50376 d'ordro · 79

50376 1979 176



présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

# **DOCTEUR DE 3ème CYCLE**

par

Gérard BOURSE

# **CONTRIBUTION A L'ETUDE DES VITESSES DE FISSURATION EN FATIGUE CORROSION DE L'ACIER E.36**



Soutenue le 20 novembre 1979 devant la Commission d'Examen

MM. J. FOCT Président G. BERANGER J.M. FLAMME J.C. BAVAY J. BONTE D. CARTIER

**Examinateurs** 

Membres invités

.../...

# DOYENS HONORAIRES De l'Ancienne Faculté des Sciences

# MM. R.DEFRETIN, H.LEFEBVRE, M.PARREAU.

# PROFESSEURS HONORAIRES des Anciennes Facultés de Droit

et Sciences Economiques, des Sciences et des Lettres

MM. ARNOULT, Mme BEAUJEU, BONTE, BROCHARD, CHAPPELON, CHAUDRON, CORDONNIER, CORSIN, DECUYPER, DEHEUVELS, DEHORS, DION, FAUVEL, FLEURY, P.GERMAIN, GLACET, GONTIER, HEIM DE BALSAC, HOCQUETTE, KAMPE DE FERIET, KOUGANOFF, LAMOTTE, LASSERRE, LELONG, Mme LELONG, LHOMME, LIEBAERT, MARTINOT-LAGARDE, MAZET, MICHEL, PEREZ, ROIG, ROSEAU, ROUELLE, SAVARO, SCHILTZ, WATERLOT, WIEMAN, ZAMANSKI.

# ANCIENS PRESIDENTS DE L'UNIVERSITE

## DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE L'ILLE

MM. R.DEFRETIN, M.PARREAU, J.LOMBARD.

# PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

M. M.MIGEON.

# PROFESSEURS - lère Classe

M. M	BACCHUS Pierre BEAUFILS Jean-Pierre BECART Maurice BILLARD Jean BIAYS Pierre BONNOT Ernest BOUGHON Pierre BOURIQUET Robert CELET Paul COEURE Gérard CONSTANT Eugène CORDONNIER Vincent DEBOURSE Jean-Pierre DELATTRE Charles DELHAYE Michel DERCOURT Jean DURCHON Maurice ESCAIG Bertrand FAURE Robert FOURET René GABILLARD Robert GRANELLE Jean-Jacques GRUSON Laurent GUILLAUME Jean	Astronomie Chimie Physique Physique Atomique et Moléculaire Physique du Solide Géographie Biologie Végétale Algèbre Biologie Végétale Géologie Générale Analyse Electronique Informatique Gestion des Entreprises Géologie Générale Chimie Physique Géologie Générale Biologie Expérimentale Physique du Solide Mécanique Physique du Solide Electronique Sciences Economiques Algèbre Microbiologie
М. М. м	GUILLAUME Jean HECTOR Joseph HEUBEL Joseph	Mičrobiologie Géométrie Chimie Minérale
61.	neuble uusepii	

Μ.	LABLACHE-COMBIER ATain
Μ.	LACOSTE Louis
Μ.	LANSRAUX Guy
Μ.	LAVEINE Jean-Pierre
Μ.	LEBRUN André
Μ.	LEHMANN Daniel
Mme	LENOBLE Jacqueline
Μ.	LHOMME Jean
Μ.	LOMBARD Jacques
Μ.	LOUCHEUX Claude
Μ.	LUCQUIN Michel
Μ.	MAILLET Pierre
Μ.	MONTREUIL Jean
Μ.	PARREAU Michel
Μ.	PAQUET Jacques
Μ.	POUZET Pierre
Μ.	PROUVOST Jean
Μ.	SALMER Georges
Mme	SCHWARTZ Marie-Hélène
Μ.	SEGUIER Guy
Μ.	STANKIEWICZ François
Μ.	TILLIEU Jacques
Μ.	TRIDOT Gabriel
Μ.	VIDAL Pierre
Μ.	VIVIER Emile
Μ.	WERTHEIMER Raymond
Μ.	7FYTOUNIAN Radvadour

Chimie Organique Biologie Végétale Physique Atomique et Moléculaire Paléontologie Electronique Géométrie Physique Atomique et Moléculaire Chimie Sociologie Chimie Physique Chimie Physique Sciences Economiques Biochimie Analyse Géologie Générale Analyse Numérique Minéralogie Electronique Géométrie Electrotechnique' Sciences Economiques Physique Théorique Chimie Appliquée Automatique Biologie Cellulaire Physique Atomique et Moléculaire Mécanique

## PROFESSEURS - 2ème Classe

M. AL FAKIR Sabah M. ANTOINE Philippe M. BART André Mme BATTIAU Yvonne M. BEGUIN Paul M. BELLET Jean Μ., BKOUCHE Rudolphe Μ. BOBE Bernard Μ. BODARD Marcel M. BOILLY Bénoni M. BOIVIN Jean-Claude BONNELLE Jean-Pierre Μ. M. BOSCQ Denis M. BREZINSKI Claude M. BRIDOUX Michel M. BRUYELLE Pierre Μ. CAPURON Alfred CARREZ Christian Μ. CHAMLEY Hervé Μ. Μ. CHAPOTON Alain M. COQUERY Jean-Marie Mme CORSIN Paule M. CORTOIS Jean M. COURBIS Bernard M. COUTURIER Daniel M. CRAMPON Norbert M. CROSNIER Yves Mme DACHARRY Monique M. DEBRABANT Pierre M. DEGAUQUE Pierre M. DELORME Pierre

Algèbre Analyse Biologie Animale Géographie Mécanique Physique Atomique et Moléculaire Algèbre Sciences Economiques Biologie Végétale Biologie Animale Chimie Minérale Chimie Probabilités Analyse Numérique Chimie Physique Géographie Biologie Animale Informatique Géotechnique Electronique Psychophysiologie Sciences de la Terre Physique Nucléaire et Corpusculaire Sciences Economiques Chimie Organique Sciences de la Terre Electronique Géographie Géologie Appliquée Electronique Physiologie Animale

.../...

- 2 -

DE PARIS Jean-Claude Μ. M. DEPREZ Gilbert M. DERIEUX Jean-Claude M. DEVRAINNE Pierre M. DHAINAUT André M. DOUKHAN Jean-Claude M. DUBOIS Henri M. DUBRULLE Alain M. DUEE Gérard M. DYMENT Arthur Mme EVRARD Micheline M. FLAMME Jean-Marie M. FOCT Jacques FONTAINE Hubert FONTAINE Jacques Μ. Μ. M. FOURNET Bernard M. GOBLOT Rémi M. GOSSELIN Gabriel M. GOUDMAND Pierre M. GREVET Patrick M. GUILBAULT Pierre M. HERMAN Maurice M. HOUDART René M. JACOB Gérard M. JOURNEL Gérard M. KREMBEL Jean M. LAURENT François Mle LEGRAND Denise Mle LEGRAND Solange M. LEMAIRE Jean M. LENTACKER Firmin M. LEROY Jean-Marie M. LEROY Yves M. LEVASSEUR Michel M. LHENAFF René M. LOCQUENEUX Robert M. LOSFELD Joseph M. LOUAGE Francis MACKE Bruno Μ. MAHIEU Jean-Marie Μ. MAIZIERES Christian Μ. Mle MARQUET Simone M. MESSELYN Jean Μ. MIGEON Michel M. MIGNOT Fulbert M. MONTEL Marc M. MONTUELLE Bernard Mme N'GUYEN VAN CHI Régine M. NICOLE Jacques M. NOTELET Francis Μ. PARSY Fernand Mle PAUPARDIN Colette M. PECQUE Marcel Μ. PERROT Pierre M. PERTUZON Emile M. PETIT Francis M. PONSOLLE Louis M. PORCHET Maurice M. POVY Lucien M. RACZY Ladislas M. RICHARD Alain

Mathématiques Physique du Solide et Cristallographie Microbiologie Chimie Minérale Biologie Animale Physique du Solide Physique Physique Géologie Mécanique Chimie Appliquée Technologie de Construction Génie Mécanique Physique Electronique, Electrotechnique, Automatique Biochimie Structurale Algèbre Sociologie Chimie Physique Sciences Economiques Physiologie Animale Physique Spatiale Mathématiques Informatique Physique Atomique et Moléculaire Biochimie Automatique Algèbre Algèbre Physique Géographie Méthodologie Electronique, Electrotechnique, Automatique Sciences Economiques Géographie Physique Théorique Informatique Electronique Physique Physique Atomique et Moléculaire Automatique Probabilités Physique Atomique et Moléculaire Chimie Physique Analyse Numérique Physique du Solide Biologie et Biochimie Appliquée Géographie Chimie Analytique Electronique, Electrotechnique, Automatique Mécanique Biologie Physiologie Végétales Chimie Organique Chimie Appliquée Physiologie Animale Chimie Organique, Minérale et Analytique Chimie Physique **Biologie** Automatique Electronique Biologie

<u>٦</u>

.../...

Μ.	RIETSCH François
Μ.	ROGALSKI Marc
Μ.	ROUSSEAU Jean-Paul
Μ.	ROY Jean-Claude
Μ.	SALAMA Pierre
Mme	SCHWARZBACH Yvette
Μ.	SCHAMPS Joël
Μ.	SIMON Michel
Μ.	SLIWA Henri
Μ.	SOMME Jean
M1e	SPIK Geneviève
Μ.	STERBOUL François
Μ.	TAILLIEZ Roger
Μ.	THERY Pierre
Μ.	TOULOTTE Jean-Marc
Μ.	VANDORPE Bernard
Μ.	VILETTE Michel
Μ.	WALLART Francis
Μ.	WATERLOT Michel
Μ.	WERNER Georges
Mme	ZINN-JUSTIN Nicole

Chimie Analyse Physiologie Animale Psychophysiologie Sciences Economiques Mathématiques Physique Sociologie Chimie Örganique Géographie Biochimie Informatique Biologie Electronique, Electrotechnique, Automatique Automatique Chimie Minérale Résistance des Matériaux Chimie Géologie Générale Informatique Fondamentale Appliquée Algèbre

Δ

Cette thèse a été entreprise sous la direction de Monsieur Frédéric MONTARIOL, Titulaire de la Chaire de Métallurgie à l'Université des Sciences et Techniques de Lille.

Nous tenons à exprimer notre reconnaissance pour l'enthousiasme qu'il a toujours porté à notre travail ainsi que notre admiration devant le courage qu'il manifestât pendant la phase ultime de sa longue maladie.

Cette thèse que nous dédions à sa mémoire perpétuera sa présence parmi nous.

En acceptant la Présidence de ce Jury de thèse, Monsieur le Professeur FOCT conclut l'action qu'il a entreprise en stimulant nos travaux et en surveillant régulièrement leur avancement et leur rédaction. Je tiens à lui adresser mes plus vifs remerciements.

Monsieur BERANGER, Professeur à l'Université de Compiègne, a accepté d'examiner ce travail qui entre dans le champ de ses préoccupations scientifiques et je lui suis particulièrement reconnaissant.

En participant au Jury d'une thèse de Métallurgie Mécanique, Monsieur FLAMME, Professeur de Mécanique, montre tout l'intérêt qu'il porte à la conjonction de ces deux disciplines, je le remercie infiniment.

Sans les conseils éclairés de Monsieur BONTE, nos montages expérimentaux n'auraient pas donné tous les résultats que nous pouvions en attendre et je tiens à lui adresser ma sincère reconnaissance.

Par les critiques éclairées qu'il a formulées sur certains points touchant directement à la corrosion, Monsieur BAVAY a, je pense, évité des incorrections ce dont je lui suis très reconnaissant.

Malgré toutes les contraintes que subit un emploi du temps dans l'industrie, Monsieur D. CARTIER, Ingénieur à USINOR, a accepté notre invitation à ce jury et nous lui exprimons toute notre gratitude.

Jean-Yues DAUPHIN est au Laboratoire le spécialiste de la programmation, il a imaginé les programmes d'exploitation des résultats expérimentaux et je lui adresse mes plus amicaux remerciements.

Je remercie sincèrement tous ceux qui, par leur dévouement, ont permis l'impression de ce mémoire.

PLANI

1

# INTRODUCTION

CHAPITRE 1 LES	PHENOMENES DE FISSURATION EN MILIEU CORROSIF ET LES
MECA	NISMES PHYSICO-CHIMIQUES DE LA FATIGUE CORROSION.
1. I	es phénomènes de fissuration en milieu corrosif
1	.1. Introduction
1	.2. Approche à l'aide de la mécanique de la rupture
. 1	.3. La corrosion sous contrainte : introduction du
	paramètre K <sub>ISCC</sub>
1	.4. Le processus de la fissuration en fatigue corrosion
	1.4.1. La fatigue corrosion vraie
	1.4.2. La fatigue par corrosion sous contrainte
· , 1	.5. Interprétation des courbes de fissuration en
	fatigue corrosion
1	151 Fatigue corrosion vraie
Contraction of the	1.5.2 Fatigue par corresion sous contrainte
	1.5.3 Comportement mixte
1	.6. Influence des paramètres extrinsèques du matériau
1	.7. Modèles de prévision de la vitesse de fissuration
	1.7.1. Le modèle de WEI et LANDES
	1.7.2. Le modèle de FORMAN et TOMKINS
	1.7.3. Le modèle de NICHOLSON
	1.7.4. Le modèle de SELLINES et PELLOUX
	1.7.5. Discussion
2. Т.	es phénomènes physico-chimiques de la fatique-corrosion
	es prenomen s prijores enimigues de la racigue corrosion
2	.1. Le rôle du milieu environnant
2	.2. La corrosion phénomène électrochimique
	2.2.1. La corrosion généralisée
	2.2.2. La corrosion localisée
	les écrouissages locaux

l'hétérogénéité du réactif d'attaque :

aération différentielle par exemple.

- 2.3.1. Rôle de l'oxygène dissous
- 2.3.2. Rôle du film d'oxyde sur les bords de la fissure
- 2.3.3. Rôle de l'hydrogène produit par la corrosion Interaction de l'hydrogène dans le réseau

localistion avec les défauts du réseau

- 2.4. Les différents mécanismes de/la fragilisation du fer par l'hydrogène
  - 2.3.1. Effet de la pression de l'hydrogène ségrégé
  - 2.4.2. Effet de l'hydrogène absorbé sur les faces internes des fissures Mécanisme de Tetelman Application du mécanisme de Tetelman sur une éprouvette entaillée contenant de l'hydrogène
  - 2.4.3. Effet de l'hydrogène dissous dans les zones de forte triaxialité de contraintes

CHAPITRE 2

#### METHODES EXPERIMENTALES

- 1. L'acier utilisé
  - 1.1. Les raisons du choix de la nuance E 36-4
  - 1.2. Les caractéristiques du matériau
    - 1.2.1. Les caractéristiques chimiques
    - 1.2.2. Les caractéristiques mécaniques
    - 1.2.3. Aspect micrographique du matériau
    - 1.2.4. Comportement électrochimique du matériau
      - 1.2.4.1. Rappel théorique
      - 1.2.4.2. Appareillage et montage
      - 1.2.4.3. Caractéristiques électrochimiques de l'acier E 36-4 dans les solutions salines
      - 1.2.4.4. Le rôle de l'oxygène dissous
      - 1.2.4.5. Les constituants de la rouille

- 3 -

2.1. L'essai de K<sub>ISCC</sub>

2.1.1. La méthode d'essai d'ouverture constante pour déterminer K<sub>ISCC</sub>

2.1.2. Limites d'applications de l'essai de K<sub>TSCC</sub>

2.1.2.1. Dimensions de l'éprouvette

2.1.2.2. Durée de l'essai

2.1.3. Les essais de K<sub>ISCC</sub> sur l'acier E 36-4 2.1.4. Discussion

2.2. L'essai de fatigue corrosion

2.2.1. Le type d'éprouvette

2.2.2. La cellule de corrosion

2.3. La méthode de calcul de la vitesse de fissuration  $\frac{da}{dn}$  en fonction de K<sub>I</sub>

2.3.1. La mesure de la longueur de fissure

2.3.1.1. Principe de la méthode de la chute ohmique

2.3.1.2. Le montage utilisé

2.3.2. Le dépouillement des résultats

CHAPITRE 3

### RESULTATS ET DISCUSSION

 Etude des vitesses de fissuration en milieu chloruré en polarisation cathodique

1.1. Présentation des résultats

- 1.2. Influence du potentiel imposé et de la fréquence
- 1.3. Discussion
- 1,4. Examens micro-fractographiques

1.5. Conclusion

2. Vitesses de fissuration en corrosion libre

2.1. Présentation des résultats

2.2. Discussion

Influence du pH

- 2.3. Examens micro-fractographiques
- 2.4. Conclusion

- 4 -

- 3. Vitesses de fissuration en polarisation anodique
  - 3.1. Les résultats
  - 3.2. Discussion
  - 3.3. Conclusion

CONCLUSION GENERALE

ANNE XE

RAPPELS SUR LA RUPTURE ET LA FISSURATION PAR FATIGUE

- 1. Introduction
- 2. Analyse à l'aide de la mécanique de la rupture
  - 2.1. Aspect général
  - 2.2. Aspect théorique
    - 2.2.1. Etats plans
    - 2.2.2. K : ccefficient d'intensité de contrainte
    - 2.2.3. K': coefficient de concentration de contrainte
    - 2.2.4. Le seuil de non fissuration K
    - 2.2.5. Calcul du coefficient d'intensité de contrainte
  - 2.3. Forme et taille de la zone plastifiée
  - 2.4. Mécanisme de la plastification à fond de fissure de fatigue
  - 2.5. Les méthodes expérimentales Mesure de la micro-dureté
- 3. Application de la mécanique de la rupture à l'étude des phénomènes de fatigue
  - 3.1. Relations entre la vitesse de fissuration et le facteur d'intensité de contrainte. Signification de K en fatigue
  - 3.2. Relations entre m et C, équation aux dimensions

- 3.3. Influence des paramètres intrinsèques
- 3.3.1. Le modèle d'YOUNG
  3.3.2. Influence de la taille de grain
  3.3.3. Influence de la limite d'élasticité
  3.3.4. Influence de la tenacité
  3.3.5. Influence du coefficient de consolidation cyclique
  3.4. Influence des paramètres extrinsèques
  - 3.4.1. Influence de l'épaisseur de l'éprouvette3.4.2. Influence de la fréquence3.4.3. Influence du rapport de contrainte R3.4.4. Effet de la température
- 4. Aspect micrographique de la fissure de fatigue
  - 4.1. Faciès fractographiques
  - 4.2. Mécanisme de formation des stries
  - 4.3. Modèle de croissance des fissures
    - 4.3.1. Modèle fondé sur l'ouverture à fond de fissure COD
    - 4.3.2. Modèle fondé sur le facteur d'intensité de contrainte efficace Le modèle d'ELBER



# INTRODUCTION

La fatigue corrosion des métaux et alliages s'est beaucoup développée ces dernières années. Dans un premier temps, les recherches se sont portées sur les alliages à haute résistance mécanique, ceci, à cause de leur très large utilisation dans les différentes industries chimiques et aéronautiques. Les aciers Maraging, les aciers inoxydables austénitiques ou bien encore les alliages d'aluminium procurent aux constructions de très bonnes caractéristiques mécaniques. Malheureusement, il s'avère que ces matériaux sont très sensibles à la corrosion sous contrainte et à la fatigue corrosion. Ces phénomènes entraînent généralement des ruptures brutales lorsque les pièces présentent des fissures. Le prix des constructions qui sont réalisées avec ces alliages, la fiabilité qu'on en attend sont à l'origine du grand nombre d'études qui sont consacrées aux matériaux précédemment cités. En revanche les aciers à basse ou moyenne limite élastique, caractérisés par une forte déformation plastique avant rupture, réduisent les risques d'accidents dus à la présence de défauts. Ces matériaux, antérieurement relativement peu coûteux, n'ont pas fait l'objet d'études expérimentales poussées. Depuis, en partie à cause des modifications des conditions économiques, l'utilisation de ces aciers dits de construction, n'a fait que croître. Nous nous sommes ainsi orientés vers l'étude du comportement de l'un d'entre eux, l'acier E 36-4 en fatigue corrosion. Cet acier rencontre dans son utilisation, des conditions semblables à celle de la fatigue corrosion, C'est le cas notamment des plateformes de forage en mer, qui nécessitent chacune de 40 à 50 000 tonnes d'acier, et qui subissent les effets conjoints de sollicitations cycliques (vagues, vibrations de machine etc...) et de la corrosion par l'eau de mer.

Pour réaliser cette étude nous avons procédé de la manière suivante :

Les pièces de métal sont placées dans une cellule de corrosion, à l'intérieur de laquelle s'écoule une solution saline proche de l'eau de mer (eau distillée à 3 % de chlorure de sodium). Un montage potentiométrique permet ensuite de polariser le métal. Celui-ci pourra alors être placé en polarisation cathodique afin d'obtenir une protection contre les effets de la corrosion, ou bien, en polarisation anodique pour permettre l'intensification de ces derniers.

- 9 -

On détermine la longueur de la fissure par la méthode de la chute ohmique. Cette méthode consiste à faire passer un courant continu de fort ampérage dans l'éprouvette et de mesurer la différence de potentiel aux bornes de l'entaille. Toutes les données sont ensuite traitées par ordinateur, grâce à un programme qui transforme les valeurs de différence de potentiel en longueur de fissure  $a_L$ , par l'intermédiaire d'une courbe d'étalonnage. La vitesse de fissuration est ensuite calculée à partir de la sécante :

$$\frac{\Delta a}{\Delta n} = \frac{a_{\rm L} - a_{\rm L-1}}{n_{\rm L} - n_{\rm L-1}}$$

Les vitesses de fissuration calculées pour chaque valeur de potentiel étudiée permettent de dégager le comportement de ce matériau face aux phénomènes de la fatigue corrosion, en milieu salin.

Notre travail comprend les trois chapitres suivants :

 1 - Les phénomènes de fissuration en milieu corrosif et les mécanismes physico-chimiques de la fatigue corrosion

2 - Les méthodes expérimentales

3 - Résultats et discussion

# CHAPITRE I

# LES PHENQMENES DE FISSURATION EN MILIEU CORROSIF

# ΕT

# LES MECANISMES PHYSICO-CHIMIQUES DE LA FATIGUE-CORROSION

En annexe sont rappelés les résultats fondamentaux concernant les phénomènes de rupture et de fatigue. Le chapitre I consacré à la fissuration en milieu corrosif intéresse plus directement notre étude et se réfère directement à l'annexe :"Rappels sur la rupture et la fatigue".

.

·

1 - LES PHENOMENES DE FISSURATION EN MILIEU CORROSIF

# 1.1. INTRODUCTION

L'action combinée de la corrosion et de contraintes statiques ou dynamiques est susceptible d'entraîner la rupture brutale et souvent catastrophique d'une pièce métallique.

Ce phénomène est appelé corrosion sous contrainte dans le cas d'un chargement en mode statique, ou fatigue corrosion lorsque la pièce est soumise à des sollicitations cycliques.

# 1.2. APPROCHE A L'AIDE DE LA MECANIQUE DE LA RUPTURE

La plupart des ruptures en service sont dues à l'accroissement des dimensions d'une fissure sous l'effet, par exemple, de contraintes ou d'un milieu corrosif ; ceci est particulièrement net pour les ruptures qui se produisent à des contraintes faibles, sans déformation plastique globale du corps fissuré.

La mécanique de la rupture a mis en évidence le rôle que jouent de petites fissures dans les ruptures brutales, en particulier pour calculer la longueur critique des défauts qui sous une contrainte donnée, sont susceptibles de se propager soudainement. Il était donc logique d'appliquer aux phénomènes de corrosion sous tension, et de fatigue corrosion les concepts et les résultats des études portant sur la résistance à la propagation brutale des fissures. En effet la rupture peut, dans ces conditions, se décomposer en trois stades :

- Formation de piqûres à la surface du métal par corrosion non uniforme

- Evolution de la piqure en une fissure dont les dimensions continuent à s'accroître lentement du point de vue macroscopique

- Rupture quand la fissure a atteint une taille suffisante.

La mécanique de la rupture permet d'analyser quantitativement le deuxième et le troisième stade.

# 1.3. LA CORROSION SOUS CONTRAINTE : INTRODUCTION DU PARAMETRE KISCC

Il est maintenant bien établi que le facteur d'intensité de contrainte K<sub>I</sub>, permet de décrire le phénomène de fissuration lente. L'utilisation de ce facteur permet l'étude quantitative du phénomène de fissuration sous charge statique en présence d'un milieu corrosif.

L'étude de la corrosion sous contrainte d'aciers à haute résistance a permis à BROWN (1, 2) de mettre en évidence, une valeur critique du facteur K<sub>I</sub>, K<sub>ISCC</sub> (K<sub>I</sub> Stress Corrosion Cracking). Cette valeur correspond au seuil en dessous duquel une fissure de fatigue ne se propage plus sous charge statique.

L'étude de la vitesse de propagation da/dt en fonction du coefficient d'intensité de contrainte  $\Delta K$  (fig.l.l) met en évidence les différentes caractéristiques du phénomène de fissuration en corrosion sous contrainte, à savoir :

- le coefficient d'intensité de contrainte seuil K<sub>ISCC</sub> qui détermine son apparition
- l'existence d'un "plateau" à partir d'un niveau de contrainte spécifique K qui dépend comme K<sub>ISCC</sub> du matériau et du milieu environnant
- la rupture brutale qui se produit pour des intensités de contraintes proches de  $K_{TC}$

### 1.4. LE PROCESSUS DE LA FISSURATION EN FATIGUE CORROSION

Le paramètre K<sub>ISCC</sub> permet de distinguer :

- la "fatigue corrosion vraie" (FCV) qui se produit pour un niveau de contrainte inférieur à K<sub>TSCC</sub>
- la fatigue par corrosion sous contrainte (FCSC), lorsque le niveau de contrainte est supérieur à K<sub>TSCC</sub>

Ceci d'après le modèle proposé par AUSTEN et WALKER (3).

# 1.4.1. La fatigue corrosion vraie

Elle caractérise le comportement des vitesses de fissuration obtenues en fatigue dans un milieu agressif. On assimilera à ce cas l'action combinée d'une sollicitation cyclique mécanique, et de l'agression du milieu environnant.

Ce comportement (fig.l.2a) est limité aux valeurs du coefficient d'intensité de contrainte inférieures à  $K_{\rm ISCC}$  (4, 5). Il concerne les matériaux qui ne se corrodent pas sous l'effet d'une contrainte statique, ces derniers ayant une valeur de  $K_{\rm ISCC}$  supérieure à celle du  $K_{\rm IC}$ , ceci est notamment le cas des aciers à basse limite élastique.

# 1.4.2. La fatigue par corrosion sous contrainte

On considère dans ce cas, que la fissuration par fatigue en milieu agressif est un phénomène de corrosion sous contrainte statique, qui se répète à chaque cycle (fig.1.2b), le coefficient d'intensité de contrainte devient supérieur à  $K_{\rm LSCC}$  ( $K_{\rm max} > K_{\rm LSCC}$ ) (4, 5).

Ces deux phénomènes conduisent au même résultat : une propagation accélérée de la fissure. Il convient maintenant de définir comment ils interviennent au cours de la fissuration. ť.

#### 1.5. INTERPRETATION DES COURBES DE FISSURATION EN FATIGUE CORROSION

# 1.5.1. Fatigue corrosion vraie

Il est possible de différencier la fatigue corrosion vraie de la fatigue en milieu inerte à l'aide des valeurs expérimentales de C et de m, provenant de l'équation de PARIS :

 $\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}} = \mathrm{C}(\Delta \mathrm{K})^{\mathrm{m}}$ 

Les valeurs de la pente m peuvent se caractériser sur les courbes de fissuration, par des portions rectilignes qui sont soit convergentes, soit divergentes, ou même parallèles, à celles rencontrées dans le milieu inerte (4, 6, 7) (fig.l.2a).

- 15 -

1.5.2. Fatigue par corrosion sous contrainte

L'influence du milieu environnant s'exerce, lorsque le niveau de contrainte a atteint K<sub>ISCC</sub> (fig.1.2b). Elle se traduit par un "saut" suivi d'un plateau de vitesse.

## 1.5.3. Comportement mixte

Les couples "matériau - environnement" qui présentent simultanément les deux types de comportements sont le plus souvent rencontrés. Le premier intervient principalement lorsque le coefficient d'intensité de contrainte K<sub>max</sub> reste inférieur à K<sub>ISCC</sub>, le second dès que celui-ci dépasse K<sub>ISCC</sub> (fig.1.2c).

# 1.6. INFLUENCE DES PARAMETRES EXTRINSEQUES DU MATERIAU

Dans le cas d'un comportement mixte, le passage d'un type à l'autre peut s'opérer par la modification des paramètres mécaniques, tels que :

- le rapport de contraintes R =  $\frac{K_{\min}}{K_{\max}}$ 

- la fréquence f de l'essai

Ainsi, en réduisant le rapport R, ou en augmentant la fréquence f, on peut supprimer le "saut" de vitesse relatif à la fatigue par corrosion sous contrainte (fig.l.2c), et de ce fait retrouver le cas de la fissuration par "fatigue corrosion vraie" (fig.l.2a). En effet, la propagation d'une fissure de fatigue ne dépend que du nombre de cycles. Par contre, la propagation en corrosion sous contrainte ne dépend que du temps. Dans ce dernier cas, une augmentation de la fréquence, réduira de ce fait, la durée d'exposition du métal dans le milieu agressif, et par conséquent, la composante relative à la corrosion dans la propagation. Il en découle une réduction proportionnelle de la vitesse de fissuration au plateau (voir figl.3a). - 17 -











BUS



a. effet de la fréquence  $(f_3 > f_2 > f_1)$ . R=cte



b. effet du rapport de contrainte R

$$(R_3 > R_2 > R_1)$$
 f=cte



fig1.3

- 18 -

On peut également analyser l'influence du rapport de contraintes R, sur les courbes de fissuration :

Pendant la fissuration, et dès que  $K_{max}$  atteint  $K_{ISCC}$ , il y a apparition d'un "saut" suivi d'un plateau de vitesse. Ceci se produira pour des valeurs de  $\Delta K$  de plus en plus importantes au fur et à mesure que le rapport R diminue. En effet, la position du point représentatif du facteur  $K_{ISCC}$  se déplacera sur l'abscisse des courbes : log (da/dn) = f(log  $\Delta K$ ) vers les  $\Delta K$  croissants, selon la relation  $\Delta K_{ISCC} = K_{ISCC}(1-R)$ .

Physiquement, un rapport R élevé laisse le métal sous contrainte de façon permanente, et par conséquent favorise l'apparition des phénomènes de corrosion sous contrainte.(Fig.l.3b).

### 1.7. MODELES DE PREVISION DE LA VITESSE DE FISSURATION

## 1.7.1, Le modèle de WEI et LANDES

Ces deux auteurs ont considéré que la fatigue corrosion était due à deux processus : l'un purement mécanique, l'autre attribuable à la corrosion sous contrainte. Ils considérent (8) la vitesse de fissuration en fatigue corrosion comme la somme algébrique de deux termes. Le premier correspond à la fissuration dans un milieu inerte, le second à la corrosion sous contrainte. Le modèle d'addition de WEI et LANDES se traduit par :

$$\left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}\right)_{\mathrm{FC}} = \left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}\right)_{\mathrm{F}} + \left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}\right)_{\mathrm{CSC}} \tag{1}$$

F : fatigue en milieu inerte.

Ce modèle très simple n'a malheureusement été employé qu'avec un succès très limité (8, 9). En effet, si l'on se place à un niveau de contrainte inférieur à  $K_{ISCC}$ , il n'y a pas de fissuration par corrosion sous contrainte, et par conséquent le terme  $\left(\frac{da}{dn}\right)_{CSC}$  est nul. D'après ce modèle, la vitesse de fissuration en fatigue corrosion doit être égale à celle correspondant au milieu inerte. Or il est bien connu, que certains matériaux, qui ne sont pas sujets à la fatigue corrosion sous contrainte, le sont en revanche, à la fatigue corrosion. De plus, les paramètres extrinsèques au matériau (R, fréquence f, contrainte moyenne) ne sont pas pris en considération. De ce point de vue, l'équation (2) qui tient compte de la fréquence, constitue une représentation améliorée du modèle de WEI et LANDES.

$$\left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dt}}\right)_{\mathrm{FC}} = \mathrm{f.}\left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dN}}\right)_{\mathrm{F}} + \left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dt}}\right)_{\mathrm{CSC}}$$
 (2)

f : fréquence de l'essai

Lorsque la fréquence de l'essai décroît, la durée d'exposition dans le milieu agressif augmente, et par conséquent le terme  $(\frac{da}{dt})_{CSC}$  doit être favorisé. Un tel comportement a été observé sur les aciers à haute résistance (10), les alliages d'aluminium (11) et de titane (12).

# 1.7.2. Le modèle de FORMAN et TOMKINS

Ces deux auteurs (13, 14) ont proposé une loi qui s'écrit :

$$\left(\frac{da}{dt}\right)_{FC} = C \frac{\Delta K^3}{(1-R)K_C - \Delta K}$$
(3)

Elle prédit assez bien le début de la région III, mais ne traduit pas assez la transition des régions I à II. Les vitesses sont surestimées aux faibles valeurs de  $\Delta K$ , et aux valeurs élevées de R.

# 1.7.3. Le modèle de NICHOLSON

NICHOLSON (15) a présenté une loi qui s'énonce de la façon suivante :

$$\left(\frac{da}{dt}\right)_{FC} = C(1-R)^{m} \left(\frac{\Delta K - \Delta K_{t}}{(1-R)K_{C} - \Delta K}\right)^{m}$$
(4)

Cette loi nécessite la détermination d'un nouveau paramètre  $\Delta K_t$ , seuil de non fissuration en milieu inerte. Elle est approximative à deux titres :

- elle n'admet pas d'effets de R sur  $\Delta K_{\perp}$
- elle prévoit une influence de R sur les vitesses de fissuration dans la région I, ce qui est contraire à certains résultats expérimentaux, en particulier sur les aciers au nickel.

#### Remarque

SPREDEL (16) a formulé l'expression de  $\Delta K_t$  en fonction du module élastique E :

$$\Delta K_{\pm} = (2,7 \pm 0,3) \cdot 10^{-5} E$$

Cette expression tend à surestimer les valeurs du paramètre.

## I.7.4. Le modèle de SELINES ET PELLOUX

SELINES et PELLOUX ont montré dans le cas d'alliages d'aluminium (17) testés dans l'eau salée, que la vitesse de fissuration pouvait s'exprimer grâce au modèle de WEI et LANDES, à condition de faire intervenir le temps de mise en charge dans la composante relative à la fissuration par corrosion sous contrainte. Ils proposent pour expression de  $\left(\frac{da}{dN}\right)_{CSC}$ :

$$\left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}\right)_{\mathrm{CSC}} = f(\Delta K) \cdot \Delta t^{0,1}$$
 (5)

I.7.5. Discussion

Les différents modèles proposés pour décrire les vitesses de fissuration en fatigue corrosion ont mis en évidence l'influence : - de la fréquence sur le terme  $(\frac{da}{dn})_{CSC}$ 

- du temps de mise en charge, et de maintien en charge qui sont reliés à la forme du chargement et à sa fréquence.

Chacun des modèles envisagés est en général adapté à un type particulier de matériau, et n'intègre pas tous les phénomènes en présence au cours d'un essai de fatigue corrosion. Aucun des modèles proposés ne fait apparaître à la fois : l'effet du milieu, le mode de chargement et la fréquence. Ces deux derniers paramètres prennent en compte le temps de maintien en charge ou le temps de montée en charge. L'introduction de ces paramètres doit s'effectuer à partir d'une discussion sur les mécanismes fondamentaux. 2 - LES MECANISMES PHYSICO-CHIMIQUES DE LA FATIGUE CORROSION

#### 2.1. LE ROLE DU MILIEU ENVIRONNANT

L'agressivité du milieu environnant joue un rôle important sur le comportement des matériaux soumis à la fatigue corrosion. Il a été établi de façon notoire que les aciers, les alliages d'aluminium et de titane subissent une augmentation de leur vitesse de fissuration dans la région II dite de PARIS. Par contre l'effet du milieu environnant est peu marqué sur les régions I et III des courbes de fissuration.

Il convient maintenant de déterminer comment se traduit l'agressivité du milieu corrosif sur le métal. Pour cela, analysons les différents types de corrosion qui peuvent agir sur un métal soumis à l'action d'un milieu corrosif.

#### 2.2. LA CORROSION PHENOMENE ELECTROCHIMIQUE

# 2.2.1. La corrosion généralisée

On peut concevoir la corrosion des métaux purs et des solutions solides homogènes de la façon suivante : chaque point de la surface métallique joue alternativement le rôle d'anode (site où se produit l'oxydation ou la corrosion du métal), et le rôle de cathode (site où se produit la réduction de l'espèce oxydante du milieu corrosif). L'enlèvement du métal est alors réparti uniformément à sa surface. Ce phénomène est appelé corrosion généralisée ou uniforme.

Dans la pratique, un métal n'est jamais parfaitement pur. Il présente des hétérogénéités :

- physiques naturelles (joints de grains)
- ou chimiques (ségrégation d'atomes étrangers, inclusions : sulfures, oxydes).

Les caractéristiques électrochimiques de ces hétérogénéités, notamment leur potentiel d'équilibre sont différentes de celles du métal de base si bien qu'il se forme des piles locales, avec microanodes et microcathodes placées en court circuit.

Les microanodes sont le siège d'une dissolution du métal et les microcathodes sont les sites où a lieu la réduction de l'oxydant présent dans la solution. Si les hétérogénéités sont suffisamment petites et régulièrement distribuées dans le métal, il y a compensation statistique au cours de l'enlèvement des couches successives du métal et la corrosion demeure approximativement uniforme.

### 2.2.2. La corrosion localisée

La mise en oeuvre du métal, la conception de l'appareillage et ses conditions d'utilisation donnent souvent naissance à des aires anodiques et cathodiques permanentes de grandes dimensions. Les aires anodiques correspondent à une corrosion localisée, les zones cathodiques se corrodent peu ou pas du tout. Parmi les facteurs de la corrosion localisée, citons :

## Les écrouissages locaux

Certaines régions d'une pièce métallique sont déformées à la suite d'un traitement mécanique (laminage, emboutissage, cintrage...). Dans ce cas, les zones écrouies du métal jouent le rôle d'anode.

L'hétérogénéité du réactif d'attaque : aération différentielle par exemple

Prenons le cas d'une éprouvette de fer immergée dans une solution aqueuse à 3 % de chlorure de sodium préalablement désaérée. L'oxygène de l'air diffuse lentement dans la solution de sorte que la partie supérieure du fer immergé est en contact avec une solution riche en oxygène alors que la partie inférieure est au contact d'une solution pauvre en oxygène. C'est la partie supérieure du fer qui joue le rôle de cathode, la partie inférieure le rôle d'anode (fig.1.4).

- 24 -



Noter que la corrosion n'a pas lieu là où est l'oxydant.

Corrosion par différence de concentration en oxygène de la solution.



La région supérieure S de l'éprouvette est plus riche en oxygène que la partie inférieure I. Le produit de corrosion (rouille) se forme entre l'anode et la cathode ; il établit un obstacle à la diffusion de l'oxygène et accentue, dans la région P, la différence de concentration en oxygène avec la région S. La corrosion se développe alors préférentiellement en P.

> Figure 1.4 Corrosion à la ligne d'eau

- 25 -

#### **2.3.** CAS DES FISSURES DE FATIGUE CORROSION

# 2.3.1. Rôle de l'oxygène dissous

Dans le cas des solutions salines, telles que l'eau de mer, l'agressivité du milieu peut être plus ou moins marquée, selon la teneur en oxygène au sein de la solution. On a pu constater sur de nombreux couples "matériaux-environnement" l'effet accélérateur de l'oxygène sur la vitesse de fissurations de pièces soumises à la fatigue en milieu corrosif. Dans ce cas, des piles d'aération différentielle, vont se développer préférentiellement au voisinage des fissures dont l'aération est réduite. Les parois de la cavité, ainsi créée joueront le rôle d'anode, les bords extérieurs ceux de cathode. Ce type d'attaque est très néfaste du point de vue de la tenue en service de la pièce métallique, car il provoque une accélération de la corrosion à l'intérieur des fissures. Cette accélération est due à un processus d'acidification de la solution à l'intérieur de la cavité de la fissure. La migration des ions Cl au coeur de la fissure compense l'excès des charges positives M<sup>+</sup>, L'acidification progressive à l'intérieur de la fissure se produit par hydrolyse des chlorures métalliques selon la réaction (fig. 1.5).

 $M^+$  +  $C1^-$  +  $H_2O$   $\rightarrow$  MOH +  $H^+$  +  $C1^-$ 

De plus, l'acidification du milieu, augmente l'agressivité de la solution.

2.3.2. Rôle du film d'oxyde sur les bords de la fissure

Un second processus de dissolution du métal en fond de fissure peut intervenir dans le cas où les parois de la fissure sont protégées par un film d'oxyde. Les mouvements répétés à chaque cycle provoquent la rupture locale du film d'oxyde, et la mise à nu du métal. Ces surfaces non protégées, jouant le rôle d'anode, subissent une corrosion accélérée. Les surfaces intactes constituent la cathode de la pile.





Tôles du métal M rivetées et immergées dans l'eau de mer aérée (pH ~ 7)

Stade initial : les deux réactions . dissolution du métal  $M \rightarrow M^{+} + e$ . réduction  $O_2 + 2 H_2 O + 4 e \rightarrow 4 OH^{-}$ ont lieu à l'extérieur et à l'intérieur de la caverne.

Au bout d'un certain temps, tout l'oxygène est consommé dans la caverne. La dissolution du métal a lieu à l'intérieur de la caverne dont les parois constituent l'anode, et la réduction de l'oxygène à l'extérieur. Le rapport aire cathodique/ aire anodique est très élevé.

Ine migration d'ions Cl vers l'intérieur de la caverne compense l'excès de charges positives (M<sup>+</sup>). L'acidification progressive de la caverne par hydrolyse du chlorure métallique :

$$M^{+} + C1^{-} + H_2^{0} \rightarrow M OH + H^{+} + C1^{-}$$

provoque l'accroissement de la vitesse de corrosion.







2.3.3. Rôle de l'hydrogène produit par la corrosion

Un autre mécanisme permet également d'expliquer l'augmentation des vitesses de fissuration dans le cas de la fatigue corrosion : la fragilisation par l'hydrogène.

# Localisation de l'hydrogène dans le réseau

Les atomes d'hydrogène diffusent dans le métal pour se regrouper sur des sites appropriés, à l'intérieur de la zone plastique se trouvant en tête de fissure. La faible taille de l'atome d'hydrogène (d = 0, 6 Å) lui permet d'occuper les sites interstitiels du réseau du fer  $\alpha$ , qu'ils soient octaédriques ou tétraédriques. L'hydrogène qui diffuse en tête de fissure, provient de l'oxydation du métal. Il se trouve à l'état de proton H<sup>+</sup>.

# Interaction avec les défauts du réseau

BASTIEN et AZOU ont montré comment l'hydrogène pouvait interagir avec les défauts du réseau : la présence de défauts se traduit schématiquement par l'existence de sites interstitiels à grand rayon atomique. Au niveau des imperfections du réseau, l'équilibre de l'hydrogène H  $\ddagger$  p + e risque d'être déplacé vers la gauche et il est même possible d'envisager pour des défauts suffisamment grands (microfissures par exemple) un nouvel équilibre du type 2 H  $\ddagger$  H<sub>2</sub>. Les atomes d'hydrogène viennent se rassembler sur les défauts du réseau ; principalement au voisinage des dislocations que l'on rencontre dans les plans de glissement, aux interfaces des précipités, près des inclusions. L'hydrogène peut donc être présent en tant que molécule dans les cavités microscopiques.

L'hydrogène, en réduisant la capacité de déformation du métal par interaction avec les dislocations provoque la fragilisation de ce dernier. 2.4. LES DIFFERENTS MECANISMES DE FRAGILISATION DU FER PAR L'HYDROGENE

Plusieurs théories de la fragilisation par l'hydrogène ont été proposées par divers auteurs à la suite de nombreuses études. On peut les classer suivant trois types d'action différents.

## 2.4.1. Effet de la pression de l'hydrogène ségrégé

Deux théories importantes sont fondées sur cet effet : la plus ancienne est due à ZAPFFE et la seconde à BASTIEN et AZOU (18, 19).

Dès 1941, ZAPFFE et SIMS considèrent que l'hydrogène se rassemble sous forme moléculaire dans des microcavités préexistantes et développe ainsi des pressions importantes qui diminuent la contrainte à fournir et accélèrent la rupture. De nombreux auteurs ont affiné cette hypothèse en supposant notamment que les microcavités pouvaient naître au cours de la déformation plastique, en effectuant un calcul thermodynamique de l'énergie fournie par la détente adiabatique de l'hydrogène dans les fissures, enfin en attribuant à l'hydrogène le rôle de barrière au déplacement des dislocations.

BASTIEN et AZOU admettent en 1951 un équilibre thermodynamique entre l'hydrogène dissous dans le réseau et l'hydrogène inclus dans les microcavités, par suite la paroi du microvide n'est à l'équilibre soumise à aucune force. Ils attribuent l'effet de la pression à une relation étroite entre l'hydrogène et les dislocations ; ces dernières, en mouvement pendant la déformation plastique, drainent l'hydrogène qui s'accumule dans les microfissures fournies par empilement des dislocations.

L'hydrogène recombiné développe temporairement une pression importante qui induit des contraintes triaxiales, limite localement les possibilités de déformation et fait ainsi apparaître une fragilité. De nombreuses preuves de l'interaction hydrogène - dislocations ont été établies récemment (20, 21, 22).

- 29 -
2.4.2. Effet de l'hydrogène adsorbé sur les faces internes des fissures

PETCH a montré que l'abaissement de la contrainte de rupture d'un acier chargé, en hydrogène est relié à l'abaissement de l'énergie superficielle des parois internes des fissures sous l'effet de l'adsorption du gaz (23).

L'existence de ce phénomène d'adsorption qui se traduit par une diminution en tête de fissure des forces de liaison entre les atomes semble généralement admise, par contre son importance a été controversée par différents auteurs (24, 25).

## - Mécanisme de TETELMAN

Ce mécanisme est basé sur l'hypothèse suivant laquelle la fragilisation est provoquée par deux processus : l'un se manifeste à l'échelle atomique produisant la fragilisation par décohésion, l'autre est dû à l'excès d'hydrogène dans le réseau qui crée des hautes pressions internes responsables de la formation des microfissures.

Une microfissure est initiée lorsque la contrainte appliquée  $\sigma_i$  est égale à :

 $\sigma_{i} = \frac{4 \text{ G } \rho \gamma_{s}}{K_{y}} d^{-1/2}$  (Théorie de COTTREL et PETCH)

avec :

G : module de cisaillement  $\gamma_s$  : énergie superficielle du métal  $K_y$  : paramètre de PETCH ( $\sigma_y = \sigma_i + 2 k_y d^{-1/2}$ ) d : diamètre moyen des grains  $\rho$  : constante

L'hydrogène présent dans les microfissures abaisse  $\sigma_i$ , cette diminution est d'autant plus marquée que la pression P du gaz est élevée.

La contrainte nécessaire à l'initiation d'une microfissure s'exprime par la relation :

$$\sigma_{iH} = \frac{4 G \rho d^{-1/2}}{K_y} (\gamma_s(H) - P(H_2))$$

Il est difficile d'étudier les variations de  $\sigma_{iH}$  en fonction de  $\gamma_s$  (H) ou de la pression. Néanmoins  $\gamma_s$ (H) dépend de la concentration en hydrogène, qui elle-même dépend de  $\Delta H$  qui est l'enthalpie nécessaire à la mise en solution de l'hydrogène dans le métal.

Deux cas peuvent se présenter :

## 1) ∆H < 0

On a alors une solubilité très grande et la réduction des forces de cohésion est négligeable. Dans ce cas l'hydrogène fragilise difficilement

2)  $\Delta H > 0$ 

La solubilité est limitée et les forces de cohésion sont affaiblies. La fragilité maximale se produit<sup>i</sup> pour ΔH = RT.

- Application du mécanisme de IETELMAN sur une éprouvette entaillée contenant de l'hydrogène

Pour que la propagation d'une microfissure soit réalisable, il faut que la contrainte appliquée normale au plan de cette fissure soit :

 $\sigma_y > \sigma_i > \sigma_\rho > \sigma_\beta$ 

où  $\sigma_{p}$  est la contrainte de propagation définie par GRIFFITH  $\sigma_{p} = \sqrt{\frac{2 \gamma_{s} E}{\pi a}}$ 

 $\sigma_{_{\sf R}}$  résistance du joint de grain en relation avec son orientation.

Comme nous l'avons vu précédemment, l'initiation et la propagation sont facilitées en présence d'hydrogène, puisque celui-ci abaisse la contrainte  $\sigma_i$  ( $\sigma_i = \sigma_{iH}$ ). La microfissure se propage alors à la vitesse du son. Cependant, elle peut être freinée par deux facteurs :

- l'incapacité des atomes d'hydrogènes à diffuser vers le fond de la fissure à cette vitesse
- la diminution de la pression dans les microcavités, au fur et à mesure que la fissure se propage

Dans tous les cas, la microfissure sera stoppée au premier joint de grain rencontré et une nouvelle diffusion d'hydrogène est nécessaire pour initier une nouvelle microfissure.

2.4.3. Effet de l'hydrogène dissous dans les zones de forte triaxialité de contrainte

TROIANO admet que l'hydrogène se concentre sous l'effet de sollicitations extérieures dans des zones proches des microvides autour desquelles règnent de fortes contraintes triaxiales (26).La germination et la propagation des microfissures se feraient dans ces zones dès que les conditions permettent d'atteindre localement une concentration critique en hydrogène suffisamment élevée. BLANCHARD et TROIANO ont également montré que l'énergie d'un agrégat de dislocations s'accroît en présence d'hydrogène, ce qui diminue l'effort nécessaire à sa propagation (27). Ils ont expliqué ce phénomène à l'échelle atomique par l'augmentation de forces répulsives entre les atomes de fer ayant complété leur couche 3 d par un atome d'hydrogène.

La fragilisation du fer par l'hydrogène se traduit schématiquement par deux types principaux d'observations :

- présence de défauts physiques dans le métal à la suite du seul chargement en hydrogène.
- mise en évidence au travers d'essais mécaniques divers
  d'une baisse de la résistance mécanique du métal pouvant
  s'accompagner éventuellement après essai, de l'observation
  de défauts physiques dans le métal.

Les théories précédentes sont le reflet de l'interprétation de l'un de ces deux types de constatation. La théorie de ZAPFFE traduit essentiellement un phénomène global relatif au premier type. Le modèle de BASTIEN et AZOU est représentatif d'un mécanisme intervenant au cours de la fragilisation dynamique du métal en cours de déformation. Enfin les théories de PETCH et TROÏANO se rapportent aux mécanismes élémentaires et compatibles qui pourraient être responsables de la naissance et de la propagation des fissures. Toutes sont donc destinées à interpréter des observations réalisées dans des conditions expérimentales souvent différentes. C'est pourquoi, étant relatives à des phénomènes souvent parcellaires ces théories apparaissent fréquemment en opposition. Le modèle le plus récent proposé par ORIANI (28) amorce une synthèse partielle des théories précédentes.

Il est préférable en réalité de les considérer plutôt comme des modèles complémentaires représentatifs de phénomènes observés à des échelles différentes qui peuvent intervenir simultanément dans le métal. Les récents travaux illustrent de plus en plus le rôle des imperfections de tous ordres dans le phénomène de fragilisation. Il semble actuellement illusoire de vouloir définir un mécanisme propre alors que l'on n'est pas en mesure d'isoler dans un matériau un type bien défini de défaut. En fait, il apparaît que l'on se trouve face à un ensemble de processus intervenant préférentiellement selon l'histoire métallurgique et, par la suite, le degré de perfection du matériau.

- 33 -

- (1) B.F. BROWN and C. BEACHEM : "A study of the stress factor in corrosion cracking by use of precracked Cantilever beam Specimen" Corrosion Sciences, 1965.
- (2) B.F. BROWN : "A new stress Corrosion cracking test for high strengh alloys" Material Research and Standards, 6, N° 3, March 1966.
- (3) I.M. AUSTEN and E.F. WALKER : "Quantitative understanding of the effects of mechanical and environmental variables on corrosion fatigue crack growth behaviour" BSC, Product technology group, Swinden House, Sheffield Laboratories, Rotherham.
- (4) J.M. BARON : "Corrosion fatigue crack propagation below K<sub>ISCC</sub>" Eng.
   Fracture mechanics, 3, 1971.
- (5) Mc EVILY and J.P. WEI : "Fracture Mechanics and corrosion fatigue"
- (6) J.P. GALLAGHER and R.P. WEI : "Corrosion fatigue crack propagation in Steels", Proc. Int. Conf. on corrosion fatigue chemistry, mechanics and microstructure Storrs, Connecticut, 1971, NACE.
- (7) I.M. AUSTEN : "Environmental effects on fracture" Phd. Sheffield University, sept. 73.
- (8) R.P. WEI and J.D. LANDES, Mat. Research Standards, 1969, 9, 25.
- (9) W.W. GERBERICH, J.P. BIRAT, V.F. ZACKAY, Proc. Conf. on Corrosion Fatigue, NACE, 1972.
- (10) J.P. GALLAGHER and G.M. SINCLAIR, J. Basic Eng., ASME, 1969, 91, 598.
   J.P. GALLAGHER and T.P. WEI, Proc. Conf. on corrosion fatigue NACE, 1972.
- (11) J.C. GROSSKRENTZ, W.E. KRUPP, D.W. HOEPPNER and E.F. WALKER, Met. Trans.
   vol. 3, sept. 73.
- (12) R.P. WEI, Eng. Fract. Mech., 1970, 1, 633.
- (13) R.G. FORMAN, etal. J. Basic Eng., 1967, 89, 459.
- (14) B. TOMKINS, Phil., May 1968, 18, 1041.
- (15) C.E. NICHOLSON, Proc. Int. Conf. : "Mechanics and mechanisms of crack growth" Cambridge, 1973, British Steel Corporation.
- (16) M.O. SPIEDD, Proc. Int. Conf. "Hydrogène dans les métaux", 1972, Ed. Sci. et Ind.

- (17) R.J. SELINES and R.M. PELLOUX : "Effect of cyclic stress wave form on corrosion crack propagation in Al-2N Mg alloys" Metallurgical trans. vol. 3, sept. 1972.
- (18) C.A. ZAPPFE, C.E. SIMS, Trans. AIME, 1941, 145, 225.
- (19) P. BASTIEN, P. AZOU, C.R. Acad. Sc., 1951, 232, 269.
- (20) G. LAPASSET, J.P. LAURENT, M. AUCOUTURIER, P. LACOMBE, Congrès : hydrogène dans les métaux, Paris, 1972.
- (21) R. BROUDEUR, J.P. FIDELLE, M. AUCHERE, idem.
- (22) M. CORNET, Thèse Doct. Sci. Paris, 1973.
- (23) N.J. PETCH, P. Stables Nature, 1952, 169, 842.
- (24) A.S. TETELMAN : "Fracture of solids" Gardon and breach New-York, 1963.
- (25) B.A. BILBY, J. HEWITT, Acta. Met., 1362, 10, 587.
- (26) A.R. TROIANO, Trans. ASM, LII, 1960, 54.
- (27) P. BLANCHARD, A.R. TROIANO, Mem. Scient. Rev. Met. LVII, 1960, 6.
- (28) R.A. ORIANI, Congrès Unieux, France, 1973.

## CHAPITRE II

1

METHODES EXPERIMENTALES

#### METHODES FIRERIMENTALES

## 1. L'ACIER UTILISE

## 1.1. RAISONS DU CHOIX DE LA NUANCE E36-4

Les études de la fatigue corrosion des métaux se sont orientées dès leur début vers des matériaux présentant des caractéristiques mécaniques élevées, ou une bonne résistance à la corrosion (aciers alliés, aciers inoxydables, alliages d'aluminium ou de titane). Par contre les aciers non alliés à basse limite élastique, qui sont largement utilisés dans l'industrie de la construction, appartiennent à un domaine peu exploré de la fatigue corrosion des métaux. Nous avons, de ce fait, orienté notre étude vers l'un de ces aciers de construction : l'acier E36-4. L'une de ses nombreuses utilisations est la réalisation de plateforme de forage en mer de type "off shire".

## 1.2. LES CARACTERISTIQUES DU MATERIAU

## 1.2.1. Les caractéristiques chimiques

La Société USINOR DUNKERQUE nous a fourni une tôle laminée de l'acier E36-4 (AFNOR) (28 x 360 x 2830 xmm).

Les résultats des analyses faites sur ce matériau sont donnés dans le tableau suivant :

Nuance	С	Mn	Р	S	Si	A1	Ni	Cr	Мо	Cu	Sn
E36-4 (%)	0,193	1,335	0,017	0,015	0,385	0,040	0,035	0,016	traces	0,031	-

Les traitements thermiques ne sont pas applicables aux aciers non alliés, à faible teneur en carbone. Nous avons utilisé notre matériau dans son état nabituel : brut de laminage

## 1.2.2. Les caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de l'acier E36-4 sont résumées dans le tableau suivant :

Limite élastique conventionnelle	(MPa)	374
Charge à la rupture	(MPa).	551 .
Allongement à la rupture	(%)	20
Striction	(%)	70
Dureté	(HRB)	76
Taux de consolidation	*	0,15
Résilience long à - 20°C	(daj/cm <sup>2</sup> )	12,5

## 1.2.3. Aspect micrographique du matériau

Les micrographies (Planche I) ont été réalisées dans deux directions : l'une parallèle au plan de fissuration, l'autre perpendiculaire, afin de déterminer la structure rencontrée par la fissure au cours de sa propagation. L'acier E36-4 (0,193 % de carbone) est un acier hypoeutectoïde, à structure ferrito perlitique.

De plus cet acier possède une structure en bandes de ferrite et perlite alternées. Le diamètre moyen du grain est de 15 m environ (Indice conventionnel de grosseur de grain AFNOR : 9 à 10). La micrographie (Planche I) montre les inclusions allongées dans le sens de laminage sulfure et silicate, série fine, classes A<sub>1</sub> et S<sub>1</sub> du "Jerkontoret".

40 -

#### 1.2.4. Comportement électrochimique du matériau

## 1.2.4.1. Rappel théorique

Lorsqu'un métal est plongé dans un électrolyte, l'interface "métal-solution" est le siège de réactions d'oxydo-réduction qui confèrent au système un potentiel d'équilibre E<sub>q</sub>, pour lequel le courant global traversant la surface est nul. Lorsqu'on impose un potentiel E au métal, un courant traverse l'interface "métal-solution". La représentation i = f(E) donne la courbe de polarisation qui fournit des renseignements sur le comportement électrochimique du système dans le milieu étudié. Dans cette étude, nous avons utilisé la technique potentiocinétique pour tracer la courbe "intensité-potentiel" au voisinage du potentiel de corrosion du métal, en faisant varier le potentiel du métal étudié (en contact avec la solution à 3 % de chlorure de sodium) et en enregistrant le courant correspondant.

La courbe i = f(E) (fig.<sup>2</sup>.<sup>1</sup>) est en fait la résultante de deux courbes partielles théoriques : l'une anodique, l'autre cathodique. En effet, à chaque potentiel E, le courant est la somme algébrique des courants anodiques  $i_A$  et cathodique  $i_K$  provenant respectivement des réactions d'oxydation et de réduction.du potentiel d'équilibre  $E_q$  au potentiel de corrosion  $E_{cor}$ , le courant anodique  $i_{Ao}$  est égal et de signe contraire au courant cathodique  $i_{K_o}$ ; de ce fait le courant global est nul, i = 0





## 1.2.4.2. Appareillage et montage

Pour tracer les courbes i = f(E), on utilise l'appareillage constitué par :

- une cellule de mesure (C) contenant l'électrolyte et munie de trois électrodes : une électrode de référence (électrode au calomel saturé ECS), une électrode auxiliaire de platine (Pt), et une électrode de travail (T) constituée par l'éprouvette métallique

- un potentiostat qui permet d'imposer entre l'électrode de référence et l'électrode de travail un potentiel que l'on peut faire varier de façon linéaire en fonction du temps

- un enregistreur XY qui permet le tracé des courbes i = f(E) du système métal-solution



Le montage est représenté sur la figure 2.2.

Figure 2.2 Schéma du montage potentiométrique

## 1.2.4.3. <u>Caractéristiques électrochimiques de l'acier E 36-4 dans les</u> <u>dans les solutions salines</u>

Nous avons utilisé au cours de nos essais, la solution A<sub>l</sub> (Norme AL<sub>2</sub> 0754A du MDNFA), contenant 30 g de NaCl par litre d'eau distillée. Les courbes "intensité-potentiel" ont été tracées d'après la méthode exposée précédemment. Les échantillons sont polis (grade 600) avant d'être placés a l'intérieur de la cellule. La surface de métal en contact avec la solution est d'environ 315 mm<sup>2</sup>. Les courbes i = f(E) sont tracées dans deux cas :

- milieu désaéré (barbotage d'azote dans la cellule)

- milieu aéré naturellement

En milieu désaéré (f.g2.3) le processus électrochimique responsable de l'attaque du fer se développe suivant les réactions :

Fe	→	Fe <sup>++</sup>	+ 2 e	2 e	à	1'anode
2 H <sup>+</sup>	+ 2	e — →		<sup>H</sup> <sub>2</sub> ↓	à	la cathode

En l'absence d'oxygène dissous, l'hydrogène s'adsorbe sur la cathode et la réaction s'arrête.

En milieu aéré (fig.?.4) le processus électrochimique est iden= tique au précédent. Cependant, dans la br nche cathodique, on a la superposition des courbes de récuction de l eau et de diffusion de l'oxygène dissous.

- en nilieu désaéré, le potentiel de corrosion  $E_c$  est égal à - 800 mV/ECS.

- en milieu aéré, ce potentiel prend pour valeur - 700 mv/ECS.

## 1.2.4.4. Le rôle de l'oxygène dissous

L'oxygène doit être considéré dans certains cas, comme un accélérateur de la corrosion. En effet, la vitesse de corrosion croît lorsque la teneur en oxygène de la solution augmente. La fig.2.7 relative à l'attaque de l'acier dans une solution aqueuse de chlorure de sodium montre comment la corrosion progresse en conction de la teneur en oxygène dissous.





Courbe d'intensité potentiel de l'acier E 36-4 dans la solution  $A_1$  désaérée







Courbe d'intensité potentiel de l'acier E 36-4 dans la sclution  $A_1$  aérée.





Figure 2.7 Influence de l'oxygène dissous sur la vitesse de corrosion

L'accélération de la corrosion due à l'oxygène dissous provient du processus de dépolarisation des piles locales  $(2H + \frac{1}{2} O_2 \rightarrow H_2 O)$ . Quand la quantité d'oxygène dissous est faible la dépolarisation des cathodes est très limitée, et la corrosion se manifeste peu. L'exemple de la formation de la rouille permet de mieux comprendre ce processus.

## 1.2.4.5. Les constituants de la rouille

Lorsqu'une éprouvette de fer est plongée dans l'eau, elle se recouvre rapidement d'un produit de corrosion appelé rouille. Si l'expérience est faite à l'abri de l'air, la rouille ne se forme pas. La présence d'oxygène est donc nécessaire à sa formation.

Lors de l'attaque du fer, le schéma des réactions électrochimiques est le suivant :

à	1 <b>'</b> a	node	Fe	$\rightarrow$	Fe	+	+	2	e
à	la	cathode	н <b>+</b>	+	е	$\rightarrow$		$\frac{1}{2}$	<sup>H</sup> 2

En présence d'oxygène dissous la cathode est dépolarisée :

 $2 H + \frac{1}{2} O_2 \rightarrow H_2 O$ 

et en tenant compte de la réaction d'ionisation de l'eau :

 $H_2^0 \rightarrow H^+ + OH^$ on obtient Fe +  $H_2^0 + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow Fe(OH)_2$  L'hydroxyde ferreux, produit primaire de corrosion, se dissout dans l'eau, puis, lorsque la saturation est atteinte, précipite. L'hydroxyde se dépose sur le fer lorsque la couche d'eau est peu épaisse. Le processus chimique commence alors.

L'oxygène dissous oxyde Fe(OH) 2 pour donner Fe(OH) 3

2 Fe(OH)<sub>2</sub> +  $\frac{1}{2}$  O<sub>2</sub>  $\rightarrow$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 2 H<sub>2</sub>O

Les réactions suivantes se produisent ensuite :

 $Fe(0H)_{2} + Fe_{2}O_{3} \rightarrow Fe_{3}O_{4}, H_{2}O \quad (magnétite hydratée)$   $Fe_{3}O_{4}, H_{2}O + O_{2} \rightarrow Fe_{2}O_{3}, H_{2}O \quad (goethite$ 

par oxydation lente :

 $\operatorname{Fe}_{3}^{0}_{4}, \operatorname{H}_{2}^{0} + \operatorname{O}_{2} \rightarrow \operatorname{Fe}_{2}^{0}_{3}, \operatorname{H}_{2}^{0}$  (lépidocrocite)

par vieillissement :

 $Fe_{3}O_{4}, H_{2}O \rightarrow Fe_{3}O_{4}$  (magnétite)

La rouille est constituée essentiellement par un mélange de ces trois constituants goethite, lépidocrocite et magnétite.

Les sels ferreux qui se forment à la surface du fer sont peu adhérents. La rouille peut donc se détacher facilement et ainsi l'attaque du métal se développe. Le rôle de l'oxygène est double dans le processus de la rouille, il dépolarise les microcathodes, puis oxyde les produits formés. **,** 

## 2. LES TECHNIQUES UTILISEES

2.1. L'ESSAI DE K<sub>ISCC</sub>

## 2.1.1. La méthode d'essai à ouverture constante pour déterminer KISCC

Cette méthode d'essais, décrite pour la première fois par S.R. NOVAK et S.T. ROLFE (1), doit permettre de déterminer  $K_{ISCC}$  avec une seule éprouvette. Celle-ci est préfissurée par fatigue (2 mm environ) puis modifiée de manière à pouvoir imposer la charge initiale  $P_i$  en écartant les lèvres de l'entaille à l'aide d'une vis. Lorsque la fissure se propage (sous l'effet du milieu corrosif), la charge  $P_i$  diminue ainsi que le facteur  $K_I$ . A l'arrêt de la fissure  $K_I = K_{ISCC}$ . Il suffit alors de mesurer la charge finale  $P_f$  et la longueur de la fissure pour déterminer la valeur de  $K_{ISCC}$ .La figure 2.8 montre schématiquement le principe de cette méthode



## Figure 2.8

Schéma de principe de la méthode d'essai à ouverture constante permettant la détermination de K<sub>ISCC</sub>. L'éprouvette utilisée est du type Wol wedge Opening Loading

- 49 -

Le facteur K<sub>I</sub> peut être calculé à l'aide de la relation suivante (l) pour le type d'éprouvette précédemment décrit :

$$K_{1} = \frac{P \cdot C_{3} \left(\frac{a}{w}\right)}{\sqrt{B \cdot B_{N}} \sqrt{a}}$$

P : charge

 $C_{3}\left(\frac{a}{w}\right) : 30,96\left(\frac{a}{w}\right) - 195,8\left(\frac{a}{w}\right)^{2} + 730,6\left(\frac{a}{w}\right)^{3} - 1186,3\left(\frac{a}{w}\right)^{4} + 754,6\left(\frac{a}{w}\right)^{5}$  B : épaisseur hors tout  $B_{N} : \text{épaisseur réelle}$  a : longueur de fissure

La manipulation se conduit de la façon suivante :

- 1. Fissuration en fatigue de l'éprouvette
- Mise en charge de l'éprouvette par l'intermédiaire de la vis et mesure du COD à l'aide d'un extensomètre à lames ou par mesure optique.
- 3. Protection de l'éprouvette entaille exceptée, contre les effets de la corrosion (vernis, résines)
- 4. Mise de l'éprouvette dans le milieu corrosif et attente de l'arrêt de la fissuration lente
- 5. Sortie périodique de l'éprouvette du milieu corrosif, pour contrôler l'avancement de la fissure
- 6. Mesure de a arrêt . Pour bien délimiter le front de la fissure de corrosion sous contrainte, deux méthodes sont possibles :
  - rupture de l'éprouvette à basse température
  - fissuration en fatigue.

Dans les deux cas on peut avec précision mesurer a arrêt<sup>.</sup> 7. Calcul de K<sub>ISCC</sub> d'après la formule présentée précédemment. Si l'on veut suivre la fissuration lente, on peut utiliser différentes techniques :

a) observation optique directe. Cette technique ne donne de bons résultats que si le matériau est particulièrement sensible à la corrosion sous tension, elle suppose que le front de fissure atteigne le bord de l'éprouvette

b) Mesure de l'ouverture de la fissure : elle nécessite l'emploi d'un extensomètre à lames, qui est difficilement utilisable dans les essais en milieu corrosif

c) Mesure de la chute de potentiel électrique : facile à mettre en oeuvre, elle permet à l'aide d'une courbe d'étalonnage de déterminer précisément la longueur de fissure.

## 2.1.2. Limites d'application de l'essai de KISCC

## 2.1.2.1. Dimensions de l'éprouvette

Les dimensions de l'éprouvette utilisée doivent être conformes à la norme AFNOR AO 3180, son épaisseur dépend notamment des caractéristiques mécaniques du matériau étudié. Elle doit vérifier la relation :

$$B > 2,5 \left(\frac{K_{IC}}{Re}\right)^2$$

B : épaisseur
K<sub>IC</sub> : ténacité
Re : linite d'élasticité

si l'on veut décrire l'ensemble de la courbe  $\frac{da}{dt} = f(K_I)$ 

Pour déterminer K<sub>TSCC</sub>, il suffit d'avoir :

# $B > 2,5 \left(\frac{K_{\rm ISCC}}{{\rm Re}}\right)^2$

Ces conditions restrictives permettent de maintenir le matériau dans un état de déformation plane. De mauvaises dimensions de l'éprouvette se caractérisent par le passage d'un état de déformation plane à un état

- 51 -

de contrainte plane, ce qui provoque une augmentation de la zone plastique, auquel cas, les valeurs de K<sub>ISCC</sub> obtenues sont surestimées (2,3).

## 2.1.2.2. Durée de l'essai

La détermination du K<sub>ISCC</sub> est conditionnée par la durée de l'essai : 1000 heures pour les aciers, 10 000 heures pour les alliages d'aluminium. Des essais trop courts donnent des valeurs erronées du K<sub>ISCC</sub>. En effet, la propagation de la fissure par corrosion sous contrainte est précédée par une période d'incubation pendant laquelle la fissure ne progresse pas. Cette période dépend principalement du niveau initial de chargement de l'éprouvette. Pour une éprouvette chargée à un niveau de contrainte proche de K<sub>IC</sub> le temps d'incubation sera pratiquement nul ; par contre dans le cas d'un chargement à un niveau proche de K<sub>ISCC</sub>, ce temps pourra tendre vers l'infini.

# 2.1.3. Les essais de KISCC sur l'acier E 36-4

Les essais sont conduits en respectant les conditions précédemment décrites. Les éprouvettes WOL sont chargées à différents niveaux de contrainte (80 <  $K_{I}$  < 110 MPa $\sqrt{m}$ ), puis immergées dans une solution saline de type  $A_{3}$  (30 g/1 de NaCl, tamponnée à pH 8), ceci afin d'éviter toute évolution chimique du milieu. Le volume de la solution préparée est d'environ 10 litres, pour les sept éprouvettes servant à l'essai. Son renouvellement est assuré toutes les 1000 heures.

Les éprouvettes sont retirées du milieu corrosif toutes les cinq cents heures pour vérifier l'avancement éventuel de la fissure par corrosion sous contrainte (méthode de la chute ohmique). Les essais se sont déroulés sur une période équivalente à quatre mille heures, sans nous permettre de déterminer la valeur exacte du K<sub>ISCC</sub> de l'acier E 36-4 dans la solution A<sub>3</sub>.

## 2.1.4. Discussion

En général, les matériaux les plus sensibles à la corrosion sous contrainte, sont ceux qui ont des bonnes caractéristiques mécaniques. Plus leur limite élastique est élevée, plus la valeur du K<sub>TSCC</sub> est faible ; c'est ainsi que les aciers à haute résistance (limite élastique supérieure à 1400 MPa) admettent des valeurs de  $K_{\rm ISCC}$  inférieures à 22 MPa/m. Le cas des aciers à basse limite élastique est par contre, beaucoup plus complexe. Ces aciers ont des valeurs de  $K_{\rm ISCC}$  très diversifiées : de 88 à 120 MPa/m pour des limites élastiques inférieures à 900 MPa. Ceci est dû en partie, au fait que les essais sont effectués en dehors des conditions requises par la mécanique de la rupture. Il se crée, une déformation plastique non négligeable en fond de fissure, et par conséquent le critère de déformation plane n'est plus appliqué.

Pour remédier à ce problème NOVAK (4) a été amené à définir un nouveau paramètre, égal au rapport du  $K_{\rm ISCC}$  mesuré et de  $K_{\rm IX}$ ,  $K_{\rm IX}$  étant la valeur équivalente de  $K_{\rm IC}$  pour une éprouvette dont les dimensions sont celles de l'éprouvette WOL. L'auteur montre que ce rapport caractérise la susceptibilité du matériau à la corrosion sous contrainte. Pour des valeurs comprises entre 0,95 et l, le matériau n'est pas susceptible à la corrosion sous contrainte, pour des valeurs comprises entre 0,8 et 0,95, il est peu susceptible à ce phénomène. Par contre pour des valeurs du rapport inférieures à 0,8, le matériau est fortement susceptible à la corrosion sous contrainte.

La figure 2.9 montre clairement que l'acier A36 ASTM (E26 AFNOR) n'est pas susceptible à la corrosion sous contrainte.





Détermination du K<sub>ISCC</sub> de l'acier A36 ASTM dans une solution aérée à à 3,5 % NaCl (d'après ROLFE et BARSOM (5) ).

Nous avons étudié le comportement de l'acier E 36, sous des niveaux de contraintes initiaux compris entre 80 et 110 MPa/m. Les propagations des fissures ont été mesurées, et les résultats ont montré pour les sept échantillons différents (Fig.2.10) que ces fissures n'avaient pratiquement pas progressé pendant une période de 4000 heures.



Figure 2.10 Evolution de la fissure au cours du temps  $(K_I = cte \cdot \frac{1}{\sqrt{a}})$ 

Une valeur apparente du  $K_{ISCC}$  de l'acier E 36 a pu aussi être estimée à 110 MPa $\sqrt{m}$  (Fig.2.11). Des expériences réalisées à l'I.R.S.I.D. concordent à nos observations (6)



Figure 2.11

Détermination du K<sub>ISCC</sub> de l'acier E 36-4 dans une solution aérée à 3 % NaCl (A3, pH : 8)

## 2.2. L'ESSAI DE FATIGUE CORROSION

#### 2.2.1. Le type d'éprouvette

Les éprouvettes de fatigue doivent théoriquement être conformes à la norme ASTM N°A03180 relative à l'essai de K<sub>IC</sub>. Les conditions portent principalement sur l'épaisseur B de l'éprouvette et sur la longueur a de la fissure. Ces deux paramètres doivent être supérieurs à 2,5 (K<sub>IC</sub>/Re)<sup>2</sup> (Re, limite d'élasticité conventionnelle). Dans le cas des éprouvettes d'essais de fatigue, servant à la détermination des vitesses de fissuration, il convient d'observer les deux conditions précédemment citées. Les éprouvettes utilisées lors de nos essais sont conformes au schéma suivant(Fig.2.12):



Figure 2.12 Schéma de l'éprouvette de flexion 4 points

L	:	longueur de l'éprouvette	:	137,5	$5.10^{-3}$ m
W	•	hauteur de l'éprouvette	:	50	$.10^{-3}$ m
В	;	épaisseur de l'éprouvette	:	25	$.10^{-3}$ m
a	:	profondeur de l'entaille mécanique	:	6	$.10^{-3}$ m

L'acier nous a été livré sous forme de tôle laminée à chaud. Le croquis (Fig.2.13) nous indique le sens de prélévement des éprouvettes ayant servi aux essais de fatigue corrosion. Les éprouvettes sont prélevées dans le sens long. Cependant quelques éprouvettes prélevées dans le sens travers ont été également étudiées. Ce dernier type de prélévement sera explicitement mentionné dans l'exposé des résultats expérimentaux.



Figure 2.13 Croquis indiquant le sens de prélévement des éprouvettes

Après leur usinage, les éprouvettes sont soigneusement dégraissées par immersions successives dans du benzène avant de subir l'essai de fatigue en milieu corrosif. Lorsqu'elles ne doivent pas être soumises immédiatement à cet essai, les éprouvettes sont conservées dans un dessicateur où règne un vide partiel.

Les essais sont alors réalisés à l'aide d'une presse pour essais de fatigue par flexion quatre points, construite en collaboration avec l'Institut de Soudure, ceci après avoir collé la cellule de corrosion sur l'éprouvette.

## 2.2.2. La cellule de corrosion

Elle est réalisée en matériau transparent, de type Plexiglass pour faciliter le contrôle des essois (suivi optique éventuel de la fissuration). Elle comporte (fig.2.14):

- une électrode auxiliaire en platine d'une surface d'environ 2  $\mathrm{cm}^2$
- une électrode de référence au calomel saturé (ECS) prolongée d'une allonge coudée, dont l'extrémité se trouve entre 2 et 3 mm du bord de l'entaille mécanique
- une arrivée de liquide corrosif, ce dernier étant la solution A<sub>l</sub> (Norme An 0754A du MDNFA) à 30 g/litre de chlorure de sodium dans l'eau distillée
- un trop plein qui maintient le niveau du liquide constant dans la cellule.



## Figure 2.14 Schéma de la cellule de corrosion

La solution est placée dans un réservoir en matière plastique, maintenu à hauteur constante, elle s'écoule par gravité dans la cellule. Un barrage en mousse polyuréthane oblige le liquide à passer par la fissure pour pouvoir ensuite s'écouler par le trop plein. On arrive ainsi à réaliser un écoulement plus ou moins rapide de la solution au travers de la fissure. Le débit est réglé de façon à renouveler la solution à l'intérieur de la cellule, toutes les heures. De plus, le pH de la solution est mesuré périodiquement en amont et en aval de l'éprouvette (6,2±0,2). Le milieu est aéré naturellement.

L'appareillage ainsi que le schéma de montage est équivalent à celui utilisé pour la détermination des courbes "intensité-potentiel". Il comprend en outre : un potentiostat permettant d'imposer à l'éprouvette une tension par rapport à l'électrode au calomel saturé, un millivoltmètre et un enregistreur XY qui recueille les courants circulant entre l'électrode auxiliaire et l'éprouvette.

# 2.3. LA METHODE DE CALCUL DE LA VITESSE DE FISSURATION $\frac{da}{dn}$ EN FONCTION <u>DE K</u>

## 2.3.1. La mesure de la longueur de fissure

La mesure directe de la longueur de la fissure de fatigue corrosion par une observation optique sur la face latérale de l'éprouvette est rendue peu aisée du fait de la présence du milieu corrosif et surtout des produits de corrosion qui s'accumulent nécessairement le long du trajet de la fissure. Les méthodes physiques utilisées habituellement au cours des essais de fatigue (ultra-sons, courant de Foucault...) ne sont pas faciles à mettre en oeuvre dans un environnement liquide. Par contre la méthode de la résistivité, bien que nécessitant le passage du courant dans l'éprouvette nous a donné de bons résultats.

## 2.3.1.1. Principe de la méthode de la chute ohmique

De très nombreux auteurs (JOHNSON, STASI, HABASHI, et AZOU) <sup>115</sup> ont utilisé la mesure de la chute ohmique pour déterminer la longueur d'une fissure. Le principe est le suivant :

Si l'on fait passer un courant continu, d'intensité constante entre deux points éloignés du plan de la fissure, il est possible de suivre la propagation de la fissure au moyen de la variation de la résistance électrique de part et d'autre de la fissure. En effet, une augmentation de la longueur de la fissure, se traduit physiquement par un accroissement de la résistance électrique de l'éprouvette.

## 2.3.1.2. Le montage utilisé

Le dispositif requiert l'utilisation d'une alimentation stabilisée de forte intensité (10 Ampères) sous quelques microvolts. La différence de potentiel est appliquée de part et d'autre de l'entaille mécanique sur la face latérale de l'éprouvette. Le montage nécessite l'appareillage suivant (fig.2.15):



Figure 2.15 Montage utilisé pour la détermination de la longueur de fissure par la méthode de la chute ohmique



- une alimentation stabilisée (Chauvin-Arnoux)
- un microvoltmètre électronique type EVA AOIP
- un enregistreur potentiométrique de type SEFRAM.

La variation de différence de potentiel correspondant à l'augmentation de la longueur de fissure est recueillie en deux points situés symétriquement par rapport à l'entaille mécanique. Cette ddp est envoyée sur un microvoltmètre électronique qui l'amplifie. Le signal de sortie est ensuite transmis à un enregistreur potentiométrique permettant ainsi le tracé de la courbe E  $_{\mu\nu} = f(t)$ .

Les amenées de courants doivent être situées suffisamment loin du plan de fissuration (d = 1/2 W), de manière à permettre de faibles variations à leur position sans influencer les résultats. De plus, il est nécessaire d'étudier au préalable, la répartition des équipotentielles dans l'éprouvette, à l'aide d'un papier conducteur (Fig.<sup>2</sup>.16).



Figure 2.**16** Répartition des équipotentielles dans l'éprouvette

Cette étude permet de déterminer la position des amenées de courant et de prise de tension donnant la meilleure sensibilité. Pour cela il faut que le champ électrique soit très uniforme au voisinage de l'entaille, ce qui se traduit sur le papier conducteur, par des équipotentielles perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette (7).

Les tensions recueillies sont très faibles, de l'ordre de 35 à 150  $\mu\nu$ . Elles nécessitent par conséquent un appareillage de mesure très sensible (millivoltmètre électronique par exemple). Cette méthode fait nécessairement appel à l'utilisation d'une courbe d'étalonnage de la longueur de fissure en fonction de la ddp ( $a_{mm} = f(E_{\mu\nu})$ ). Une telle courbe a été obtenue à partir d'éprouvettes, pour lesquelles la taille de l'entaille mécanique se situait dans la gamme des longueurs de fissures envisagées (6 à 30 mm). La courbe a été ensuite réajustée sur un lot de 40 éprouvettes fissurées par fatigue.

Pour le calcul, la courbe d'étalonnage donne a en fonction de  $E/E_0$  ( $E_{\mu\nu}$ : ddp recueillie aux bornes de l'entaille,  $E_0$ : ddp recueillie sur une éprouvette non entaillée) ce qui permet de négliger les effets de dimensions (fig.2.17).



- 61 -

Cette courbe est conforme aux travaux de BROWN et SCRAWLEY (7) sur la méthode de détermination de la longueur de fissure à partir de la chute ohmique. Il en est de même pour les enregistrements obtenus au cours de la fissuration qui sont présentés schématiquement sur la figure 2.18



Figure 2.18 Schéma d'un enregistrement :  $E_{\mu\nu} = f(t)$  recueilli pendant la fissuration

Remarque : les prises de potentiel aux bornes de l'entaille sont convenablement isolées (au moyen de colle néoprène) pour éviter les phénomènes parasites dus au milieu corrosif (courants parasites). Il en est de même pour l'éprouvette, à l'exception de son entaille.

## 2.3.2. Le dépouillement des résultats

Pour chaque éprouvette fissurée, on recueille l'enregistrement E = f(temps). Les données numériques sont tapées sur ruban, pour constituer ensuite des fichiers mémoires. Le programme de calcul des vitesses de fissuration en fonction de AK se déroule de la manière suivante :

1) Les valeurs de ddp sont transformées en longueur de fissure (a<sub>1</sub>), par l'intermédiaire de l'équation de la courbe d'étalonnage, obtenue au préalable à l'aide d'un lissage utilisant la méthode des moindres carrés.

2) La vitesse de fissuration est calculée à partir de la sécante :

$$\frac{\Delta a}{\Delta N} = \frac{a_{L} - a_{L-1}}{n_{L} - n_{L-1}}$$

Le programme comporte un lissage peu déformant, par ajustement linéaire sur un intervalle de 4 points renouvelés par itération de pas égal à 1. 3) Les valeurs de K sont calculées à partir de l'équation suivante (8) :

$$\Delta K = \frac{6mf}{Bw^{3/2}} \left[ 1,93(\frac{a}{W})^{1/2} - 3,07(\frac{a}{W})^{3/2} + 14,53(\frac{a}{W})^{5/2} - 25,11(\frac{a}{W})^{7/2} + 25,8(\frac{a}{W})^{9/2} \right]$$

mf : moment fléchissant 4 points

mf :  $\frac{P1}{2}$ 

P : charge appliquée

1 : demi-distance entre appui inférieur et supérieur





Structure ferrito-perlitique de l'acier E 36-4.Attaque Nital x 150 Inclusions de sulfure de manganèse (Mns allongées dans le sens de laminage x 10

Coupe perpendiculaire à la fissure Attaque Nital x 300 Polarisation anodique (- 500 mv)  $\Delta K = 50 \text{ MPa m}^{1/2}$ Surface de rupture très corrodée Emoussement en fond de fissure



BUS

Coupe perpendiculaire à la fissure Attaque Nital x 300 Polarisation cathodique - 1000 mv/ECS  $\Delta K \approx 50$  MPa m<sup>1/2</sup> Rupture transgranulaire Surface non corrodée

#### BIBLIOGRAPHIE : CHAPITRE II

- (1) S.R. NOVAK, J.T. RULFE, Journal of Materials, 1969, N° 3.
- (2) B.F. BROWN "A new stress corrosion cracking test for high strengh alloys" Material Research and Standards, march 1966, N° 3, 6.
- (3) H.H. JOHNSON and P.C. PARIS "Subcritical flaw growth" Engineering fracture mechanics, 1968, N° 1, 1.
- (4) J.R. NOVAK "Effect of prior uniform plastic strain on the K<sub>ISCC</sub> of high strengh steels in sea water" Engineering fracture mechanics, 1973, N° 3, 5.
- (5) ROLFE et BARSOM "Fracture and Fatigue control in structures" Applications of fracture mechanics. Prentice Hall, Inc., Englewood Cliffs, New Jersey, Edit. : N.M. Newmark and W.J. Hall.
- (6) I.R.S.I.D. : Institut de Recherche d' la Sidérurgie, Saint-Germain en Laye.
- (7) SCRAWLEY and BROWN, Fracture Roughne's Testing : on testing methods, 381, 173, 188, A.S.T.M.
- (8) KNOTT : Fundamentals of fracture mechanics, London Butterworths, 1973.


# CHAPITRE III

,

2

# RESULTATS ET DISCUSSION



## INTRODUCTION

Le comportement en fatigue corrosion d'un acier est régi par la connaissance des vitesses de fissuration dans le milieu requis. Afin de mieux comprendre les processus mis en jeu dans un tel essai, nous avons entrepris de faire varier le potentiel appliqué au métal. Les éprouvettes sont alors placées soit :

- en polarisation cathodique pour protéger le métal contre l'attaque du milieu. Cette solution est généralement employée pour les constructions métalliques soumises à l'environnement marin
- en potentiel libre, pour traduire les effets de la corrosion alliés à ceux de la fatigue
- en polarisation anodique, de manière à accentuer ces derniers effets.

En fatigue corrosion, la fréquence de l'essai est un paramètre important. Les essais réalisés à des fréquences élevées (supérieures à 1 Hz) ne permettent pas de mettre en évidence les effets de la corrosion. Nous avons donc choisi de conduire nos essais selon deux fréquences : 0,8 et 0,2 Hz, ceci afin de caractériser l'effet du temps de maintien de la fissure dans le milieu agressif. D'autre part, nous avons utilisé un mode de chargement de type carré, avec un rapport des contraintes R égal à 0.

#### Milieu de référence

Avant de commencer notre étude en fatigue corrosion, nous avons effectué des essais de fatigue à l'air. Ce milieu de référence a été choisi pour deux raisons : premièrement pour la facilité de mise en oeuvre de l'essai, et ensuite parce que ce milieu environnant correspond à un usage fréquent de ce matériau.

La figure 3.1 nous montre le type de courbe obtenu dans le milieu de référence. Les essais effectués à l'air ne présentent pas d'effets significatifs des paramètres extrinsèques au matériau, tels la fréquence ou le mode de mise en charge. Les vitesses obtenues dans le stade II sont comprises entre  $5.10^{-5}$  mm/cycle et  $5.10^{-4}$  mm/cycle. Les coefficients de l'équation de PARIS ont pour valeur :

m = 4,5 et C = 1,5.10<sup>-12</sup> ( $\frac{da}{dn}$  en mm/cycle et  $\Delta K$  en MPa m<sup>1/2</sup>)).



# 1 - ETUDE DES VITESSES DE FISSURATION EN MILIEU CHLORURE POLARISATION CATHODIQUE

Le tracé des courbes I = f(E) de l'acier E 36-4 dans la solution aérée (Fig.2.4) nous guide dans le choix des potentiels à imposer à l'éprouvette. Celle-ci sera polarisée cathodiquement si la différence de potentiel qui lui est appliquée est inférieure à - 700 mV par rapport à l'électrode au calomel saturée (ECS).

Les essais effectués en polarisation cathodique portent sur trois potentiels : - 2000 mV, - 1500 mV, - 1000 mV/ECS et deux fréquences 0,8 et 0,2 Hz. La représentation des courbes de fissuration par fatique corrosion est donnée en portant le logarithme de  $\frac{da}{dn}$  en fonction du logarithme de  $\Delta K$  (log  $\frac{da}{dn}$  = f(log  $\Delta K$ ) ). L'ensemble de ces courbes est reporté sur la figure 3.2.

#### 1.1. PRESENTATION DES RESULTATS

L'effet du milieu agressif se traduit par une augmentation des vitesses de fissuration. Nous avons constaté dans le cas de la polarisation cathodique que les vitesses de fissuration étaient de 2 à 7 fois supérieures à celles obtenues à l'air. On peut donc poser :

 $v_{cathodique} = \psi \cdot v_{air}$ 

"" est un coefficient qui dépend des conditions expérimentales : potentiel imposé, fréquence, coefficient d'intensité de contrainte. Les tableaux I et II permettent de suivre l'évolution de " $\psi$ " en fonction de ces paramètres.

A partir des courbes de vitesses log  $\frac{da}{dn} = f(\log \Delta K)$ , nous pouvons également calculer les coefficients de l'équation de PARIS :

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}n} = \mathrm{C} \Delta \mathrm{K}^{\mathrm{m}}$$

Les valeurs de C et de m sont portées dans le tableau III.



Potentiel imposé/ECS	- 2000 mV	- 1500 mV	- 1000 mV	<b>∆</b> K MPa m <sup>1/2</sup>
11(1)11	2,5	1,9	1,8	40
านจาก	2	1,6	1,6	50
11Y11	1,5	1,3	1,2	60

0,8 Hz

Tableau I

Potentiel imposé/ECS	- 2000 mV	1500 mV	- 1000 mV	<b>∆</b> K MPa m <sup>1/2</sup>
nφn	5,5	7	4	35
πφn	3,5	4,3	3,5	40
111/211	2,8	2,9	2,2	50
មេព	1,9	2,5	1,7	60

0,2 Hz

Tableau II

Potentiel imposé/ECS	- 2000 mV	- 1500 mV	- 1000 mV		
f = 0, 8 Hz					
С	1,5.10 <sup>-6</sup>	1,9.10 <sup>-6</sup>	2.10 <sup>-6</sup>		
m	1,35	0,64	0,65		
f = 0,2 Hz					
С	3,4.10 <sup>-5</sup>	3,8.10 <sup>-6</sup>	2,05.10 <sup>-8</sup>		
m	0,55	1,2	2,6		
avec $\frac{da}{dn}$ en mm/cycle et $\Delta K$ en MPa m <sup>1/2</sup>					

TABLEAU III

#### 1.2. INFLUENCE DU POTENTIEL IMPOSE ET DE LA FREQUENCE

Pour le domaine choisi, la valeur du potentiel imposé à l'éprouvette ne semble pas avoir d'influence notable sur les vitesses de fissuration. Cependant il apparaît nettement que le passage du milieu de référence à la polarisation cathodique s'accompagne d'une augmentation de la vitesse de fissuration. Si la variation du potentiel de polarisation n'entraîne pas un effet marqué sur " $\phi$ ", on constate par compte que " $\phi$ " est une fonction monotone décroissante du facteur d'intensité de contrainte.

Le coefficient " $\varphi$ " diminue lorsque le  $\Delta K$  appliqué tend vers  $K_{IC}$ , et ceci indépendamment de la valeur du potentiel appliqué, ou de la fréquence. Il semble donc qu'en fin de fissuration, aux  $\Delta K$  élevés, la propagation de la fissure soit commandée par l'effort mécanique. Les valeurs de " $\varphi$ " dépendent cependant de la fréquence. Ainsi en passant de 0,8 à 0,2Hz on constate que " $\varphi_{0,2}$ " est égal à 1,5 fois " $\varphi_{0,8}$ " (cf. Tableaux I et II) pour des  $\Delta K$  moyens. Ce phénomène peut être relié au temps d'exposition du métal au milieu agressif.

Les valeurs du paramètre m de l'équation de PARIS (cf. Tableau III) se traduisent sur les courbes de fissuration (fig. 3.2) par la présence d'un palier plus ou moins étendu en  $\Delta K$ . Ce phénomène est marqué par son indépendance envers deux paramètres : la valeur du potentiel imposé et la fréquence de l'essai.

## 1.3. DISCUSSION

Lorsqu'on place le métal à des potentiels allant de - 1000 mV à - 2000 mV dans une solution saline, la réaction électrochimique prédominante est la décomposition de l'eau :

 $2 H_2 O \rightarrow 2 H^+ + 2 OH^-$ 

Les protons H<sup>+</sup> donnent ensuite naissance à de l'hydrogène gazeux :

 $2 \text{ H}^+ + 2 \text{ e}^- \rightarrow \text{H}_2$ 

Il s'ensuit naturellement un dégagement d'hydrogène gazeux aux bords de la fissure de fatigue, pendant la durée de l'essai. Les molécules d'hydrogène peuvent ainsi remonter facilement à l'intérieur de la fissure et former un

film gazeux isolant, à l'interface des deux lèvres de la fissure. Les enregistrements de courant de corrosion (figure 3.3) nous ont montré que la valeur du courant circulant entre l'éprouvette et l'électrode auxiliaire restait pratiquement constante tout au long de la propagation de la fissure. Ce courant devrait théoriquement augmenter avec la longueur de la fissure, puisque ce phénomène entraîne l'apparition de nouvelles surfaces métalliques. Le fait que le courant reste constant montre que la fissure est "protégée" de l'attaque du milieu. Les bulles d'hydrogène sont très facilement piégées dans la fissure, car le dégagement d'hydrogène remonte par gravité dans l'entaille mécanique qui se \*trouve située vers le bas pour l'éprouvette de flexion quatre points. Une position inversée de l'éprouvette nous permettra de mesurer l'importance de ce phénomène. De plus l'examen des surfaces ayant subi un essai de fatigue corrosion en polarisation cathodique révèle une quasi-absence de corrosion du métal sur le faciès de rupture. Il apparaît dans ce cas, que l'extrémité de la fissure n'est plus mouillée par le milieu, et qu'il serait plus logique de parler d'un environnement d'hydrogène gazeux humide. Un comportement du même type a d'ailleurs été observé par VOSIKOWSKY (1), lors de son étude en fatigue corrosion de l'acier XC 65 AISI (E 46 AFNOR) en solution saline à 3,5 % de NaCl. Ce dernier a constaté qu'il existait un bon accord entre le comportement de son acier et celui d'aciers HY 80 et HY 180 fissurés dans un environnement d'hydrogène gazeux, dont l'étude a été réalisée par CLARK (2). L'analyse des courbes de vitesse de fissuration par chacun de ces deux auteurs confirme nos observations. En effet, nous constatons, pour les courbes de vitesse un palier dans le stade II de la propagation. Ce palier apporte la preuve que la vitesse de fissuration, en domaine cathodique est un phénomène dépendant principalement du temps. Il est d'ailleurs probable que certains processus élementaires d'interactions entre le métal et l'hydrogène à l'extrémité de la fissure contrôlent la propagation. Les interactions possibles sont la suppression du glissement, la réduction de l'énergie de liaison, et même les deux à la fois. Elles sont causées par la chimisorbtion de l'hydrogène qui entraîne généralement un mode de propagation de type fragile par clivage.

Toutes ces observations nous permettent d'avancer que le mécanisme responsable de l'accélération de la propagation constatée en protection cathodique est dû à la fragilisation par l'hydrogène.







(AUS)

b. Fin de fissuration

fig. 3.3 : Courant de corrosion Polarisation cathodique

#### 1.4. EXAMENS MICRO-FRACTOGRAPHIQUES

L'examen des surfaces de rupture a été réalisé au microscope électronique à balayage. Les micro-fractographies (Planche 2.1) nous ont révélé la présence de nombreuses microfissures orientées perpendiculairement au plan de fissuration. A proximité des inclusions de sulfure de manganèse (MnS), la densité de ces microfissures augmente, et des zones fragiles apparaissent (Planche 2.1). Elles sont facilement reconnaissables à leur faciès en petites plaquettes qui traduit un mode de rupture par micro-clivage. Les micro-fractographies nous font observer une interaction inclusion-fissure que l'on peut expliquer de la manière suivante :

Dans la zone plastifiée, en avant de la fissure, la triaxialité des contraintes décolle la matrice des inclusions, et crée les microfissures signalées auparavant. Le front de fissure comporte en permanence une zone où va diffuser l'hydrogène. H.P. LEEUWEN (3) a montré que cette zone était située au bord de l'enclave plastique. BOYD (4) appelle cet encroit "l'enclave de décohésion" (voir schéma fig.3.4.).



# Figure 3.4 Fissuration dans l'enclave de décohésion

Lorsque cette zone arrive à l'extrémité d'une cavité formée autour d'une inclusion, l'hydrogène diffuse instantanément à l'intérieur de celle-ci. Les inclusions grâce aux cavités qui les entourent, deviennent des "canaux" préférentiels de diffusion pour l'hydrogène ce qui permet d'augmenter localement la zone fragilisée en avant du front de fissure (voir schéma figure 3.5. Deux constatations viennent renforcer cette hypothèse :



Figure 3.5

Zone de diffusion de l'hydrogène en tête de fissure

La zone de diffusion de l'hydrogène en tête de fissure est augmentée grâce à la présence des inclusions. - l'importance plus grande des microclivages au voisinage des inclusions

- les oscillations erratiques de la courbe de PARIS constatées sur la courbe de propagation. Ces oscillations sont dues aux variations de la vitesse microscopique qui sont fonction de la densité d'inclusions rencontrées par la fissure.

L'observation microfractographique ne nous a pas permis de déceler la présence de stries de fatigue. Les "ondulations" observées sur les surfaces de rupture correspondent le plus souvent à des lamelles de cémentite décollées de leur matrice ferritique. Plusieurs raisons peuvent être données à cette absence de stries :

L'acier E 36-4 est composé de ferrite avec une dispersion intense de précipités, lesquels font tellement "onduler" le front de fissure à l'échelle microscopique, que ce dernier devient "flou".

La matrice ferritique est très ductile, ce qui occasionne une importante plastification du front de fissure. De plus, cette plastification crée localement, lors de la fermeture une contrainte qui "écrase" la strie. De surcroît, le milieu agressif vient perturber l'état des surfaces, les zones occupées par la ferrite sont préférentiellement attaquées, et le faciès de l'attaque sélective se superpose à celui de la fatigue.

### 1.5. CONCLUSION

L'examen microfractographique vient en appui à la thèse de la fragilisation par l'hydrogène : microfissures et zones fragiles autour des inclusions permettent de l'affirmer. L'absence de stries de fatigue est courante dans le cas des aciers doux.

- 79 -

.

# 2 - VITESSES DE FISSURATION EN CORROSION LIBRE

- 81 -

# 2.1. PRESENTATION DES RESULTATS

En corrosion libre, l'essai est mené de la façon suivante : L'éprouvette de flexion 4 points, placée dans se cellule de corrosion, est soumise à un essai de fatigue en présence du milieu corrosif, sans application de potentiel. L'éprouvette prend alors par rapport à la solution saline A<sub>1</sub> un potentiel, appelé potentiel d'abandon ou de corrosion, qui dépend du métal et du milieu. Ce potentiel a pour valeur dans notre cas : - 700 mV/ECS. Nous avons réalisé des essais permettant de mettre en évidence les effets de la fréquence sur la vitesse de fissuration de notre acier.

Le coefficient " $\varphi$ " de la relation v pot.d'abandon =  $\varphi$ . v<sub>air</sub> cf. Tableau IV, nous montre l'importance de la fréquence de l'essai. A 5 Hz, " $\varphi$ " tend vers l, les courbes de vitesses de fissuration rejoignent celles obtenues à l'air, apportant ainsi la preuve que les phénomènes de fatigue corrosion n'interviennent plus aux fréquences suffisamment élevées. Ce fait se traduit sur la représentation des courbes log  $\frac{da}{dn} = f(\log \Delta K)$  sur la figure 3.6.

coefficient ""	5 Hz	0,8 Hz	0,2 Hz	K
	0,9	-	3,1	35
	1,0	1,8	2,5	40
	0,9	1,8	2,0	50
	1,1	2,2	1,8	60
m	4,5	4,6	2,4	
С	4,3.10 <sup>-12</sup>	7,5.10 <sup>-12</sup>	3,1.10 <sup>-8</sup>	

#### TABLEAU IV



Par contre les essais réalisés aux fréquences inférieures à 1 Hz font a paraître une nette augmentation des vitesses de fissuration.  $(\Psi = 3 \text{ pour } 30 < \Delta K < 40 \text{ MPam}^{1/2})$ , L'exposition de la fissure dans le milieu agressif est suffisamment importante pour permettre le développement du mécanisme de la fatigue corrosion. En effet l'essai dure environ 13 heures à 5,5 Hz, 63 heures à 0,8 Hz, et 150 heures à 0,2 Hz pour obtenir 20 mm de fissure. En schématisant la représentation des courbes de vitesse log  $\frac{da}{dr}$  = f(log  $\Delta K$ ) (cf. Fig.3 7), on s'aperçoit que cellesci ont tendance à converger aux  $\Delta K$  élevés (60 MPa m<sup>1/2</sup>) vers les vitesses obtenues à l'air, ce phénomène étant d'ailleurs indépendant de la fréquence de l'essai. Les courbes sont caractérisées par une accélération importante de la propagation en fin de stade I, suivie d'un ralentissement au cours du stade II. Ce ralentissement se traduit parfois par la présence d'un "palier" sur une faible étendue en AK. Les valeurs de vitesse correspondantes à ces paliers augmentent lorsque la fréquence passe de 0,8 à 0,2 Hz. A 5 Hz, il n'y a pas de palier, mais quasi gonvergence avec la fissuration à l'air.



Représentation schématique de la vitesse de fissuration au potentiel d'abondon

- 83 -

### 2.2. DISCUSSION

Nous avons constaté (chapitre 2, 2.1.4.) lors de l'étude portant sur la détermination du  $K_{ISCC}$  que l'acier E 36-4 n'était pas sensible à la corrosion sous contrainte ( $K_{ISCC} \geq 110 \text{ MPam}^{1/2}$ ). Pour un tel matériau, le processus régissant la propagation des fissures de fatigue corrosion est basé sur l'action conjointe des mécan smes de fatigue et de ruine dus au milieu agressif, comme le préconise WEI (5).

Le milieu agressif provoque le passage en solution du métal selon la réaction :  $M \rightarrow M^+$  + e. Du point de vue électrochimique, le potentiel d'abandon correspond à un équilibre entre les réactions d'oxydation et de réduction. Par conséquent, la réduction de l'eau vient constamment rétablir l'équilibre en donnant naissance à l'hydrogène :  $H^+ + e^- + \frac{1}{2}H_2$ . Il est très intéressant de remarquer que les vitesses de fissuration sont du même ordre de grandeur pour les essais effectués en polarisation catho dique et au potentiel d'abandon. Nous trouvons un bon accord pour la fréquence de 0,8 Hz (cf. Tableaux I et IV). Pour la fréquence de 0,2 Hz (cf. Tableaux II et IV), les vitesses de fissuration sont plus importantes en polarisation cathodique (1,7 <  $\varphi$  cath. <7 et 1,8 <  $\varphi$  p.aband < 3,1). Le phénomène s'accentuant d'ailleurs lorsque la valeur algébrique du potentiel appliqué diminue. Ceci s'expliquerfacilement par le fait que la quantité d'hydrogène dégagée dans la fissure est de plus en plus importante au fur et à mesure que le potentiel passe de - 1000 mV à - 2000 mV/ECS. Ces observations nous permettent de penser que les mécanismes mis en leu dans ces deux cas sont similaires. Cependant, la réduction de l'hydrogène. au potentiel d'abandon est très faible, comparativement à celle qui est produite aux potentiels de protection cathodique. Un autre processus électrochimique vient par conséquent s'ajouter au précédent. Nous avons décrit (chapitre 1, 2.3.) comment le milieu confiné d'une fissure de fatigue corrosion pouvait subir une acidification due au phénomène d'aération différentielle. Cette acidification se traduit par l'augmentation de la concentration en ions H<sup>+</sup> en tête de fissure, qu'il est habituellement possible de suivre par la mesure du pH. Au début de l'essai, le pH de la solution est égal à 6,2. Par la suite, il est impossible de mesurer le pH à l'intérieur de la fissure mais il est prévisible que l'acidification du fond de fissure va faire décroître celui-ci. Nous avons donc essayé, en utilisant des solutions tamponnées à divers pH, de dégager l'influence de ce paramètre sur les vitesses de fissuration.



# Influence du pH

L'étude a été réalisée sur des éprouvettes travers. Deux solutions tamponnées ont été étudiées : la solution A3 à pH 8, la solution A4 à pH 4. Deux autres non tamponnées la solution Al et l'eau distillée. Il faut noter que les vitesses de fissuration pour le sens travers sont très supérieures à celles obtenues en sens long. La vitesse en sens travers est 2 à 3 fois celle en sens long au potentiel d'abandon, ce qui diminue malheureusement la sensibilité aux paramètres extrinsèques, comme la fréquence et le rapport R. Nous avons cependant constaté deux types de comportement, selon que le pH de la solution est basique ou acide (cf. Fig.3.8). Les essais effectués dans l'eau distillée ou dans la solution A3 donnent des vitesses de fissuration presque identiques. Elles sont en moyenne inférieures de 30 % de celles obtenues dans le milieu acide A4 (pH 4). De plus, les vitesses de fissuration relatives à la solution Al sont légèrement supérieures à celles de la solution A4. Ce fait nous conduit à penser qu'à l'intérieur de la fissure, la solution Al non tamponnée, évolue rapidement vers un pH plus acide que celui de départ (6, 2).

Dans l'eau distillée et dans le milieu A3 le pH n'évolue pas, ces deux milieux sont moins agressifs que A1 et A4 naturellement acides ce qui se traduit par des vitesses de fissuration plus faibles dans  $H_2^0$ et dans A3. Nous pourrions en déduire que la vitesse de fissuration augmente avec l'acidité du milieu, comme nous le constatons dans le cas des solutions A1 et A4. Cependant une acidification trop importante occasionne une forte dissolution du fond de fissure et par conséquent son émoussement (phénomène qui sera constaté en polarisation anodique). Par conséquent, la solution A1 non tamponnée évolue vers un pH légèrement supérieur à celui de la solution A4 (pH 4). Le schéma Fig. 3.9 résume l'analyse des variations de la vitesse de fissuration en fonction du milieu et par conséquent de son pH. da  $\star$ 



Figure 3.9 : Influence du pH de la solution sur la vitesse de fissuration en corrosion libre

#### 2.3. EXAMENS MICRO-FRACTOGRAPHIQUES

L'examen des échantillons est plus délicat, car ceux-ci sont fortement attaqués, du moins dans les premiers mm de la fissuration et leur surface est recouverte de plaquettes de rouille. Au fur et à mesure que l'on se rapproche de l'extrémité de la zone fissurée, les plaquettes de rouille disparaissent, probablement grâce à un effet de COD moins important, et à une exposition plus réduite au milieu agressif. Les microfractographies nous font observer de nombreuses microfissures (Planche 2.2.) au voisinage des inclusions, zone où la triaxialité des contraintes est très importante. Nous remarquons également l'attaque du milieu agressif sur la matrice ferritique : les lamelles de cémentite sont séparées de leur matrice, dissoute par effet de pile (Fe joue le rôle d'anode soluble, alors que Fege joue celui de cathode). L'observation micro-fractographique met en évidence le même phénomène en corrosion libre et en polarisation cathodique, à savoir : l'augmentation de la densité des microfissures au voisinage des inclusions, avec apparition de zones fragiles, qui apporte ainsi la prepve de la fragilisation du métal par l'hydrogène.

### 2.4. CONCLUSION

Des vitesses de fissuration similaires en corrosion libre et en polarisation cathodique, des examens micro-fractographiques présentant un faciès identique nous permettent de conclure que le mécanisme responsable de l'augmentation des vitesses de fissuration en corrosion libre est la fragilisation par l'hydrogène. Ce dernier provient de la réduction de l'eau et de l'acidification légère du milieu en fond de fissure. Lorsque l'acidification du milieu n'est pas trop importante, la vitesse de fissuration da/dn résulte uniquement des deux facteurs précédents dont les effets sont additifs (cf. WEI et LANDES (5) ). Par contre nous pouvons supposer qu'il existera une compétition entre ces deux facteurs (cf. AUSTEN et WALKER)(6)lorsque l'acidification du milieu sera plus marquée.

3 - VITESSES DE FISSURATION DANS LA BRANCHE ANODIQUE

Les essais réalisés dans la branche anodique doivent nous permettre de montrer l'influence d'une corrosion excessive sur la fissuration par fatigue de notre matériau. Les potentiels appliqués au cours de ce type d'essais sont supérieurs à - 700 mV/ECS. Dans ce cas, l'équilibre entre les réactions d'oxydation et de réduction est rompu, et par conséquent  $i_a + i_k \neq 0$ . La réaction d'oxydation :  $M \rightarrow M^+ + e^-$  est prédominante  $(|i_a| > |i_k|)$ .

## 3.1. LES RESULTATS

Trois cas ont été principalement étudiés: - 600, - 500, - 400 mV/ECS, pour les fréquences de 0,8 et 0,2 Hz. Les résultats traduisant le comportement des vitesses de fissuration selon la relation :  $V_{anod} = \Psi v_{air}$  sont reportés dans les tableaux V et VI, les courbes de vitesses : log da/dn = f(log 4K) sur les figures 3.10 et 3.11.

Potentiel imposé/ECS	- 600 mV	- 500 mV	- 400 mV	۵K
Ŷ	6,25	1,5	1,05	40
Ŷ	5	1,35	0,8	50
Ч	4,4	1,2	0,85	60

0,8 Hz

	T c	ιb	le	au	V
--	-----	----	----	----	---

Potentiel imposé/ECS	- 600 mV	- 500 mV	- 400 mV	ΔK
Ŷ	6,3	2,2	3,5	35
Ÿ.	4,5	1,7	2,4	40
Y .	3,6	0,85	2	50
ý	4,5	0,75	1,9	60

0,2 Hz





Nous constatons dans le cas d'un potentiel appliqué de - 600 mV/ECS, donc proche du potentiel d'abandon (-700 mV/ECS) une très nette augmentation des vitesses de fissuration (4 à 6 fois la vitesse obtenue à l'air). De plus les courbes  $\log \frac{da}{dn} = f(\log \Delta K)$  se trouvent au dessus de celles qui correspondent au potentiel d'abandon, cf. Fig. 3.10 et 3.11. Ce potentiel apparaît être le plus dangereux pour l'acier E 36-4 soumis à un essai de fatigue corrosion. Par contre, pour des potentiels de - 500 mV ou - 400 mV/ECS, le comportement des vitesses de fissuration est différent. Globalement, les courbes de vitesses de fissuration se trouvent en dessous de la courbe de référence. On remarquera cependant qu'en fin de stade II, la vitesse de fissuration se confond avec celle qui est obtenue à l'air. (- 500 mV/ECS à 0,2 Hz et - 400 mV/ECS à 0,8 Hz). Nous constatons dans ce cas un ralentissement de la propagation, qui est dû à l'attaque très marquée de la corrosion. Les coefficients de PARIS m et C reflètent également ces différentes observations (cf. Tableau VII).

Potentiel imposé/ECS	- 600 mV	- 500 mV	- 400 mV
0,8 Hz			
m	2,)4	1,44	1,82
С	2,5.10 <sup>-7</sup>	7,4.10 <sup>-7</sup>	1.10 <sup>-7</sup>
0,2 Hz			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
m	0,98	3,2	1,64
С	8,85.10 <sup>-6</sup>	1,1.10 <sup>-3</sup>	5,2.10 <sup>-7</sup>

#### TABLEAU VII

#### **3.2.** DISCUSSION

Nous venons de voir, dans le cas d'une polarisation anodique suffisamment importante (- 500 mV, - 400 mV/ECS) que l'on pouvait trouver des vitesses de fissuration équivalentes à celles obtenues en l'absence de milieu corrosif. Ce fait est dû à l'attaque intensifiée de ce dernier sur le métal. En effet, lorsque la polarisation passe de - 600 mV

- 92 -

mann www MMM harmon warman harmon hours h?l' WM 360 cycles E 2 sens de défilement 4

fig. 3.12 : Courant de corrosion

Polarisation anodique

IC G

- 93 -

à - 400 mV/ECS, la densité de courant de corrosion est multipliée par 40, ce qui a pour conséquence de provoquer la dissolution du métal en fond de fissure, et donc de diminuer l'acuité de celle-ci. La micrographie (Planche 1) révèle de nombreuses cavités de part et d'autre des lèvres de la fissure, et nous permet de constater à quel point l'attaque portée sur le métal est importante. L'analyse des tracés de courants de corrosion apporte la preuve que la surface fissurée a tendance à se "passiver". Ces tracés (cf. Fig.3.12)présentent de surcroît de nombreuses oscillations traduisant ainsi, une mauvaise élimination des produits de corrosion en fond de fissure. L'accumulation des produits de corrosion vient aider à l'acidification du milieu confiné en fond de fissure. Ce processus (Chapitre 1, 2.3.) ajouté aux conditions très sévères du potentiel appliqué, provoque un émoussement important au sommet de la fissure, et par conséquent un ralentissement de la propagation.

Cette hypothèse est vérifiée grâce à la représentation des courbes  $a_1 = f(n)$  (voir schéma fig.3.13) qui présentent une succession de petits ralentissements imputables à l'accumulation des produits de corrosion, et à l'acidification très importante en fond de fissure.



#### Figure 3.13

Schéma de propagation d'une fissure en polarisation anodique

- 94 -

Nous constatons ces ralentissements dès que l'écoulement de la solution est ralenti. Si la solution est recyclée, ou si l'écoulement du liquide corrosif est arrêté, cet effet est plus marqué, ceci pouvant expliquer le comportement non linéaire de la vitesse de fissuration dans le stade II.

Dans ces conditions les ions H<sup>+</sup> présents dans la solution, ne peuvent plus diffuser en avant de la fissure pour fragiliser le métal. Les produits de corrosion forment une couche d'oxyde peu perméable à l'hydrogène.

L'étude micro-fractographique est malheureusement impossible dans ce cas, car les échantillons sont très fortement attaqués, et l'épaisse couche d'oxyde empêche l'observation au microscope à balayage.

#### 3.3. CONCLUSION

Parmi les trois cas, principalement étudiés, en polarisation anodique : - 600 mV, - 500 mV, - 400 mV/ECS, nous distinguerons deux cas selon que :

> la d.d.p. /ECS = -600 mVla d.d.p. /ECS > -600 mV

Un potentiel appliqué de - 600 mV/ECS traduit un comportement de la vitesse de fissuration similaire à celui rencontré en corrosion libre. De plus, ce cas semble présenter les meilleures conditions pour provoquer l'accélération de la propagation : l'effet synergique de l'effort mécanique et du milieu agressif est maximal. Par contre, pour des polarisations plus anodiques (7 500, - 400 mV/ECS) il existe une compétition entre la fissuration par fatigue, phénomène purement mécanique, et l'effet du milieu, phénomène électrochimique. Des essais pratiqués pour une polarisation anodique très marquée (ddp/ECS > 0) ont montré que la fissuration s'arrêtait dans les premiers mm.

L'effet du milieu, qui se caractérise par la dissolution du fond de fissure devient prédominant vis-à-vis de l'effort mécanique, et la propagation s'arrête à cause de l'émoussement du fond de fissure.

- 95 -



# Fissuration à l'air

Zone située à environ 8 mm de l'entaille

Nombreuses petites fissures perpendiculaires au plan de fissuration



Fissuration en polarisation cathodique - 1000 mv

Zone située 4 environ 8 mm de l'entaille microfissures autour de l'inclusion



Fissuration en polarisation cathodique - 1000 mv Zone située en fin de fissuration Aspect fragile PLANCHE II.2



Fissuration en corrosion libre Zone proche de l'entaille Surface très attaquée



Fissuration en corrosion libre Zone éloignée de l'entaille Aspect fragile

Nombreuses microfissures perpendiculaires au sens de propagation de la fissure



Fissuration en corrosion libre Zone située en fin de fissuration Aspect fragile plus marqué Augmentation de la densité des microfissures

# BIBLIOGRAPHIE : CHAPITRE III

- (1) O. VOSIKOWSKY "Fatigue crack growth in an X65 pipe steel at low cyclic frequencies in aqueous environment" Trans. of ASME, oct. 1975.
- (2) W.G. CLARK Jr., "The effect of hydrogen gas on the steels" Conf. on hydrogenin metals, Seven Springs Conf. Center, Champion, sept. 1973.
- (3) H.P. LEEUWEN "Analyse quantitative de la fragilisation par l'hydrogène" Mem. Sci. Rev. Metal. 1974, LXXI, N° 9.
- (4) G.M. BOYD "From Griffith to COD and beyond" Engineering fracture mechanics 1972, 4, 3.
- (5) R.P. WEI and J.D. LANDES, Mat. Research Standards, 1969, 9, 25.
- (6) I.M. AUSTEN and E.F. WALKER "Quantitative Understanding of the effects of mechanical and environmental variables on corrosion fatigue crack growth behaviour" Product Technology group, Swinden house, Sheffield Laboratories - Rotherham.



# CONCLUSION GENERALE




L'étude des vitesses de fissuration de l'acier E 36-4 en milieu salin nous a montré que ce matériau, qui n'est pas sensible aux phénomènes de corrosion sous contrainte dans la solution saline étudiée, est par contre sujet à la fatigue corrosion. Trois types de comportements peuvent être distingués.

#### 1 - POLARISATION CATHODIQUE

La protection de l'éprouvette par voie cathodique réduit sensiblement la corrosion du métal. Cependant, le milieu confiné de la fissure est enrichi en hydrogène gazeux humide. Cet hydrogène diffuse dans une zone plus ou moins étendue en avant de la fissure selon la densité d'inclusions rencontrées. C'est alors ce processus qui est à l'origine de la fragilisation du matériau et qui explique l'augmentation des vitesses de fissuration. La représentation schématique du coefficient " $\Psi$ " (v<sub>F.</sub>, =  $\Psi$ . v<sub>air</sub>, (Fig. 1), en fonction du potentiel appliqué montre clairement que les vitesses de fissuration en polarisation cathodique et en corrosion libre sont du mé me ordre de grandeur, apportant ainsi la preuve que la protection cathodique est moins bénégique dans le cas de la fatigue corrosion que dans celui de la protection contre la corrosion uniforme.

#### 2 - CORROSION LIBRE

La similitude entre les valeurs de vitesse de fissurations avec le cas de la polarisation cathodique nous in ite à rapprocher les comportements observés dans ces deux cas. Tcutefois, en corrosion libre, l'hydrogène provient en grande partie du processus d'acidifica ion en fond de fissure. La propagation est alors facilitée par les effets s nergiques de la contrainte cyclique et du milieu agressif. L'acidification du milieu en fond de fissure n'est pas trop importante et par conséquent elle ne provoque pas un émoussement du fond d'entaille susceptible de ralentir la propagation.

## 3 - POLARISATION ANODIQUE

En polarisation anodique, les effets de la contrainte cyclique et du milieu agressif ne sont plus synergiques, mais concurrents. L'acidification du milieu en fond de fissure provoque dans ce cas, un émoussement trop important du fond de fissure, et par conséquent le ralentissement de la propagation.

- 101 -



Figure 1 Evolution de "Y" en fonction du patentiel appliqué

. RRS ULLE - 102 -

En polarisation cathodique et en corrosion libre, nous avons en outre mis en évidence l'influence de la fréquence sur la propagation des fissures. On constate que  $v_{0,2 \text{ Hz}}$  est de 1,5 à 2 fois  $v_{0,8 \text{ Hz}}$ . En revanche, cet effet est moins marqué, dans le cas de la polarisation anodique, ce qui est normal puisque la fissure, exposée plus longuement dans le milieu corrosif se trouve d'autant plus émoussée. Ce phénomène mérite d'être plus amplement exploré pour déterminer en particulier l'intervalle de validité de ces observations.

Pour les matériaux peu sensibles à la corrosion sous contrainte, les vitesses de fissuration résultent de plusieurs paramètres : fréquence, rapport R, forme du cycle et de l'influence plus ou moins marquée du milieu environnant. Le résultat final n'est certainement pas obtenu par l'addition de l'effet de chaque paramètre considéré séparément, certains pouvant être synergiques, d'autres concurrents. Ce phénomène a été obse cvé par BATHIAS (1) sur des alliages d'aluminium améliorés pour résister à la corrosion sous contrainte.

L'acie: E 36 qui est peu sensit e à la corrosion sous tension est en revanche très vulnérable à la fatigue con osion. Dans ce cas, la fréquence détermine l'influence du milieu environnant, et en particulier la fragilisation par l'hydrogène. La polarisation cathodique nous apparaît donc comme étant un moyen relativement limité de protection de constructions en acier E 36 soumises à des phénomènes de fatigue corrosion en milieu salin.

#### Bibliographie

 (1) BATHIAS : S.N.I.A.S. - U.T. Compiègne, Communication aux Journées d'automne 79 de Métallurgie.

# ANNEXE

RAPPELS SUR LA RUPTURE

..

ET LA FISSURATION PAR FATIGUE



#### 1 - INTRODUCTION

On aborde actuellement la fatigue des métaux de quatre façons différentes, à savoir par le relevé des courbes de Wohler, par la méthode de Coffin, par l'étude de l'écrouissage cyclique et par la mesure de la vitesse de fissuration en fonction du facteur d'intensité de contrainte.

La première de ces méthodes est de loin la plus utilisée, car elle permet de déterminer une limite d'endurance au-dessous de laquelle, on est, en principe, à l'abri des ruptures par fatigue. Cependant cette limite d'endurance, ne donne pas une idée convenable de l'influence des défauts, qui peuvent exister ou apparaître en service, ni du développement ultérieur des fissures correspondantes. Il est donc essentiel de compléter un essai d'endurance par l'étude de la propagation des fissures, qui seule renseigne de façon précise sur les risques de fissuration d'une pièce en service, l'initiation la plus redoutable se faisant sur un défaut accidentel de la surface ou dans une région de concentration de contrainte. En tant que défaut, on peut tout aussi bien comprendre, une piqûre de corrosion ou une empreinte accidentelle.

#### 2 - ANALYSE A L'AIDE DE LA MECANIQUE DE LA RUPTURE

#### 2.1. Aspect général

On exprime généralement la croissance d'une fissure de fatigue en fonction du coefficient de contrainte K par la relation proposée par PARIS :

 $\frac{da}{DN} = C(\Delta K^{m})$ C et m sont les coefficients de PARIS C dépend des conditions expérimentales m est fonction du matériau

Cette représentation, très utilisée, présente cependant certains inconvénients. En effet, l'influence des paramètres mécaniques usuels tels que le module d'Young, le coefficient d'écrouissage, ou la limite d'élasticité ne peut pas être mise en évidence facilement. A l'heure actuelle, on essaie d'exprimer la vitesse de fissuration en fonction de certains de ces paramètres mécaniques. Les résultats les plus intéressants sont obtenus avec la théorie de l'ouverture à fond de fissure (C.O.D.), ainsi qu'avec l'écrouissage cyclique à fond de fissure. Dans les deux cas, la connaissance de la zone plastifiée à fond de fissure est un facteur intéressant, puisqu'il permet une meilleure compréhension du phénomène de progression des fissures.

#### 2.2. Aspect théorique

Avant de définir plus précisément la zone plastifiée à fond d'entaille, il serait intéressant de rappeler brièvement les différents modes de ruptures principaux.

Dans le cas de l'étude des fissures planes, on distingue trois types de sollicitations appelés mode I, II et III qui correspondent à trois modes de ruptures principaux (figure 1).

Le mode I est celui qui correspond à une ouverture de la fissure. C'est le mode qui conduit généralement à une rupture fragile brutale, donc dangereuse pour des raisons technologiques évidentes. Le mode I est, de ce fait, le plus étudié tant expérimentalement que théoriquement.

Il est cependant important de noter que les trois modes de rupture peuvent être présents sur un faciès de rupture.

## 2.2.1. Etats plans

Pour simplifier le problème, on est amené à définir les états plans. On aura un état plan lorsque l'un des trois axes défini par rapport à la fissure est un axe principal soit pour  $\sigma$ (contrainte plane), soit pour  $\varepsilon$ (déformation plane).

Les états plans sont rencontrés dans deux cas expérimentaux fréquents :

Lorsque l'épaisseur de la plaque est suffisante, c'est-à-dire lorsque les conditions suivantes sont satisfaites :

> a > 2,5  $\left(\frac{K_{I}}{\sigma_{y}}\right)^{2}$  a : longueur de la fissure B > 2,5  $\left(\frac{K_{I}}{\sigma_{y}}\right)^{2}$  B : épaisseur de la tôle

- 108 -

Mode |

Mode III





- 109 -



Figure 1 Les trois modes de rupture

MODE III MODE II MODE I GLISSEMENT VIS OUVERTURE GLISSEMENT DROIT CONTRAINTES : CONTRAINTES : CONTRAINTES : -sin  $\frac{\theta}{2}(2+\cos\frac{\theta}{2}\cos\frac{3\theta}{2})$  $1-\sin\frac{\theta}{2}\sin\frac{3\theta}{2}$  $-\sin\frac{\theta}{2}$ σx ۲xz σx  $\tau_{yz} = \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \qquad \cos \frac{\theta}{2}$  $\tau_{xy} = \frac{K_1}{\sqrt{2\pi r}} \qquad \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}$  $\tau_{xy} = \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} (1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2})$  $\sigma_y \qquad \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}$  $1+\sin\frac{\theta}{2}\sin\frac{3\theta}{2}$ σv DEFORMATIONS PLANES DEFORMATIONS PLANES  $\sigma_{x} = \sigma_{y} = \sigma_{z} = \tau_{xy} = 0$  $\sigma_z = v(\sigma_x + \sigma_y)$  $\sigma_z = v(\sigma_x + \sigma_y)$  $\tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$  $\tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$ CONTRAINTES PLANES CONTRAINTES PLANES  $\sigma_z = \tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$  $\sigma_z = \tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$ DEPLACEMENTS DEPLACEMENTS DEPLACEMENTS  $\omega = \frac{2 K_{III}}{\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2}$  $u = \frac{K_{11}/r}{2\mu \sqrt{2\pi}} - \cos \frac{\theta}{2}(\theta + 1 + 2\cos \frac{2\theta}{2}) - \cos \frac{\theta}{2}(\theta - 1 - 2\sin \frac{2-\theta}{2})$  $= \frac{\kappa_{I}}{2\mu\sqrt{2\pi}} \frac{\cos\frac{\theta}{2}(\theta - 1 + 2\sin^{2}\frac{\theta}{2})}{\sin\frac{\theta}{2}(\theta + 1 - 2\cos^{2}\frac{\theta}{2})}$ u = v = 0 DEFORMATIONS PLANES DEFORMATIONS PLANES  $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$  $\chi = 3 - 4 \nu, \omega = 0$  $\chi = 3 - 4 \nu$ ,  $\omega = 0$ CONTRAINTES PLANES CONTRAINTES PLANES  $x = \frac{3 - v}{1 + v}$  $\chi = \frac{3 - v}{1 + v}$ 

Pour un état de déformation plane ( $\varepsilon_z = 0$ ), les contraintes principales sont alors :

$$\sigma_{x}$$
  
 $\sigma_{y} = \sigma_{x}$   
 $\sigma_{z} = 2 \gamma \sigma_{x}$   $\gamma$ : coefficient de POISSON

Si les conditions citées précédemment ne sont pas remplies, on se trouve alors dans un état de contrainte plane ( $\sigma_z = 0$ ). Les contraintes principales sont données par :

$$\sigma_{\mathbf{x}} = \sigma_{\mathbf{x}}$$
$$\sigma_{\mathbf{z}} = 0$$

L'état élastique des contraintes et des déplacements à fond de fissure peut être décrit par les équations de WESTERGAARD (voir tableau N° 1)

 $\sigma_{y} = \frac{K}{\sqrt{2 \pi r}} f_{ij}(\theta)$  $u_{i} = \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_{i}(\theta)$ 

 (r,θ) coordonnées polaires d'un point en avant de la fissure.

2.2.2. K : coefficient d'intensité de contraintes

Dans les relations précédentes K est une constante indépendante de r et de  $\theta$ .

K est appelé le facteur d'intensité de contrainte. Il ne dépend que de la géométrie de l'éprouvette et que de la contrainte appliquée. Nous verrons plus loin la signification à lui apporter en fatigue.

En mode I et en contrainte plane,  $\sigma$  est nul. La seule composante active est  $\sigma_1$ . Pour  $\theta = 0$ , on a :

$$\sigma_1 = \frac{K_1}{(2\pi r)^{1/2}}$$

Au cours de la traction, la contrainte  $\sigma_1$  atteindra localement la limite d'élasticité et il y aura à ce moment là, plastification à fond de fissure dans une zone telle que :

$$\sigma_{1} = \sigma_{y} = \frac{K_{I}}{(2\pi r)^{1/2}}$$
  
Soit r =  $\frac{K_{I}^{2}}{2\pi\sigma_{y}^{2}}$ 

C'est ainsi que IRWIN définit le rayon (r) d'une zone plastifiée à fond de fissure, dans le mode I en contrainte plane. Ce modèle simple prévoit que la section de la zone plastifiée est un cercle. En fait, la forme et la taille de cette zone dépendent de plusieurs paramètres.

# 2.2.3. K' : coefficient de concentration de contrainte

On introduit également un coefficient K' =  $\frac{\sigma_{max}}{\sigma_{min}}$ , appelé coefficient de concentration de contrainte.

Ce coefficient permet d'évaluer la contrainte réelle au fond d'une entaille de rayon  $\mathbf{R}$ .

# 2.2.4. Le seuil de non fissuration K<sub>s</sub>

Si, au cours d'un essai de fissuration on diminue progressivement la valeur de la charge nominale appliquée, le niveau de  $\Delta K$  decroît de même. En dessous d'un seuil  $\Delta K_s$  on n'observe plus la propagation de la fissure quelle que soit la longueur de celle-ci. Ce seuil de non fissuration  $\Delta K_s$ a une grande importance pratique, il permet de déterminer les dimensions de défauts tolérables pour qu'une fissure ne se propage pas en fatigue à partir de ces défauts. C'est en quelque sorte une détermination "absolue" de la limite d'endurance.

## 2.2.5. Calcul du coefficient d'intensité de contrainte K

Le facteur d'intensité de contrainte K, peut être calculé par différentes méthodes, la plus intéressante étant celle, introduite par WESTERGAARD à l'aide des potentiels complexes. Par exemple dans le cas d'une plaque infinie contenant une fissure de longueur 2 a et soumise à une contrainte uniforme, on a :

$$K_{I} = \sigma \sqrt{\pi a}$$

pour une plaque de dimension finie, un facteur de correction est à introduire et l'on obtient :

$$K_{I} = \sigma \sqrt{\pi a} \left(\frac{2b}{\pi a} tg \frac{\pi a}{2b}\right)$$

Dans le cas d'une fissure traversante elliptique, où le facteur K atteint sa valeur maximale aux extrémités du petit axe on a :

$$K_{I} = \frac{\sigma}{\phi} \sqrt{\pi a}$$

Dans le cas d'une fissure elliptique non traversante :

 $\phi = \int_{-\infty}^{\pi} \sqrt{1 - \frac{c^2 - a^2}{c^2} \sin^2 \theta} \, d\theta$ 

$$K_{I} = 1, 12 \frac{\sigma}{\phi} \sqrt{\pi a}$$

avec :

Le terme correctif 1,12 est dû à la géométrie de l'éprouvette et à son entaille.

Lorsque l'on s'écarte des cas théoriques de géométrie d'éprouvettes, pour se ramener à l'étude de spécimens utilisés en flexion 3 ou 4 points, la détermination du facteur d'intensité de contrainte devient plus complexe.

La méthode utilisée est fondée sur la mesure de compliance avec :

$$E_{1c} = (1 - v^2) K_{1c}^2$$

2.3 Forme et taille de la zone plastifiée

La taille de la zone plastifiée dépend essentiellement de l'état de contrainte. En déformation plane, IRWIN propose de majorer la composante  $\sigma_{I}$  d'un facteur 1,68. On aboutit alors à une nouvelle formule :

 $r = \frac{\kappa_1^2}{6 \pi \sigma_v^2} \qquad (voir figure N^{\circ} 2)$ 

qui montre que la zone plastifiée est plus petite en déformation plane, qu'en contrainte plane. C'est ce que l'on vérifie au coeur et à la surface d'une éprouvette.

En fait la forme de la zone plastifiée n'est pas aussi simple que celle prévue par cette approche élémentaire.

En réalité, dans le mode I, la zone plastifiée est constituée de deux ailes qui sont déterminées par le calcul, à l'aide de la méthode des éléments finis.

Dans le mode II, la zone plastifiée est allongée dans la direction de la propagation de la fissure, le mode III étant le seul où la forme circulaire soit effectivement rencontrée.

On voit donc que le modèle d'IRWIN, très clair pour introduire la notion de plastification à fond de fissure, est mal adapté pour faire une étude précise du phénomène.

Pour le mode I, il semble que le modèle le plus crédible soit celui de RICE. Les deux ailes de la zone plastifiée peuvent être déterminées par les coordonnées  $r_x$  et  $r_y$ ,  $r_x$  étant la dimension dans la direction de fissuration et  $r_y$  celle dans la direction perpendiculaire.

En déformation plane, RICE trouve que :

$$r_{y} = 0,15 \frac{K}{\sigma_{y}^{2}}$$
$$r_{x} = 0,036 \frac{K^{2}}{\sigma_{y}^{2}}$$

Les dimensions de la zone plastifiée calculées par RICE sont assez voisines de celles mesurées expérimentalement. Toutefois, le coefficient d'écrouissage, c'est-à-dire l'aptitude du métal à la consolidation, a une influence sur la forme de la zone plastifiée. Lorsque ce coefficient augmente, les deux ailes ont tendance à se redresser.

La direction moyenne  $\theta$  de l'aile par rapport à la direction de fissuration est de 60° dans le modèle de RICE. Des faits expérimentaux montrent que  $\theta$  diminue avec n.

Signalons que le calcul (voir fig. 3) montre que la plastification se développe principalement de part et d'autre et en avant de la fissure, mais aussi, dans une certaine mesure, en arrière de celle-ci. En partant du modèle de RICE, proposé pour un chargement monotone, nous allons voir, comment on peut le transposer au cas d'un chargement cyclique.

## 2.4. Mécanisme de la plastification à fond de fissure de fatigue

La zone plastifiée à fond de fissure de fatigue sera principalement modifiée par la fermeture de la fissure à chaque cycle. Même lorsque la contrainte normale reste dans le domaine de la traction, il se produit au moment de la fermeture, une compression locale.

La figure 4 montre schématiquement comment se forme la zone plastifiée à fond de fissure de fatigue. Considérant un chargement en traction répétée de forme triangulaire (a), on suppose que, lors de l'ouverture de la fissure, on a plastification si la limite d'élasticité est atteinte localement et que, lors de la fermeture, c'est une amplitude de la contrainte égale au double de la limite d'élasticité qui induira une nouvelle déformation plastique à l'intérieur de la zone plastifiée pendant l'ouverture de la fissure. On trouve donc en fatigue une double zone plastifiée. Le rayon de la zone plastifiée périphérique est de la forme  $(\frac{K_{max}}{\sigma_y})^2$  alors que celui de la zone centrale est en $(\frac{\Delta K}{2\sigma_y})^2$ . Par conséquent, la zone plastifiée centrale OR est quatre fois plus petite que la zone plastifiée périphérique 0.M (fig. 4).



Figure 2 Zone plastique à l'extrémité d'une fissure dans une plaque d'épaisseur finie





Figure 3 Développement de la plastification en avant et en arrière d'une fissure de fatigue



Figure 4 Mécanisme de la fissuration plastique à fond de fissure.

A l'extérieur de la zone périphérique, la déformation est élastique. A l'intérieur de cette même zone, la déformation cyclique reste élastique, c'est-à-dire que les cycles contrainte - déformation sont fermés (fig. 4). En revanche, la déformation plastique monotone due à l'ouverture de la fissure augmente régulièrement de M à R, selon une fonction en  $\frac{1}{r}$ . C'est à l'intérieur de cette même zone plastifiée centrale que l'amplitude de la contrainte atteint 2  $\sigma_y$  et qu'il y a déformation plastique cyclique. Les cycles contrainte - déformation sont à ce moment là ouverts. La déformation plastique à la limite de la zone périphérique et de la zone centrale  $\varepsilon_p(R)$  peut être évaluée en considérant que le taux de déformation est inversement proportionnel à la distance au fond de fissure.

On trouve  $\varepsilon_{p}^{(R)} = 3 \varepsilon_{e}, \varepsilon_{e}$  étant la déformation plastique à la limite d'élasticité.

La déformation monotone au point R est donc assez faible, compte tenu de  $\varepsilon_{e}$ , on évalue par le calcul que la déformation plastique de la zone plastifiée périphérique n'excédera pas quelques centièmes.

A chaque cycle, la fissure avance d'une quantité da et elle entraîne ainsi la progression de la zone plastifiée qui se manifeste principalement par une extension du pourtour de la zone périphérique, et ensuite par une augmentation de la déformation plastique à l'intérieur de cette zone. La zone plastifiée centrale croît de la même façon à la fermeture de la fissure.

En raison de la forme de la zone plastifiée périphérique, dans un plan perpendiculaire au plan de fissure, le métal est soumis à un nombre croissant de cycles dans le sens des r<sub>y</sub> croissants. Mais, dans le même temps, l'amplitude de la déformation décroît. La déformation cumulée à l'intérieur de la zone plastifiée périphérique doit être par conséquent à peu près uniforme dans une direction perpendiculaire au plan de la fissure. Il n'en est évidemment pas de même dans la direction de propagation de la fissure.

En résumé, en avant de la fissure par fatigue, on trouve trois zones :

- une première zone, la plus éloignée du fond de fissure, dans laquelle les déformations sont essentiellement élastiques - une deuxième zone, plastifiée lors de l'ouverture de la fissure, dans laquelle les déformations sont faibles et uniformes

- une troisième zone où l'amplitude de la contrainte est de l'ordre de 2  $\sigma_y$ . La plastification se produit sous l'effet de la fermeture de la fissure et les déformations sont importantes en particulier à proximité immédiate du bout de la fissure.

#### 2.5. Les méthodes expérimentales

Il existe plusieurs méthodes permettant de mettre en évidence les deux zones plastifiées : l'attaque métallographique, la mesure de microdureté, la diffraction par rayons X, ou bien encore, la microscopie électronique. En général, l'expérience vérifie bien la théorie. Parmi ces méthodes, la plus utilisée, est celle qui consiste à mesurer la microdureté.

Mesure de microdureté. C'est celle qui est la moins restrictive au point de vue du matériau utilisé.

On peut détecter par microdureté des déformations plastiques locales aussi petites que le centième dans toutes sortes de matériaux.

Il est possible d'identifier du même coup, la nature de l'écrouissage : durcissement ou adoucissement. Un étalonnage des valeurs de la dureté permet de relier l'évolution de celle-ci dans la zone plastifiée à la distribution des déformations plastiques en bout de fissure.

Le bien fondé de la théorie a été vérifié sur plusieurs points : l'existence d'une double zone plastifiée, l'uniformité de la déformation plastique dans la zone périphérique, la forme et les dimensions de cette zone.

## 3 - APPLICATION DE LA MECANIQUE DE LA RUPTURE A L'ETUDE DES PHENOMENES DE FATIGUE

L'étude des vitesses de fissuration constitue une excellente approche de la fatigue.

On conçoit aisément qu'un défaut puisse atteindre une taille critique sous l'effet des contraintes variables agissant sur le matériau. De nombreux auteurs ont cherché à déterminer la vitesse de propagation des fissures de fatigue en la reliant aux différents paramètres utilisés en mécanique de la rupture.

## 3.1. Relations entre la vitesse de fissuration et le facteur d'intensité de contrainte.

## Signification du facteur K en fatigue

Le facteur d'intensité de contrainte K peut être considéré comme étant une mesure des effets de la charge appliquée à une pièce, et de la géométrie de cette pièce sur l'intensité des contraintes au voisinage d'une fissure. Lorsque la charge varie ainsi que la géométrie de l'éprouvette du fait de l'extension de la fissure, la valeur de K à chaque instant permet de décrire les effets de ces variations au voisinage de la fissure.

Le schéma (fig.5) donne l'évolution du facteur K au cours de la fissuration.



Figure 5

Evolution schématique du facteur K au cours de la fissuration par fatigue

Cette constatation a conduit PARIS, GOMEZ et ANDERSON (1) à l'analyse suivante :

Les contraintes au voisinage d'une fissure, au cours d'un cycle de fatigue sont déterminées dès lors que l'on connaît les valeurs minimale K et maximale K du facteur d'intensité de contrainte K au cours de ce cycle. On peut en conclure que tout phénomène se produisant dans cette région est contrôlé par ces deux paramètres, et en particulier la vitesse de fissuration da/dn (a étant la longueur de la fissure et n le nombre de cycles).On doit avoir :

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}n} = f(\Delta K, R)$$

avec :

$$\Delta K = K_{max} - K_{min}$$
$$R = \frac{K_{min}}{K_{max}}$$

Donc pour une valeur de R donnée,  $\Delta K$  qui est la variation de K au cours du cycle de fatigue, permet de décrire la vitesse de fissuration.

PARIS et ses collaborateurs ont trouvé une excellente corrélation entre K et la vitesse de fissuration en fatigue, qui s'écrit :

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}n} = \mathrm{C}\left(\Delta \mathrm{K}\right)^{\mathrm{m}}$$

De façon générale JOHNSON et PARIS (2) ont constaté que les différents facteurs pouvaient modifier la vitesse de fissuration et que son expression pouvait s'écrire :

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}n} = f(\Delta K, H)$$

H représentant l'influence secondaire des différents facteurs étudiés. Le coefficient m ne tient compte que de la nature du matériau, m peut varier de 2 à 6.

Cette loi de propagation est celle qui est la plus utilisée en pratique. Elle dérive du modèle d'IRWIN, et suppose donc que la plasticité en tête de fissure est négligeable. Elle est en principe adaptée pour des matériaux fragiles ou peu ductiles.

Très généralement, les résultats obtenus en laboratoire sont exprimés en suivant la relation de PARIS.

La critique faite à cette loi, est qu'elle ne tient pas compte des paramètres intrinsèques (E,  $\sigma_v$ , état du matériau) et extrinsèques (fréquence de l'essai, environnement, dimensions de l'éprouvette, rapport des contraintes R).

De nombreux auteurs ont proposé des relations qui font apparaître ces facteurs. Nous allons en présenter quelques-unes des plus significatives. Le premier groupe de relations tente de prendre en compte l'effet du rapport R, le second groupe, celui de R et  $K_{max}$ . Enfin nous terminerons par les relations intégrant l'effet du rapport R, de  $K_{c}$ et du seuil de propagation  $\Delta K_{th}$ .

BROCK et SCHIJVE (3) proposent la relation empirique :

$$\frac{da}{dn} = C_1 \left(\frac{\Delta K}{1-R}\right)^3 \exp\left(-C_2 R\right)$$

C, et C<sub>2</sub> sont des caractéristiques du matériau à déterminer.

Cette équation ne tient pas compte des variations du coefficient m de la relation de PRRIS. De plus l'effet de R ne se fait sentir que sur le coefficient C. FORMAN et al. (4) proposent une relation empirique qui permet de décrire la courbe  $\frac{da}{dn} = f(\Delta K)$ 

$$\frac{da}{dn} = \frac{C \Delta K^{m}}{(1-R)K_{C} - \Delta K} \qquad \frac{da}{dn} \to \infty \qquad \text{quand } K_{max} \to K_{C}$$

Cette relation s'applique dans le cas des alliages d'aluminium, mais pas dans celui des aciers, où l'influence de R est moins marquée. De plus cette loi fait apparaître le paramètre K<sub>C</sub>, bien que son choix soit difficile.

Pour limiter l'erreur commise sur  $K_{C}$ , PEARSON propose une relation qui garde les mêmes propriétés que la précédente :

$$\frac{da}{dn} = \frac{C \ \Delta K^{m}}{\sqrt{(1-R)K_{C} - \Delta K}}$$

Ces deux dernières relations conviennent parfaitement pour décrire les vitesses de fissuration dans le stade III dans le cas des alliages d'aluminium.

SPEER (5) remarquant que la relation de FORMAN admet une asymptote quand  $K_{max}$  tend vers  $K_{C}$ , mais qu'elle n'explique pas le

- 121 -

comportement de la fissure aux basses vitesses lorsque  $\Delta K$  tend vers  $\Delta K_{th}$ , propose la relation suivante :

$$\frac{da}{dn} = C \frac{\left(\Delta K - \Delta K_{th}\right)^{m}}{(1-R)K_{c} - \Delta K}$$

Cette relation est vérifiée sur des aciers à haute résistance, et ne convient que pour les faibles vitesses.

NICHOLSON (6) suit la même analyse que les auteurs précédents. Il désire décrire toute la courbe de fissuration, et pour cela, propose la relation :

$$\frac{da}{dn} = A \left| \frac{\Delta K - \Delta K_{th}}{K_{c} - K_{max}} \right|^{m}$$

Si l'on néglige le seuil de rupture finale, l'équation de PARIS décrit bien la propagation d'une fissure, et ce d'autant plus que la valeur de K reste faible par rapport à celle de K. Dans l'équation de NICHOLSON on peut négliger K devant K et se ramener à l'équation de PARIS. FITZGERALD (7) étudie l'influence de R avec une approche différente. Il vérifie que beaucoup de matériaux, fatigués sous deux rapports R et R, ont des vitesses proportionnelles à un certain facteur d'intensité de contrainte "efficace"

$$\frac{\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}}{\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}}_{\mathrm{R}_{2}} = \frac{\left( \stackrel{\Delta \mathrm{K}}{\mathrm{eff}} \right)_{\mathrm{R}_{1}}}{\left( \stackrel{\Delta \mathrm{K}}{\mathrm{eff}} \right)_{\mathrm{R}_{2}}}$$

avec  $\Delta K_{eff} = \Delta K - \Delta K_{o}$ ,  $\Delta K_{o}$  est un seuil apparent. C'est un paramètre ajustable pour obtenir la meilleure corrélation possible entre la vitesse mesurée et celle calculée par ces deux relations.

FITZGERALD projette toutes les relations obtenues à différentes valeurs de R sur la relation obtenue pour R = 0 (relation de PARIS). Il obtient :

$$\left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}\right)_{\mathrm{R}} = \mathrm{C} \quad \mathrm{K}_{\mathrm{max}}^{\mathrm{m-2}} \quad \left(\Delta \mathrm{K} - \Delta \mathrm{K}_{\mathrm{O}}\right)^{2}$$

Cette relation est vérifiée dans le cas des aciers (A514, A316 (ASTM)), des alliages d'aluminium (7075T6, 2024T3), et d'un alliage de titane (Ti6A14V).

Il décrit de même l'effet de l'environnement, en prenant K = 0 dans son équation, il obtient :

$$\left(\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}}\right)_{\mathrm{R}} = C K_{\mathrm{max}}^{\mathrm{m-2}} \left| \left(K_{\mathrm{max}} + K_{\mathrm{e}}\right) \left(1-\mathrm{R}\right) \right|^{2}$$

K traduit l'effet de l'environnement.

D'autres types d'analyse phénoménologique que celles présentées ci-dessus se proposent de traduire l'effet de R sur la vitesse de propagation. Les modéles précédents sont tous empiriques et ne reposent sur aucune notion physique de la propagation de fissure.

ELBER (8, 9) a introduit la notion de facteur d'intensité de contrainte efficace  $\Delta K_{eff}$ . Il suppose que seulement une partie du cycle est utile à la propagation de la fissure, le reste servant à écrouir l'échantillon. SULLIVAN et CROOKER (10) ne tentent pas de donner un sens physique au facteur d'intensité de contrainte efficace, ils posent :

 $\Delta K_{eff} = u. \Delta K$ 

Pour calculer U, ils supposent que :

 $\Delta K_{eff} = (1-bR)K_{max}$  où b est une constante En remontant aux définitions de  $\Delta K = (1-R)K_{max}$ , ils obtiennent :

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}n} = A \frac{1 - bR}{1 - R} \Delta K^{\mathrm{m}}$$

Ce modèle, comme celui d'ELBER, ne peut s'appliquer que dans les cas où l'effet de R ne se fait sentir que sur le paramètre C de la loi de PARIS. L'approche d'ELBER pour expliquer l'influence de R sur la fissuration d'un échantillon est très différente des précédentes. Lors de la décharge de l'échantillon, l'auteur suppose un phénomène de fermeture. Les lèvres de la fissure sur la surface de l'échantillon se touchent alors que la force n'est pas égale à zéro. L'étude d'ELBER porte sur des échantillons minces travaillant en contrainte plane. A la pointe de la fissure il existe une déformation plastique permanente qui intervient lors de la fermeture de la fissure. ELBER suppose que seule la partie du cycle qui se trouve au-dessus de l'ouverture est utile pour la progression de la fissure (Fig. 8). Si on appelle K le coefficient d'intensité de contrainte minimum nécessaire pour ouvrir la fissure, ELBER (9) se propose de définir, le coefficient d'intensité de contrainte efficace somme suit :

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv}$$

De nombreux auteurs (11) ont tenté d'utiliser le modèle d'ELBER. Ils proposent l'utilisation de la loi de PARIS modifiée :

$$\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dn}} = \mathrm{C}^{*} (\Delta \mathrm{K}_{\mathrm{eff}})^{\mathrm{m}}$$

Cette loi, comme nous l'avons dit, n'est valable que pour des éprouvettes tirées de tôles minces, travaillant en contraintes planes.

ELBER a démontré que la variation du facteur d'intensité de contrainte efficace peut s'écrire en fonction de R

$$\Delta K_{eff} = U\Delta K_{T} \qquad \text{avec } U = \frac{K_{max} - K_{ouv}}{K_{max} - K_{min}}$$

 $\Delta K_{\rm T}$ : seuil de propagation.

Dans le cas des alliages d'aluminium U peut prendre la forme :

$$v = 0,5 + 0,4 R$$

En reportant la valeur de  $\Delta K_{eff}$  dans l'équation de PARIS modifiée, on obtient :

$$\frac{da}{dn} = C' (U\Delta K_T)^m = C' U^m \Delta K_T^m$$

qui est une nouvelle expression dérivée de l'équation de PARIS. Cette analyse en fonction de  $\Delta K_{eff}$  ne peut s'appliquer avec succès qu'aux essais où l'effet de R se traduit seulement par une variation de C en maintenant m constant.

Il est également possible d'exposer des modèles théoriques à partir du mouvement des dislocations, en tête de fissure. Le plus connu de ces modèles est peut-être celui développé par COTTRELL (12) qui imagine une fissure en déformation plane et calcule le mouvement des dislocations en tête de celle-ci.



7 K<sub>max</sub>

Kouv

K<sub>min</sub>

## Figure 6

Représentation schématique du facteur d'intensité de contraintes efficace défini par ELBER (20). Il faut que K>K pour que la fissure s'ouvre



Ce modèle ainsi que ceux bâtis sur la théorie des dislocations font intervenir des paramètres non disponibles en pratique. Les paramètres ( $\sigma_F$ : contrainte critique,  $\varepsilon_F$ : déformation maximale, n': coefficient de consolidation cyclique) ne sont pas faciles à déterminer, ce qui réduit les possibilités d'exploitation de ces modèles. Nous n'avons donné qu'un faible aperçu des lois de propagation les plus caractéristiques, il serait d'ailleurs impossible de les citer toutes ; on en dénombre environ 80 à ce jour. Il en ressort que la loi de PARIS reste la plus appliquée, tout en étant la plus simple.

En effet, Mc CARTNEY et COPPER (13) ont proposé une méthode d'évaluation de la précision des modèles précédents, en utilisant le calcul statistique et numérique. Les relations (PARIS, FORMAN, PEARSON, NICHOLSON) sont testées pour quatre aciers différents. Avec cette méthode, ils ont montré que la relation la plus acceptable est celle de PARIS avec l'exposant m = 4.

## 3.2. Relations entre m et C, équation aux dimensions

IRWING et Mc CARTNEY soulignent une erreur classiquement commise, à savoir que dans la relation de PARIS, les coefficients m et C ne sont pas indépendants au moins dans leurs dimensions. En effet :

$$|C| = \frac{\left|\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}n}\right|}{\left|\Delta K^{\mathrm{m}}\right|}$$

Le sens physique d'une telle constante est donc difficile à comprendre YOKOBORI (14) a le premier remarqué qu'il existait une relation entre m et C :

m = a Log C + b

Les courbes m = f(Ln C) restent parallèles, quel que soit le matériau considéré.

Le coefficient b semble varier avec le module d'YOUNG E.

3.3. Influence des paramètres intrinsèques

Bien que les modèles théoriques ou empiriques manquent de précision, nous pouvons dégager un certain nombre de tendances de certains paramètres qui agissent sur la fissuration.

#### 3.3.1. Le modèle d'YOUNG

Certains auteurs (15) proposent de tracer les lois de PARIS en portant  $\frac{\Delta K}{E}$ . Cette approche rationalise un peu la fissuration, mais elle a le désavantage de faire intervenir E à une puissance variable. Il est probable que cette rationalisation ne soit valable que pour m = 2.

## 3.3.2. Influence de la taille de grain

Elle joue principalement dans les stades I et III.

Il a été démontré que le nombre de cycles à la rupture, mesuré sur des éprouvettes non entaillées, varie suivant une relation du type :

 $N_{y} = N_{o} + d k^{-1/2}$   $d \quad \text{taille du grain}$ On sait que la limite d'endurance varie de la même façon  $\sigma_{D} = \sigma_{o} + k_{F} d^{-1/2}$ 

et que le seuil de propagation varie de façon inverse :

$$k_{\rm T} = k_{\rm o} + k_{\rm f} d^{1/2}$$

Par contre dans le stade II, la taille du grain ne semble pas avoir d'influence, à condition que l'épaisseur soit beaucoup plus grande que la taille du grain.

## 3.3.3. Influence de la limite d'élasticité

Corrélativement au résultat précédent, il serait normal que la limite d'élasticité  $\sigma_y$  soit sans effet sur la fissuration. Dans les

- 127 -

aciers, il a été démontré que la vitesse de fissuration était indépendante de la limite d'élasticité (16, 17, 18). De fortes variations de la limite d'élasticité ne font pas varier la vitesse de propagation.

Il est probable que les cellules de dislocations formées à la pointe de la fissure soient des obstacles assez importants à la propagation et masquent ainsi l'effet de la taille du grain, et donc indirectement rendent la propagation indépendante de la limite élastique. Le matériau en tête de fissure s'écrouit jusqu'à un niveau très élevé, indépendant de la limite d'élasticité initiale.

## 3.3.4. Influence de la ténacité

On considère la ténacité, mesurée par  $K_{IC}$  afin d'introduire dans les équations un facteur de ductibilité. Dans tous les modèles où  $K_{IC}$  intervient, il est au dénominateur :

$$\frac{da}{dn} \propto \left(\frac{1}{K_{TC}}\right)^m$$
 m coefficient variable

Cette proposition est physiquement logique : une augmentation de la ductilité doit entraîner une diminution de la vitesse de propagation, tous les autres paramètres étant maintenus constants.

## 3.3.5. Influence du coefficient de consolidation cyclique

Pour certains auteurs une augmentation du coefficient de consolidation cyclique augmente m, pour d'autres le diminue. Tout le monde s'accorde sur l'importance que devrait avoir ce paramètre, sans pouvoir préciser son influence.

## 3.4. Influence des paramètres extrinsèques

Nous regroupons dans ce paragraphe l'influence des paramètres qui ne sont pas caractéristiques du matériau. Ce sont des paramètres qui dépendent de l'expérimentateur : fréquence de cyclage, épaisseur de l'éprouvette, corrosion, forme du signal, température.

Il y a très peu de lois théoriques ou empiriques qui intègrent l'effet de ces paramètres.

## 3.4.1. Influence de l'épaisseur de l'éprouvette

La description de la fissuration à l'aide de la relation de PARIS  $\frac{da}{dn} = C\Delta K^m$  suppose que l'on est capable de calculer le facteur d'intensité de contrainte, pour une géométrie donnée.

Ces facteurs ont été calculés pour de nombreuses géométries d'éprouvettes dans le cas des déformations planes. Le calcul de K n'est valable que dans ce cas. En pratique, dès que l'épaisseur dépasse une certaine valeur, son influence devient faible.

#### 3.4.2. Influence de la fréquence

Cette influence est liée à celle de l'environnement. Dans un milieu corrosif, la fréquence de cyclage joue un grand rôle. Au-delà d'une fréquence critique, la fréquence influence peu la vitesse de propagation. De façon générale, dans les essais où le matériau est soumis à un environnement corrosif, l'effet de cet environnement est d'autant moins marqué, que la fréquence d'essais est élevée.

## 3.4.3. Influence du rapport de contrainte R

Nous avons précédemment discuté du rapport de contrainte R =  $\frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$ Rappelons rapidement qu'un accroissement du rapport R entraîne une augmentation de la vitesse de propagation. Cet effet dépend probablement du module d'YOUNG : l'effet de R est faible dans les aciers, fort dans les alliages d'aluminium. Les relations les plus généralement acceptées pour décrire l'effet de R sont la relation de FORMAN dans les alliages d'aluminium, ou celles de FORMAN ou de PEARSON dans les aciers.

## 3.4.4. Effet de la température

L'effet de la température est assez complexe, une augmentation de température agit à plusieurs niveaux. Elle entraîne généralement une augmentation de l'oxydation, et par conséquent la fissuration devient sensible à la fréquence de l'essai.

D'autre part, une élévation de la température change les modes d'écrouissage du matériau, surtout dans les métaux peu ductiles à température ambiante. 4 - ASPECT MICROGRAPHIQUE DE LA FISSURE DE FATIGUE

## 4.1. Faciès fractographiques

La fissure de fatigue s'amorce généralement à la surface du matériau, en un ou plusieurs foyers, d'où elle croît d'abord en contrainte plane, c'est le stade I, puis en déformation plane, c'est le stade II où la fissure atteint une dimension macroscopique.

A l'échelle macroscopique, la fissure de fatigue a un relief généralement régulier et lisse. Son aspect est mat. Les fissures secondaires sont le plus souvent nombreuses.

A l'échelle microscopique, la fissure est principalement transgranulaire. Elle croît avec formation de stries ce qui est le mécanisme le plus typique de la fissuration par fatigue. En fait les stries ne sont pas toujours observables pour plusieurs raisons. Il convient de noter que dans certains alliages, les aciers à haute résistance par exemple, les stries sont mal définies et par conséquent difficilement observables. Il faut ensuite souligner que pour les vitesses de fissuration les plus faibles le mécapisme de fissuration ne fait pas appel à la formation des stries, Enfin, pour les vitesses de fissuration les plus élevées de décohésions statiques, telles que clivage ou cupules se produisent de préférence à la formation des stries. Le domaine de vitesse de fissuration pour lequel les plages de stries dominent largement est compris entre 10<sup>-5</sup> mm/cycle et 10<sup>-3</sup> mm/cycle selon qu'on observe un acier ou un alliage d'aluminium.

#### 4.2. Mécanisme de formation des stries

Il semble que ce soit ZAPFE qui ait découvert le premier l'existence des stries en 1945, par observation au microscope optique. Peu de temps après, plusieurs chercheurs français dont PLATEAU, HENRI et MENCARELLI décrivent le faciès de stries observé au microscope électronique. Mais ce n'est que vingt ans plus tard que PELLOUX prouve qu'une strie se forme au cours d'un seul cycle. En 1961, FORSYTH montre l'existence de deux types de stries : des stries ductiles et des stries fragiles (19).

On remarque à cette époque, qu'un environnement corrosif favorise la formation des stries fragiles. Cependant, on trouve les deux types de stries dans les alliages légers rompus dans l'air humide. La morphologie des surfaces de cassure par fatigue est caractérisée par le fait que les stries sont arrangées plus ou moins, perpendiculairement à la direction de propagation, du moins dans les aciers au carbone, et les alliages à forte énergie de faute d'empilement.

La direction des stries est liée à l'orientation cristallographique des grains pour les alliages de cuivre, et également dans les aciers inoxydables austénitiques. Ce caractère est nettement moins marqué dans les aciers au carbone. Le profil des stries ductiles est en principe une dent de scie plus ou moins aplatie : le fond de la strie est souvent marqué par une microfissure.

La déformation plastique à fond de fissure a un rôle important, dans la formation des stries, et par conséquent sur la vitesse de fissuration. En général, la fissure apparaît comme étant transgranulaire, et la déformation plastique qui l'accompagne est très localisée dans une bande de faible épaisseur. L'étude de la zone plastifiée montre que le faciès de la cassure est lié à la déformation plastique des couches sousjacentes. Dans les alliages d'aluminium les stries sont associées à des parois de dislocations orientées dans les directions (110).

Dans les aciers au carbone, on trouve également une corrélation entre stries et parois de dislocations, alors que dans les agiers inoxydables austénitiques se sont les macles ou les lamelles de martensite qui sont liées aux stries.

On en conclut que, lorsque la fissure s'ouvre, à chaque cycle, il y a réarrangement ultime des dislocations pour accomoder le glissement à fond de fissure, ce réarrangement ne devenant définitif que lorsque la fissure se sera refermée. Selon le caractère du glissement, il y a formation d'un sous joint, d'une macle ou d'une lamelle de martensite en même temps que formation d'une strie. Parallèlement, l'espacement d'une strie dépend du caractère du glissement. De la même façon, l'arrangement des stries, c'est-à-dire leur orientation et la croissance des plages striées, est lié à la déformation plastique et en premier lieu à l'énergie de faute d'empilement.

- 131 -

#### 4.3. Modèles de croissance des fissures

## 4.3.1. Modèle fondé sur l'ouverture à fond de fissure COD

L'un des principaux modèles théoriques pour exprimer la croissance des fissures est fondé sur l'ouverture à fond de fissure (20). On y fait l'hypothèse que la fissure de fatigue progresse par glissement du fond de fissure dans les directions orientées à 45° par rapport à la direction de propagation (21). Le modèle de formation de stries présenté par PELLOUX correspond bien à cette hypothèse.

Dans ces conditions si on appelle  $\delta_c$ , l'écartement à fond de fissure et  $\frac{da}{dN}$ , l'écartement entre les stries, on a proportionnalité entre  $\frac{da}{dN}$  et  $\delta_c$ , de la façon suivante (Fig. 7).

$$\delta_{c} = \frac{\Delta K^{2}}{4 E \sigma_{y}}$$

 $\frac{da}{dN} = \frac{1}{8} \frac{\Delta K^2}{E \sigma}$ 

Cette relation peut s'écrire différemment pour faire apparaître la dimension de la zone plastifiée. On met alors en évidence que la croissance de la fissure doit être proportionnelle à la taille de la zone plastifiée.

$$\frac{da}{dN} = \frac{1}{8} \left( \frac{\Delta K^2}{\sigma_y^2} \right) \cdot \frac{\sigma_y}{E}$$

Cette relation implique que la vitesse  $\frac{da}{dN}$  est une fonction de  $\Delta K^2$  au lieu de  $\Delta K^4$  d'après PARIS.

Il faut noter que pour un AK donné, la vitesse microscopique diffère de la vitesse macroscopique, d'une quantité variant selon le domaine considéré. On attribue cet écart à la désorientation locale des stries par rapport à la direction générale de propagation, à la subdivision des plages striées et surtout à l'arrêt momentané du front de fissure.

A l'encontre de cette théorie, l'expérience montre que si  $\frac{da}{dN}$ (microscopique) dépend bien du module d'élasticité, la limite d'élasticité conventionnelle est pratiquement sans influence pour différenta matériaux dont les aciers. Cette contradiction montre bien l'insuffisance du modèle fondé sur le COD.



#### Figure 7

Représentation schématique du modèle de Mc CLINTOCK

## 4.3.2. Modèle fondé sur le facteur d'intensité de contrainte efficace

#### Le modèle d'ELBER

Nous avons déjà parlé précédemment dans la présentation des différentes expressions donnant la vitesse de fissuration. Nous en rappellerons brièvement les hypothèses.

ELBER (22) a montré qu'une fissure de fatigue, dans une tôle d'aluminium peut se fermer lorsque l'ensemble de l'éprouvette se trouve soumis à une traction. Les contraintes de compression sont créées autour de la fissure quand la contrainte tend vers zéro. Il en conclut qu'une fissure de fatigue diffère d'une fissure mécanique idéale parce qu'elle crée une zone de déformations résiduelles lors de sa propagation. L'ouverture théorique de la pointe de la fissure (COD) se trouve donc diminuée.

Faisant l'hypothèse qu'une fissure ne se propage pas lorsqu'elle est fermée, il conclut qu'il est erroné de prendre en considération l'amplitude totale du cycle pour établir la relation de PARIS. Il propose de remplacer le facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  par un facteur d'intensité de contrainte efficace  $\Delta K_{eff}$  (fig.6).

avec

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{out}$$

K étant le facteur d'intensité de contrainte nécessaire pour ouvrir totalement la pointe de la fissure.

Ce modèle conduisant aux relations de vitesses déjà citées permet de tenir compte des déformations plastiques résiduelles qui sont créées à chaque cycle. Ce modèle offre donc, une précision plus importante que le précédent.

- (1) P.C. PARIS, M.P. GOMEZ, W.E. ANDERSON : "The trends in Engineering" Janv. 1961.
- (2) H.H. JOHNSON, P.C. PARIS : "Engineering fracture mechanics", Juin 1968
   N° 1.
- (3) BROEK, SCHIJVE : NLR-TR-101-361, National aero and astronatuical research Institute - Amsterdam, 1963.
- (4) A.G. FORMAN et al. : J. Basic Eng. 1967, 49, 459-464.
- (5) W.R. SPEER : Fracture, 1977, vol. C, 1049-1056, 1977 (Waterlos-Canada)
- (6) C.E. NICHOLSON : Proc. of BSC : " Conf. on mechanic and mechanism of crack growth" Churchill College, Cambridge April 1973.
- (7) J.H. FITZGERALD : "Sour. of testing and Evaluation" sept. 1977, vol. 5.
- (8) W. ELBER, Eng. Fract. Mech., 1970, 1, 37-45.
- (9) W. ELBER, ASTM-STP, 1971, 486, 230-242.
- (10) A.M. SULLIVAN, T.W. CROOKER : Trans. of ASME, 1976, vol. 98, 179-184, 208-212.
- (11) D.S. DUGDALE : J. Mech. Phys. Solids, 1960, 8, 100.
- (12) B.A. BILBY, A.H. COTTREL, K.H. SWINDEN : "Proc. Roy. Soc., 1963, A 272, 304.
- (13) L.N. Mc CARTREY et Pamela COOPER, Eng. Fract. Mech., 1977, 9, 273-290.
- (14) T. YOKOBORI, Rep. of Res. Inst. of strenght and fracture of materials, 1973, 9, 35.
- (15) L.P. POOK et N.E. FROST, Int. Jour. Fract., 1973, 9, 53-61.
- (16) A.W. THOMSON et R.J. BUCCI, Met. Trans., 1973, , 1173.
- (17) J.F. TROOP et G.A. MILLER, ASTM-STP, 1970, 467, 154-168.
- (18) D.W. HOEPPNER, ASTM-STP, 1967, 415, 486.
- (19) P.J. FORSYTH, D.A. RYDER, Metallurgica, 1961, vol. 63.
- (20) F.A. Mc CLINTOCK, ASTM-STP, 1967, 415, 169
- F.A. Mc CLINTOCK, Fracture of solids, John Wiley, 1963, p. 65. (21) R.H. PELLOUX, Trans. of ASM, 1969, vol. 62, 281-285.
- (22) (9)