

50376
1992
194

61998

50376
1992
194

N° d'ordre: 900

THÈSE

présentée

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
DE LILLE FLANDRES-ARTOIS

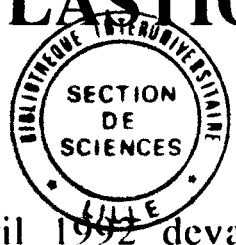
pour obtenir le grade de

DOCTEUR
SCIENCES DES MATERIAUX

par

TAO Chunhu

EFFET DE SURFACE EN PLASTICITE CYCLIQUE



Soutenue le 9 avril 1992 devant la commission d'examen:

MM.

J. FOCT
J. LE COZE
D. DESJARDINS
H.P. LIEURADE
T. MAGNIN

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Directeur de thèse

à ma famille

REMERCIEMENT

Ce travail a été conduit dans le laboratoire de Métallurgie physique de l'Université de Lille Flandres-Artois, sous la direction de Monsieur le professeur T. MAGNIN. Je tiens à le remercier tout particulièrement pour sa disponibilité, sa compétence mais aussi pour la façon dont il m'a guidé dans cette étude.

Je remercie Monsieur le professeur J. FOCT, directeur du laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université de Lille Flandres-Artois, qui m'a accueilli avec bienveillance et m'a permis d'effectuer ce travail dans son laboratoire me faisant l'honneur de présider le Jury.

J'exprime mes plus vifs remerciements à

-Monsieur le professeur J.LE COZE, directeur du Département Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, qui m'a permis d'effectuer une partie de ce travail dans son laboratoire et m'a fait l'honneur d'examiner cette thèse et de participer au Jury.

-Monsieur D. DESJARDINS, Professeur à l'Université de Bordeaux I, qui a bien voulu examiner cette thèse et faire partie du Jury.

-Monsieur H.P. LIEURADE Ingénieur et chef du Département Matériaux du CETIM, qui a bien voulu faire partie du Jury.

Je tiens à remercier tout particulièrement Messieurs R. CHIERAGATTI (notre laboratoire) et P. Rieux (Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne) pour leur aide technique, mais aussi pour l'ambiance de travail qu'ils ont su créer.

Mes remerciements s'adressent également à tous les chercheurs, les techniciens et les employés du laboratoire de Métallurgie physique qui m'ont soutenu tout au long de ce travail.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I: SITUATION DU PROBLEME	5
1-1. Introduction.....	5
1-2. Généralités sur la fatigue et fatigue-corrosion des Matériaux C.C. et C.F.C.....	6
1-2-1. <i>Situation en fatigue à l'air</i>	6
1-2-2. <i>Endommagement dû au milieu corrosif</i>	12
1-3. Rappel sur l'implantation ionique.....	15
1-3-1. <i>Traitement de surface d'implantation ionique</i>	15
1-3-2. <i>Fatigue et implantation ionique</i>	19
1-3-3. <i>Implantation ionique et corrosion</i>	21
1-4. Quelques effets des couches d'oxyde sur le comportement des matériaux.....	22
1-5. Objectif de cette étude.....	24
BIBLIOGRAPHIE.....	26
CHAPITRE II: MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES	31
2-1. Matériaux.....	31
2-1-1. <i>Alliage 316L</i>	32
2-1-2. <i>Alliage Fe-26Cr-1Mo</i>	32
2-1-3. <i>Alliages IN 600 et IN 690</i>	33
2-2. Préparation des éprouvettes.....	34
2-2-1. <i>Eprouvettes vierges</i>	35
2-2-2. <i>Eprouvettes avec couche d'oxyde</i>	35
2-2-3. <i>Eprouvettes implantées</i>	35
2-3. Techniques expérimentales en fatigue et en fatigue-corrosion.....	36
2-3-1. <i>Description de la méthode expérimentale</i>	36
2-3-2. <i>Utilisation de la méthode expérimentale</i>	38

2-4	Observation des bandes de glissement et des fissures.....	39
2-5	Conclusion sur la méthode expérimentale.....	40
	BIBLIOGRAPHIE.....	41

**CHAPITRE III: EFFET D'UNE COUCHE D'OXYDE SOLIDE
SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE
DE L'ALLIAGE 316L A 300°C**.....44

3-1	Introduction.....	44
3-2	Influence du temps de pré-oxydation sur le comportement en fatigue oligocyclique à l'air et sous vide.....	45
3-3	Résultats d'essais de fatigue pour les éprouvettes avec pré-oxydation de 100 heures.....	46
	3-3-1. <i>Durée de vie et contrainte cyclique en fatigue à l'air et sous vide</i>	46
	3-3-2. <i>Observation de la surface des éprouvettes</i>	48
	3-3-3. <i>Conclusions sur les essais</i>	50
3-4	Interprétation de l'effet air-vide.....Force d'interaction entre une dislocation coin et une couche d'oxyde.....	50
	3-4-1. <i>Préliminaire mathématique</i>	52
	3-4-2. <i>Demi-plan sans couche superficielle</i>	55
	3-4-3. <i>Demi-plan avec couche rigide</i>	60
	3-4-4. <i>Demi-plan avec couche d'oxyde</i>	71
	3-4-5. <i>Interprétation des résultats de nos essais</i>	84
3-5	Conclusion sur l'effet d'une couche d'oxyde sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'alliage 316L.....	87
	BIBLIOGRAPHIE.....	89

CHAPITRE IV: EFFET DE LA DISSOLUTION ANODIQUE ET DE L'HYDROGENE SUR LA PLASTICITE CYCLIQUE DES ALLIAGES C.F.C.(IN600, IN690 ET 316L) ET C.C.(Fe-26Cr-1Mo).....91

4-1	Introduction.....	91
4-2	Modèle de T. MAGNIN.....	92

4-3	Effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur la plasticité cyclique en surface du 316L et l'alliage Fe-26Cr-1Mo.....	95
4-4	Résultats expérimentaux sur les alliages IN600 et IN690.....	98
4-4-1.	<i>Résultats d'essais de fatigue à forte déformation imposée</i> ($\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$).....	98
4-4-2.	<i>Résultats d'essais de fatigue à faible déformation imposée</i> ($\Delta\epsilon_p/2=1 \times 10^{-3}$).....	101
4-4-3.	<i>Analyse de la microfissuration</i>	104
4-4-4.	<i>Discussion</i>	104
4-5	Conclusion.....	105
	BIBLIOGRAPHIE.....	107

CHAPITRE V: EFFET DES COUCHES IMPLANTEES EN IONS SUR LA PLASTICITE CYCLIQUE DE L'ALLIAGE 316L.....109

5-1	Introduction.....	109
5-2	Effet des implantations ioniques sur les comportements purement électrochimiques de l'alliage 316L.....	110
5-2-1.	<i>Comportement purement électrochimique de l'alliage 316L non implanté</i>	110
5-2-2.	<i>Influence de l'implantation en ion N^+ sur le Comportement purement électrochimique de l'alliage 316L</i>	111
5-2-3.	<i>Influence de l'implantation en ion Cr^{++} sur le Comportement purement électrochimique de l'alliage 316L</i>	112
5-2-4.	<i>Discussion</i>	113
5-3	Comportements en fatigue et en fatigue-corrosion de l'alliage 316L implanté à l'azote.....	114
5-3-1.	<i>Comportement en fatigue à l'air</i>	114
5-3-2.	<i>Comportement en fatigue-corrosion</i>	116
5-3-3.	<i>Discussion</i>	118
5-4	Effet de la couche implantée au chrome sur le comportement cyclique de l'alliage 316L.....	121
5-4-1.	<i>Comportement en fatigue à l'air</i>	121
5-4-2.	<i>Comportement en fatigue-corrosion</i>	123

5 - 5 Conclusion.....	124
BIBLIOGRAPHIE.....	126
CONCLUSION GENERALE.....	127

INTRODUCTION

La dégradation des propriétés mécaniques des matériaux métalliques par fatigue est due à une déformation plastique cyclique localisée. C'est le plus souvent à partir de la surface que la fissuration du matériau se développe. L'action du milieu corrosif se situe bien évidemment en surface. Ainsi l'endommagement par fatigue ou par fatigue-corrosion est étroitement lié à l'endommagement superficiel des matériaux. Beaucoup de moyens traditionnels comme le grenailage, le polissage, les traitements de surface comme la carbonituration,..... etc qui modifient les propriétés physiques ou chimiques des surfaces sont employés depuis longtemps pour améliorer le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion.

De nombreux travaux ont été récemment conduits pour améliorer les propriétés mécaniques en surface des matériaux par des traitements modernes comme l'implantation ionique. Le traitement de surface par implantation ionique présente beaucoup d'avantages par rapport aux moyens traditionnels, cités précédemment. Cependant, les mécanismes de l'effet de la couche implantée sur le comportement cyclique restent à préciser.

On a montré aussi que la présence d'une couche d'oxyde à la surface des métaux peut sensiblement modifier la contrainte d'écoulement au cours d'essais mécaniques. Bien que ce phénomène soit connu depuis une cinquantaine d'années et que des modèles aient été proposés, les mécanismes de base de l'effet de la couche d'oxyde reste aujourd'hui encore mal compris, surtout les mécanismes liés à l'effet de la couche d'oxyde sur la plasticité cyclique.

La présence d'une couche solide superficielle (Couche d'oxyde, couche implantée en ions, couche passive pour certains matériaux en corrosion) entraîne une interaction avec le substrat. Ceci peut conduire à un changement significatif du comportement en fatigue et en fatigue-corrosion. En même temps, la différence d'environnement (air, vide, milieux aqueux) affecte le comportement cyclique des couches solides

superficielles et peut induire un changement du comportement cyclique et du mode de rupture du substrat.

On sait l'importance de l'effet de la structure cristallographique (C.F.C et C.C.) sur le mode de déformation plastique. Il nous a donc semblé intéressant d'étudier des alliages qui présentent des modes de déformation différents afin de déterminer l'influence de celui-ci sur la plasticité cyclique pour des matériaux recouvert d'une couche de surface.

Ainsi dans notre étude, nous nous intéresserons à l'effet de couches superficielles de nature variée sur la plasticité cyclique du substrat pour des alliages C.C. et C.F.C.. Nous nous intéresserons aussi à l'effet de l'environnement (air, vide et milieu corrosif) sur la déformation plastique en surface des alliages C.C. et C.F.C. ainsi que l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur le comportement en fatigue-corrosion des alliages passivables.

Ce rapport comporte cinq chapitres:

Dans le premier chapitre, nous situerons notre étude dans le cadre plus général des recherches actuelles sur la fatigue et la fatigue-corrosion ainsi que sur l'effet des couches superficielles d'oxyde et d'implantation ionique.

Le second chapitre sera consacré d'une part à une présentation des matériaux étudiés et d'autre part à la description des moyens expérimentaux mis en œuvre.

Le troisième chapitre sera consacré à la présentation et à la discussion des résultats de fatigue oligocyclique pour l'acier 316L avec couche d'oxyde, à l'air et sous vide à 300°C. Pour expliquer l'effet de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue, nous proposons une nouvelle approche quantitative de la force d'interaction entre les dislocations du substrat et la couche d'oxyde. Ceci constitue le point central de notre thèse.

Le quatrième chapitre sera consacré à la présentation de l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur le comportement

en fatigue-corrosion des alliages passivables base nickel IN600 et IN690 ainsi que pour d'autres aciers inoxydables C.F.C. et C.C., afin de vérifier la première condition (la dissolution anodique adoucit la surface et favorise une plasticité de surface) des mécanismes de fissuration par corrosion sous contrainte d'un modèle présenté par T. MAGNIN.

Le cinquième chapitre sera consacré à la présentation et à la discussion des résultats de la fatigue et de la fatigue-corrosion sur l'acier 316L avec implantation ionique. Il sera divisé en trois parties:

a). Dans une première partie nous présenterons et comparerons les comportements purement électrochimiques de l'acier 316L avant et après implantation ionique.

b). La seconde partie sera consacré l'effet de la couche implantée en ions azote sur les comportements et les mécanismes d'endommagement en fatigue et en fatigue-corrosion de l'acier 316L.

c). Dans la troisième partie nous présenterons l'influence de l'implantation en ions chrome sur les comportements cycliques de l'acier 316L et la discussion en terme de mécanismes d'endommagement microstructural.

Dans chaque cas présenté, on montrera comment le modèle d'interaction entre couche de surface et dislocations du substrat, développé au troisième chapitre, peut s'appliquer pour différents types de film superficiel.

Nous concluons enfin pour résumer les effets de surface sur la plasticité cyclique ici mis en évidence et leurs conséquences.

CHAPITRE I

SITUATION DU PROBLEME

1.1 INTRODUCTION

On sait qu'en fatigue l'endommagement résulte de la déformation plastique du matériau, et que, lorsqu'il n'y pas de gros défauts tels que des inclusions ou des trous, les fissures s'amorcent aux surfaces libres. L'action du milieu corrosif se situe bien évidemment en surface. Il est essentiel dans les études de fatigue et de fatigue-corrosion de prendre en compte l'effet d'un éventuel film superficiel.

Il est important de déterminer d'une part quel peut être l'effet macroscopique de l'éventuel film superficiel (couche d'oxyde, couche implantée en ions, couche passive) sur la plasticité cyclique et d'autre part quel peut être le mécanisme d'interaction entre cette couche et le substrat en fatigue et en fatigue-corrosion.

Avant de voir quels types d'essais peuvent être mis en oeuvre, nous allons revenir sur les différents aspects du problème: endommagement en fatigue et en fatigue-corrosion et les rappels des principaux résultats obtenus sur l'effet des couches superficielles en déformation cyclique.

Ainsi nous présenterons une revue succincte des problèmes de fatigue et de fatigue-corrosion en soulignant en particulier l'évolution récente des connaissances pour les matériaux C.C. et C.F.C..

Puis nous présenterons le traitement de surface d'implantation ionique et les principaux résultats déjà obtenus en fatigue à l'air dans la littérature.

Enfin, nous aborderons les problèmes de l'effet d'une couche d'oxyde solide sur le comportement des matériaux à chaud.

1-2 GENERALITES SUR LA FATIGUE ET LA FATIGUE-CORROSION DES MATERIAUX C.C. ET C.F.C.

La fatigue-corrosion associe un endommagement par fatigue et un endommagement dû à la corrosion. La compréhension fine des phénomènes de fatigue-corrosion nécessite donc de bien connaître les mécanismes intervenant en fatigue pure d'une part, et les phénomènes électrochimiques d'autre part.

1-2-1 Fatigue à l'Air

1-2-1-1 Généralités

La mise en oeuvre de techniques d'essais modernes et l'observation de l'évolution de la microstructure des dislocations d'un matériau pendant le cyclage ont permis d'établir un lien entre les mécanismes microstructuraux de la déformation plastique cyclique et l'endommagement macroscopique du métal [1-3]. Au cours d'un essai de fatigue, trois stades sont distingués: consolidation cyclique, amorçage des fissures et propagation des fissures.

La consolidation cyclique apparaît au cours des premiers cycles. Lors d'essais à déformation plastique imposée, le matériau a tendance à se durcir ou à s'adoucir. Après un nombre de cycles plus ou moins long la contrainte n'évolue plus: l'état de saturation est ainsi généralement atteint.

Au cours de la consolidation et pendant la saturation il y a localisation de la déformation plastique. La microstructure de dislocations évolue. Dans un premier temps les dislocations s'arrangent pour former une structure microscopique hétérogène qui se traduit par un durcissement (cas d'un matériau recuit). Puis un équilibre s'établit entre le nombre de dislocations nouvellement créées par la déformation plastique et les dislocations annihilées [3,4]. C'est l'état de saturation. On

a cru [5,6] que cet état correspondait à la phase d'amorçage des fissures. Celles-ci s'amorcent généralement en surface et se propagent très lentement jusqu'à une taille suffisante où elles deviennent le siège de concentration de contraintes élevées. Les études de propagation se font généralement en utilisant les lois de mécanique de la rupture [6]. Avant que les fissures ne se propagent en volume, elles évoluent en surface, notamment en fatigue oligocyclique.

On a classé [7] les microfissures à la surface de l'échantillon en quatre types différents (Fig.1-1):

a) Type I:

Ce sont des microfissures dont la taille n'excède pas la taille de grain des matériaux (50 μm environ). Elles s'amorcent dans les bandes de glissement ou aux intersections bandes de glissement-joint de grain.

b) Type II:

Leur longueur est comprise entre 50 μm et 150 μm . Elles se forment par micropropagation en surface ou coalescence de fissures de type I.

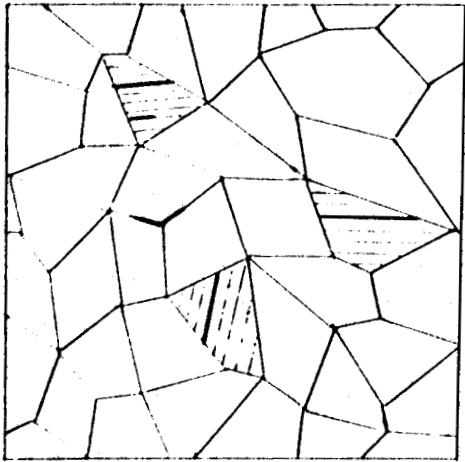
c) Type III:

Leur longueur est comprise entre 150 μm et 500 μm . Elles proviennent de la propagation ou coalescence de fissures de type I et II. Ces fissures sont orientées perpendiculairement à la contrainte mécanique principale.

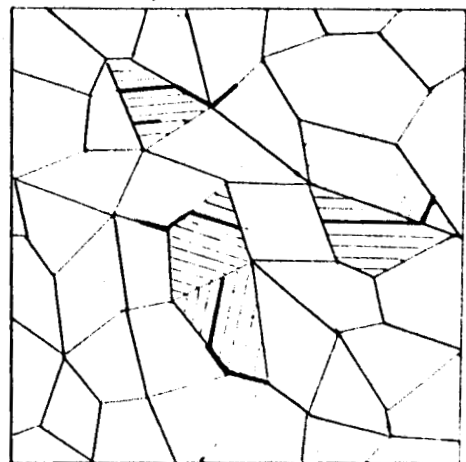
d) Type IV:

Leur taille est supérieure à 500 μm . Ces fissures se propagent en volume, à l'intérieur de l'éprouvette et donnent lieu à une rapide chute de la contrainte.

La localisation de la déformation plastique est un phénomène essentiel en fatigue pour l'amorçage des fissures; un autre facteur important est la réversibilité de la déformation dans les sites de localisation de la déformation [3]. Elle dépend étroitement de la

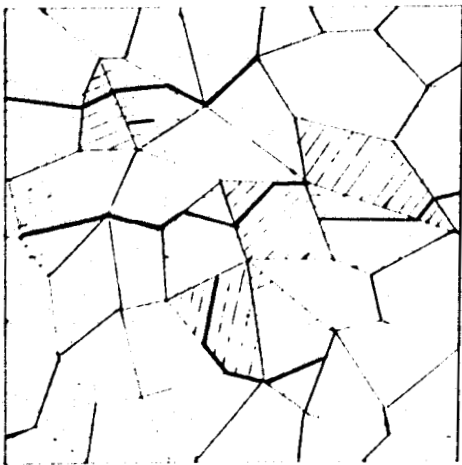


TYPE I

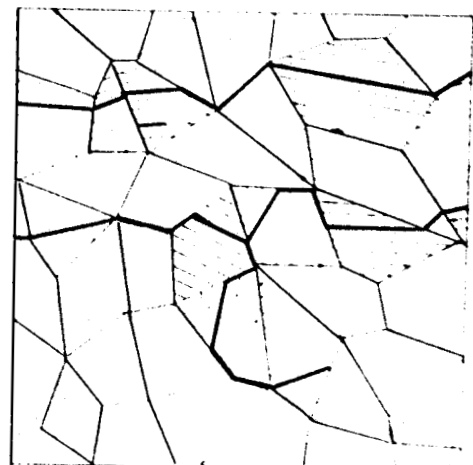


TYPE II

100μm



TYPE III



TYPE IV

Fig.1-1 Schématisation des différents types de microfissures

structure cristallographique du matériau, cubique centrée (C.C.) ou cubique à faces centrées (C.F.C.).

1-2-1-2 Cas des matériaux C.F.C.

Un des principaux facteurs est l'énergie de défaut d'empilement (EDE) Γ ou plus exactement le rapport Γ/Gb , où G est le module de cisaillement et b le module du vecteur de Burgers.

Pour les métaux C.F.C., l'EDE peut varier de 20 mJ/m² (pour l'argent par exemple) à 170 mJ/m² (pour l'aluminium). La température et la composition chimique peuvent influencer sur le glissement dévié. Une augmentation de la température peut augmenter l'EDE des alliages C.F.C. comme dans la plupart des matériaux [8]. L'addition, dans les aciers inoxydables austénitiques d'éléments d'alliages et/ou la teneur en interstitiels peuvent également influencer sur le glissement dévié. L'addition de chrome ou de molybdène tend à diminuer le glissement dévié. Il faut tout de même noter que l'influence de la teneur en carbone et en azote est controversée: l'azote et le carbone ne modifieraient pas l'EDE mais accentueraient le caractère planaire du glissement grâce à effet d'ordre à courte distance, ce qui est plutôt bon pour la tenue en fatigue [6].

La localisation de la déformation plastique dépend fortement du rapport Γ/Gb . Suivant les valeurs de ce rapport, deux types de comportement sont observés en fatigue [7].

1). Γ/Gb élevé:

Un rapport Γ/Gb élevé favorise le glissement dévié. La localisation de la déformation intervient alors dans ce qu'on appelle des "Bandes de Glissement Persistantes" (BGP). Ce nom vient du fait que ces bandes, une fois formées, réapparaissent aux mêmes endroits après polissage électrolytique et nouveau cyclage.

Pendant l'état de saturation un processus de glissement irréversible intervient dans les B.G.P. (dû au glissement dévié et à l'annihilation facile des dislocations). Ceci conduit à un amorçage rapide

des fissures par des mécanismes d'intrusion-extrusion dans les B.G.P. [9-12].

2) Γ/Gb faible

Dans ce cas, l'arrangement des dislocations est planaire (Fig.1-2). La déformation plastique se localise alors dans des bandes de glissement dont la structure est très différente de celle des B.G.P. [3,13]. Ces bandes sont en effet constituées d'un amas de lignes de glissement qui apparaissent pendant le stade de consolidation cyclique. La déformation plastique présente alors un caractère beaucoup plus réversible car il y a peu d'annihilation des dislocations vis, le glissement dévié étant défavorisé. Les déplacements de matière sont alors beaucoup moins importants et l'amorçage des microfissures dans les bandes de glissement intervient beaucoup plus tard que dans les B.G.P.. Les durées de vie en fatigue plastique sont alors améliorées.

1-2-1-3 Cas des matériaux C.C.

On sait que les matériaux C.C. peuvent se déformer par glissement ou maclage. Le glissement est le mode de déformation qui intervient le plus souvent dans l'essai à $T \sim 0,2T_f$. Pour les matériaux C.C., la contrainte d'écoulement dépend fortement de la température et de la vitesse de déformation [14,15]. Ceci est lié au comportement des dislocations vis $a/2\langle 111 \rangle$. En effet, celles-ci possèdent une structure de cœur dissociée en trois partielles $a/6\langle 111 \rangle$ [16]. Elles sont peu mobiles à cause des fortes forces de friction du réseau (ou contraintes de PEIERLS). Les dislocations coins sont ainsi beaucoup plus mobiles aux faibles contraintes que les dislocations vis à $T < 0,2T_f$.

La contrainte appliquée σ se décompose en deux termes σ^* et σ_i , où σ^* est la contrainte "effective" dépendant de la température (T) et de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) (Fig.1-3) et correspondant aux forces de friction du réseau, et où σ_i est la contrainte "interne" correspondant aux interactions à longue distance entre dislocations. Lorsque l'activation thermique est faible (T est faible et/ou $\dot{\epsilon}$ élevée), la mobilité des dislocations vis est faible et σ^* est élevée, alors que dans des conditions où l'activation thermique est suffisante, la mobilité des dislocations vis est comparable à celle des coins et σ^* devient négligeable.

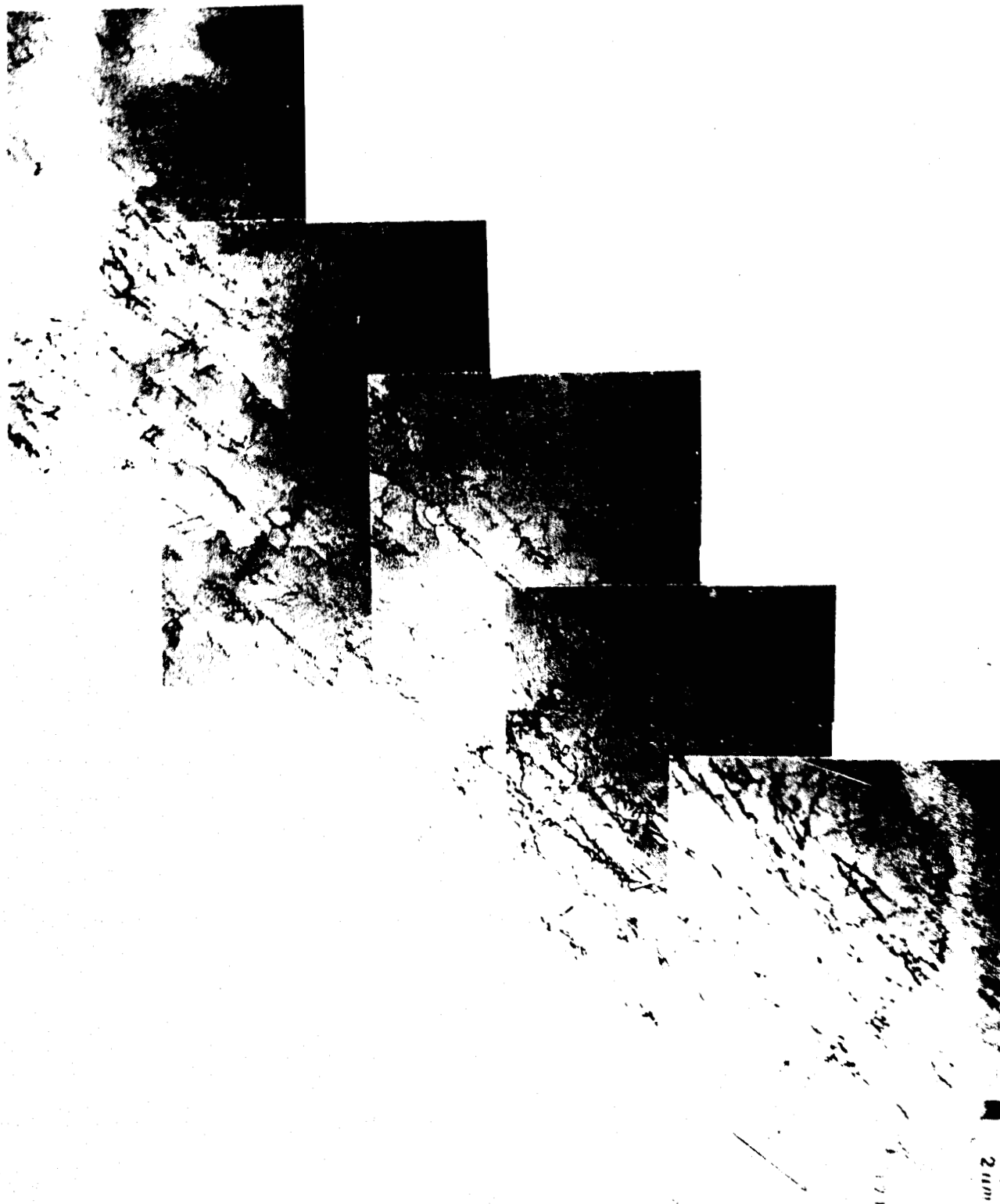
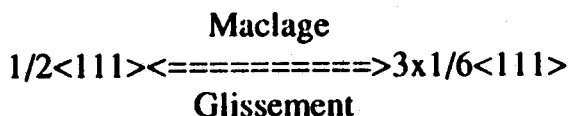


Fig.1-2 Arrangement des dislocations sur le plan $(1\bar{2}1)$ d'un cristal 316L (149) cyclé à $\Delta\epsilon_p/2=10^{-3}$, 20°C) [13].

Les matériaux C.C. peuvent aussi se déformer par maclage (Fig.1-4) lorsque le glissement est très difficile. Il se produit donc par une activation thermique très faible (très basses T , $\dot{\epsilon}$ et σ^* élevées). De nombreux modèles ont été proposés pour expliquer la formation des macles [17]. MAHAJAN [18] a proposé une compétition entre le glissement et le maclage selon la réaction suivante:



C'est à dire qu'il y a glissement lorsque la recombinaison des trois partielles est possible sous l'action de l'activation thermique sinon il y a maclage.

En fatigue plastique, suivant le mode de déformation (maclage ou glissement), la localisation de la déformation est très différente.

1) Alliages se déformant par maclage

Très peu d'études ont été réalisées en fatigue. En 1986, COUDREUSE [19] a étudié en détail le comportement cyclique d'un alliage Fe-26Cr-5Ni-1Mo présentant ce mode de déformation. Sur cet alliage, le maclage intervient à température ambiante pour n'importe quelle vitesse de déformation. Ceci est dû à l'introduction de nickel dans l'alliage Fe-26Cr-1Mo. Les forces de friction du réseau sont alors augmentées et le glissement rendu plus difficile [20,21]. Le maclage intervient généralement dès la limite d'élasticité [20]. En fatigue, il se produit au cours des premiers cycles, puis laisse la place à un mode de déformation par glissement [19]

2) Alliages se déformant par glissement

C'est le cas, par exemple des alliages de fer pur et du Fe-26Cr-1Mo à température ambiante. Le paramètre important est dans ce cas l'activation thermique.

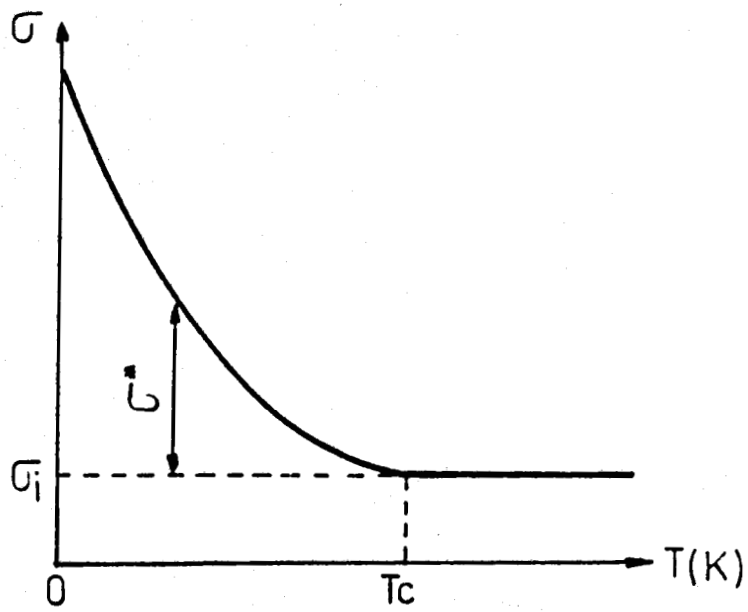


Fig.1-3 Influence de la température sur la contrainte effective σ^* .

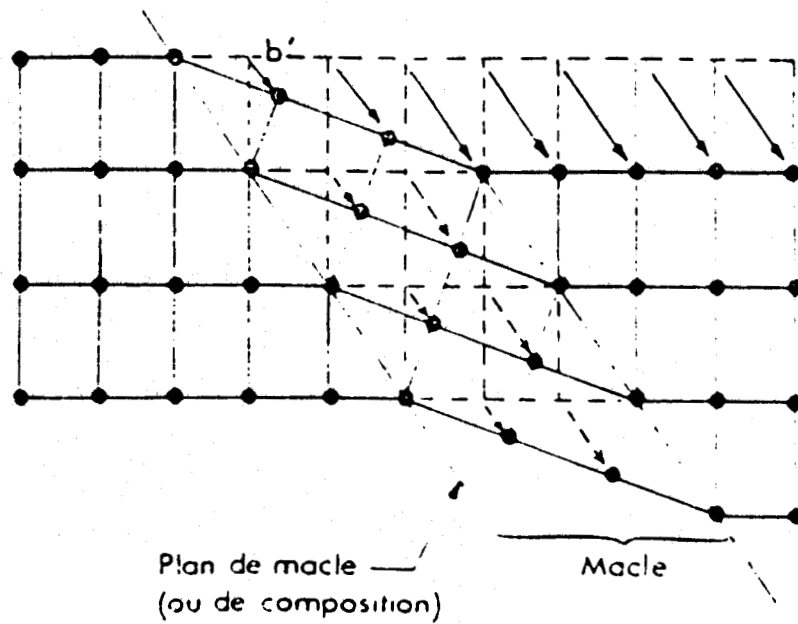


Fig.1-4 Maclage mécanique

a) Activation thermique est faible

La mobilité des dislocations vis est inférieure à celle des dislocations coins dans le cas de faible activation thermique.

La déformation est accommodée par le glissement quasi-réversible des dislocations coins aux faibles valeurs de déformation plastique ($\Delta\varepsilon_p/2 < 10^{-3}$). Il n'y a pas de durcissement cyclique et la déformation est relativement homogène dans toute l'éprouvette [22].

Lorsque la déformation cyclique augmente, les dislocations coins ne suffisent plus à accommoder la déformation et il y a glissement des dislocations vis. Les propriétés particulières de ces dislocations induisent une asymétrie de glissement entre traction et compression [23,24], Ceci provoque un changement de forme des cristaux au cours du cyclage par déplacement de matière différent entre traction et compression. Ce changement de forme dépend de l'orientation des grains et provoque une décohésion aux joints de grains, induisant en fatigue des amorçages et propagations intergranulaires [7,19,23] des fissures.

b) Activation thermique est élevée

Dans ce cas, la mobilité des dislocations vis est équivalente à celle des dislocations coins, le glissement dévié à longue distance devient possible. Le comportement des alliages C.C. est alors comparable à celui des alliages C.F.C. à rapport Γ/Gb élevé. Il y a formation de B.G.P. et amorçage et propagation des fissures transgranulaires dans celles-ci [23].

C'est le cas pour les essais à température élevée ou à vitesse de déformation faible. Notons que dans le cas particulier de l'alliage Fe-26Cr-1Mo, on peut passer de conditions d'activation thermique faible (ou basse température) à des conditions "haute température" en faisant varier la vitesse de déformation à température ambiante [3].

1-2-1-4 Conclusion sur l'endommagement en fatigue

Les résultats exposés précédemment montrent bien le lien entre la structure cristallographique du matériau, qui gouverne le comportement des dislocations, et l'endommagement superficiel en fatigue. Ainsi dans le cas de nos alliages, l'endommagement superficiel doit donc être très différent suivant les structures cristallographiques (C.C. ou C.F.C.).

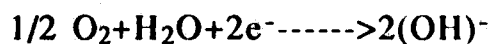
On conçoit très bien que ces différents types d'endommagement superficiel (décohésion aux joints de grains, formation d'extrusions et d'intrusions dans les B.G.P.) auront un rôle capital dans l'endommagement en fatigue-corrosion.

1-2-2 Endommagement dû au Milieu Corrosif

En fatigue-corrosion sur matériaux purs, l'endommagement dû au milieu corrosif peut prendre plusieurs formes dont la dissolution anodique et la fragilisation par l'hydrogène. La dissolution anodique du métal concerne le passage d'atomes du métal à l'état d'ions (Fig.1-5). Elle est représentée par la réaction suivante:



Une réaction cathodique est liée, comme:



ou $2H^{+} + 2e^{-} \rightarrow H_2$ (en milieu acide ou désaéré).

La dissolution anodique correspond à une variation d'enthalpie libre ($-\Delta G$) où:

$$-\Delta G = nEF \quad n: \text{étant la valence}$$

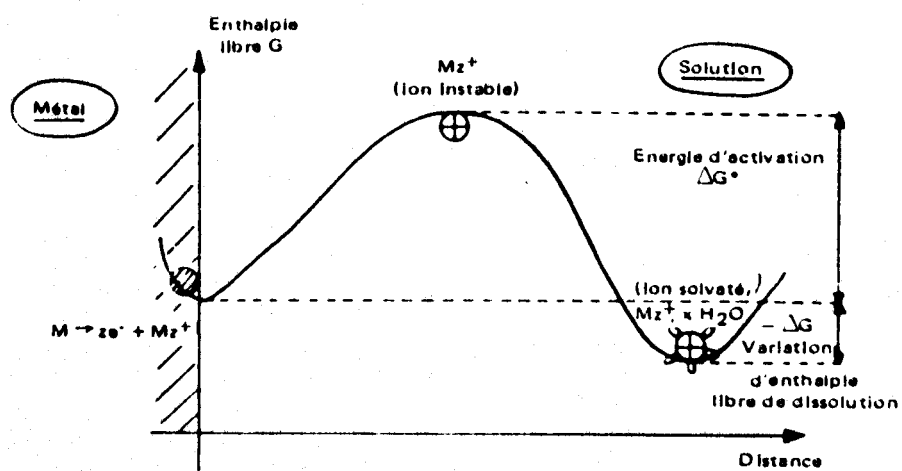


Fig.1-5 Processus de la dissolution anodique.

F: étant le Faraday

Le potentiel caractérise donc l'énergie disponible pour la dissolution. Le courant de dissolution I représente la quantité d'atomes du métal dissous par unité de temps: il est relié à l'énergie d'activation ΔG^* ($I = e^{-\Delta G^*/RT}$). I caractérise la cinétique de dissolution.

Pour l'acier inoxydable, une approche de l'endommagement en fatigue-corrosion peut être réalisée à partir des courbes intensité-potentiel $J=f(E)$ où J est la densité de courant et E le potentiel électrochimique. Cette courbe présente souvent l'allure de la figure 1-6. Lors des essais de fatigue-corrosion, différents types de comportement peuvent être envisagés suivant la valeur du potentiel imposé [24].

E_{0d} : Potentiel de corrosion libre (ou potentiel de repos dynamique): le courant anodique de dissolution est égal au courant cathodique, globalement le courant est nul. La valeur de E_0 est proche de la valeur du potentiel électrochimique pris par l'échantillon lorsqu'il est plongé dans le milieu corrosif.

E_f : Potentiel de Flade: la valeur du potentiel correspondant au maximum du pic d'activité. Notons que les aciers inoxydables 316L et Fe-26Cr-1Mo en milieu 3% NaCl ne présentent pas un pic, sauf pour l'acier 316L à des valeurs de PH inférieures à 2 [25].

E_{dp} : Potentiel de début de passivation: le matériau se recouvre d'une couche passive qui protège le métal de la dissolution.

E_r : Potentiel de rupture au delà duquel il y a formation de piqûres. Le phénomène de piqûration est lié à une déstabilisation de la couche passive. Quand on impose un potentiel supérieur à E_r , des piqûres peuvent se former. Elles croissent jusqu'à une taille critique où les fissures vont s'amorcer par effet de concentration de contraintes. Dans ce cas, la limite de fatigue observée à l'air disparaît.

E_p : Potentiel de protection des piqûres en dessous duquel les piqûres ne peuvent pas se former. Entre E_p et E_r , des piqûres peuvent se former et se repassiver. En fond de piqûres, il existe des

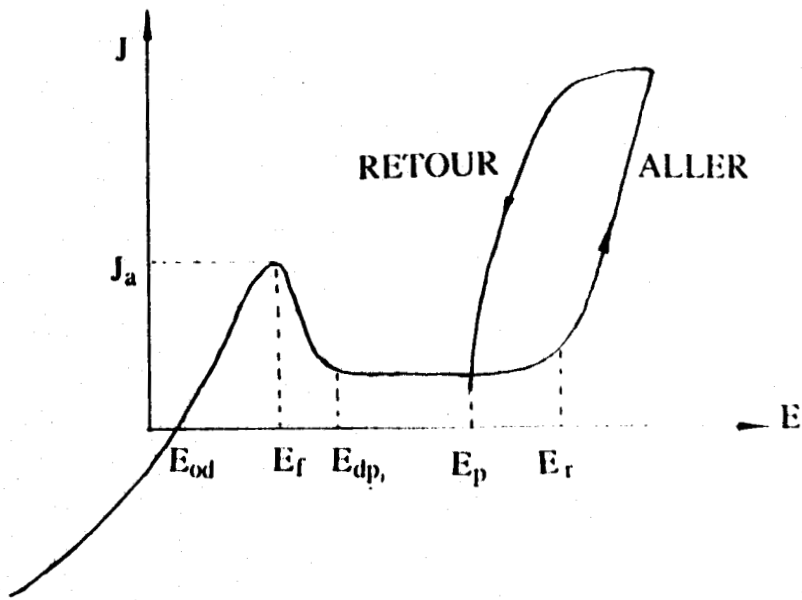


Fig.1-6 Courbe intensité-potentielle: cas des matériaux passivables.

concentrations de contrainte et suivant la valeur de la contrainte appliquée il y aura ou il n'y aura pas amorçage de fissures. Quand on impose le potentiel $E_{dp} < E < E_p$ qui est le domaine de passivité sans piqûres, le comportement en fatigue-corrosion dépend de la stabilité de la couche passive.

Pendant le cyclage, les variations de potentiel E (dans le cas d'essai à potentiel libre) ou du courant de corrosion I (dans le cas d'essai à potentiel imposé) peuvent être enregistrées au cours du temps.

Une allure des transitoires de courant au cours d'un cycle à potentiel imposé est donnée par la figure 1-7. Les paramètres qui peuvent permettre de quantifier l'endommagement sont les suivants:

1) J_t et J_c représentant les valeurs des pics de courant en traction et compression respectivement (rappelons que $J=I/S$ où I est l'intensité du courant mesuré et S la surface de l'échantillon exposée à la solution).

2) J_b qui caractérise l'activité électrochimique de la surface de l'échantillon au moment de l'inversion du signal de déformation.

3) ΔQ qui représente la quantité d'électricité consommée par cycle. ΔQ peut être relié à la quantité de métal dissous par la loi de Faraday:

$$\Delta Q = mnF/M$$

Où M : masse molaire de l'alliage;

n : nb d'électrons mis en jeu dans les réactions électrochimiques;

F : étant le Faraday.

Comme mentionné ci-dessus, nous savons bien que les modes d'actions du milieu corrosif peuvent être très divers, le dommage résultant sera fonction de l'intensité des phénomènes de corrosion mais aussi de la localisation de ceux-ci. Une corrosion générale pourra être

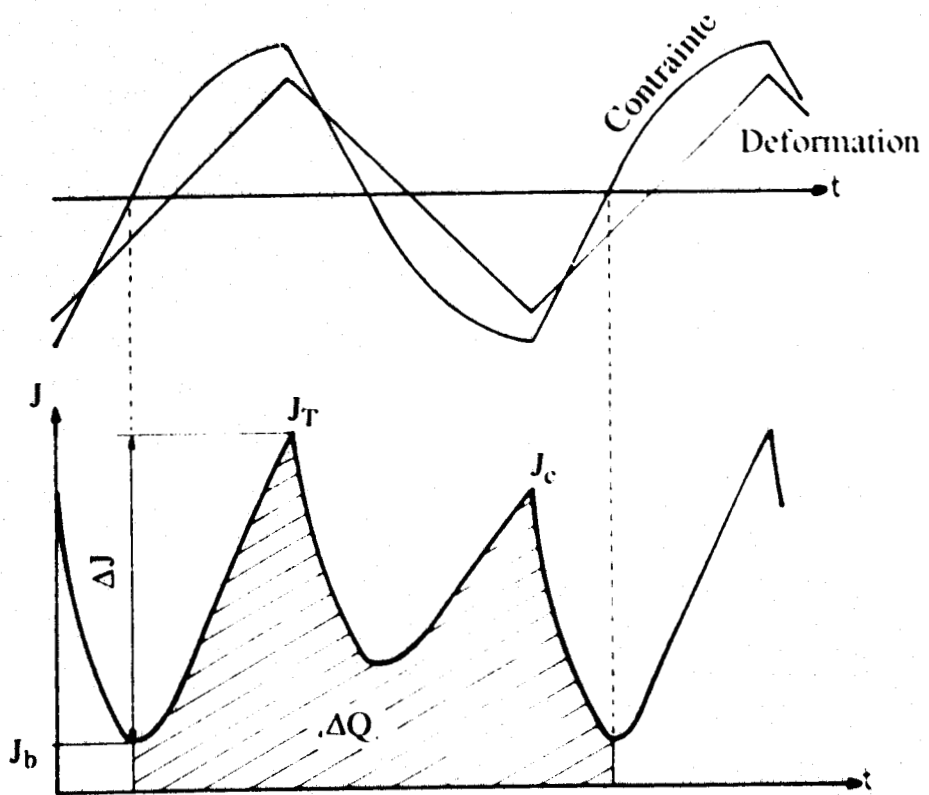


Fig. 1-7 Allure des transitoires de courant à potentiel imposé.

moins dangereuse qu'une dissolution très localisée. Nous avons schématisé en séparant les différents modes d'action, mais il faut bien voir que plusieurs peuvent coexister. Ainsi en condition de dissolution anodique la réaction cathodique associée peut être la décharge d'hydrogène (surtout si le milieu est désaéré) qui aura également un rôle dans l'endommagement du matériau. Enfin la piquuration peut aussi intervenir.

1-3 RAPPEL SUR L'IMPLANTATION IONIQUE

1-3-1 Traitement de Surface d'Implantation Ionique

1-3-1-1 Principe de l'implantation ionique

Utilisées depuis des décennies dans le domaine des semi-conducteurs (les premiers essais datent de 1954), l'implantation en tant que traitement de surface pour améliorer les propriétés de résistance à l'usure, à la fatigue, à la corrosion de métaux et alliages a été proposée la première fois en 1973; les premières applications industrielles, à savoir l'implantation d'azote dans des aciers et des alliages de titane pour prothèses orthopédiques datent de 1985 environ [26].

L'implantation ionique est un procédé selon lequel des ions sélectionnés sont accélérés sous une très basse pression résiduelle à des énergies allant de quelques dizaines à quelques centaines de KeV, afin de les introduire dans les couches superficielles d'un matériau [27]. En affectant ainsi la composition chimique et les paramètres physiques sur une épaisseur généralement inférieure au micromètre, on modifie notablement les propriétés de surface du matériau.

En principe, il est possible d'implanter n'importe quel type d'ions (N, Cr, Mo, Ti, B, C,.....) dans n'importe quel type de matériaux (aciers, alliages de titane, d'aluminium, céramiques,.....), le choix du couple (ion implanté/matériau) étant fonction des propriétés recherchées (résistance à l'usure, tenue à la corrosion) [27].

La figure 1-8 représente le schéma-type d'un implantateur industriel performant [28]. Dans cet implantateur, les espèces choisies sont ionisées, puis accélérées à des tensions de quelques dizaines à quelques millions de volts (20 KeV à 3 MeV) sous une pression résiduelle de 5×10^{-5} torr environ. Les ions pénètrent dans le matériau et sont arrêtés en perdant leur énergie par collision avec les atomes du substrat. Ils se répartissent selon une distribution sensiblement Gaussienne avec une concentration maximale située entre 5 et 10 nm de la surface (Fig.1-9) [27].

Les principaux paramètres de l'implantation ionique sont:

---Le matériau que l'on plante et l'ion sélectionné;

---Le flux (nombre d'ions/cm²) qui détermine la concentration en ions implantés;

---La tension d'accélération (KV), qui détermine la profondeur d'implantation (Fig.1-10 [27] relative à l'azote);

---La densité de courant ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$) qui détermine la durée d'implantation et à laquelle sont liées les effets de température qui constitue un paramètre supplémentaire.

1-3-1-2 Avantages et limitations de l'implantation ionique

Par rapport aux nombreux traitements de surface "chimiques" ou "physiques", l'implantation ionique d'azote présente quelques avantages et inconvénients.

1. Avantages

---La température des pièces peut être limitée à quelques dizaines de degrés Celsius au cours de l'implantation;

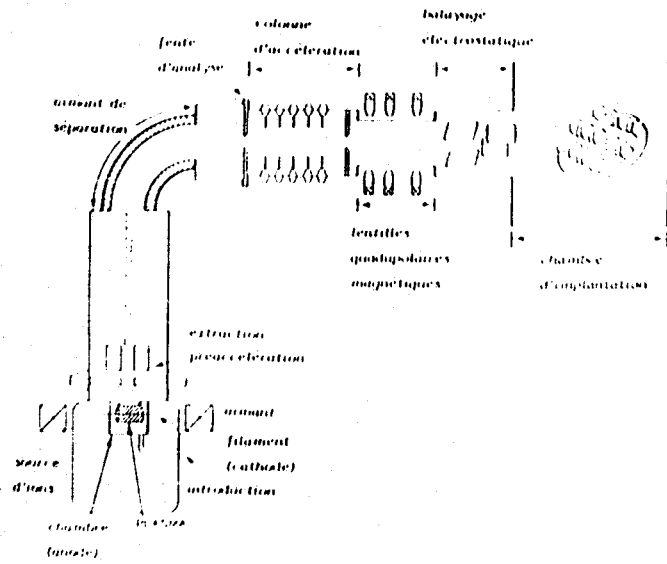


Fig.1-8 Schéma-type d'un implanteur industriel.

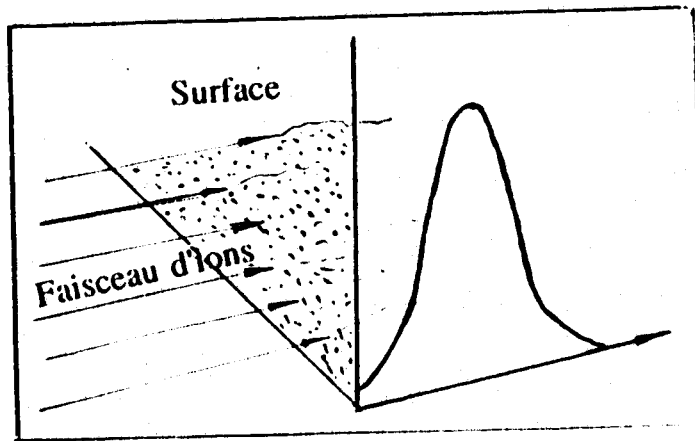


Fig.1-9 Distribution des ions implantés dans les matériaux.

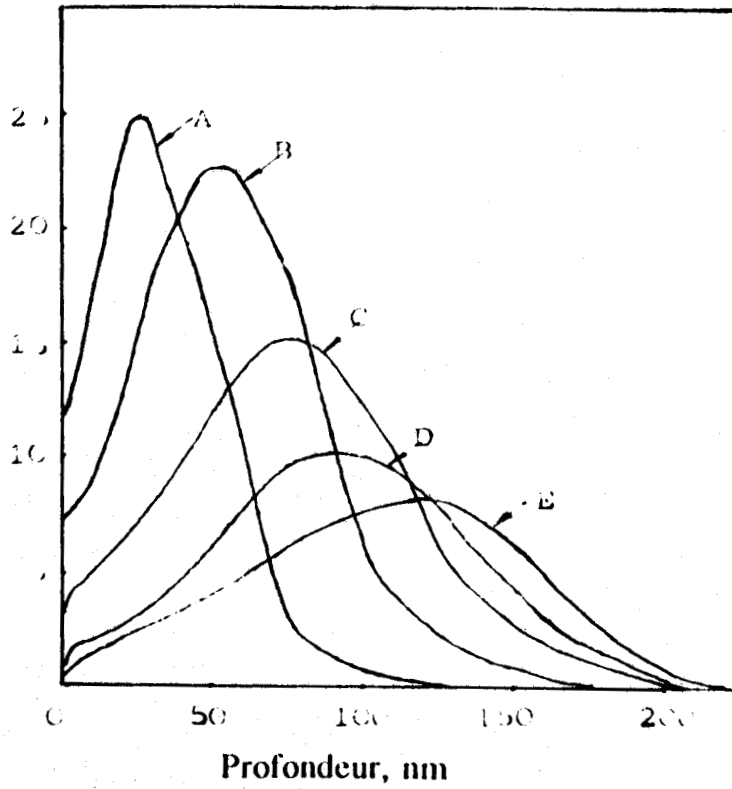


Fig.1-10 Profils d'azote implanté à 10^{17} ions/cm² dans un acier Z20C13 à Différentes énergies: A, 20kV; B,40kV; C,60kV; D,80kV; E,100kV.

---L'absence d'interface supprime les problèmes liés à l'adhésion de couches sur le matériau traité;

---Les distributions en profondeur sont bien contrôlées;

---On crée des contraintes de compression souvent bénéfiques pour les propriétés mécaniques;

---La gamme des matériaux concernés est très importante: aciers, titane, métaux durs, céramiques.....

2. Limitations:

---L'épaisseur traitée est faible (inférieure au micromètre);

---Les surfaces à traiter doivent être en vue directe;

---Les pollutions du vide résiduel de l'implanteur doivent être maîtrisées [26].

1-3-1-3 Caractérisation des couches implantées

Les ions implantés modifient la structure du matériau (formation de nombreux défauts-dislocations..... et de nouvelles phases), et donc les propriétés de surface.

A. Nouvelles phases

De nombreux auteurs [29-32] ont trouvé que l'implantation ionique entraîne la présence en surface de microstructures différentes par rapport au substrat et même la formation de nouvelles phases. A titre d'exemple, dans le cas de l'azote, on trouve pour des doses supérieures ou égales à 2×10^{17} ions/cm² divers nitrures et carbonitrures des éléments constituant le matériau (Fe, Cr, Ti.....). Les précipités formés sont de petite taille (5 nm) [27].

B. Dislocations

On a montré [33-37] qu'il y avait création de défauts dans la couche implantée, essentiellement des dislocations.

A.N. DIDENKO et al [33,34] ont étudié l'évolution des dislocations en fonction de la distance à la couche implantée pour les alliages de cuivre et Fe- α . Ils ont trouvé que après l'implantation ionique (C, W, Fe) sur le fer pur, le nombre des dislocations varie de la surface jusqu'à quelques dizaines et même quelques centaines de microns. C'est à dire que l'effet de la couche implantée peut aller jusqu'à quelques dizaines, quelques centaines de microns, même si l'épaisseur traitée est faible (l'épaisseur est inférieure à 100 nm) [33].

La Fig.1-11 [34] représente pour le fer pur, la densité de dislocations qui augmente jusqu'à une valeur maximale (à la profondeur de 5 à 10 microns) et qui diminue progressivement de manière asymptotique, jusqu'à la valeur originelle, à la profondeur d'environ 200 μ m.

C. Microdureté et contrainte résiduelle

L'implantation ionique entraîne la présence en surface de contraintes mécaniques de compression qu'il est difficile de mesurer compte tenu de la faiblesse de l'épaisseur intéressée (100 nm environ). Toutefois, des microduretés Vickers ou Knoop effectuées sous très faible charge (1-5 gr) sur la surface implantée montrent que la couche implantée est plus dure que le substrat [38].

Le changement de microdureté relative est très évident sous très faible charge (Fig.1-12) [38]. Cependant, la profondeur d'indentation sous la charge 2 gr [38] est de 0,2 μ m pour un acier classique avec implantation au chrome et cela est deux fois supérieure à celle de la couche implantée. Ainsi la microdureté réelle de la couche implantée est plus élevée que celle mesurée.

D.J. MORRISON et al [39] ont étudié l'évolution des microduretés en fonction de la profondeur de l'échantillon à l'aide de nano-indenter. Ils ont trouvé que après l'implantation ionique

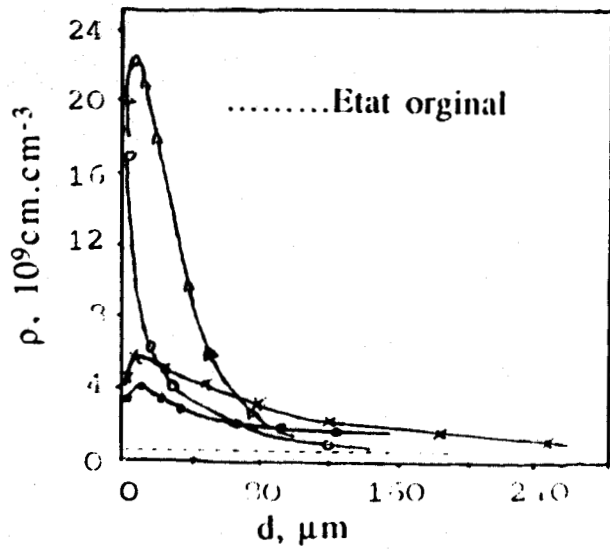


Fig.1-11 Evolution de la densité des dislocations en fonction de la profondeur pour α -Fe avec implantations ioniques, 40kV; \bullet . C⁺, D=10¹⁶ions/cm²; \circ .C⁺, D=10¹⁸ions/cm²; \times .Fe⁺, D=10¹⁸ions/cm²; \blacktriangle .W⁺, D=10¹⁸ions/cm²;

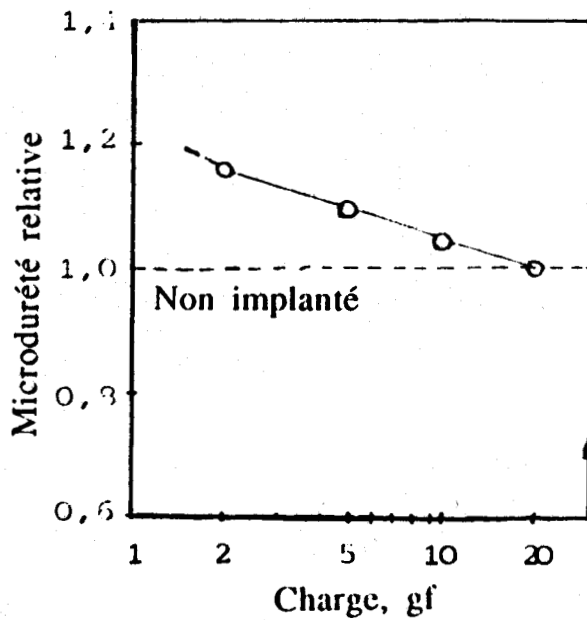


Fig.1-12 Evolution de la microdureté relative en fonction de charge imposé.

d'aluminium ou de Ni-75%Al, la microdureté de la surface implantée dans un alliage de nickel est deux à trois fois supérieures à celle obtenue sur le substrat (Fig.1-13). De plus, à mesure que s'élève la tension d'accélération, la microdureté de la couche implantée augmente.

En plus de l'augmentation de la microdureté de la couche implantée, l'implantation ionique entraîne la présence en surface de contrainte mécanique résiduelle (compression). A titre d'exemple, dans le cas d'implantation en ions nickel et aluminium en surface de l'alliage de Ni-16%Al, on a trouvé que la contrainte résiduelle en compression s'élève respectivement à 0,4 GPa et 1,3 GPa [39].

Comme mentionné ci-dessus, nous savons bien que après implantation ionique, la couche implantée présente une densité de dislocations et une microdureté plus élevées, la formation de nouvelles phases et une contrainte résiduelle par rapport au substrat. Bien sûr, en tant que traitement de surface l'implantation ionique peut aussi modifier les propriétés des matériaux liées à d'autres endommagements superficiels tels que la fatigue ou la fatigue-corrosion. Il y a une thèse en cours étudiant très en détails ce sujet dans notre laboratoire par L. BOURDEAU [28]. Nous présenterons donc les principaux résultats obtenus à ce jour sur la relation entre implantation ionique et la fatigue ou la fatigue-corrosion des matériaux. Ces résultats permettent de situer le cadre de notre propre travail.

1-3-2 Fatigue et Implantation Ionique

1-3-2-1 Endurance

Dans le domaine de l'endurance, de nombreux auteurs [30,40-43] ont établi que l'implantation ionique sur différents métaux (304L, Ni20Cr, Cu.....) améliore généralement la durée de vie en fatigue endurance (Fig.1-14). Dans quelques cas aucune modification n'est observée [40,41]. De nombreuses hypothèses ont été avancées pour expliquer l'amélioration générale due à l'implantation ionique dans le domaine de l'endurance:

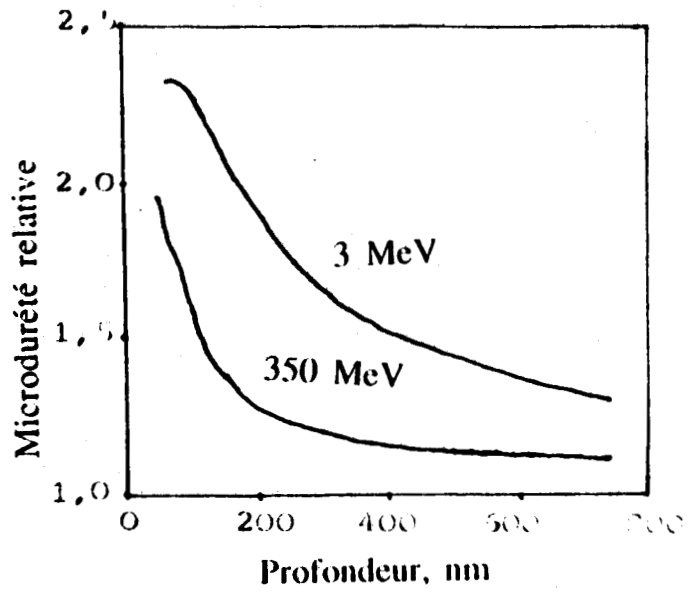


Fig.1-13 Evolution de la microdureté relative en fonction de la profondeur dans un alliage de nickel à différentes énergies.

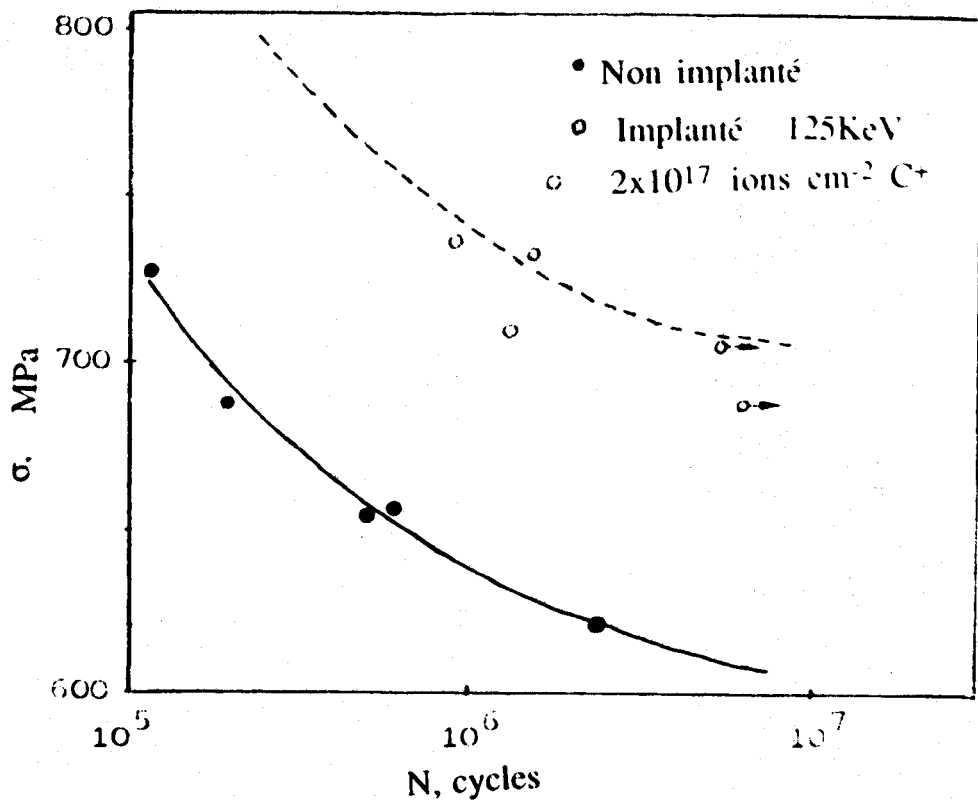


Fig.1-14 Comportement en fatigue de l'alliage Ni-20Cr implanté au carbone et non implanté.

1). Création de défauts dans la couche implantée [30] essentiellement des dislocations accompagnées de la formation de nitrures ou carbures (selon la nature de l'ion implanté, C, N). Ces défauts bloqueraient le glissement des dislocations, et ainsi empêcheraient la formation en surface d'extrusions ou d'intrusions.

2). Formation de bulles gazeuses dans la couche implantée[44]. Ces bulles gazeuses agissent comme puits de dislocations et empêchent ainsi les dislocations d'émerger en surface.

3). Les effets conjoints de durcissement par formation d'une solution solide, et de contraintes résiduelles de compression. Ces deux phénomènes empêchent le glissement des dislocations dans la couche implantée.

Pour le domaine de fatigue plastique sous une déformation plastique imposée, l'implantation ionique a montré l'amélioration de la durée de vie dans quelques cas, mais l'influence néfaste a été observée dans d'autre cas (Fig.1-15) [45].

On pense que les principaux paramètres influents de l'implantation ionique sur le comportement de fatigue plastique des matériaux implantés sont:

- L'élément que l'on implante [46,47];
- Le flux (nombre d'ions/cm²) [47-49];
- La tension d'accélération (kV).

1-3-2-2 Amorçage des fissures

L'implantation ionique peut conduire à un changement des mécanismes d'amorçage et donc des sites d'amorçage. Mais ceci reste aujourd'hui mal connu.

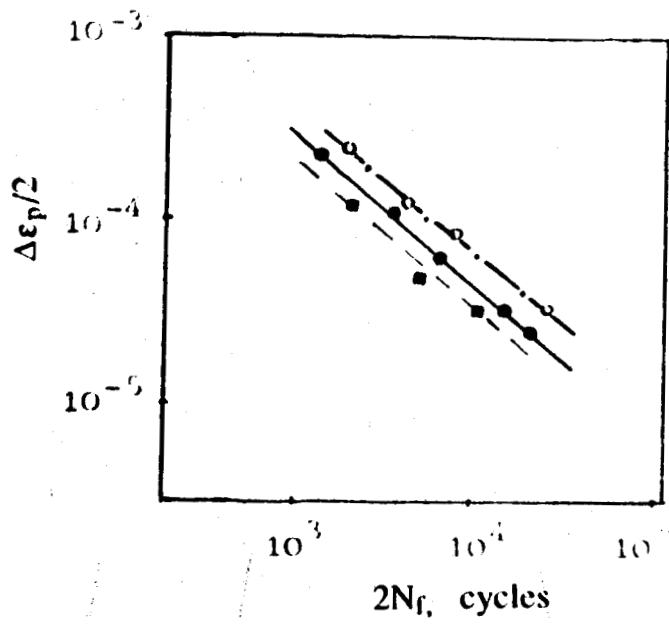


Fig.1-15 Courbes de Manson-Coffin pour l'alliage Ti-24V implanté et non implanté; ● Non implanté; ○ Implanté à l'azote(N⁺); ■ Implanté au bore(B⁺).

Pour les matériaux ductiles, l'amorçage des fissures a lieu généralement dans les bandes de glissement débouchant en surface (extrusions-intrusions). On a observé qu'il peut y avoir un changement de sites d'amorçage [48] et du mode d'amorçage [50,51] au cours de fatigue pour les matériaux ductiles après traitement d'implantation ionique par rapport à matériaux non implantés. Cependant, les mécanismes de l'effet de la couche implanté sur l'amorçage des fissures au cours de fatigue reste à préciser.

1-3-3 Implantation Ionique et Corrosion

La présence d'éléments introduits en surface par implantation ionique peut modifier favorablement la corrosion du substrat. L'étude du comportement en corrosion de l'acier inoxydable austénitique 304L, implanté en ions azote, a montré que la présence d'azote en solution solide améliore fortement la résistance à l'amorçage de la corrosion par piqûres en milieu chloruré, sans endommager la résistance à la corrosion générale [52,53]. Par contre, l'azote précipité à l'état de nitrures de chrome est nocif, en particulier par les effets de déchromisation ainsi créés [54, 55]. Les hétérogénéités de composition favorisent localement une dissolution anodique, en milieux chlorurés, qui peut enclencher des phénomènes de corrosion en cellule occluse (effets de crevasse) [28].

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables repose fondamentalement sur la présence d'éléments d'alliages en solution solide, essentiellement du chrome, du nickel et du molybdène. Le chrome joue son rôle d'inhibiteur par la formation d'un film protecteur qui arrête ou freine la progression de la corrosion. Par contre la présence de carbures de chrome est néfaste pour les effets de déchromisation qu'elle entraîne. Il y a alors risque de corrosion intergranulaire. Le choix des ions à implanter dans notre étude (316L) résulte donc de ces considérations.

Nous reprendrons ces éléments de bibliographie pour souligner les points nouveaux apportés par notre étude.

1-4 QUELQUES EFFETS DES COUCHES D'OXYDE SUR LE COMPORTEMENT DES MATERIAUX

En 1934, ROSCOE [56] a établi qu'une couche d'oxyde d'épaisseur inférieure à 20 atomes, peut augmenter d'environ 5% la contrainte d'écoulement du cadmium. Cet effet s'appelle "Effet ROSCOE". Depuis lors, des études ont été menées sur l'effet de la couche d'oxyde sur le comportement mécanique des matériaux.

Au début (1934-1967), les plupart des travaux se sont focalisés [57-60] sur l'effet de la couche d'oxyde sur la contrainte d'écoulement d'alliages H.C.P., par exemple le zinc et le cadmium dans lesquels il y a seulement un système de glissement facile. Très peu d'études [52,61] concernent l'effet de couche d'oxyde sur la contrainte d'écoulement d'alliages C.F.C. et C.C..

De 1953 à 1967, des modèles [58,63] reposant sur l'effet de la couche d'oxyde ont été proposés pour expliquer les phénomènes d'augmentation de la contrainte d'écoulement. On a cru que la présence d'une couche d'oxyde pouvait bloquer l'émergence des dislocations mobiles en surface, et ainsi perturber la déformation plastique de surface.

Le premier travail consacré à l'effet de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue est dû essentiellement à J.C.GROSSKREUTZ [64]. Il a montré qu'une couche d'oxyde (épaisseur de 5 nm à 10 nm), peut affecter le comportement en fatigue et le mode de glissement de l'aluminium monocristallin et polycristallin au cours de cyclage.

Quelques calculs théoriques ont été aussi menés sur l'interaction entre la couche d'oxyde et le substrat [58,63] et sur la fissuration et la rupture [64-67] de couche d'oxyde. On a aussi proposé le concept de la force-image [58,68] sur les dislocations proches de la couche superficielle. Ceci a été proposée pour expliquer l'influence d'une couche d'oxyde sur l'émergence des bandes de glissement dans le substrat. Malheureusement, cette perspective n'a pas été développée dans les 15 dernières années et très peu d'études ont été menées dans ce sens. Les mécanismes de l'influence d'une couche d'oxyde sur le comportement en fatigue restent encore mal connus aujourd'hui. Notre étude reprendra cependant les concepts développés il y a plus de 15 ans.

Bien que l'effet important du module d'Young de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue des matériaux avec couche d'oxyde soit établi depuis longtemps [58-68], les mécanismes fondamentaux restent encore mal compris. En même temps, I.G. GREENFIELD et al [69] ont étudié l'effet de différentes couches de diffusion sur le comportement en fatigue du cuivre monocristallin. Ils estiment que l'amélioration de la durée de vie ne dépend pas du module d'Young de la couche superficielle, mais qu'elle était associée au retard ou à l'élimination de la formation d'extrusions-intrusions [70].

On a aussi étudié [67] l'influence de l'environnement sur le module d'Young de la couche d'oxyde formé sur d'aluminium. Il a été trouvé que l'humidité pouvait diminuer le module d'Young de la couche d'oxyde (Fig.1-16). J.C. GROSSKREUTZ [67] a aussi établi la relation des paramètres mécaniques de la couche d'oxyde entre l'air et sous vide:

$$\frac{\sigma_f(\text{Vide})}{\sigma_f(\text{Air})} = \left(\frac{E_c(\text{V})}{E_c(\text{A})} \right)^{\frac{1}{2}} = \frac{\epsilon_f(\text{V})}{\epsilon_f(\text{A})}$$

Où σ_f est la contrainte de la rupture;

E_c est le module d'Young de la couche d'oxyde;

ϵ_f est la déformation de la rupture.

V.K. SETHI et coll. [71,72] ont aussi étudié l'influence d'une couche d'oxyde sur le comportement mécanique des métaux monocristallins sous les températures différentes. Ils ont trouvé que pour toutes températures inférieures à $\sim 250^\circ\text{C}$, la contrainte de cisaillement du niobium sans couche d'oxyde est supérieure de 2 ou 3 fois à celle de niobium avec couche d'oxyde (Fig. 1-17). Cependant, pour une température $> 300^\circ\text{K}$, la contrainte de cisaillement du niobium avec couche d'oxyde (Fig.1-17) est plus élevée que celle du niobium sans couche d'oxyde.

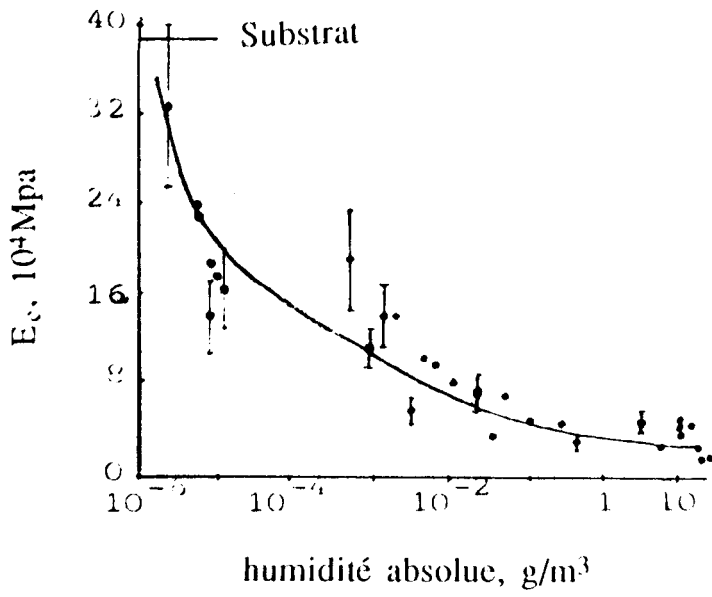


Fig. 1-16 Evolution du module d'Young de la couche d'oxyde en fonction de l'humidité pour l'alliage d'aluminium [63] à température ambiante

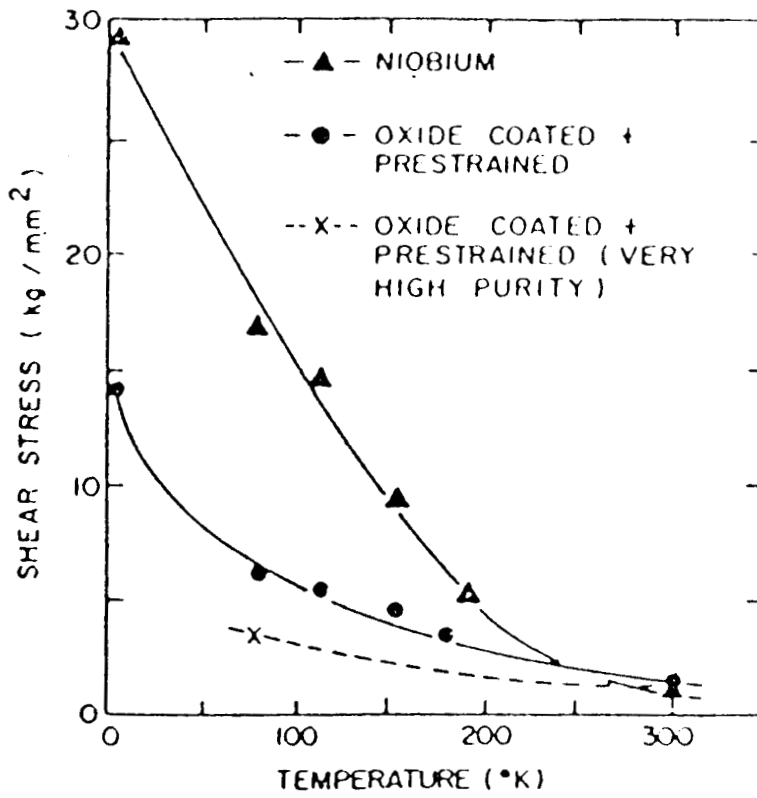


Fig.1-17 Evolution de contrainte cisaillement en fonction de la température pour le Niobium avec couche d'oxyde.

Toutes les études présentées ci-dessus révèlent qu'il est intéressant d'étudier le mécanisme de l'effet de la couche d'oxyde sur les propriétés mécaniques et de l'effet du changement d'environnement (air et vide) sur le comportement en fatigue de matériaux ainsi recouverts.

1-5 OBJECTIF DE CETTE ETUDE

On voit l'importance, comme mentionné ci-dessus, lors des essais de fatigue et de fatigue-corrosion, des effets de la structure cristallographique et de la couche superficielle sur le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion des matériaux.

T. MAGNIN et coll. [17,19-21,73] ont étudié l'effet des structures cristallographiques (C.C. et C.F.C.) sur les caractéristiques des dislocations et le mode de déformation au cours de la déformation cyclique. Nous nous intéresserons plus particulièrement à l'effet des couches solides sur la plasticité cyclique de l'acier austénitique 316L et de l'acier ferritique Fe-26Cr-1Mo et modéliserons ce mécanisme de l'interaction entre la couche solide et le substrat à l'aide des anciennes idées sur le concept de force-image; nous nous intéresserons aussi à l'effet du changement d'environnement (air, vide et milieu corrosif) sur la plasticité cyclique en surface des matériaux. Ainsi nous conduirons des essais de fatigue à l'air, sous vide et en milieu corrosif pour analyser l'effet des couches solides sur le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion dans différents environnements; enfin nous nous intéresserons à l'effet de la dissolution anodique en surface et de l'hydrogène sur la plasticité cyclique des matériaux passibles. Ceci nous permettra d'avancer dans la compréhension des mécanismes de fissuration par CSC et fatigue-corrosion.

Dans les chapitres suivants, nous présenterons, tout d'abord, les matériaux étudiés et les moyens expérimentaux mis en oeuvre (chapitre II).

Ensuite, nous présenterons (chapitre III) l'effet d'une couche d'oxyde solide sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L à l'air et sous vide à 300°C. Nous modéliserons l'interaction entre la couche d'oxyde et le substrat pour expliquer le mécanisme de l'effet de

la couche d'oxyde sur la plasticité cyclique pour différents environnements.

Le quatrième chapitre sera consacré à l'investigation de l'effet de la dissolution anodique (effet de surface là aussi) et de l'hydrogène sur la plasticité cyclique des alliages base nickel IN600 et IN690 et d'aciers inoxydables C.F.C. et C.C.. Cette étude peut aussi avoir des conséquences sur la compréhension des mécanismes de corrosion sous contrainte des matériaux passibles.

Enfin nous présenterons, dans le chapitre V, l'influence de l'implantation en ions azote et chrome (autre forme d'effet de surface) sur les comportements en corrosion, en fatigue et en fatigue-corrosion de l'acier 316L.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 C. LAIRD, "Fatigue and Microstructure", ASM, (1978)149.
- 2 H. MUGHRABI, Proc. ICSMA, Aachen (Ed. P. Haasen, V. Gérold et G. Kostorz, Pergamon Press, Oxford),(1979)1615.
- 3 T. MAGNIN, J. DRIVER, J. LEPINOUX et L.P. KUBIN, Revue Phys. Appl., 19(1984)467.
- 4 J. LEPINOUX, Thèse Poitiers, 1983.
- 5 C. BATHIAS et J.P. BAILLON, "La Fatigue des Matériaux et Structures", Ed. Presse de l'Université de Montréal, Paris, (1980)163.
- 6 T. MAGNIN, C. RAMADE, J. LEPINOUX, L.P. KUBIN, Mat. Sci. Engng., A118(1989)41.
- 7 J.M. LARDON, Thèse ENSMSE,1986.
- 8 B. THOMAS, Mat. Sci. Eng., 36(1978)47.
- 9 H. MUGHRABI, F. ACKERMANN, K. HERZ, "Fatigue Mechanisms", ASTM STP 675(1979)69.
- 10 P. LUKAS, M.KLESNIL and P. POLAK, Mat. Sci. Eng., 15(1974)239.
- 11 P. POLAK, M.KLESNIL and P. LUKAS, Mat. Sci. Eng., 15(1974)231.
- 12 J.K. LEE and C. LAIRD, Mat. Sci. Eng., 54(1982)39.
- 13 C. GORLIER, Thèse ENSMSE,1984.
- 14 M. CAGNON, "Dislocations et Déformation Plastique", Ecole d'été d'Yrivals,(1979)53.
- 15 P. GUYOT, id[53]185.

- 16 J.W. CHRISTIAN, *Met. Trans.*, 14A(1983)1237.
- 17 S. MAHAJAN et D.F. WILLIAMS, *Int. Met. Rev.*, 18(1973)243.
- 18 S. MAHAJAN, *Met. Trans.*, 12A(1981)379.
- 19 L. COUDREUSE, Thèse ENSMSE, 1986.
- 20 T. MAGNIN et F. MORET, *Script. Met.* Vol.16, 11(1982)1225.
- 21 T. MAGNIN, L. COUDREUSE et A. FOURDEUX, *Met. Sci. Eng.*, 63(1984)L5.
- 22 M. ANGLADA et F.GUIU, *Phil. Mag.*, A44(1981)499.
- 23 T. MAGNIN et J.H. DRIVER, "Low Cycle Fatigue and Life Prediction", *ASTM STP 770*(1982)212.
- 24 T. MAGNIN et A. DESESTRET, *Mem. et Sci. Rev. Met.*, Nov.(1983)641.
- 25 L. BARNIER, A. DESESTRET et G. VALLIER, *Matériaux et Techniques*, Oct-Nov.(1980)379.
- 26 J.TOUSSET, *Traitement Thermique*, 231(1989)11.
- 27 C. CHABROL et R. LEVEQUE, *Matériaux et Techniques*, Nov.-Décem. (1989)23.
- 28 L. BOURDEAU, Thèse USTL, à paraître.
- 29 D.S. GRUMMON, J.W. JONES et G.S. WAS, *Metal. Trans.* 19A(1988)2775.
- 30 D.J. MORRISON, J.W. JONES, D.E. ALEXANDRE, C.KOVACH et G.S. WAS, Paper Presented at the 6e Inter. Conf. on Surface Modification of Metal by Ion Implantation, Riva del Garda, Italy, Sept. 1988.
- 31 PO-We KAO et col, *Fat. Eng. Mat. Struct.*, 3(1981)271.
- 32 J. ERIDON, L. REHN et G. WAS, *Nuc. Inst. Meth.*, B19/20(1987).
- 33 A.N. DIDENKO et col, *Mat. Sci. Eng.*, A115(1989)337.
- 34 A.N. DIDENKO, A.E. LIGACHEV, E.V. KOZLOV, I.B. KURAKIN et

- Yu.P. SHARKEEV, Dokl. Akad. Nauk., 296(1987)869.
- 35 E. GERRITSEN, H.A.A. KEETELS et E. JOHNSON, Paper Presented at the 6e Inter. Conf. on Surface Modification of Metal by Ion Implantation, Riva del Garda, Italy, Sept. 1988.
- 36 L.B. BEGRAMBEKOV, A.M. ZAKHAROV, A.A. PUSTOBAEV et TELKOVSKY, Metal Surface Crystal Growth Caused by Ion Bombardment, Preprint 04-86, MIPHI. Moscow,(1986)24.
- 37 V.I. ZELENTSOV, O.S. KUZMIN, A.E. LIGACHEV et G.V. POTYOMKIN, Phys. Chem. Mater. Process, 4(1987)20.
- 38 KEIICHI TERASHIMA, TOMOYA MINEGISHI, MASAYA IWAKI et KENICHI KAWASHIMA, Mat. Sci. Eng., 90(1987)229.
- 39 D.J. MORRISON, J.W. JONES, G.S. WAS, A. MASHAYEKHI et D.W. HOFFMAN, Paper Presented at the 6e Inter. Conf. on Surface Modification of Metal by Ion Implantation, Riva del Garda, Italy, Sept. 1988.
- 40 R.G. VARDIMAN, ASM, 8504-006, 1986.
- 41 J. MENDEZ et col, Scripta Met., 16(1982)179.
- 42 R.G. VARDIMAN et col, Acta Met., 33(1985)2033.
- 43 J.K. HIRVOVEN, Memorandum N°860026, Spire, 1986.
- 44 J.J. RIVIERE et col, in Proceedings of the I.B.M.M., Albany New York, 1(1980)495.
- 45 Jeon G. HAN et R.F. HOCHMAN, Mat. Sci. Eng., 90(1987)317.
- 46 A. KUJORE, S.B. CHAKRABORTTY et E.A. STARKE, in Ion Implantation Metallurgy, Proc. Symp. Mat'ls. Res. Soc., Cambridge, Ma, 1979, Preece and Hirvonen, eds., AIME,(1980)132.
- 47 A. KUJORE, S.B. CHAKRABORTTY, E.A. STARKE et K.O. LEGG, Nuc. Inst. Meth., 182/183(1981)949.
- 48 R. VARDIMAN et R. KANT, J. Appl. Phys., 53(1982)690.
- 49 K. HOHMUTH, E. RICHTER et B. RAUSCHENBACH, Mat. Sci. Eng.,69(1985)191.

- 50 R.G. VARDIMAN and J.E. COX: *Acta Metall.*, 33(1985)2033.
- 51 A.W. SLEESWICK, H.J.G. KOK and G. BOOM, *Scripta Metall.*, 14(1980)919.
- 52 D.J. COATES et al, *Corrosion Science*, 22(1982)981.
- 53 Y.C. LIN et al, *J. Electrochem. Soc.*, 130(1980)1774.
- 54 Ya. M. KOLOTYRKIN et al, *Congrès Internationaux de la Corrosion Métallique*, Toronto, Canada, 1(1984)258.
- 55 A.M. de BECDELIVRE, A. DESESTRET et al, *Matériaux et Technique*, à paraître.
- 56 R. ROSCOE, *Nature, Lond.*, 133(1934)912.
- 57 C.S. BARRETTE, *Acta Met.*, 1(1953)2.
- 58 A.K. HEAD, *Phil. Mag.*, 44(1953)92.
- 59 A.H. COTTRELL, *Dislocations and Plastic Flow in Crystals* (Oxford Clarendon Press)1953.
- 60 F.R. LIPSETT and R. KING, *Proc. Phys. Soc. Lond. B*70(1957)1953.
- 61 M.J. WHELAN and P.B. HIRSCH, *Phil. Mag.*, 2(1957)1303.
- 62 A.J. FORTY, *Philosophical Magazine*, No.3, 46(1982)521.
- 63 G.H. CONNORS, *Int. Engng. Sci.*, 5(1967)26.
- 64 J.C. GROSSKREUTZ, *Surf. Sci.*, 8(1967)173.
- 65 M.S. HU and A.G. EVANS, *Acta Metall.*, No.3, 32(1989)917.
- 66 J.C. GROSSKREUTZ and M.B. MCNEIL, *J. of Applied Physics*, No.1, 40(1969)355.
- 67 J.C. GROSSKREUTZ, *J. Electrochem. Soc.*, Sept.(1969)1232.
- 68 A.H. COTTRELL, *Phil. Mag.*, 44(1953)829.
- 69 I.G. GREENFIELD and A. PUROHIT, *Scripta Metall.*, 9(1975)629.

- 70 I.G. GREENFIELD, Corrosion Fatigue, NACE-2, 133(1972).
- 71 V.K. SETHI and G. GIBALA, Scripta Metall., 9(1975)527.
- 72 V.K. SETHI and G. GIBALA, Scripta Metall., 9(1975)599.
- 73 T. MAGNIN, C. RAMADE, J. LEPINOUX and L. P. KUBIN, "Fatigue 90", (1990)225.

CHAPITRE II

MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

Au cours de ce chapitre, nous présenterons tout d'abord les matériaux étudiés; puis, la préparation des éprouvettes avec couche d'oxyde et avec couche d'implantation ionique; enfin, nous décrirons les moyens expérimentaux mis en oeuvre pour les essais mécaniques et électrochimiques de notre travail.

2-1 MATERIAUX

Nous avons vu que l'endommagement superficiel en fatigue dépend étroitement du mode de déformation plastique donc de la structure cristallographique des matériaux. Il nous a ainsi semblé intéressant d'étudier des alliages présentant des structures différentes (C.F.C. et C.C.) afin de déterminer l'influence de la couche superficielle sur le comportement en fatigue et fatigue-corrosion de matériaux métalliques C.F.C. et C.C..

Deux aciers inoxydables, le 316L et Fe-26%Cr-1%Mo, et deux alliages à base de nickel, l'IN600 et l'IN690 ont été étudiés. D'une part un alliage Fe-26%Cr-1%Mo qui est C.C. et d'autre part trois alliages 316L, IN600 et IN690 qui sont C.F.C..

Les compositions chimiques des matériaux étudiés sont données dans le tableau I (% en masse).

Tableau ICompositions des matériaux

	Cr	Mo	Ni	N2	C	Fe	Mn	Si	Al	Ti
316L	17,5	2,42	13,5	0,01	0,015	Bal.	/	/	/	/
26Cr-1Mo	25,5	1	0,1	0,008	0,002	Bal.	/	/	/	/
In600	16,25	0,02	73,1	/	0,027	8,95	0,83	0,07	0,16	0,25
In690	28,91	/	59,49	/	0,022	10,51	0,31	0,31	0,142	0,21

2-1-1 Alliage 316L

C'est un acier inoxydable austénitique de haute pureté qui contient environ 18% de chrome. Cet élément joue son rôle protecteur par la formation d'une couche qui diminue largement la progression de la corrosion.

L'acier 316L présente des caractéristiques intéressantes de résistance à la corrosion, et de comportement cyclique en fatigue oligocyclique et en fatigue-corrosion. Cette propriété en a fait un des matériaux de choix dans bon nombre d'applications industrielles.

Cet acier 316L à déjà été largement étudié en fatigue oligocyclique et en fatigue-corrosion en milieu Cl^- [1,2]. Nous en avons déjà parlé dans le chapitre I.

2-1-2 Alliage Fe-26%Cr-1%Mo

C'est un acier inoxydable ferritique de haute pureté. En effet dans le type d'aciers C.C. à haute teneur en chrome il est nécessaire de réduire au maximum les teneurs en éléments interstitiels. La présence d'azote et de carbone à des niveaux $C+N > 150$ ppm conduit à une fragilité importante [3]. Une telle pureté est obtenue industriellement en cours

d'élaboration par une technique de fusion par sous vide bombardement d'électrons.

Les aciers inoxydables ferritique à haute teneur en chrome présentent des caractéristiques intéressantes de résistance à la corrosion. En particulier leur comportement en corrosion sous contrainte dans les milieux chlorurés est souvent meilleur que celui des aciers inoxydables austénitiques [4,5]. Ils sont employés industriellement dans des conditions sévères d'utilisation, notamment dans l'industrie chimique [6]. Toutefois leur emploi est limité aux basse températures. Au-dessus de 400°C la précipitation de phase fragilisante interdit toute utilisation [3].

L'alliage Fe-26%Cr-1%Mo a déjà été largement étudié en fatigue à partir de poly et monocristaux [7]. Les résultats obtenus ont montré qu'à température ambiante on passait d'un régime de déformation "basse température" aux vitesses de déformation élevées ($10^{-2}s^{-1}$) à un régime de déformation "haute température" aux faibles vitesses de déformation ($10^{-5}s^{-1}$) (cf. chapitre I).

A $\dot{\epsilon}=2.10^{-2}s^{-1}$ on observe la présence de longues dislocations vis (Fig.2-1A), ce qui traduit leur faible mobilité. Cette microstructure est caractéristique d'un régime de déformation "basse température" dans les C.C.. Au contraire, à $\dot{\epsilon}=2.10^{-5}s^{-1}$ on constate la présence d'amas contenant une grande densité de dislocations, et la formation de parois (Fig.2-1B). Entre les parois on note la présence de dislocations mixtes et courbes. Une telle structure, qui est comparable à celle observée dans le cuivre traduit un comportement "haute température".

2-1-3 Alliages IN600 et IN690

Les alliages IN600 et IN690 sont des alliages à base de nickel. Ces alliages sont élaborés par la société IMPHY S.A..

L'alliage IN600 est employé industriellement pour les tubes des générateurs de vapeur. Il est sensible à la corrosion sous contrainte en milieu PWR. Depuis les premiers résultats obtenus par CORIOU en ce domaine [8], de nombreuses études [9-11] se sont développées pour

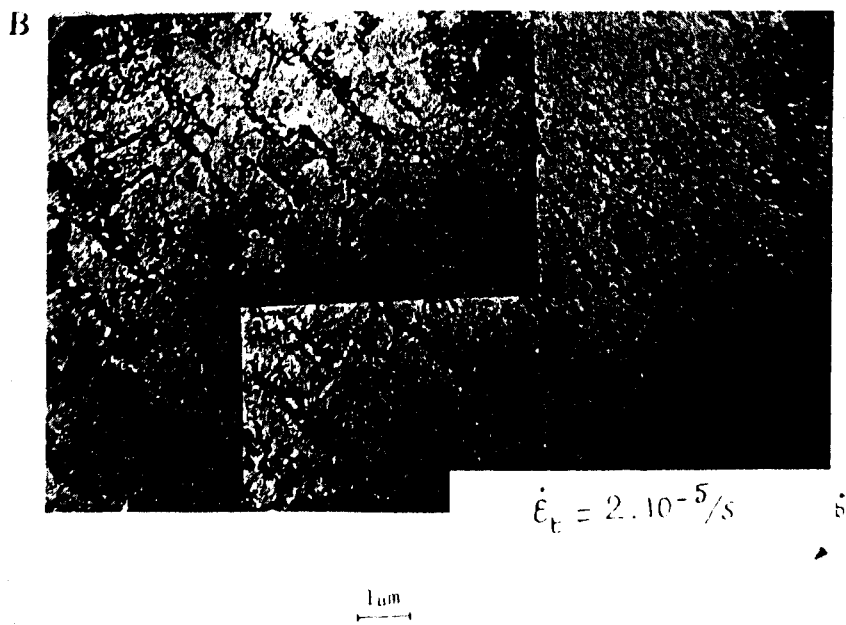
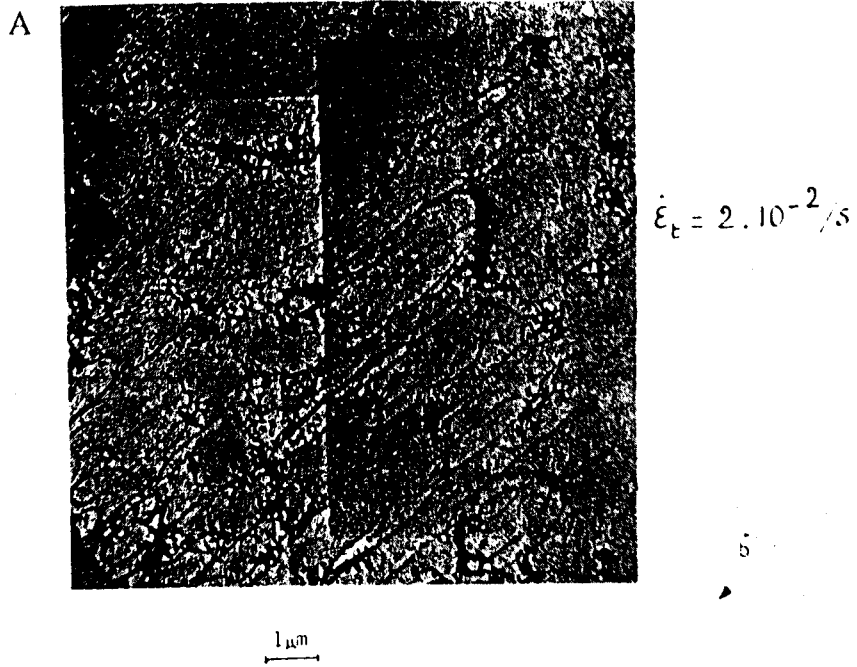


Fig.2-1 Arrangement des dislocations sur le plan $(\bar{2}11)$ d'un cristal $[011]$ Fe-26Cr-1Mo après 10 cycles à $\Delta\epsilon_{1/2} = 6 \times 10^{-3}$ pour différentes vitesses de déformation [7], A. $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-2} s^{-1}$; B. $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-5} s^{-1}$.

comprendre les mécanismes de cette corrosion sous contrainte qui est de type intergranulaire.

L'alliage IN690 est élaboré pour augmenter la teneur en chrome et diminuer la sensibilité de la corrosion sous contrainte.

2-2 PREPARATION DES EPROUVETTES

Les éprouvettes sont prélevées à partir de barreaux forgés dans le sens long. Ces barres ont subi les traitements thermiques suivants:

---316L: 1050°C pendant 30 min et trempe à l'eau. La taille de grain est de l'ordre de 50µm.

---Fe-26Cr-1Mo: 1050°C pendant 30 min et trempe à l'eau. La taille de grain est de l'ordre de 100µm.

---IN600: 950°C pendant 30 min et trempe à l'eau. La taille de grain est de l'ordre de 30µm.

---IN690: 1000°C pendant 30 min et trempe à l'eau. La taille de grain est de l'ordre de 30µm.

A partir de ces barres traitées, des éprouvettes ont été tournées suivant le plan indiqué en figure 2-2.

Pour les besoins de l'étude de l'effet du rapport surface/volume sur la dissolution anodique des matériaux, une partie des éprouvettes a été modifiée selon les schémas des figures 2-3 (l'éprouvette de 4 mm de diamètre) et 2-4 (l'éprouvette tubulaire).

La partie utile externe et le congé des éprouvettes ont été polis mécaniquement avec des abrasifs au carbure de silicium de 180 à 1200 de granulométrie, afin de faire disparaître les rayures dues à l'usinage. L'intérieur des éprouvettes tubulaires n'a pu subir le même traitement en raison de l'étroitesse du diamètre d'alésage.

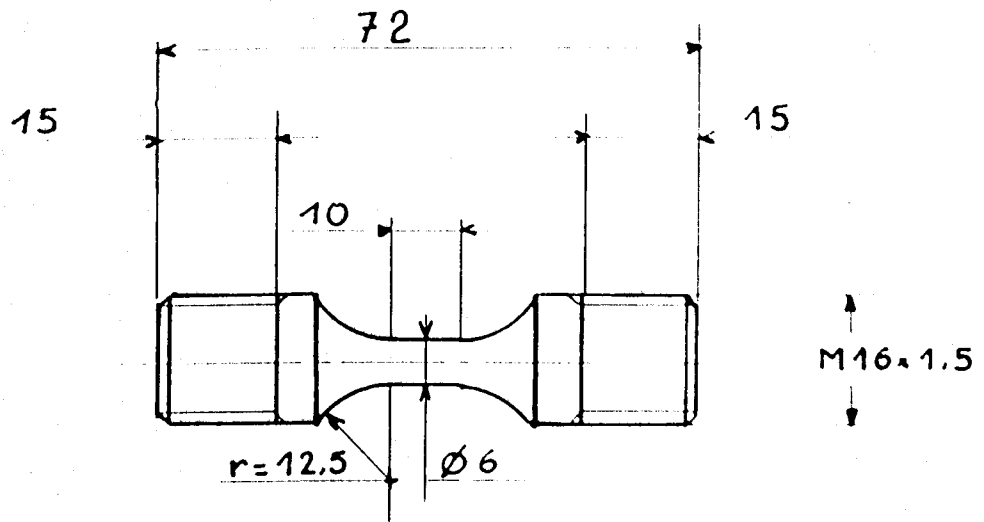


Fig.2-2 Schéma de l'éprouvette de 6 mm de diamètre.

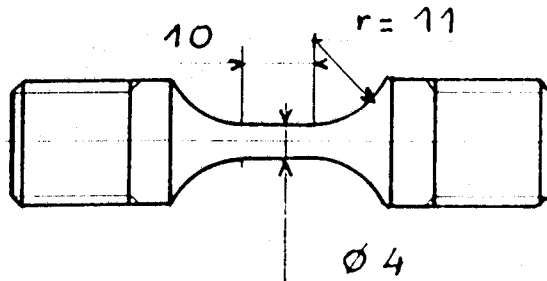


Fig.2-3 Schéma de l'éprouvette de 4 mm de diamètre.

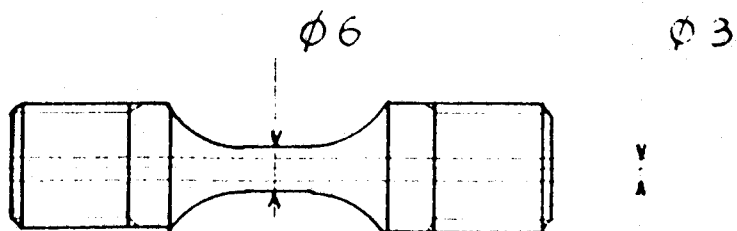


Fig.2-4 Schéma de l'éprouvette tubulaire.

Ensuite, nous préparons respectivement les éprouvettes vierges, avec couche d'oxyde et avec couche implantée en ions.

2-2-1 Eprouvettes Vierges

Après polissage mécanique jusqu'au papier 1200, la partie utile des éprouvettes a été polie mécaniquement par pâte diamantée de $14\ \mu\text{m}$ à $1\ \mu\text{m}$ de granulométrie pour l'élimination de toutes les irrégularités restant en surface de façon à supprimer tout site éventuel de concentration de contraintes, et à rendre possible l'observation des éprouvettes par microscopie optique et microscopie à balayage.

2-2-2 Eprouvettes avec couche d'oxyde

Avant traitement de pre-oxydation en surface, les éprouvettes ont été polies au papier 1200, puis polies électrolytiquement. L'oxydation en surface a été réalisée à 300°C à l'air pendant 10, 100 et 1000 heures pour déterminer l'influence de temps de pre-oxydation sur les propriétés de fatigue oligocyclique à l'air et sous vide (10^{-5} mbar).

2-2-3 Eprouvettes Implantées

Le traitement d'implantation a été réalisé par UNIREC. Les paramètres d'implantation sont les suivants:

Energie: 80 KeV.

Dose: $0,5 \times 10^{17}$ ions (azote ou chrome) N/cm^2 .

L'analyse [2.12] par SDL (spectre à décharge lumineuse), donnée par la figure 2-5 permet de caractériser la composition chimique

ref: TEMOIN 316 686
741K
FICHER: 741K1
VG
N
FF
6

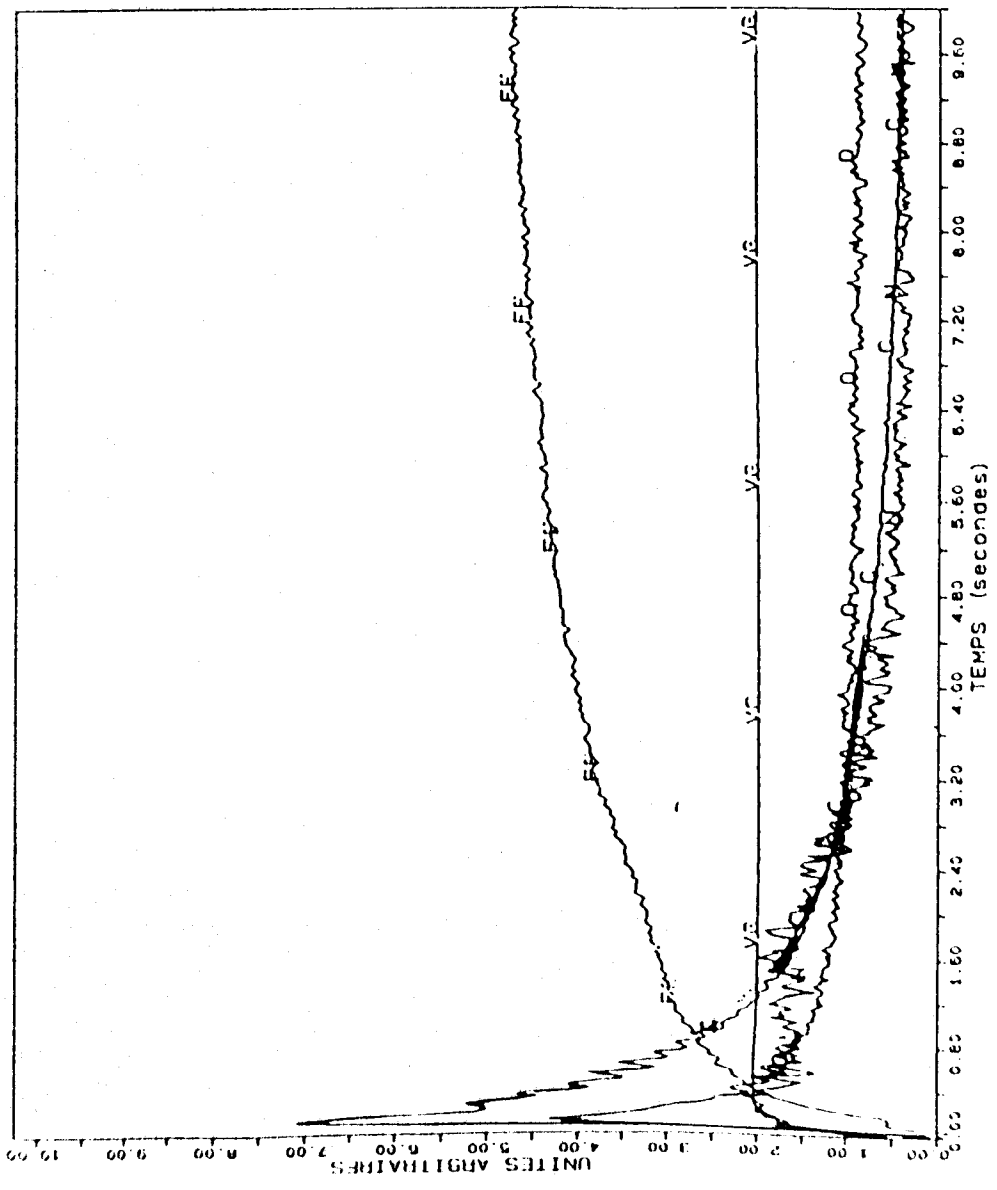


Fig. 2-5 Analyse de composition chimique en surface par SDL.

en surface d'acier inoxydable 316L après l'implantation ionique en azote. Nous voyons qu'il apparaît une pollution importante par l'oxygène et le carbone. Nous savons bien que le traitement d'implantation est réalisé à température ambiante. Néanmoins, sous l'effet du faisceau d'ions, il peut y avoir une élévation de température, fonction des conditions d'implantation (densité de courant, temps d'exposition), de la taille et de la géométrie des pièces traitées. Lorsque la température augmente, le carbone de surface et l'oxygène de l'air sont ionisés sous la tension de 80 KeV et diffusent à la surface de l'éprouvette. Pour éviter la pollution, nous devons, autant que possible, diminuer la température de traitement et améliorer le vide.

2-3 TECHNIQUES EXPERIMENTALES EN FATIGUE ET EN FATIGUE-CORROSION

2-3-1 Description de la Méthode Expérimentale

On sait maintenant conduire des essais de fatigue pour lesquels la déformation plastique ou totale est imposée ainsi que la vitesse de déformation totale. De la sorte les paramètres importants de la déformation plastique sont contrôlés. Ceci est réalisé à l'aide de machines servo-hydrauliques dont le principe est donné sur la figure 2-6.

Le système d'extensométrie est constitué par deux capteurs inductifs LVDT situés de part et d'autre de l'éprouvette (Fig.2-7). Le signal de déformation transmis est la somme des signaux de chacun des capteurs, ceci afin de compenser un éventuel déplacement non rectiligne du vérin. La déformation est mesurée entre les pièces de fixation de l'éprouvette. Elle correspond donc à la déformation de la partie utile de l'éprouvette mais aussi à celles des congés et d'une partie du montage. Un étalonnage des capteurs a donc été nécessaire. Celui-ci est réalisé grâce à l'emploi d'un capteur à jauges fixé directement sur la partie utile de l'éprouvette et qui mesure donc la déformation réelle de l'éprouvette.

Le signal transmis par les capteurs (Fig.2-7) est traité électroniquement et l'on peut ainsi imposer une amplitude de déformation plastique $\Delta\epsilon_p/2$ comprise entre 10^{-4} et 10^{-2} . Le pilotage à amplitude de déformation plastique imposée permet de s'affranchir des variations de la déformation élastique due à l'écrouissage ou à

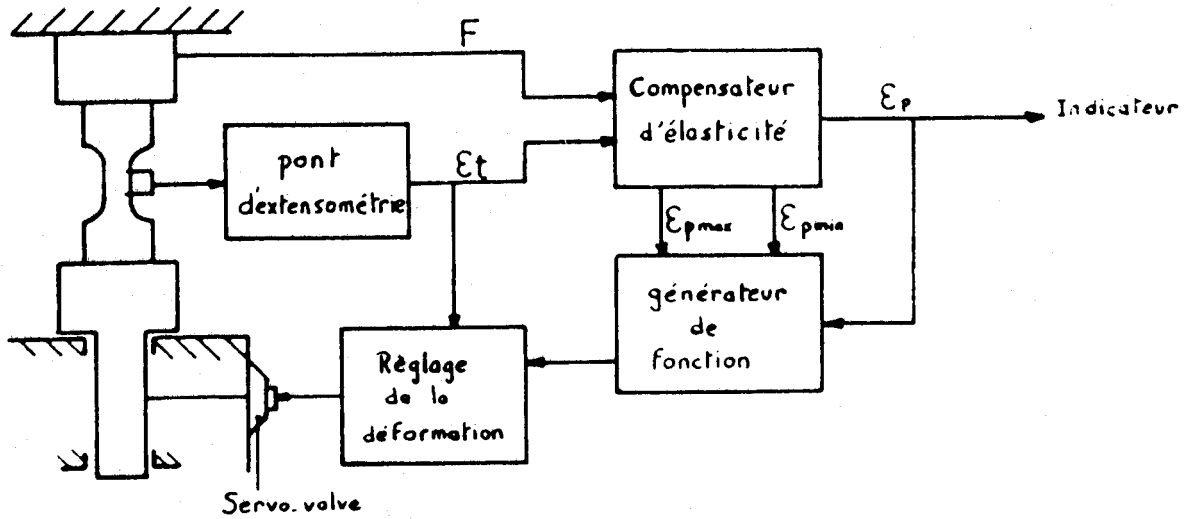


Fig.2-6 Principe de l'asservissement en déformation plastique de la machine de fatigue.

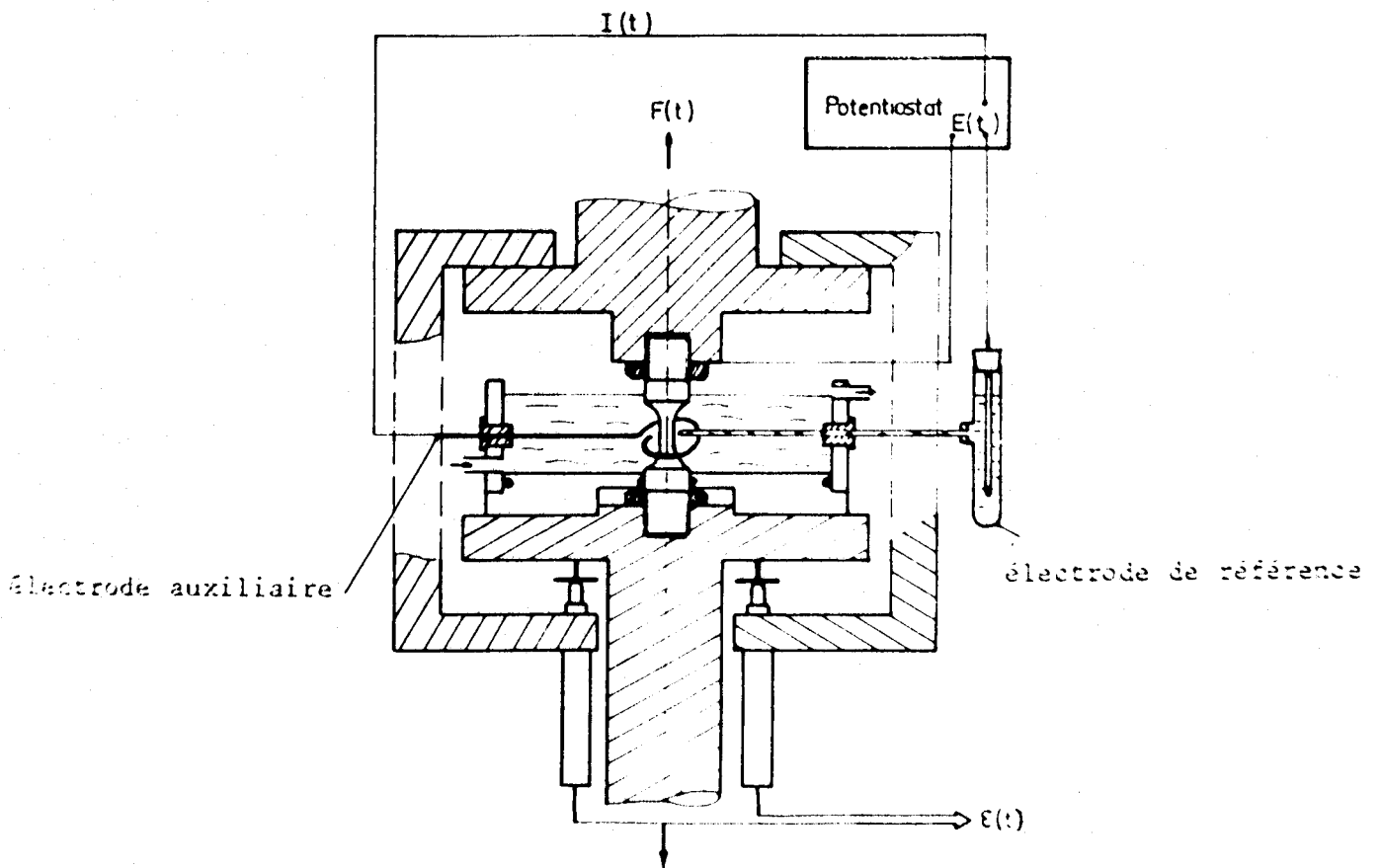


Fig.2-7 Schéma du dispositif expérimental.

l'adoucissement cyclique. Un générateur de fonction délivre un signal triangulaire dont la pente peut être imposée.

Nous conduisons la plupart des essais de cyclage sur machine servohydraulique SCHENK de charge nominale 40 KN. Les essais de fatigue à 300°C sous vide a été réalisé en collaboration avec P. RIEUX, école nationale supérieure des mines de Saint-Etienne. Le groupe de pompage est constitué d'une pompe à palette et d'une turbo pompe [13]. Après étuvage du système entier on atteint un vide de l'ordre de 2×10^{-6} hPa. La principale difficulté concernant l'élaboration d'un tel système provient du fait que l'on doit garder ce vide secondaire alors que la cellule coulisse sur la partie haute du montage au cours du cyclage. Certes un tel déplacement ne représente approximativement qu'une centaine de microns mais il nécessite de prévoir un système d'étanchéité mobile. Au cours des premiers cycles le vide se détériore rapidement (2×10^{-6} hPa ----> 5×10^{-5} hPa) puis s'améliore pour se stabiliser autour de 5×10^{-6} hPa. Cette période dure approximativement 50 à 100 cycles ce qui reste négligeable pour des essais longs de quelques milliers de cycles. Elle est d'autant plus importante que le déformation imposée est forte.

Pour l'essai de fatigue-corrosion, un montage (Fig.2-7) permet de cycler en milieu corrosif. Il comprend la cellule de corrosion dans laquelle circule la solution. La cellule de corrosion (200 cm³ environ) a été conçue de façon à ce qu'il puisse y avoir une circulation régulière de la solution afin de maintenir les mêmes conditions pendant tout l'essai. Pour chaque essai, deux litres de solutions (30g/l NaCl) sont utilisés. Tous les essais ont été réalisés en aération naturelle.

L'endommagement électrochimique en surface peut être suivi en réalisant un montage potentiostatique. Nous pouvons ainsi mesurer le potentiel pris par l'échantillon dans le milieu corrosif par rapport à une électrode de référence ou imposer un potentiel constant à l'échantillon. Dans ce dernier cas on mesure l'intensité délivrée par le potentiostat (par l'intermédiaire d'une électrode auxiliaire) pour maintenir le potentiel constant. Le courant délivré correspond à la résultante des réactions électrochimiques qui se produisent en surface d'éprouvette. Le principe du potentiostat est donné sur la figure 2-8.

Au cours des essais de fatigue-corrosion, les congés des éprouvettes sont recouverts de vernis isolant. La surface utile exposée au milieu corrosif est alors mesurée avant l'essai. Lors des essais effectués à

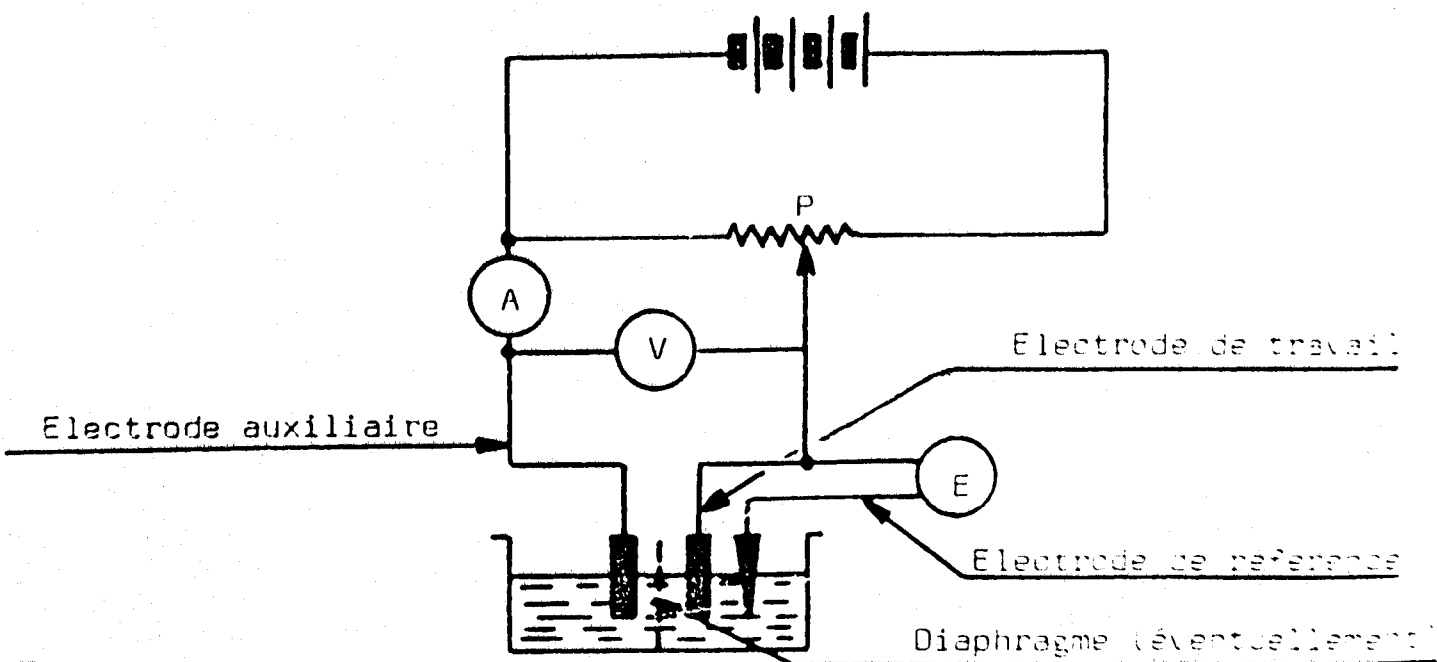


Fig.2-8 Principe du potentiostat.

potentiel imposé, on peut ainsi avoir accès à la densité de courant $J=I/S$ et comparer les valeurs d'un essai à l'autre.

Les essais de fatigue-corrosion sur éprouvettes avec couche implantée au chrome et les essais sur l'effet de la dissolution anodique sur la plasticité en surface ont été réalisés sur une machine hydraulique INSTRON de 100 kN de capacité dynamique à déformation totale imposée symétrique ($\pm\Delta\epsilon_t/2$). Le principe du montage (Fig.2-9) est identique à celui du montage décrite par la figure 2-7.

2-3-2 Utilisation de la Méthode Expérimentale

Pendant le cyclage de l'éprouvette à déformation plastique (ou totale) imposée on enregistre simultanément les variations du potentiel électrochimique ou, si on impose celui-ci, les variations du courant. Ces variations au cours du cyclage permettent de quantifier les perturbations de l'interface métal-solution.

L'influence du potentiel électrochimique peut être étudiée. En effet, selon que le potentiel imposé est cathodique ou anodique l'allure des transitoires de courant est différente. Les réactions électrochimiques qui interviennent en surface du matériau peuvent être mises en évidence (dissolution anodique, réaction cathodique), et les conséquences de celles-ci sur l'endommagement en fatigue-corrosion peuvent être définies.

Par ailleurs les signaux de déformation plastique et de force sont transmis à une table traçante X-Y sur laquelle sont enregistrées les boucles d'hystérésis $\sigma=f(\epsilon)$, où ϵ est la déformation imposée. Le signal de force est également enregistré en fonction du temps. Ce sont les boucles d'hystérésis en fatigue oligocyclique comme celle indiquée par la figure 2-10.

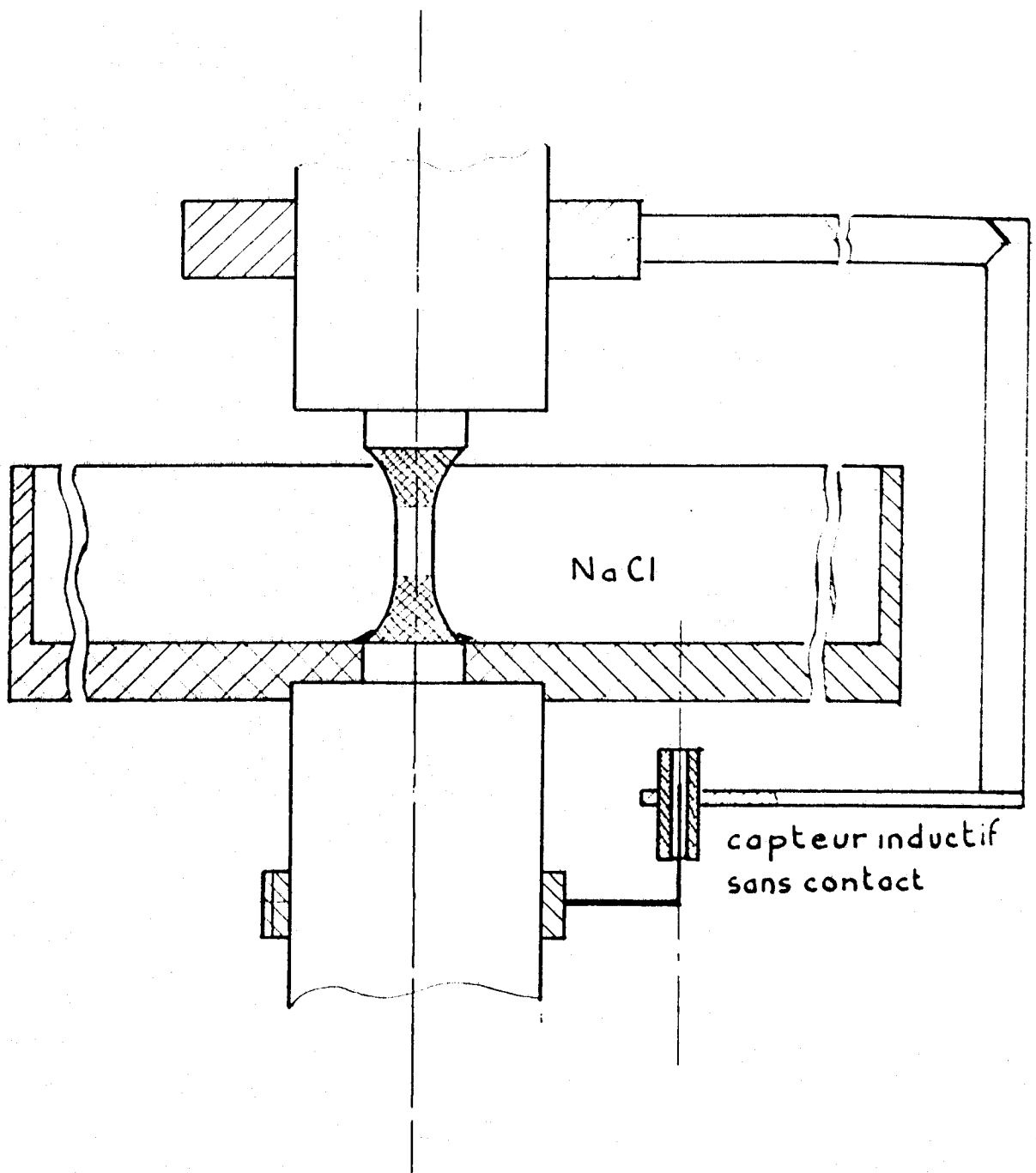


Fig.2-9 Schéma du dispositif expérimental pour la machine INSTRON.

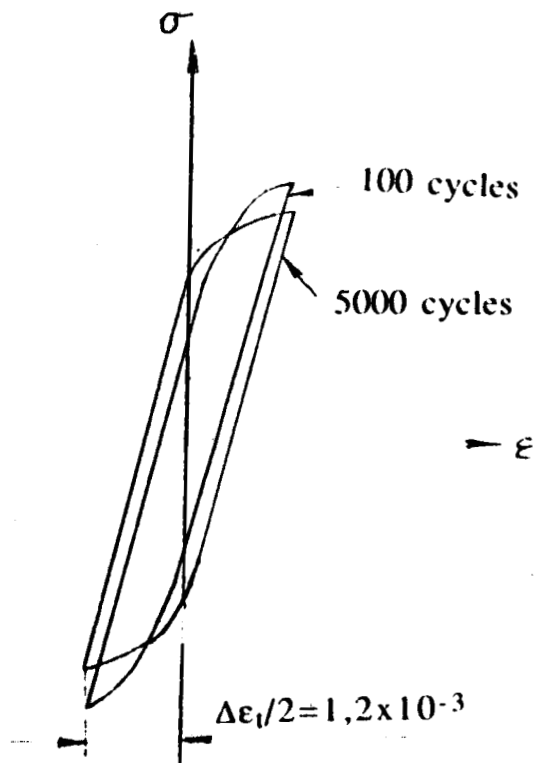


Fig.2-10 Boucles d'hystérésis en fatigue: alliage 316L implanté au chrome, $\Delta\epsilon_t/2 = 1,2 \times 10^{-3}$

2-4 OBSERVATION DES BANDES DE GLISSEMENT ET DES FISSURES

Il est important pour étudier les mécanismes d'endommagement en fatigue et en fatigue-corrosion de contrôler les paramètres microstructuraux au cours du cyclage. De même il est important de suivre l'évolution de la rugosité superficielle.

Ces observations permettent de déterminer les sites d'amorçage des fissures, mais aussi de fournir des informations sur la localisation de la déformation (joints de grains, bandes de glissement) et donc sur les mécanismes de déformation.

Les moyens suivants d'observation ont été utilisés:

1). Microscopie optique:

Les observations se révèlent délicates en raison de la forme cylindrique des éprouvettes et de la faible taille de grains. Nous comptons les fissures sur le fût après le cyclage à l'aide de ce microscope optique.

Dans la microscopie optique, quatre cadres réticulés (Fig.2-11) apparaissent dans la lunette de mise au point. Ces réticules indiquent les pourtours du cadrage pour différents formats choisis et correspondant approximativement à chaque surface réelle du format.

Nous savons bien que la photo de Dos 35 mm noir et blanc est de 36x 24 mm, le grossissement est égal à 3,3 fois celui de l'objectif. Dans notre observation, l'objectif de 10 est utilisé. La photo correspond à une surface réelle de 0,8 mm².

Au cours de notre observation, nous utilisons un cadre réticulé de 6,7 pour compter les fissures parce que l'observation d'un champ cadre réticulé de 3,3 se révèle très délicat pour la focalisation en raison de la forme cylindrique des éprouvettes. Ainsi la surface réelle du champ visuel est de 0,2 mm² et nous pouvons calculer la densité des fissures par millimètre carré. Pour une éprouvette après cyclage, nous

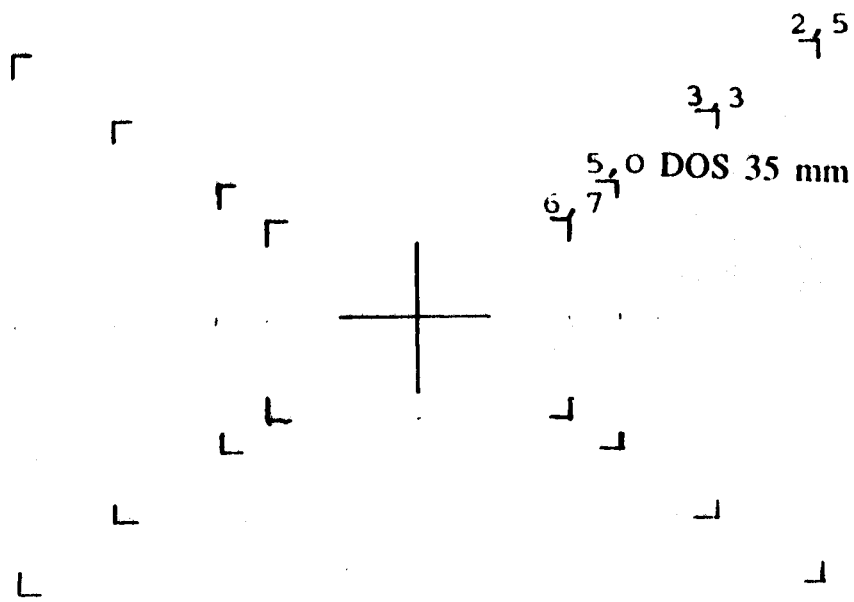


Fig.2-11 Quatre cadres réticulés dans le microscopie optique.

choisissons, au moins dix champs visuels différents afin d'obtenir un résultat statistique.

2). Microscopie électronique à balayage:

Ce moyen est le plus efficace pour détecter les petites fissures (de l'ordre de la taille de grain). Il permet surtout de préciser les sites d'amorçage et les directions de propagation de ces microfissures. De plus on n'a pas besoin de détruire les éprouvettes. On peut donc, par ce moyen, suivre l'évolution de l'endommagement superficiel au cours du cyclage.

Les deux techniques ont été couplées pour déterminer l'évolution de la fissuration de surface de nos échantillons.

2-5 CONCLUSION SUR LA METHODE EXPERIMENTALE

La méthode expérimentale utilisée au cours de cette étude permet donc d'effectuer des essais de fatigue et de fatigue-corrosion où les principaux paramètres mécaniques ($\Delta \epsilon_p/2$ ou $\Delta \epsilon_t/2$, $\dot{\epsilon}$) et électrochimiques (E, I) sont contrôlés ou mesurés. L'enregistrement de la contrainte σ et des courants (ou potentiel) de corrosion permet de caractériser l'endommagement superficiel lors des diverses phases du cyclage (durcissement, saturation, amorçage). De plus l'observation fine de la surface des échantillons nous donne accès aux sites d'amorçage des microfissures dues à la localisation de la déformation plastique sur ces sites. Des corrélations entre l'endommagement observé et les mesures électrochimiques peuvent alors être effectuées et permettent de bien comprendre les mécanismes fondamentaux intervenant en fatigue-corrosion.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 J-M LARDON, Thèse ENSMSE(1986).
- 2 J.B. VOGT, Thèse d'état, Lille I(1991).
- 3 J. HOCHMANN, A. DESESTRET, P. JOLY et R. MAYOUD, Métaux-Corrosion-Industrie, (1974), 591-592(1974), 593(1975).
- 4 A.P. BOND et H.J. DUNDAS, "Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys" NACE, (1977).
- 5 T.W. MOHR, A.R. TROIANO et R.F. HEHEMAN, Corrosion, 37(1981)199.
- 6 T.J. NICHOL, I.A. FRANSON et G.E. MOLLER, "Duplex Strainless Steels", ASM, Metal Parks, (1983)535.
- 7 T. MAGNIN, Thèse d'état, Grenoble, (1980)
- 8 H. CORIOU, L. GRALL, Y. LEGALL and S. VETTIER, 3e colloque de métallurgie, Saclay, 1959, North Holland Pub., Amsterdam,(1960)161.
- 9 P. COMBRADE, M. FOUCAULT, P. MARCUS and G. SLAMA, On the Role of Sulfur on the Dissolution of Pressure Vessel Steel at the Tip of a Propagation Crack in PWR Environment.. à paraître.
- 10 R. OLTRA, Matériaux et Techniques, 9(1988)17.
- 11 T. MAGNIN, Matériaux et techniques, 12(1989)41.
- 12 C. CHABROL, J. DHERS, T. MAGNIN et C. RAMADE, RE88678(1988).

13 C. RAMADE, Thèse ENSMSE(1990).

CHAPITRE III

EFFET D'UNE COUCHE D'OXYDE SOLIDE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DE L'ALLIAGE 316L A 300°C

3-1 INTRODUCTION

Dans les deux premiers chapitres nous avons successivement exposé l'optique de notre étude, justifié le choix des matériaux étudiés et présenté la technique expérimentale mise en oeuvre. Dans ce chapitre, nous étudions l'effet d'une couche d'oxyde solide sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'alliage 316L à 300°C. Ce chapitre constitue le point clef de notre travail. Les résultats ici présentés seront appliqués dans les chapitres suivants à d'autres cas d'effets de surface en plasticité cyclique.

Des essais de fatigue effectués à l'air et sous vide sur un alliage type 316L [1] ont montré que l'air ambiant avait un effet non négligeable, particulièrement à 300°C, sur les durées de vie. Cette différence de comportement en fatigue oligocyclique entre le vide et l'air est généralement expliqué, dans le cas de l'alliage inoxydable 316L, par la formation à l'air d'une couche d'oxyde au cours de cyclage qui est défavorable à l'homogénéité du glissement, rendant la déformation moins réversible entre traction et compression, ce qui diminue la résistance à la fatigue de l'alliage. Cependant, de nombreuses études [2-5] depuis une cinquantaine d'années ont établi qu'une couche d'oxyde peut sensiblement augmenter la contrainte d'écoulement. En 1967, J.C.GROSSKREUTZ [6] a montré qu'une couche d'oxyde, épaisse de 5nm à 10nm, peut affecter le comportement en fatigue et le mode de glissement de l'aluminium monocristallin et polycristallin. Le concept de force-image [7,8] sur les dislocations proches de la couche superficielle a été proposé pour expliquer l'influence d'une couche d'oxyde sur l'émergence des bandes de glissement dans le substrat. Malheureusement, cette perspective n'a pas été développée dans les 15 dernières années et très

peu d'études ont été menées dans ce sens. Comme nous le disions au chapitre I, les mécanismes de l'influence de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue restent encore mal connus aujourd'hui.

Récemment des études [9-11] se sont focalisées sur l'effet de dépôt sur le comportement en écrouissage cyclique des matériaux C.C. (cubiques centrées). Elles ont montré que la modification de la contrainte d'écoulement s'explique par la rôle de la couche d'oxyde sur l'émission de dislocations coins plus mobiles. Ces dislocations peuvent plus facilement accommoder la déformation plastique cyclique que les dislocations vis. Ainsi cela peut affecter la courbe d'écrouissage cyclique. Nous reprendrons là aussi cette idée, ainsi que celle de force-image.

Les microstructures de dislocations en fatigue pour l'alliage 316L ont été étudiées [12,13]. Nous nous intéressons plus particulièrement à l'effet de la couche d'oxyde sur la plasticité cyclique de l'acier 316L et nous nous intéressons aussi à l'effet du changement d'environnement (air et vide) sur le comportement en fatigue de l'acier 316L avec couche d'oxyde. Ainsi les essais de fatigue sont conduits à l'air et sous vide pour analyser l'effet du module d'Young de la couche d'oxyde (qui augmente sous vide) sur le comportement en fatigue oligocyclique du 316L avec couche d'oxyde.

Au cours de ce chapitre, nous présenterons, tout d'abord, l'influence du temps de pré-oxydation (qui affecte notamment l'épaisseur de la couche d'oxyde) sur le comportement en fatigue oligocyclique à l'air et sous vide; puis, nous présenterons les résultats d'essais pour les éprouvettes avec une pré-oxydation de 100 heures; enfin, nous discuterons le mécanisme de l'effet de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue oligocyclique et modéliserons ce mécanisme à l'aide des anciennes idées sur le concept de force-image et d'interaction entre une dislocation du substrat et la couche d'oxyde. Ce calcul conduira à de nouvelles explications au niveau du mécanisme d'interaction entre couche d'oxyde et dislocations du substrat. De plus il apporte une nouvelle perspective d'analyse des effets de la couche superficielle sur le comportement cyclique des C.F.C., notamment grâce à l'utilisation d'essai sous vide.

3-2 INFLUENCE DU TEMPS DE PRE-OXYDATION SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A L'AIR ET SOUS VIDE

Sur la figure 3-1, nous avons représenté l'évolution des contraintes cycliques et des durées de vie en fatigue oligocyclique à 300°C, sous vide et à l'air pour des temps différents de pré-oxydation.

Plusieurs remarques s'imposent:

1). Pour l'essai de fatigue à l'air, le temps de pré-oxydation modifie légèrement la contrainte cyclique. Les contraintes cycliques sont identiques pour une pré-oxydation nulle ou de 10 heures, la contrainte cyclique maximum σ_{max} est 205MPa. Mais pour une pré-oxydation plus élevée de 100 heures ($\sigma_{max}=216\text{MPa}$) ou de 1000 heures ($\sigma_{max}=212\text{MPa}$), le temps de pré-oxydation influence légèrement la durée de vie.

2). Pour l'essai de fatigue sous vide. Les contraintes cycliques sont identiques pour une pré-oxydation nulle ou de 10 heures ($\sigma_{max}=230\text{MPa}$). Mais il faut noter que l'augmentation de contrainte cyclique est très significatif pour une pré-oxydation de 100 heures ($\sigma_{max}=272\text{MPa}$, augmentation de 18,3%, ce qui est significatif) ou de 1000 heures ($\sigma_{max}=269\text{MPa}$, augmentation de 17%). En même temps, nous notons aussi que la contrainte cyclique est toujours plus élevée sous vide qu'à l'air, quelle que soit la pré-oxydation.

3). Les durées de vie sous vide sont multipliées par 2 à 4 par rapport à l'air, la durée de vie pour une pré-oxydation de 100 heures étant la plus longue. C'est un résultat très significatif.

Il faut souligner que pour 100 heures de pré-oxydation, les contraintes cycliques sont les plus élevées et la durée de vie est la plus longue pour des essais en fatigue oligocyclique à 300°C. Ainsi nous choisissons les éprouvettes après une pré-oxydation de 100 heures dans notre étude pour analyser le mécanisme de l'effet de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue oligocyclique.

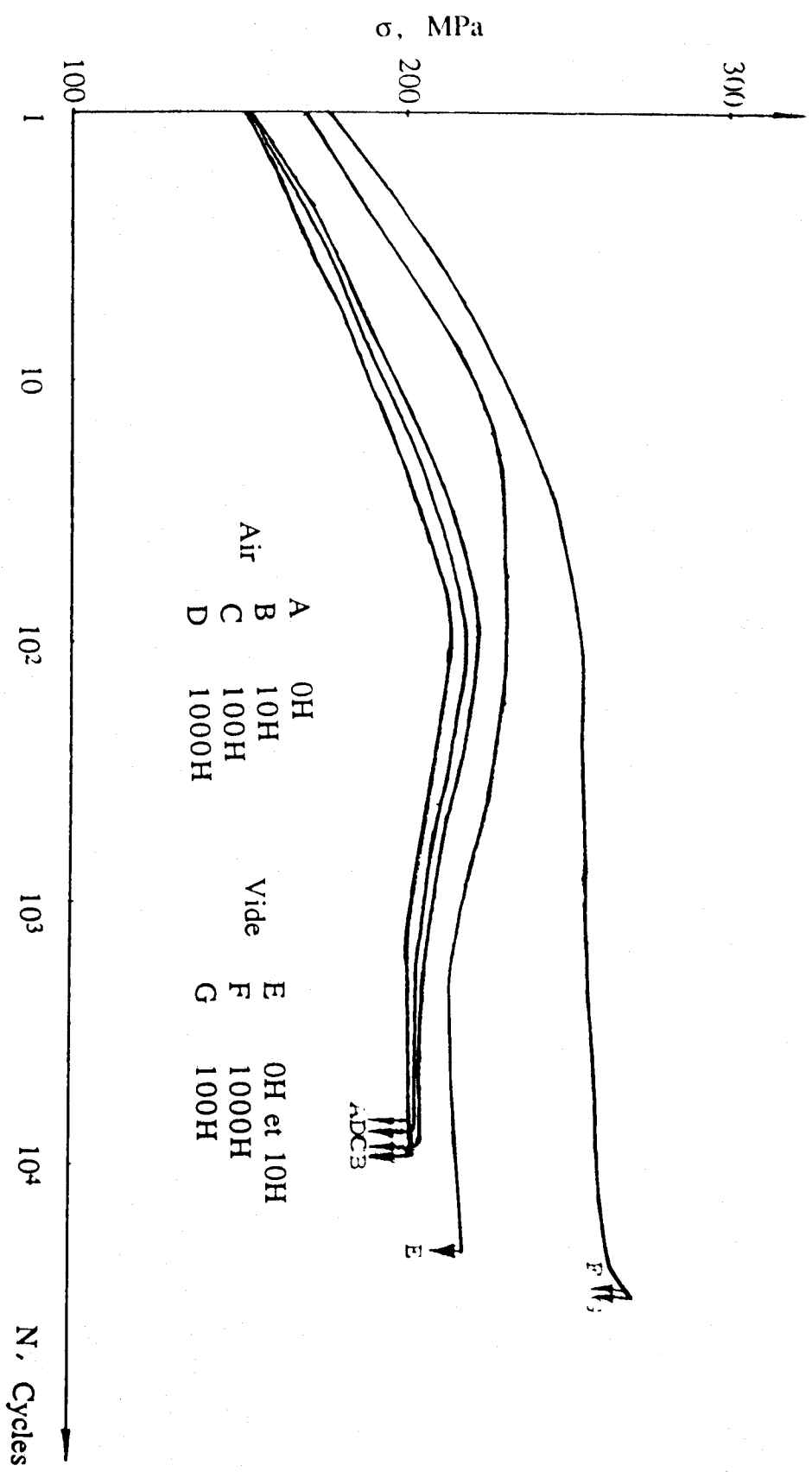


Fig.3-1 Influence de temps de pre-oxidation sur le comportement en fatigue oligocyclique sous vide et à l'air.

3-3 RESULTATS D'ESSAIS DE FATIGUE POUR LES EPROUVETTES AVEC PRE-OXYDATION DE 100 HEURES

3-3-1 Durée de Vie et Contrainte Cyclique en Fatigue à l'Air et sous Vide

A 300°C, les courbes de consolidation cyclique des éprouvettes avec couche d'oxyde (Fig.3-2) présentent une différence très significative dès le premier cycle entre l'air et le vide. Pendant les premiers cent cycles pour l'alliage 316L avec couche d'oxyde à l'air et sous vide, les courbes présentent un phénomène de durcissement cyclique. Vers le 100^e cycle, la contrainte cyclique (~252MPa, en prenant la moyenne des pics entre traction et compression) des éprouvettes sous vide est supérieure de 15% environ à celle (~216MPa) de l'air. Alors, la contrainte cyclique atteint un maximum et par la suite, présente le phénomène de saturation sous vide et d'adoucissement progressif pour l'essai à l'air. De plus, on note que pour l'essai sous vide, la contrainte cyclique augmente de nouveau vers la fin de la durée de vie (glissements secondaires mis en route).

C'est un résultat original et il est remarquable que la contrainte cyclique de rupture finale pour l'essai sous vide (272MPa) soit 35% plus élevée que celle (202MPa) d'essai à l'air. De plus, la durée de vie est multipliée par un facteur 4 par rapport à l'air. Ce résultat est très intéressant.

Ce résultat est confirmé par les essais cycliques d'alternance air-vide pour la même éprouvette afin de bien éviter une erreur qui serait liée à la différence d'éprouvettes ou à un problème de montage sous vide. L'enregistrement des courbes de consolidation cyclique $\sigma=f(N)$ (Fig.3-3), où N est le nombre de cycles, montre que:

1). Ces courbes présentent le phénomène de durcissement cyclique progressif sous vide comme nous l'avons vu précédemment (Fig.3-2). Cependant, pour les essais à l'air, ils présentent le phénomène d'adoucissement progressif sauf pendant les premiers cent cycles pour l'éprouvette B. La contrainte cyclique sous vide est toujours plus élevée que celle à l'air.

2). Il est remarquable que quand nous passons du vide à l'air, la contrainte cyclique est réduite et revient progressivement à la

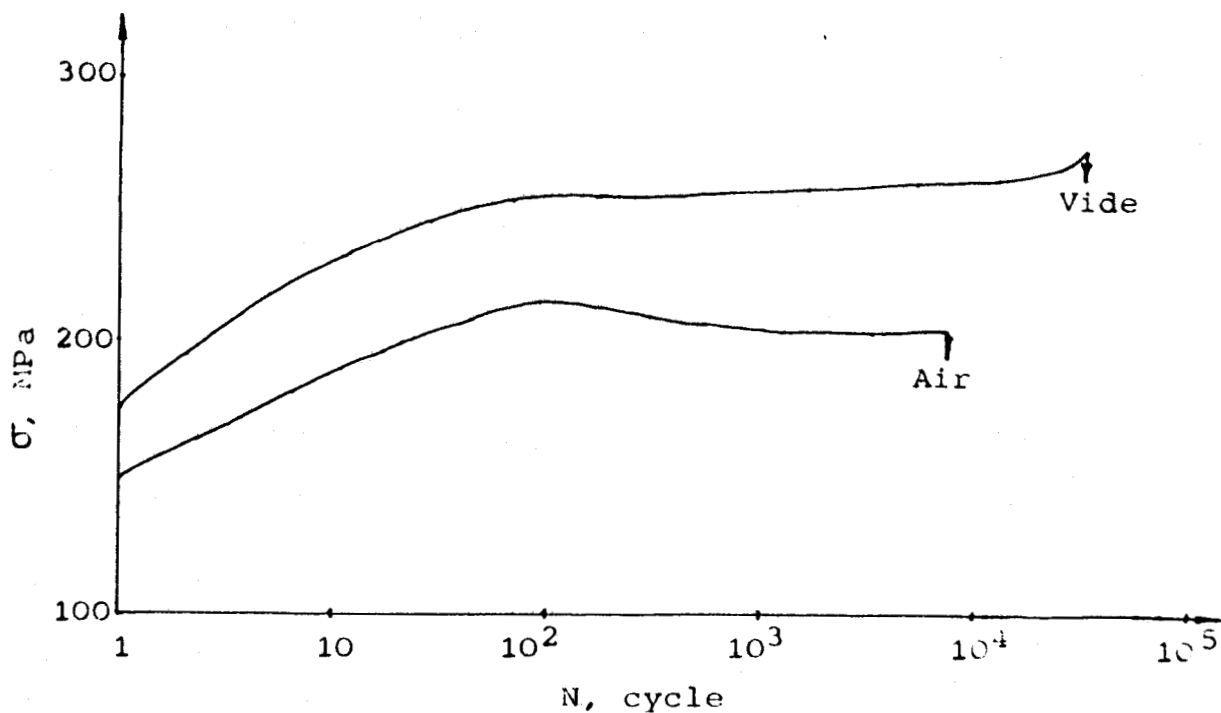


Fig.3-2 courbes de consolidation cyclique d'éprouvette 316L avec coque d'oxyde sous vide et à l'air, $\Delta\epsilon_{p/2}=4 \times 10^{-3}$, $T=300^{\circ}\text{C}$.

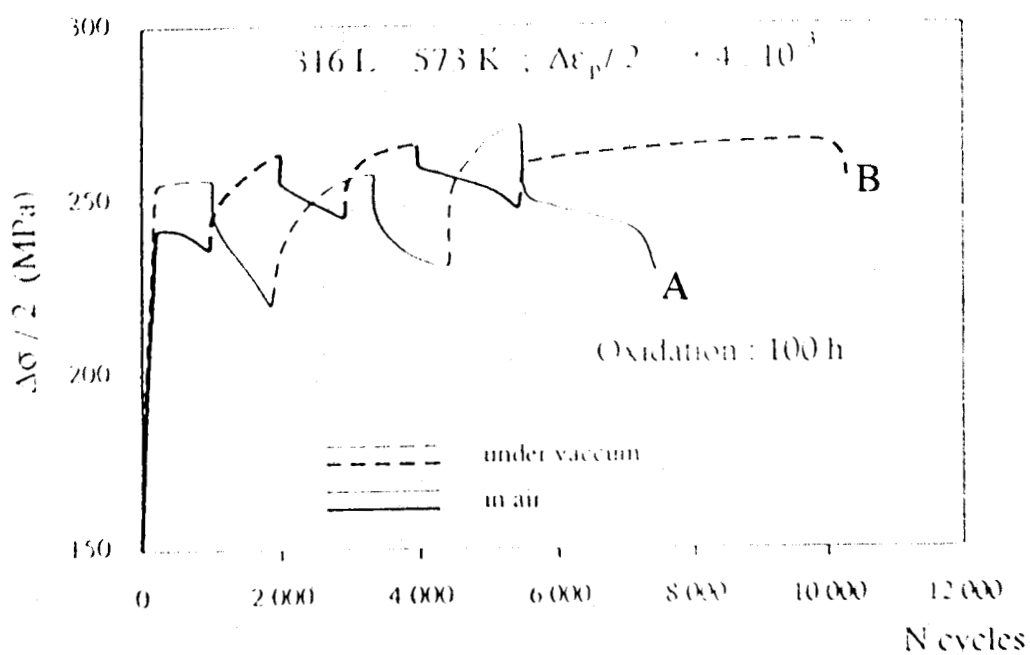


Fig.3-3 courbes de consolidation cyclique pour des essais d'alternance vide-air pour le 316L pre-oxidation 100h, $\Delta\epsilon_{p/2}=4 \times 10^{-3}$, $T=300^{\circ}\text{C}$.

valeur à l'air. Au contraire, quand nous passons de l'air au vide, la contrainte augmente et revient petit à petit à la valeur initiale sous vide. Ces résultats montrent qu'il y a une grande réversibilité de la contrainte entre le vide et l'air.

Il faut préciser qu'il faut environ 5 cycles pour une transition de l'air au vide de 5×10^{-5} Mbar. En plus, les différences de contrainte sont observées aussi bien pour la contrainte cyclique de traction et que de compression. Ce qui confirme que l'augmentation ou la diminution de contrainte cyclique n'est pas un problème qui serait lié à une erreur expérimentale.

Afin de bien comprendre la différence des résultats entre l'air et le vide, il est nécessaire d'observer la surface des éprouvettes d'essai, notamment en ce qui concerne la réparation des bandes de glissement.

3-3-2 Observation de la Surface des Epreuves

La Fig.3-4 présente les bandes de glissement à la surface des éprouvettes après 100 cycles pour une déformation plastique imposée $\Delta \epsilon_p / 2 = 4 \times 10^{-3}$ à l'air et sous vide. Nous voyons bien que le glissement est marqué seulement dans quelques grains après 100 cycles pour l'éprouvette cyclée sous vide. Mais les bandes de glissement (Fig.3-4b) sont plus fines dans ce cas que pour l'air (Fig.3-4a). Pour l'éprouvette cyclée à l'air, le glissement a lieu dans presque tous les grains.

En même temps, nous avons observé que pour l'éprouvette cyclée sous vide ($\Delta \epsilon_p / 2 = 4 \times 10^{-3}$), les bandes de glissement ne franchissent pas les joints de grains. Cependant, pour l'éprouvette cyclée à l'air, les bandes de glissement peuvent passer d'un grain à l'autre grain (Fig.3-4a) après 100 cycles, et elles sont plus longues et plus grossières que celles sous vide.

Après un nombre de cycles (600 cycles) plus long, le glissement a lieu dans de nombreux grains (Fig.3-5b) pour l'éprouvette cyclée sous vide. De même, les bandes de glissement sont plus fines et plus homogènes dans chaque grain que celles à l'air (Fig.3-5a). Il y a localisation de la déformation plastique qui se trouve dans quelques



Fig.3-4 Les bandes de glissement dans l'éprouvette après 100 cycles à $\Delta\varepsilon_{p/2}=4 \times 10^{-3}$, $T=300^{\circ}\text{C}$, à l'air(a) et sous vide(b), pour l'alliage 316L avec couche d'oxyde.

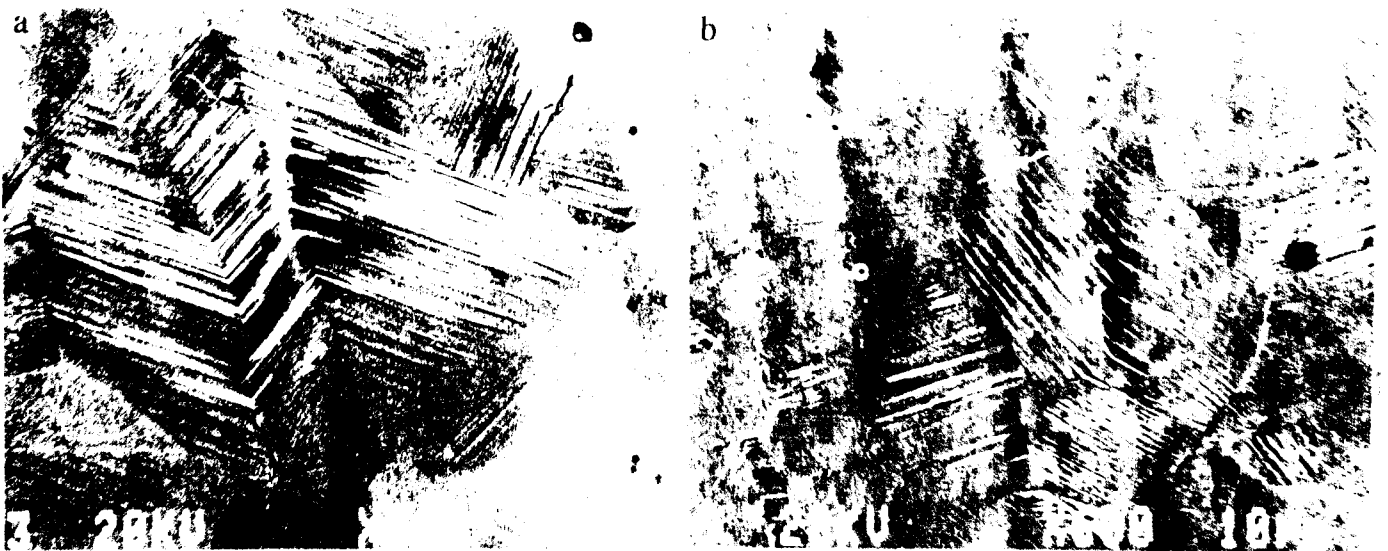


Fig.3-5 Bandes de glissement dans le fût d'éprouvette à l'air(a) et sous vide(b), $\Delta\varepsilon_{p/2}=4 \times 10^{-3}$, $T=300^{\circ}\text{C}$, à 600 cycles pour 316L avec couche d'oxyde.

bandes de glissement pour l'éprouvette cyclée à l'air. Nous savons bien que pour une déformation plastique constante imposée, plus il y a de bandes de glissement, moins qu'il a des fissures car le cisaillement dans chaque bande est inférieur. Les bandes de glissement en surface des éprouvettes avec couche d'oxyde cyclée à l'air conduisent plus rapidement à la localisation de la déformation plastique. Cette déformation se trouve dans les bandes de glissement permanente (B.G.P.), autrement dit, il y a un rapide amorçage des microfissures par mécanisme d'intrusions-extrusions. Au contraire, le vide retarde la localisation de la déformation plastique et la formation de fissures.

En comparaison des surfaces des éprouvettes cyclées à l'air et sous vide, la déformation plastique est plus homogène pour l'essai sous vide par rapport à l'essai à l'air dans le grain. La propagation en surface des microfissures est, préférentiellement, transgranulaire pour deux types d'essai (Fig.3-6).

Nous avons compté le nombre des fissures observées (Tableau 3-1) sur le fût des éprouvettes juste avant rupture ($N=N_f$). Ces fissures sont classées [14] selon trois types en fonction de leur longueur en surface l : type I pour $l < 50\mu\text{m}$ (taille de grain), type II pour $50 < l < 150\mu\text{m}$, type III $150 < l < 500\mu\text{m}$. On constate que le nombre total de microfissures est essentiellement identique pour les deux types d'essai mais il faut noter que les microfissures de type II et de type III sont moins importantes sous vide que sous air. Ceci peut être relié au fait que la déformation plastique est plus inhomogène dans chaque grain (en surface) pour l'éprouvette cyclée à l'air. Ceci conduit une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression qui favorise l'amorçage rapide (ainsi que la coalescence et la propagation rapides des fissures) par des mécanismes d'intrusions-extrusions dans les B.G.P.. Ainsi que l'essai à l'air induit un nombre plus important des microfissures de type II et type III.

Tableau 3-1 Nombre des fissures sur le fût des éprouvettes avec couche d'oxyde

Condition	Nombre des fissures/mm ²		
	Type I	Type II	Type III
Air	53	16	12
Vide	68	8	2



Fig.3-6 Aspect des microfissures dans l'éprouvette rompue et testée sous vide, $\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$, $T=300^\circ\text{C}$, pour l'alliage 316L avec couche d'oxyde.

3-3-3 Conclusions sur les Essais

Les résultats obtenus montrent que:

- 1). La couche d'oxyde peut augmenter la contrainte cyclique et la durée de vie pour l'alliage 316L à 300°C sous vide.
- 2). Il y a une grande réversibilité de l'augmentation ou de la diminution de la contrainte cyclique dans l'alternance air-vide.
- 3). Le nombre des fissures en surface du fût confirme que la déformation plastique est plus homogène dans chaque grain pour l'éprouvette cyclée sous vide par rapport à l'air.

Ainsi notre objectif est de chercher un modèle qui peut expliquer la raison de l'augmentation de contrainte cyclique et de la durée de vie pour l'alliage 316L avec couche d'oxyde. En même temps, il doit expliquer l'effet de réversibilité de contrainte cyclique entre l'air et le vide.

3-4 INTERPRETATION DE L'EFFET AIR-VIDE-----FORCE D'INTERACTION ENTRE UNE DISLOCATION COIN ET UNE COUCHE D'OXYDE

Dans nos essais à l'air et sous vide à 300°C, les résultats originaux montrent que la présence d'une couche d'oxyde peut augmenter la contrainte cyclique et la durée de vie d'un matériau C.F.C. en fatigue plastique. Ainsi l'interprétation du phénomène doit considérer à la fois l'augmentation de contrainte cyclique et l'effet de réversibilité entre l'air et le vide.

Nous savons qu'une couche d'oxyde entraîne la présence en surface de contrainte résiduelle de compression. C'est à dire que la région d'interface entre la couche d'oxyde et le substrat peut constituer une source des dislocations coins sous condition élastique et plastique [10,11]. Ceci conduira à l'interaction de nombreuses dislocations au cours de cyclage. Ce modèle pourrait expliquer la raison de l'augmentation de contrainte cyclique des éprouvettes avec couche d'oxyde. Mais cette explication n'est pas suffisante pour expliquer l'effet de réversibilité entre l'air et le vide.

Ainsi le concept de force-image [7,8] sur les dislocations est très intéressant pour analyser l'effet de la couche d'oxyde. HEAD [7] a montré que la présence d'une couche d'oxyde, dont le module de cisaillement est plus élevé que celui de substrat, peut produire sur les dislocations du substrat une force attractive à longue distance et une force répulsive à courte distance. Cette force s'exerce sur les dislocations vis proches de la surface et empêche l'émergence des dislocations. Cette conception a été extrapolée au problème des dislocations coins du substrat, proches de la couche superficielle, et l'expression d'une force d'interaction F a été proposée [15].

Dans notre étude, nous donnerons notre propre calcul de la force d'interaction entre la couche superficielle et les dislocations coins du substrat. Ceci constitue l'un des points clés de notre travail.

Pour l'investigation de cette interaction, il faut utiliser la théorie élastique des dislocations concernant les solides élastiques isotropes. Ainsi le problème du calcul de la force d'interaction entre les dislocations et la couche d'oxyde est focalisé sur le problème de la recherche d'un champ de contrainte. Il s'impose aux dislocations du substrat et doit satisfaire à la condition frontière (la contrainte libre en surface d'éprouvette). Nous pouvons considérer que la couche homogène d'oxyde adhère bien au substrat homogène. Le matériau satisfait, bien sûr, à la condition de continuité de contrainte et de déplacement à l'interface entre la couche d'oxyde et le substrat.

Une analyse complète de cette interaction doit concerner le mécanisme d'empilement des dislocations. Notre étude ne concerne que la détermination d'une force imposée sur une dislocation par la couche d'oxyde. Le signe de cette force détermine si une dislocation mobile du substrat proche de la couche d'oxyde est attirée ou repoussée à la surface. Pour simplifier notre analyse, nous ne discutons que

l'interaction entre une dislocation coin (nous savons bien que la région d'interface entre la couche d'oxyde et le substrat peut constituer une source des dislocations coins sous condition élastique et plastique) et la couche d'oxyde. Bien sûr, cette analyse est aussi applicable à l'interaction entre une dislocation vis et la couche d'oxyde (le calcul est beaucoup plus simple pour une dislocation vis).

Pour bien comprendre la force d'interaction entre une dislocation coin mobile (se déplaçant vers une surface) et la couche superficielle, il est nécessaire de considérer, tout d'abord, deux états limites: 1). une surface libre S et 2). une surface recouverte d'une couche d'oxyde rigide.

Afin de bien analyser l'interaction entre la dislocation coin mobile et la couche superficielle, un préliminaire mathématique est aussi nécessaire.

3-4-1 Préliminaire Mathématique

Pour le plan infini X-Y, nous pouvons choisir les coordonnées cartésiennes comme indiqué par la figure 3-7. Une dislocation coin A se trouve au point (0, -t), produisant le champ de déplacement suivant:

$$u^0 = \frac{-b_1}{4\pi} \left[2 \operatorname{tg}^{-1} \frac{y+t}{x} + (1+\nu^*) \left(\frac{x(y+t)}{x^2+(y+t)^2} \right) \right] - \frac{b_2}{4\pi} \left[(1+\nu^*) \frac{(y+t)^2}{x^2+(y+t)^2} + \frac{1-\nu^*}{2} \ln \left(\frac{x^2+(y+t)^2}{C_1} \right) \right]$$

$$v^0 = \frac{b_1}{4\pi} \left[\frac{1-\nu^*}{2} \ln \left(\frac{x^2+(y+t)^2}{C_2} \right) - (1+\nu^*) \frac{(y+t)^2}{x^2+(y+t)^2} \right] + \frac{b_2}{4\pi} \left[(1+\nu^*) \frac{x(y+t)}{x^2+(y+t)^2} - 2 \operatorname{tg}^{-1} \frac{y+t}{x} \right]$$

$$w^0 = 0$$
(1)

Où u^0 , v^0 , w^0 sont les composantes de déplacement dans les directions respectives X, Y, Z. C_1 et C_2 sont des constantes arbitraires, ν^* est la constante élastique définie par

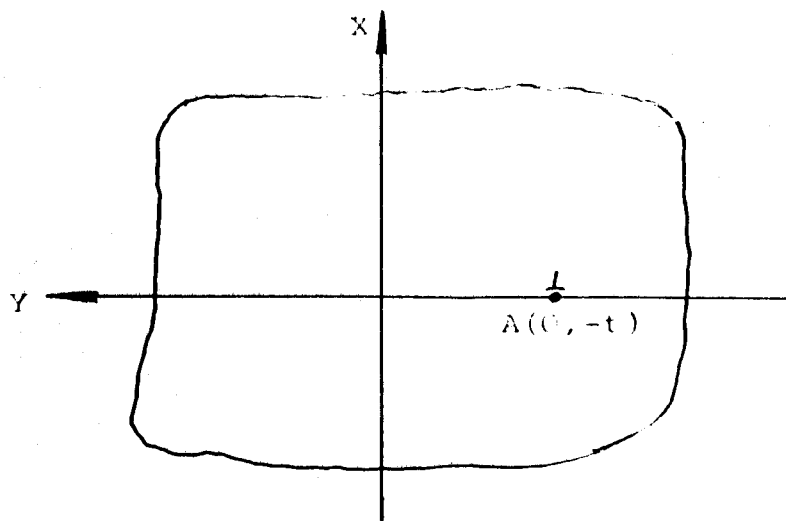


Fig.3-7 Une dislocation coin A se trouve au point $(0, -t)$ pour le plan infini.

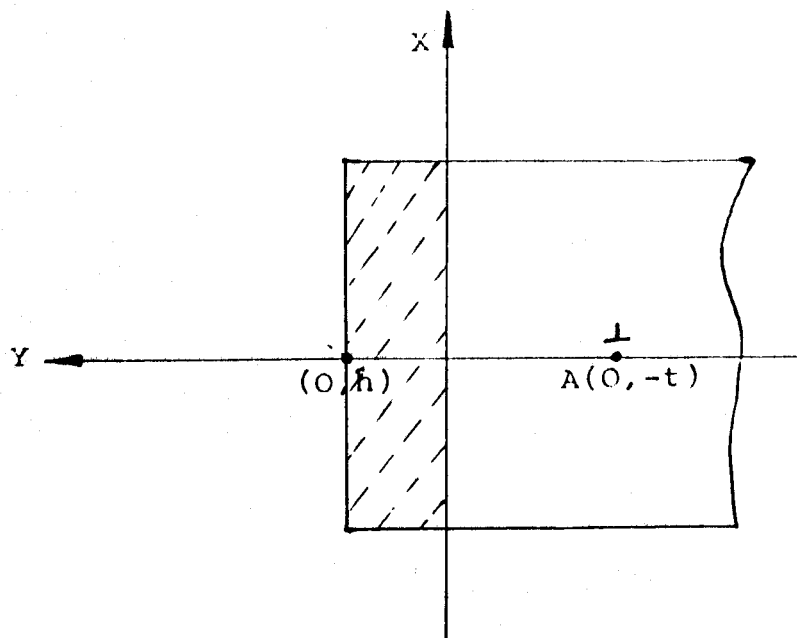


Fig.3-8 Un demi-plan recouvert d'une couche d'oxyde.

$$\nu^* = \nu / (1 - \nu)$$

Où ν est le coefficient de Poisson, et b_1, b_2 sont les composantes du vecteur de Burgers dans les directions respectives X, Y (nous supposons que b_1 et b_2 sont positives pour simplifier le problème). Nous pouvons obtenir le champ de contrainte correspondant [16]:

$$\begin{aligned} \tau_{xx}^0 &= D_1 \frac{(y+t)[3x^2 + (y+t)^2]}{R^4} + D_2 \frac{x[(y+t)^2 - x^2]}{R^4} \\ \tau_{yy}^0 &= -D_1 \frac{(y+t)[x^2 - (y+t)^2]}{R^4} - D_2 \frac{x[3(y+t)^2 + x^2]}{R^4} \\ \sigma_{xy}^0 &= -D_1 \frac{x[x^2 - (y+t)^2]}{R^4} + D_2 \frac{(y+t)[(y+t)^2 - x^2]}{R^4} \end{aligned} \quad (2)$$

$$\text{Où } D_1 = Gb_1 / (2\pi(1-\nu))$$

$$D_2 = Gb_2 / (2\pi(1-\nu))$$

$$R^2 = x^2 + (y+t)^2$$

G = Module de cisaillement.

Pour le plan recouvert d'une couche d'oxyde, profondeur h (Fig.3-8), le champ de contrainte sur le substrat est la superposition de τ_{ij}^0 et τ_{ij}^c .

$$\tau_{ij} = \tau_{ij}^0 + \tau_{ij}^c$$

Où τ_{ij}^c est le champ de contrainte du substrat imposé par la couche d'oxyde.

Les conditions aux limites imposent que:

$$|\tau_{yy}|_{y=h} = N(x)$$

$$|\tau_{xy}|_{y=h} = T(x)$$

Où $N(x)$ et $T(x)$ sont respectivement les contraintes normale et tangentielle à l'interface.

Pour le demi-plan fini semi homogène, isotrope $y < 0$, les contraintes en (x, y) sont données par [17]:

$$\tau_{ij}^c = \int_{-\infty}^{\infty} K_{ij}(x-s, y-r)N(s)ds + \int_{-\infty}^{\infty} L_{ij}(x-s, y-r)T(s)ds \quad (3)$$

Où $i, j = x, y$ et s, r sont les incréments d'augmentation dans les directions respectives x et y . Les fonctions de noyaux K_{ij} et L_{ij} ont les formes suivantes:

$$K_{yy} = -\frac{2(y-r)^3}{\pi Q^4}$$

$$K_{xy} = -\frac{2(x-s)(y-r)^2}{\pi Q^4} = L_{yy}$$

$$K_{xx} = -\frac{2(x-s)^2(y-r)}{\pi Q^4} = L_{xy}$$

$$L_{xx} = -\frac{2(x-s)^3}{\pi Q^4}$$

$$\text{Où } Q^2 = (x-s)^2 + (y-r)^2$$

Maintenant, le problème est focalisé sur le point suivant: comment trouver les fonctions correctes pour satisfaire aux conditions frontières, i.e. $N(x)$ et $T(x)$. Ainsi nous pouvons trouver un champ de contrainte et nous devons aussi considérer la force sur la ligne de dislocation.

En utilisant la formule de Peach-Koehler [16], nous pouvons calculer tous les paramètres des forces dans les directions X et Y.

$$F_x = -b_1 |\tau_{xy}^s|_{x=0, y=-t} - b_2 |\tau_{yy}^s|_{x=0, y=-t} \quad (4)$$

$$F_y = b_1 |\tau_{xx}^s|_{x=0, y=-t} + b_2 |\tau_{xy}^s|_{x=0, y=-t}$$

les τ^{s}_{ij} sont relatifs à la superposition du champ de contrainte et les forces F_x et F_y sont calculées par unité de longueur de dislocation. Nous nous intéressons à la force F_g qui agit dans la direction du vecteur de Burgers. Si cette force est négative la dislocation A (Fig.3-7) est repoussée alors qu'elle est attirée si cette force est positive. La force F_g est donnée par la formule:

$$F_g = \frac{1}{b} (b_1 F_x + b_2 F_y)$$

Où

$$b = (b_1^2 + b_2^2)^{\frac{1}{2}}$$

3-4-2. Demi-plan Sans Couche Superficielle

Pour le demi-plan sans couche d'oxyde, nous avons:

$$\tau_{ij}^0 = \tau_{ij}^s + \tau_{ij}^0$$

Où τ^{s}_{ij} est le champ de contrainte d'interaction entre la dislocation et la surface libre. Ce champ de contrainte doit satisfaire à la condition frontière, i.e. pour $y=0$ et la surface libre, nous avons:

$$|\tau^{s}_{yy}|_{y=0} = -|\tau^{0}_{yy}|_{y=0} = N_v(x)$$

$$|\tau^{s}_{xy}|_{y=0} = -|\tau^{0}_{xy}|_{y=0} = T_v(x)$$

Nous pouvons calculer les contraintes τ^{s}_{ij} .

$$\tau^{s}_{ij} = \int_{-\infty}^{\infty} K_{ij}(x-s, y-r) N_v(x) dx + \int_{-\infty}^{\infty} L_{ij}(x-s, y-r) T_v(x) dx$$

$$|\tau^{s}_{xx}|_{x=0, y=-t} = \int_{-\infty}^{\infty} K_{xx}(x, -t) N_v(x) dx + \int_{-\infty}^{\infty} L_{xx}(x, -t) T_v(x) dx$$

$$= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2x^2 t}{\pi Q^3} [D_1 t(x^2 - t^2) + D_2 x(3t^2 + x^2)] dx + \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2x^3}{\pi Q^3} [D_1 x(x^2 - t^2) + D_2 t(t^2 + x^2)] dx$$

Où $Q^2 = x^2 + t^2$

Pour la fonction $f(x) = -f(-x)$, nous avons bien:

$$\int_{-\infty}^{\infty} f(x) dx = 0$$

Ainsi nous avons:

$$|\tau_{xx}|_{x=0, y=-l} = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2D_1}{\pi} \left(\frac{x^6 - x^2 t^2}{Q^8} \right) dx$$

$$= \frac{2D_1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \left(\frac{x^6}{Q^8} - \frac{x^2 t^4}{Q^8} \right) dx$$

Utilisons les formules d'intégrale:

$$\int \frac{x^m dx}{(t^2 + a^2 x^2)^n} = \frac{x^{m-1}}{a^2(m-2n+1)(t^2 + a^2 x^2)^{n-1}} - \frac{t^2(m-1)}{a^2(m-2n+1)} \int \frac{x^{m-2} dx}{(t^2 + a^2 x^2)^n}$$

$$\int \frac{dx}{(t^2 + a^2 x^2)^n} = \frac{1}{2(n-1)t^2} \frac{x}{(t^2 + a^2 x^2)^{n-1}} + (2n-3) \int \frac{dx}{(t^2 + a^2 x^2)^{n-1}}$$

Nous pouvons obtenir le résultat d'intégrale:

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^6}{Q^8} dx = 5t^2 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^4}{Q^8} dx$$

$$= 5t^4 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^2}{Q^8} dx$$

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^2}{Q^8} dx = \frac{t^2}{5} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{dx}{Q^8}$$

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{dx}{Q^8} = \frac{5}{16t^6} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{dx}{x^2+t^2}$$

$$= \frac{5}{16t^7} \left| \operatorname{arctg} \frac{x}{t} \right|_{-\infty}^{\infty}$$

$$= \frac{5\pi}{16t^7}$$

$$|\tau_{xx}^s|_{x=0, y=t} = \frac{2D_1}{\pi} \left(\frac{5\pi t^6}{16t^7} - t^4 \frac{\pi t^2}{16t^7} \right)$$

$$= \frac{D_1}{2t}$$

Avec le même moyen, nous pouvons obtenir:

$$|\tau_{yy}^s|_{x=0, y=t} = \frac{-D_1}{2t}$$

$$|\tau_{xy}^s|_{x=0, y=t} = \frac{D_2}{2t}$$

$$F_x = -b_1 |\tau_{xy}^s|_{x=0, y=t} - b_2 |\tau_{yy}^s|_{x=0, y=t}$$

$$= -\frac{b_1 D_2}{2t} + \frac{D_1 b_2}{2t}$$

$$= \frac{-b_1 b_2 G}{4t\pi(1-\nu)} + \frac{b_2 b_1 G}{4t\pi(1-\nu)}$$

$$= 0$$

$$F_y = b_1 [\tau_{xx}^s]_{x=0, y=-1} + b_2 [\tau_{xy}^s]_{x=0, y=-1}$$

$$= \frac{1}{2t} (b_2 D_2 + b_1 D_1)$$

La force du glissement F_g peut être calculée comme suit:

$$F_g = \frac{1}{b} (b_1 F_x + b_2 F_y)$$

$$= \frac{b_2}{b} \left(\frac{1}{2t} \right) (b_2 D_2 + b_1 D_1)$$

$$= \frac{1}{2t} \left(\frac{b_2^2 D_2 + b_1 b_2 D_1}{b} \right)$$

$$= \frac{1}{2bt} \left(\frac{G b_2^3 + G b_1^2 b_2}{2\pi(1-\nu)} \right)$$

$$= \frac{G b_2}{2\pi(1-\nu)} \left(\frac{b_1^2 + b_2^2}{b} \right) \left(\frac{1}{2t} \right)$$

$$\frac{D_2b}{2t}$$

Il est évident que la surface libre exerce une force égale à $D_2b/(2t)$ qui induit le glissement de la dislocation coin $A(0,-t)$ à la surface libre.

3-4-3 Demi-plan avec Couche Rigide

Pour la solution de la force d'interaction entre la dislocation du substrat et la couche avec rigidité infinie, nous considérons des paramètres de déplacement u^R et v^R se superposant aux paramètres de déplacement u^0 et v^0 . Maintenant, le problème est de déterminer le champ de déplacement $u^R_{,ij}$, lorsque le champ de déplacement satisfait à la condition frontière:

$$[u^R + u^0]_{y=0} = 0$$

$$[v^R + v^0]_{y=0} = 0$$

Il est facile d'écrire ces conditions frontières sous forme de dérivées tangentielles à la frontière rigide:

$$\left. \frac{\partial u^R}{\partial x} \right|_{y=0} = - \left. \frac{\partial u^0}{\partial x} \right|_{y=0}$$

(5)

$$\left. \frac{\partial v^R}{\partial x} \right|_{y=0} = - \left. \frac{\partial v^0}{\partial x} \right|_{y=0}$$

En particulier, les contraintes frontières sont les suivantes:

$$[\tau^R_{yy}]_{y=0} = N_R(x)$$

$$[\tau^R_{xy}]_{y=0} = T_R(x)$$

Nous considérons que les contraintes frontières $N_R(x)$ et $T_R(x)$ [15] sont les fonctions suivantes:

$$N_R(x) = \frac{A_0 t^3 + A_1 t^2 x + A_2 t x^2 + A_3 x^3}{(x^2 + t^2)^2}$$

$$T_R(x) = \frac{B_0 t^3 + B_1 t^2 x + B_2 t x^2 + B_3 x^3}{(x^2 + t^2)^2}$$

Où A_n et B_n sont des constantes à déterminer. Le choix de ces formes de la fonction réside dans les raisons suivantes: 1°, on sait que ces formes de N_R et T_R sont les formes du champ de contrainte de dislocation; 2°, ces fonctions sont faciles pour calculer l'intégrale.

Nous utilisons la théorie élastique et la loi de Hooke pour déterminer les contraintes:

$$\frac{\partial u^R}{\partial x} = \frac{1}{E} [\tau_{xx}^R - \nu(\tau_{yy}^R + \tau_{zz}^R)]$$

Pour la déformation plane, $w^R=0$, nous avons:

$$\tau_{zz}^R = \nu(\tau_{xx}^R + \tau_{yy}^R)$$

$$\frac{\partial u^R}{\partial x} = \frac{1}{E} [\tau_{xx}^R - \nu(\tau_{yy}^R + \nu(\tau_{yy}^R + \tau_{xx}^R))]$$

$$= \frac{1}{E} [(1-\nu^2)\tau_{xx}^R - (\nu+\nu^2)\tau_{yy}^R]$$

$$= \frac{1-\nu^2}{E} \left[\tau_{xx}^R - \frac{\nu}{1-\nu} \tau_{yy}^R \right]$$

$$= \frac{1}{E^*} [\tau_{xx}^R - \nu \tau_{yy}^R]$$

Pour le substrat proche de la frontière, i.e. $y \rightarrow 0$.

$$\lim_{y \rightarrow 0} \left(\frac{\partial u^R}{\partial x} \right) = \lim_{y \rightarrow 0} \frac{1 - \nu^*}{E^*} \tau_{yy}^R$$

$$= \frac{1 - \nu^*}{E^*} N_R$$

$$= \frac{(1 - 2\nu)(1 + \nu)}{E} N_R$$

En rapprochant la formule ci-dessus et la formule (5).

$$\left. \frac{\partial u^0}{\partial x} \right|_{y=0}$$

$$= \frac{(1 - 2\nu)(1 + \nu)}{E} N_R$$

$$= \frac{1 - \nu^*}{E^*} N_R$$

Nous pouvons calculer la forme de la fonction $[\partial u^0 / \partial x]_{y=0}$.

$$\left. \frac{\partial u^0}{\partial x} \right|_{y=0} = \frac{b_1}{4\pi} \left[2 \frac{\frac{t}{x^2}}{1 + \frac{t^2}{x^2}} + (1 + \nu^*) \frac{t(x^2 + t^2) - 2x^2 t}{(x^2 + t^2)^2} \right] + \frac{b_2}{4\pi} \left[(1 + \nu^*) \frac{-2xt^2}{(x^2 + t^2)^2} + \frac{1 - \nu^*}{2} \frac{2xC_1}{x^2 + t^2} \right]$$

$$= \frac{b_1}{4\pi} \left[\frac{-2x^2 t - 2t^3}{(x^2 + t^2)^2} + (1 + \nu^*) \frac{x^2 t + t^3}{(x^2 + t^2)^2} \right] + (1 + \nu^*) \frac{2x^2 t}{(x^2 + t^2)^2}$$

$$+\frac{b_2}{4\pi} \frac{(1+\nu^*)}{(x^2+t^2)^2} - \frac{2xt^2}{(x^2+t^2)^2} + \frac{1-\nu^*}{2} \frac{2xC_1(x^2+t^2)}{(x^2+t^2)^2}$$

$$-\left. \frac{\partial u^0}{\partial x} \right|_{y=0}$$

$$= \frac{1-\nu^*}{E^*} N_R$$

$$= \frac{1-\nu^*}{E^*} \left(\frac{A_0 t^3 + A_1 t^2 x + A_2 t x^2 + A_3 x^3}{(x^2+t^2)^2} \right)$$

$$\frac{b_1}{4\pi} \left| \frac{-2t^3}{(x^2+t^2)^2} + \frac{(1+\nu^*)t^3}{(x^2+t^2)^2} \right| = \frac{A_0 t^3}{(x^2+t^2)^2} \frac{1-\nu^*}{E^*}$$

$$A_0 = \frac{b_1}{4\pi} \left| \frac{-2t^3}{(x^2+t^2)^2} + \frac{(1+\nu^*)t^3}{(x^2+t^2)^2} \right| \frac{E(x^2+t^2)^2}{(1-\nu^*)t^3}$$

$$= \frac{b_1}{4\pi} (-2+1+\nu^*) \frac{E^*}{1-\nu^*}$$

$$= \frac{-2b_1 G(1+\nu)}{4(1+\nu)(1-\nu)\pi}$$

$$=-D_1$$

$$A_0 = -D_1$$

$$\frac{b_2}{4\pi} \left| -2-2\nu^*+1-\nu^* \right| \frac{xt^2}{(x^2+t^2)^2} = \frac{A_1 xt^2}{(x^2+t^2)^2} \frac{1-\nu^*}{E^*}$$

$$A_1 = \frac{E^* b_2}{4\pi(1-\nu^*)} [-1-3\nu^*]$$

$$= \frac{Eb_2(1-\nu)}{(1-\nu)^2 4\pi(1-2\nu)} \left[\frac{\nu-1}{1-\nu} - \frac{3\nu}{1-\nu} \right]$$

$$= \frac{-Gb_2}{2\pi} \left(\frac{(1-\nu)(1+\nu)}{(1-\nu)^2(1-2\nu)} \right) \left(\frac{1+2\nu}{1-\nu} \right)$$

$$= \frac{-Gb_2}{2\pi(1-\nu)} \left(\frac{1+2\nu}{1-2\nu} \right)$$

$$A_1 = -\frac{1+2\nu}{1-2\nu} D_2$$

$$\frac{b_1}{4\pi} [-2+1+\nu^*-2-2\nu^*] \frac{x^2 t}{(x^2+t^2)^2} = \frac{1-\nu^*}{E^*} \left(\frac{A_2 x^2 t}{(x^2+t^2)^2} \right)$$

$$A_2 = \frac{b_1 E^*}{4\pi(1-\nu^*)} (-3-\nu^*)$$

$$= -\frac{3-2\nu}{1-2\nu} D_1$$

$$A_2 = -\frac{3-2\nu}{1-2\nu} D_1$$

$$\frac{b_2}{4\pi} [1-\nu^*] \frac{x^3}{(x^2+t^2)^2} = \frac{1-\nu^*}{E^*} \left(\frac{A_3 x^3}{(x^2+t^2)^2} \right)$$

$$A_3 = \frac{b_2 E^*}{4\pi}$$

$$= D_2$$

$$A_3 = D_2$$

En même temps, nous pouvons déterminer les coefficients B_n avec l'expression de la loi de Hooke pour le substrat proche de la couche.

$$\gamma_{xy}^R = \frac{\partial v^R}{\partial x} + \frac{\partial u^R}{\partial y}$$

$$\frac{\partial v^R}{\partial x} = \gamma_{xy}^R - \frac{\partial u^R}{\partial y}$$

$$= \frac{\tau_{xy}^R}{G} \frac{\partial}{\partial y} \int \frac{\partial u^R}{\partial x} dx$$

$$= \frac{1}{G} \tau_{xy}^R \frac{\partial}{\partial y} \int \frac{1}{E} [\tau_{xx}^R - \nu (\tau_{yy}^R + \nu (\tau_{xx}^R + \tau_{yy}^R))] dx$$

$$= \frac{1}{G} \tau_{xy}^R \frac{1}{E^*} \frac{\partial}{\partial y} \int \tau_{xx}^R dx - \nu^* \int \tau_{yy}^R dx$$

que: Pour le substrat proche de la frontière, i.e. $y \rightarrow 0$, on écrit

$$\lim_{y \rightarrow 0} \left(\frac{\partial v^R}{\partial x} \right) = \frac{(1+v)(2-v)}{E} T_R$$

En rapprochant la formule ci-dessus et la formule (5).

$$-\left(\frac{\partial v^0}{\partial x} \right)_{y=0} = \frac{(1+v)(2-v)}{E} T_R$$

$$= \frac{(1+v)(2-v)}{E} \left(\frac{B_0 t^3 + B_1 t^2 x + B_2 t x^2 + B_3 x^3}{(x^2 + t^2)^2} \right)$$

$$= \frac{-b_1}{4\pi} \left| \frac{1-v^*}{2} \frac{2xC_2}{x^2+t^2} - (1+v^*) \frac{-2xt^2}{(x^2+t^2)^2} \right|$$

$$- \frac{b_2}{4\pi} \left| (1+v^*) \frac{t(x^2+t^2) - 2x^2 t}{(x^2+t^2)^2} + 2 \frac{\frac{y+t}{x^2}}{1 + \left(\frac{t}{x}\right)^2} \right|$$

$$\frac{B_0 t^3}{(x^2+t^2)^2} \left(\frac{(1+v)(2-v)}{E} \right) = \frac{-b_2}{4\pi} \left| (1+v^*) + 2 \right| \frac{t^3}{(x^2+t^2)^2}$$

$$B_0 = \frac{-b_2}{4\pi} \left(3 + \frac{v}{1-v} \right) \frac{E}{(1+v)(2-v)}$$

$$= \frac{-2b_2 G(1+v)}{4\pi} \left(\frac{3-2v}{1-v} \right) \left(\frac{1}{(1+v)(2-v)} \right)$$

$$= - \frac{3-2v}{2-v} D_2$$

$$\frac{B_1 t^2 x}{(x^2+t^2)^2} \left(\frac{(1+v)(2-v)}{E} \right) = \frac{-b_1}{4\pi} \left| \frac{2(1-v^*)}{2} + 2(1+v^*) \right| \frac{x t^2}{(x^2+t^2)^2}$$

$$B_1 = \frac{-b_1}{4\pi} \left(\frac{2(1+v)G}{(1+v)(2-v)} \right) (3+v^*)$$

$$= \frac{-Gb_1}{2\pi} \left(\frac{3-2v}{(1-v)(2-v)} \right)$$

$$= -\frac{3-2v}{2-v} D_1$$

$$\frac{B_2 t x^2}{(x^2+t^2)^2} \left(\frac{(1+v)(2-v)}{E} \right) = \frac{-b_2}{4\pi} \left| -1-v^*+2 \right| \frac{x^2 t}{(x^2+t^2)^2}$$

$$B_2 = \frac{-Gb_2}{2\pi(2-v)} (1-v^*)$$

$$= \frac{-Gb_2}{2\pi(2-v)} \left(\frac{1-2v}{1-v} \right)$$

$$= -\frac{1-2v}{2-v} D_2$$

$$\frac{B_3 x^3}{(x^2+t^2)^2} \left(\frac{(1+v)(2-v)}{E} \right) = \frac{-b_1}{4\pi} \left| \frac{2(1-v^*)}{2} \right| \frac{x^3}{(x^2+t^2)^2}$$

$$B_3 = \frac{-Gb_1}{2\pi(2-v)} (1-v^*)$$

$$= -\frac{1-2v}{2-v} D_1$$

Maintenant, nous pouvons calculer les contraintes intéressantes:

$$\begin{aligned} \tau_{ij}^R &= \int_{-\infty}^{\infty} K_{ij}(x-s, y-r) N_R(x) dx + \int_{-\infty}^{\infty} L_{ij}(x-s, y-r) T_R(x) dx \\ |\tau_{xx}^R|_{x=0, y=-t} &= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2x^2 t}{\pi Q^8} | -D_1 t^3 - \frac{1+2\nu}{1-2\nu} D_2 x t^2 - \frac{3-2\nu}{1-2\nu} D_1 x^2 t + D_2 x^3 | dx \\ &+ \int_{-\infty}^{\infty} \frac{-2x^3}{\pi Q^8} | -\frac{3-2\nu}{2-\nu} D_2 t^3 - \frac{3-2\nu}{2-\nu} D_1 x t^2 - \frac{1-2\nu}{2-\nu} D_2 x^2 t - \frac{1-2\nu}{2-\nu} D_1 x^3 | dx \end{aligned}$$

Où $Q^2 = x^2 + t^2$

$$\begin{aligned} |\tau_{xx}^R|_{x=0, y=-t} &= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2x^2 D_1}{\pi Q^8} | -t^4 - \frac{3-2\nu}{1-2\nu} x^2 t^2 + \frac{3-2\nu}{2-\nu} x^2 t^2 + \frac{1-2\nu}{2-\nu} x^4 | dx \\ &= \frac{2D_1}{\pi} | -t^4 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^2}{Q^8} dx - \left(\frac{3-2\nu}{1-2\nu} - \frac{3-2\nu}{2-\nu} \right) t^2 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^4}{Q^8} dx + \frac{1-2\nu}{2-\nu} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^6}{Q^8} dx | \end{aligned}$$

En utilisant les résultats d'intégrale précédents, nous avons:

$$\begin{aligned} |\tau_{xx}^R|_{x=0, y=-t} &= \frac{2D_1}{16t\pi} | -\pi - \left(\frac{3-2\nu}{1-2\nu} - \frac{3-2\nu}{2-\nu} \right) \pi + \frac{1-2\nu}{2-\nu} (5\pi) | \\ &= \frac{-D_1}{2t} | \frac{1-\nu}{1-2\nu} - \frac{2-3\nu}{2-\nu} | \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
|\tau_{xy}^R|_{x=0, y=-t} &= \int_{-\infty}^{\infty} K_{xy}(x, -t) N_R(x) dx + \int_{-\infty}^{\infty} L_{xy}(x, -t) T_R(x) dx \\
&= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{-2xt^2}{\pi Q^8} \left[\frac{1+2\nu}{1-2\nu} D_2 x t^2 + D_2 x^3 \right] dx + \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2D_2 x^2 t}{\pi Q^8} \left[\frac{3-2\nu}{2-\nu} t^3 - \frac{1-2\nu}{2-\nu} x^2 t \right] dx \\
&= \frac{2D_2 t^2}{\pi} \left[\frac{1+2\nu}{1-2\nu} \frac{3-2\nu}{2-\nu} - 1 - \frac{1-2\nu}{2-\nu} \right] \frac{1}{16t^3} \\
&= \frac{D_2}{2t} \left[\frac{\nu}{1-2\nu} - \frac{1-\nu}{2-\nu} \right]
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
|\tau_{yy}^R|_{x=0, y=-t} &= \int_{-\infty}^{\infty} K_{yy}(x, -t) N_R(x) dx + \int_{-\infty}^{\infty} L_{yy}(x, -t) T_R(x) dx \\
&= \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2D_1 t^3}{\pi Q^8} \left[-t^3 - \frac{3-2\nu}{1-2\nu} x^2 t \right] dx + \int_{-\infty}^{\infty} \frac{-2xt^2 D_1}{\pi Q^8} \left[\frac{3-2\nu}{2-\nu} x t^2 - \frac{1-2\nu}{2-\nu} x^3 \right] dx \\
&= \frac{2D_1 t^2}{\pi} \left[-\frac{5\pi}{16t^3} + \frac{\pi}{16t^3} \left[\frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{3-2\nu}{1-2\nu} \right] + \frac{\pi}{16t^3} \left(\frac{1-2\nu}{2-\nu} \right) \right] \\
&= \frac{D_1}{2t} \left[\frac{1-\nu}{2-\nu} - \frac{2-3\nu}{1-2\nu} \right]
\end{aligned}$$

$$F_x = -b_1 |\tau_{xy}^R|_{x=0, y=-t} - b_2 |\tau_{yy}^R|_{x=0, y=-t}$$

$$= -\frac{D_2 b_1}{2t} \left| \frac{v}{1-2\nu} - \frac{1-\nu}{2-\nu} \right| - \frac{D_1 b_2}{2t} \left| \frac{1-\nu}{2-\nu} - \frac{2-3\nu}{1-2\nu} \right|$$

$$= \frac{-Gb_1 b_2}{4\pi(1-\nu)t} \left| \frac{v}{1-2\nu} - \frac{2-3\nu}{1-2\nu} \right|$$

$$= \frac{Gb_1 b_2}{2\pi(1-\nu)t}$$

$$= \frac{D_1 b_2}{t}$$

$$F_y = b_1 \tau_{xx}^R|_{x=0, y=-t} + b_2 \tau_{xy}^R|_{x=0, y=-t}$$

$$= \frac{-D_1 b_1}{2t} \left| \frac{1-\nu}{1-2\nu} - \frac{2-3\nu}{2-\nu} \right| + \frac{D_2 b_2}{2t} \left| \frac{v}{1-2\nu} - \frac{1-\nu}{2-\nu} \right|$$

$$F_g = \frac{1}{b} (b_1 F_x + b_2 F_y)$$

$$= \frac{1}{b} \left[\frac{D_1 b_2 b_1}{t} - \frac{D_1 b_2 b_1}{2t} \left| \frac{1-\nu}{1-2\nu} - \frac{2-3\nu}{2-\nu} \right| + \frac{D_2 b_2^2}{2t} \left| \frac{v}{1-2\nu} - \frac{1-\nu}{2-\nu} \right| \right]$$

$$= \frac{-D_2}{2bt} \left(\left[1 - 2 + \frac{1-\nu}{1-2\nu} - \frac{2-3\nu}{2-\nu} \right] b_1^2 + \left[\frac{v}{1-2\nu} - \frac{1-\nu}{2-\nu} \right] b_2^2 \right)$$

Nous nous intéressons à la force sur le plan normal à l'interface. Dans ce cas, $b_1=0$, $b=b_2$, $D=D_2$,

$$F_g = \frac{-DKb}{2t}$$

$$\text{où } K = \frac{\nu}{1-2\nu} \frac{1-\nu}{2-\nu}$$

Pour ce cas d'interaction, nous avons vu que la force de glissement F_g est toujours négative, cette force d'interaction est imposée à la dislocation du substrat, ce qui est équivalent à dire que la couche superficielle avec rigidité infinie repousse la dislocation du substrat.

3-4-4 Demi-plan avec Couche d'Oxyde

Pour le cas du demi-plan infini $y < 0$ avec une couche de profondeur h (rigidité finie), nous pouvons considérer que le coefficient de Poisson est le même entre la couche et le substrat pour simplifier le problème. Le module d'Young est E_s pour le substrat et E_c pour la couche d'oxyde (Fig.3-9).

Une solution de la contrainte pour le problème élastique d'un plan recouvert d'une couche superficielle, est décrite comme suit [15].

$$\tau_{ij} = (\tau_{ij}^0 + \tau_{ij}^T) \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y) \right] + \tau_{ij}^* H(y)$$

$$\text{Où } \tau_{ij}^T = \int_{-\infty}^{\infty} K_{ij}(x-s, y-r) f(s) ds + \int_{-\infty}^{\infty} L_{ij}(x-s, y-r) g(s) ds$$

$$\text{et } H(y) = \begin{cases} 1 & y > 0 \\ 0 & y < 0 \end{cases}$$

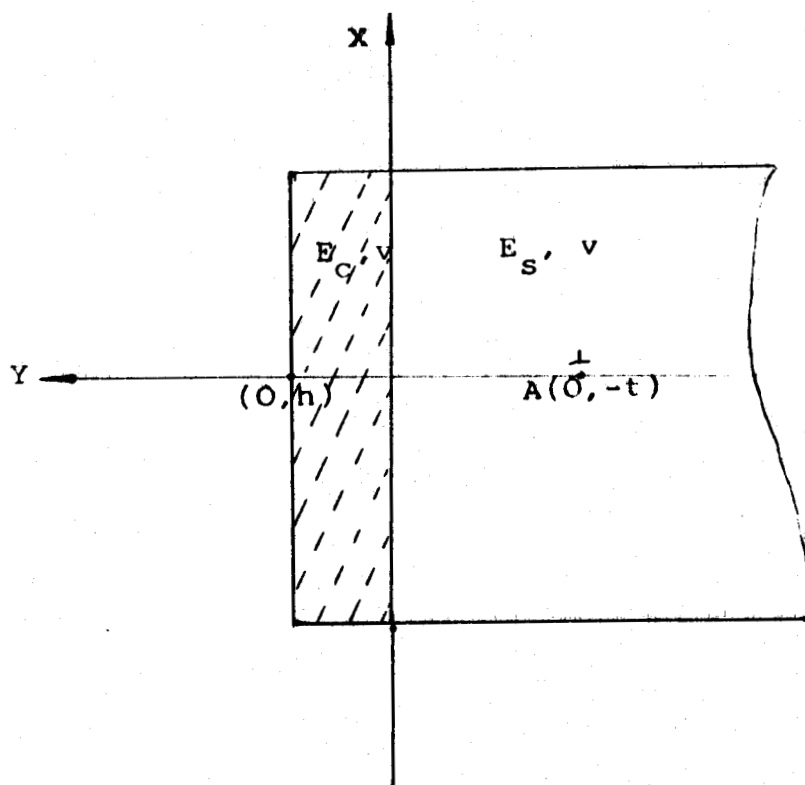


Fig.3-9 Un matériau de module d'Young E_s recouvert d'une couche superficielle de module d'Young E_c .

$$\beta = E_c / (E_c + E_s)$$

Le champ de contrainte de la couche d'oxyde superficielle imposé par le substrat τ^*_{ij} peut être déterminé par le moyen suivant.

Considérons un champ de déplacement $u = u^*H(y)$, $v = v^*H(y)$ qui peut être représenté en fonction de y sous la forme suivante:

$$u^* = |u^*|_{y=0} + y \left| \frac{\partial u^*}{\partial y} \right|_{y=0} + \frac{y^2}{2} \left| \frac{\partial^2 u^*}{\partial y^2} \right|_{y=0} + \dots$$

$$v^* = |v^*|_{y=0} + y \left| \frac{\partial v^*}{\partial y} \right|_{y=0} + \frac{y^2}{2} \left| \frac{\partial^2 v^*}{\partial y^2} \right|_{y=0} + \dots$$

Maintenant, nous pouvons calculer le champ de contrainte τ^*_{ij} correspondant aux déplacements ci-dessus à l'aide de la loi de Hooke généralisée.

$$\tau_{ij} = 2G\epsilon_{ij} + \lambda\delta\delta_{ij}$$

Où $\delta = \sum \epsilon_{ii}$ correspond à la dilatation du solide;

δ_{ij} est le symbole de Kroneker;

G et λ sont les contraintes de Lamé;

$G = E/2(1+\nu)$ est le module de cisaillement;

$$\lambda = \nu E / (1+\nu)(1-2\nu).$$

Le facteur $[1+H(y)\beta/(1-\beta)]$ pour le champ de contrainte assure la continuité de déplacement à l'interface, ainsi nous avons:

$$[u^*]_{y=0} = [v^*]_{y=0} = 0$$

$$\tau_{yy}^* = \frac{E_s \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y)\right]}{1+\nu} \epsilon_{yy} + \frac{E_s \nu \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y)\right]}{(1+\nu)(1-2\nu)} \left(\frac{\partial u^*}{\partial x} + \frac{\partial v^*}{\partial y}\right)$$

$$= \frac{E_s \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y)\right]}{1+\nu} \left[\frac{\partial v^*}{\partial y} + \frac{\nu}{1-2\nu} \left(\frac{\partial u^*}{\partial x} + \frac{\partial v^*}{\partial y}\right) \right]$$

$$\frac{\partial u^*}{\partial x} = \frac{\partial [u^*]_{y=0}}{\partial x} + y \frac{\partial \left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=0}}{\partial x} + \dots$$

Pour $y=0$, nous avons:

$$\left[\frac{\partial u^*}{\partial x} \right]_{y=0} = 0$$

$$\left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=0} = \frac{1+\nu}{E_s \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y)\right]} \left(\frac{1-2\nu}{1-2\nu+\nu} \right) [\tau_{yy}^*]_{y=0}$$

$$= \frac{-(1+\nu)(1-2\nu)(1-\beta)}{(1-\nu)(1-\beta)E_s} \left([\tau_{yy}^0]_{y=0} + [\tau_{yy}^T]_{y=0} \right)$$

$$= \frac{-(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)E_s} \left([\tau_{yy}^0]_{y=0} + [\tau_{yy}^T]_{y=0} \right)$$

$$[\tau_{yy}^T]_{y=0} = N_1$$

$$\tau_{xy}^* = \frac{E \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y) \right]}{2(1+\nu)} \frac{\partial v^*}{\partial x} + \frac{E \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y) \right]}{2(1+\nu)} \frac{\partial u^*}{\partial y}$$

$$\frac{\partial v^*}{\partial x} = \frac{\partial v^*|_{y=0}}{\partial x} + y \frac{\partial \left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=0}}{\partial x} + \dots$$

Pour $y=0$,

$$\left[\frac{\partial v^*}{\partial x} \right]_{y=0} = 0$$

$$\left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=0} = \frac{2(1+\nu)}{E_s \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y) \right]} \left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0}$$

$$= \frac{2(1+\nu)(1-\beta)}{-(1-\beta)E_s} \left[\left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0} + \left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0}^T \right]$$

$$= \frac{-2(1+\nu)}{E_s} \left[\left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0} + \left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0}^T \right]$$

$$\left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0}^T = T_1$$

La condition de continuité assure les expressions de u^* , v^* et leurs normales dérivées à l'interface. Nous pouvons obtenir toutes les dérivées d'ordre élevé parce que ces paramètres satisfont aux équations d'équilibre de Navier [18].

$$\frac{\partial^2 u^*}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u^*}{\partial x^2} + \frac{1}{1-2\nu} \left\{ \frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{\partial u^*}{\partial x} + \frac{\partial v^*}{\partial y} \right] \right\} = 0$$

(6)

$$\frac{\partial^2 v^*}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v^*}{\partial x^2} + \frac{1}{1-2\nu} \left\{ \frac{\partial}{\partial y} \left[\frac{\partial u^*}{\partial y} + \frac{\partial v^*}{\partial x} \right] \right\} = 0$$

$$\frac{\partial u^*}{\partial y} = \frac{\partial(u^*)}{\partial y} \Big|_{y=0} + y \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial u^*}{\partial y} \Big|_{y=0} \right) + y^2 \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial^2 u^*}{\partial y^2} \Big|_{y=0} \right) + \frac{y^3}{2} \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial^3 u^*}{\partial y^3} \Big|_{y=0} \right) + \dots$$

Négligeons les termes d'ordre élevé contenant y et pour $y=h$,

$$\left(\frac{\partial u^*}{\partial y} \right) \Big|_{y=h} = \left(\frac{\partial u^*}{\partial y} \right) \Big|_{y=0} + h \left(\frac{\partial^2 u^*}{\partial y^2} \right) \Big|_{y=0}$$

De la même manière, nous avons:

$$\frac{\partial v^*}{\partial y} = \frac{\partial(v^*)}{\partial y} \Big|_{y=0} + y \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial v^*}{\partial y} \Big|_{y=0} \right) + y^2 \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial^2 v^*}{\partial y^2} \Big|_{y=0} \right) + \frac{y^3}{2} \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial^3 v^*}{\partial y^3} \Big|_{y=0} \right) + \dots$$

$$\left(\frac{\partial v^*}{\partial y} \right) \Big|_{y=h} = \left(\frac{\partial v^*}{\partial y} \right) \Big|_{y=0} + h \left(\frac{\partial^2 v^*}{\partial y^2} \right) \Big|_{y=0}$$

Pour $y=0$, nous avons:

$$\left(\frac{\partial^2 u^*}{\partial x^2} \right) \Big|_{y=0} = \left(\frac{\partial^2 v^*}{\partial x^2} \right) \Big|_{y=0} = 0 \quad \text{et}$$

$$\left(\frac{\partial u^*}{\partial x} \right) \Big|_{y=0} = 0$$

$$\left(\frac{\partial v^*}{\partial x} \right) \Big|_{y=0} = 0$$

Les formules (6) peuvent être écrites comme suit quand $y=0$:

$$\left[\frac{\partial^2 u^*}{\partial y^2} \right]_{y=0} + \frac{1}{1-2\nu} \frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=0} = 0$$

$$\left[\frac{\partial^2 v^*}{\partial y^2} \right]_{y=0} + \frac{1}{1-2\nu} \frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=0} = 0$$

$$\frac{1}{h} \left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=h} - \frac{1}{h} \left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=0} + \frac{1}{1-2\nu} \frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=0} = 0$$

$$\frac{1}{h} \left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=h} - \frac{1}{h} \left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=0} + \frac{1}{1-2\nu} \frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=0} = 0$$

$$\left[\frac{\partial v^*}{\partial y} \right]_{y=h} = \frac{(1+\nu)(1-2\nu)(1-\beta)}{(1-\nu)E_s} [\tau_{yy}^*]_{y=h}$$

$$\left[\frac{\partial u^*}{\partial y} \right]_{y=h} = \frac{2(1+\nu)(1-\beta)}{E_s} [\tau_{xy}^*]_{y=h}$$

$$\frac{1}{h} \frac{2(1+\nu)(1-\beta)}{E_s} [\tau_{xy}^*]_{y=h} + \frac{2(1+\nu)}{hE_s} \left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0} + T_1$$

$$- \frac{1}{1-2\nu} \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)E_s} \frac{d}{dx} \left[\tau_{yy}^* \right]_{y=0} + N_1 = 0$$

$$[\tau_{xy}^*]_{y=h} = \frac{1}{1-\beta} \left[\tau_{xy}^* \right]_{y=0} + T_1 - \frac{h}{2(1-\nu)} \frac{d}{dx} \left[\tau_{yy}^* \right]_{y=0} + N_1$$

$$\frac{1(1+\nu)(1-2\nu)(1-\beta)}{h(1-\nu)E_s} [\tau_{yy}^*|_{y=h} + \frac{1(1+\nu)(1-2\nu)}{h(1-\nu)E_s} \{ \tau_{yy}^0|_{y=0} + N_1 \}]$$

$$- \frac{2(1+\nu)}{(1-2\nu)E_s} \frac{d}{dx} \{ \tau_{xy}^0|_{y=0} + T_1 \} = 0$$

$$[\tau_{yy}^*|_{y=h} = - \frac{1}{1-\beta} \{ \tau_{yy}^0|_{y=0} + N_1 \} - \frac{2(1-\nu)h}{(1-2\nu)} \frac{d}{dx} \{ \tau_{xy}^0|_{y=0} + T_1(x) \}]$$

Les fonctions $f(x)$ et $g(x)$ sont déterminées par la condition frontière ci-dessus (c'est à dire, la traction libre, i.e. $\tau_{ij}=0$).

$$\tau_{ij} = (\tau_{ij}^0 + \tau_{ij}^T) \left[1 + \frac{\beta}{1-\beta} H(y) \right] + \tau_{ij}^* H(y)$$

$$= 0$$

$$f(x) = \tau_{yy}^T|_{y=h} \quad \text{et} \quad g(x) = \tau_{xy}^T|_{y=h}$$

$$[\tau_{yy}^*|_{y=h} + \frac{1}{1-\beta} \{ \tau_{yy}^0|_{y=h} + f(x) \}] = 0$$

$$[\tau_{xy}^*|_{y=h} + \frac{1}{1-\beta} \{ \tau_{xy}^0|_{y=h} + g(x) \}] = 0$$

$$f(x) = (\beta-1) [\tau_{yy}^*|_{y=h} - \tau_{yy}^0|_{y=h}]$$

$$= \{ \tau_{yy}^0|_{y=0} + N_1(x) - \frac{2h(1-\nu)}{(1-2\nu)} \frac{d}{dx} \{ \tau_{xy}^0|_{y=0} + T_1(x) \} \} - \tau_{yy}^0|_{y=h}$$

$$g(x) = \left[\tau_{xy}^0 \right]_{y=0} + T_1(x) - \frac{h}{2(1-\nu)} \frac{d \left[\tau_{yy}^0 \right]_{y=0} + N_1(x)}{dx} - \left[\tau_{xy}^0 \right]_{y=h}$$

$N_1(x)$ et $T_1(x)$ sont respectivement les tractions normale et tangentielle à l'interface.

Pour obtenir une solution sur la force d'interaction, nous considérons que les fonctions $N_1(x)$ et $T_1(x)$ [15] sont les combinaisons linéaires des conditions frontières obtenues dans deux états limites.

$$N_1 = (1-\beta)N_v + \beta N_R$$

$$T_1 = (1-\beta)T_v + \beta T_R$$

Maintenant, nous pouvons calculer les forces d'interaction τ_{ij}^T à l'aide de la formule:

$$\tau_{ij}^T = \int_{-\infty}^{\infty} K_{ij}(x-s, y-r) f(s) ds + \int_{-\infty}^{\infty} L_{ij}(x-s, y-r) g(s) ds$$

Pour simplifier le problème, nous nous intéressons aux composantes de la contrainte sur le plan normal à l'interface. Dans ce cas, nous avons $D_1=0$ et nous utilisons les symboles $D_2=D$, $b_2=b$, $F_y=F_g=F$.

$$F = b_1 \left[\tau_{xx}^T \right]_{x=0, y=-t} + b_2 \left[\tau_{xy}^T \right]_{x=0, y=-t}$$

$$= b_2 \left[\tau_{xy}^T \right]_{x=0, y=-t}$$

$$= b \left[\tau_{xy}^T \right]_{x=0, y=-t}$$

$$\begin{aligned}
[\tau_{xy}^T]_{x=0, y=-t} &= \int_{-\infty}^{\infty} K_{xy}(x, -t) f(x) dx + \int_{-\infty}^{\infty} L_{xy}(x, -t) g(x) dx \\
&= \int_{-\infty}^{\infty} K_{xy} \{ [\tau_{yy}^0]_{y=h} + [\tau_{yy}^0]_{y=0} + N_1(x) - \frac{2h(1-\nu)}{2} \frac{d}{dx} [\tau_{xy}^0]_{y=0} \\
&\quad + T_1(x) \} dx
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&+ \int_{-\infty}^{\infty} L_{xy} \{ -[\tau_{xy}^0]_{y=h} + [\tau_{xy}^0]_{y=0} + T_1(x) - \frac{h}{2(1-\nu)} \frac{d}{dx} [\tau_{yy}^0]_{y=0} \\
&\quad + N_1(x) \} dx
\end{aligned}$$

$$= \int_{-\infty}^{\infty} [K_{xy} N_v(x) + L_{xy} T_v(x)]_{x=0, y=-(h+t)} dx$$

$$\begin{aligned}
&+ \int_{-\infty}^{\infty} K_{xy} \{ [\tau_{yy}^0]_{y=0} + (1-\beta) [-\tau_{xy}^0]_{y=0} + \beta N_R(x) - \frac{2h(1-\nu)}{2} \frac{d}{dx} [\tau_{xy}^0]_{y=0} \\
&\quad + (1-\beta) [-\tau_{xy}^0]_{y=0} + \beta T_R(x) \} dx
\end{aligned}$$

$$+ \int_{-\infty}^{\infty} L_{xy} \{ [\tau_{xy}^0]_{y=0} + (1-\beta) [-\tau_{xy}^0]_{y=0} + \beta T_R(x) - \frac{h}{2(1-\nu)} \frac{d}{dx} [\tau_{yy}^0]_{y=0}$$

$$+(1-\beta)\{-\tau_{yy}^0|_{y=0}+\beta N_R(x)\}dx$$

$$= \int_{-\infty}^{\infty} [K_{xy}N_v(x)+L_{xy}T_v(x)]_{x=0,y=-} \cdot (h+t)dx$$

$$+ \int_{-\infty}^{\infty} -\beta[K_{xy}N_v(x)+L_{xy}T_v(x)]_{x=0,y=-} dx$$

$$-\beta \int_{-\infty}^{\infty} [K_{xy}|N_R(x)+\frac{2h(1-\nu)}{2} \frac{d}{dx} \{|\tau_{xy}^0|_{y=0}+T_R(x)\}] dx$$

$$-\beta \int_{-\infty}^{\infty} [L_{xy}|T_R(x)+\frac{h}{2(1-\nu)} \frac{d}{dx} \{|\tau_{yy}^0|_{y=0}+N_R(x)\}] dx$$

$$|\tau_{xy}^T|_{x=0,y=-} = \frac{D}{2H} - \frac{D\beta}{2t} + \beta \int_{-\infty}^{\infty} [K_{xy}N_R(x)+L_{xy}T_R(x)] dx$$

$$-\beta \int_{-\infty}^{\infty} K_{xy} \frac{2h(1-\nu)}{2} \frac{d}{dx} \{|\tau_{xy}^0|_{y=0}+T_R(x)\} dx$$

$$-\beta \int_{-\infty}^{\infty} L_{xy} \frac{h}{2(1-\nu)} \frac{d}{dx} \{|\tau_{yy}^0|_{y=0}+N_R(x)\} dx$$

$$= \frac{D}{2H} - \frac{D\beta}{2t} \left[1 - \frac{\nu}{1-2\nu} + \frac{1-\nu}{2-\nu} \right]$$

$$-\beta D \frac{2h(1-\nu)}{(1-2\nu)^2} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{-2xt^2}{\pi Q^4} \frac{d}{dx} \left[\frac{t^3 - x^2 t - \frac{3-2\nu}{2-\nu} t^3 - \frac{1-2\nu}{2-\nu} x^2 t}{Q^4} \right] dx$$

$$-\beta \frac{hD}{2(1-\nu)} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2x^2 t}{\pi Q^4} \frac{d}{dx} \left[\frac{-3xt^2 - x^3 - \frac{1+2\nu}{1-2\nu} xt^2 + x^3}{Q^4} \right] dx$$

$$= \frac{D}{2H} \frac{\beta D}{2t} \left[\frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{\nu}{1-\nu} \right]$$

$$-\beta D \left[\frac{2h(1-\nu)}{(1-2\nu)^2} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{-2xt^2}{\pi Q^8} \left[-2xt - \frac{4x(t^3 - x^2 t)}{Q^2} + \frac{4xt^3 \left(\frac{3-2\nu}{2-\nu} \right)}{Q^2} - 2xt \left(\frac{1-2\nu}{2-\nu} \right) + \frac{4x^3 t \left(\frac{1-2\nu}{2-\nu} \right)}{Q^2} \right] dx \right.$$

$$\left. + \frac{h}{2(1-\nu)} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{2x^2 t}{\pi Q^8} \left[-3x^2 - 3t^2 + \frac{4x(3xt^2 + x^3)}{Q^2} - \frac{1+2\nu}{1-2\nu} t^2 + \frac{4x^2 t^2 \left(\frac{1+2\nu}{1-2\nu} \right)}{Q^2} + 3x^2 - \frac{4x^4}{Q^2} \right] dx \right]$$

En utilisant les formules d'intégrale précédentes, nous avons:

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^6}{Q^{10}} dx = \frac{5t^2}{3} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^4}{Q^{10}} dx$$

$$= t^4 \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^2}{Q^{10}} dx$$

$$= \frac{t^6}{7} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{dx}{Q^{10}}$$

$$= \frac{t^4}{8} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{dx}{Q^8}$$

$$= \frac{5\pi}{16(8t^3)}$$

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^4}{Q^{10}} dx = \frac{3\pi}{16(8t^5)}$$

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^2}{Q^{10}} dx = \frac{5\pi}{16(8t^7)}$$

Nous pouvons obtenir:

$$[\tau_{xy}]_{x=0, y=-t} = \frac{D}{2H} \frac{D\beta}{2t} \left[\frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{\nu}{1-2\nu} + \frac{h}{t} \left[\frac{3(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2} - \frac{(5-2\nu)(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2(2-\nu)} + \frac{1}{4(1-2\nu)} \right] \right]$$

Avec:

$$K_1 = \frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{\nu}{1-2\nu}$$

$$K_2 = \frac{3(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2} - \frac{(5-2\nu)(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2(2-\nu)} + \frac{1}{4(1-2\nu)}$$

La force d'interaction entre une dislocation coin du substrat et la couche solide superficielle peut s'écrire:

$$F = \frac{Db}{2H} - \frac{Db\beta}{2t} \left[K_1 + \frac{h}{t} K_2 \right] \quad (7)$$

C'est l'expression de la force d'interaction entre une dislocation coin du substrat et la couche d'oxyde. Nous avons vu que la variation de la force d'interaction en fonction de t dépend de rapport $\beta(E_c/(E_c+E_s))$ pour l'épaisseur constante de couche d'oxyde superficielle.

En utilisant le paramètre sans dimension $F^* = 2F/D$, nous avons:

$$F^* = b \left[\frac{1}{H} - \frac{\beta}{t} \left[K_1 + \frac{h}{t} K_2 \right] \right] \quad (8)$$

Où

h est l'épaisseur de couche d'oxyde;

t est la position d'une dislocation coin (Fig. 3-9);

$H = t + h$;

$\beta = E_c / (E_c + E_s)$;

E_c est le module d'Young de la couche d'oxyde;

E_s est le module d'Young du substrat;

$$K_1 = \frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{\nu}{1-2\nu}$$

$$K_2 = \frac{3(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2} - \frac{(5-2\nu)(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2(2-\nu)} + \frac{1}{4(1-2\nu)}$$

ν est le coefficient de Poisson.

3-4-5 Interprétation des Résultats de Nos Essais

Considérons l'acier 316L qui a la structure cubique face centrée (C.F.C.), $b=a/2[110]$ avec $a=0,365\text{nm}$ et $E_s=2 \times 10^5 \text{MPa}$, $\nu=0,283$. Pour simplifier le problème, nous considérons les paramètres b et ν de la couche d'oxyde comme identiques avec ceux du substrat et l'épaisseur de la couche d'oxyde de l'ordre de 50nm. Nous pouvons obtenir les paramètres:

$$K_1=0,76$$

$$K_2=1,37$$

La formule (8) peut s'écrire comme suit:

$$F^*=b \left| \frac{1}{H} - \frac{\beta}{t} \left[0,76 + 1,37 \frac{h}{t} \right] \right| \quad (9)$$

De la formule (9), nous pouvons tracer les courbes de variation de la force pour différents valeurs du rapport E_c/E_s (figure 3-10).

D'après la figure 3-10, nous voyons que si E_c/E_s est petit ($<0,3$), la force d'interaction entre la dislocation du substrat et la couche d'oxyde est toujours attractive. Si E_c/E_s est plus fort ($>0,3$), la force d'interaction peut devenir répulsive pour les dislocations du substrat proches de l'interface et attractive pour celles loin de l'interface. Il y a une position d'équilibre t_0 (où la force attractive est égale à la force répulsive) pour des dislocations proches de l'interface dans le substrat.

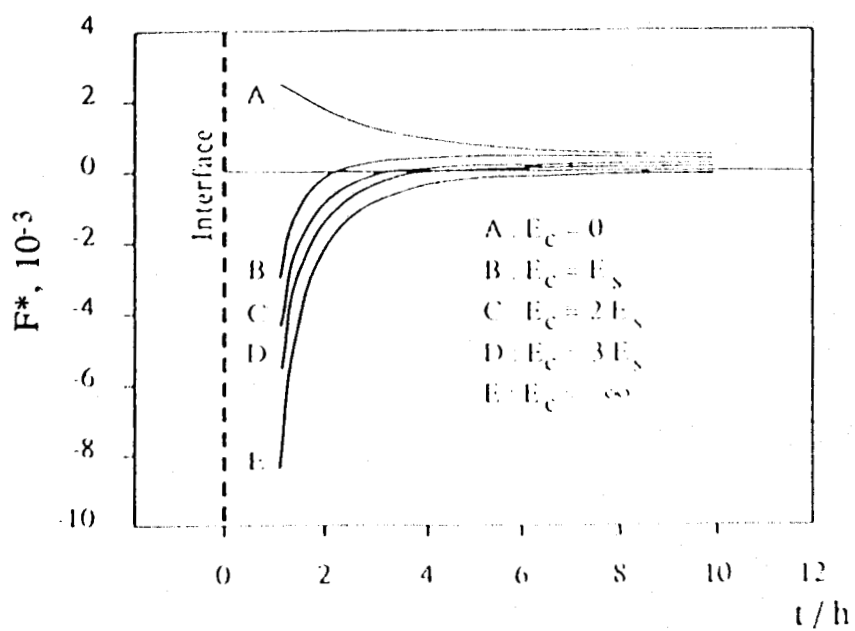


Fig.3-10 Variations de la force d'interaction en fonction du rapport E_C/E_S .

Cette profondeur t_0 dépend du rapport E_c/E_s et de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Pour une épaisseur de couche d'oxyde constante, la profondeur t_0 augmente avec l'augmentation de E_c/E_s (Fig.3-11).

Nous savons que la couche d'oxyde entraîne la présence en surface de contrainte résiduelle de compression. C'est à dire que la région d'interface entre la couche d'oxyde et le substrat peut constituer une source de dislocations coins sous la condition élastique et plastique [10,11]. Ces dislocations mobiles coins se meuvent vers la nouvelle position d'équilibre t_0 sous la force d'interaction entre les dislocations et la couche d'oxyde et la contrainte imposée au cours de cyclage (Cela conduit à l'interaction de nombreuses dislocations). Pour une épaisseur de couche d'oxyde constante, cette nouvelle position d'équilibre t_0 dépend aussi du rapport E_c/E_s et de la contrainte imposée. Quand nous passons de l'essai à l'air à l'essai sous vide, le module d'Young de la couche d'oxyde augmente [19]. Nous savons bien que quand nous faisons l'essai de fatigue à l'air, il y a une grande influence du milieu sur la dureté et le module d'Young de couche d'oxyde, surtout à 300°C (concentration en oxygène et humidité). Il y a augmentation de E_c/E_s pendant la transition de l'essai à l'air à l'essai sous vide. Ceci conduit à l'augmentation de la position d'équilibre t_0 . Ainsi les dislocations mobiles atteignent cette nouvelle position t_0 qui est plus profonde pour l'essai sous vide que pour l'essai à l'air. Nous pouvons considérer qu'il y a formation d'amas de dislocations dans la région proche de t_0 entre le substrat et l'interface. Le nombre des dislocations proches de t_0 est plus élevé dans l'essai sous vide, ce qui conduit à un effet du durcissement plus significatif pour l'éprouvette de 6 mm diamètre. Quand E_c/E_s diminue sous la contrainte imposée, t_0 peut diminuer jusqu'à zéro. Ceci a lieu quand nous passons de l'essai sous vide à l'essai à l'air à cause de l'augmentation de l'humidité (qui diminue le module d'Young de la couche d'oxyde [19]) pendant cette transition. Ainsi une relaxation de l'empilement est possible. Ceci peut induire un effet d'adoucissement pour l'éprouvette de 6 mm diamètre (moins d'interactions de dislocations). D'après la figure 3-11, nous voyons que l'effet de la couche d'oxyde est sensible certainement sur plusieurs fois l'épaisseur de cette couche. En tenant compte d'une distribution probablement Gaussienne des dislocations avec une concentration maximale située à t_0 , l'effet de la couche d'oxyde sur la distribution des dislocations est sensible certainement sur plusieurs dizaines de microns.

La relaxation (ou la formation) de l'empilement des dislocations entre le substrat et l'interface peut induire un changement dans l'organisation des bandes de glissement. Pour l'éprouvette cyclée sous vide ($\Delta\epsilon_p/2=4\times 10^{-3}$), la formation de l'empilement des dislocations

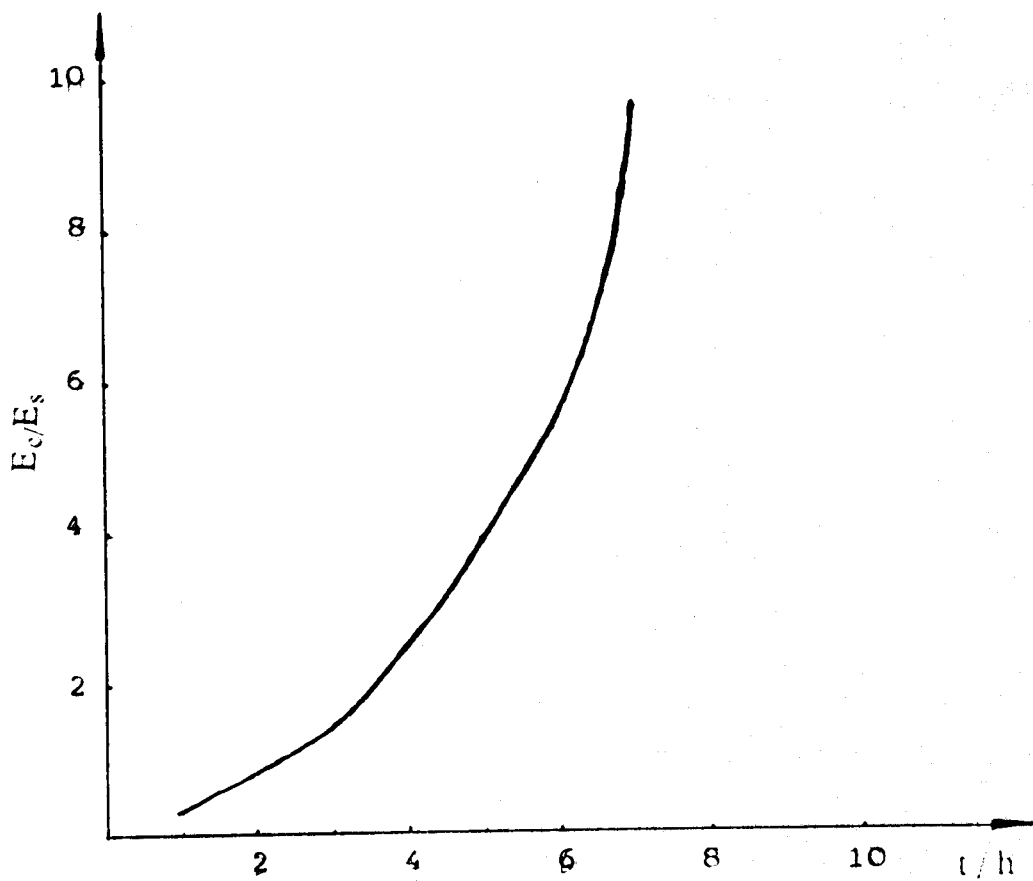


Fig. 3-11 Position d'équilibre t_0 en fonction de rapport E_c/E_s .

entre le substrat et l'interface bloque le glissement des dislocations et empêche la formation des bandes de glissement en surface. Ainsi la déformation plastique a lieu, au début de cyclage, seulement dans quelques grains où les bandes de glissement sont réparties uniformément grâce au rôle d'obstacle des joints de grains. Ceci induit les fines bandes de glissement dans quelques grains.

Après un nombre de cycles plus long, les grains déformés ont tendance à se durcir et la contrainte exercée sur l'obstacle permet de déclencher le glissement dans le grain voisin. Et ainsi petit à petit, tous les grains sont soumis à la déformation de glissement.

Pour l'éprouvette cyclée à l'air ($\Delta \epsilon_p/2 = 4 \times 10^{-3}$), la déformation plastique a lieu dans tous les grains à cause de la relaxation de l'empilement des dislocations au cours de cyclage. Bien sûr, les dislocations mobiles du substrat émergent très facilement par les bandes de glissement en surface et il y a localisation de la déformation plastique. La localisation de la déformation intervient dans les B.G.P.. Le volume occupé par ces bandes croît avec la déformation plastique suivant le modèle de WINTER [20]. La déformation plastique dans les B.G.P. est de l'ordre de 100 fois celle de la matrice. Autrement dit, toute la déformation plastique s'y trouve localisée [21]. La microstructure de B.G.P. conduit à une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression, due à une annihilation importante des dislocations vis par glissement dévié, et à un amorçage rapide des fissures par des mécanismes d'intrusions-extrusions dans les B.G.P. [22-25]. Ainsi la déformation plastique est plus inhomogène dans chaque grain pour l'éprouvette cyclée à l'air que sous vide.

En ce qui concerne l'effet de couche d'oxyde sur la durée de vie, nous pouvons considérer que la présence de couche d'oxyde conduit l'homogénéité de déformation dans chaque grain pour l'essai sous vide, autrement dit, il n'y a pas une structure de B.G.P. qui conduit une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression et un amorçage rapide des fissures par les bandes d'intrusions-extrusions dans chaque grain. Ceci améliore la durée de vie pour l'éprouvette avec couche d'oxyde de l'alliage 316L.

Après amorçage des microfissures, l'oxygène de l'air entre à la pointe de fissure et il y a formation d'une couche d'oxyde sur la surface fraîche en fond de fissure, surtout à 300°C pour l'essai à l'air. Elle

rend la déformation moins réversible en traction et compression et conduit à une augmentation de la contrainte en fond de fissure.

Ainsi, en combinant l'effet de la génération des dislocations de l'interface entre la couche d'oxyde et le substrat et l'effet de force-image, nous pouvons considérer qu'il y a formation d'un amas de dislocations dans la région proche de t_0 entre le substrat et l'interface. Les nombres des dislocations proches de t_0 sont plus élevés dans l'essai sous vide, grâce à l'augmentation de module d'Young de la couche d'oxyde et de t_0 , ce qui conduit à un effet de durcissement plus significatif pour l'éprouvette de 6 mm de diamètre. Quand nous passons de l'essai sous vide à l'essai à l'air, la relaxation de l'empilement et la diminution de la génération des dislocations sont possibles à cause de l'augmentation de la force attractive. Ceci peut induire un effet d'adoucissement. Ainsi ce mécanisme considère bien l'effet de réversibilité de la contrainte pour l'éprouvette cyclée alternativement entre l'air et le vide. Il explique aussi l'effet de la couche d'oxyde sur l'augmentation de la contrainte macroscopique cyclique.

3-5 CONCLUSION SUR L'EFFET D'UNE COUCHE D'OXYDE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE DE L'ALLIAGE 316L

Les résultats obtenus ont permis de montrer clairement le rôle de la couche d'oxyde et de l'environnement. Le calcul de la force d'interaction entre des dislocations du substrat et la couche d'oxyde nous a en effet permis de comprendre l'effet d'une couche d'oxyde sur le comportement cyclique de l'alliage 316L:

- 1). La présence de la couche d'oxyde peut augmenter la contrainte cyclique et la durée de vie, particulièrement dans l'essai sous vide, sur le 316L pré-oxydé, à 300°C.
- 2). Il y a une réversibilité de contrainte cyclique pour la même éprouvette cyclée alternativement entre l'air et le vide.
- 3). La force d'interaction entre le substrat et la couche d'oxyde dépend du rapport E_c/E_s . Si E_c/E_s est très petit ($<0,3$), la force

d'interaction entre la dislocation du substrat et la couche d'oxyde est toujours attractive. Si E_c/E_s est plus fort ($>0,3$), la force d'interaction peut devenir répulsive pour les dislocations du substrat proches de l'interface et attractive pour celles loin de l'interface. Il y a une position d'équilibre t_0 pour des dislocations proches de l'interface dans le substrat. Cette profondeur t_0 dépend du rapport E_c/E_s et de l'épaisseur de couche d'oxyde. Pour l'essai à l'air et à 300°C , la présence de la vapeur d'eau diminuent le module d'Young de la couche d'oxyde E_c ; ceci induit une diminution de rapport E_c/E_s et un effet d'adoucissement pour l'éprouvette de 6 mm diamètre. Pour l'essai sous vide, la couche d'oxyde est plus dure, ceci induit un rapport E_c/E_s plus élevé et un effet de durcissement pour l'éprouvette de 6 mm diamètre.

4). La combinaison de l'effet de la génération des dislocations de l'interface entre la couche d'oxyde et le substrat et de l'effet de la force d'image peut expliquer l'effet de réversibilité de la contrainte cyclique air-vide et l'effet de l'augmentation de la contrainte cyclique, notamment l'effet de l'environnement sur la contrainte cyclique.

5). La déformation plastique est plus inhomogène dans chaque grain pour l'éprouvette cyclée à l'air. Ceci conduit à une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression et à un amorçage rapide des fissures par des mécanismes d'intrusions-extrusions dans les B.G.P.. Ainsi l'essai à l'air induit une diminution de la durée de vie. Au contraire, l'essai sous vide conduit à une grande réversibilité de la déformation entre traction et compression, ceci retarde l'amorçage de fissure, et améliore la durée de vie pour l'éprouvette avec couche d'oxyde.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 C. BELAMRI, Thèse Poitiers, 1986.
- 2 R. ROSCOE, Phil. Mag., 21(1936)389.
- 3 E. N. Da C. ANDRADE and C. HENDERSON, Phil. Trans. R. Soc., A244(1951)177.
- 4 M. MUKAI, J. Sci. Hiroshima Univ., A22(1958)99.
- 5 A. R. C. WESTBROOK, Phil. Mag., 5(1960)981.
- 6 J. C. GROSSKREUTZ, Surf. Sci., 8(1967)173.
- 7 A. K. Head, Phil. Mag., 44(1953)92.
- 8 A. H. COTTRELL, Phil. Mag., 44(1953)829.
- 9 V. K. SEHTI and R. GIBALA, Acta Met., 25(1977)321.
- 10 K. J. BOWAN and R. GIBALA, Fatigue 87, R. O. Ritchie and E. A. STAKRE Ed., EMAS, I(1987)63.
- 11 K. J. BOWAN, V. K. SEHTI, I. RUSAKOVA and R. GIBALA, ICSMA8, P. O. KETTUNEN, T. K. LEPISTÖ and M. E. LEHTONEN Ed., Pergamon, I(1988)199.
- 12 T. MAGNIN, C. RAMADE, J. LEPINOUX and L. P. KUBIN, Mat. Sci. Eng., A118(1989)41.
- 13 M. GERLAND, J. MENDEZ, P. VIOLAN and B. Ait Saadi, Mat. Sci. Eng., A118(1989)83.
- 14 J.M. LARDON, Thèse ENSMSE, 1986.
- 15 G. H. CONNERS, Int. J. Engng. Sci., 5(1967)26.
- 16 J. WEERTMAN and J. R. WEERTMAN, Elementary Dislocation Theory, Macmillan(1964).

- 17 S. TIMOSHENKO and J. N. GOODIER, Theory of Elasticity, McGraw-Hille(1951).
- 18 I. S. SOKOLNIKOFF, Mathematical Theory of Elasticity, McGraw-Hille(1956).
- 19 J. C. GROSSKREUTZ and M. B. MCNEIL, J. of Applied Physics, No.1, 40(1969)355.
- 20 A. T. WINTER, Phil. Mag. 28(1973)57.
- 21 T. MAGNIN, J. DRIVER, J. LEPINOUX and L. P. KUBIN, Rev. Phys. Appl., 19(1984)467.
- 22 H. MUGHRABI, F. ACKERMANN and K. HERZ, "Fatigue Mechanismes", ASTM STP 675(1979)69.
- 23 P. LUKAS, M. KLESNIL and J. POLAK, Mat. Sci. Eng., 15(1974)239.
- 24 J. POLAK, M. KLESNIL and P. LUKAS, Mat. Sci. Eng., 15(1974)251.
- 25 J. K. LEE, and C. LAID, Mat. Sci. Eng., 54(1982)39.

CHAPITRE IV

EFFET DE LA DISSOLUTION ANODIQUE ET DE L'HYDROGENE SUR LA PLASTICITE CYCLIQUE DES ALLIAGES C.F.C.(IN600, IN690 ET 316L) ET C.C.(Fe-26Cr-1Mo)

4.1 INTRODUCTION

Nous avons vu l'effet d'une couche d'oxyde solide sur la plasticité cyclique de l'alliage 316L à 300°C. Dans ce chapitre, nous donnerons un exemple de l'effet de surface en plasticité cyclique correspondant à l'effet de la dissolution anodique (et de l'hydrogène) sur la plasticité d'alliages C.F.C. et C.C..

Les tubes des générateurs de vapeur en alliage IN 600 sont sensibles à la corrosion sous contrainte (C.S.C.) en milieu PWR. Depuis, les premiers résultats obtenus par CORIOU en ce domaine [1], de nombreuses études se sont développées pour comprendre cette corrosion sous contrainte qui est de type intergranulaire. On lira avec intérêt la synthèse de ces recherches présentée par P. COMBRADE et al très récemment [2]. A ce jour cependant, aucun mécanisme précis ne semble avoir été mis à jour pour expliquer la C.S.C. intergranulaire de l'alliage IN600 en milieu PWR. La question de l'importance relative des effets de dissolution et des effets de plasticité reste posée.

Parallèlement se sont développés de nouveaux modèles de C.S.C. transgranulaire dont on trouvera une revue en [3]. Parmi les modèles, T. MAGNIN et al [4] ont présenté un mécanisme qui permettrait de comprendre comment une rupture fragile peut être engendrée en C.S.C. par un effet de dissolution anodique et/ou d'hydrogène sur des matériaux C.F.C. ductiles. Ce mécanisme a été appliqué avec succès au cas de l'acier inoxydable 316L en milieu $MgCl_2$ 153°C.

D'après le modèle de T. MAGNIN, la dissolution anodique adoucit la surface et favorise une plasticité de surface. Cet adoucissement est la première condition de formation d'empilements de dislocations pouvant conduire à une fissuration de type fragile (trans. ou intergranulaire). Ainsi nous avons besoin de vérifier cette première condition à partir d'un essai de fatigue plastique sur éprouvettes lisses à l'air et en milieu corrosif. L'intérêt de ces essais est d'obtenir un durcissement initial (au cours des premiers cycles de déformation) permettant par la suite de mieux apprécier l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur ce durcissement. De plus, la dissolution ayant lieu sur les nombreux sites d'émergence des bandes de glissement, on peut s'attendre à ce que l'atténuation du durcissement en milieu corrosif soit plus conséquente et davantage mesurable macroscopiquement en fatigue.

Ainsi l'objectif du présent travail est 1). d'étudier l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur la plasticité cyclique des alliages C.F.C. et C.C.. et 2). de vérifier, à partir d'essais de fatigue-corrosion, la première condition nécessaire (la dissolution anodique adoucit la surface et favorise une plasticité de surface), prédite pour la fissuration par CSC des alliages IN600 et IN690 ainsi que des autres aciers inoxydables C.C..

Afin de bien comprendre l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur la plasticité en surface des alliages IN600 et IN690 et des autres aciers inoxydables 316L et Fe-26Cr-1Mo, nous avons besoin, tout d'abord, de présenter brièvement le modèle de T. MAGNIN [4,5].

4.2 MODELE DE T. MAGNIN

Le modèle proposé par T. MAGNIN s'applique à des alliages passivables et ductiles, sollicités en corrosion sous contrainte (propagation de fissure) dans des conditions où une dissolution anodique intervient. Il a pour but de rendre compte par exemple du microclivage discontinu et des ruptures fragiles.

La figure 4-1 décrit schématiquement la plasticité en fond de fissure, plasticité qui conduit à une dépassivation localisée. Les sources A de dislocations proches de la pointe de la fissure participent à l'avancée

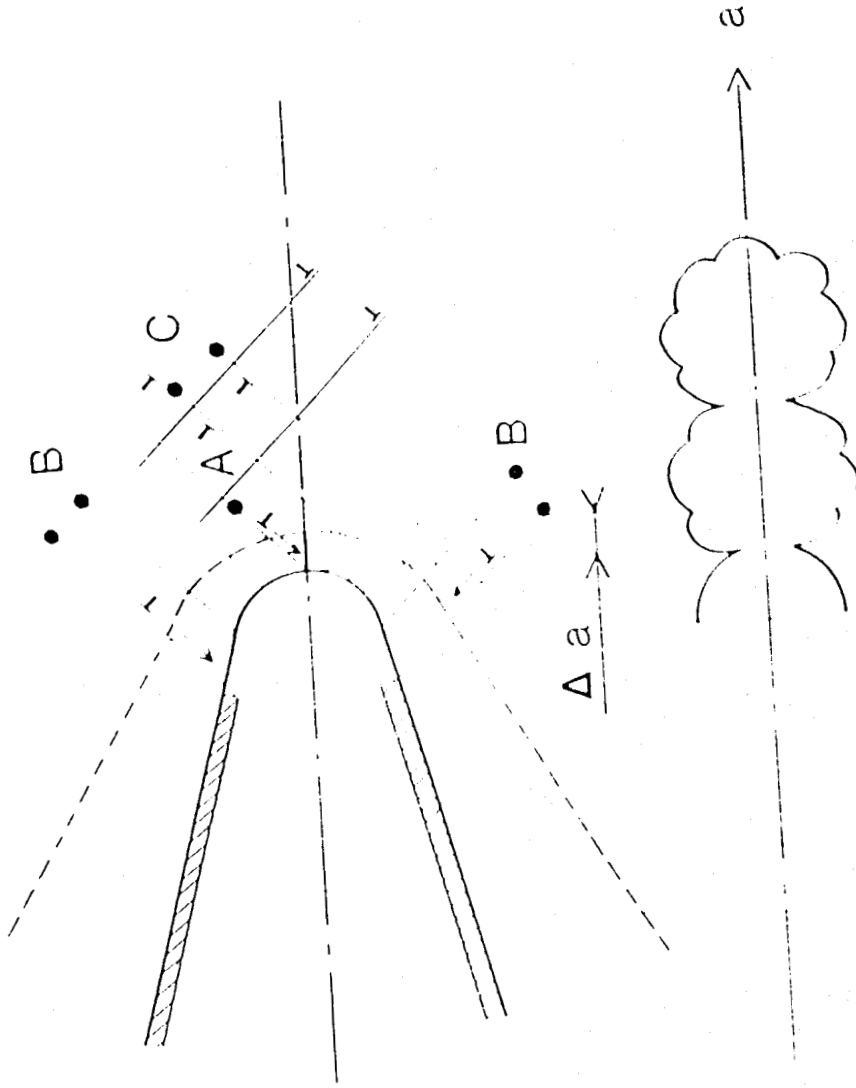


Fig.4-1 Schématisation du comportement des dislocations au fond d'une fissure de CSC et de l'avancée d'une fissure dans la direction a lorsque les sources B de dislocations sont actives.

Δa de la fissure alors que les sources B conduisent essentiellement à l'érouissage et l'ouverture de la fissure. Les sources C peuvent quant à elles participer éventuellement à la formation de microcavités en avant de la fissure. La partie inférieure de la Figure 4-1 montre alors l'avancée classique d'une fissure, par plasticité uniquement, avec participation simultanée des sources A et B de dislocations. Notons au passage que plus les sources B sont actives plus les fissures sont érouissées.

T. MAGNIN a proposé une fissuration fragile en CSC correspondant aux étapes suivantes:

1°) Rupture locale du film passivable par émergence de lignes de glissement en pointe de fissure comme indiqué sur la figure 4-1.

2°) Dissolution anodique localisée (et/ou adsorption) en fond de fissure par un effet de couplage électrochimique entre les surfaces mises à nu et les surfaces restées passives. De plus la présence d'ions Cl^- peut augmenter l'amplitude de la dissolution localisée en limitant ou retardant la repassivation.

3°) La dissolution préférentielle (conjuguée parfois à un effet d'adsorption à la pointe de fissure) des atomes les plus contraints mécaniquement en fond de fissure (par conséquent les moins stables chimiquement) favorise le cisaillement des plans atomiques et conduit à l'activation des sources de dislocation A. Ce cisaillement favorisé correspond soit à des effets de concentration de contrainte (Fig.4-1) liée à la dissolution localisée à la pointe de la fissure soit à un affaiblissement des liaisons atomiques par l'adsorption éventuelle d'éléments.

4°) L'activation des sources A conduit à une augmentation de la plasticité localisée en avant de la fissure. L'effet principal de la dissolution est d'augmenter la plasticité locale par émission de dislocations A plus mobiles (localisation du glissement et augmentation de la densité locale de dislocations).

5°) Les dislocations de type A, plus mobiles, se déplacent en avant de la fissure et viennent s'empiler sur les enchevêtrements de dislocations liées aux autres sources. Leur mouvement est ainsi limité par ces enchevêtrements et les fortes barrières de Lomer-Cottrell, comme le suggère la figure 4-1 avec l'intersection de ligne de glissement en aval du point A.

6°) L'empilement des dislocations de type A augmente la contrainte locale en avant de la fissure jusqu'à ce que la contrainte

critique de clivage soit atteinte. D'après la formule classique la contrainte locale à un empilement σ_p qui est une fonction de la contrainte imposée σ [6], s'exprime par:

$$\sigma_p = n\sigma = \left(\frac{2L\sigma}{\mu b}\right)\sigma$$

Où n est le nombre des dislocations de l'empilement;

L est le longueur des dislocations de l'empilement;

μ est le module de cisaillement;

b est le vecteur de Burgers.

Pour l'acier 316L, $\sigma \cong 5 \times 10^{-3} \mu$, $\sigma_p \cong 0,2 \mu L$.

7°) Une microfissure fragile peut alors se former, soit par clivage sur $\{100\}$ soit par cisaillement et décohésion sur un plan $\{111\}$. Le clivage sur $\{100\}$ peut se produire si σ_p atteint la contrainte critique $\sigma_c = 2\gamma/b$, où γ est l'énergie d'interface, $2\gamma = \mu b/5$ [6]. $\sigma \cong 0,2 \mu$ et $\sigma_c \cong \sigma_p$ pour $L = 1 \mu\text{m}$ environ.

Notons ici que cette rupture fragile est favorisée par la diminution de l'activité des dislocations de type B.

Cette longueur de l'empilement correspond à la taille des zones qui séparent les enchevêtrements de dislocations formés en fond de fissure.

8°) La formation d'une fissure de clivage (ou décohésion) conduit à une réorganisation complète de la plasticité en fond fissure et notamment à une avalanche de la structure de dislocations schématisée par la figure 4-1. L'émission de dislocations et la destruction des amas de dislocations en pointe de fissure de clivage conduit à la relaxation des contraintes. Lorsque celle-ci est suffisante, la fissuration peut être stoppée et une nouvelle zone plastique accommode alors les contraintes en fond de fissure. Avec les longueurs d'empilement de dislocations précédemment évoquées, on peut s'attendre avec le modèle ici présenté

à des microfissures de clivage de l'ordre du micron. Ceci correspond bien aux observations effectuées par de nombreux auteurs [7].

9°) Les séquences (1) à (8) peuvent alors se reproduire.

Le modèle de T. MAGNIN décrit ici conduit à un microclivage discontinu sur des plans {100} (ou une décohésion sur des plans {111}) transgranulaire ce qui correspond bien aux observations expérimentales des faciès de rupture en corrosion sous contrainte des matériaux C.F.C. ductiles.

Notons aussi que ce modèle vient d'être appliqué à la fissuration intergranulaire de l'alliage IN600 [8].

4-3 EFFET DE LA DISSOLUTION ANODIQUE ET DE L'HYDROGENE SUR LA PLASTICITE CYCLIQUE EN SURFACE DU 316L ET L'ALLIAGE Fe-26Cr-1Mo

Pour vérifier expérimentalement l'effet d'atténuation du durcissement par la dissolution, des essais de fatigue plastique en milieu corrosif NaCl 30g/l ont été réalisés sur des aciers inoxydables austénitiques (316L) et ferritique (Fe-26Cr-1Mo) à $\Delta\varepsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$ et $\dot{\varepsilon}=10^{-2}$ s⁻¹.

La figure 4-2 montre les courbes de durcissement cyclique pour deux matériaux (316L [9] et Fe-26Cr-1Mo [10]) à l'air et en milieu corrosif. On peut noter que la contrainte maximale à chaque cycle σ augmente au cours des premiers cycles (durcissement) puis se stabilise, à l'air, jusqu'à la rupture. Cependant on voit que lorsque le même essai est effectué en milieu corrosif à un potentiel électrochimique E_{0d} pour lequel la dissolution anodique intervient (due à la dépassivation par glissement), σ décroît après le durcissement initial, contrairement à ce qui se passe à l'air. Cette décroissance de σ à $E=E_{0d}$ correspond bien à un adoucissement du matériau. Il a été montré par ailleurs [10] que cet adoucissement est d'autant plus marqué que le diamètre des éprouvettes d'essais est faible. Ceci va bien dans le sens du rôle de la dissolution anodique (et/ou de l'hydrogène) sur l'adoucissement, comme décrit dans le modèle. Notons aussi qu'une étude fine de l'évolution de la surface des

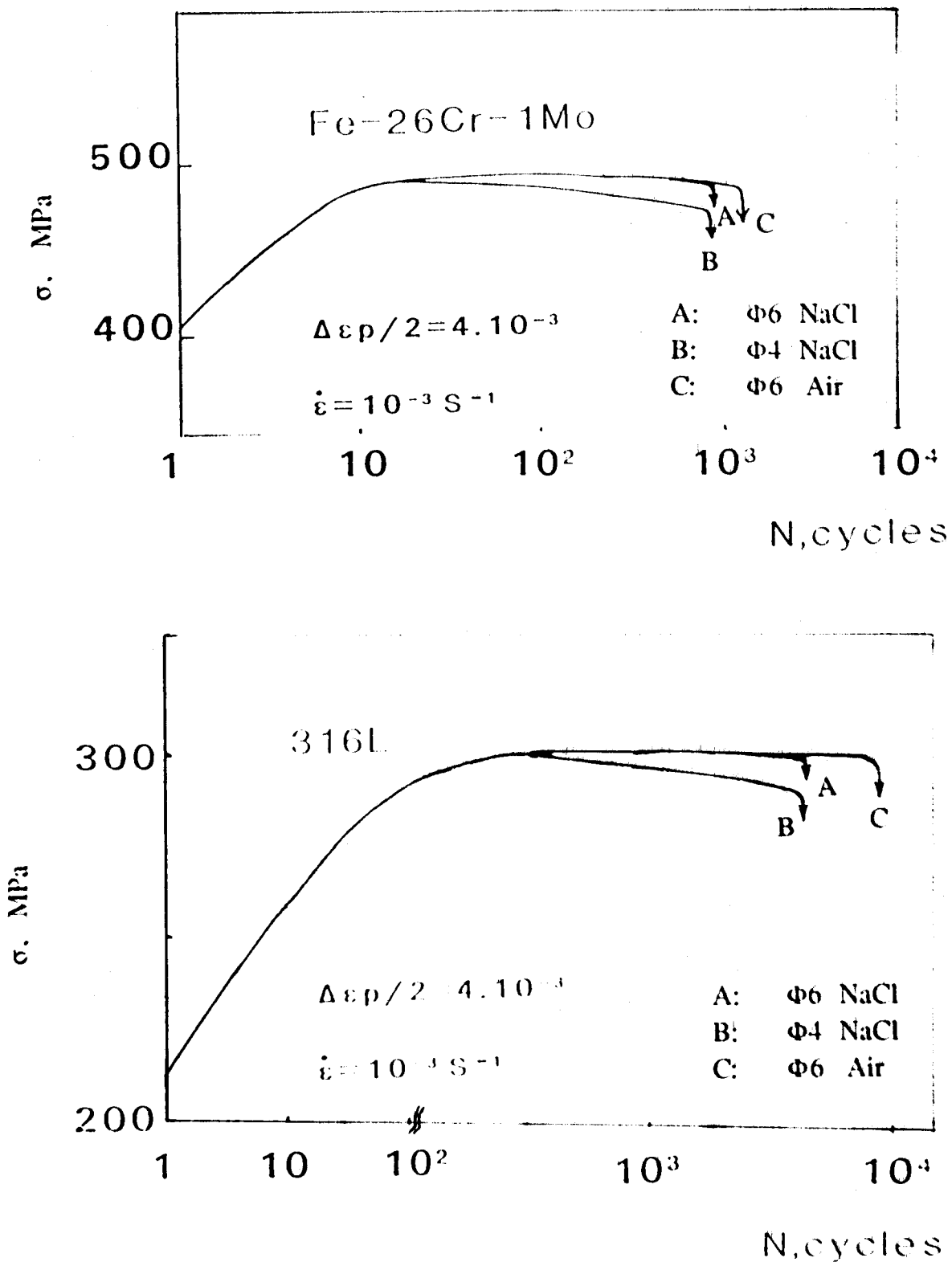


Fig.4-2 Courbes de consolidation cyclique à l'air et en milieu corrosif à $\Delta \epsilon_p / 2$ et $\dot{\epsilon}$ imposées sur un alliage 316L et un alliage Fe-26Cr-1Mo

échantillons a montré que l'adoucissement n'est pas lié à un problème de fissure que la corrosion amorcerait de manière précoce [11].

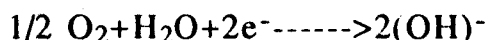
L'effet de l'atténuation du durcissement par la dissolution anodique (et éventuellement de l'hydrogène) est ici bien vérifié expérimentalement. Notons que les essais de fatigue-corrosion décrits précédemment n'avaient pour but que de vérifier ce point et que la fissuration par fatigue-corrosion [11] dans ce cas est différente de celle décrite par le modèle et qui ne concerne que la CSC. L'atténuation du durcissement par la dissolution anodique est le facteur prépondérant en CSC pour l'obtention d'une fissure de clivage dont la propagation est limitée.

En ce qui concerne l'effet de la dissolution anodique sur l'adoucissement, il est important de souligner que plusieurs réactions peuvent intervenir lorsqu'un échantillon métallique est plongé dans un milieu.

D'une part la dissolution anodique du métal qui correspond au passage d'atomes du métal à l'état d'ions:



A cette réaction anodique est associée une réaction cathodique qui peut être:



ou $2H^{+} + 2e^{-} \rightarrow H_2$ (en milieu acide ou désaéré)

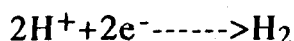
Ce phénomène de dissolution anodique se traduit par l'endommagement superficiel d'autant plus marqué qu'il est très localisé au cours de la fatigue-corrosion. Ceci induit une diminution de contrainte cyclique.

Les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène sont encore débattus; il semble cependant admis qu'il soit à l'origine d'une diminution des forces de cohésion [12] et d'un effet de pression interne [13].

On sait que les matériaux ferritiques sont particulièrement sensibles à la fragilisation par l'hydrogène. L. COUDREUSE [10] a montré que la fragilisation par l'hydrogène intervient et qu'il y a accélération très importante des phases de micropropagation et une localisation de l'endommagement.

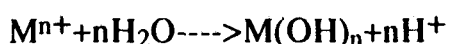
Les différents modèles proposés pour expliquer les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène indiquent que, dans les zones où il y a triaxialité de contraintes (comme c'est le cas en pointe de fissure), l'hydrogène pénètre plus facilement à l'intérieur du matériau (diffusion de l'hydrogène, associée au mouvement des dislocations).

Les matériaux sensibles peuvent être fragilisés par tout processus qui permet l'entrée d'hydrogène à l'intérieur du matériau. Dans le phénomène de corrosion l'hydrogène résulte de la réaction cathodique [14]:



La diffusion de l'hydrogène à l'intérieur du métal nécessite la décomposition de la molécule H_2 en hydrogène atomique qui vient s'adsorber en surface [15].

Il ne faut pas perdre de vue que les réactions anodiques et cathodiques se produisent simultanément; Ainsi il peut y avoir une réaction de décharge d'hydrogène associée à une dissolution anodique intense:



Comme mentionné ci-dessus, la dissolution anodique (ou et hydrogène) adoucit la plasticité plastique des matériaux 316L et Fe-26Cr-1Mo. La dissolution anodique se traduit par l'endommagement superficiel d'autant plus marqué qu'il est très localisé au cours de la fatigue-corrosion. Ceci induit une diminution de contrainte cyclique. Des modèles récents [8] ont montré que l'hydrogène pourrait favoriser la mobilité des dislocations, donc le cisaillement localisé, si tel est le cas, une atténuation du durcissement est donc possible. Elles se traduira par un adoucissement localisé.

4-4 RESULTATS EXPERIMENT SUR LES ALLIAGES IN600 ET IN690

Ces résultats expérimentaux sont obtenus en collaboration avec R. CHIERAGATTI (notre laboratoire).

4-4-1 Résultats d'Essais de Fatigue à Forte Déformation Imposée ($\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$)

Les courbes de la figure 4-3 montrent l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les deux matériaux cyclés à l'air sur éprouvettes de 6 mm de diamètre et pour une éprouvette tubulaire en IN600. Cette évolution peut être décrite en quatre phases pour les deux matériaux:

1) Ces courbes présentent une phase de fort durcissement cyclique durant les tous premiers cycles.

2) Une phase d'adoucissement sur une centaine de cycles (environ un huitième de la durée de vie).

3) Une phase d'écrouissage lent qui caractérise la plus grande partie de la durée de vie (entre les 2/3 et les 3/4).

4) Une phase très courte de chute brutale de la charge qui correspond à une diminution rapide de la section efficace par la propagation des fissures dans le matériau.

Nous notons que la durée de vie de l'IN600 à déformation totale imposée est plus longue (mais avec une contrainte inférieure) que celle de l'IN690. La durée de vie est plus faible sur les éprouvettes de type tubulaire.

Quatre essais ont été réalisés, dans la solution NaCl à 30g/l. et au niveau de déformation le plus élevé ($\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$):

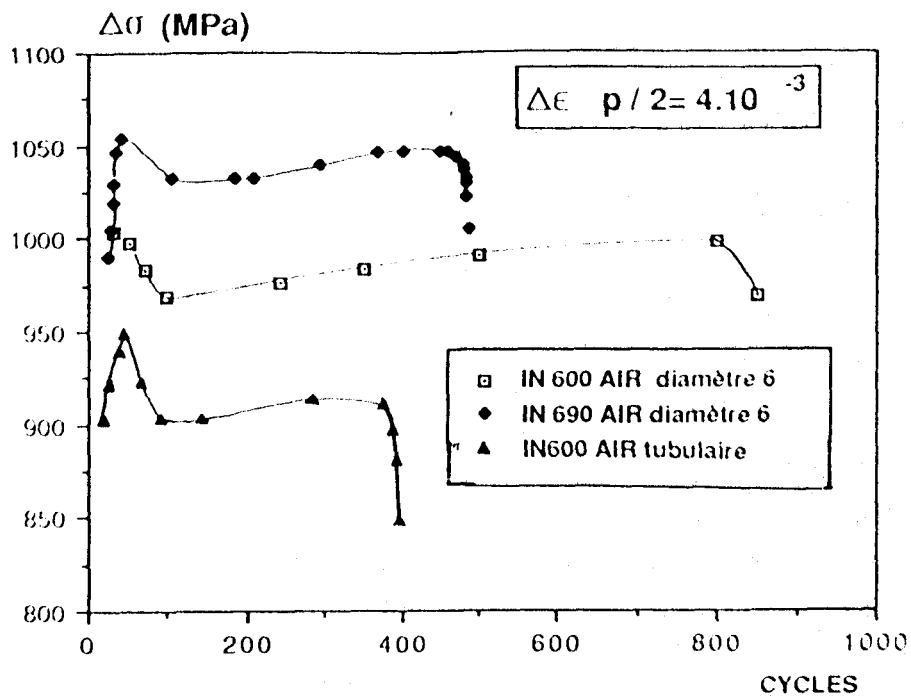


Fig.4-3 Evolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles à forte déformation plastique sur éprouvettes en IN600 et IN690 de 6 mm de diamètre cyclées à l'air.

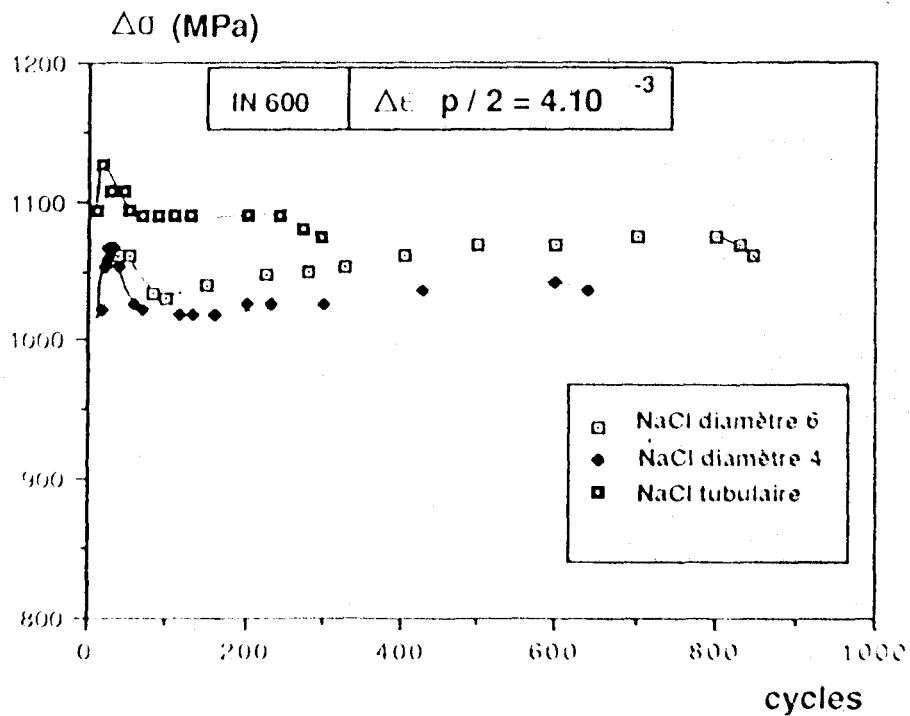


Fig.4-4 Evolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles sur l'ensemble des éprouvettes en IN600 cyclées à forte déformation plastique à l'air et dans une solution de NaCl à 30 g/l.

--- Deux essais sur éprouvettes de 6 mm de diamètre, l'une en IN600 et l'autre en IN690;

--- Un essai sur une éprouvette de 4 mm de diamètre en IN600;

--- Un essai sur une éprouvette tubulaire en IN600.

Nous présenterons successivement les essais sur l'IN600, les essais sur l'IN690 et l'ensemble des résultats à l'air et dans l'eau salée.

****IN600

La figure 4-4 montre l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles de l'IN600 sur l'ensemble des éprouvettes sollicitées à $\Delta\varepsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$ en milieu corrosif.

Les évolutions qualitatives de la contrainte en fonction du nombre de cycles de l'ensemble des éprouvettes sont analogues à celles déjà décrites dans l'essai de fatigue à l'air excepté celle de l'éprouvette tubulaire cyclée dans la solution NaCl 30g/l. En effet, la troisième phase de la courbe correspondant à cette éprouvette diffère par l'absence d'écrouissage: la contrainte reste stable pratiquement jusqu'à rupture de l'éprouvette.

Nous voyons que les évolutions quantitatives en fonction du nombre de cycles au cours du cyclage sont différentes pour les éprouvettes en milieu NaCl 30g/l. Si nous définissons:

$$\gamma = \frac{\Delta\sigma_{\max,p} - \Delta\sigma_{\max,d} \text{ (ou } \Delta\sigma_s)}{\Delta\sigma_{\max,p}}$$

Où $\Delta\sigma_{\max,p}$ est la contrainte maximum au premier durcissement;

$\Delta\sigma_{\max,d}$ est la contrainte maximum pendant le durcissement secondaire;

$\Delta\sigma_s$ est la contrainte de la saturation;

Nous voyons que pour les éprouvettes de 6 mm de diamètre, de 4 mm de diamètre et tubulaires, les γ sont:

$$\gamma_{\phi 6} \cong -1\%$$

$$\gamma_{\phi 4} = 2,8\%$$

$$\gamma_{\text{tub.}} = 4,0\%$$

C'est à dire que l'influence de la solution NaCl 30g/l sur la contrainte cyclique est plus importante pour l'éprouvette tubulaire. Ce qui souligne un effet de surface au niveau de l'adoucissement.

Il faut noter que la durée de vie est plus faible pour l'éprouvette tubulaire quel que soit le milieu considéré: l'état de surface de l'alésage en est la cause comme le confirmeront les observations métallographiques. Au chapitre des durées de vie, nous notons aussi le peu d'influence du milieu NaCl 30g/l sur ce paramètre.

****IN690

La courbe de la figure 4-5 permet de comparer l'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles de deux éprouvettes en IN690 de 6 mm de diamètre. Le comportement de l'IN690 est tout à fait analogue à celui de l'IN600 déjà présenté au paragraphe précédent: l'effet du milieu sur la durée de vie reste peu important. Les différences qualitatives entre les deux courbes restent minimales.

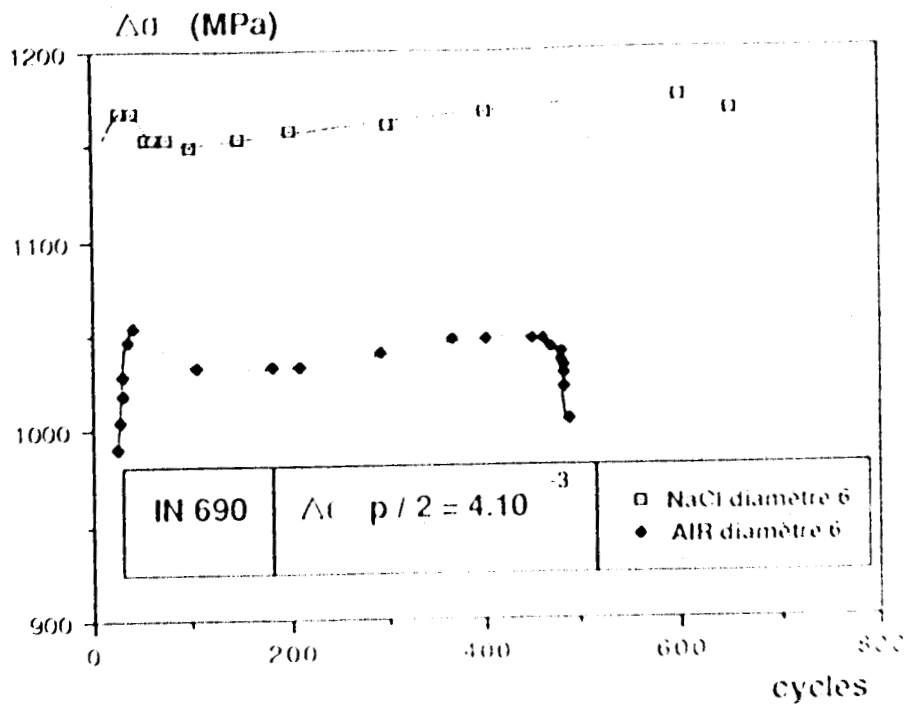


Fig.4-5 Evolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles sur des éprouvettes en IN690 cyclées à forte déformation plastique à l'air et dans une solution de NaCl à 30 g/l.

4-4-2 Résultats d'Essais de Fatigue à Faible Déformation Imposée ($\Delta\epsilon_p/2=1 \times 10^{-3}$)

Les courbes de la figure 4-6a montrent l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles de l'ensemble des éprouvettes en IN600 sollicitées à environ 10^{-3} de déformation plastique. Nous voyons l'existence d'un écrouissage au début de cyclage. D'un point de vue qualitatif, cette évolution se distingue de celle à plus forte déformation par l'absence d'écrouissage secondaire voire l'existence d'un léger adoucissement après la phase d'adoucissement rapide. La figure 4-6b compare la différence d'évolution de contrainte en fonction de nombre de cycles pour les 1000 premiers cycles. Les niveaux de contrainte des deux éprouvettes de 6 mm de diamètre sont comparables. L'éprouvette de 4 mm de diamètre présente un comportement qualitatif analogue. Cependant elle présente à la fois un niveau de contrainte plus élevé et une durée de vie plus courte que ceux de l'éprouvette de 6 mm de diamètre. L'imprécision de l'usinage de la base de mesure de l'éprouvette et un léger écart des déformations plastiques constatés pendant l'essai peuvent expliquer ce comportement.

La figure 4-7a montre l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles de l'ensemble des éprouvettes en IN690 sollicitées à environ 10^{-3} de déformation plastique. L'essai dans le milieu NaCl n'a pas pu être mené à son terme à cause d'un incident pour l'éprouvette de 6 mm de diamètre. Cependant l'évolution qualitative de la contrainte est identique à celle de l'IN600 à la même déformation et à celle des autres éprouvettes en IN690. Les courbes des éprouvettes de 4 mm de diamètre présentent une durée de vie quasi identique pour l'essai à l'air et en milieu aqueux. L'influence du milieu sur l'ordre des niveaux de contrainte des éprouvettes de 6 mm et de 4 mm de diamètre est léger et analogue à celui observé à la plus forte déformation. Par rapport à la plus forte déformation, il ressort donc pour les deux matériaux une différence de comportement marquée par un léger adoucissement secondaire remplaçant l'écrouissage de la phase 3.

La figure 4-7b compare l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour deux éprouvettes de 4 mm de diamètre à l'air et en milieu aqueux. Nous voyons une légère influence du milieu sur l'ordre des niveaux de contrainte des éprouvettes de 4 mm de diamètre.

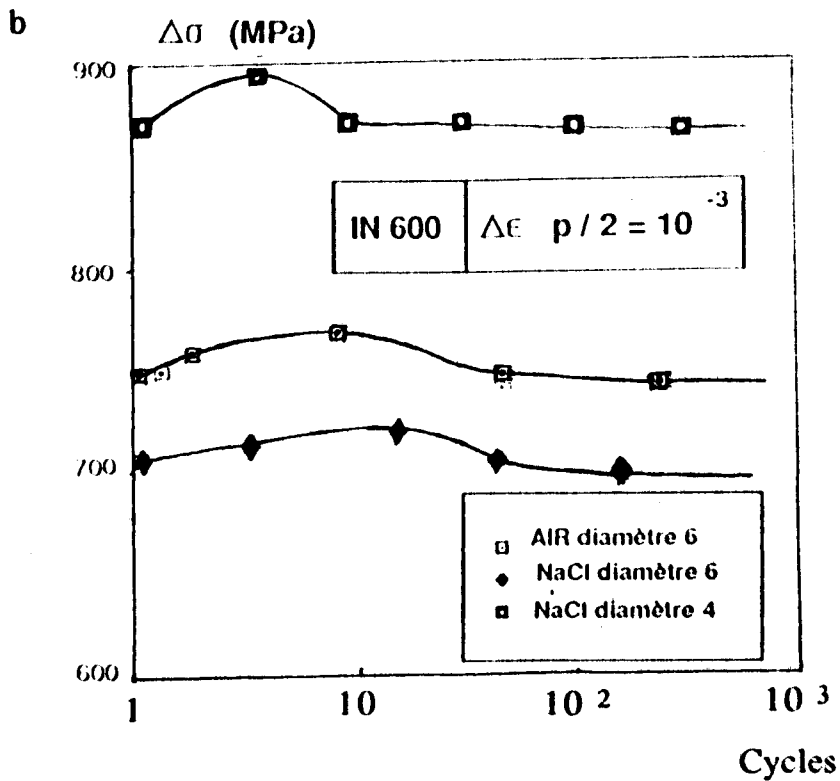
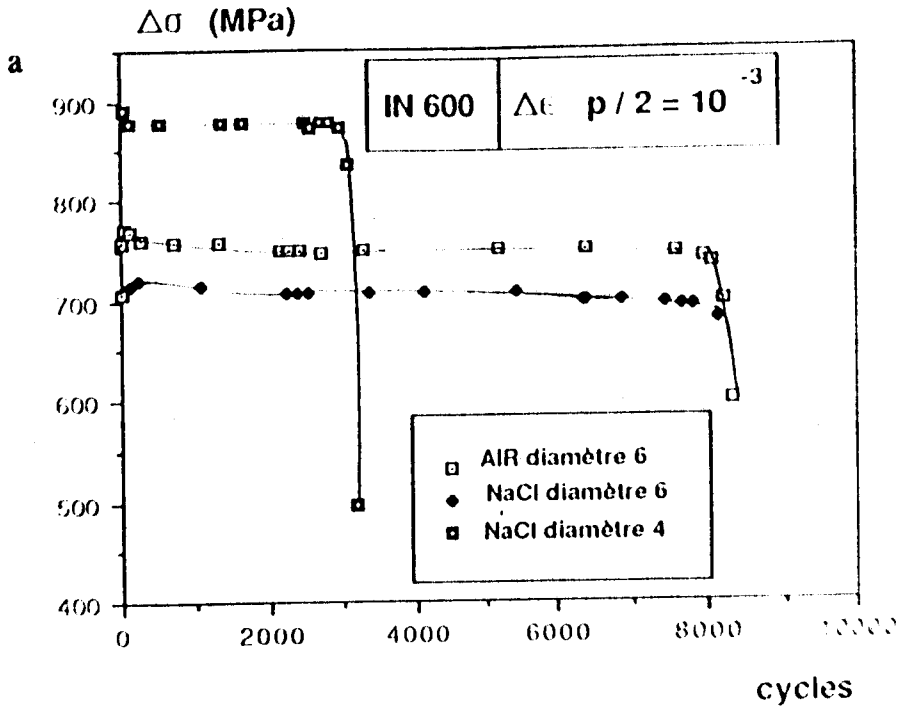


Fig.4-6 Evolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles sur l'ensemble des éprouvettes en IN600 cyclées à faible déformation plastique à l'air et dans une solution de NaCl à 30 g/l.

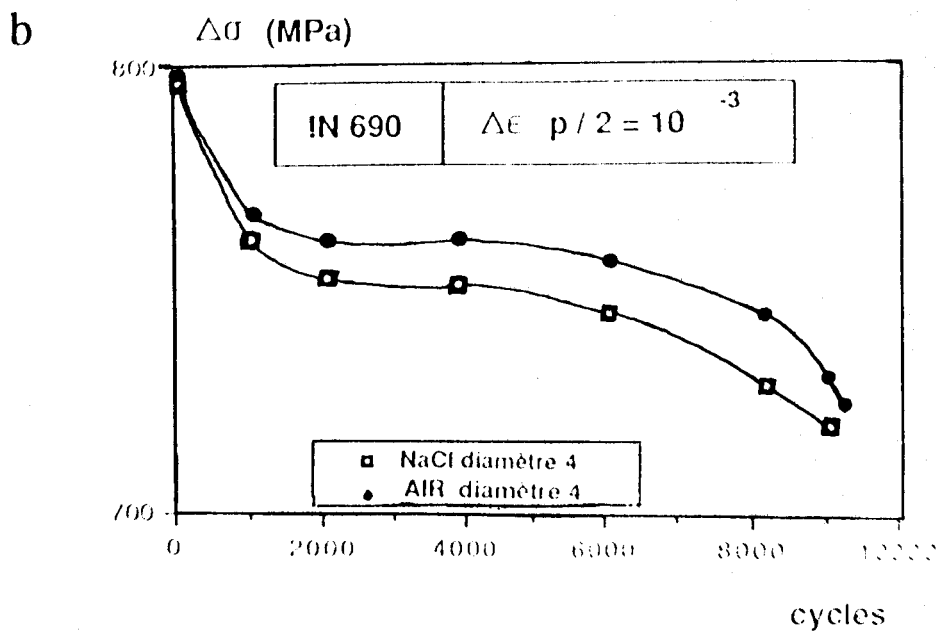
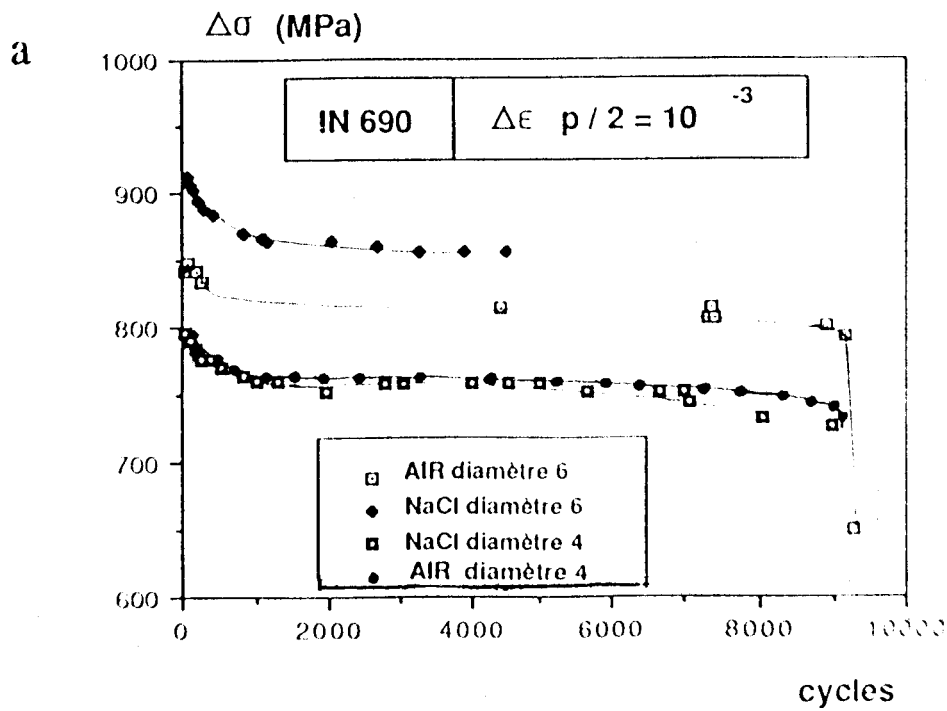


Fig.4-7 Evolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles sur l'ensemble des éprouvettes en IN690 cyclées à faible déformation plastique à l'air et dans une solution de NaCl à 30 g/l.

Nous pouvons calculer l'évolution de la contrainte cyclique au cours de cyclage à l'air et en milieu aqueux:

$$\gamma = \frac{\Delta\sigma_{\max,p} - \Delta\sigma_s}{\Delta\sigma_{\max,p}}$$

$$\gamma_{\phi 6, \text{air}} = 4,7\%$$

$$\gamma_{\phi 6, \text{milieu}} = 7,1\%$$

$$\gamma_{\phi 4, \text{air}} = 5,1\%$$

$$\gamma_{\phi 4, \text{milieu}} = 7,5\%$$

Nous voyons que l'influence du milieu sur la contrainte cyclique est légère et on ne distingue pas d'écart notable entre l'éprouvette de 4 mm de diamètre et celle de 6 mm de diamètre pour la faible déformation plastique imposée.

Deux enregistrements de potentiel libre pendant les essais dans la solution 30g/l NaCl sont présentés en figure 4-8. Les variations du niveau moyen du potentiel correspondent approximativement à celle observées sur l'évolution de la charge, le potentiel libre sans chargement étant d'environ -0,13V par rapport au calomel saturé pour l'IN690 et de -0,22V pour l'IN600.

L'évolution de potentiel libre pendant les essais en milieu corrosif 30g/l NaCl peut être décrite en quatre phases pour les deux matériaux:

1). Ces courbes présentent une phase de forte diminution de potentiel libre pendant une centaine de cycles environ. Cette phase correspond à l'érouissage cyclique du matériau, de nombreuses lignes de glissement se forment sur la surface. La surface dépassivée augmente alors rapidement pendant les premiers cycles. Pour le courant nul imposé pendant les essais, le potentiel libre diminue très rapidement.

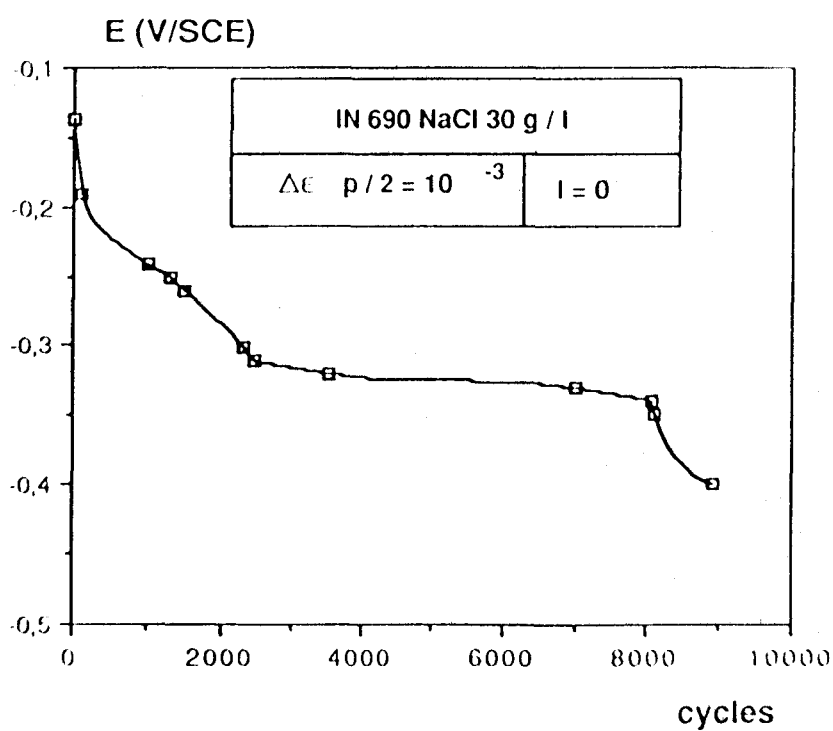
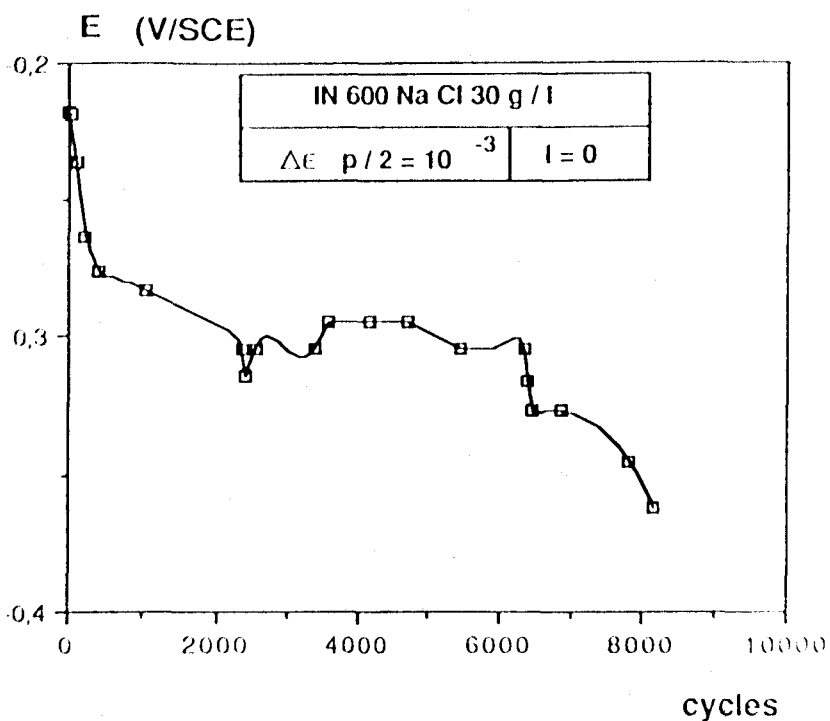


Fig.4-8 Evolution du niveau moyen du potentiel libre en fonction du nombre de cycles d'une éprouvette en IN600 et d'une éprouvette en IN690 cyclées à faible déformation.

2). Une phase de diminution progressive de potentiel libre pendant une centaine de cycles à deux mille cycles environ. Cette phase correspond à la dissolution localisée. L'activité anodique devient un peu plus faible par rapport à celle des tout premiers cycles.

3). Une phase de stabilisation de potentiel libre. Cette phase correspond à la dissolution localisée complètement dans les bandes de glissement. L'activité anodique devient constante: un équilibre s'établit entre les cinétiques de dépassivation mécanique et de répassivation.

4). Une phase de diminution très rapide du potentiel libre, ce qui correspond à l'apparition de microfissures de taille suffisante pour rendre la répassivation plus difficile.

La figure 4-9 montre un exemple des enregistrements de potentiels effectués en cours de cyclage en solution 30g/l NaCl. On distingue très aisément l'évolution durant chaque cycle et la différence entre les cycles de traction et de compression.

Les pics mesurés en traction sont supérieurs ($\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$ et 10^{-3}) à ceux mesurés en compression. De plus, nous avons observé que la répassivation après compression est toujours plus rapide qu'après traction. Cet effet apparaît très nettement lorsqu'on effectue des essais de dépassivation mécanique cyclique, c'est à dire si on attend la répassivation complète de l'éprouvette avant d'imposer une nouvelle déformation (Fig.4-10). On a montré [9,10] que la répassivation est plus complète après compression.

Ce comportement ne semble pas lié au matériau puisqu'il a également été observé sur les aciers inoxydables austénitiques de type 316L [9] et ferritiques de type Fe-26Cr-1Mo [10] à l'état passif dans le même milieu NaCl 30g/l. Il faut plutôt y voir un effet de surface. Un calcul rapide [10] montre que la surface en contact avec la solution est plus grande en traction qu'en compression. Le temps nécessaire pour reformer le film passif est donc plus court en compression.

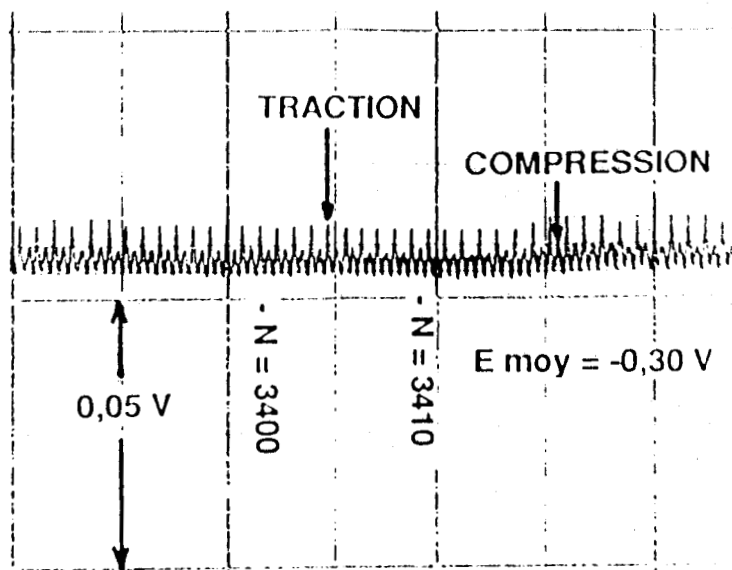


Fig.4-9 Variation de potentiel libre au cours de l'essai.

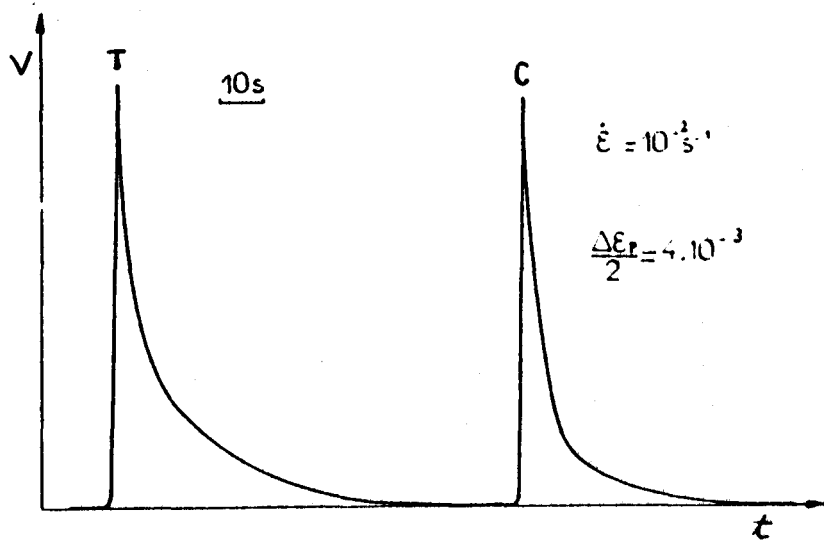


Fig.4-10 Comparaison des vitesses de repassivation en traction et compression lors d'essais de dépassement mécanique cyclique.

4-4-3 Analyse de la Microfissuration

Le tableau 4-1 indique le nombre de fissures observées sur le fût des éprouvettes juste avant rupture ($N=N_i$). Ces fissures sont classées [16] selon trois types en fonction de leur longueur l (μm) en surface. Nous voyons que:

1) Le nombre de microfissures est toujours plus important en milieu aqueux qu'à l'air. Ceci peut être relié au fait que la localisation de la déformation plastique s'accompagne d'une localisation de la dissolution anodique en surface pour l'essai en milieu corrosif. Dès que des microfissures sont créées, la dépassivation en pointe de celles-ci est à l'origine d'une dissolution localisée importante, ce qui accélère la vitesse de propagation des microfissures en surface.

2) Les éprouvettes tubulaires ont essentiellement des fissures de type I et de type II, ce qui est tout à fait compréhensible étant donné l'épaisseur du tube.

4-4-4 Discussion

Dans ce chapitre, l'objectif de notre travail était d'étudier l'effet de la dissolution anodique (et/ou de l'hydrogène) sur la plasticité en surface des matériaux C.C. et C.F.C. et de tester la validité du modèle de T. MAGNIN pour avancer dans la compréhension des mécanismes de fissuration par CSC des alliages IN600 et IN690. Nous avons besoin, à partir d'essais de fatigue-corrosion, de vérifier la première condition nécessaire à la fissuration prédite par le modèle: la dissolution anodique adoucit la surface et favorise une plasticité de surface. D'après le modèle de T. MAGNIN, cet adoucissement est la première condition de formation d'empilements de dislocations pouvant conduire à une fissuration de type fragile (trans. ou intergranulaire).

Les résultats obtenus sur les alliages IN600 et IN690 sollicités en fatigue-corrosion en milieu NaCl 30 g/l à température ambiante montrent bien que la solution adoucit la surface de l'éprouvette, ce qui favorise une plasticité de surface et réduit la

Tableau 4-1

Nombre des fissures sur le fût des éprouvettes

Eprouvettes	Nombre de fissures dans chaque type à N_i (N/mm^2)		
	type I	type II	type III
def.pl/2 : 4e-3			
IN600 06 air	14	5	4
IN600 06 NaCl	33	10	7
IN690 06 NaCl	32	23	12
IN600 04 NaCl	43	13	9
IN600 tube NaCl	34	5	0
def.pl/2 : 1e-3			
IN690 06 NaCl	33	19	16
IN690 04 NaCl	16	12	8
IN600 06 NaCl	38	19	10

contrainte cyclique au cours de cyclage. D'ailleurs, nous voyons que plus le rapport surface/volume (S/V) des échantillons testés ($S/V_{\text{tubulaire}} > S/V_{\phi 4} > S/V_{\phi 6}$) est important, plus l'adoucissement intervient en milieu corrosif (Fig.4-7). Ceci montre bien aussi qu'un effet de la surface sur l'adoucissement des matériaux en milieu corrosif.

Notons que le comportement des matériaux à l'air est complexe: pour la forte déformation ($\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$) imposée, on constate un premier durcissement, suivi d'un adoucissement, puis d'un nouveau durcissement (Fig.4-3 et 4-5). C'est sur l'amplitude du 2ème durcissement (qui s'étale sur un grand nombre de cycles) que nous pouvons effectuer les comparaisons du comportement des matériaux à l'air et en milieu corrosif. Pour la faible déformation ($\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$) imposée (Fig. 4-6 et 4-7), le durcissement secondaire est négligeable à l'air, ce qui rend la comparaison air/milieu corrosif plus difficile. Cependant, le premier durcissement est plus important à forte déformation imposée quel que soit le milieu. Or ce durcissement initial plus important correspond également à un durcissement secondaire plus ou moins marqué selon le milieu. Ceci va bien dans le sens prévu par le modèle. Plus le matériau est pré-écroui, plus l'influence du milieu sera forte. Notons cependant que les effets d'adoucissement sont plus notables sur les aciers inoxydables que sur les alliages base nickel.

Il faut noter que les enregistrements de potentiel au cours du cyclage confirment bien que les effets observés en milieu corrosif correspondent à un phénomène de dépassivation-repassivation cyclique.

De tels résultats sont encourageants. Ils peuvent être appliqués aussi à des cas de CSC intergranulaires. En effet, si l'on suppose que la dissolution est intergranulaire les dislocations seront émises à partir du joint de grains et notamment des précipités et carbures contenus dans ce joint, comme le montre T. MAGNIN par ailleurs [8].

4-5 CONCLUSION

L'objectif de ce chapitre était d'étudier l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur la plasticité cyclique en

surface des matériaux C.C. et C.F.C et de tester la validité du modèle de T. MAGNIN pour avancer dans la compréhension de la fissuration par CSC. Ces résultats obtenus permettent de tirer plusieurs conclusions:

1) Les résultats d'essais de fatigue-corrosion sont intéressants pour vérifier la première condition nécessaire à la fissuration prédite par le modèle: la dissolution anodique (et/ou l'hydrogène) adoucit la surface et favorise une plasticité de surface.

2) La dissolution anodique se traduit par l'endommagement superficiel d'autant plus marqué qu'il est très localisé au cours de fatigue-corrosion. Ceci induit une diminution de contrainte cyclique. Cet adoucissement n'est pas lié à un problème des fissures que la corrosion amorcerait de manière précoce.

3) L'adoucissement dépend du rapport surface/volume des échantillons testés. Plus le rapport surface/volume des échantillons testés est important, plus l'adoucissement intervient en milieu corrosif, ce qui montre bien un effet de surface.

4) Les enregistrements de potentiel au cours du cyclage confirment bien que les effets observés en milieu corrosif correspondent à un phénomène de dépassivation-repassivation cyclique.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 H. CORIOU, L. GRALL, Y. LEGALL et S. VETTIER, 3e Colloque de Métallurgie, Saclay, 1959, North Holland Pub., Amsterdam, (1960)161.
- 2 P. COMBRADE, M.FOUCAULT, P. MARCUS and G. SLAMA, On the Role of sulfur on the Dissolution of Pressure Vessel Steel at the Tip of a Propagation Crack in PWR environnement, à paraître.
- 3 R. OLTRA, *Matériaux et Techniques*, 9(1988)17.
- 4 T. MAGNIN, *Matériaux et Techniques*, 12(1989)41.
- 5 T. MAGNIN, R. CHIERAGATTI and R. OLTRA, *Acta Met.*, (1990).
- 6 L. SHIQUIONG, J.I. DICKSON, J.P. BAILON and D. TROMANS, *Mat. Sci. Eng.*, 1989.
- 7 M.J. KAUFMAN et J.L. FLINK, *Acta Met.*, 8(1988)2213.
- 8 T. MAGNIN, Rapport Final de Contrat de Recherche 7A5320/RNE 302, Jan.1992.
- 9 J.M. LARDON, Thèse ENSMSE, 1986.
- 10 L. COUDREUSE, Thèse ENSMSE, 1986.
- 11 T. MAGNIN et L. COUDREUSE, *Acta Met.*, 35,8(1987)2105.
- 12 S. TALBOT-BESANRD, *Mem. Sci. Rev. Met.*, 5(1979)293 et 6(1979)357.
- 13 G. M. PREYSSOUYRE, *Mem. Sci. Rev. Met.*, 4(1982)161 et 5(1982)217.
- 14 M. AUCOUTURIER, "L'Hydrogène dans les Métaux", 2nd Congrès International, Paris,(1977).

- 15 P. BASTIEN, "L'Hydrogène dans les Métaux", Valduc. Sept. (1967).
- 16 T. MAGNIN, C.RAMADE, J. LEPINOUX et L.P. KUBIN, Mat. Sci. Engng., A118(1989)41.

CHAPITRE V

EFFET DES COUCHES IMPLANTEES EN IONS SUR LA PLASTICITE CYCLIQUE DE L'ALLIAGE 316L

5-1 INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous allons appliquer le modèle décrit au chapitre III à l'effet de couches implantées en ions azote et chrome sur le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion de l'alliage 316L.

Les propriétés que confère l'implantation ionique à un matériau sont généralement étudiées sous l'angle de l'usure-frottement [1,2]. Mais en tant que traitement de surface, l'implantation ionique peut aussi modifier les propriétés des matériaux liées à d'autres endommagements superficiels tels que la fatigue et la corrosion.

Des études ont déjà été menées sur le comportement des aciers inoxydables austénitiques implantées à l'azote [3,4] en fatigue et en fatigue-corrosion car l'implantation à l'azote est relativement plus aisée à réaliser que l'implantation au chrome. L'étude du 316L implanté en ions chrome n'a jamais été menée. Notre étude sur l'effet de l'implantation ionique sur les comportements en fatigue et fatigue-corrosion est un travail préliminaire à la thèse de L. BOURDEAU [4]. L'objectif de ce chapitre est de présenter les résultats obtenus en corrosion, en fatigue et en fatigue-corrosion, et de discuter l'effet des couches implantées sur la plasticité cyclique de l'alliage 316L avec implantation ionique (N^+ et Cr^{++}). Ce chapitre comprend trois parties:

La première partie est consacrée à la présentation de l'influence de l'implantation ionique sur le comportement purement électrochimique de l'alliage 316L.

La seconde partie est consacrée à la présentation des résultats obtenus en fatigue et en fatigue-corrosion de l'alliage 316L implanté à l'azote et à la discussion de l'influence du potentiel sur le comportement en fatigue-corrosion et le mécanisme d'endommagement microstructural.

Enfin, nous présenterons l'effet de la couche implantée au chrome sur le comportement cyclique et nous analyserons le mécanisme de cet effet pour l'alliage 316L.

5-2 EFFET DES IMPLANTATIONS IONIQUES SUR LES COMPORTEMENTS PUREMENT ELECTROCHIMIQUES DE L'ALLIAGE 316L

Afin de mieux comprendre les effets induits par les implantations ioniques (N^+ et Cr^{++}) sur la plasticité cyclique en milieu corrosif, il nous a semblé nécessaire, tout d'abord, de bien connaître le comportement purement électrochimique de l'acier inoxydable austénitique 316L avec implantation ionique.

Pour des aciers inoxydables austénitiques 316L, 316L implanté à l'azote et au chrome, deux types d'essais ont été réalisés: des essais d'immersion et des essais potentio-cinétiques en milieu NaCl 30g/l, $T=20^\circ C$.

5-2-1 Comportement Purement Electrochimique de l'Alliage 316L non Implanté

Lors des essais d'immersion, on mesure l'évolution au cours du temps du potentiel électrochimique de l'échantillon par rapport à une électrode au calomel saturé. Cette évolution est présentée sur la Figure 5-1 pour l'alliage inoxydable austénitique 316L. On remarque que le potentiel chute très vite, lors de l'immersion de l'échantillon dans le milieu NaCl 30g/l, et puis E se stabilise, petit à petit à une valeur donnée E_0 , potentiel de corrosion libre de l'échantillon. Cette valeur du potentiel correspond à un courant global nul, c'est à dire que le courant de dissolution est exactement compensé par le courant de la réaction cathodique couplée.

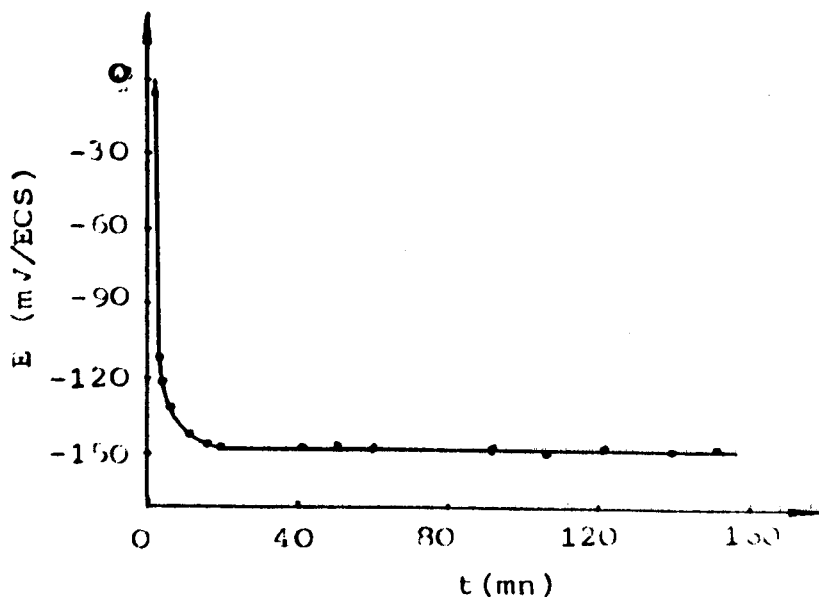


Fig.5-1 Evolution au cours du temps du potentiel de corrosion libre E pour un alliage 316L en milieu NaCl 30g/l, $T=20^{\circ}\text{C}$

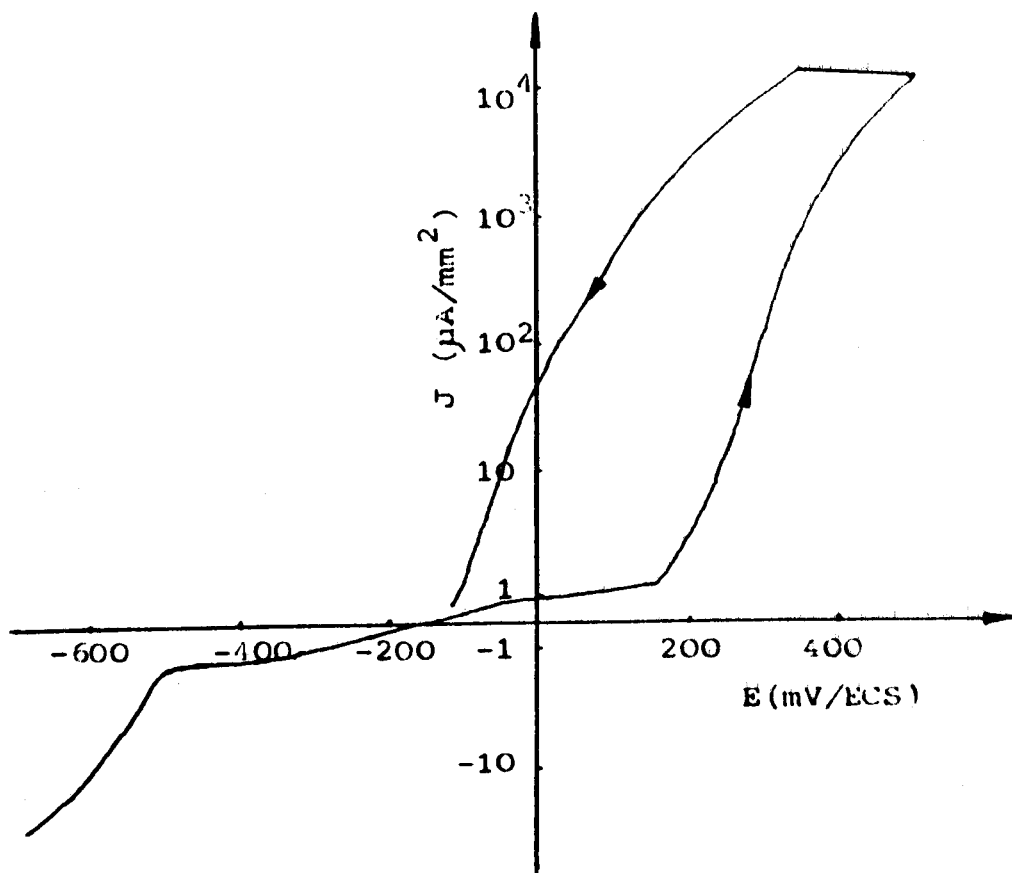


Fig.5-2 Courbe intensité potentiel: alliage 316L en milieu NaCl 30g/l; $\Delta E/\Delta t=90\text{mV/h}$; $T=20^{\circ}\text{C}$

Le potentiel d'équilibre E_0 obtenu pour l'alliage 316L est -140 mV/ECS (± 20 mV).

La fig.5-2 présente la courbe intensité-potential $J=f(E)$ en milieu NaCl 30g/l. Le tracé de la courbe intensité-potential s'opère à vitesse de balayage très lente ($\Delta E/\Delta t=90$ mV/h). Nous retiendrons les valeurs E_{0d} , E_p et E_r , ils représentent respectivement le potentiel d'équilibre (ou potentiel de repos dynamique), le potentiel de repassivation des piqûres et le potentiel de rupture:

$$E_{0d}=-140\text{mV/ECS}$$

$$E_p=-120\text{mV/ECS}$$

$$E_r=150\text{mV/ECS}$$

D'autre part cette courbe met en évidence le domaine passif de cet alliage dans le milieu NaCl 30g/l.

Les observations au microscope optique de la surface d'échantillons révèlent, après une polarisation anodique, que les piqûres s'amorcent préférentiellement à partir des joints de grains (Fig.5-3) pour l'alliage 316L en milieu NaCl 30g/l. La taille des piqûres obtenue est voisine de 10 μm .

5-2-2 Influence de l'Implantation en Ion N^+ sur le Comportement Purement Electrochimique de l'Alliage 316L

La courbe intensité-potential est présentée sur la figure 5-4 pour l'acier inoxydable austénitique 316L implanté à l'azote. Le potentiel de corrosion libre E_{0d} dans cet essai potention-cinétique et l'essai d'immersion en milieu NaCl 30g/l est de +250 mV [3] ce qui est plus élevé que celui du 316L non implanté (écart de près de 400mV/ECS).

On remarque qu'il y a aussi un déplacement du potentiel de repassivation E_p et potentiel de rupture E_r , après implantation d'azote.



Fig.5-3 Piqûres formées dans les joints de grains, après polarisation anodique pour un alliage 316L en milieu NaCl 30g/l; T=20°C

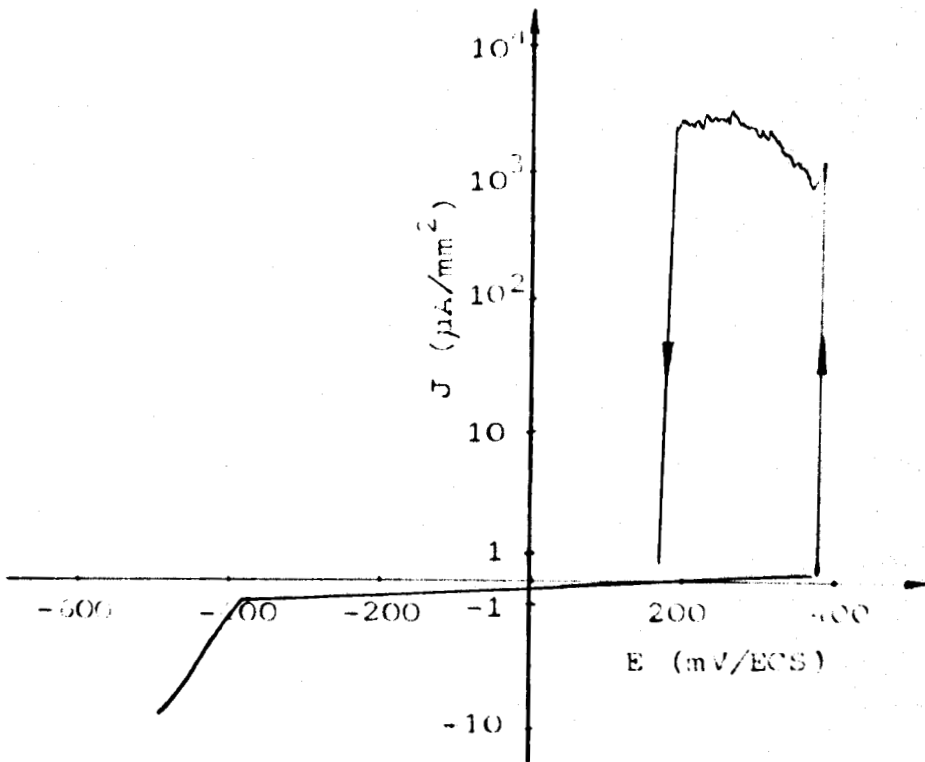


Fig.5-4 Courbe intensité potentiel: alliage 316L implanté à l'azote en milieu NaCl 30g/l; $\Delta E/\Delta t=90\text{mV/h}$; T=20°C

vers des valeurs plus élevées. E_{0d} , E_p et E_r sont respectivement donnés comme suit:

$$E_{0d}=250 \text{ mV/ECS}$$

$$E_p =160 \text{ mV/ECS}$$

$$E_r=370 \text{ mV/ECS}$$

Nous voyons donc que la présence d'azote en surface d'échantillon pour l'acier 316L améliore fortement la résistance à la corrosion en milieu chloruré. Le potentiel libre E_{0d} , le potentiel de repassivation E_p et le potentiel de rupture E_r de l'échantillon implantée à l'azote augmentent respectivement d'environ 390 mV, 280 mV, 220 mV par rapport à ceux de l'échantillon 316L non implanté.

Cependant, il faut noter que la valeur du potentiel libre E_{0d} , pour l'acier 316L implanté à l'azote, est comprise entre E_p et E_r . Nous discuterons sur ce point dans le chapitre 5-3-3.

5-2-3 Influence de l'Implantation en Ion Cr^{++} sur le Comportement Purement Electrochimique de l'Alliage 316L

La figure 5-5 présente l'évolution de potentiel E en fonction du temps t pour l'alliage 316L implanté au chrome en milieu 30g/l. Lors de l'immersion de l'échantillon dans le milieu corrosif, le potentiel E chute tout d'abord puis il remonte petit à petit, enfin il se stabilise lentement à une valeur stable, i.e. le potentiel E_0 est -90 mV/ECS. C'est à dire qu'il y a une dissolution du métal mis à nu au début de l'immersion, puis la couche passive se forme en surface de l'éprouvette et elle limite la dissolution du métal.

La courbe intensité-potentiel $J=f(E)$ en milieu corrosif est la suivante (Fig.5-6). On remarque que le potentiel libre E_{0d} est d'environ +10 mV, plus élevé que celui de l'essai par immersion. Ceci vient de ce que: quand le potentiel imposé est légèrement changé, la couche implantée au chrome est très sensible à la dissolution anodique. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre 5-4-2.

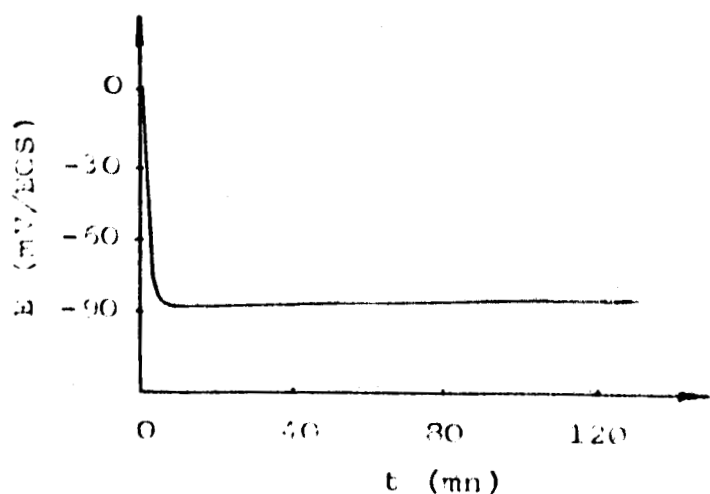


Fig.5-5 Evolution de potentiel E en fonction de temps t pour l'échantillon 316L implanté au chrome en milieu NaCl 30g/l; T=20°C

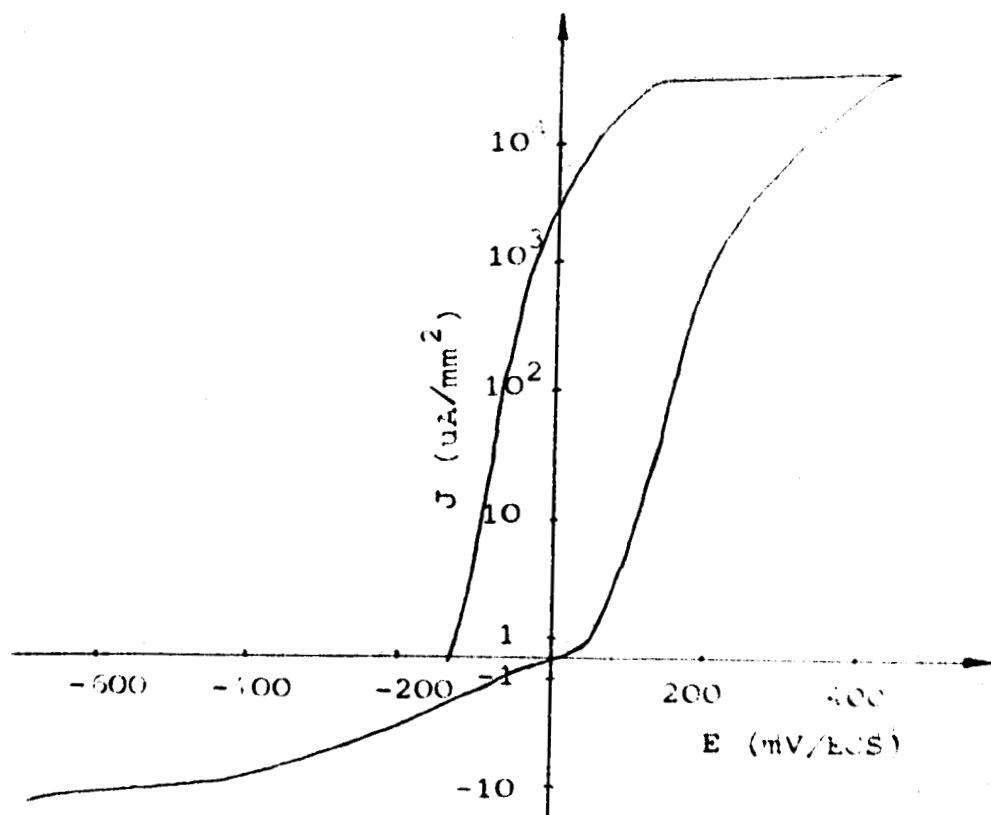


Fig.5-6 Courbe intensité potentiel: alliage 316L implanté au chrome en milieu NaCl 30g/l; $\Delta E/\Delta t=90\text{mV/h}$; T=20°C

Il est ainsi clairement montré que le potentiel libre $E_{0d} = -90$ mV/ECS est plus élevé que celui du 316L non implanté ($E_{0d} = -140$ mV/ECS). Par contre, le potentiel de rupture (+50 mV) de l'échantillon 316L implanté au chrome est moins élevé que celui de 316L non implanté.

E_{0d} et E_r de l'alliage 316L implanté au chrome sont les suivants:

$$E_{0d} = -90 \text{ mV/ECS}$$

$$E_r = +50 \text{ mV/ECS}$$

Nous avons observé la surface d'échantillons après polarisation anodique. Il y a beaucoup de piqûres sur la surface des échantillons implantées au chrome. La taille des piqûres (Fig.5-7) est de l'ordre de 350 μm (35 fois plus grandes que celle d'échantillon d'alliage 316L non implanté après un même aller-retour de polarisation anodique (Fig.5-2 et Fig.5-6). Ceci peut être relié à une dissolution anodique localisée plus forte et un potentiel de rupture moins élevé pour le 316L avec couche implantée au chrome par rapport au 316L non implanté en milieu 30g/l NaCl.

5-2-4 Discussion

Les résultats ci-dessus montrent bien que l'implantation ionique à l'azote apporte un anoblissement important.

On pouvait s'attendre à un potentiel de piqûration plus important dans le cas de l'implantation au chrome, étant donné son rôle d'inhibiteur de corrosion en solution solide dans les aciers inoxydables. Il s'est certainement formé des carbures de chrome dont la répartition inhomogène entraîne la formation précoce de piqûres.



Fig.5-7 Piqûres dans l'échantillons d'alliage 316L implanté au chrome après polarisation

Il est important d'avoir le potentiel de rupture le plus élevé possible pour éviter la formation de piqûres qui sont des sites privilégiés d'amorçage de fissures. Les différences existant sur l'étendue du domaine de passivation et sur les valeurs du potentiel de rupture entre implanté et non implanté auront des conséquences importantes sur le comportement en fatigue-corrosion de ces alliages.

De plus, pour l'échantillon 316L après implantation ionique en azote, le potentiel libre E_{0d} est entre le potentiel de repassivation et le potentiel de rupture. Ceci n'est pas un avantage pour l'essai en fatigue-corrosion sous potentiel libre "imposé". Nous discuterons ce point dans le chapitre suivant.

5-3 COMPORTEMENTS EN FATIGUE ET EN FATIGUE-CORROSION DE L'ALLIAGE 316L IMPLANTE A L'AZOTE

Cette étude a été d'abord entreprise par C. CHABROL et col. [3]. Nous présenterons ici les principaux résultats en fatigue à l'air et en fatigue-corrosion.

Afin de bien comprendre la rôle de l'influence d'une implantation ionique d'azote sur le comportement en fatigue-corrosion du 316L, nous avons besoin de donner, tout d'abord, les résultats d'essais en fatigue à l'air.

5-3-1 Comportement en Fatigue à l'Air

Deux niveaux de déformation plastique ont été choisis:

$$\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3} \text{ et } \Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-4}$$

Les résultats des essais sont présentés sur le tableau 5-1:

TABLEAU 5-1

Résultats de fatigue pour le 316L et le 316L implanté
à l'azote

$\Delta\varepsilon_p/2$	N_{rupture}	
	316L	316L*
4×10^{-3}	7500	4400-4800
4×10^{-4}	268000	267000

316L*=316L+implantation ionique en azote

Les courbes d'écroutissage cyclique à la forte déformation plastique ont été tracées (Fig.5-8) pour une vitesse de déformation de 10^{-2}s^{-1} . Elles sont comparées à celles obtenues sur l'alliage non implanté.

Les résultats obtenus montrent que:

A. à la forte déformation plastique $\Delta\varepsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$

1). La durée de vie des éprouvettes implantées représentent 60% à 70% de la durée de vie d'éprouvette non implantée.

2). La contrainte cyclique à saturation ($\sigma_s=326$ MPa) est supérieure de 10% à celle ($\sigma_s=296$ MPa) du 316L non implanté. L'effet de couche implantée sur la contrainte cyclique du 316L est significatif pour la forte déformation plastique imposée (écarts répétitifs aux 5% habituels en deux éprouvettes).

3). Le durcissement cyclique observé sur le matériau implanté est de 110 MPa. Pour le 316L non implanté, à ce niveau de déformation, il est de 90 MPa.

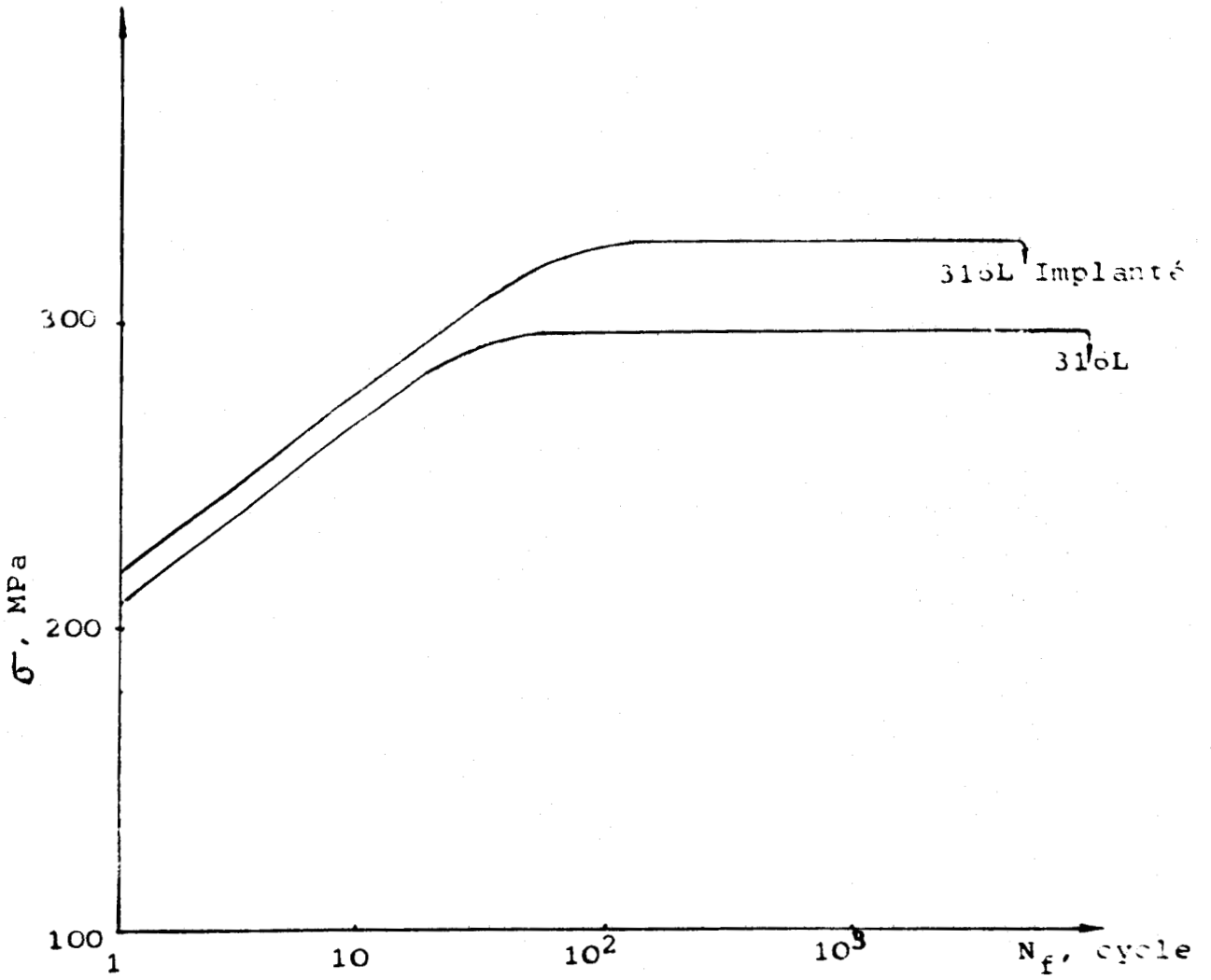


Fig.5-8 Courbes de durcissement cyclique pour les aciers 316L et 316L implanté à l'azote[3]

B. à la faible déformation plastique $\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-4}$

1). La durée de vie de l'éprouvette implantée est similaire à celle du 316L non implanté pour ce niveau de déformation.

2). La contrainte à saturation ($\sigma_s=200$ MPa) du 316L implanté est supérieure de 5% (10 MPa) environ à celle ($\sigma_s=190$ MPa) du 316L non implanté. L'effet de couche implantée sur la contrainte cyclique du 316L n'est pas très significatif pour la faible déformation plastique imposée.

3). Le durcissement cyclique observé sur le matériau implanté et non implanté, pour cette déformation, est identique.

D'autre part, l'observation de la surface des éprouvettes révèle que l'amorçage des fissures à l'air est mixte, transgranulaire et intergranulaire, majoritairement transgranulaire [3]. Ceci est différent de l'éprouvette non implantée cyclée à l'air pour laquelle l'amorçage et la propagation des fissures sont toujours transgranulaires [1] pour les conditions présentes de sollicitation.

5-3-2 Comportement en Fatigue-corrosion

Nous avons vu qu'à l'air, pour la déformation plastique $\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-3}$ imposée, la durée de vie des éprouvettes implantées ne représentent que 60% à 70% de la durée de vie de l'éprouvette non implantée. Pour la déformation plastique $\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-4}$ imposée, la durée de vie de l'éprouvette implantée à l'azote est similaire à celle du 316L non implanté. Ainsi nous ne choisissons qu'un seul niveau de déformation plastique $\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-4}$ pour étudier l'effet de la couche implantée à l'azote sur la déformation cyclique en milieu corrosif. Le milieu corrosif est la solution NaCl 30g/l à ph 6,5.

Pour l'essai à potentiel libre imposé, le montage de fatigue-corrosion étant effectué, l'éprouvette est laissée (sans contrainte) à potentiel libre jusqu'à la stabilisation de celui-ci. A l'aide du potentiostat

on impose le potentiel "libre" E_{0d} . Le courant global mesuré est donc nul au départ.

Pour l'essai à potentiel imposé à d'autres valeurs, l'éprouvette est laissée à potentiel libre jusqu'à stabilisation du potentiel. Puis, par balayage à vitesse constante ($\Delta E/\Delta t=300$ mV/h) le potentiel est amené à la valeur de potentiel imposée.

Les résultats obtenus en fatigue-corrosion sont présentés au tableau 5-2.

Les résultats obtenus montrent que:

1). En maintenant le potentiel libre (pour le 316L non implanté $E_{0d}=-100$ mV, pour le 316L implanté à l'azote $E_{0d}=+250$ mV), la durée de vie des matériaux implantés est réduite respectivement de 45% et de 16% par rapport à la durée de vie obtenu sur 316L non implanté. A noter, de plus, l'apparition d'une densité de courant au cours des essais très supérieure à celle observée pour le 316L non implanté [3].

2). En maintenant le potentiel $E_{0d}-100$ mV (i.e. pour le 316L non implanté $E_{0d}-100$ mV= -200 mV, pour le 316L implanté à l'azote $E_{0d}-100$ mV= +150mV), la durée de vie pour le 316L implanté à l'azote est supérieure de 30% à celle obtenue sur le 316L non implanté. Ainsi la durée de vie augmente légèrement avec la diminution du potentiel.

3). Si le potentiel imposé pour les deux types d'éprouvette est la même valeur +150mV, nous constatons le résultat remarquable que la durée de vie pour l'éprouvette 316L implanté à l'azote est 10 fois plus longue que celle de l'éprouvette 316L non implanté.

4). Pour le potentiel -100 mV imposé aux deux types d'éprouvettes, la durée de vie est plus longue que celles obtenues dans les cas E_{0d}^* et E_{0d}^*-100 (mV) imposés pour les éprouvettes implantées à l'azote. Pour les éprouvettes non implantées, les résultats sont les mêmes que ceux obtenus dans les potentiels E_{0d}^* et $E_{0d}-100$ (mV) imposé.

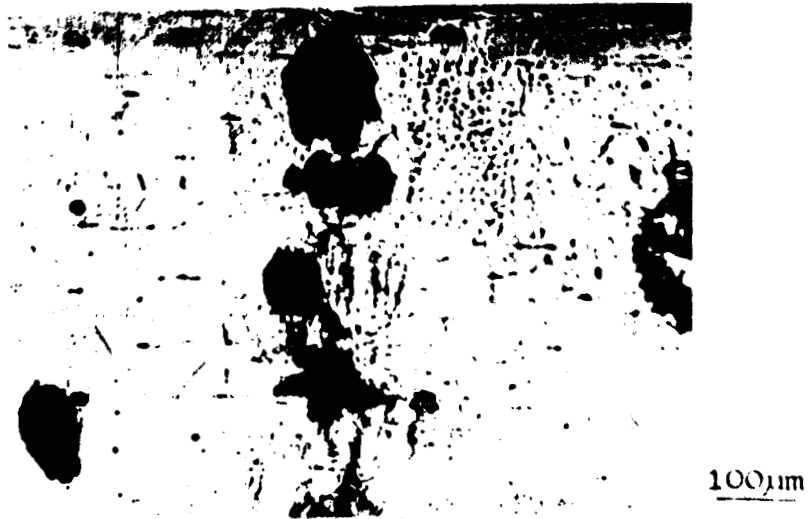


Fig.5-9 Formation de la fissure est due à la connexion des piqûres, éprouvette 316L implanté à l'aozte cyclée à $\Delta\epsilon_p/2=4 \times 10^{-4}$ en milieu 30g/l, à potentiel libre(250mV) imposé

TABLEAU 5-2

Résultats de fatigue-corrosion pour le 316L et le 316L implanté à l'azote

Conditions électrochimiques	N _{Rupture}	
	316L	316L*
E _{0d} imposé(-100 mV)	89000	49400-74500
E _{0d} * imposé(250 mV)		
E _{0d} -100 mV(-200 mV)	89000	120000
E _{0d} *-100 mV(150mV)		
150 mV imposé	12000	120000
-100 mV imposé	89000	172000
316L*=316L+implantation ionique en azote		

L'observation de la surface révèle que pour les éprouvettes 316L implantées à l'azote, au potentiel E_{0d}* ou E_{0d}*-100 mV imposé, l'amorçage et la propagation des fissures sont dues aux piqûres [3] (Fig.5-9). Cependant pour les éprouvettes 316L non implantés et au potentiel E_{0d} ou E_{0d}-100 mV imposés, l'amorçage et la propagation des fissures sont transgranulaires [1].

5-3-3 Discussion

5-3-3-1 Essais à l'air

Pour les faibles déformations imposées, le résultat que nous avons obtenu est cohérent avec les études antérieures en endurance. La présence d'une couche implantée à l'azote peut augmenter la contrainte cyclique. Ceci peut s'expliquer par la force d'interaction entre la couche

implantée et les dislocations du substrat, comme nous l'avons analysé lors de l'étude de la couche d'oxyde sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'alliage 316L.

Nous avons vu (Chapitre III, 3-4-5) que pour le matériau 316L avec couche superficielle, il y a une force d'interaction entre la couche superficielle et les dislocations du substrat. Cette force d'interaction dépend du rapport E_c/E_s , et de l'épaisseur de la couche superficielle:

$$F^* = b \left[\frac{1}{H} - \frac{\beta}{t} \left[0,76 + 1,37 \frac{h}{t} \right] \right]$$

Pour la couche implantée à l'azote, l'épaisseur est de 200 nm environ. D'après la formule ci-dessus, nous savons que si $E_c/E_s > 0,235$, la force d'interaction est répulsive pour les dislocations du substrat proches de l'interface et attractive pour les dislocations du substrat loin de l'interface. Si $E_c/E_s < 0,235$, la force d'interaction est toujours attractive, mais cette force attractive est plus faible que celle du matériau sans couche superficielle. Ainsi la présence d'une couche superficielle peut augmenter la contrainte élastique limite (σ_c) [5,6] et la contrainte cyclique au cours de fatigue.

La présence de la force d'interaction entre la couche implantée et les dislocations proches du substrat, ainsi que, l'augmentation de la microdureté en surface [7-12], conduisent à un glissement des dislocations en surface de l'éprouvette implantée plus difficile que celui de l'éprouvette sans couche implantée. C'est à dire que l'implantation ionique tend à diminuer le glissement en surface. Ainsi à déformation plastique ou totale contrôlée, il y a raréfaction des bandes de glissement en surface d'éprouvette, ce qui est cohérent avec les études antérieures [6-9, 12].

Pour les fortes déformations plastiques imposées, la durée de vie du matériau implanté à l'azote chute de 30% à 40% par rapport à celle du matériau non implanté. Il n'y a pas d'élément de comparaison dans la littérature. La rupture précoce des éprouvettes peut s'expliquer par l'effet de localisation de la plasticité en surface. A. W. SLEESWICK [13] et coll. ont trouvé que l'implantation en ions N^+ conduit à la localisation de bandes d'intrusions-extrusions en surface d'éprouvette au cours de cyclage. Il fait noter que les bandes de glissement en surface

d'éprouvette implantée sont semblables à celles du matériau non implanté.

5-3-3-2 Effet du potentiel sur la durée de vie en milieu corrosif

Comme nous l'avons vu, à potentiel libre "imposé", la durée de vie des matériaux implantés est réduite de 45% et de 16% par rapport à la durée de vie obtenu sur 316L non implanté. Ceci peut s'expliquer par fait que le potentiel libre se trouve entre le potentiel E_p et E_r après implantation ionique en azote.

Nous avons vu dans le paragraphe 5-2-2 que après l'implantation ionique en azote pour le 316L, il y a déplacement du potentiel libre vers des valeurs plus élevées. Ceci est, sans doute, favorable pour la résistance de la corrosion pure. Cependant, le potentiel libre E_{0d} pour le 316L implanté à l'azote est compris entre le potentiel E_p et E_r . Dans ce domaine de potentiel, les piqûres peuvent s'amorcer mais aussi se repassiver au cours de cyclage. C'est à dire que la surface de l'éprouvette se trouve en condition de compétition entre piqûration et repassivation. De plus, le potentiel de rupture et le potentiel libre ont tendance à diminuer petit à petit au cours de cyclage (nous avons vu ce point à la figure 4-8 dans le paragraphe 4-4-2), mais le potentiel est imposé et constant. Dans cette condition le courant de dissolution augmente et les piqûres se forment très facile. Lorsque les piqûres se forment, la dissolution se localise sur ces piqûres qui croissent jusqu'à la formation de microfissures par effet de concentration de contrainte. Ainsi la durée de vie diminue. Pour le 316L non implanté et E_{0d} ($E_{0d} < E_p$) imposé, l'amorçage des microfissures est transgranulaire dans les bandes de glissement [1] et il n'y a pas de piqûre qui s'accroît.

Le potentiel imposé ($E_{0d}-100$) mV/ECS se trouve dans le domaine passif ($E_{0d}-100 < E_p$) pour le 316L implanté à l'azote. Lorsqu'une sollicitation mécanique est appliquée, il y a une perturbation de l'interface métal/milieu, le film passif recouvrant la surface est alors rompu par les marches de glissement débouchant en surface en traction et compression [1]. La surface mise à nu donne lieu à une dissolution anodique (dépassivation) et le courant augmente. Lorsqu'il y a une relâchement élastique de la contrainte, le courant diminue par suite de la

reconstruction progressive du film passif (repassivation). Dans cette condition, il y a une compétition entre dépassivation et repassivation pour la surface des éprouvettes en traction et compression. La fissuration sera localisée sur les bandes de glissement et la piquuration est moins importante par rapport à l'essai à potentiel E_{0d}^* imposé: la durée de vie est améliorée (Tableau 5-2) pour le 316L implanté à l'azote. Cependant, pour le 316L non implanté, les potentiel $(E_{0d}-100)$ mV et E_{0d} se trouvent tous les deux dans le domaine passif: ainsi il n'y pas écart entre l'essai à E_{0d} imposé, et l'essai à $(E_{0d}-100)$ mV imposé (Tableau 5-2).

5-4 EFFET DE LA COUCHE IMPLANTÉE AU CHROME SUR LE COMPORTEMENT CYCLIQUE DE L'ALLIAGE 316L

Les résultats de cette partie sont obtenus en collaboration avec R. CHIERAGATTI et C. BIGEON (notre laboratoire).

Les essais de fatigue et de fatigue-corrosion ont été réalisés sur une machine servohydraulique INSTRON à déformation totale imposée, à la vitesse de déformation de 10^{-2} s $^{-1}$. Les essais ont été réalisés à 20°C à l'air et en milieu corrosif (NaCl 30g/l).

Un niveau de déformation totale a été choisi:

$$\Delta\epsilon_t/2=1,2 \times 10^{-3}$$

5-4-1 Comportement en Fatigue à l'Air

Les résultats des essais sont présentés sur le tableau 5-3:

La contrainte cyclique (la moyenne pour deux éprouvettes) de l'éprouvette implantée est un peu plus élevée que celle du 316L non implanté et la durée de vie de l'éprouvette implantée est augmentée de 20% à 70% par rapport à la durée de vie obtenue sur le 316L non implanté pour la même déformation totale imposée. Cependant, nous pouvons voir que pour la déformation totale ($1,2 \times 10^{-3}$) imposée, la

déformation plastique d'éprouvette 316L avec implantation ionique est moins importante que celle d'éprouvette 316L non implanté grâce à la couche implantée au chrome plus dure et la limite d'élasticité plus élevée. Il est possible que la contrainte cyclique d'éprouvette implanté soit plus élevée que celle d'éprouvette non implantée et la durée de vie similaire pour deux types d'éprouvettes si la même déformation plastique était imposée.

TABLEAU 5-3

Résultats de fatigue pour le 316L et le 316L implanté au chrome

Eprouvette	$\Delta\epsilon_i/2$	$\Delta\epsilon_p/2$	σ_{max} (MPa)	σ_s (MPa)	N_f (cycle)
316L	$1,2 \times 10^{-3}$	4×10^{-4}	244	236	$4,5 \times 10^4$
316L+Cr	$1,2 \times 10^{-3}$	$3,3 \times 10^{-4}$	250	250	$5,3 \times 10^4$
		3×10^{-4}	242	234	$7,9 \times 10^4$

Ceci dit, nous soulignons ici une amélioration des durées de vie à l'air lorsque le 316L est implanté au chrome.

L'observation des fûts montre que les bandes de glissement en surface sont semblables dans les deux cas (Fig.5-10). C'est au niveau de ces bandes que se localise la déformation plastique. Pour le 316L implanté au chrome, les microfissures s'amorcent et se propagent préférentiellement à l'intérieur de ces bandes de glissement (Fig.5-10b). Localement, on observe des plages d'intrusions et d'extrusions (Fig.5-11), sites d'amorçage préférentiel des fissures. De plus, les microfissures sur l'éprouvette implantée au chrome ont un caractère transgranulaire.

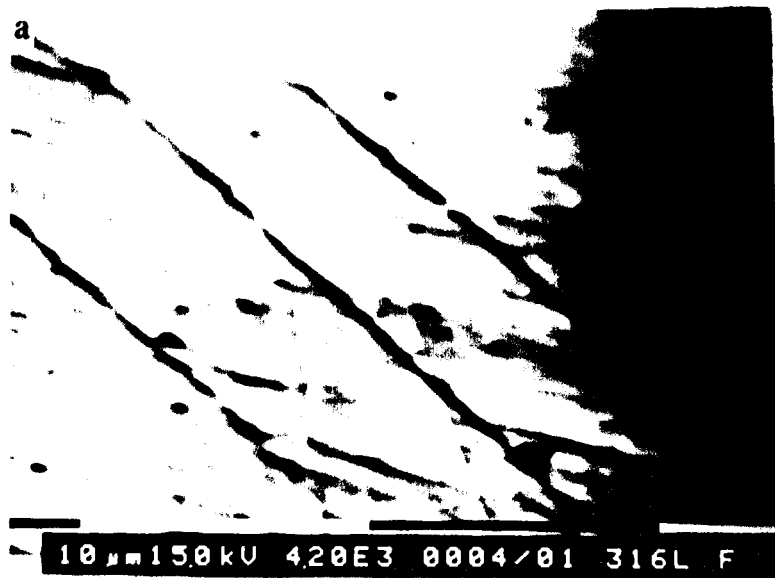


Fig.5-10 Bandes de glissement pour le 316L (a) et le 316L implanté au chrome (b) à $\dot{\epsilon}=10^{-2}s^{-1}$ et $\Delta\epsilon_t/2=1,2 \times 10^{-3}$.



Fig.5-11 Plages d'intrusions et d'extrusions dans l'éprouvette 316L implanté au chrome à $\dot{\epsilon}=10^{-2}S^{-1}$ et $\Delta\epsilon_{p/2}=4 \times 10^{-4}$.

5-4-2 Comportement en Fatigue-corrosion

Nous ne choisissons que la seule déformation totale ($1,2 \times 10^{-3}$) et le courant nul imposé. Le milieu corrosif est la solution de NaCl 30g/l. Les résultats obtenus sont présentés au tableau 5-4

TABLEAU 5-4

Résultats de fatigue-corrosion pour le 316L et le 316L implanté au chrome en milieu NaCl 30g/l

Eprouvette	$\Delta \epsilon_t / 2$	$\Delta \epsilon_p / 2$	σ_{max} (MPa)	σ_s (MPa)	N_f (cycle)
316L	$1,2 \times 10^{-3}$	4×10^{-4}	242	234	$3,9 \times 10^4$
316L+Cr	$1,2 \times 10^{-3}$	$3,2 \times 10^{-4}$	236	225	$4,7 \times 10^4$

Le tableau ci-dessus et les courbes $\sigma=f(N)$ (Fig.5-12) montrent que pour la même déformation totale et le courant nul imposé, il n'y a pas de différence significative pour la durée de vie et la contrainte cyclique entre 316L et 316L implanté.

Nous enregistrons l'évolution de potentiel libre au cours du cyclage (Fig.5-13) pour le 316L et le 316L avec couche implantée au chrome. Nous observons que:

1). Au début du cyclage, pendant une dizaine de cycles environ, les potentiels libres diminuent pour les deux types d'éprouvettes. Cette phase correspond à l'érouissage cyclique du matériau, de nombreuses lignes de glissement se forment sur la surface. La surface dépassivée augmente alors rapidement pendant les premiers cycles dans le cas de courant nul imposé. Pour maintenir le courant total à zéro, il est nécessaire de diminuer le potentiel libre.

2). Dans les quelques centaines de cycles suivants, le potentiel augmente progressivement pour le 316L non implanté. Cependant pour

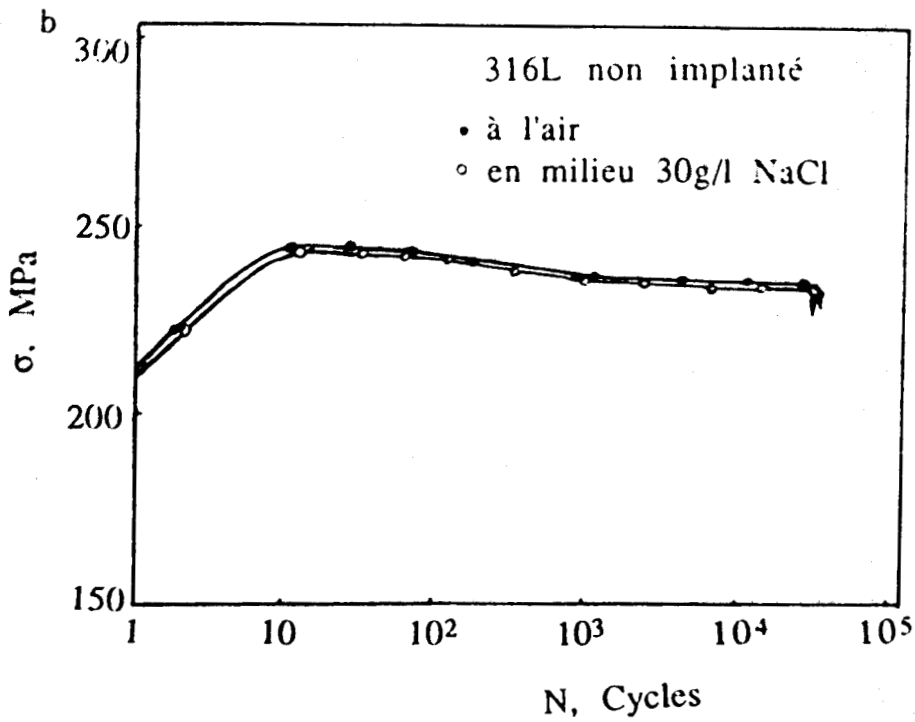
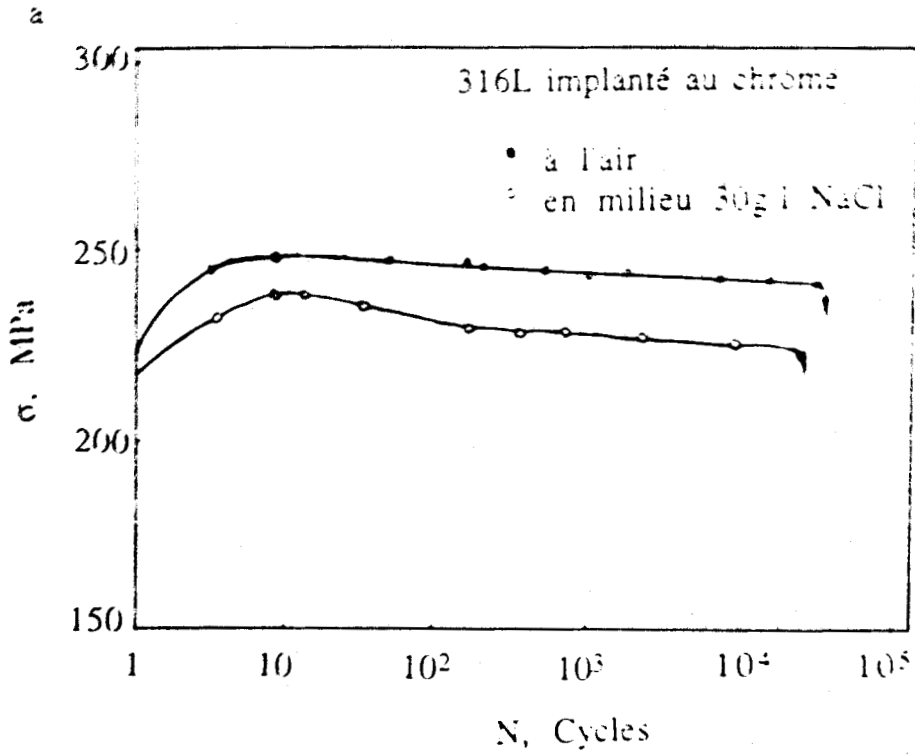


Fig.5-12 Courbes $\sigma_T=f(N)$ de l'alliage 316L implanté au chrome (a) et 316L non implanté (b) à l'air et en milieu NaCl 30g/l.

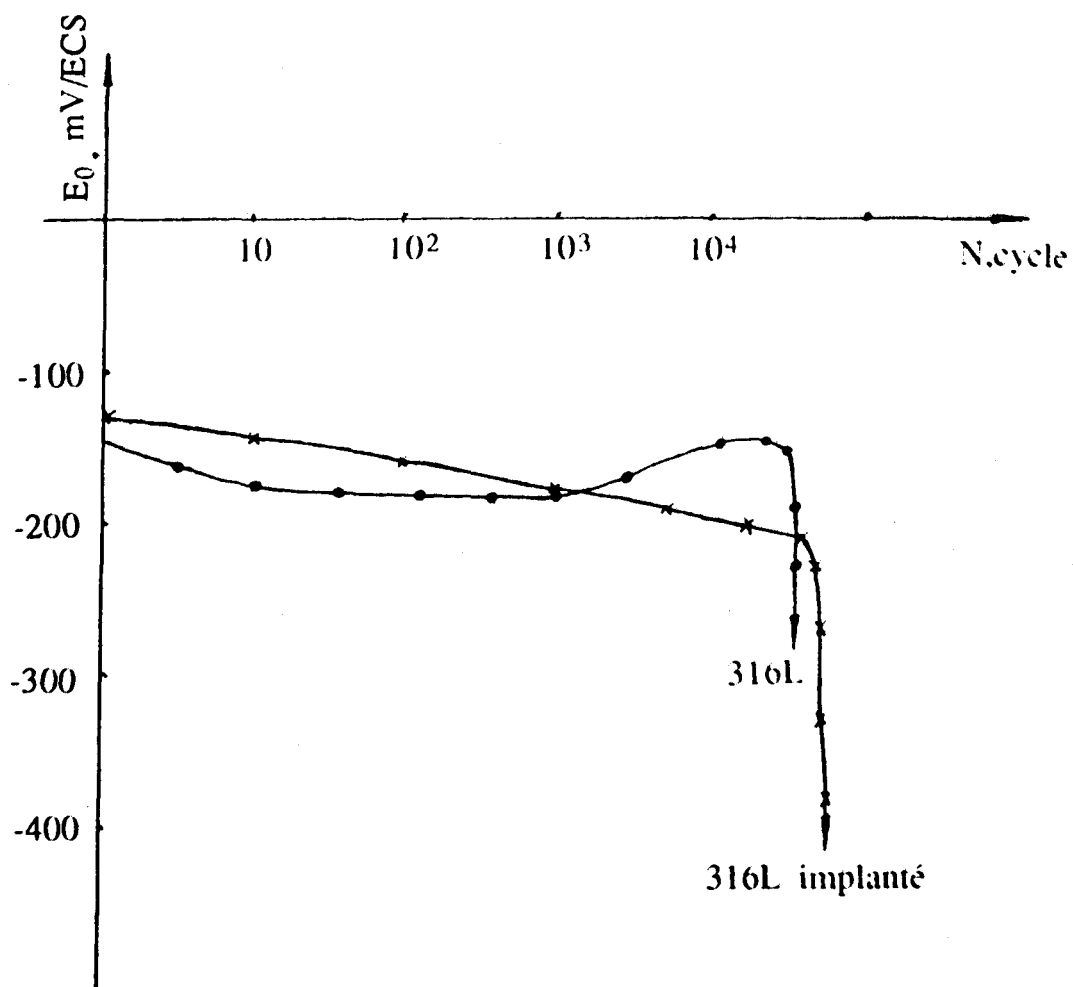


Fig.5-13 Evolution du potentiel électrochimique pour l'alliage 316L et 316L implanté au chrome à $\dot{\epsilon}=10^{-2}\text{S}^{-1}$ et $\Delta\epsilon_{p/2}=4\cdot 10^{-3}$ en milieu NaCl 30g/l, à courant nul imposé.

le 316L avec implantation ionique en chrome, le potentiel libre diminue encore. Ceci est dû à la localisation de la déformation plastique en fatigue pour le 316L non implanté. Les lignes de glissement, précédemment créées, se regroupent dans les bandes de glissement, accommodant toute la déformation plastique. La dépassivation cyclique a alors lieu uniquement dans ces bandes et la surface dépassivée est alors réduite par rapport au premier stade et le courant de dissolution anodique diminue. Ainsi pour maintenir le courant total nul, il est normal que le potentiel augmente. Cependant, pour le 316L implanté avec chrome, le potentiel E_r est moins élevée et des piqûres se forment facilement au cours de cyclage. Ceci conduit à l'augmentation de courant de dissolution. Alors pour maintenir le courant total nul, le potentiel libre diminue progressivement jusqu'à l'apparition de microfissures et de piqûres de taille suffisante pour rendre la repassivation plus difficile le potentiel continue à diminuer rapidement.

3). Ensuite, pour le 316L non implanté, le potentiel libre se stabilise complètement, la dissolution est complètement localisée dans les bandes de glissement. L'activité anodique devient constante: un équilibre s'établit entre les cinétiques de dépassivation mécanique et de repassivation. Enfin, le potentiel diminue très rapidement, ce qui correspond à l'apparition de microfissures de taille suffisante pour rendre la repassivation plus difficile.

L'observation du fût des éprouvettes révèle que l'amorçage et la propagation des fissures en milieu corrosif sont transgranulaires (Fig.5-14), comme à l'air (Fig.5-10).

5-5 CONCLUSION

L'objectif de ce chapitre a été d'étudier l'effet d'une couche implantée sur la plasticité cyclique de l'acier inoxydable austénitique 316L. Les résultats obtenus permettent de tirer plusieurs conclusions:

1). La présence de couches implantées, qu'elle soit au chrome ou à l'azote, permet d'accroître légèrement les contraintes cycliques de l'alliage 316L quand la déformation plastique est imposée. Ceci peut s'expliquer par l'interaction entre la couche superficielle et les dislocations du substrat.



Fig.5-14 Fissure secondaire dans l'éprouvette 316L. implante au chrome à $\dot{\epsilon}=10^{-2}\text{s}^{-1}$ et $\Delta\epsilon_f/2=1,2\times 10^{-3}$ en milieu NaCl 30g/l

2). A l'air, l'implantation ionique ne modifie pas la durée de vie pour les faibles déformations plastiques imposées. Pour les fortes déformations, l'implantation ionique à l'azote contribue à diminuer de 30% à 40% la durée de vie.

3). Pour l'implantation ionique à l'azote, l'effet du potentiel "imposé" sur la durée de vie est significatif. En maintenant le potentiel libre, la durée de vie des matériaux implantés est réduite par rapport à la durée de vie obtenu sur 316L non implanté. Mais si le potentiel "imposé" pour deux types d'éprouvettes est de l'ordre de +150 mV/ECS, nous constatons le résultat remarquable que la durée de vie pour l'éprouvette 316L implanté à l'azote est 10 fois plus longue que celle de l'éprouvette 316L non implanté.

4). Pour les faibles déformations plastiques et à courant nul "imposé", il n'y a pas de différence significative pour la durée de vie et la contrainte cyclique entre le 316L et 316L implanté au chrome. Cependant l'implantation au chrome rend sensible le 316L à la piqûration que l'implantation à l'azote. Ce dernier type d'implantation est préférable.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 J.M. LARDON, Thèse ENSMS, 1986.
- 2 C. CHABROL et R. LEVEQUE, Matériaux et Techniques, Nov-Déc. (1989)25.
- 3 C. CHABROL, J. DHERS, T. MAGNIN et C. RAMADE, RE88678(1988), UNIREC, Firminy.
- 4 L. BOURDEAU, Thèse USTL, à apparaître.
- 5 J.G HAN and R.F. HOCHMAN, Mater. Sci. Eng., 90(1987)317.
- 6 D.S. GRUMOMON, J.W. JONES, J.M. ERIDON, G.S. WAS and L.E. REHN, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B19/20(1987)227.
- 7 W.C. OLIVER, C.J. MCHARGUE and S.J. ZINKLE, Thin Solid Film, 153(1987)185.
- 8 D.J. MORRISON, J.W. JONES, G.S. WAS, A. MASHAYEKHI and D.W. HOFFMAN, Papier Presented at Inter. Conf. on Surface Modification of Metals by Ion Implantation,1989.
- 9 D.J. MORRISON, J.W. JONES, D.E. ALEXANDER, C. KOVACH and G.S. WAS, Papier Presented at Inter. Conf. on Surface Modification of Metals by Ion Implantation,1989.
- 10 KENICHI TERASHIMA, TOMOYA MINEGISHI, MASAYA IWAKI and KENICHI KAWASHIMA, Mater. Sci. Eng., 90(1987)229.
- 11 M. IWAKI, T. FUJIHAMA and K. OKITAKA, Mater. Sci. Eng., 69(1985)211.
- 12 D.S. GRUMOMON, J.W. JONES, and G.S. WAS, Met. Trans. 19A(1988)2775.
- 13 A.W. SLEESWICK, H.J.G. KOK and G. BOOM, Scripta Metall. 14(1980)919.

CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce travail, nous nous sommes fixés comme objectif principal d'analyser les effets de surface en plasticité cyclique d'alliages C.F.C. et C.C. monophasées. En particulier nous avons discuté le mécanisme de l'effet d'une couche solide superficielle sur le comportement en fatigue oligocyclique et modélisé ce mécanisme à l'aide des anciennes idées utilisant le concept de force-image et l'interaction entre une dislocation du substrat et la couche solide en surface.

Les résultats obtenus permettent de tirer plusieurs conclusions claires quant aux mécanismes de l'effet des couches de surface (couche d'oxyde liée à l'oxydation à chaud, couche implantée en ions et couche passive en milieu aqueux) sur la plasticité cyclique des alliages C.F.C. et C.C..

Dans l'ordre, nous mettons en évidence:

Premièrement l'effet d'interaction entre une couche superficielle et une dislocation coin du substrat;

La présence des couches solides superficielles modifie la force d'interaction entre une surface et les dislocations du substrat. Cette nouvelle force d'interaction dépend du rapport E_c/E_s et de l'épaisseur de la couche superficielle:

$$F^* = b \left[\frac{1}{H} - \frac{\beta}{t} \left[K_1 + \frac{h}{t} K_2 \right] \right]$$

où t est la position d'une dislocation coin du substrat;

$H = t + h$, h est l'épaisseur de couche d'oxyde;

$\beta = E_c / (E_c + E_s)$;

E_c est le module d'Young de la couche d'oxyde;

E_s est le module d'Young du substrat;

$$K_1 = \frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{\nu}{1-2\nu}$$

$$K_2 = \frac{3(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2} - \frac{(5-2\nu)(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2(2-\nu)} + \frac{1}{4(1-2\nu)}$$

ν est le coefficient de Poisson.

Deuxièmement, le rôle de la couche d'oxyde et de l'environnement sur la plasticité cyclique de l'alliage 316L:

La force d'interaction entre les dislocations du substrat et la couche d'oxyde nous a en effet permis de comprendre l'effet d'une couche d'oxyde sur le comportement cyclique de l'alliage 316L:

1). La présence de la couche d'oxyde peut augmenter la contrainte cyclique et la durée de vie, particulièrement dans l'essai sous vide (les durées de vie sont multipliées par 2 à 4 par rapport à l'air, et l'augmentation de contrainte cyclique est d'environ 20% par rapport à celle d'éprouvette sans couche d'oxyde), sur le 316L pré-oxydé, à 300°C.

2). Il y a une réversibilité de contrainte cyclique pour la même éprouvette cyclée alternativement entre l'air et le vide. Quand on passe la même éprouvette du vide à l'air, la contrainte cyclique est réduite et revient progressivement à la valeur à l'air. Au contraire, quand on passe de l'air au vide, la contrainte augmente et revient petit à petit à la valeur initiale sous vide.

3). La force d'interaction entre le substrat et la couche d'oxyde dépend du rapport E_c/E_s . Si E_c/E_s est très petit ($<0,3$), la force d'interaction entre la dislocation du substrat et la couche d'oxyde est toujours attractive. Si E_c/E_s est plus fort ($>0,3$), la force d'interaction peut devenir répulsive pour les dislocations du substrat proches de

l'interface et attractive pour celles loin de l'interface. Il y a une position d'équilibre t_0 pour des dislocations proches de l'interface dans le substrat. Cette profondeur t_0 dépend du rapport E_c/E_s et de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Pour l'essai à l'air et à 300°C, la présence de la vapeur d'eau diminue le module d'Young de la couche d'oxyde E_c ; ceci induit une diminution de rapport E_c/E_s et un effet d'adoucissement pour l'éprouvette de 6 mm diamètre. Pour l'essai sous vide, la couche d'oxyde est plus dure, ceci induit un rapport E_c/E_s plus élevé et un effet de durcissement pour l'éprouvette de 6 mm diamètre.

4). La combinaison de l'effet de la génération des dislocations de l'interface entre la couche d'oxyde et le substrat et de l'effet de la force d'image peut expliquer l'effet de réversibilité de la contrainte cyclique air-vide et l'effet de l'environnement sur la contrainte cyclique.

5). La déformation plastique est plus inhomogène dans chaque grain pour le 316L cyclé à l'air. Ceci conduit à une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression et à un amorçage rapide des fissures par des mécanismes d'intrusions-extrusions dans les B.G.P.. Ainsi l'essai à l'air induit une diminution de la durée de vie. Au contraire, l'essai sous vide conduit à une grande réversibilité de la déformation entre traction et compression, ceci retarde l'amorçage de fissure, et améliore la durée de vie pour l'éprouvette avec couche d'oxyde.

Troisièmement, l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur la plasticité cyclique en surface des matériaux C.C. et C.F.C. en milieu NaCl 30g/l;

1) Les résultats d'essais de fatigue-corrosion sont intéressants pour vérifier la première condition nécessaire à la fissuration prédite par le modèle T. MAGNIN en CSC: la dissolution anodique (et/ou l'hydrogène) adoucit la surface et favorise une plasticité de surface.

2) L'adoucissement dépend du rapport surface/volume des échantillons testés. Plus le rapport surface/volume des échantillons testés est important, plus l'adoucissement intervient en milieu corrosif, ce qui montre bien un effet de surface.

3) Les enregistrements de potentiel au cours du cyclage confirment bien que les effets observés en milieu corrosif correspondent généralement à un phénomène de dépassivation-repassivation cyclique.

4) La dissolution anodique se traduit par un endommagement superficiel d'autant plus marqué qu'il est très localisé au cours de la fatigue-corrosion. Ceci induit une diminution de contrainte cyclique. Le mécanisme de fragilisation par l'hydrogène résulte d'une réduction de l'énergie de cohésion et d'un effet de pression interne. Cet adoucissement n'est pas lié à un problème des fissures que la corrosion amorcerait de manière précoce.

Enfin, l'effet d'une couche implantée sur la plasticité cyclique de l'acier inoxydable austénitique 316L.

1). La présence de couches implantées, qu'elles soient implantées au chrome ou à l'azote, permet d'accroître légèrement les contraintes cycliques de l'alliage 316L quand la déformation plastique est imposée. Ceci peut s'expliquer par l'interaction entre la couche superficielle et les dislocations du substrat, selon le modèle décrit précédemment pour une couche d'oxyde solide.

2). A l'air, l'implantation ionique ne modifie pas la durée de vie pour les faibles déformations plastiques imposées. Pour les fortes déformations, l'implantation ionique à l'azote contribue à diminuer de 30% à 40% la durée de vie.

3). Pour l'implantation ionique à l'azote, l'effet du potentiel "imposé" sur la durée de vie est significatif. En maintenant le potentiel libre, la durée de vie des matériaux implantés est réduite par rapport à la durée de vie obtenue sur 316L non implanté. Mais si le potentiel "imposé" pour deux types d'éprouvettes est de l'ordre de +150 mV/ECS (proche de potentiel de piques du 316L non implanté), nous constatons le résultat remarquable que la durée de vie pour l'éprouvette 316L implanté à l'azote est 10 fois plus longue que celle de l'éprouvette 316L non implanté.

4). Il faut souligner que dans le cas de l'implantation au chrome, il s'est certainement formé des carbures de chrome dont la répartition est inhomogène. Ceci rend le 316L plus sensible à la

piqûration lors qu'il est implanté au chrome que une implantation à l'azote. Ce dernier type d'implantation est préférable.

On savait déjà l'importance d'état de surface pour l'essai de fatigue (rugosité, traitement de surface). On voit dans cette étude l'importance des conditions d'environnement qui peuvent modifier de façon significative les comportements mécaniques des couches de surface, et par là du substrat.



MOTS-CLES:

Plasticité cyclique
 Dislocation
 Couche superficielle
 Endommagement
 Matériaux C.F.C. et C.C.

Fatigue-corrosion
 Force-image
 Implantation
 Dissolution anodique

RESUME:

L'objectif de cette étude est d'analyser l'effet des couches de surface (couche d'oxyde liée à l'oxydation à chaud, couche implantée en ions et couche passive en milieux aqueux) sur les mécanismes d'endommagement en plasticité cyclique. Cette étude prend en compte à la fois l'effet des couches solides sur le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion de matériaux C.C. et C.F.C. dans différents environnements, la force d'interaction entre la couche et les dislocations du substrat ainsi que la formation des microfissures. Dans cette étude, nous donnons notre propre calcul de la force d'interaction entre une couche superficielle et les dislocations coins du substrat:

$$F^* = b \left[\frac{1}{H} - \frac{\beta}{t} \left[K_1 + \frac{h}{t} K_2 \right] \right]$$

où t est la position d'une dislocation coin du substrat;

$H = t + h$, h est l'épaisseur de couche superficielle;

$\beta = E_c / (E_c + E_s)$;

E_c est le module d'Young de la couche superficielle;

E_s est le module d'Young du substrat;

$$K_1 = \frac{3-2\nu}{2-\nu} - \frac{\nu}{1-2\nu}$$

$$K_2 = \frac{3(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2} - \frac{(5-2\nu)(1-\nu)}{2(1-2\nu)^2(2-\nu)} + \frac{1}{4(1-2\nu)}$$

ν est le coefficient de Poisson.

Cette détermination de la force d'interaction conduit à de nouvelles explications, notamment grâce à l'utilisation d'essai sous vide, au niveau du mécanisme de l'effet des couches superficielles sur le comportement cyclique des matériaux à l'aide des anciennes idées utilisant le concept de force-image. De plus, nous présentons l'effet de la dissolution anodique et de l'hydrogène sur le comportement en fatigue-corrosion des alliages passivables et vérifions la première condition des mécanismes de fissuration par C.S.C. d'un modèle récent présenté par T. MAGNIN. Nous étudions également l'effet d'une couche implantée en ions chrome ou azote sur le comportement purement électrochimique et le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion de l'acier 316L.