="list-style-type: none"> - Essais avec inhibiteurs de corrosion pour favoriser la passivation et voir si le régime de pente 2 est évité

Tableau VI-3. Confrontation des hypothèses de la littérature avec les résultats expérimentaux sur les mécanismes de propagation en fatigue corrosion. 2024-T351 S-L.

VI.4.6 Bilan sur les mécanismes de fatigue corrosion de l'alliage 2024

La Figure VI-58 résume l'hypothèse proposée pour les différents processus et paramètres gouvernant l'accélération de la propagation en solution saline, pour le 2024-T351 sens S-L. Sont notamment décrit l'influence :

- du sens de prélèvement : contrairement au sens L-T, les joints de grains sont sollicités en mode I, ce qui les « ouvre » et les rend plus accessibles à la dissolution anodique.

- de l'état métallurgique : si les joints de grains ne sont pas sensibles de façon préférentielle à la dissolution, c'est toute la surface qui est corrodée.

- des ions chlorure : 1/ ils ralentissent la création du film passif par compétition avec l'oxygène en réagissant avec les atomes d'aluminium en surface. 2/ ils attaquent les joints de grains en favorisant la dissolution anodique en formant un composé à base d'aluminium et de chlorure soluble dans l'eau.

- du temps de montée : il gouverne la quantité de surface « fraîche » produite par seconde. Lorsqu'il est faible, une grande quantité de métal est régulièrement mise à nu, toute la surface n'a pas le temps de se passiver et les processus de corrosion illustrés sont favorisés. L'hydrogène peut alors être drainé par les dislocations mobiles.

- de la dissolution anodique : elle fragilise les joints de grains et permet donc la rupture intergranulaire, mais avant tout, lors de la dissolution des atomes d'aluminium, un électron est produit, ce qui favorise la création d'hydrogène et donc la fragilisation par l'hydrogène.

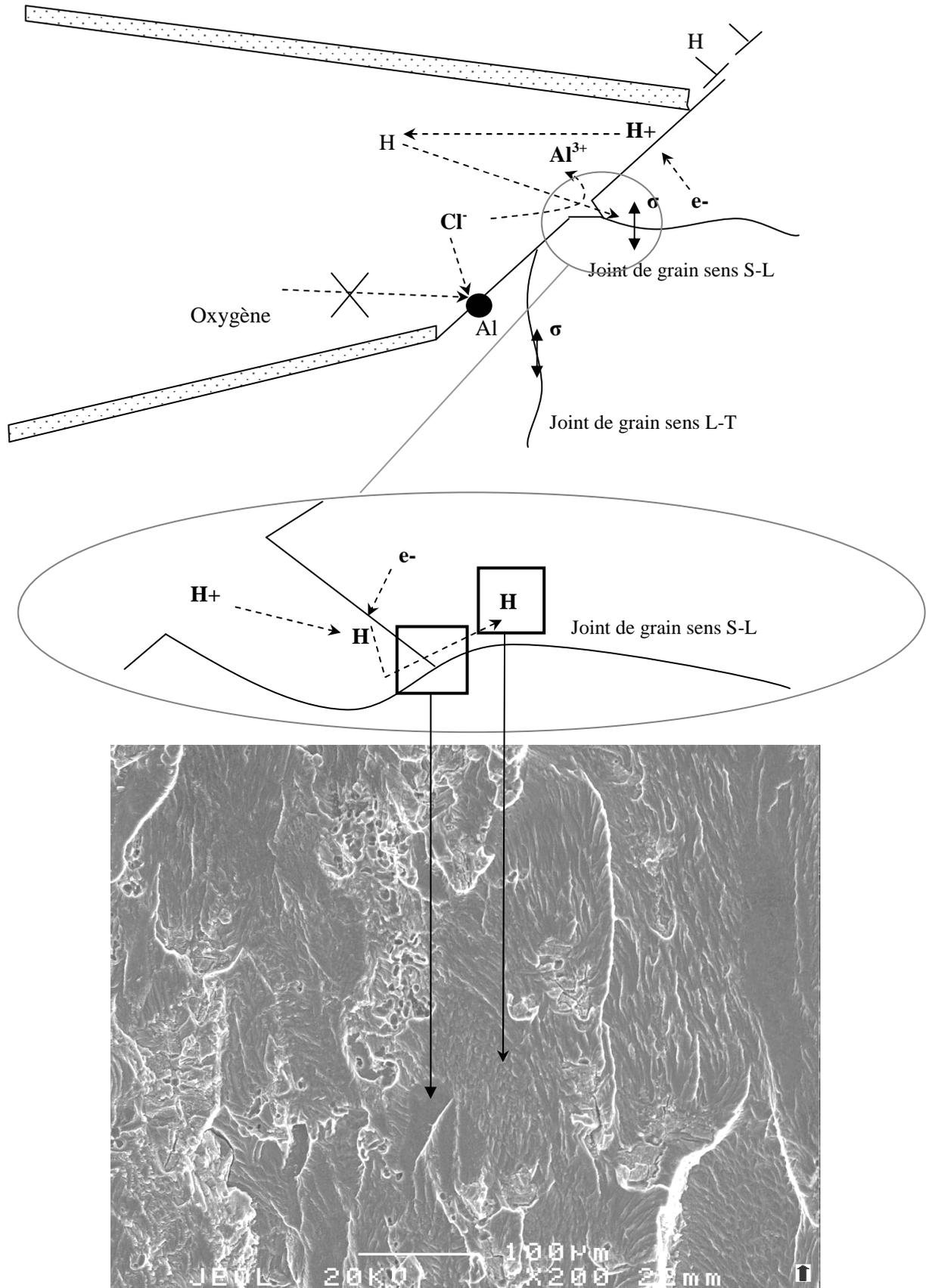


Figure VI-58. Scénario proposé pour les mécanismes de fatigue corrosion de l'alliage d'aluminium 2024. Fractographie MEB : illustration de la création des plages lisses dues à la rupture intergranulaire, et des surfaces rugueuses dues à l'hydrogène.

VI.4.7 Loi de propagation en fatigue corrosion

Tout d'abord, il convient de rappeler que, si la dissolution anodique ne peut pas à elle seule expliquer l'avancée de fissure observée en fatigue corrosion, alors un modèle de dissolution de type Ford, où l'avancée de fissure est proportionnelle à la densité de courant anodique en pointe de fissure, ne peut pas suffire.

Un simple modèle de superposition de type dommage cyclique + dommage de corrosion sous contrainte ne peut pas non plus expliquer l'effet de fréquence négatif observé car avec un tel modèle, si la fréquence diminue, le temps alloué à la corrosion sous contrainte augmente, donc les vitesses de fissuration augmentent. De plus on a vu qu'en immersion permanente la fissuration en corrosion du 2024-T351 sens S-L sous contrainte ne se produit pas. Même si une rupture intergranulaire est observé lorsque les vitesses sont très supérieures à celles sous air (Figure VI-28 p247), nous ne sommes pas en présence de corrosion sous contrainte superposée à la fatigue. Il faut parler de synergie entre déformation cyclique et corrosion, menant à une rupture intergranulaire.

Pour le régime de pente 2, certains auteurs proposent une modélisation de type $da/dN \propto 1/2 \Delta CTOD$ (CTOD Crack Tip Opening Displacement, $\Delta CTOD$ amplitude de l'ouverture en pointe de fissure) [69, 70]. En effet, en plasticité confinée, et si l'on suppose que l'environnement empêche l'éroulement que l'on observe sous vide, on a $\Delta CTOD = \beta \frac{\Delta K^2}{E \sigma_y}$ (β : paramètre sans

dimension, E module d'Young, σ_y limite d'élasticité) ce qui conduit, en combinant avec l'équation $da/dN \propto 1/2 \Delta CTOD$, à une loi de type $da/dN \propto \Delta K^2$, et donc le régime de pente proche de 2 observé en solution saline. Selines et Pelloux [70] supposent que cette valeur $1/2 \Delta CTOD$ constitue une limite supérieure aux vitesses de propagation de fatigue corrosion, en l'absence d'effet de la corrosion sous contrainte. Cette hypothèse est en accord avec ce que nous observons en Figure VI-59, où les vitesses de propagation en solution saline dans le régime de pente 2 restent inférieures à $1/2 \Delta CTOD$. La valeur

prise pour $\Delta CTOD$ est : $\Delta CTOD = 0.25 \frac{\Delta K^2}{E \sigma_y}$, avec $E=73000$ MPa et $\sigma_y=270$ MPa. Par ailleurs,

Chabanne et Sarrazin rapportent également un régime de pente 2 sur un alliage de titane à 500°C en vapeur d'eau [71, 72]. Il est donc effectivement probable que les synergies entre la déformation cyclique et l'environnement soient bornées par un régime de pente 2 sur la courbe $da/dN-\Delta K$. Cependant, le lien entre la synergie entre déformation cyclique et corrosion (hydrogène, vapeur d'eau à haute température) et la propagation contrôlée par le $\Delta CTOD$ reste à confirmer et clarifier.

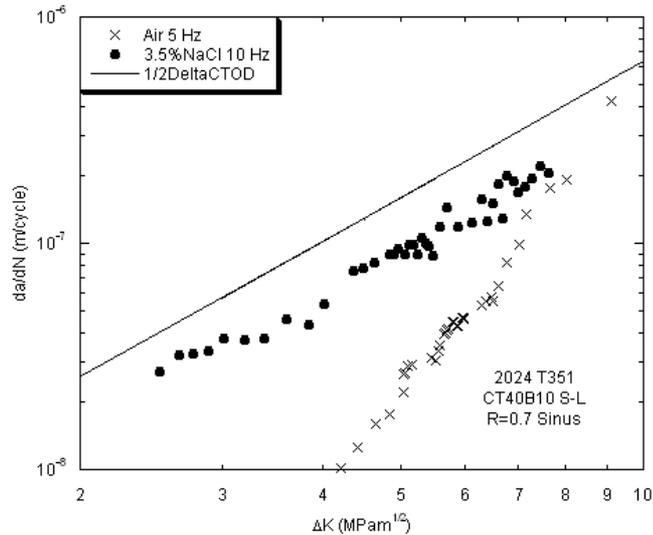


Figure VI-59. Comparaison des vitesses du régime de pente 2 avec une modélisation en Δ CTOD.

VI.4.8 Conclusion sur la synergie entre fatigue et corrosion saline sur l'alliage 2024

Le premier objectif de cette étude concernait la caractérisation et l'analyse des possibles synergies existantes entre fatigue et corrosion saline sur l'alliage 2024, et plus précisément l'influence des interactions entre les paramètres mécaniques, métallurgiques, et environnementaux sur les vitesses de propagation pour des valeurs de ΔK correspondant au domaine de Paris.

Les paramètres identifiés comme contrôlant ces synergies sont le temps de mise en charge, la présence des ions chlorure en solution, l'état métallurgique et le sens de prélèvement, tandis que l'épaisseur, le rapport de charge et le temps d'immersion n'ont pas montré d'influence notable. L'influence du rapport de charge demande à être toutefois appuyée par des mesures de fermeture de fissure. Pour une combinaison bien particulière de certains paramètres (faible temps de montée, solution saline, état T351, sens S-L, $R=0.7$), un régime de pente proche de 2 apparaît sur la courbe $da/dN-\Delta K$ et les vitesses sont très supérieures à celles sous air. Ce régime disparaît dès que l'un de ces paramètres change.

Sur le plan des mécanismes, le régime de pente 4 est gouverné par l'adsorption d'espèces en pointe de fissure. Le régime de pente 2 est gouverné par l'hydrogène produit par la dissolution anodique. La transition entre ces deux régimes est due à la passivation qui modifie les conditions chimiques et électrochimiques dans la fissure (dissolution anodique, pénétration de l'hydrogène).

A la question « *quelle fréquence pourra-t-on utiliser en laboratoire pour accélérer les essais sans faire apparaître de mécanismes différents de ceux actifs sous la fréquence de service ?* », on peut répondre que, pour le 2024-T351 sens S-L, pour les structures soumises aux très faibles fréquences (1 cycle=1 vol), il ne faudra pas dépasser une fréquence comprise entre 1 et 2.5 Hz. Cependant il sera

possible de réaliser des essais avec signaux en dents de scie pour réduire par 2 le temps d'essai. Un essai à très faible fréquence reste tout de même à réaliser pour corréler le comportement de la gamme [0.1 ; 10 Hz] avec celui des très faibles fréquences, comme le suggère l'essai illustré en Figure VI-60 mais dont les résultats demandent confirmation. En effet, l'influence de la fréquence n'est pas nécessairement monotone : pour des fréquences extrêmement faibles, on peut supposer que la dissolution attaquera le film passif, qui sera alors plus souvent dissout que formé, et on retrouvera des vitesses élevées typiques du régime de pente 2. Cependant, de hautes fréquences peuvent être appliquées pour le 2024-T351 L-T et 2024-T851 S-L sans modifier fondamentalement les mécanismes de fatigue corrosion, car l'effet de fréquence est moins marqué pour ces conditions.

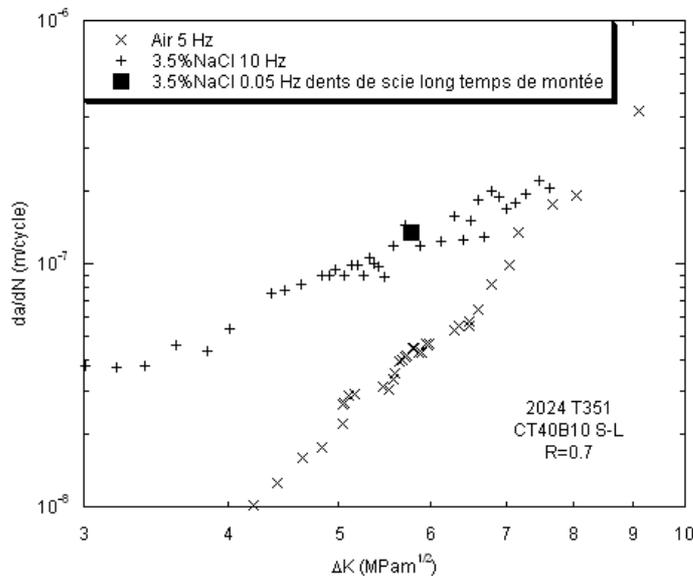


Figure VI-60. Essai à très faible fréquence (temps de montée d'un signal sinusoïdal à 0.025 Hz) MAIS résultat à confirmer. Surfaces de rupture très dégradées par la corrosion.

Le Tableau VI-4 résume l'influence des paramètres considérés dans cette étude.

Paramètre	Degré d'influence	Description de l'influence
Rapport de charge	+	Pas d'influence sur l'effet de fréquence observé mais pas de régime de pente 2 à R=0.1 : fermeture de fissure ou réelle différence avec R=0.7 ?
Fréquence	++	da/dN diminue quand f diminue mais cette influence dépend aussi de la forme du signal.
Signal	+++	Pas d'influence du temps total d'immersion. Grande influence du temps de montée. Pas d'influence d'un maintien à Kmax/Kmin.
Revenu (T3 - T8)	++	Le revenu rend l'alliage moins sensible à la fatigue corrosion et supprime le régime de pente 2 à 10 Hz et la rupture intergranulaire.
Etat de contraintes (Epaisseur)	-	Pas d'influence dans 3.5%NaCl pour $4 \leq B \leq 10$ mm sur CT40
Sens de prélèvement	++	Sens L-T moins sensible que sens S-L
Ions chlorure	+++	Sans ions chlorure, pas d'effet de fatigue corrosion

Tableau VI-4. Récapitulatif de l'influence des paramètres métallurgiques - environnementaux et mécaniques étudiés.

VI.5 Influence d'une immersion-émersion en propagation de fissures

VI.5.1 Introduction

Dans cette partie nous discuterons l'influence de l'immersion-émersion sur la propagation de fissure sous chargements statique et cyclique, pour des valeurs du facteur d'intensité de contrainte K supérieures au seuil de propagation (nous ne parlerons pas de la notion de seuil). La problématique portera sur la différence de comportement entre l'immersion-émersion et l'immersion permanente.

En premier lieu, nous analyserons le comportement du 2024-T351 en propagation de fissures de fatigue en immersion-émersion et le comparerons à la fatigue en immersion permanente.

En second lieu, nous tenterons d'identifier les mécanismes expliquant pourquoi l'immersion-émersion accélère la propagation en fatigue par rapport à l'immersion permanente et induit une fissuration en corrosion sous contrainte, contrairement à l'immersion permanente. Nous comparerons nos résultats à ceux de la littérature, puis dégagerons et discuterons les principales hypothèses.

VI.5.2 Influence d'une immersion-émersion en fatigue

Les essais de la deuxième campagne expérimentale ont montré l'accélération des vitesses de propagation par rapport à l'immersion permanente, avec apparition d'une rupture intergranulaire. Deux hypothèses peuvent être avancées pour le comportement du 2024-T351 S-L en immersion émersion :

1/ Les vitesses suivent une pente 2 comme pour les essais en immersion permanente avec faibles temps de montée. Dans ce cas, une loi de propagation en immersion-émersion serait une loi de Paris avec des paramètres C et m modifiés par rapport à l'air.

2/ La propagation est de type fatigue sous air + corrosion sous contrainte et les vitesses suivront le modèle de superposition de type Wei et Landes [73] avec un modèle du type :

$$\frac{da}{dN} = \frac{da}{dN}(\text{eaudistillée}) + \frac{1}{f} \cdot \frac{da}{dt}(\text{csc})$$

Équation VI-2. Modèle de superposition de type Wei et Landes.

Les surfaces de rupture font apparaître une fissuration majoritairement intergranulaire (Figure V-49), ce qui suggère l'activation d'un mécanisme de type corrosion sous contrainte. Dans un tel cadre le modèle de superposition de type Wei et Landes [73] paraît donc particulièrement adapté.

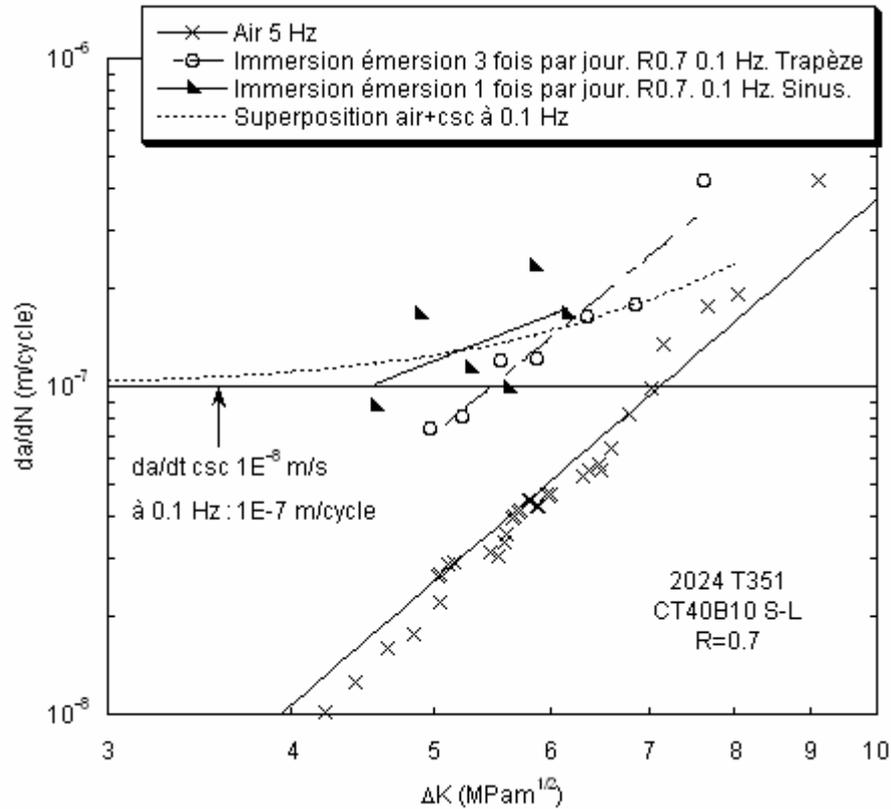


Figure VI-61. Modèle de superposition fatigue sous air + corrosion sous contrainte et comparaison avec les essais de fatigue en immersion-émersion.

Ce modèle ne donne pas de résultats en accord avec les données expérimentales de l'essai avec signal trapèze (Figure VI-61). En particulier il ne reproduit pas la pente de la droite $da/dN-\Delta K$ observée. Pour le signal sinusoïdal et immersion 1 fois par jour, il faudrait réaliser un essai à de plus faibles valeurs de ΔK pour connaître l'évolution de la droite $da/dN-\Delta K$. En dépit de ces remarques, la rupture majoritairement intergranulaire et la déviation du front de fissure observée et reportée dans le chapitre V plaident en faveur de l'hypothèse 2, à savoir l'apparition d'un mécanisme de CSC.

En conclusion, l'hypothèse retenue pour le comportement sous chargement cyclique du 2024-T351 S-L en immersion-émersion est la suivante : l'exposition à la solution saline (eau en fond de cellule, nombre d'immersions par jour) dans et autour de la fissure contrôle l'apparition de la corrosion sous contrainte intergranulaire. En l'absence de véritables cycles d'immersion séchage, le processus de dissolution est moins actif qu'en immersion émergence et la propagation reste transgranulaire et se produit aux vitesses proches de l'air. Si l'environnement permet le séchage de la fissure, la dissolution anodique est favorisée et la corrosion sous contrainte peut apparaître et se superposer à la fatigue transgranulaire pour accélérer de manière significative la propagation par rapport à l'immersion permanente.

VI.5.3 Différence immersion permanente et immersion-émersion en propagation de fissure

VI.5.3.1 Rappel des résultats expérimentaux et confrontation avec la littérature

La campagne expérimentale a montré que, pour un effort statique, il est nécessaire d'exposer la pièce à une immersion-émersion pour obtenir une fissure de corrosion sous contrainte qui se propage jusqu'à rupture. A l'opposé, l'immersion permanente donne naissance à un défaut intergranulaire qui ne se propage pas. Sous chargement cyclique, l'immersion-émersion accélère nettement la propagation par rapport à une immersion permanente, et fait apparaître une rupture majoritairement intergranulaire.

Cette différence entre immersion émersion et immersion permanente est en accord avec de nombreuses études de la littérature sur différents alliages de la série 2XXX [48, 50, 74, 75], 7XXX [76] et 8XXX [77]. Les normes de corrosion sous contrainte imposent d'ailleurs pour les alliages d'aluminium des cycles d'immersion séchage très précis (10 min en immersion et 50 min sous air) [78, 79].

Sur le 2024-T351, en immersion permanente 3.5%NaCl, Pauze [55] observe un ralentissement de la fissuration sur éprouvettes sollicitées en traction lente après quelques heures en immersion. Sur la base d'un essai mené en milieu désaéré, elle explique ce ralentissement par une modification de la concentration en oxygène, ce qui mènerait « à un changement de la réduction cathodique : la réduction de l'oxygène est remplacée par la réduction de l'hydrogène en fond de fissure ». En immersion permanente les conditions chimiques et électrochimiques en pointe de fissure seraient donc à l'origine du fort ralentissement de la propagation qu'elle observe en traction lente, et que nous pouvons comparer à l'absence de fissuration en effort statique constant observé dans la présente étude.

Sur le même alliage (2024-T351), dans le même environnement (immersion en solution 3.5%NaCl 3 fois par jour), sur éprouvettes DCB d'épaisseur 25 à 50 mm, Hyatt [75] a mesuré des vitesses similaires à celles obtenues ici. Sur certaines éprouvettes, il a observé des produits de corrosion très volumineux au sein de la fissure. Sur l'une d'entre elles, ces produits induisent même une ouverture plus grande que l'ouverture due à la vis permettant le chargement (Figure VI-62). Cette vis a été totalement soulevée par les produits de corrosion, donc l'ouverture était imposée par ces seuls produits.

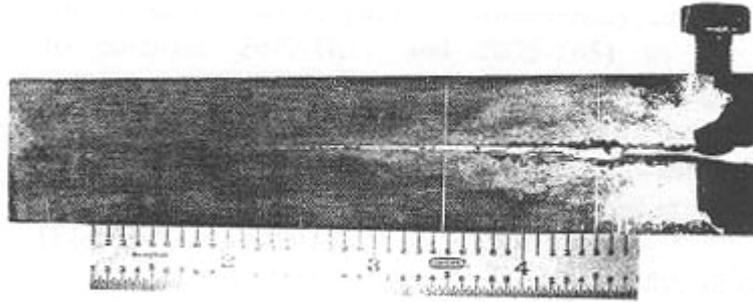


Figure VI-62. Travaux de Hyatt. Epreuve DCB épaisseur 25 mm de 2024-T351 avec produits de corrosion soulevant la vis de chargement.

Sur l'alliage 2024-T351 sur éprouvettes lisses sollicitées dans le sens S, à déformation ou effort constants, Braun [50] observe une rupture en immersion-émersion plus rapide qu'en immersion permanente (Figure VI-63). Ses essais d'immersion-émersion sont réalisés à déformation imposée, alors que l'immersion permanente est testée pour un effort constant. Cependant nous avons vu dans le chapitre III qu'il n'y a pas de différence sur les cinétiques de rupture entre ces deux types de chargement pour la corrosion sous contrainte. Braun a réalisé des essais complémentaires à effort constant en immersion permanente, en eau de mer artificielle et plusieurs milieux chlorurés, avec ajouts d'eau oxygénée (H_2O_2) ou d'inhibiteurs de corrosion (Na_2CrO_4) (Figure VI-63b). Pour l'eau de mer et la solution avec eau oxygénée, le temps à rupture est très faible, comme pour l'immersion alternée. Les résultats pour la solution avec ajout de Na_2CrO_4 ne concordent pas avec les résultats en immersion-émersion. Ces résultats semblent indiquer que la différence entre immersion permanente et immersion-émersion est gouvernée par une modification des conditions chimiques et/ou électrochimiques entre le matériau et la solution environnante. Braun observe les mêmes effets, pour les mêmes conditions de chargement mécanique et d'environnement, sur l'alliage 2014-T651 [80].

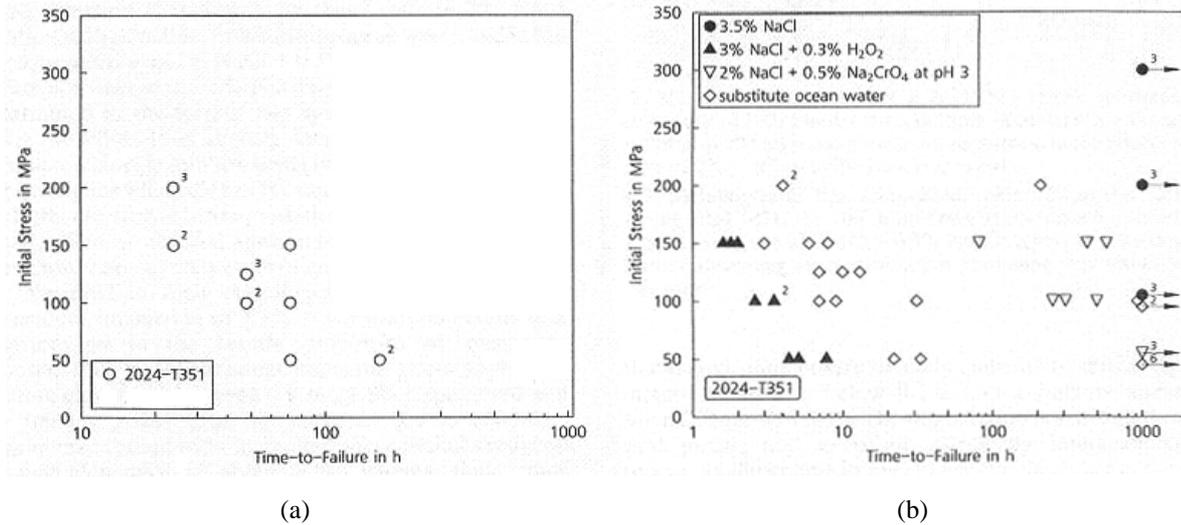


Figure VI-63. (a) temps à rupture pour une déformation constante en immersion-émersion (norme ASTM G44 : 10 min 3.5%NaCl 50 min air). (b) temps à rupture pour essais à effort constant, immersion permanente dans différentes solutions. Nombres = nombre d'éprouvettes testées. Braun [50]. 2024-T351.

Ce même auteur a conduit une large campagne expérimentale portant sur l'influence de différents anions en immersion permanente dans une solution saline à 3.5%NaCl, sur le 2024-T351 sollicité dans le sens S [81]. Les essais sont réalisés à effort imposé, sur éprouvettes lisses de diamètre 3.5 mm, sous une contrainte statique de 100 MPa. Les résultats du Tableau VI-5 montrent qu'il n'y a pas de rupture en immersion permanente dans 3.5%NaCl après 30 jours d'essai, et que l'ajout d'anions diminue considérablement le temps de rupture. D'après Braun, ces anions favoriseraient la passivation du matériau, ce qui empêcherait la corrosion de s'étendre de façon trop importante et limiteraient l'émoussement géométrique de la fissure.

Electrolyte	Temps à rupture	Electrolyte	Temps à rupture
0.6 M NaCl pH = 6.8	> 720 h > 720 h > 720 h	0.6 M NaCl + 0.06 M NH ₄ HCO ₃ pH = 8.1	25 h 30 h 32 h
0.6 M NaCl + 0.06 M Na ₂ SO ₄ pH = 6.3	7 h 7 h 28 h	0.6 M NaCl + 0.06 M Na ₂ HPO ₄ pH = 8.8	156 h 187 h 204 h
0.6 M NaCl + 0.06 M NaNO ₃ pH = 6.3	17 h 18 h 29 h	0.6 M NaCl + 0.06 M Na ₂ SO ₃ pH = 9.2	17 h 18 h 46 h
0.6 M NaCl + 0.06 M NaHCO ₃ pH = 8.4	20 h 28 h 31 h	0.6 M NaCl + 0.06 M Na ₂ CO ₃ pH = 11.2	123 h

Tableau VI-5. Travaux de Braun [81] sur le 2024-T351. Influence de l'ajout de différentes espèces chimiques à une solution saline 3.5%NaCl sur le temps de rupture en corrosion sous contrainte. Immersion permanente. Effort constant de 100 MPa.

Sur l'alliage Al-Li-Cu-Mg 8090 vieilli au pic de revenu 16h à 190°C et sollicité dans le sens S-T à une contrainte proche de la limite d'élasticité, Craig *et al.* [77] n'observent pas d'amorçage de fissure de corrosion sous contrainte en immersion permanente dans une solution saline à 3.5%NaCl. Après 6 jours d'immersion, lorsqu'ils retirent la solution, une fissure apparaît quelques heures après le retrait de la solution. Après les 6 jours d'immersion et lors du passage à l'air, aucune rupture n'est détectée si l'air ne contient pas de CO₂. Moran et Stoner observent exactement les mêmes tendances sur les alliages 2090 et 2024-T351 en solution saline 3.5%NaCl [82]. Par ailleurs l'ajout de HCO₃⁻, de SO₄²⁻ et de Na₂SO₄ à la solution saline peut induire l'amorçage d'une fissure même en immersion permanente. Ce dernier résultat semble en accord avec l'étude de Braun sur le 2024-T351. Notons tout de même que les Al-Li diffèrent des autres alliages d'aluminium d'un point de vue électrochimique car dans les fissures courtes et les crevasses de corrosion, la solution peut devenir basique [83].

Finalement, trois mécanismes sont généralement avancés pour rendre compte de la différence entre immersion émergence et immersion permanente : l'émoussement de la fissure, le chargement mécanique induit par les produits de corrosion et la modification des conditions électrochimiques dans la fissure. Nous allons donc discuter l'applicabilité de ces mécanismes aux résultats de cette étude, avant de conclure sur la différence entre immersion permanente et immersion-émersion.

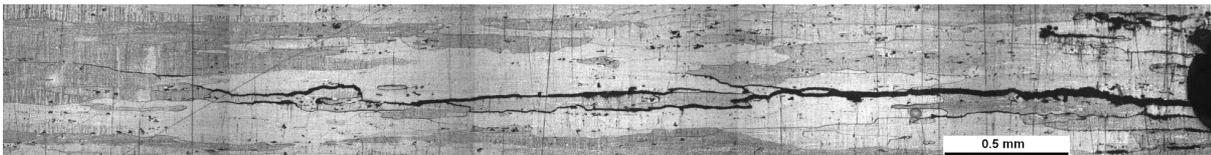
VI.5.3.2 Émoussement de la fissure

L'hypothèse est que la solution saline, trop agressive, émousserait de façon géométrique et homogène la pointe de fissure, diminuant ainsi l'intensité des contraintes en pointe. La contrainte maximale en pointe descendrait alors sous une valeur seuil de fissuration en corrosion sous contrainte (ce qui empêcherait la fissure de se propager). Au contraire, l'immersion-émersion favoriserait la localisation de la corrosion sur quelques joints de grains, laissant la fissure fine et peu émoussée. La

contrainte en pointe de fissure resterait suffisamment élevée pour fissurer le matériau le long des joints, attaqués par la dissolution anodique et éventuellement l'hydrogène. Or il apparaît que cette hypothèse est réfutée par plusieurs des observations reportées dans ce rapport.

En premier lieu, l'hypothèse d'émoussement est en désaccord avec les résultats de l'essai où des phases d'immersion-émersion ont été alternées avec des phases d'immersion permanente (chapitre III p90). En effet, après la première phase d'immersion permanente, la fissure a repris lors du passage en immersion-émersion (Figure III-2). L'émoussement potentiellement créé par l'immersion permanente n'a donc pas empêché la reprise de la fissuration lors de la phase d'immersion-émersion.

En second lieu, la Figure VI-64a présente le chemin de fissure au cœur d'une éprouvette préfissurée en immersion-émersion puis immergée pendant 7 jours. Lors de cette immersion aucune fissuration n'a été détectée. A titre de comparaison, la Figure VI-64b présente une fissure obtenue en immersion-émersion dans des conditions de chargement mécanique similaires. Aucune différence sur l'émoussement de la fissure n'est notable à cette échelle d'observation. On peut voir en particulier que pendant l'immersion permanente, la corrosion n'a pas attaqué plus de joints de grain que pour une immersion-émersion.



(a)



(b)

Figure VI-64. Comparaison des chemins de fissure au cœur. Essais à effort imposé statique. (a) fissure de corrosion sous contrainte en immersion-émersion puis immersion permanente pendant 173h (b) fissure de corrosion sous contrainte en immersion-émersion.

VI.5.3.3 Action des produits de corrosion

De nombreux auteurs suggèrent que les produits qui se créent en pointe de fissure peuvent exercer une force importante, modifier le facteur d'intensité de contraintes local et favoriser la fissuration [75, 76, 84-87]. En effet, pour les alliages d'aluminium les produits de corrosion occupent un volume supérieur au volume initial du matériau [86, 88]. Par conséquent, à l'intérieur d'une fissure, si une quantité de matière de volume V_1 se dissout puis forme des produits de corrosion, alors ces produits occuperont un volume V_2 supérieur à V_1 , et exerceront donc une action mécanique sur les bords de la fissure.

En 1952, Evans [86] écrivait :

« Les alliages d'aluminium sont également susceptibles de subir l'attaque aux recoins en ambiance marine, tout en résistant à l'attaque sur une surface libre ; ce phénomène est attribué par beaucoup de compétences à l'aération différentielle ; le caractère volumineux du produit de corrosion (quand il est précipité à l'intérieur des recoins) peut provoquer des gonflements dangereux. »

Remarque : la notion d'aération différentielle sera discutée dans la suite du rapport.

Evans admettait donc que les produits de corrosion peuvent exercer une action mécanique dans des zones confinées comme des fissures. Evans fournit d'ailleurs un grand nombre d'exemples où ces produits ont engendré la fissuration ou la rupture d'une structure : déboulonnage de rivets d'un pont par la rouille, éclatement du béton par la corrosion du fer, perçage de tuyaux d'acide sulfurique par le sel de fer [86].

L'hypothèse est la suivante : les produits de corrosion sèchent lors de l'émersion, deviennent solides et augmentent en volume, entrent en contact avec les lèvres de la fissure, et « ouvrent » la fissure. Le facteur d'intensité de contrainte atteint une valeur critique et il y a propagation jusqu'à ce qu'il retrouve un niveau inférieur à cette valeur critique. Ensuite il faut attendre que d'autres produits de corrosion se forment pour rompre à nouveau le matériau. Ce processus est schématisé sur la Figure VI-65.

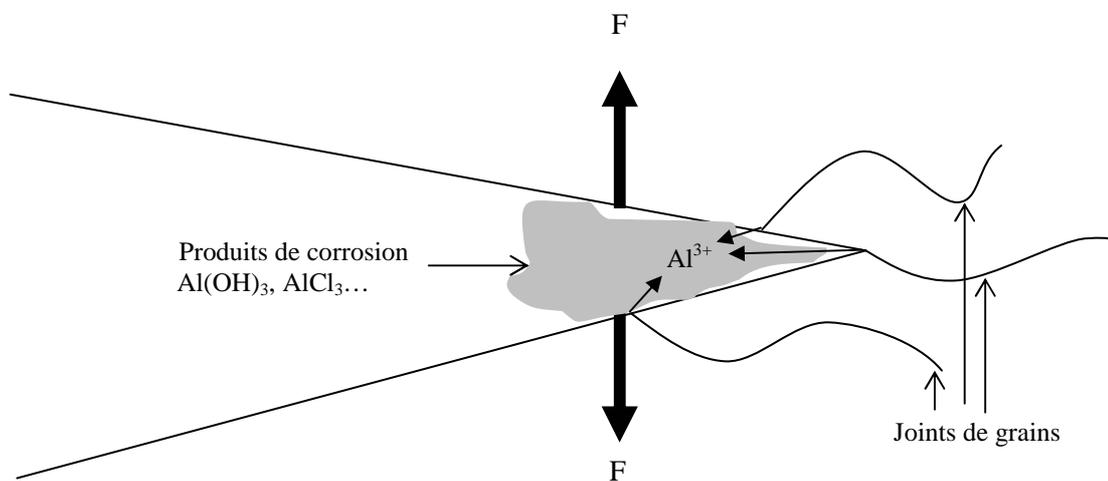


Figure VI-65. Augmentation de la contrainte en pointe de fissure due aux produits de corrosion

Au premier abord, l'hypothèse décrite précédemment mène à une fissuration purement contrôlée par le chargement mécanique, avec un chargement de type traction lente induit par la croissance progressive des produits de corrosion. Sous air, la rupture quasi statique du 2024-T351 est de type transgranulaire ductile, par formation de cupules autour des précipités intermétalliques grossiers et des dispersoïdes. Or la fissuration en corrosion sous contrainte est intergranulaire. A première vue il y aurait donc contradiction entre l'hypothèse des produits de corrosion et les surfaces

de rupture. Cependant lors de l'ajout de solution saline, la dissolution anodique attaque de façon préférentielle les joints de grains. Ces derniers sont donc fragilisés par rapport au reste du matériau. Les essais de rupture par déformation lente donnent d'ailleurs une rupture intergranulaire pour une vitesse de déformation suffisamment faible [89, 90]. L'action des produits de corrosion n'est donc pas incompatible avec la rupture intergranulaire observée en corrosion sous contrainte sur le 2024-T351.

Mc Naughtan *et al.* [91] ont mesuré la force que ces produits sont susceptibles d'exercer sur divers alliages Al-Zn-Mg-Cu afin de quantifier leur influence sur la corrosion feuilletante et la corrosion sous contrainte. Cette force est mesurée par une cellule de charge placée en série avec l'éprouvette sur une ligne de chargement (Voir Figure VI-66a. Eprouvette cylindrique diamètre 20 mm hauteur 10 mm, solution EXCO créant de la corrosion feuilletante sur le haut et le bas du spécimen.). Les forces qu'ils mesurent peuvent être importantes, presque 12kN pour le 7150-T651 (Figure VI-66b). De plus, la force mesurée sur chaque alliage est proportionnelle à la profondeur de l'attaque de corrosion feuilletante observée. Après séchage des produits de corrosion, l'effort mesuré est devenu plus important pour tous les alliages considérés. Cette tendance est expliquée par la nature différente des produits de corrosion formés en immersion ou lors du séchage. Sur la Figure VI-66c, la valeur de K_{ISCC} varie linéairement avec la force des produits de corrosion exercée en corrosion feuilletante. Sur la base de ces résultats les auteurs concluent qu'en corrosion sous contrainte ces produits augmentent la contrainte réelle vue en pointe de fissure.

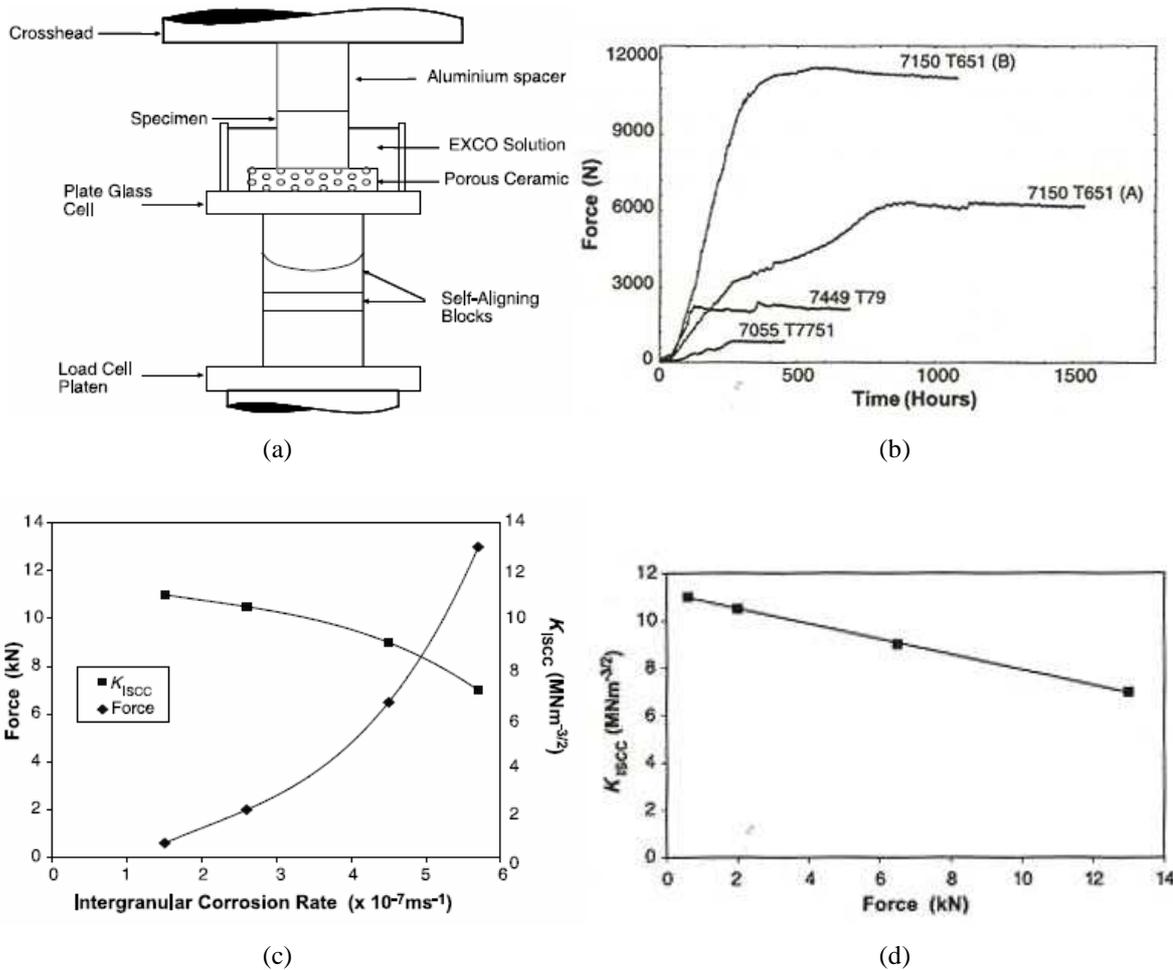


Figure VI-66. Travaux de McNaughtan et al. [91]. (a) montage expérimental de mesure de la force exercée par les produits de corrosion en corrosion feuilletante. (b) Force exercée par les produits de corrosion sur alliages 7XXX. (c) relation entre la vitesse de corrosion intergranulaire et la force exercée par les produits de corrosion (d) Relation entre la force exercée par les produits de corrosion et le seuil de corrosion sous contrainte pour les alliages étudiés.

Certains auteurs attribuent des évolutions inhabituelles des courbes da/dt - K à l'action des produits de corrosion [76, 87, 91] (Figure VI-67). Peu d'explications sont cependant données pour relier l'effet des produits de corrosion sur ces courbes. Selon Schra et Wanhill [76], les vitesses de propagation devraient diminuer lorsque K diminue, ce qui n'est pas le cas pour les environnements artificiels qu'ils étudient (Figure VI-67b). Les auteurs expliquent ce phénomène par le rôle des produits de corrosion qui augmentent la valeur de K effectif en pointe de fissure. Dans notre cas nous observons une vitesse de fissuration en CSC relativement constante sur la gamme de chargement explorée, même si un système de mesure de la longueur de fissure en continu permettrait de détecter les variations brusques de la vitesse de fissuration qu'engendreraient les produits de corrosion.

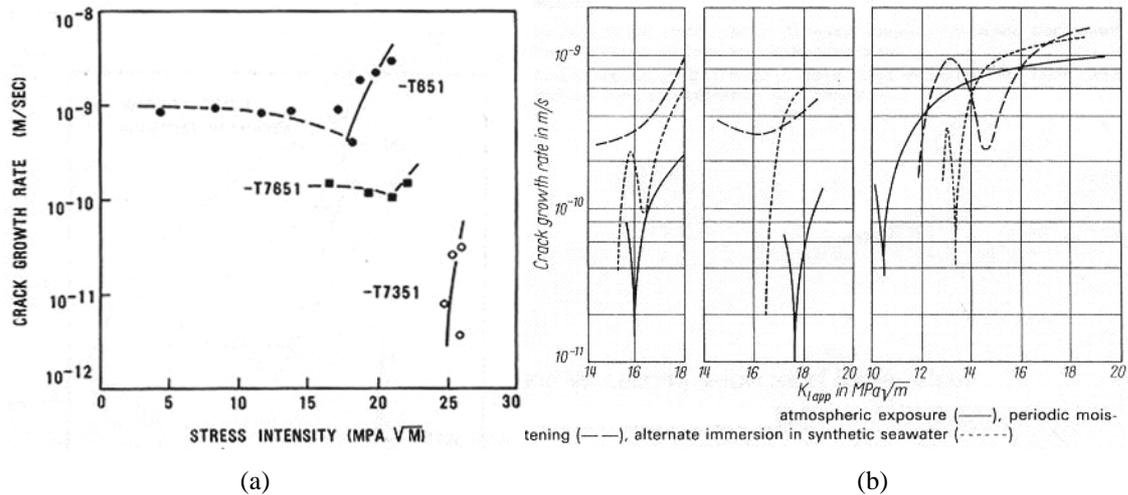


Figure VI-67. (a) Dorward et Hasse [87]. 7075 plaque épaisseur 76 mm. DCB sens S-L. Exposition à Daytona Beach, Floride, USA. (b) Schra et Wanhill [76]. De gauche à droite : alliages 7175-T736, AZ 74.61, 7050.

Pour les essais de cette étude, l'analyse au MEB des surfaces de rupture confirme la présence de nombreux produits de corrosion en surface (Figure VI-68). Cependant plusieurs observations de notre étude contredisent l'hypothèse sur l'action des produits de corrosion.

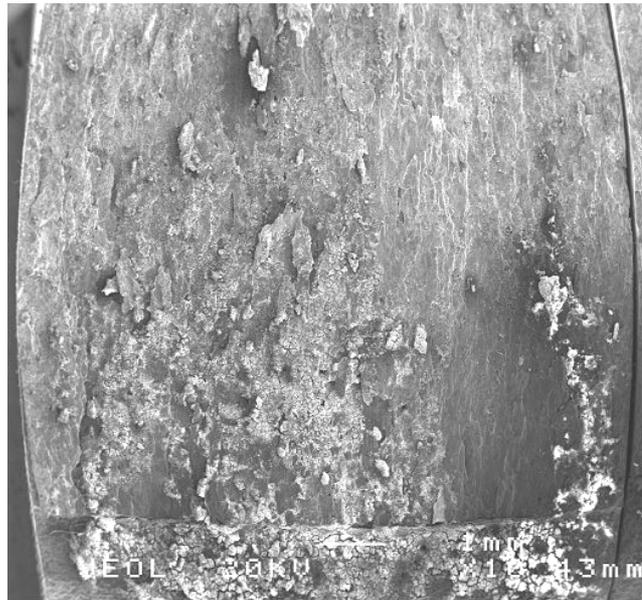


Figure VI-68. Observation au MEB de nombreux produits de corrosion sur les surfaces de rupture.

Tout d'abord, l'essai réalisé à déplacement imposé, décrit dans le chapitre III, avait pour but de détecter un effet mécanique de ces produits de corrosion : à déplacement imposé nous avons mesuré la charge sur la ligne de chargement. Lors de la propagation en corrosion sous contrainte, si la cellule enregistre une déviation importante par rapport à la charge théorique calculée pour une longueur de fissure et une ouverture (COD) données, alors il est possible que les produits de corrosion exercent une action mécanique sur la fissure.

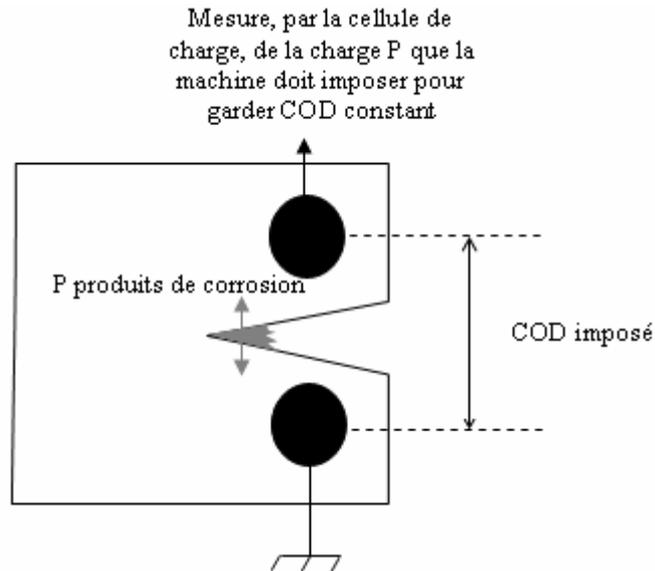


Figure VI-69. Déplacement imposé et détection de la charge induite par les produits de corrosion.

A partir de la longueur de fissure et du déplacement imposé par le vérin de la machine, la charge théorique que la cellule devrait enregistrer a été déterminée sur Abaqus, avec le modèle 3D décrit dans le chapitre III, en déformations planes. La comparaison entre cette charge théorique et la charge expérimentale mesurée pendant l'essai est effectuée en Figure VI-70. On ne voit pas d'écart important entre les deux valeurs, ce qui suppose que les produits de corrosion n'ont pas induit de charge mécanique notable sur la fissure. On rappelle que les fluctuations expérimentales ne sont pas le signe d'un phénomène particulier au niveau de la fissure et sont dues à l'asservissement de la machine.

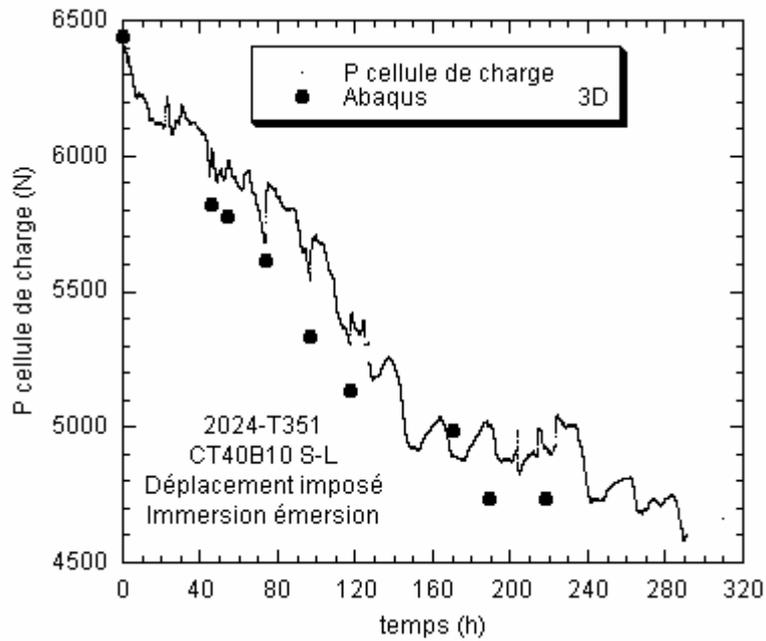


Figure VI-70. Détection des produits de corrosion. Comparaison entre la charge théorique déterminée sous Abaqus et la charge mesurée pendant l'essai à déplacement imposé, en immersion-émersion.

Ensuite, le mécanisme décrit en Figure VI-65 suppose que le facteur d'intensité de contrainte réel, K_{effectif} , en pointe de fissure est du à deux termes : le facteur nominal K_{nominal} du au chargement de l'éprouvette, et le facteur K_{produits} induit par les produits de corrosion : $K_{\text{effectif}} = K_{\text{nominal}} + K_{\text{produits de corrosion}}$. Or, à effort statique constant, lorsque la longueur de fissure augmente, K_{nominal} augmente (Figure VI-71a). Pour atteindre le K à rupture de l'éprouvette, ou plus précisément le K à rupture des joints de grains fragilisés, K_{rupture} , K_{produits} doit donc atteindre une valeur critique, K_{critique} , qui diminue au cours de la propagation (Figure VI-71a). Ceci implique que le temps mis par les produits de corrosion pour atteindre une taille critique induisant ce K critique diminue. Finalement, ceci implique que le temps entre chaque avancée brutale doit diminuer, ce qui induit des vitesses de propagation qui augmentent lorsque la longueur de fissure augmente. Sous effort statique, si la longueur de fissure augmente, alors K_{nominal} augmente, donc on devrait obtenir une vitesse de propagation da/dt qui augmente avec K_{nominal} (Figure VI-71b). Cette dernière implication n'est pas compatible avec la vitesse constante en fonction de K observée dans le plateau de la courbe da/dt - K pour l'alliage 2024-T351.

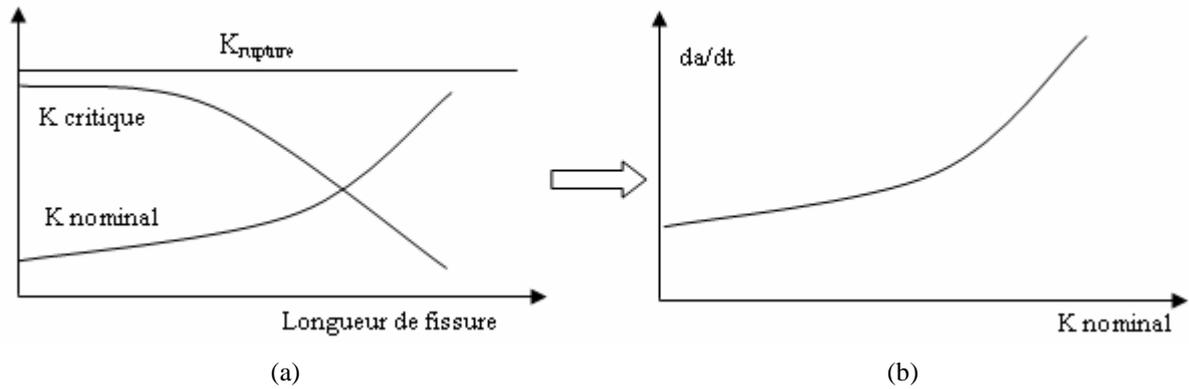


Figure VI-71. Modélisation de l'action des produits de corrosion et implication de ce modèle sur la courbe da/dt -K.

Enfin, les résultats de fatigue en immersion-émersion contredisent également l'hypothèse liée aux produits de corrosion. En effet, on a supposé qu'un mécanisme de type corrosion sous contrainte apparaissait en fatigue pour cet environnement. Si les produits de corrosion, en occupant un volume important au sein de la fissure, induisent cette corrosion sous contrainte, cela nécessite qu'ils soient en contact avec les lèvres de la fissure. La fermeture de fissure est alors totale, c'est-à-dire que l'on tend vers $\Delta K_{eff} = 0$. La propagation de la fissure en fatigue avec immersion-émersion serait donc seulement due à la propagation en corrosion sous contrainte. Or les vitesses de propagation en fatigue sous immersion-émersion sont supérieures à la vitesse théorique de corrosion sous contrainte pour un chargement de 0.1 Hz. Ceci implique que la contribution cyclique du chargement n'est pas nulle, donc que l'on a $\Delta K_{eff} \neq 0$. Cette dernière observation contredit l'hypothèse des produits de corrosion.

En conclusion, les résultats de fatigue en immersion émersion, le plateau de la courbe da/dt -K, et le résultat de l'essai réalisé à déplacement imposé contredisent l'hypothèse d'un effort mécanique induit par les produits de corrosion.

VI.5.3.4 Modification des cinétiques des réactions électrochimiques

Les études de Braun [50, 80, 81], de Craig *et al.* [77] et de Moran et Stoner [82] supposent que la différence entre immersion permanente et immersion-émersion provient de modifications des réactions chimiques et électrochimiques en pointe de fissure.

En corrosion atmosphérique et aqueuse, il est clairement admis que les cycles immersion séchage accélèrent la corrosion de la plupart des métaux et alliages [92]. Les alliages d'aluminium sont moins sensibles à ces cycles sauf les alliages contenant du cuivre [92], donc en particulier les alliages de la série 2XXX. Selon Vargel, cette différence avec l'immersion permanente est attribuée à l'apport en oxygène. A chaque immersion, le film d'humidité, qui a disparu à cause du séchage, se reforme en apportant de l'oxygène, ce qui favorise les réactions cathodiques et finalement la dissolution du métal [92]. C'est ainsi que sur les structures marines, les zones subissant de

l'immersion-émersion se corrodent ainsi toujours plus vite que les zones constamment immergées [92]. Ceci est en accord avec l'hypothèse d'Evans, qui avance qu'en immersion totale, la quantité d'oxygène contrôle la vitesse de corrosion [86].

De plus, pendant la phase d'émersion suivant une immersion en solution, l'eau contenue dans la fissure va s'évaporer mais les espèces agressives, dans notre cas les ions chlorure, vont rester. Par conséquent la concentration en ions chlorure dans la solution en contact avec la pointe de fissure augmente, ce qui rend la solution plus agressive et accélère les cinétiques de corrosion en pointe de fissure par rapport à l'immersion permanente. On peut donc supposer que la corrosion sous contrainte existe en immersion permanente comme elle existe en immersion-émersion, mais qu'elle mène à des cinétiques de fissuration beaucoup plus faibles. Les avancées de fissures obtenues en immersion permanente, sur éprouvettes de dimension moyenne comme les CT40B10 que nous utilisons, ne seraient mesurables qu'après de très longues périodes, impossibles à reproduire en laboratoire

Cheng *et al.* [63] examinent la corrosion du 2024-T3, en contact avec des films de solution saline à 3%NaCl de différentes épaisseurs. Ils mesurent la densité de courant en fonction du potentiel appliqué à l'éprouvette. Les auteurs montrent que, pour de très faibles épaisseurs d'électrolyte, la densité de courant et la vitesse de corrosion peuvent fortement augmenter par rapport à l'immersion dans un grand volume de solution (Figure VI-72). Selon les auteurs, l'épaisseur d'électrolyte gouverne de façon complexe les cinétiques des processus chimiques et électrochimiques en pointe de fissure. Or en immersion-émersion, l'épaisseur d'électrolyte varie d'une épaisseur très importante lors de l'immersion, jusqu'à une épaisseur nulle si le séchage est total. Entre ces deux valeurs extrêmes, elle adopte les gammes de valeurs étudiées par Cheng *et al.*

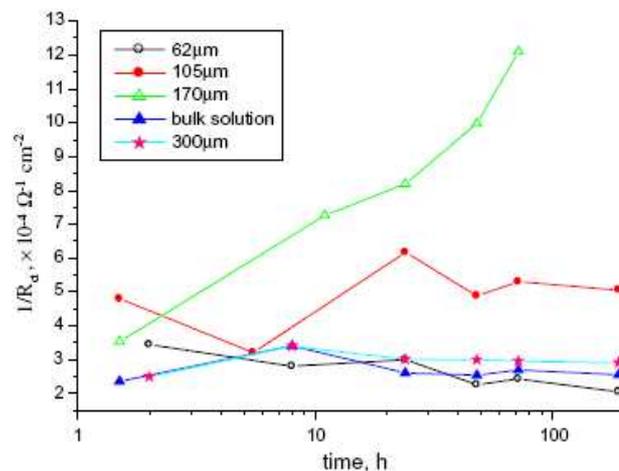


Figure VI-72. Travaux de Cheng *et al.* [63]. Vitesses de corrosion pour différentes épaisseurs d'électrolyte.

Finalement, la dernière hypothèse suppose qu'il n'y a pas de différence fondamentale entre l'immersion permanente et l'immersion-émersion. L'immersion-émersion permet d'accélérer les

cinétiques de corrosion intergranulaire, en modifiant les cinétiques des réactions chimiques et électrochimiques en pointe de fissure. Cette accélération de la corrosion par rapport à l'immersion permanente induirait alors des vitesses de fissuration suffisamment élevées pour être détectées sur une durée de quelques jours. Même si aucune preuve directe ne permet d'étayer cette hypothèse, aucun des résultats expérimentaux présentés ici ne la contredit.

VI.5.3.5 Bilan sur l'effet de l'immersion émerision

Trois hypothèses ont été illustrées et discutées : émoussement important de la fissure menant à une réduction de l'intensité des contraintes en pointe de fissure, chargement mécanique induit par les produits de corrosion, et modification des cinétiques de corrosion. Le Tableau VI-6 résume les arguments expérimentaux pour et contre ces différentes hypothèses. Les observations expérimentales ne semblent pas en accord avec l'émoussement de la fissure et les produits de corrosion. Aucun argument ne contredit l'hypothèse d'une modification des cinétiques de corrosion. Cette troisième hypothèse est donc la plus probable.

	Arguments en faveur	Arguments contradictoires	Analyses supplémentaires à réaliser
Emoussement de la fissure	- Solution saline très agressive	- Propagation en i/e repart après une immersion permanente - Chemin de fissure au cœur ne montre pas d'émoussement important - N'explique pas l'influence de l'eau en fond de cellule	
Action mécanique des produits de corrosion	- Observation visuelle de nombreux produits de corrosion - Explique l'influence de l'eau en fond de cellule qui ne permet pas de sécher et de créer des produits solides	- Désaccord avec le plateau de la courbe da/dt-K - Désaccord avec les essais de fatigue en immersion-émersion - Essai à déplacement imposé : pas de détection de l'effort des produits de corrosion	
Modification des cinétiques des réactions en pointe de fissure	- En accord avec l'influence de l'eau en fond de cellule qui ne permet pas de sécher et de diminuer suffisamment l'épaisseur de la couche d'électrolyte		- I/e en solution désaérée - Mesure de potentiel et de densité de courant lors des phases d'immersion, comparaison avec les conditions en immersion permanente - Immersion permanente avec une solution fortement chargée en chlorures et enrichie en oxygène

Tableau VI-6. Confrontation des observations expérimentales avec les hypothèses de la littérature sur la différence entre immersion-émersion et immersion permanente.

VI.5.4 Conclusion sur l'influence de l'immersion émerision en propagation de fissures de fatigue

Le deuxième objectif de l'étude était d'examiner l'influence d'une immersion émerision en fissuration par fatigue sur l'alliage 2024-T351 dans le sens S-L.

A une fréquence de 0.1 Hz, à R=0.7, une immersion en solution saline plusieurs fois par jour peut fortement accélérer la propagation par rapport l'air, l'immersion permanente à la même fréquence en solution saline et en eau distillée, avec apparition d'une rupture majoritairement intergranulaire, comparable à celle observée en CSC. L'hypothèse retenue pour expliquer ce comportement est que, lors de la fatigue en immersion-émersion, un dommage dépendant du temps de type corrosion sous contrainte apparaît et se superpose au dommage créé par la déformation cyclique. Toutefois des essais supplémentaires sont nécessaires pour confirmer cette hypothèse, notamment en faisant varier la fréquence de chargement.

La modification des conditions chimiques et électrochimiques (apport d'oxygène, augmentation de la concentration en ions chlorure) au sein de la fissure paraît le processus le plus à même de rendre compte de la différence de comportement en corrosion sous contrainte et fatigue corrosion entre une immersion permanente et une immersion émerision.

Il a été démontré dans cette étude que la propagation de fissures de fatigue en immersion permanente dépend du temps de montée et ne dépend pas du temps d'immersion. Or, si en immersion-émersion la CSC se superpose à la fatigue transgranulaire, la CSC étant un phénomène dépendant du temps, la propagation en fatigue corrosion sera dépendante du temps d'immersion. Par conséquent il y aura une différence fondamentale de comportement entre la fatigue en immersion permanente et la fatigue en immersion-émersion, en particulier à faible fréquence. Toutefois, une conclusion définitive sur ce point ne saurait être établie sans essais complémentaires, pour différentes fréquences et de plus faibles valeurs de ΔK .

VI.6 Applicabilité aux autres alliages d'aluminium

VI.6.1 Introduction

Dans cette dernière partie nous apporterons des éléments de réponse au troisième objectif de l'étude, à savoir la possibilité d'extrapoler le comportement de l'alliage 2024 observé dans cette étude aux autres familles d'alliages d'aluminium aéronautiques. Pour cela nous dresserons une bibliographie du comportement des autres familles d'alliages puis nous discuterons les notions d'effet de fréquence négatif et de lien entre la sensibilité à la corrosion sous contrainte et à la fatigue corrosion.

VI.6.2 Analyse bibliographique

Le Tableau VI-7, établi à partir des documents [46, 93-95], synthétise les résultats sur la corrosion intergranulaire, la corrosion sous contrainte et la fatigue corrosion des principales familles d'alliages courantes en aéronautique. Ces données sont ensuite détaillées dans la suite du rapport.

Famille d'alliages	Résistance à		
	la corrosion intergranulaire (CI)	la corrosion sous contrainte (CSC)	la fatigue corrosion
2XXX Al-Cu Al-Cu-Mg	BASSE pour T3 MOYENNE pour T6-T8 Précipitation du cuivre le long des joints de grains et création d'une zone appauvrie en cuivre et anodique. T3 : attaque continue le long du joint. T8 : piqûres localisées, aux joints et dans les grains.	BASSE à T3 HAUTE à T6-T8 Seulement en milieu aqueux	Effet de fréquence négatif. Rupture intergranulaire et régime de pente 2 pour 2024-T351 S-L. Pas de rupture intergranulaire pour 2024-T851 S-L.
2XXX 8XXX Al-Cu-Li			Effet de fréquence négatif. Rupture intergranulaire et régime de pente 2 pour 2090 [11, 37, 59]
5XXX Al-Mg	HAUTE si % Mg < 3% BASSE si % Mg > 3% Lors du revenu, précipitation possible d'une phase Al ₃ Mg ₂ continue le long des grains et anodique par rapport à la matrice qui cause sensibilité à la corrosion et à la CSC. CSC seulement en milieu aqueux		Effet de fréquence négatif mais pas de pente 2 sur Al-7%Mg sens L. R=0. [30] Pas de pente 2 à 10 Hz R=-1 3%NaCl pour Al-2.4-3%Mg [96]
6XXX Al-Mg-Si	MOYENNE Réseau de piqûres le long des joints de grains	FORTE	Effet de fréquence négatif [32, 33]
7XXX Al-Zn-Mg Al-Zn-Mg-Cu	Différence de comportement entre 7XXX avec ou sans cuivre. Les 7XXX sans cuivre se démarquent des autres alliages car peuvent fissurer en CSC pour plus d'environnements, notamment gazeux		Vapeur d'eau augmente les vitesses par rapport à l'air [97] Effets de fréquence variés.

Tableau VI-7. Résistance à la corrosion intergranulaire, à la corrosion sous contrainte et à la fatigue corrosion pour différentes familles d'alliages d'aluminium corroyés.

VI.6.2.1 Alliages Al-Cu-Li 2XXX et 8XXX

Pour les alliages Al-Cu-Li de la série 2XXX et les alliages 8090 et 8091, la dissolution anodique est le mécanisme le plus couramment évoqué pour expliquer la corrosion sous contrainte intergranulaire [95, 98, 99]. Peu de données sont disponibles sur la fatigue corrosion des alliages 8XXX.

VI.6.2.2 Alliages de la famille 5XXX

Burleigh a réalisé une revue littéraire des études menées dans les années 1980 sur la CSC des alliages d'aluminium 5XXX [95]. Il ressort que pour ce type d'alliage, le mécanisme le plus généralement admis est la fragilisation par l'hydrogène en pointe de fissure.

Pour un Al-7%Mg sollicité dans le sens L, à R=0 sous un signal sinusoïdal, Ford [30] observe un effet de fréquence négatif sur les vitesses de propagation mais pas de régime de pente 2 pour la

droite $da/dN-\Delta K$. L'auteur ne fournit pas d'observations microfractographiques donc on ne peut pas savoir s'il observe une rupture intergranulaire. On a vu dans ce chapitre que Ford explique l'effet de fatigue corrosion qu'il observe essentiellement par la dissolution anodique en pointe de fissure.

Khan [96] étudie la fatigue corrosion du 5454-H32. Cet alliage contient moins de 3% de Mg et ne devrait donc pas être sensible à la fissuration en corrosion sous contrainte. Khan n'observe pas de pente 2 en solution saline, à 10 Hz et $R=-1$ sous un signal sinusoïdal. Le milieu, la fréquence de chargement et le signal sont des conditions propices à l'apparition d'un régime de pente 2, d'après nos essais. Cependant le rapport de charge ne correspond pas aux conditions que nous avons étudiées. On ne peut donc pas savoir si pour un rapport de charge adapté (rapport élevé), une rupture intergranulaire et un régime de pente 2 apparaîtraient sur cet alliage.

VI.6.2.3 Alliages de la famille 6XXX

Trockels, Gysler et Lutjering [32, 33] ne voient pas d'apparition d'une rupture intergranulaire ni de régime de pente 2 pour le 6013-T6 T-L, dans une solution à 3.5%NaCl avec inhibiteurs de corrosion et à $R=0.1$. Ceci est cohérent avec les résultats de cette étude pour le 2024-T851 S-L à $R=0.7$, et nos résultats sur le 2024-T351 S-L à $R=0.1$. On peut donc penser que l'alliage 6013-T6 T-L n'est pas susceptible de montrer une rupture intergranulaire de fatigue corrosion menant à une forte augmentation des vitesses et un régime de pente 2. Pour le 6013-T6, le lien entre le type de corrosion intergranulaire observée (piqûres), la sensibilité à la corrosion sous contrainte et la sensibilité à la rupture intergranulaire en fatigue corrosion, vont dans le même sens que les résultats de cette étude sur le 2024. Notons tout de même que leurs fréquences étudiées sont 20 Hz, où l'effet d'environnement est peut-être inhibé, et 1-0.1 Hz, où nous avons vu la disparition de la rupture intergranulaire. De plus la solution utilisée contient des inhibiteurs de corrosion. Leurs résultats sont donc à considérer avec précaution.

VI.6.2.4 Alliages de la famille 7XXX

Les alliages de la famille 7XXX diffèrent des autres familles car ils sont susceptibles à la corrosion sous contrainte dans des environnements généralement inoffensifs pour les autres familles, en particulier certains environnements gazeux. Les mécanismes actifs dans le cas des alliages 7XXX sont encore sujets à controverse. Selon Burleigh [95], les deux tiers des auteurs privilégient la fragilisation par l'hydrogène. Les autres mécanismes avancés sont la dissolution anodique et la rupture d'un fragile d'un film passif. Il semble, de façon générale, nécessaire de différencier les alliages 7XXX contenant du cuivre et les alliages 7XXX sans cuivre [46, 92].

VI.6.3 Effet de fréquence négatif en fatigue corrosion

Les résultats sur des alliages de la série 2XXX et notamment les aluminiums-lithium, et sur des alliages de la série 6XXX supposent qu'un matériau sensible principalement à la dissolution anodique pourra montrer l'effet de fréquence négatif que nous avons observé. Brown, Sprowls et Shumaker [94] classifient différents types de fissuration assistée par l'environnement et avancent également cette hypothèse (Tableau VI-8, [94]). Selon ces auteurs, un matériau plutôt sensible à la fragilisation par l'hydrogène n'exhibera pas d'interaction avec la passivation en fatigue corrosion et montrera un effet de fréquence positif, c'est-à-dire des vitesses qui augmentent lorsque la fréquence diminue.

Type	Cause of Cracking	A Stress	B Oxidation Reduction	Interaction A and B	Type of Failure
1	Stress Corrosion	Sustained Tension	Yes	Synergistic	Chemical Mechanical
2	Corrosion Fatigue	Intermittent	Yes	Synergistic	Chemical Mechanical
3	Area Reduction by Corrosion	Sustained	Yes	Additive	Mechanical
4	Hydrogen Embrittlement	Sustained	No	None	Mechanical
5	Fatigue	Intermittent	No	None	Mechanical

Tableau VI-8. Classification des modes de rupture en fatigue et corrosion sous contrainte (Brown, Sprowls et Shumaker [94]).

VI.6.4 Lien entre sensibilité à la corrosion sous contrainte et à la fatigue corrosion

Dans cette étude, pour l'alliage 2024-T351, le sens S-L s'est révélé plus sensible que le sens L-T en corrosion sous contrainte comme en fatigue corrosion. De même, l'état T351 s'est montré plus sensible que l'état T851, pour les deux modes de fissuration. Ainsi, en immersion permanente on observe un effet synergétique marqué uniquement dans les conditions où l'alliage montre une grande sensibilité à la corrosion sous contrainte (sens S-L, état T351), et cela même si le mode de propagation se montre différent entre la fatigue corrosion et la corrosion sous contrainte (rupture totalement intergranulaire en corrosion sous contrainte, rupture majoritairement transgranulaire avec un peu de rupture intergranulaire en fatigue corrosion). Par conséquent, un lien étroit est démontré entre sensibilité à la corrosion sous contrainte et sensibilité à la fatigue corrosion.

Références Bibliographiques

1. J. Petit, G. Hénaff, and C. Sarrazin Baudoux, Environmentally Assisted Fatigue in the Gaseous Atmosphere, in *Comprehensive Structural Integrity*, I. Milne, D. Ritchie, and B. Karihaloo, Editors. 2003. p. 211-280.
2. C. Gasquères, Fissuration par Fatigue et Ténacité d'Alliages d'Aluminium 2XXX à 223K, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2006
3. C. Gasquères, C. Sarrazin-Baudoux, J. Petit, and D. Dumont, Fatigue crack propagation in an aluminium alloy at 223 K, *Scripta Materialia*, 53(12), 2005. p. 1333-1337.
4. G. Henaff, K. Marchal, and J. Petit, On Fatigue-Crack Propagation Enhancement by a Gaseous Atmosphere - Experimental and Theoretical Aspects, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 43(8), 1995. p. 2931-2942.
5. G. Henaff, G. Odemer, and A. Tonneau-Morel, Environmentally-assisted fatigue crack growth mechanisms in advanced materials for aerospace applications, *International Journal of Fatigue*
Fatigue Damage of Structural Materials VI, The Sixth International Conference on Fatigue Damage of Structural Materials, 29(9-11), 2007. p. 1927-1940.
6. M.C. Lafarie-Frenot, Etude de la fermeture des fissures de fatigue dans le vide. Influence des mécanismes de rupture., Université de Poitiers, 1986
7. Y.J. Ro, S.R. Agnew, and R.P. Gangloff, Fatigue Crack Surface Crystallography of Precipitation Hardened Aluminium Alloys, Fatigue 2006. Atlanta, Georgia, USA, Elsevier, 2006.
8. D.A. Meyn, The Nature of Fatigue-Crack Propagation in Air and Vacuum for 2024 Aluminum, *Trans ASM*, 61(1), 1968. p. 52-61.
9. N. Ranganathan, J. Petit, S. Li, J.P. Bailon, and J.I. Dickson, Fatigue crack growth mechanisms in a 8090 T651 aluminium alloy, Fatigue'93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, EMAS, 1993.
10. I. Sinclair and P.J. Gregson, Fatigue 93. Montreal, Quebec, Canada, J.P. Bailon and J.I. Dickson, 1993, 635.
11. R.S. Piascik and R.P. Gangloff, Environmental Fatigue of an Al-Li-Cu Alloy: Part I. Intrinsic Crack Propagation Kinetics in Hydrogenous Environments, *Metall Trans*, 22A, 1991. p. 2415-2428.
12. C. Nicolas, Université de Poitiers, 1993
13. F. Adiwijayanto, Université de Poitiers, 1994
14. R. Sunder, A unified model of fatigue kinetics based on crack driving force and material resistance, *International Journal of Fatigue*
Fatigue Damage of Structural Materials VI, The Sixth International Conference on Fatigue Damage of Structural Materials, 29(9-11), 2007. p. 1681-1696.
15. J. Petit, Some aspects of near-threshold fatigue crack growth: microstructural and environmental effects, Fatigue Crack Growth Thresholds Concepts. Philadelphia, Pennsylvania, D.L. Davidson and S. Suresh, 1983, 3-25.
16. Y.J. Ro, S.R. Agnew, and R.P. Gangloff, Crystallography of Fatigue Crack Propagation in Precipitation-Hardened al-Cu-Mg/Li, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38A, 2007. p. 3042.
17. J. Petit, G. Henaff, and C. Sarrazin-Baudoux, Mechanisms and modeling of near-threshold fatigue crack propagation, in *Fatigue Crack Growth Thresholds, Endurance Limits, and Design*, J.C. Newman and R.S. Piascik, Editors. 2000, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS SPECIAL TECHNICAL PUBLICATION. p. 4-30.
18. R.M.N. Pelloux, Mechanisms of Formation of Ductile Fatigue Striations, *Trans ASM*, 62(1), 1969. p. 281-285.

19. C.J. Beevers, Some Aspects of Fatigue Crack Growth in Metals and Alloys, Fracture 1977. Waterloo, Canada, D.M.R. Taplin, University of Waterloo Press, 1977, 239-260.
20. J. De Fouquet, Effet d'environnement, in *La Fatigue des Matériaux et des Structures*, C. Bathias and J.P. Bailon, Editors. 1980, Les Presses de l'Université de Montréal. p. 291-310.
21. K.J. Nix and H.M. Flower, The Micromechanisms of Fatigue Crack Growth in a Commercial Al-Zn-Mg Alloy, *Acta metall*, 30, 1982. p. 1549-1559.
22. G.G. Garrett and J.F. Knott, Crystallographic Fatigue Crack Growth in Aluminium Alloys, *Acta Metallurgica*, 23, 1975. p. 841.
23. K.R.L. Thompson and J.V. Craig, Fatigue Crack Growth Along Cleavage Planes in an Aluminum Alloy, *Metallurgical Transactions*, 1, 1970. p. 1047.
24. G. Odemer, Tolérance au dommage avec prise en compte des interactions fatigue-fluage de l'alliage d'aluminium 2650 T6, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2005
25. G. Odemer, G. Henaff, and B. Journet, Creep crack growth resistance of an age hardened aluminium alloy for supersonic applications, *Scripta Materialia*, 54(1), 2006. p. 51-55.
26. F. Sarioglu and F.O. Orhaner, Effect of prolonged heating at 130 degrees C on fatigue crack propagation of 2024 Al alloy in three orientations, *Mater Sci Eng A Struct Mater*, 248(1-2), 1998. p. 115-119.
27. S.P. Lynch, Mechanisms of Fatigue and Environmentally Assisted Fatigue, ASTM-NBS-NSF symposium. Kansas City, J.T. Fong, ASTM STP, 1979, 174-213.
28. M. Benguediab, M. Mazari, M. Zemri, and N. Ranganathan, Correlation between crack growth rate and fractography observations in 2024-T351 Aluminum Alloy, *Arab J Sci Eng*, 24(2B), 1999. p. 261-270.
29. M. Pachoutinsky, Influence de la synergie fatigue-corrosion sur la propagation de fissures dans l'alliage d'aluminium 2024-T351, 2005
30. F.P. Ford, Corrosion Fatigue Crack Propagation in Aluminum-7% Magnesium Alloy, *Corrosion*, 35(7), 1979. p. 281-287.
31. D. Aliaga and E. Budillon, Corrosion fatigue behaviour of some aluminium alloys AGARD-CP-316, 1981
32. I. Trockels, A. Gysler, and G. Lütjering, Influence of Frequency on Fatigue Crack Propagation Behavior of Aluminum Alloys in Aggressive Environment, Fatigue'96. 1996.
33. I. Trockels, G. Lütjering, and A. Gysler, Effect of Frequency on Fatigue Crack Propagation Behavior of the Aluminum Alloy 6013 in Corrosive Environment, *Materials Science Forum*, 217-222, 1996. p. 1599-1604.
34. I. Haase, K. Nocke, H. Worch, G. Zouhar, and G. Tempus, An investigation of the fatigue behaviour of the aluminium alloy AA 6013 T6 in a corrosive medium, *Prakt. Metallogr.*, 38(3), 2001.
35. K. Nocke, F. Bergner, H. Bersch, I. Haase, H. Worch, G. Tempus, and E. Loechelt, Environment-sensitive fracture of aluminium alloy 6013, *Materials and Corrosion-Werkstoffe Und Korrosion*, 51(9), 2000. p. 628-634.
36. I. Haase, K. Nocke, M. Ruhnaw, and H. Worch, Behavior of coarse precipitates in the aluminum alloy AA 6013 T6 when under a cyclic load in a corrosive medium, *Praktische Metallographie-Practical Metallography*, 38(11), 2001. p. 647-660.
37. R.S. Piascik and R.P. Gangloff, Aqueous Environment Effects on Intrinsic Corrosion Fatigue Crack Propagation in an Al-Li-Cu Alloy, 1st International Conference on Environment Induced Cracking of Metals. Kohler, Wisconsin, USA, R.P. Gangloff and M.B. Ives, NACE, 1988, 233.
38. H.-J. Schmidt and B. Brandecker, Corrosion fatigue, data and design from an aircraft manufacturer's point of view, Fatigue'96. 1996.
39. C.H. Zamponi, S.T. Sonneberger, M. Haaks, I. Müller, T. Staab, K. Maier, and G. Tempus, Investigation of fatigue cracks in aluminium alloys 2024 and 6013 in laboratory air and corrosive environment, *Journal of Materials Science*, 39(23), 2004. p. 6951-6956.
40. A.W. Bowen, Corrosion Fatigue of Aircraft Materials AGARD-R-659, 1977
41. R.J.H. Wanhill, Corrosion Fatigue of Aircraft Materials AGARD-R-659, 1977
42. C. Bathias, Corrosion Fatigue of Aircraft Materials AGARD-R-659, 1977

43. J.A. Feeney, J.C. McMillan, and R.P. Wei, Environmental Fatigue Crack Propagation of Aluminum Alloys at Low Stress Intensity Levels, *Metall Trans*, 1, 1970. p. 1741.
44. A.D.B. Gingell and J.E. King, The effect of frequency and microstructure on corrosion fatigue crack propagation in high strength aluminium alloys, *Acta Materialia*, 45(9), 1997. p. 3855-3870.
45. A.W. Thompson and I.M. Bernstein, The Role of Plastic Fracture Processes in Hydrogen Embrittlement, *Fracture 1977*, 4th International Conference on Fracture. Waterloo, Canada, D.M.R. Taplin, University of Waterloo press, 1977, 249-254.
46. D.O. Sprowls and R.H. Brown, Stress corrosion mechanism for aluminum alloys, International corrosion conference series NACE 1. 1969.
47. F. Gourcuff, C. Renon, and H. Martinod, Study of the Process of Stress Corrosion Cracking in an Aluminum Alloy, *Mem Sci Rev Metal*, 69(12), 1972. p. 889-902.
48. M.O. Speidel, Stress Corrosion Cracking of Aluminium Alloys, *Met. Trans.*, 6A, 1975. p. 631.
49. D.A. Little, B.J. Connolly, and J.R. Scully, An electrochemical framework to explain the intergranular stress corrosion behavior in two Al-Cu-Mg-Ag alloys as a function of aging, *Corrosion Science*, 49(2), 2007. p. 347-372.
50. R. Braun, Investigation of the SCC Behaviour of Alloy 2024 Using the Slow Strain Rate Technique, *Werkstoffe und Korrosion*, 44(3), 1993. p. 73-82.
51. Aluminum and Aluminum Alloys, in *ASM Specialty Handbook*, J.R. Davis and D. Associates, Editors. 1993, ASM International.
52. R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium. M1290, in www.techniques-ingenieur.fr.
53. D. Li, R.P. Gangloff, G.H. Bray, M. Glazov, and R.J. Rioja, Aging Dependent Intrinsic Fatigue Crack Propagation in AA2024, Materials Solutions Conference. Indianapolis, Indiana, M. Tiryakioglu, ASM international, 2001, 105-118.
54. V. Guillaumin and G. Mankowski, Localized corrosion of 2024 T351 aluminium alloy in chloride media, *Corrosion Science*, 41(3), 1999. p. 421-438.
55. N. Pauze, Fatigue corrosion dans le sens travers court de tôles d'aluminium 2024-T351 présentant des défauts de corrosion localisée, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne, 2008
56. Y.G. Chun, S.I. Pyun, and S.M. Lee, The Influence of Loading Frequency on the Fatigue Crack Propagation Behaviour of Al-Zn-Mg Alloy at Low Cyclic Stress Intensity Level in 3.5 wt % NaCl solution, *J. Mater. Sci. Lett.*, 10(24), 1991. p. 1439-1442.
57. J.D. Atkinson and T.C. Lindley, The Effect of Frequency and Temperature on Environmentally Assisted Fatigue Crack Growth Below KISCC in Steels, *I. Mech. E. Conf. Publ.*, 4, 1977. p. 65-74.
58. D.B. Dawson and R.M. Pelloux, Corrosion Fatigue Crack Growth of Titanium Alloys in Aqueous Environments, *Metallurgical Transactions*, 5, 1974.
59. R.S. Piascik and R.P. Gangloff, Environmental Fatigue of an Al-Li-Cu Alloy .2. Microscopic Hydrogen Cracking Processes, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 24, 1993. p. 2751-2762.
60. J. Gui and T.M. Devine, Influence of Lithium on the Corrosion of Aluminum, *Scripta metall*, 21, 1987. p. 853-57.
61. J.R. Ambrose, PhD Thesis, University of Maryland, 1972
62. J.S. Warner and R.P. Gangloff, Private communication. 2008.
63. Y.L. Cheng, Z. Zhang, F.H. Cao, J.F. Li, J.Q. Zhang, J.M. Wang, and C.N. Cao, A study of the corrosion of aluminium alloy 2024-T3 under thin electrolyte layers, *Corrosion Science*, 46(7), 2004. p. 1649-1667.
64. F.P. Ford and P.W. Emigh, The Prediction of the Maximum Corrosion Fatigue Crack Propagation Rate in the Low Alloy Steel De Oxygenated Water System at 288°C, *Corrosion Science*, 25(8/9), 1985. p. 673-692.
65. F.P. Ford, Quantitative prediction of environmentally assisted cracking, *Corrosion*, 52(5), 1996. p. 375-395.
66. F.P. Ford and M. Silverman, The Prediction of Stress Corrosion Cracking of Sensitized 304 Stainless Steel in 0.01M Na₂So₄ at 97°C, *Corrosion*, 36(10), 1980. p. 558-565.

67. C. Blanc, B. Lavelle, and G. Mankowski, The Role of Precipitates Enriched with Copper on the Susceptibility to Pitting Corrosion of the 2024 Aluminium Alloy, *Corrosion Science*, 39(3), 1997. p. 495-510.
68. J. Idrac, G. Mankowski, G. Thompson, P. Skeldon, Y. Kihn, and C. Blanc, Galvanic corrosion of aluminium-copper model alloys, *Electrochimica Acta*
ELECTROCHEMICAL METHODS IN CORROSION RESEARCH Selection of papers from the 9th International Symposium (EMCR 2006) 18-23 June 2006, Dourdan, France, 52(27), 2007. p. 7626-7633.
69. K. Sahasakmontri and H. Horii, An Analytical Model of Fatigue Crack-Growth Based on the Crack-Tip Plasticity, *Engineering Fracture Mechanics*, 38(6), 1991. p. 413-437.
70. R.J. Selines and R.M. Pelloux, Effect of Cyclic Stress Waveform on Corrosion Fatigue Crack Propagation of Al-Zn-Mg Alloys, *Metallurgical Transactions*, 3, 1972. p. 2525-2531.
71. Y. Chabanne, Interactions fatigue-fluage-corrosion sur la résistance à la fissuration des alliages de titane, Université de Poitiers, 2000
72. C. Sarrazin, Modelling of Fatigue-Corrosion in Ti6246 alloy at 500°C, *Fatigue & Fract Engng Mater Struct*, 28, 2005. p. 1161-1168.
73. R.P. Wei and J.D. Landes, *Mat. Res. and Standards*, 9(7), 1969. p. 9.
74. R. Braun, in *Aluminium Lithium*, M. Peters and P.-J. Winkler, Editors. 1992. p. 697.
75. M.V. Hyatt, Use of Precracked Specimens in Stress Corrosion Testing of High Strength Aluminum Alloys, *Corrosion*, 26(11), 1970. p. 487-503.
76. L. Schra and R.J.H. Wanhill, The influence of different environments on SCC of high strength aluminium alloy forgings, *Aluminium*, 59(3), 1983. p. 191-194.
77. J.G. Craig, R.C. Newman, M.R. Jarrett, and N.J.H. Holroyd, *Journal de physique colloque C3*, 48, 1987.
78. ASTM, G44-99. Exposure of metals and alloys by alternate immersion in neutral 3.5% sodium chloride solution, 1999
79. ASTM, G47-98. Standard Test Method for Determining Susceptibility to SCC of 2XXX and 7XXX Aluminium Alloy Products., 1998
80. R. Braun, Comparison of accelerated SCC tests performed on the aluminium alloy 2014-T651, *Werkstoffe und Korrosion*, 43(9), 1992. p. 453-458.
81. R. Braun, Anion effects on the stress corrosion cracking behaviour of aluminium alloys, *Materials and Corrosion*, 54(3), 2003. p. 157-162.
82. J.P. Moran and G.E. Stoner, Solution Chemistry Effects on the Stress Corrosion Cracking Behavior of Alloy 2090 (Al-Li-Cu) and Alloy 2024 (Al-Cu-Mg), 5th International Aluminum-Lithium Conference. Virginia USA, 1989, 1187-1196.
83. N.J.H. Holroyd, A. Gray, G.M. Scamans, and R. Hermann, Aluminium-Lithium III. 1986, Institute of Metals: London. p. 310.
84. M.J. Robinson and N.C. Jackson, The Influence of grain structure and intergranular corrosion rate on exfoliation and stress corrosion cracking of high strength Al-Cu-Mg alloys, *Corrosion Science*, 41, 1999. p. 1013-1028.
85. M. Posada, L.E. Murr, C.-S. Niou, D. Roberson, D. Little, R. Arrowood, and D. George, Exfoliation and Related Microstructures in 2024 Aluminum Body Skins on Aging Aircraft, *MATERIALS CHARACTERIZATION*, 38, 1997. p. 259-272.
86. U.R. Evans, Précis de corrosion, 1952
87. R.C. Dorward and K.R. Hasse, Flaw growth in high strength Al-Zn-Mg-Cu alloys exposed to stress corrosion environments, *Corrosion*, 34(11), 1978. p. 386-395.
88. G.V. Akimov and N.D. Tomashov, Théorie et méthodes d'essai de la corrosion des métaux, ed. Dunod. 1957, Paris.
89. P.B. Srinivasan, V. Heitmann, and W. Dietzel, Stress corrosion cracking behaviour of chromated AA2024 T351 alloy in chloride solution, *Corrosion Engineering Science and Technology*, 39(2), 2004. p. 174-176.
90. W. Dietzel, K.-H. Schwalbe, and D. Wu, Application of fracture mechanics techniques to the environmentally assisted cracking of aluminium 2024, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 12(6), 1989. p. 495-510.

91. D. McNaughtan, M. Worsfold, and M.J. Robinson, Corrosion product force measurements in the study of exfoliation and stress corrosion cracking in high strength aluminium alloys, *Corrosion Science*, 45(10), 2003. p. 2377-2389.
92. C. Vargel, M. Jacques, and M.P. Schmidt, Corrosion of Aluminium, ed. Elsevier. 2004.
93. M. Reboul, Corrosion des alliages d'aluminium COR 325, in www.techniques-ingenieur.fr.
94. R.H. Brown, D.O. Sprowls, and M.B. Shumaker, The Resistance of Wrought High Strength Aluminum Alloys to Stress Corrosion Cracking, *ASTM STP 518*, 1972. p. 87-118.
95. T.D. Burleigh, Postulated mechanisms for stress corrosion cracking of aluminum alloys. A review of the literature 1980-1989, *Corrosion*, 47(2), 1991. p. 89-98.
96. Z. Khan, Effect of corrosive environment on the fatigue crack initiation and propagation behavior of Al 5454-H32, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 5(1), 1996. p. 78-83.
97. R.E. Stoltz and R.M. Pelloux, Inhibition of Corrosion Fatigue in 7075 Aluminum-Alloys, *Corrosion*, 29(1), 1973. p. 13-17.
98. A. Gray, N.J.H. Holroyd, and W.S. Miller, 1st international SAMPE metals conference. Covina, 1987, 339-351.
99. J.B. Lumsden and A.T. Allen, *Corrosion*, 44(8), 1988. p. 527-532.

Conclusion et perspectives

Cette étude a été entreprise avec le but global de progresser dans la maîtrise des effets de vieillissement en service des alliages d'aluminium sur l'intégrité des composants structuraux. Elle s'attache plus particulièrement aux points suivants : 1/ L'identification et l'analyse des possibles synergies entre la fissuration par fatigue et la corrosion saline. 2/ L'étude de l'effet d'une exposition de type immersion émergence sur la propagation de fissures de fatigue corrosion. 3/ Une réflexion plus générale sur l'applicabilité des résultats obtenus sur le l'alliage 2024-T351, à d'autres d'alliages d'aluminium aéronautiques.

Pour le premier objectif, une caractérisation comprenant un grand nombre de paramètres a été réalisée sur les synergies entre la propagation de fissures de fatigue et la corrosion saline en immersion permanente pour l'alliage 2024. L'analyse du comportement intrinsèque en fissuration et de l'effet de l'air et de l'eau distillée a permis de décomposer les mécanismes environnementaux actifs en solution saline. Ainsi, sous air et dans l'eau distillée, un fort effet d'environnement est déjà présent par rapport au vide, avec comme conséquence la disparition du régime cristallographique de type pseudo stade I, au profit du stade II. Ceci induit notamment l'homogénéisation du comportement de l'alliage 2024 en fissuration suivant le sens de prélèvement. Les influences respectives de la fréquence, de la forme du signal, du rapport de charge, du sens de prélèvement, de l'état métallurgique et de l'épaisseur de l'éprouvette ont ensuite été déterminées en solution saline. En parallèle, la contribution potentielle d'un dommage de type corrosion sous contrainte a été évaluée. Le résultat marquant est la forte influence de la fréquence et de la forme du signal de chargement, se traduisant par une accélération de la propagation par rapport à l'air lorsque le temps de mise en chargement diminue. L'hypothèse retenue pour rendre compte de ce phénomène repose sur une compétition entre d'une part la dissolution anodique et la production d'hydrogène associée, et d'autre part la création d'un film passif en pointe de fissure, qui réduit la production d'hydrogène et/ou sa pénétration au sein de la zone plastique. Ainsi, pour des conditions bien particulières (état T351, sens S-L, R=0.7, temps de montée inférieurs à 0.5s, présence d'ions chlorure), la propagation est caractérisée par un régime gouverné par un mécanisme de fragilisation par l'hydrogène, induisant une pente proche de 2 sur la courbe $da/dN-\Delta K$. Il a été montré que ce régime disparaît dès qu'un des paramètres est modifié, et la propagation devient proche de celle observée sous air et eau distillée, avec une pente voisine de 4 sur la courbe $da/dN-\Delta K$. Si chacun des résultats de cette partie pris séparément a déjà été observé par différents auteurs sur d'autres alliages et dans d'autres conditions, peu d'études systématiques rapportent une analyse aussi large des interactions entre les paramètres mécaniques, métallurgiques et environnementaux, sur un même alliage, sur une seule géométrie d'éprouvettes et pour un seul environnement. Cette étude fournit donc un socle de connaissances solide pour de futures études sur la fatigue corrosion des alliages d'aluminium.

Des éléments de méthodologie nécessaires pour une caractérisation systématique de la fatigue corrosion des alliages sont également apportés. Ainsi, la seule étude de la fréquence de chargement ne

suffit par pour identifier les synergies et mécanismes actifs en fatigue corrosion, et il est nécessaire de décomposer cette fréquence en changeant la forme du signal, pour considérer le temps d'immersion total et le temps de mise en chargement. La contribution possible d'un mode d'endommagement statique de type CSC, pour des conditions expérimentales (éprouvettes, enceinte, milieu) similaires à celles des essais de fatigue, permet de mieux décomposer le comportement sous un chargement cyclique. Le comportement intrinsèque doit systématiquement être considéré pour identifier les interactions entre le chargement et la microstructure sans aucun effet d'environnement. Finalement, considérer au moins deux états de revenu disposés autour du pic de revenu et, pour un matériau texturé, deux sens de prélèvement, est également essentiel pour caractériser et comprendre le comportement en fatigue corrosion.

Concernant la représentativité des essais de laboratoire, de hautes fréquences peuvent être appliquées pour l'alliage 2024-T351 L-T sans modifier fondamentalement les mécanismes de fatigue corrosion, car pour ces conditions les effets de fréquence et de corrosion ne permettent pas d'activer de nouveau régime accéléré caractérisé par une pente 2. Par contre, pour le sens S-L, des essais à des fréquences supérieures à 1 Hz ne pourront pas représenter correctement le comportement du matériau aux basses fréquences, du fait de l'apparition du régime de pente 2. Il sera néanmoins possible de diviser les temps d'essai par 2 en appliquant des signaux de type dents de scie, car il a été démontré que c'est le temps de mise en chargement qui gouverne l'effet de synergie.

Il serait bon d'étudier plus précisément le rôle du rapport de charge (contrainte moyenne, fermeture de fissure). En effet, les effets de fermeture de fissure n'ont pas été mesurés dans cette étude, ce qui rend très délicate l'analyse des résultats obtenus à $R=0.1$. Par ailleurs, la modélisation de la fissuration en fatigue corrosion de l'alliage 2024 est compliquée par la différence de comportement entre les sens S-L et L-T, et entre les états T351 et T851, en particulier aux hautes fréquences de chargement. Avant de penser à une modélisation phénoménologique de la propagation, l'apport de la simulation numérique doit être avant tout de fournir une meilleure compréhension des mécanismes actifs en fatigue corrosion. Par exemple, un couplage fluide – structure en numérique pourrait statuer sur la notion de pompage de la solution au sein de la fissure par le chargement cyclique, très controversée dans la littérature. Il serait également intéressant de reprendre les notions d'enthalpie/énergie de réaction très utilisées dans les années 1960-1970 en les implantant dans des calculs analytiques complexes pouvant être développés grâce aux moyens de calcul disponibles aujourd'hui, ce qui favoriserait une meilleure compréhension des mécanismes. Une loi empirique basée sur une contribution de l'eau distillée contrôlée par l'adsorption de surface ($da/dN \propto \Delta K^4$) et d'une contribution due à l'hydrogène ($da/dN \propto \Delta K^2$), ou basée sur une superposition de mécanisme d'endommagement par fatigue transgranulaire et d'endommagement par corrosion sous contrainte intergranulaire, demanderait de nombreux paramètres d'ajustement pour prendre en compte l'exposition à la solution saline, l'état métallurgique, le temps de mise en chargement et l'orientation

des grains par rapport au chargement mécanique. Ceci constituerait cependant un outil utile pour la prédiction de la durée de vie des structures.

Pour le deuxième objectif, relatif à la propagation de fissures de fatigue en immersion émergence, il a été montré que les vitesses de propagation peuvent être fortement augmentées par rapport à l'immersion permanente, avec apparition d'une rupture majoritairement intergranulaire semblable à celle observée en corrosion sous contrainte, et ce pour des chargements où l'immersion permanente mène à une propagation transgranulaire. Ce résultat démontre que les essais en immersion permanente ne permettent pas de rendre compte de façon réaliste de la propagation dans des conditions de service équivalentes à une immersion émergence. Cependant, les essais limités en nombre de l'étude empêchent de trancher de façon définitive sur la possibilité de rendre compte de cet effet par la superposition de la corrosion sous contrainte avec la fatigue. Le deuxième objectif n'est donc que partiellement atteint. Des essais supplémentaires, notamment avec différentes fréquences de chargement, sont nécessaires pour compléter la connaissance de l'influence d'une immersion émergence en fatigue. En particulier, il conviendrait de préciser si la corrosion sous contrainte se superpose à la fatigue sous air, ou s'il s'agit d'une rupture de fatigue intergranulaire. Par ailleurs, il est nécessaire, pour l'application de ces résultats à l'industrie aéronautique, de statuer si ce comportement est propre au sens S-L et/ou à l'état T351. En effet l'alliage 2024-T351 chargé dans le sens S-L est particulier car il montre une grande sensibilité à la corrosion sous contrainte. Il serait donc intéressant de considérer l'influence d'une immersion émergence en fatigue dans le cas où la susceptibilité à la corrosion sous contrainte est faible. Il semble toutefois fort probable, d'après l'ensemble des résultats de cette étude, que le comportement observé, à savoir la forte augmentation des vitesses en immersion émergence par rapport à l'immersion permanente accompagnée d'une rupture majoritairement intergranulaire, soit typique du 2024-T351 sollicité dans le sens S-L.

Les résultats obtenus pour les deux premiers objectifs mettent en avant la forte influence des réactions chimiques et électrochimiques sur la fissuration en fatigue corrosion et corrosion sous contrainte. Une avancée significative sur ce point serait de déterminer les propriétés des films d'oxyde formés en surface de la pointe d'une fissure de fatigue (propriétés mécaniques, épaisseur, cinétiques de passivation, perméabilité à l'hydrogène), et à quantifier les courants de dissolution existant entre la solution et la pointe de fissure, en fonction de la présence ou non de ces films protecteurs. De plus, pour comprendre la différence entre immersion émergence et immersion permanente, le comportement en corrosion des alliages d'aluminium exposés à de minces films de solution saline, comparables au film créé par le séchage lors de l'émergence, devrait être considéré et comparé à la corrosion en immersion dans une grande quantité de solution saline. L'action des inhibiteurs de corrosion, provenant directement des revêtements à la surface des structures, sur la propagation des fissures de fatigue devrait être considérée. En effet, lors d'une exposition à de minces films d'électrolyte, ces inhibiteurs sont susceptibles de ralentir la fissuration en neutralisant l'attaque des ions chlorure.

Enfin, il serait intéressant d'examiner dans quelle mesure les résultats de cette étude peuvent être généralisés à d'autres alliages de la série 2XXX ou aux autres familles d'alliages d'aluminium. Quelques pistes ont été avancées à la fin du chapitre VI. Notons que des effets de fréquence similaires à ceux détectés ici sont reportés dans la littérature pour les alliages Al-Li.

**Annexe 1 : enceintes de fatigue corrosion et
corrosion sous contrainte**

1. Enceinte de fatigue corrosion

Comme mentionné dans le chapitre II « matériau et méthodes expérimentales », l'enceinte de corrosion permet l'immersion totale de l'éprouvette. Une pompe assure une circulation d'eau constante à faible débit (0.3 à 0.5 L/min). Les mors sont en toile bakéalisée appelée CELORON, dont les propriétés sont données dans le Tableau 1. Le plan des mors est fourni en Figure 1. Une photo de l'assemblage des mors et de la cellule est donnée en Figure 3.

CARACTERISTIQUES	UNITES	VALEURS
Masse volumique	g/cm ³	1,35
Température limite d'utilisation en continu	°C	120
Résistance à la flexion	N/mm ²	130
Résistance à la traction	N/mm ²	80
Résistance à la compression parallèlement aux couches	N/mm ²	170
Résilience sur éprouvette entaillée	KJ/m ²	15
	KJ/m ²	10
Résistance au choc	kg.cm/cm ²	25
Absorption d'eau suivant DIN 7735	mg	130

Tableau 1. Propriétés physiques et mécaniques du Celoron [1].

Le plan de la cellule de corrosion est fourni en Figure 2. Une vitre en verre est placée à l'avant de la cellule pour la mesure optique de la longueur de fissure et le montage/démontage de l'éprouvette. La norme ASTM G44-99 [2] conseille un minimum de 32 ml par cm² de surface d'éprouvette, afin d'éviter une variation trop importante des caractéristiques de la solution due aux produits de corrosion, ce qui représente environ 2.5 litres de solution pour une CT40B10. Le volume de solution utilisé dans la cellule est d'environ 4 litres donc la condition imposée est respectée.

Remarque : la norme AFNOR NF A 05-301 [3] préconise au moins 50 ml par cm² d'éprouvette, soit environ 3.9 litres pour une CT40B10. Cette condition est encore respectée.

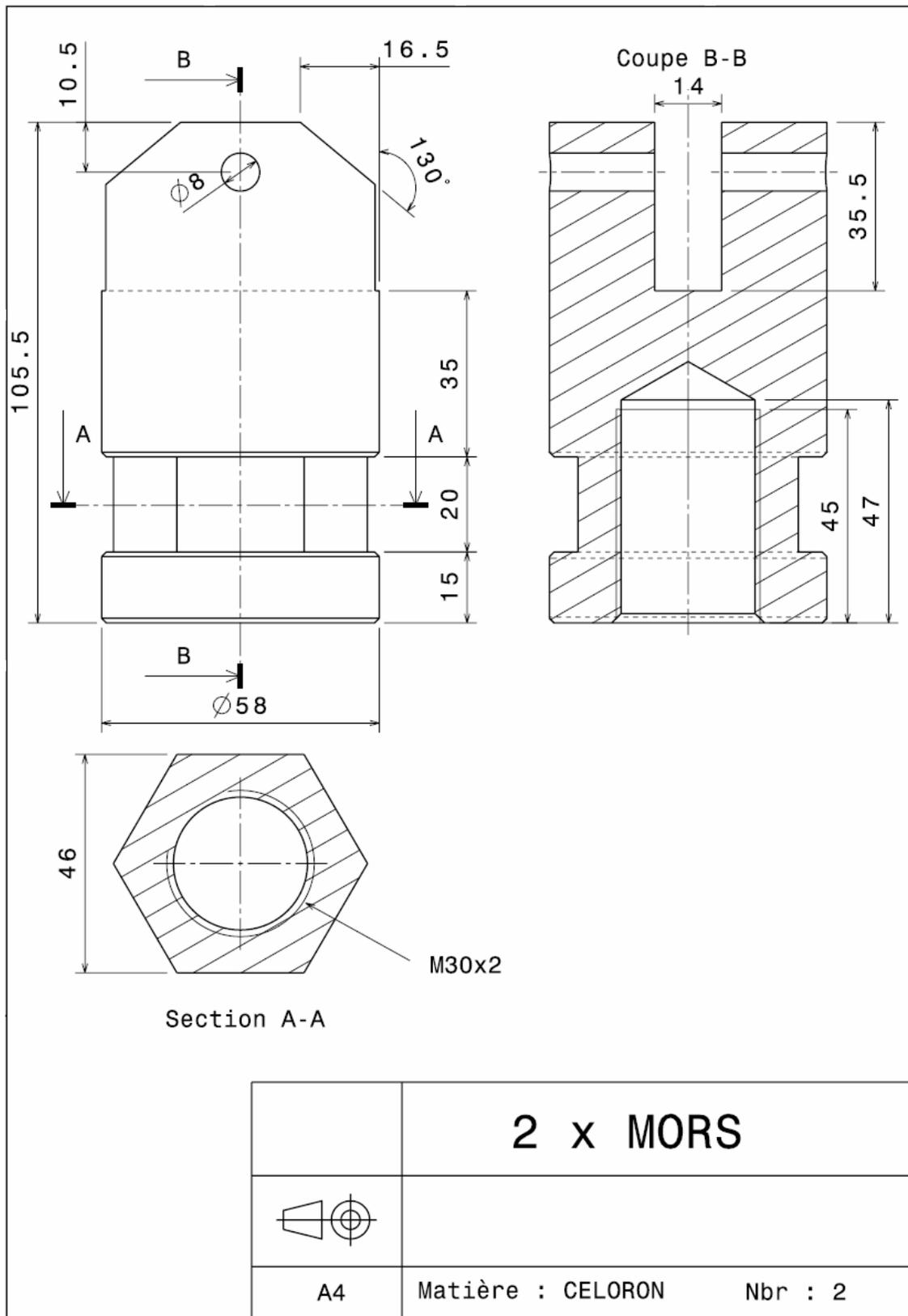


Figure 1. Plan des mors en Celoron utilisés en fatigue corrosion et corrosion sous contrainte.

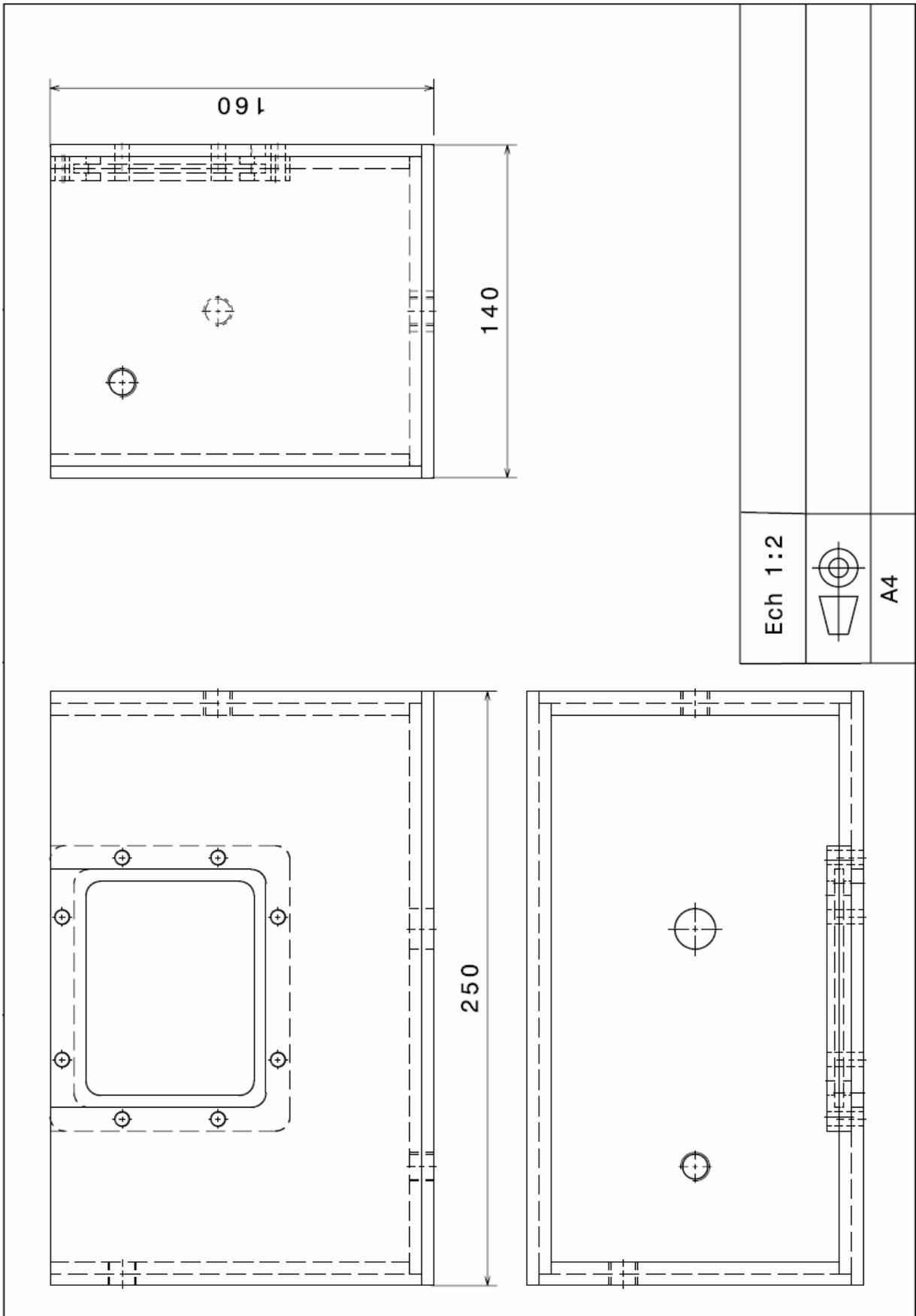


Figure 2. Plan des cellules de corrosion utilisées en fatigue corrosion et corrosion sous contrainte.

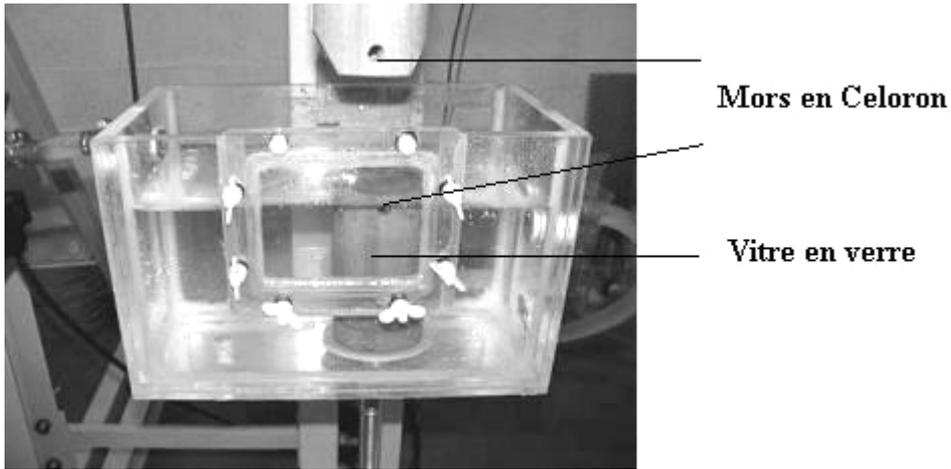


Figure 3. Cellule de corrosion en Plexiglas utilisée pour les essais de fatigue corrosion et corrosion sous contrainte.

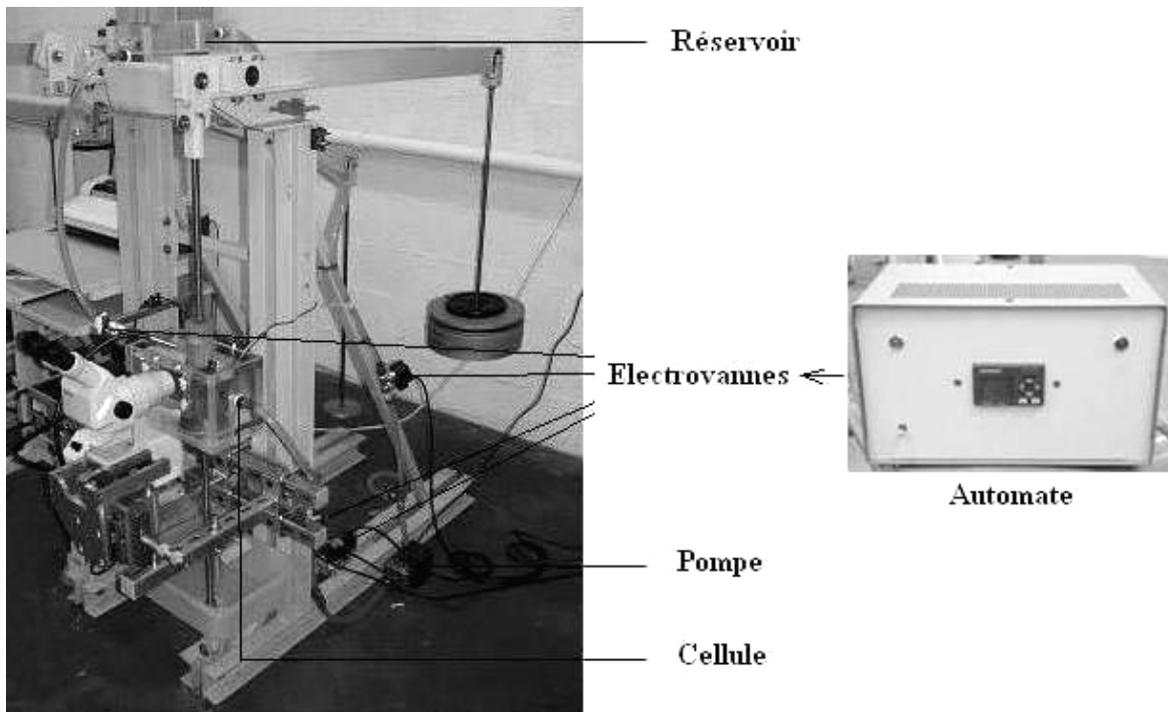


Figure 4. Enceinte de corrosion sous contrainte en immersion émergence montée sur un banc de fluage.

2. Enceinte de corrosion sous contrainte

Les mors et la cellule de corrosion de l'enceinte de corrosion sous contrainte sont identiques à ceux de la cellule de fatigue corrosion. Une photo de l'enceinte est fournie en Figure 4. Son principe de fonctionnement est illustré en Figure 5.

Le système d'immersion émergence décrit ci-dessous n'a été utilisé que pour le premier essai (10 min 3.5%NaCl – 50 min air). Pour tout le reste de la campagne d'essais, l'immersion émergence a été réalisée de façon manuelle, car il n'était pas nécessaire de faire fonctionner et d'assurer la maintenance de tout le système pour seulement 3 immersions par jour.

Les cycles d'immersion et d'émergence de l'éprouvette sont réalisés par un système comportant une pompe (débit 20l/min) couplée à plusieurs électrovannes pilotées par un automate programmable SIEMENS LOGO 230 RC ainsi que deux bacs, l'un ayant le rôle de réservoir et l'autre de cellule d'immersion où sera positionnée l'éprouvette. Les électrovannes sont en laiton. Ce matériau est métallique et peut interagir avec l'éprouvette mais des électrovannes en plastique créent trop de pertes de charges et diminuent fortement le débit.

A l'instant $t=0$, le bac d'immersion est au niveau bas, le réservoir est au niveau haut, la pompe fonctionne en permanence et aucune électrovanne n'est commandée (1). A l'instant $t=0^+$, l'automate ouvre l'électrovanne de remplissage (E1) et cela pendant un temps appelé T_{rempl} (2). A l'instant $t=T_{\text{rempl}}^+$, l'automate ferme l'électrovanne de remplissage (E1). L'éprouvette est alors immergée (3). Rien ne se passe pendant le temps d'immersion appelé T_{im} . A l'instant $t=T_{\text{rempl}}+T_{\text{im}}$, l'automate ouvre les vannes normalement fermées du circuit de vidange (E2 et E3) et ferme l'électrovanne normalement ouverte du circuit de refoulement (E4). L'eau est alors pompée du bac d'immersion pour être propulsée vers le réservoir. Tout ceci se passe pendant le temps T_{vid} (4). A l'instant $t=T_{\text{rempl}}+T_{\text{im}}+T_{\text{vid}}$, l'automate n'alimente plus d'électrovannes, la vidange est terminée, l'éprouvette est alors émergée. Après un temps T_{em} , le temps où l'éprouvette est émergée, le cycle reprend [4].

Les normes ASTM G44-99 [2] et AFNOR A 05-301 [3] imposent un temps de remplissage et vidange inférieur à 2 minutes. Le temps de remplissage ne dépasse pas 20 secondes donc la condition est remplie.

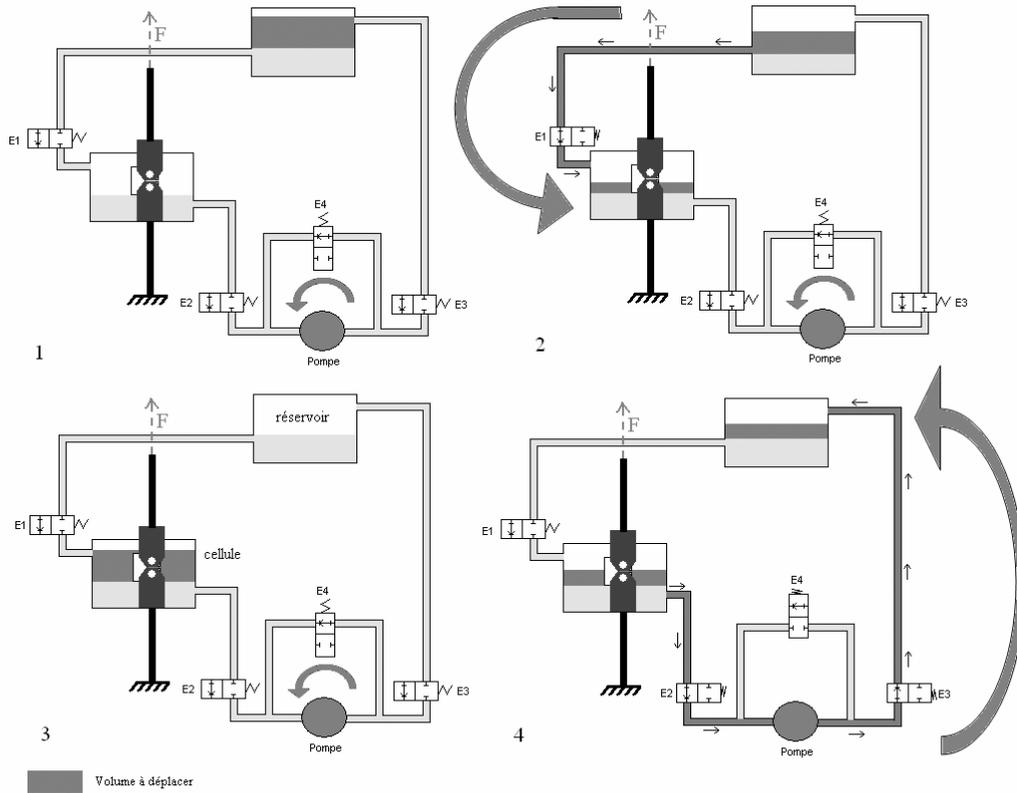


Figure 5. Principe de fonctionnement de l'enceinte d'immersion émerision pour les essais de corrosion sous contrainte.

Références Bibliographiques

1. Site internet, <http://www.lesnonferreux.com>.
2. ASTM, G44-99. Exposure of metals and alloys by alternate immersion in neutral 3,5% sodium chloride solution, 1999
3. AFNOR, NF A 05-301. Alliages d'aluminium: essai de corrosion sous contrainte des produits épais, 1981
4. J. Gazeau, Rapport de stage. Mise au point et validation d'un essai en corrosion sous contrainte dans l'alliage d'aluminium 2024-T351, 2006

**Titre : INFLUENCE DE LA CORROSION SALINE SUR LA TOLERANCE AUX
DOMMAGES D'UN ALLIAGE D'ALUMINIUM AERONAUTIQUE 2XXX**

Présentée par : Frédéric MENAN

Directeur de thèse : Gilbert HENAFF

Résumé :

Ce projet porte sur la caractérisation de l'alliage d'aluminium aéronautique 2024 en propagation de fissure de fatigue dans une solution saline. Le premier objectif est la caractérisation des synergies entre le chargement cyclique, la métallurgie et la corrosion, et l'analyse de leur influence sur la fissuration en fatigue en immersion permanente en solution saline. Les interactions complexes entre le chargement mécanique, la métallurgie et la corrosion, contrôlées par le temps de mise en charge, sont discutées dans le cadre d'une compétition entre la passivation de la pointe de fissure et la fragilisation par l'hydrogène, assistée par la dissolution anodique. Le deuxième objectif est l'étude de la différence entre une exposition permanente et une exposition séquentielle à la solution saline lors de la fissuration en fatigue. Sous certaines conditions, une nette accélération de la fissuration est observée lors d'une immersion séquentielle par rapport à une immersion permanente, ce qui peut conduire à des durées de vie estimées supérieures aux durées de vie réelles des structures soumises à une exposition séquentielle à la corrosion saline. Pour les deux premiers objectifs, la contribution possible d'un dommage de type corrosion sous contrainte est évaluée, en terme de vitesses de propagation, en fonction du chargement mécanique et de l'environnement. Le dernier objectif traite de la possibilité d'appliquer les résultats obtenus ici pour le 2024 à d'autres alliages d'aluminium.

**Title : INFLUENCE OF SALT CORROSION ON THE DAMAGE TOLERANCE
BEHAVIOR OF AN AERONAUTICAL ALUMINUM ALLOY 2XXX**

Abstract :

This project focuses on the characterization of the aluminum alloy 2024 in fatigue crack propagation in saline solution. The first aim is the characterization of the synergistic effects between the cyclic loading, the metallurgy of the alloy and the environmental attack, and their influence on the corrosion fatigue crack propagation. Those effects are shown to be controlled by rise time, and are discussed in terms of a competition between passivation of the crack tip and hydrogen embrittlement enhanced by anodic dissolution. The second aim is the analysis of the difference between a permanent immersion and an alternate immersion in saline solution during fatigue crack propagation. A net increase in the crack growth rates can be observed when the alloy is exposed to an alternate immersion, compared to a permanent immersion. For the two first aims, the possible contribution of stress corrosion cracking is quantified, as a function of the mechanical loading and the environment. The last aim of this study is the examination of the applicability of the results obtained on the 2024 alloy to other aeronautical aluminum alloys.

Mots-clés :

Métaux rupture

Aluminium alliages

Métaux fatigue sous corrosion

Avions conception construction

Fractographie

Tolérance aux dommages

Corrosion sous contrainte

Propagation intergranulaire

Metals - fracture

Aluminum alloys

Metals corrosion fatigue

Aircrafts manufacturing

Fractographic analysis

Damage tolerance

Stress corrosion cracking

Intergranular propagation