



Étude de la tenue en fatigue d'un acier inoxydable pour l'aéronautique en milieu marin corrosif

Mohamed El May

► To cite this version:

Mohamed El May. Étude de la tenue en fatigue d'un acier inoxydable pour l'aéronautique en milieu marin corrosif. Autre. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2013. Français. NNT : 2013ENAM0012 . pastel-00917240

HAL Id: pastel-00917240

<https://pastel.hal.science/pastel-00917240>

Submitted on 11 Dec 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Mécanique ”

présentée et soutenue publiquement par

Mohamed EL MAY

le 19 Avril 2013

**Etude de la tenue en fatigue d'un acier inoxydable martensitique
pour l'aéronautique en milieu marin corrosif**

Directeur de thèse : **Thierry PALIN-LUC**
Co-directeur de la thèse : **Nicolas SAINTIER**

Jury

M. Éric ANDRIEU, Professeur, CIRIMAT, ENSIACET, Toulouse
M. Yves NADOT, Professeur, Institut Pprime, ENSMA, Université de Poitiers
M. Vincent VIGNAL, Directeur de recherche CNRS, LICB, Université de Bourgogne
Mme Nadine PEBERE, Directrice de recherche CNRS, CIRIMAT, ENSIACET Toulouse
M. Olivier BRUCELLE, Dr., Responsable matériaux métalliques et procédés spéciaux, Ratier-Figeac
M. Olivier DEVOS, Maître de conférences, I2M, Université Bordeaux 1
M. Nicolas SAINTIER, Maître de conférences HDR, I2M, Arts et Métiers ParisTech
M. Thierry PALIN-LUC, Professeur, I2M, Arts et Métiers ParisTech

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Examinateur

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'école Arts et Métiers ParisTech (CER de Bordeaux) au département Durabilité des Matériaux, des Assemblages et des Structures (DuMAS) de l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie – Bordeaux (I2M) dans le cadre du projet ARCAM en collaboration avec la société Ratier-Figeac.

Je tiens dans un premier temps à remercier Monsieur Thierry PALIN-LUC, Professeur à l'école Arts et Métiers ParisTech (CER de Bordeaux), pour sa disponibilité, pour sa rigueur et pour m'avoir guidé tout en me laissant une grande liberté et en me confiant plusieurs responsabilités dont j'espère avoir été à la hauteur. Travailler à tes côtés a été extrêmement enrichissant, tant sur le plan professionnel que scientifique.

Mes remerciements vont également à Monsieur Nicolas SAINTIER, Maître de Conférences HDR à l'école Arts et Métiers ParisTech (CER de Bordeaux) et co-encadrant de ce travail de thèse, pour la gentillesse et la patience qu'il a manifestées à mon égard durant cette thèse, pour son aide, pour ses précieux conseils et pour toutes les idées ingénieuses qui m'ont permis d'avancer dans mon travail.

Je tiens à remercier Monsieur Olivier DEVOS, Maître de Conférences à l'Université Bordeaux 1, pour son aide, son soutien, sa sympathie et le temps important qu'il m'a accordé pour m'expliquer les techniques de caractérisation des systèmes électrochimiques. J'ai beaucoup apprécié ta participation à ce projet et ton savoir-faire, qui m'ont permis de mener au mieux ces travaux de thèse.

Je tiens à remercier Monsieur Yves NADOT, Professeur à l'ENSMA de Poitiers, et Monsieur Vincent VIGNAL, Directeur de recherche CNRS à l'Université de Bourgogne, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Je remercie Madame Nadine PEBERE, Directrice de Recherche au CIRIMAT de Toulouse pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse. Je te remercie pour les échanges et les conseils partagés au cours des réunions du projet ARCAM.

Je remercie Monsieur Éric ANDRIEU, Professeur au CIRIMAT de Toulouse, pour avoir accepté de présider mon jury de thèse.

J'aimerais adresser un remerciement particulier à Monsieur Olivier BRUCELLE, Responsable matériaux métalliques et procédés spéciaux à Ratier-Figeac, partenaire industriel de cette étude. Je lui suis reconnaissant pour son soutien, sa confiance et la qualité des relations qui se sont établies entre nous tout au long de ces années.

Ce travail n'aurait pas pu aboutir sans l'aide de nombreuses personnes. Que me pardonnent celles que j'oublie ici, mais j'adresse cependant une pensée particulière à Monsieur Philippe MAS et Monsieur Pierre EYQUEM qui m'ont énormément aidé pendant ces années. J'exprime ma reconnaissance à Monsieur Jean-Marc OLIVE pour son accueil chaleureux à chaque fois que j'ai sollicité son aide, ainsi que pour ses multiples encouragements, notamment lors de ma première communication internationale en Pologne. Merci à Messieurs Ali CHIRAZI et Dominique BERNARD de l'ICMCB, pour les discussions autour des analyses en microtomographie X. Et merci enfin à tous nos partenaires industriels et académiques du projet ARCAM, en particulier, Madame Sophie RÉGNIER de l'ICAM de Toulouse, pour son aide dans la mise en place des conditions de pré-corrosion

des éprouvettes de fatigue.

J'ai pu travailler dans un cadre particulièrement agréable, grâce à l'ensemble des membres du département DuMAS de l'I2M. Je pense particulièrement à Jonathan, François, Christophe, Jérémy, Didier, Jean-Luc, Sandra, Charles, Damien, Nicolas, David, Maxime. Merci à tous pour votre aide, votre bonne humeur, pour toutes ces séances de rires et de sourires, et pour toutes les découvertes (ski, pêche...).

Ces remerciements ne seraient pas complets sans une pensée pour mes parents et mes frères qui ont su m'apporter le soutien moral indispensable à la réalisation de ce travail. Merci à tous mes grands-parents, mes oncles, tantes et cousins, cousines de m'avoir encouragé quand j'en avais besoin.

Un immense merci à ma femme Wafa qui m'a soutenu et aidé dans les périodes de doute. Mes dernières pensées iront vers ma famille, et surtout mes parents Ali et Fatima, qui m'auront permis de poursuivre mes études jusqu'à aujourd'hui. Je leur dédie ce mémoire.

À tous ceux qui m'aiment

Table des matières

Table des matières	v
Introduction	1
1 Corrosion et fatigue-corrosion des aciers inoxydables : une synthèse bibliographique	3
1 Corrosion des aciers inoxydables en milieu liquide	4
1.1 Les aciers inoxydables martensitiques	4
1.1.1 Microstructure des aciers inoxydables martensitiques . . .	4
1.1.2 Les dislocations	5
1.1.3 Précipitations et inclusions	6
1.1.4 Propriétés mécaniques et traitements de revenus	6
1.2 Caractéristiques de la couche passive	8
1.2.1 Propriétés électrochimiques	8
1.2.2 Passivation des aciers inoxydables	9
1.2.3 Mécanismes d'initiation de la corrosion localisée par rupture de passivité	11
1.2.3.1 Mécanismes par adsorption et/ou pénétration des anions agressifs	11
1.2.3.2 Mécanismes par rupture mécanique	12
1.3 Comportement électrochimique des aciers inoxydables	12
1.3.1 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	12
1.3.2 Phénomènes électrochimiques identifiables par SIE	13
2 Amorçage des fissures en fatigue	15
2.1 Critères de fatigue à grande durée de vie pour matériau avec défauts géométriques	16
2.1.1 Critère de Murakami	17
2.1.2 Approches prenant en compte le gradient des contraintes .	18
2.1.2.1 Critère de Crossland pour un matériau sain . . .	18
2.1.2.2 Effet du gradient des contraintes	19
2.1.2.3 La théorie des distances critiques	20
2.1.3 Analyse des différents critères	21
2.2 Effet de la pré-corrosion sur la fatigue	22
3 Fatigue-corrosion des alliages passivables	23
3.1 Causes d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion	23
3.1.1 Défauts métallurgiques	23
3.1.2 Agressivité du milieu	25
3.1.2.1 Concentration des chlorures	25
3.1.2.2 Acidité du milieu	27
3.1.2.3 Température	28

3.1.3	Effet de polarisation électrochimique	28
3.1.4	Effet de la fréquence d'essai	30
3.1.5	Effet de synergie déformation cyclique/corrosion rôle des bandes de glissement	32
3.2	Modèles de Prévision de la durée de vie en fatigue-corrosion	33
3.2.1	Domaine de passivation : effet des bandes de glissement . .	34
3.2.2	Domaine de piqûration : transition piqûre/fissure courte .	35
3.2.2.1	Modèle de Müller [79]	36
3.2.2.2	Modèle de Kondo [59]	37
3.2.2.3	Modèle de Chen [19]	38
3.2.2.4	Intégration de la loi de Faraday dans la croissance des piqûres : Cawley (1996)	39
3.2.3	Discussion	40
4	Conclusion et synthèse bibliographique	41
2	Caractérisation du matériau étudié	43
1	L'acier X12CrNiMoV12-3	44
1.1	Composition	44
1.2	Microstructure et analyse inclusionnaire	44
2	Étude du comportement mécanique cyclique de l'acier	48
3	Comportement mécanique cyclique de l'acier étudié	49
3.1	Choix d'un modèle de comportement	49
3.2	Identification des paramètres par optimisation	51
4	Étude de la résistance en fatigue à l'air de l'acier	53
4.1	Géométrie des éprouvettes et conditions des essais	53
4.2	Courbes S-N à l'air	55
4.3	Analyse optique et MEB des zones d'amorçage	56
5	Conclusion et synthèse	60
3	Effet de la pré-corrosion sur la durée de vie en fatigue du matériau	61
1	Milieu corrosif de l'étude	62
2	Corrosion par piqûration	62
2.1	Protocole expérimental	62
2.2	Comportement électrochimique de l'acier étudié	63
2.2.1	Potentiels caractéristiques	63
2.2.2	Essais de corrosion par piqûre	64
3	Essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées	65
3.1	Géométrie des éprouvettes et préparation des surfaces	66
3.2	Conditions de piqûration des éprouvettes de fatigue	66
3.3	Essais de fatigue à l'air sur éprouvettes pré-corrodées	69
3.4	Application du critère de Murakami	72
3.5	Discussion	72
4	Modélisation à partir d'un défaut de géométrie hémisphérique	73
4.1	Identification des paramètres du critère de Crossland	73
4.2	Paramètres géométriques des défauts de corrosion étudié	74
4.3	Conditions de calcul par la méthode des éléments finis	75
4.3.1	Modèle géométrique et maillage	75
4.3.2	Modèle de comportement	75
4.3.3	Conditions aux limites	76

4.4	Résultats des calculs avec une contrainte appliquée égale à la limite de fatigue du matériau sans défaut	76
4.4.1	Facteur de concentration de contrainte	76
4.4.2	Contrainte équivalente de Von Mises	77
4.5	Champs associé à la contrainte équivalente de Crossland	78
4.6	Application du critère proposé par Gadouini [38]	82
4.7	Limitation du critère de Gadouini [38]	83
4.8	Proposition d'un critère volumique non local basé sur le critère de Crossland	83
4.8.1	État de l'art	83
4.8.2	Proposition d'une approche volumique basée sur le critère de Crossland	85
4.8.3	Comparaison entre le critère de Crossland ponctuel et Crossland volumique	87
4.9	Application du critère dans les différents cas de calcul sur une géométrie hémisphérique de défaut	89
5	Etude d'une géométrie réelle de défaut	90
5.1	Application du critère de Crossland avec moyenne volumique	91
5.1.1	Comparaison avec les résultats d'une géométrie hémisphérique équivalente	93
5.1.2	Dépendance au maillage	94
6	Conclusion et synthèse	95
4	Effet de la corrosion sur la durée de vie en fatigue de l'acier X12CrNiMoV12-	97
3		
1	Méthodes d'études électrochimiques de la dép passivation	98
1.1	Effet de la corrosion sur la valeur du potentiel libre	98
1.2	Effet du chargement de traction sur la valeur du potentiel libre	100
1.3	Mesures d'impédance électrochimique	102
2	Essais de fatigue en milieu aqueux corrosif	108
2.1	Conditions des essais de fatigue-corrosion	108
2.1.1	Géométrie des éprouvettes	108
2.1.2	Milieu corrosif	109
2.1.3	Montage de suivi électrochimique in-situ	109
2.1.4	Effet de l'agitation du milieu	110
2.2	Courbes S-N en milieu aqueux	112
2.3	Analyse des zones d'amorçage des fissures	114
2.4	Comportement électrochimique in-situ	114
2.4.1	Suivi du potentiel libre	114
2.4.2	Spectroscopie d'impédance électrochimique globale	118
2.5	Rep assivation de l'acier après cyclage mécanique	121
2.6	Épaisseur de la couche passive	123
2.7	Effet de la fréquence du chargement	124
2.8	Scénario d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion de l'acier X12CrNiMoV12-3	125
3	Modèle d'endommagement	127
3.1	Dép assivation de l'acier sous chargement cyclique	128
3.1.1	Discussion	133
3.2	Développement de la corrosion assisté par le chargement cyclique	134

4	Conclusion et synthèse	138
	Conclusion générale et perspectives	139
	Annexe : Méthode de l'escalier court	143
	Bibliographie	145

Introduction

Le plus grand souci des constructeurs aéronautiques est la sécurité des passagers, qui doit être assurée durant tout le cycle de vie des avions. Les règles générales de sécurité et de dimensionnement des éléments aéronautiques sont données par la direction générale de l'aviation civile (DGAC) en France (FAR : Federal Aviation Regulation aux U.S.A). Dans ce secteur, le dimensionnement des pièces est fait le plus souvent en fatigue avec la précaution de choisir un matériau résistant à l'agressivité de l'environnement du système. Ce choix est généralement validé par des tests normalisés de corrosion en brouillard salin. Le problème majeur de cette approche dimensionnelle est la non prise en compte des phénomènes de couplage qui peuvent avoir lieu entre la fatigue et la corrosion. Pourtant, de nombreuses études [29, 60, 64] ont montré que ni le chargement cyclique à l'air, ni la corrosion ne peuvent reproduire séparément les mêmes mécanismes d'endommagement dus aux phénomènes de couplage.

Les structures aéronautiques présentent quelques organes mécaniques en acier inoxydable martensitique qui ne sont pas facilement accessibles pour le contrôle non destructif. L'accès à ces pièces nécessite de lourdes opérations de maintenance nécessitant le démontage de systèmes mécaniques complexes. Le dimensionnement de ces organes est alors à faire en "durée de vie sûre", expression qui traduit la règle de non tolérance à l'amorçage de fissures de fatigue. Il est alors nécessaire de prendre en compte l'effet combiné de la fatigue et de la corrosion dans l'amorçage de fissure.

Dans ce cadre, la société Ratier-Figeac, filiale du groupe Hamilton Sundstrand, a lancé le projet ARCAM, Amélioration de la Résistance à la Corrosion des Aciers inoxydables Martensitiques, pour mieux appréhender les règles de dimensionnement en fatigue en environnement agressif des pièces fonctionnelles en acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3. Ce projet associe les compétences d'un équipementier aéronautique (Ratier-Figeac), d'un producteur d'acier (Aubert et Duval), de laboratoires de recherche (I2M, ICAM et CIRIMAT) et d'un spécialiste des contrôles non destructifs (Olympus). L'objectif essentiel de cette thèse, réalisée dans le cadre du projet ARCAM, est d'identifier les mécanismes d'endommagement en fatigue-corrosion de l'acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3 dans le domaine des grandes durées de vie (10^5 à 10^7 cycles). D'une part, les processus d'amorçage des fissures en fatigue autour des défauts de corrosion seront déterminés. D'autre part, les phénomènes de couplage fatigue/corrosion qui peuvent exister seront étudiés afin de discriminer les mécanismes qui gouvernent la durée de vie. Après avoir identifié les mécanismes d'endommagement en fatigue-corrosion, nous essayerons de modéliser l'action de la corrosion sur l'amorçage des fissures de fatigue en utilisant deux approches. La première traite l'effet des défauts de corrosion pré-existants sur la tenue en fatigue à l'air. Les défauts sont alors considérés comme purement géométriques. La deuxième approche traite des phénomènes de couplage contrainte-déformation cyclique/corrosion afin de proposer un modèle d'endommagement représentatif du pro-

cessus d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion de l'acier étudié.

Le premier chapitre de ce document est consacré à l'étude bibliographique des phénomènes d'endommagement en fatigue-corrosion. Il illustre les principaux travaux de recherche effectués autour de la problématique fatigue-corrosion des alliages métalliques passivables. Pour mieux comprendre les aspects phénoménologiques de la fatigue-corrosion, un état de l'art des propriétés des aciers inoxydables martensitiques et de leur tenue à la corrosion est présenté. Un panorama des mécanismes et modèles d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion est ensuite dressé.

Après avoir présenté l'état de l'art en fatigue-corrosion, le matériau de l'étude (acier X12CrNiMoV12-3) est étudié dans le chapitre 2. Ce dernier contient une analyse de la microstructure, une étude du comportement mécanique cyclique et des essais de fatigue à l'air. Ces résultats constitueront une base de données de référence pour mener à bien les interprétations de l'endommagement du matériau sous chargement cyclique (fatigue) en ambiance corrosive.

L'abatement dû à la corrosion sur la durée de vie en fatigue a été identifié en premier lieu en séparant les deux phénomènes participant à l'endommagement (la fatigue et la corrosion). Le troisième chapitre contient une étude à la fois expérimentale et numérique de l'effet des défauts de corrosion pré-existants (de différentes tailles) sur la tenue en fatigue à l'air. Les résultats expérimentaux ont permis la validation d'un nouveau critère de fatigue non local. Ce critère, basé sur la moyenne volumique de la contrainte équivalente de Crossland, permet de décrire le seuil d'amorçage des fissures en prenant en compte les effets des gradients de contraintes autour des défauts. L'avantage que présente cette approche volumique non locale est la possibilité d'être appliquée dans le cas de géométries et distributions réelles de défauts sur une pièce de géométrie quelconque.

L'essentiel de notre travail expérimental est présenté dans le chapitre 4. Ce dernier regroupe les différents essais de fatigue effectués en milieu corrosif pour comprendre le processus d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion de l'acier X12CrNiMoV12-3. À partir des essais électrochimiques in-situ (au cours des essais de fatigue-corrosion), les évolutions du comportement électrochimique in-situ sont confrontées aux résultats ex-situ réalisés sur le même matériau. Ceci nous a permis d'identifier un scénario d'amorçage des fissures de fatigue et de comprendre les relations de couplage entre le chargement mécanique en fatigue et l'activité électrochimique à la surface des éprouvettes. À partir de ces analyses un modèle d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion pour ce type d'acier est proposé.

Ce document s'achève sur les conclusions générales et quelques perspectives.

Confidentialité des données : Pour des raisons de confidentialités, l'ensemble des résultats a dû être adimensionné, néanmoins afin de garantir la facilité d'interprétation des résultats, les durées de vie en fatigue affichées n'ont pas été modifiées, seules les valeurs de contrainte ont été normalisées.

Chapitre 1

Corrosion et fatigue-corrosion des aciers inoxydables : une synthèse bibliographique

L'étude de l'effet de la corrosion sur la durée de vie en fatigue des aciers inoxydables a fait, et fait encore, l'objet de nombreux travaux de recherche. Si actuellement les mécanismes d'amorçage de fissures en fatigue-corrosion semblent être bien connus, ces derniers demeurent très dépendants de plusieurs paramètres liés au milieu corrosif et au matériau. De nombreuses approches de dimensionnement existent pour prendre en compte l'effet de la corrosion sur la durée de vie en fatigue. Certaines traitent les deux problèmes (fatigue et corrosion) séparément, alors que d'autres tentent de modéliser les effets de synergie déformation cyclique/corrosion. Afin de dégager une stratégie pour identifier les mécanismes d'endommagement en fatigue sous environnement corrosif aqueux, nous commençons par une étude des données de la littérature. Nous essaierons, dans ce chapitre, de porter un regard critique sur les effets des différents paramètres mis en jeu dans les processus de fatigue-corrosion et sur les différents modèles d'endommagement existants.

1 Corrosion des aciers inoxydables en milieu liquide

1.1 Les aciers inoxydables martensitiques

La dénomination "acier inoxydable" concerne la famille des alliages ferreux résistant à la corrosion dans leur domaine de passivation grâce à la formation d'une couche d'oxyde protectrice en surface. L'élément indispensable pour que cette couche d'oxyde résiste à la corrosion est le Chrome (Cr). Il permet la formation d'une couche d'oxyde compacte et d'hydroxyde de Chrome donnant à l'acier son caractère inoxydable. Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, il est nécessaire que l'acier présente une teneur minimale en Chrome de l'ordre de 11% ; il existe un effet de seuil au delà duquel le phénomène de passivité existe [6].

Les aciers inoxydables martensitiques représentent la catégorie des nuances ayant une teneur en Carbone suffisante ($> 0,008\%$ en masse) pour assurer une austénisation totale de l'acier à une température proche de 1000°C [6]. Ainsi l'acier sera facilement transformé en martensite après une trempe à l'air. Cette catégorie d'acier inoxydable présente un certain compromis entre la résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques.

La martensite formée en dessous de la température seuil (M_s) est une phase métastable issue d'une transformation "displacive" (mouvement des atomes de réseau cubique à faces centrées (CFC) à courte distance) mettant en jeu un cisaillement suivi d'une rotation de la maille CFC. Cette transformation donne une phase tétragonale centrée (TC), dans laquelle le carbone reste en solution. Cette transformation appelée transformation de Bain est illustrée en figure 1.1 [1]. Le taux d'austénite transformée en martensite est en relation avec la température atteinte lors du refroidissement (M_f). Il arrive qu'une certaine quantité d'austénite non transformée reste entre les lattes de martensite pour des températures M_f insuffisantes. Cette quantité peut être réduite par un traitement thermique de maintien à température très basse (environ -80°C) après la trempe.

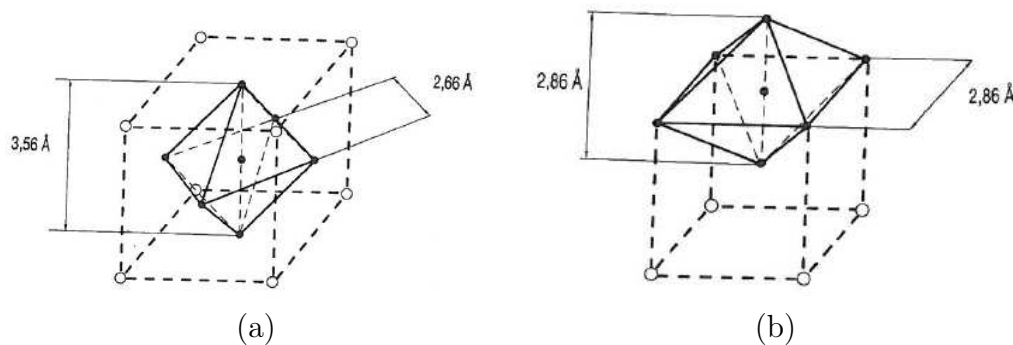


FIGURE 1.1 – Diagramme schématique de la transformation de Bain : Mouvement du cristal de (a) CFC à (b) TC [1]

1.1.1 Microstructure des aciers inoxydables martensitiques

La martensite est une phase complexe constituée d'un ensemble de lattes parallèles formant une structure appelée "paquet". Plusieurs paquets peuvent cohabiter dans le même ancien grain austénitique. Les lattes de martensite de même orientation subdivisent un paquet en plusieurs blocs. Cette hiérarchie est présentée figure 1.2 issue des travaux

de Kitahara [58] et de Morito [77]. Les dimensions des paquets et des blocs dépendent de la taille des anciens grains austénitiques [77, 118]. L'épaisseur des lattes est typiquement de l'ordre de 0,2 à 1 μm [14, 36, 77].

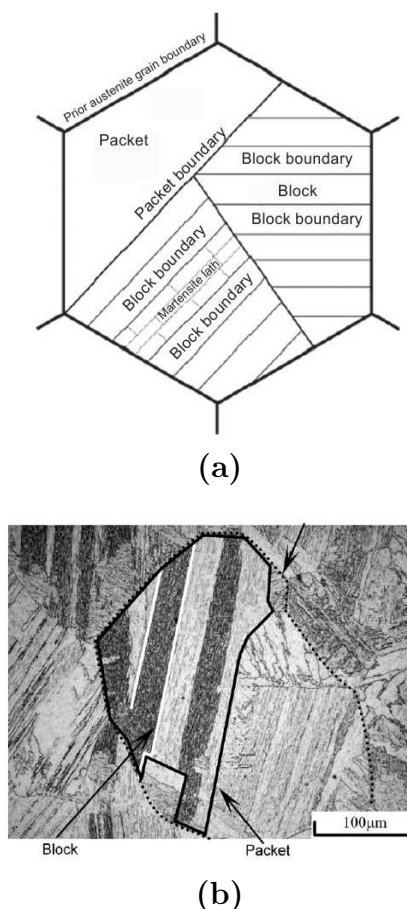


FIGURE 1.2 – Microstructure d'un acier martensitique : (a) présentée schématiquement [58] et (b) micrographie optique [77]

La transformation martensitique entraîne un changement de volume conduisant à l'apparition de contraintes internes [99]. Le cisaillement et la rotation du réseau au cours de la transformation de Bain (figure 1.1) génèrent une densité importante de dislocations intra-lattes résiduelles. Ces dislocations sont accompagnées par la présence de dislocations au niveau des interfaces entre lattes et entre latte et ancien joint austénitique. Les traitements de revenu permettent de diminuer la densité de ces dislocations en favorisant la formation des précipités.

1.1.2 Les dislocations

Quelques travaux montrent que la transformation martensitique entraîne une forte densité de dislocations due au nombre important d'interfaces créés lors de la transformation du réseau CFC en TC. Cette densité de dislocation, à l'état de trempe, est comprise entre $5 \cdot 10^{13} m^{-2}$ et $10^{16} m^{-2}$ [96]. À titre comparatif, cette densité est de l'ordre de 10^{13} à $10^{14} m^{-2}$ en grandes déformations (37%) [54, 61], dans le cas d'un acier inoxydable ferrito-austénitique.

1.1.3 Précipitations et inclusions

L'acier testé dans le cadre de cette étude (voir chapitre 2) est un système $Fe - C - Cr - Ni - Mo - V$. Les éléments d'addition de l'alliage agissent directement sur la microstructure (précipitations et inclusions) et modifient ainsi certaines propriétés de l'acier telle que la résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques. Les éléments d'addition forment deux familles : les éléments alpha-gènes et les éléments gamma-gènes. Les éléments alpha-gènes tels que le Cr et le Mo conduisent à la stabilisation de la phase α . De plus, en leur présence le C ne précipite plus sous forme de carbures de fer, mais sous d'autres formes de carbures. Plusieurs travaux ont été consacrés à la caractérisation de l'état de précipitation dans le système $Fe - C - Cr - Mo$ identifié par microscopie électronique à transmission (MET) [47, 106]. Les carbures formés avant et/ou après un traitement de revenu sont généralement de type : Cr_xC_y , $(Cr, Fe)_xC_y$, Fe_xC_y , Mo_xC_y , $(Fe, Mo)_xC_y$ et Mo_xC_y dont les tailles des mailles cristallines varient de 0,2 nm à 1,2 nm.

En plus des précipités de carbures, les inclusions non-métalliques peuvent se former à partir des impuretés de l'élaboration. Elles sont considérées comme des sites privilégiés de la corrosion par piqûre. Parmi celle-ci, les sulfures de Manganèse (MnS) [15] sont particulièrement nocives [93] pour deux raisons :

- leur instabilité dans un grand nombre de milieux corrosifs ;
- la création d'une zone appauvrie en Chrome autour des MnS .

L'ajout de Titane permet d'éviter la formation de MnS au profit de sulfure de Titane (Ti_2S) plus stables. Mais cet ajout entraîne aussi le piégeage de l'Azote sous forme de nitrure et de carbonitrure de Titane (TiN et $TiNC$) [15]. La forme polyédrique de ces inclusions, leur dureté élevée par rapport à la matrice métallique et leur présence en forme de réseau leur donnent le caractère de sites privilégiés d'amorçage des fissures en fatigue. De plus, la différence de leur potentiel de corrosion avec la matrice, fait de ces précipités des sites privilégiés pour la corrosion localisée assistée par le couplage galvanique. D'autres inclusions sous forme d'oxydes non solubles (Al_2O_3 ou MoO_3 [93, 104]) peuvent avoir des effets nocifs sur la durée de vie en fatigue et fatigue-corrosion à cause de leur dureté très élevée par rapport à la matrice métallique. C'est le cas des particules de Al_2O_3 qui peuvent être à l'origine d'une désoxydation à l'aluminium ou, dans certains cas, des impuretés dans le creuset. En effet ces oxydes sont capables de provoquer des endommagements locaux, des décohésions à l'interface matrice métallique/inclusion, dans lesquels le confinement du milieu corrosif augmente son agressivité [22]. À l'évidence il ne faut pas supprimer uniquement les sulfures de Manganèse (MnS) mais aussi éviter les oxydes durs tel que Al_2O_3 .

1.1.4 Propriétés mécaniques et traitements de revenus

En pratique, les aciers inoxydables martensitiques sont utilisés à l'état trempé revenu. Généralement la température de revenu se situe à environ $300^\circ C$, car à cette température le traitement ne modifie pas significativement la résistance maximale en traction (R_m) et la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% ($R_{p0,2}$). Par contre, il entraîne une légère amélioration de l'allongement à rupture (A) et de la résilience (K_{IC}). La figure 1.3 présente l'évolution typique des propriétés mécaniques d'un acier inoxydable martensitique à 12% de Cr en fonction de la température de revenu.

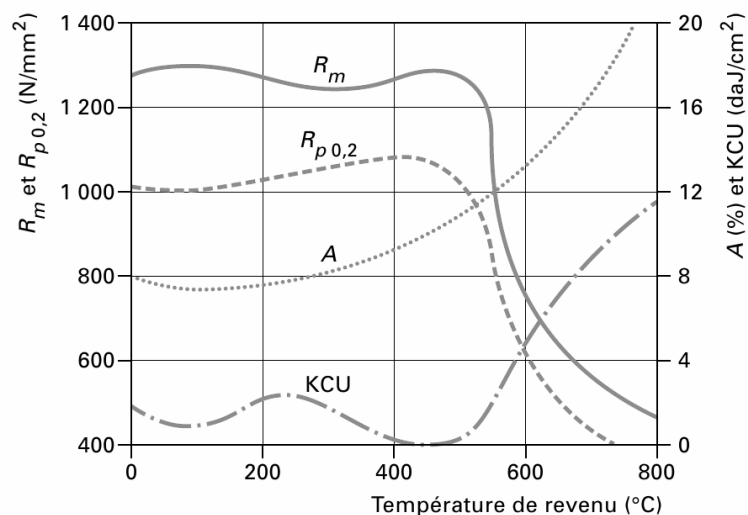


FIGURE 1.3 – Caractéristiques mécaniques d'un acier inoxydable à 12% de *Cr* et 0,1% de *C* sous différentes températures de revenu [22]

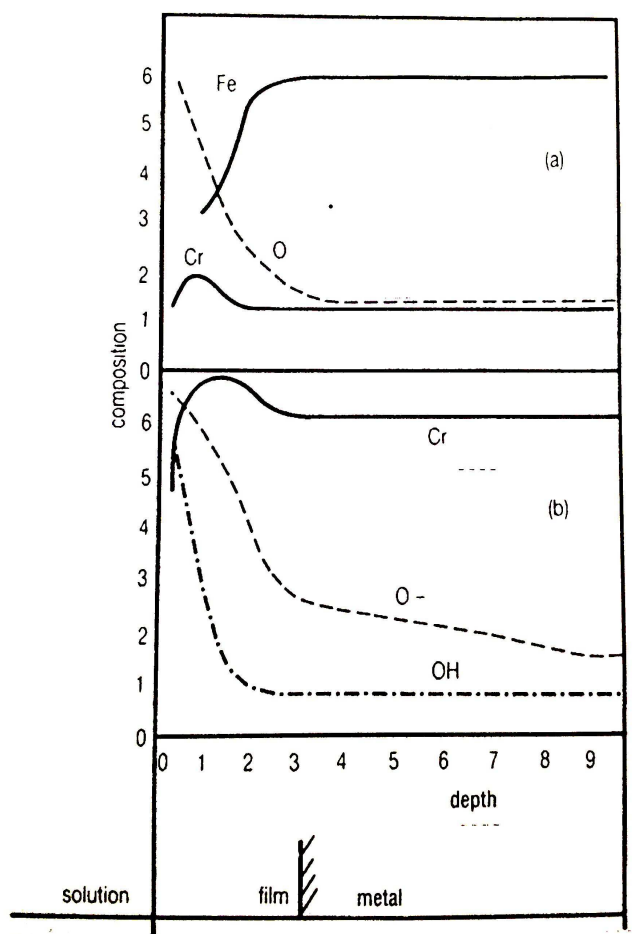


FIGURE 1.4 – Profils de composition superficielle dans le film passif obtenus sur un acier à 17% de Chrome : (a) par spectroscopie Auger (AES); (b) par spectrométrie ionique (SIMS) [18]

1.2 Caractéristiques de la couche passive

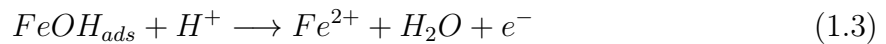
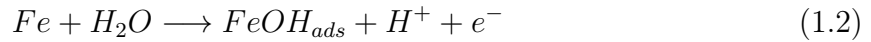
La résistance à la corrosion des aciers inoxydables est conditionnée par les caractéristiques physico-chimiques de la couche passive. Comme ces caractéristiques sont liées à la composition et à l'épaisseur du film, plusieurs travaux ont été réalisés en mettant en œuvre des méthodes d'analyse de surface. L'épaisseur du film passif est de l'ordre de 1 nm à 10 nm [5], ce qui nécessite des techniques d'analyse très sensibles telles que spectrométrie Auger (AES : Auger Electron Spectroscopy), la spectrométrie ionique (SIMS : Secondary Ion Mass Spectroscopy) (figure 1.4) et la spectroscopie de photoélectrons X (XPS : X-ray Photo-electron Spectroscopy). Ces techniques donnent une idée sur la composition chimique du film. Cette composition dépend fortement des traitements de surface subis par le métal et du milieu dans lequel le matériau est immergé.

1.2.1 Propriétés électrochimiques

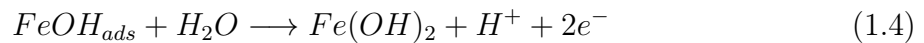
Un acier plongé dans l'eau a tendance à évoluer vers sa forme oxydée la plus stable. Sa surface est le siège d'une réaction anodique qui correspond à l'oxydation des atomes du fer :



En réalité cette réaction fait intervenir à la surface du métal des espèces intermédiaires adsorbées (ads), par exemple :



Il arrive que l'espèce adsorbée en surface ne soit pas oxydée en Fe^{2+} soluble mais conduise à la formation d'un oxyde ou d'un hydroxyde stable de $Fe(OH)_2$ (équation 1.4) puis de $Fe(OH)_3$. Dans le cas où ces formes oxydées de Fer et d'autres éléments chimiques tel que le Chrome forment à la surface du métal un film suffisamment compact, appelé film passif, la vitesse de dissolution du métal se trouve très ralentie, conduisant au phénomène de passivation.



Le domaine de passivation du métal dans un milieu donné dépend de plusieurs paramètres tels que le potentiel. Lorsque le potentiel (E) est inférieur à E_p , potentiel maximal de la dissolution active, la réaction anodique est l'équation 1.1. En revanche lorsque E est supérieure à E_p , l'équation 1.4 remplace progressivement l'équation 1.1 jusqu'au potentiel de passivation E_{pp} . À partir de ce potentiel un film passif protecteur s'établit sur tout le palier de passivité avant d'atteindre le potentiel de transpassivation E_{tp} qui marque le début de la dissolution locale du film passif (figure 1.5).

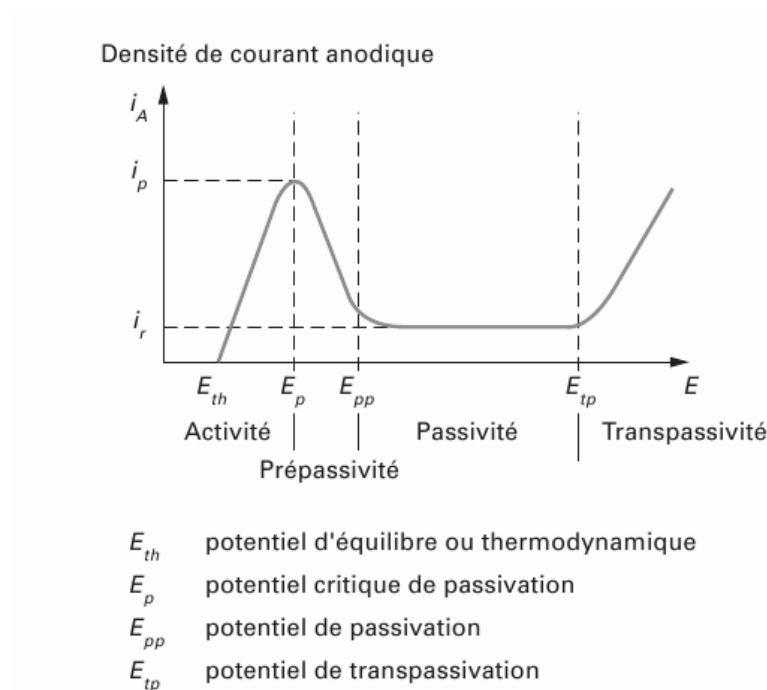


FIGURE 1.5 – Représentation schématique de l'évolution du courant anodique en fonction du potentiel (courbe $i = f(E)$) [5]

1.2.2 Passivation des aciers inoxydables

La couche passive des aciers inoxydables se forme naturellement à l'air. Elle est essentiellement formée par des oxydes et hydroxydes de Chrome et de Fer suffisamment compacte, très adhérente et peu épaisse, de quelques nanomètres (1 à 10 nm). En jouant le rôle de barrière entre le matériau et le milieu corrosif, ce film passif protège le matériau contre la corrosion dans son domaine de stabilité. Cette notion de stabilité est d'ailleurs à considérer avec prudence car il faut noter que le système métal/film/solution est très loin d'un état d'équilibre thermodynamique. Le domaine de passivation correspond à un état stationnaire où les cinétiques de dissolution du métal sont considérablement réduites par le phénomène de passivité. En général la structure du film passif doit être considérée en évolution permanente. La stabilité du film, est liée à sa structure et à sa composition. Plusieurs modèles ont été proposés pour expliquer le processus de formation du film passif en milieu aqueux selon la composition du métal de base. Ces modèles se divisent en deux catégories [5] :

- *Modèle d'oxyde cristallisé* [108] : dans ce modèle l'oxygène de l'eau se fixe d'abord par adsorption sur la surface métallique. Ensuite il se substitue avec les atomes métalliques sous-jacents. La répétition de ce processus mène à la formation progressive du film passif (figure 1.6) ;
- *Modèle d'oxyde hydraté polymérisé* [86] : ce modèle suppose que le film passif est constitué d'un oxyde hydraté où les molécules d'eau jouent un rôle important en liant les chaînes d'oxyde. Au début, un composé intermédiaire MOH^+ se forme dans les régions où le film n'est pas encore présent. Ensuite cette espèce est capturée par les molécules d'eau environnantes et précipitée sous forme d'un film solide fortement hydraté. Le vieillissement naturel dans l'eau, conduit à la déprotonisation (figure 1.7).

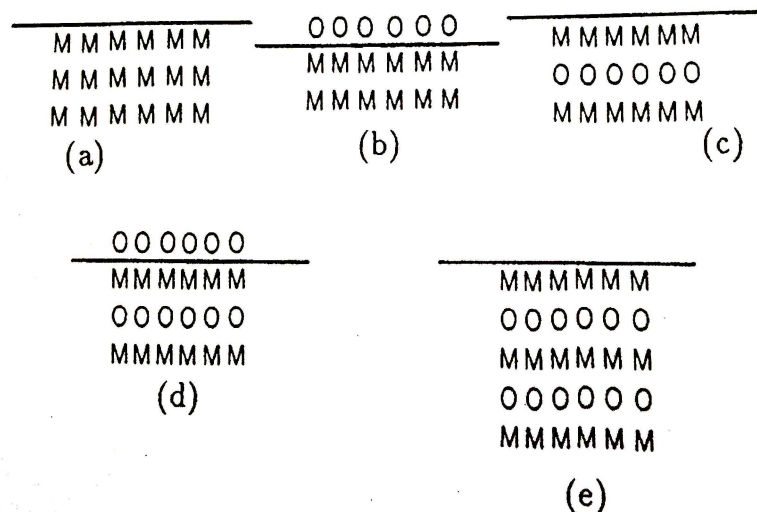


FIGURE 1.6 – Construction d'un film passif à partir du métal libre (a) par adsorption d'oxygène (b), puis changement de place (c) et répétition du processus (d+e) [5]

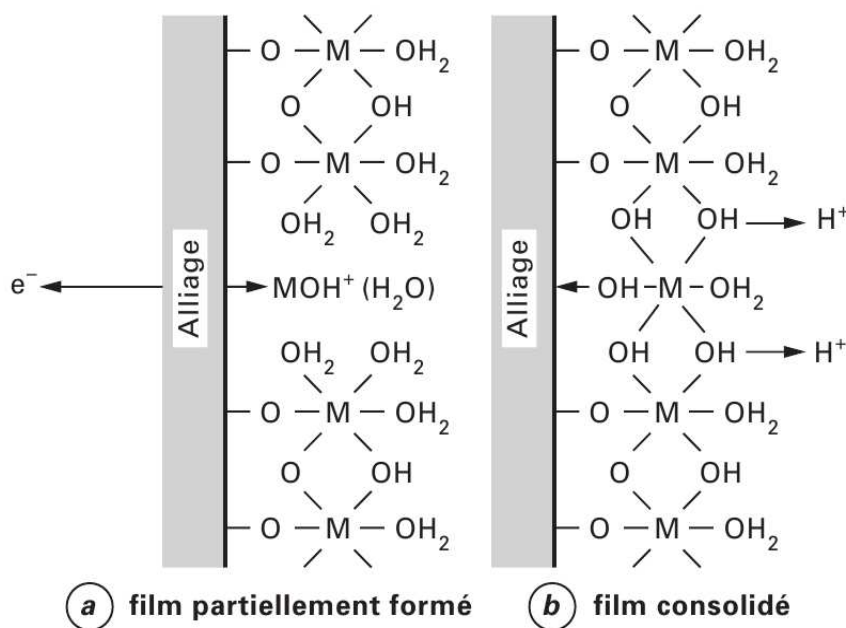


FIGURE 1.7 – Représentation schématique de la formation de la couche passive selon le modèle d'un oxyde hydraté polymérisé [86]

Dans le cas des aciers inoxydables des études [13] confirment la présence d'un oxyde duplex avec une couche enrichie en Chrome à l'interface film/métal et une couche riche en Fer à l'interface film/solution. Le modèle le plus couramment adopté est le modèle de bipolarité [13], présenté figure 1.8. La couche intérieure constituée par des oxydes et hydroxydes de Chromes (Cr_2O_3 et $Cr(OH)_3$) est sélective anionique sous l'effet de la réaction directe du Chrome avec l'eau. La couche extérieure quand à elle est sélective cationique.

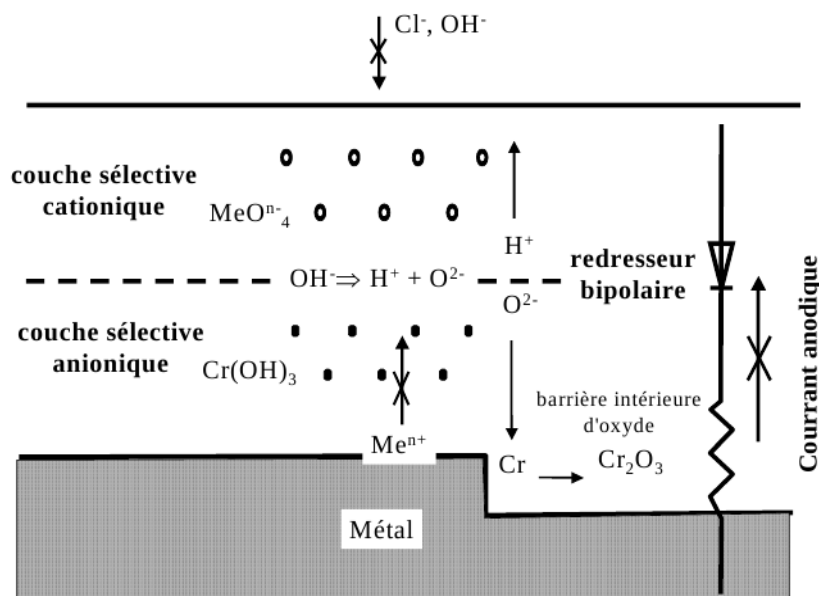


FIGURE 1.8 – Modèle de bipolarité [13]

Le transfert ionique à travers le film passif est très limité. Le film passif est souvent modélisé par un circuit électrique équivalent contenant une résistance, une capacité ou plus généralement une impédance. Quelques travaux ont été menés pour étudier le comportement électrochimique d'un film passif. Même si la conductivité ionique du film est faible, elle n'est pas nulle et correspond à une faible densité de courant d'environ $1 \mu A/cm^2$. Cette faible densité de courant correspond aux phénomènes d'échange entre les différentes interfaces du film afin de garder son équilibre stationnaire [5].

1.2.3 Mécanismes d'initiation de la corrosion localisée par rupture de passivité

La rupture de passivation est le résultat d'une perte de l'équilibre stationnaire du film. Il existe deux mécanismes de dépassivation :

- l'adsorption et/ou la pénétration d'anions agressifs à travers le film entraînant sa dissolution [18, 86, 103] ;
- la rupture mécanique du film par déformation, rayure ou par bandes de glissement [23].

Cette perte d'équilibre se produit le plus souvent à l'échelle locale et constitue la première étape de germination d'un processus de corrosion localisée (piqûration, corrosion caverneuse).

1.2.3.1 Mécanismes par adsorption et/ou pénétration des anions agressifs

Les efforts de modélisation des phénomènes de rupture de passivation ont été menés sur l'interaction avec les ions halogénures et en particulier sur les ions Cl^- . Cette importance donnée aux Chlorures résulte du fait de leur présence dans l'environnement dans lequel les aciers inoxydables sont majoritairement employés. Plusieurs mécanismes ont été proposés :

- la première approche considère simplement que les chlorures d'ions métalliques (tel que $CrCl_3$) sont thermodynamiquement plus stables que l'oxyde ou l'hydroxyde du

même ion. c'est une idée ancienne qui ne dispose pas de justification thermodynamique sur la stabilité des ces éléments [5].

- La deuxième approche considère la possibilité d'adsorption et de pénétration des chlorures dans le film passif :
 - sous l'influence d'un champ électrique qui existe à travers le film [86] ;
 - sous l'influence de la formation des défauts et fissures dans l'oxyde par la pression d'électrostriction [103] ;
 - sous l'influence de la coalescence des lacunes anioniques (provoquées par la diffusion et la dissolution des cations métalliques dans la solution) et la formation des pores dans le film qui seront occupés par les Chlorures [18].

1.2.3.2 Mécanismes par rupture mécanique La déformation mécanique du matériau peut entraîner la rupture du film passif. En effet quelques travaux de corrosion sous contrainte montrent la possibilité de rupture du film passif par les bandes de glissement induites par la déformation [21, 29, 37, 60, 69, 79, 88]. Cette rupture entraîne l'accès direct des éléments nocifs de la solution à la surface du matériau mis à nu. En fonction de leurs densités surfaciques et de la vitesse de repassivation de l'alliage, les bandes de glissement peuvent (ou pas) entraîner un processus de corrosion localisée. Ce mécanisme a été étudié en détail dans la suite de ce document.

1.3 Comportement électrochimique des aciers inoxydables

Lors de la mise en contact de l'éprouvette avec la solution aqueuse, différents phénomènes physiques et physico-chimiques apparaissent. Un des moyens expérimentaux pour identifier la nature de ces phénomènes est la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).

1.3.1 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une technique de caractérisation de l'interface électrode/électrolyte. Cette technique repose sur la mesure d'une impédance électrochimique suite à une perturbation sinusoïdale volontaire du système électrochimique étudié. Cette impédance relie le courant au potentiel par l'équation suivante, où ω désigne la fréquence du courant :

$$Z(\omega) = \frac{\Delta E(\omega)}{\Delta I(\omega)} \quad (1.5)$$

En mode galvanostatique, $\Delta I(\omega)$ est la perturbation sinusoïdale de faible amplitude imposée à un courant choisi I_0 , et $\Delta E(\omega)$ est la réponse en potentiel du système (figure 1.9). Il est aussi possible d'utiliser le mode potentiostatique en imposant un potentiel sinusoïdal de fréquence ω . L'impédance $Z(\omega)$ est un nombre complexe dont la partie réelle reflète une résistance équivalente et la partie imaginaire une capacité équivalente.

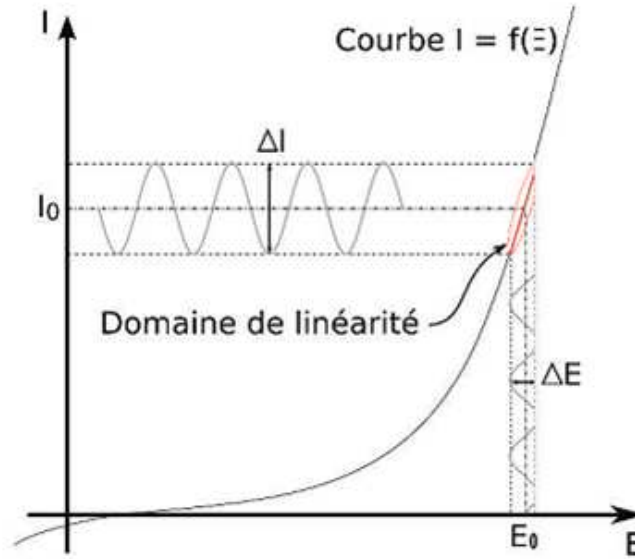


FIGURE 1.9 – Schéma d'un système chimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale [51]

Le balayage en fréquence du signal sinusoïdal imposé révèle les phénomènes électrochimiques qui se déroulent à l'interface métal/solution. En effet à chaque gamme de fréquence le système électrochimique étudié peut afficher une réponse différente qui sera attribué à un processus électrochimique particulier. Il existe donc une base de donnée qui relie les allures des courbes d'impédances, en fonction de la fréquence du signal imposé, à un processus électrochimique spécifique.

1.3.2 Phénomènes électrochimiques identifiables par SIE

Les phénomènes électrochimiques à la surface de l'éprouvette en contact avec un électrolyte vont dépendre en partie du potentiel présent au sein de la solution. Celui-ci n'est pas constant en tout point de la surface comme le potentiel de l'éprouvette. Ce phénomène a comme conséquence de créer une variation de potentiel et de courant dans l'électrolyte, qui conduit au concept de la chute ohmique. Étant donnée que l'électrode de référence et la contre électrode sont placées loin de la surface de l'éprouvette (quelques millimètres) dans le cas de la SIE, cette chute ohmique est décrite par une résistance d'électrolyte (R_e) ou de la solution (R_s) [85]. Ce phénomène apparaît dans le domaine de très hautes fréquences du signal d'entrée (quelques kHz). L'impédance de la chute ohmique est définie par :

$$Z_{R_s}(\omega) = R_s \quad (1.6)$$

Un autre phénomène observé à l'interface éprouvette/solution est la formation d'une double couche d'ions [2] (figure 1.10). Cette couche, une fois perturbée par le signal sinusoïdal de la mesure d'impédance, se comporte comme un condensateur électrique. La réponse de cette couche génère un potentiel E_{dc} qui dépend de la fréquence de perturbation du signal d'entrée [51]. L'impédance d'un condensateur de capacité C est donnée par l'équation :

$$Z_C(\omega) = -\frac{1}{j\omega C} \quad (1.7)$$

Si la réaction électrochimique à l'interface électrolyte/éprouvette correspond à la formation de la couche passive, la capacité de double couche mesurée correspond à une capacité du film passif donnée par l'équation suivante.

$$C = \varepsilon \varepsilon_0 \frac{A}{e} \quad (1.8)$$

où C est la capacité, ε la permittivité relative du diélectrique, ε_0 la permittivité diélectrique du vide, A l'aire mise en jeu dans la réaction métal/solution et e l'épaisseur du diélectrique.

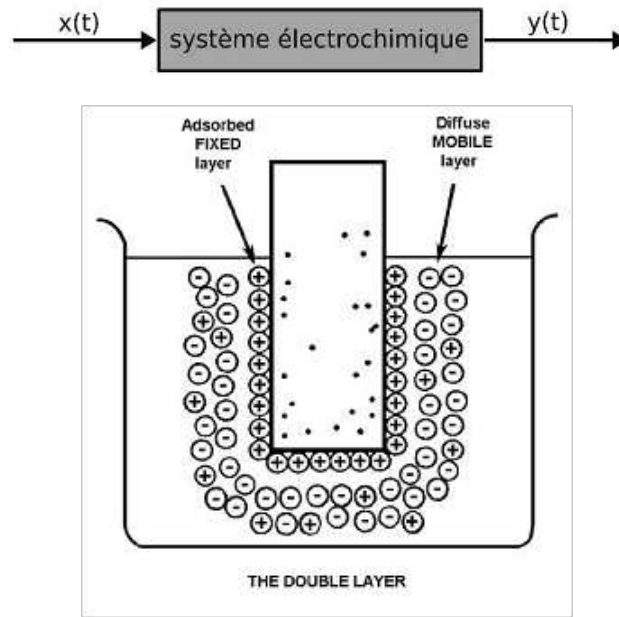


FIGURE 1.10 – Représentation schématique d'un phénomène de double couche [53]

Un autre phénomène identifié par les mesures d'impédances électrochimiques est le processus faradique de dissolution métallique. Il s'agit des réactions d'oxydation d'espèces à la surface de l'électrode. Il existe deux cas de processus Faradique identifiable par la SIE en fonction d'une cinétique de la réaction contrôlée par le transfert de charges ou contrôlée par la diffusion d'une espèce chimique telle que l'oxygène. Ce contrôle cinétique dépend fortement de la nature du milieu corrosif. Dans le cas d'une solution aqueuse de NaCl, la réaction de dissolution du métal est le plus souvent contrôlée par le transfert de charges. Oltra [88] montre que dans le cas de la corrosion d'un acier inoxydable austénitique dans une solution aqueuse de LiCl à 150 °C la cinétique de dissolution anodique est contrôlée par la diffusion de l'oxygène.

Dans le cas où la cinétique de réaction est limitée par le transfert de charges, la fréquence ne joue que sur l'amplitude de la réponse de système. L'impédance mesurée est donc :

$$Z_{R_{tc}}(\omega) = R_{tc} \quad (1.9)$$

2 Amorçage des fissures en fatigue

La fatigue est un processus qui, sous un chargement mécanique cyclique à amplitude constante ou variable dans le temps, modifie les propriétés mécaniques locales du matériau et peut entraîner l'endommagement de la structure. Le mécanisme de rupture par fatigue est généralement divisé en quatre stades :

- l'amorçage à partir d'un défaut microscopique d'une fissure ;
- Propagation d'une fissure courte sur quelques grains ;
- la propagation de cette fissure millimétrique ;
- la rupture brutale de la structure.

Il existe trois domaines de fatigue [16] :

- La fatigue oligocyclique ou "LCF" (*Low Cycle of Fatigue*) dite aussi fatigue plastique car les sollicitations sont suffisamment élevées pour entraîner des déformations plastiques macroscopiques dans le matériau. Ce domaine est limité par un nombre de cycles inférieurs à environ 10^4 cycles ;
- Le domaine des grandes durées de vie ou "HCF" (*High Cycle of Fatigue*) concerne les chargements qui n'entraînent pas des déformations plastiques à l'échelle macroscopique pour lesquels la rupture interviendra après un grand nombre de cycles, souvent supérieur à $10^6 - 10^7$ cycles ;
- Le domaine d'endurance limitée situé entre les deux domaines précédents où la rupture se produit après un nombre de cycles croissant quand l'amplitude de contrainte diminue.
- Le domaine des très grandes durées de vie où gigacyclique (*VHCF*) où la rupture intervient après un très grand nombre de cycles (10^8 à 10^{10} cycles) ; la notion de la durée de vie infinie n'existe pas.

Le dimensionnement à la fatigue est fait le plus souvent en considérant que les structures ne contiennent pas de fissures. On utilise alors des données dites à l'amorçage de fissures, définie par l'apparition d'une fissure techniquement détectable sur une éprouvette de laboratoire simulant un élément de volume représentatif de la structure.

Dans le domaine des grandes durées de vie, le temps (où nombre de cycles) nécessaire à la propagation est très faible par rapport à celui à conduisant à l'amorçage. Dans ce cas, l'étude de la résistance en fatigue des matériaux métalliques vis à vis de l'amorçage d'une fissure est souvent déterminée par des essais suivant Wöhler (1857). Cette méthode consiste à mettre sous un chargement cyclique une éprouvette et à enregistrer le nombre de cycles à la rupture N_r . La courbe de Wöhler (courbe d'endurance) en échelle semi-logarithmique présente le niveau du chargement ($\Delta\sigma/2$, $\Delta\varepsilon/2$) en fonction du nombre de cycles à la rupture N_r . Cette courbe peut présenter un palier asymptotique qui définit une zone d'endurance illimitée pour une contrainte inférieure à la limite de fatigue.

L'amorçage des fissures en fatigue à grande durée de vie se fait pour la plupart des matériaux métalliques sous une sollicitation telle que macroscopiquement le matériau reste chargé dans son domaine d'élasticité. Cependant, il y a l'apparition de plasticité localisée dans les grains d'orientation cristalline préférentielle par rapport au chargement cyclique global imposé. La forme la plus courante de cette zone de plasticité dans les matériaux métalliques est l'apparition de bandes de glissement, résultant de l'arrangement et de l'émergence des dislocations à la surface du métal. Le cumul d'intrusions/extrusions en

surface finit par atteindre un seuil nécessaire à la création des micro-fissures. Ce phénomène définit le stade I de l'amorçage des fissures de fatigue par le cisaillement (mode II de la mécanique de la rupture). Ce premier stade dépend fortement de la microstructure du matériau. En effet, les défauts métallurgiques (joints de grains, inclusion, précipités...) représentent de véritables barrières microstructurales à la propagation de la fissure. Une fois que la taille de ces fissures dépasse nettement la taille de grains, elles bifurquent en mode I de mécanique de la rupture on parle alors de stade II de propagation.

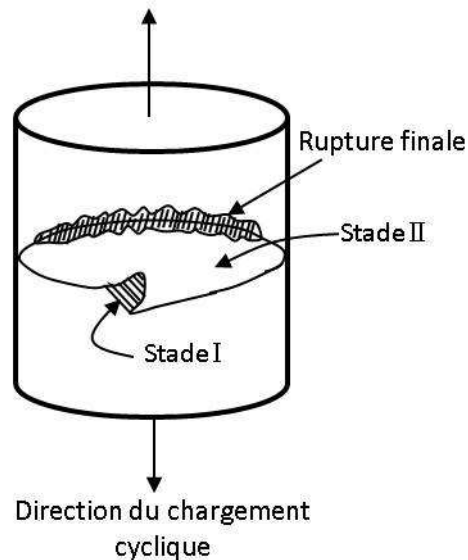


FIGURE 1.11 – Étapes d'amorçage de fissures en fatigue

2.1 Critères de fatigue à grande durée de vie pour matériau avec défauts géométriques

La fatigue à grande durée de vie des matériaux avec défauts font l'objet de nombreuses études. La nature de ces défauts provient dans la plupart des cas de l'élaboration des matériaux (fonderie par exemple). En effet, plusieurs défauts de (retassures ou porosités) peuvent apparaître lors de la solidification. Les défauts surfaciques de la fonderie (retassures ou porosité) sont tout comme les défauts de corrosion (piqûres ou crevasse) des sites de concentration de contraintes par effet d'entaille. Si le matériau présente des défauts qui sont supérieurs à la taille du défaut critique (définie par le diagramme de Kitagawa [57]), la limite de fatigue à l'air diminue avec l'augmentation de la taille du défaut. Des approches spécifiques de modélisation introduisent un paramètre physique qui décrit le défaut. On distingue trois familles d'approches [83] :

- Les approches de type entaille : qui utilisent le concept d'entaille pour déterminer la limite d'endurance. Elles sont basées sur l'équation de Peterson [97] appliquée à des petites fissures.
- Les approches de type fissuration : s'appuyant sur les concepts de la mécanique de la rupture. Elles calculent la limite d'endurance en fonction du seuil de propagation des fissures, en assimilant les défauts à des fissures pré-existantes, et en fonction de la taille de la zone de plasticité cyclique à partir du modèle de EL Haddad [44].
- Les approches empiriques : qui relient la limite de fatigue à la taille de défaut, comme le modèle de Murakami [81].

On note que les défauts réels sont de géométrie fort complexe et l'influence de cette géométrie n'est à notre connaissance jamais étudiée. Les critères attribuent la nocivité du défaut à sa taille. Deux critères ont été largement repris dans les travaux récents : le critère de Murakami [80,81] et les critères de Nadot et son équipe qui prennent en compte l'effet du gradient des contraintes au voisinage des défauts [11,38,83].

2.1.1 Critère de Murakami

Le modèle de Murakami [80,81] estime que la limite de fatigue correspond au seuil de propagation de la fissure créée par le défaut. L'auteur propose de représenter un défaut tridimensionnel comme une entité surfacique, définie par la projection de l'aire du défaut sur le plan perpendiculaire à la direction de la plus grande contrainte principale due au chargement (figure 1.12). L'influence de la taille du défaut sur la limite de fatigue est considérée identique à celle d'une fissure de surface projetée équivalente. Murakami et al. [82] proposent alors un critère empirique pour définir la limite de fatigue du matériau à partir d'un paramètre caractérisant la taille de la fissure : la racine carrée de cette surface projetée " $\sqrt{aire}$ " (figure 1.12) et la dureté Vickers du matériau " H_V ". L'équation 1.10 exprime la limite d'endurance " σ_D " du matériau avec défauts en fonction de " $\sqrt{aire}$ " par une constante " A " ($A = 1,43$ pour un défaut surfacique et $A = 1,56$ pour un défaut interne), une constante matériau " α " ($\alpha = 0,226 + H_V \times 10^{-4}$) et le rapport de charge " R ".

$$\sigma_D = \frac{A(H_V + 120)}{\sqrt{aire}^{1/6}} \left(\frac{1 - R}{2} \right)^\alpha \quad (1.10)$$

L'écriture de ce critère empirique s'appuie sur la non-influence de la morphologie du défaut sur la propagation de la fissure créée autour du défaut. Malgré, les bons résultats de ce critère sur une large gamme de matériaux métalliques, des interrogations subsistent sur sa justification physique. L'aspect empirique de la formulation entraîne des doutes pour l'application du critère pour d'autres formes de chargement (torsion par exemple).

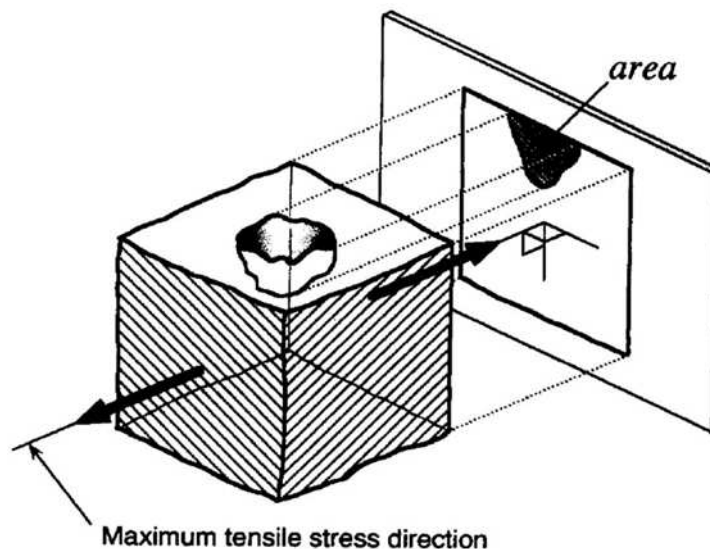


FIGURE 1.12 – Projection de l'aire du défaut sur le plan perpendiculaire à la direction du chargement [81]

2.1.2 Approches prenant en compte le gradient des contraintes

Les critères de fatigue développés dans la littérature par Nadot et al. prennent en compte l'effet du gradient des contraintes sur la base du critère de Crossland pour un matériau sain. Il intègre ensuite dans le critère l'effet du gradient des contraintes autour du défaut. Il s'agit de calculer une grandeur effective représentative de l'état réel des contraintes locales sur une distance critique autour du défaut. Cette valeur est comparée à la limite d'endurance obtenue sur une éprouvette lisse sans défaut.

2.1.2.1 Critère de Crossland pour un matériau sain

Le critère de Crossland est un critère ponctuel. Il s'applique au point critique de la structure vis-à-vis de la tenue en fatigue. Il s'agit d'une approche en contrainte en considérant que le paramètre moteur de l'amorçage de fissure dans le domaine des grandes durées de vie est l'amplitude de cisaillement sur le plan octaédral. Le critère prend aussi en compte l'effet de la contrainte hydrostatique sur la tenue en fatigue des métaux.

Le tenseur des contraintes $\bar{\bar{\sigma}}$ se décompose en un tenseur sphérique $\bar{\bar{\sigma}}_H$ et un tenseur déviatorique $\bar{\bar{S}}$. Le critère de Crossland a la particularité d'utiliser deux grandeurs issues de cette décomposition :

- la contrainte hydrostatique macroscopique maximale sur un cycle $\sigma_{H,max}$,
- l'amplitude de la contrainte macroscopique de cisaillement sur le plan octaédral (ou cission octaédral) $\tau_{oct,a}$.

La contrainte hydrostatique en un point M de la pièce est donnée par la relation suivante :

$$\sigma_H(M, t) = \frac{1}{3} \text{Trace} (\bar{\bar{\sigma}}(M, t)) \quad (1.11)$$

La contrainte hydrostatique maximale sur un cycle au point M vaut donc :

$$\sigma_{H,max}(M, t) = \max_{t \in T} \left[\frac{1}{3} \text{Trace} (\bar{\bar{\sigma}}(M, t)) \right] \quad (1.12)$$

L'amplitude de la cission octaédral $\tau_{oct,a}$ est calculée dans le cas courant *d'un chargement proportionnel* par ¹ :

$$\tau_{oct}(t) = \sqrt{\frac{2}{3} J_2 (\bar{\bar{\sigma}}(t))} \quad (1.14)$$

où J_2 est le deuxième invariant du tenseur déviateur : $\bar{\bar{S}} = \bar{\bar{\sigma}} - \frac{\text{trace } \bar{\bar{\sigma}}}{3} \bar{\bar{I}}$

$$J_2 (\bar{\bar{\sigma}}(t)) = \frac{1}{2} \text{Trace} (\bar{\bar{S}}(t) \bar{\bar{S}}(t)) \quad (1.15)$$

1. Nous ne traitons pas ici le cas des chargements non proportionnel mais une définition de $\tau_{oct,a}$ existe aussi :

$$\tau_{oct,a}(t) = \sqrt{\Delta J_2} \text{ avec } \Delta J_2 = \max_{t_1} \left[\max_{t_2} [J_{2a} (\Delta \underline{\underline{\Sigma}}(t_1, t_2))] \right] \quad (1.13)$$

où ΔJ_2 est la plus grande valeur, obtenue par double maximisation, du deuxième invariant du tenseur "variation des contraintes" entre les instants t_1 et t_2

Le critère de Crossland est formulé de la façon suivante :

$$\sigma_{eq,Cr} = \tau_{oct,a}(M) + \alpha \sigma_{H,max}(M) \leq \beta \quad (1.16)$$

où α et β sont deux paramètres caractéristiques de chaque matériau pour une probabilité d'amorçage des fissures donnée avant N cycles. Leur valeur peut être déterminée à partir de deux campagnes d'essais de fatigue en traction permettant de définir la limite d'endurance du matériau à deux rapports de charge différents.

2.1.2.2 Effet du gradient des contraintes

Pour étudier le mécanisme d'amorçage de fissures dans les matériaux à défauts, Billaudeau et al. [11] ont introduit des défauts artificiels à la surface d'éprouvettes pour analyser leurs comportements lors d'essais de fatigue en traction et en torsion au voisinage de la limite d'endurance. Ils ont conclu que la fissure, à sa création au fond du défaut, est orientée suivant le plan de cisaillement maximal (stade I, mode II). Puis elle se propage perpendiculairement à la direction de la contrainte principale maximale (stage II, mode I). A partir de ces observations et des résultats expérimentaux, Billaudeau et al. [11] ont proposé un critère de fatigue pour les matériaux à défauts, prenant en compte le gradient de $\sigma_{H,max}$ selon une direction spécifique définie par la normale entrante à la surface de l'échantillon en partant du fond de défaut (figure 1.14).

$$\sigma_{eq,Bill} = \tau_{oct,a} + \alpha \sigma_{H,max} \left(1 - A \left(\frac{G}{\sigma_{H,max}} \right) \right) \leq \beta \quad (1.17)$$

$\tau_{oct,a}$ est l'amplitude de la cission octaédrale sur un cycle, $\sigma_{H,max}$ est la contrainte hydrostatique maximale et G est la pente moyenne de la contrainte hydrostatique maximale sur la taille caractéristique du défaut (figure 1.13) :

$$G = \frac{\Delta \sigma_{H,max}}{\sqrt{aire}} \quad (1.18)$$

$\sqrt{aire}$ est le paramètre du Murakami et al. [81]. A est un paramètre du matériau qui décrit l'influence du défaut. α et β sont les paramètres du critère de Crossland.

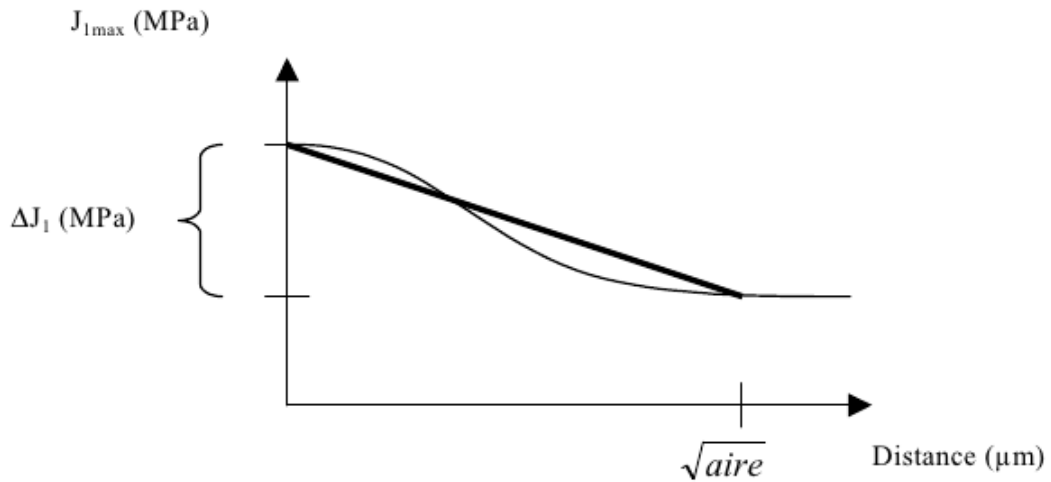


FIGURE 1.13 – Relevé de la pente moyenne de la contrainte hydrostatique depuis le fond du défaut [11]

les travaux de Billadeau, Gadouini et al. [38] ont proposé un critère de fatigue multiaxiale similaire au critère de Billaudeau pour estimer l'impact d'un défaut sur la distribution des contraintes locales. Ce critère prend en compte le gradient de la contrainte équivalente de Crossland et ne se limite pas au gradient de la contrainte hydrostatique maximale. L'écriture du critère de Gadouini [38] est la suivante :

$$\sigma_{eq_{Gad}} = \sigma_{eq,Cr}(A) \left(1 - a \left(\frac{G(\sigma_{eq,Cr})}{\sigma_{eq,Cr}(A)} \right) \right) \leq \beta \quad (1.19)$$

$$\text{avec } G(\sigma_{eq,Cr}) = \frac{\sigma_{eq,Cr}(A) - \sigma_{eq,Cr}(B)}{\sqrt{aire}}$$

$\sigma_{eq_{Gad}}$ désigne la contrainte équivalente du critère de Gadouini, calculée en fonction de la contrainte équivalente du critère de Crossland $\sigma_{eq,Cr}$ calculée en élastoplasticité au point A considéré, situé au fond du défaut ($\sigma_{eq,Cr}(A)$) et au point B situé en profondeur ($\sigma_{eq,Cr}(B)$) à une distance égale à la taille caractéristique du défaut ($\sqrt{aire}$) (figure 1.14). β et α sont les paramètres intrinsèques du matériau sans défaut pour le critère de Crossland. a est le paramètre qui décrit l'influence du défaut pour le matériau considéré. Ce paramètre peut être identifié à partir de données expérimentales sur éprouvettes avec des défauts de taille connue.

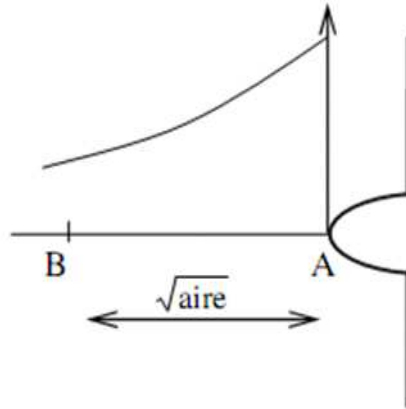


FIGURE 1.14 – Représentation 2D du gradient de la contrainte équivalente de Crossland selon Gadouini [38]

2.1.2.3 La théorie des distances critiques

Cette théorie permet de prendre en compte l'effet du gradient des contraintes autour d'un défaut. Elle utilise la distribution des contraintes principales dans la zone de défaut pour le calcul d'une contrainte effective " $\Delta\sigma_{eff}$ ". La limite en fatigue d'une pièce entaillée est atteinte lorsque la valeur de cette contrainte effective à une distance critique donnée notée ici " d_0 " atteint la limite d'endurance " $\Delta\sigma^D$ " du matériau sain (calculée sur éprouvettes lisses) :

$$\Delta\sigma_{eff}(d_0) = \Delta\sigma^D \quad (1.20)$$

La distance d_0 est définie à partir de la distance caractéristique du matériau " L_c " :

$$L_c = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th}}{\Delta\sigma^D} \right)^2 \quad (1.21)$$

où ΔK_{th} représente la valeur seuil de facteur d'intensité des contraintes en mode I.

Il est important de noter que seule la contrainte principale maximale est prise en compte. Il existe plusieurs méthodes reposant sur cette théorie :

- Méthode ponctuelle [97] (Peterson) : pour laquelle la contrainte effective est égale à la plus grande contrainte principale calculée en un point M dans la direction principale du chargement à une distance d_0 du fond d'entaille.

$$\Delta\sigma_{eff} = \Delta\sigma_I(d_0) \quad (1.22)$$

Dans les travaux de Peterson, $d_0 = \frac{L_c}{2}$

- Méthode linéique ou intégrale [84] (Neuber) : Selon cette méthode la contrainte effective est définie par la moyenne de la plus grande contrainte principale sur une distance d_0 du fond d'entaille :

$$\Delta\sigma_{eff} = \frac{1}{d_0} \int_0^{d_0} \Delta\sigma_I(l) dl \quad (1.23)$$

Selon Neuber $d_0 = 2L_c$

- Méthode surfacique [28] (Taylor et Sheppard) : il s'agit de calculer la contrainte effective de la plus grande contrainte principale sur une surface semi-circulaire centrée au fond d'entaille :

$$\Delta\sigma_{eff} = \frac{4}{\pi d_0} \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} \int_0^{d_0} \Delta\sigma_I(l, \theta) l dl d\theta \quad (1.24)$$

Avec $d_0 = L_c$

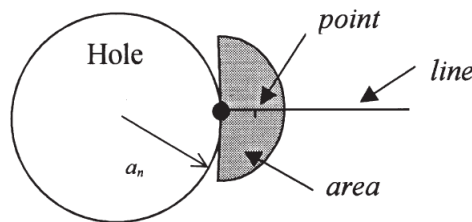


FIGURE 1.15 – Schéma de calcul de la contrainte effective selon les trois méthodes (ponctuelle, linéique et surfacique) issues de la théorie des distances critiques [28]

2.1.3 Analyse des différents critères

Pour des chargement uniaxiaux, l'équation de Murakami donne de bons résultats et reste très facile à appliquer pour les défaut 3D. Murakami a proposé un paramètre géométrique permettant de caractériser à la fois des défauts 2D et 3D. Ce paramètre est défini par la racine carrée de l'aire de la projection du défaut sur un plan perpendiculaire à

la contrainte principale maximale appliquée. Ce paramètre est largement repris dans des travaux récents de Nadot et son équipe [11, 38, 83].

Les critères de Billaudeau et de Gadouini [11, 38] possèdent l'avantage de prendre en compte l'effet de la contrainte moyenne et du gradient de contraintes autour des défauts. Ces critères nécessitent un calcul local au voisinage du défaut, pour déterminer l'état de contraintes. Ces approches donnent de bons résultats sur plusieurs métaux avec des défauts surfacique artificiels et naturels. Mais, une limitation réside dans la définition de la direction (AB) pour l'application à une pièce réelle avec un défaut réel sous chargement multiaxial.

2.2 Effet de la pré-corrosion sur la fatigue

L'effet de la corrosion sur la durée de vie en fatigue a été largement étudié. La présence des piqûres de corrosion réduit considérablement la durée de vie en fatigue du matériau. Les défauts facilitent l'amorçage par effet de concentration locale des contraintes. Ainsi Dolley et al. [27] ont observé que la durée de vie en fatigue diminue fortement quand la durée de pré-corrosion augmente puis sature pour les grandes durées d'immersion. La réduction de la durée de vie en fatigue avec la durée de pré-corrosion est plus importante pour les faibles niveaux de chargement [55] donc pour les grandes durée de vie. D'autres études [43, 114] montre que le nombre de piqûres sur lesquelles se sont amorcées des fissures de fatigue augmente avec le niveau du chargement pour une durée d'exposition de 6 heures (figure 1.15), mais sature pour une durée d'exposition plus large (24h).

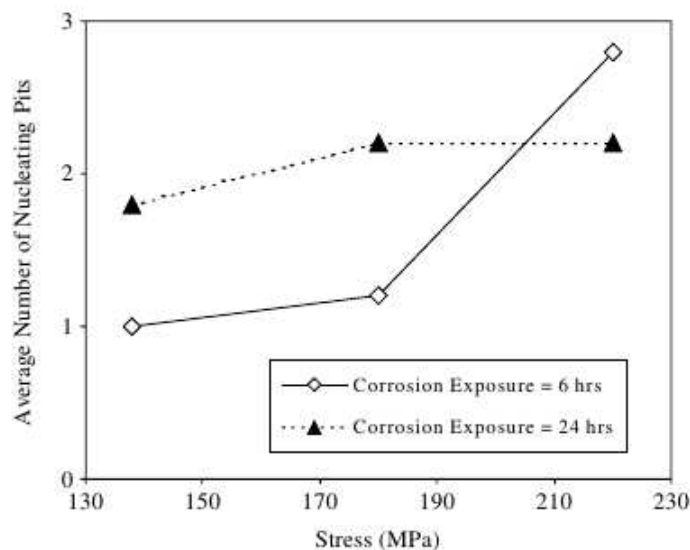


FIGURE 1.16 – Évolution du nombre de sites d'amorçage de fissures, autour de piqûres de corrosion, en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée et du temps de pré-corrosion pour un alliage d'aluminium 2024-T3 [114]

Il est important de noter que ces essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées supposent implicitement l'absence de couplage entre la corrosion et la fatigue. Il est donc possible dans ce cas d'utiliser les critères d'endurance pour matériau avec défauts, si on suppose que le comportement mécanique du matériau n'est pas modifié localement par le processus de pré-corrosion. A l'échelle industrielle il est important de savoir modéliser

l'effet d'un défaut de corrosion donnée sur la durée de vie en fatigue. Cette étude permet d'établir une approche phénoménologique de modélisation en considérant une piqure de corrosion comme un défaut géométrique. La limite de cette approche réside bien entendu dans la non prise en compte des modifications locales de comportement mécanique dues à la corrosion.

3 Fatigue-corrosion des alliages passivables

L'effet néfaste de la corrosion sur la durée de vie en fatigue des métaux est connu depuis longtemps. Les premières études dans ce domaine datent des années 1910 [45]. Néanmoins, les mécanismes mis en jeu dans l'endommagement en fatigue-corrosion restent parmi les plus difficiles à identifier et à prendre en compte dans les applications de l'ingénieur.

L'expression fatigue-corrosion, évoquée par McAdam [74] en 1926, peut être définie comme la réaction du matériau à un chargement cyclique (fatigue) combiné à un environnement agressif (corrosion). Il convient d'insister sur le terme "combiné" dans la définition car de nombreuses études ont montré que ni un chargement cyclique à l'air ; ni la corrosion ne peuvent reproduire séparément les mêmes mécanismes d'endommagement du fait des phénomènes de couplages [64].

3.1 Causes d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion

3.1.1 Défauts métallurgiques

Toute hétérogénéité métallurgique dans le matériau est susceptible d'intervenir dans l'amorçage d'une fissure de fatigue-corrosion, en favorisant les effets électrochimiques et/ou mécaniques de création des sites d'amorçage de fissures [70] (généralement des micro-entailles). Les effets électrochimiques sont généralement liés à la formation de cellules galvaniques autour des hétérogénéités microstructurales par exemple :

- la dissolution des précipités de Al-Cu, dans les alliages d'aluminium, crée des zones appauvries en précipités dont le potentiel de corrosion est moins noble que les autres zones [70] ;
- la dissolution anodique des inclusions situées à la surface du matériau, favorise la localisation de la corrosion sous forme de crevasses et piqures (figure 1.17 et 1.18) dans les aciers inoxydables [71, 78, 119, 120].

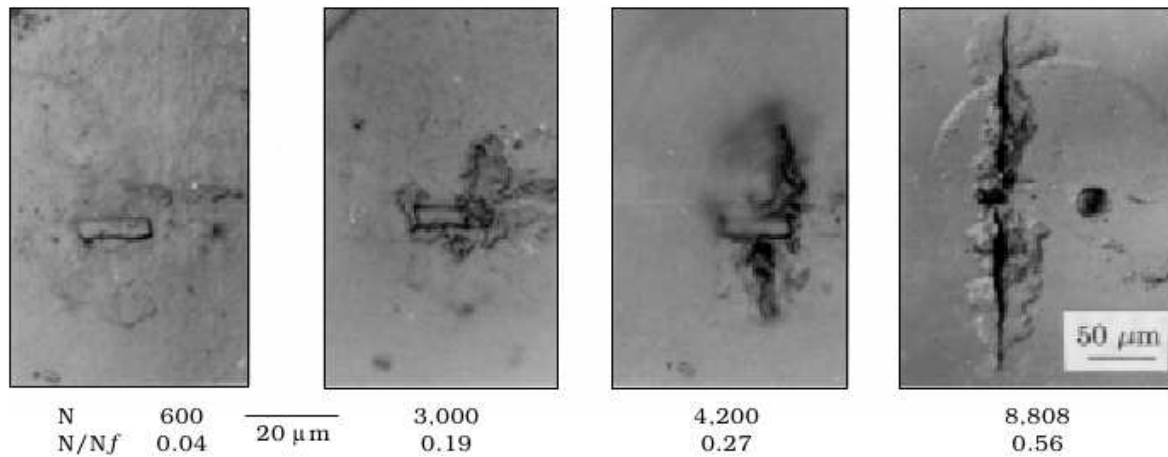


FIGURE 1.17 – Différents stades de développement d’une fissure de fatigue autour d’une inclusion de TiN en milieu 0,6 NaCl dans l’acier UNS G92600 à $\sigma_a = 750 \text{ MPa}$: $R = -1$, $f = 1 \text{ Hz}$ et $N_r = 15710$ cycles (fatigue oligocyclique) [119]

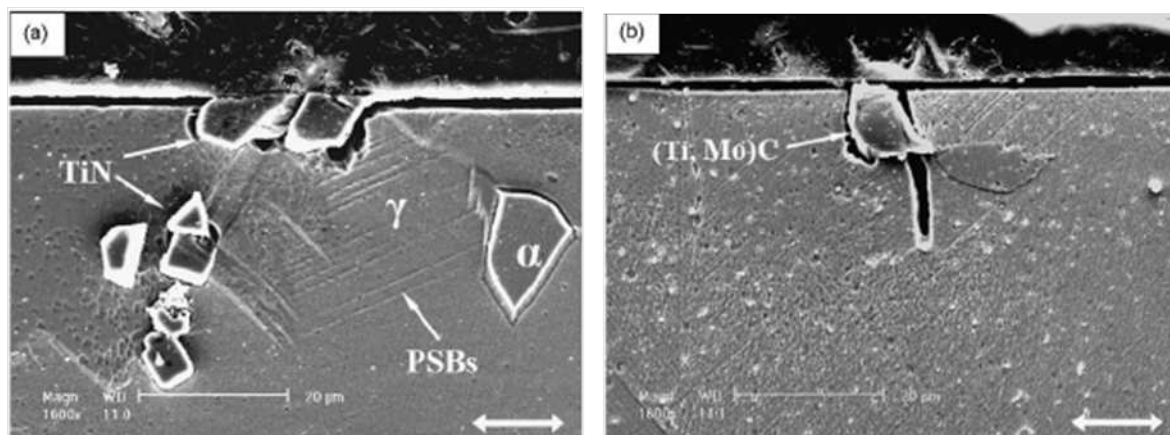


FIGURE 1.18 – piqûres et micro-fissures amorcées au cours d’un essai de fatigue-corrosion d’un acier inoxydable de type 316Ti autour d’une inclusion de : (a) TiN (b) $(Ti, Mo)C$ [120]

On note aussi les effets mécaniques dus généralement à une localisation de la déformation plastique à l’échelle microstructurale (interaction bande de glissement/joint de grains ou inclusion dure qui peut introduire :

- une dissolution préférentielle locale des bandes de glissement persistantes (figure 1.19 et 1.20), anodique par rapport au matériau de base [78, 95, 120] ;
- une forte concentration de contraintes par effet de blocage du glissement des dislocations aux interfaces métal/inclusion.

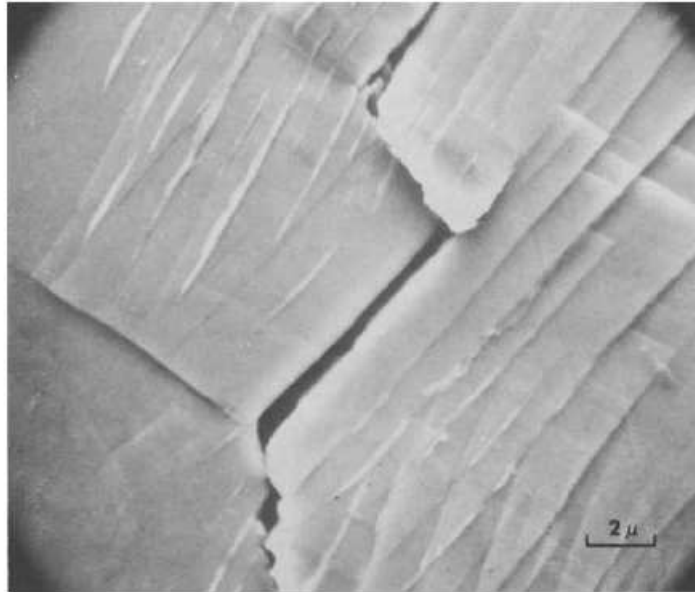


FIGURE 1.19 – Amorçage d’une fissure au niveau des bandes de glissement dans un acier inoxydable ferrito-austénique en solution $pH = 3,5$: $f = 10\text{ Hz}$, $R = -1$, $\sigma_a = 351\text{ MPa}$ et $N_r = 2.10^5$ cycles [78]

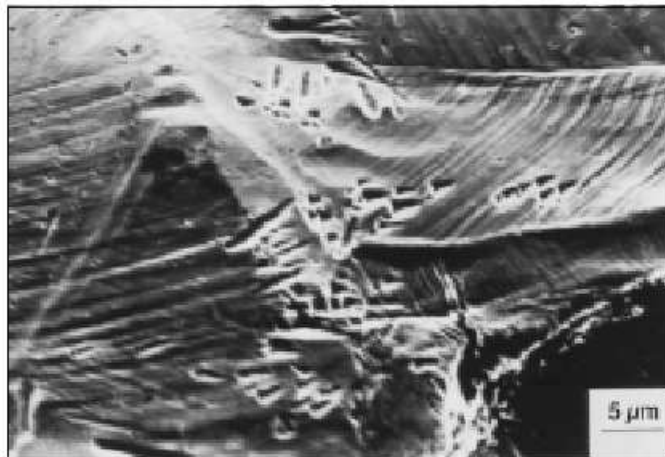


FIGURE 1.20 – Développement des piqûres de corrosion au niveau des bandes de glissement dans l’acier inoxydable 316 SS en milieu 0,5 M NaCl à $pH = 4,2$: $f = 10\text{ Hz}$, $R = 0,05$, $\sigma_{max} = 360\text{ MPa}$ et $N_r = 1,7.10^6$ cycles [72]

3.1.2 Agressivité du milieu

3.1.2.1 Concentration des chlorures

Généralement, les aciers sont très sensibles à la corrosion par piqûration en milieu salin (NaCl). L’augmentation de la concentration du milieu en NaCl (figure 1.21) provoque la diminution de la durée de vie des aciers inoxydables [30].

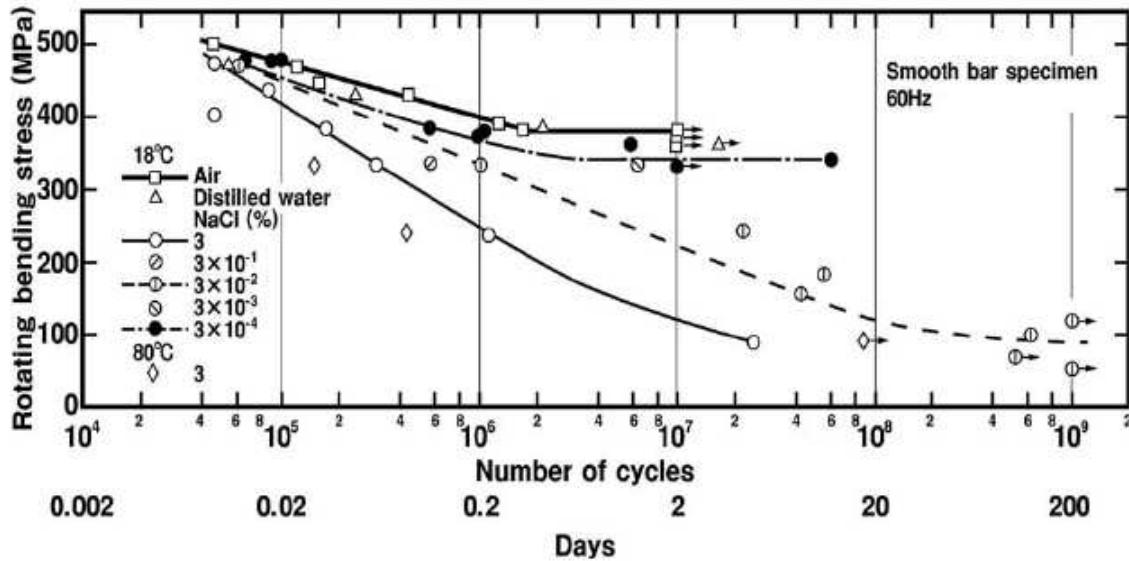


FIGURE 1.21 – Effet de la concentration en NaCl sur les essais d’endurance en flexion rotative d’un acier inoxydable à 12% de Cr ($f = 60 \text{ Hz}$, $R = -1$) [30]

Ebara et al. [32] proposent de tracer le nombre de cycles à la rupture, pour un niveau de contrainte donnée, en fonction de la concentration en NaCl (figure 1.22). En présence de NaCl la durée de vie diminue considérablement jusqu’à une valeur de 3% NaCl, au-delà de cette valeur la courbe tend vers un palier asymptotique où l’ajout de NaCl semble ne pas avoir d’effet.

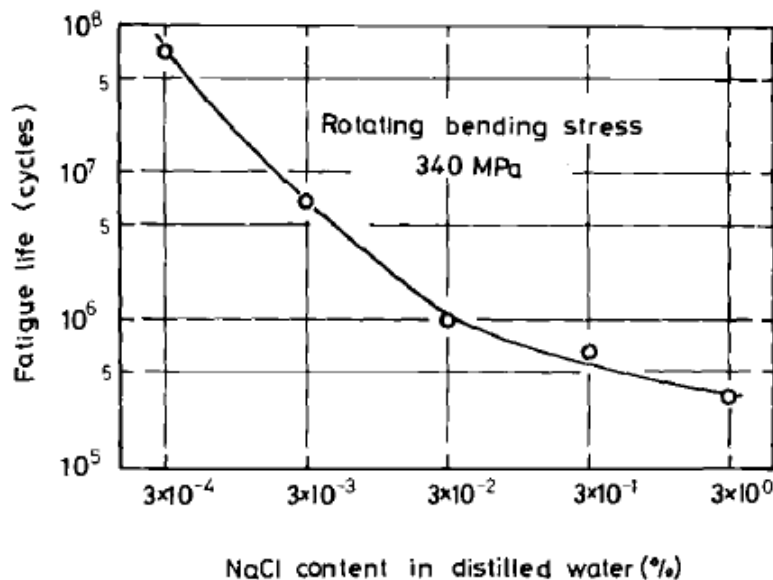


FIGURE 1.22 – Effet de la concentration en NaCl sur la durée de vie en fatigue-corrosion d’un acier inoxydable à 13% Cr ($f = 60 \text{ Hz}$, $R = -1$) [32]

Par ailleurs, McAdam [75] a montré que la dureté de l’eau n’a pas d’effet remarquable sur la durée de vie à partir d’essais de fatigue-corrosion dans deux milieux aqueux à :

- 20 ppm de CaO_3 + 5ppm de Chlorure ;
- 100 ppm de CaCO_3 + 100 à 200 ppm de Chlorure + 50 ppm de sulfate.

Ces essais confirment la neutralité des ions sulfates sur la durée de vie en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable.

3.1.2.2 Acidité du milieu

L'augmentation de la valeur du pH du milieu entraîne une amélioration de la durée de vie en fatigue-corrosion de plusieurs alliages métalliques.

Radd et al. [100] ont montré sur une série de tests en milieu alcalin à 3,5% de NaCl que pour un pH de 6,6 la limite d'endurance d'un acier doux disparaît par rapport à des essais à $pH = 12,1$. Cette limite s'améliore encore pour des valeurs élevées de pH ($pH = 13$). Les auteurs ont conclu que l'endommagement par piqûration est dû à l'aération différentielle du milieu et qu'une augmentation du pH provoque une barrière pour la diffusion de l'oxygène, qui sera piégé par un film épais d'hydroxyde de fer.

Les essais de Chaoyang [17] montrent que la durée de vie d'un acier au carbone diminue dans les milieux acides ($pH < 7$) et s'améliore considérablement dans les milieux basiques ($pH > 7$). Cette amélioration est due à la formation d'une couche de passivation stable en surface. Les observations au microscope électronique à balayage des faciès de rupture des éprouvettes testées à $pH = 11$, révèlent un mode de rupture par clivage à la surface de l'éprouvette totalement différent des modes d'amorçage par piqûration observés à pH faible (figure 1.23).

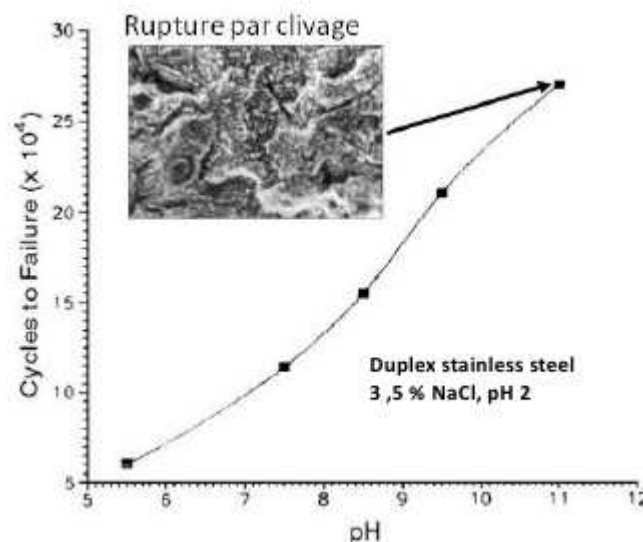


FIGURE 1.23 – Effet du pH sur la durée de vie en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable duplex [17]

Lin et al. [65] ont étudié précisément l'effet du pH sur la durée de vie en fatigue d'un acier inoxydable martensitique UNS S45000-H900. Leurs essais de fatigue endurance (figure 1.24) montrent que les durées de vie en fatigue-corrosion diminuent lorsque le pH du milieu diminue.

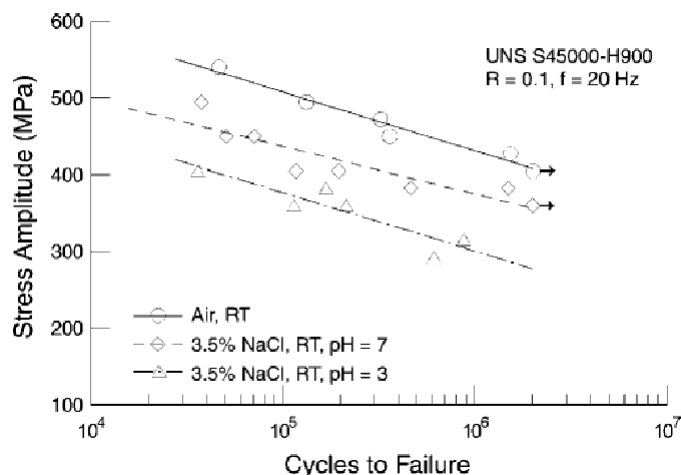


FIGURE 1.24 – Essais d’endurance sous air et dans un milieu salin à différents pH [65]

3.1.2.3 Température

La température, connue comme un accélérateur de la cinétique des réactions électrochimiques, a un effet remarquable sur la durée de vie en fatigue-corrosion. En fatigue-corrosion, d’après Gould [42], le passage d’une température de 15°C à 45°C entraîne une diminution de la durée de vie en fatigue-corrosion à 10^7 cycles d’un acier moyennement allié.

A haute température (proche de l’ébullition), Cornet et Golan [20] ont constaté une amélioration de la durée de vie en fatigue corrosion (milieu aqueux à 2,5% de NaCl) des tiges de forage. Les auteurs ont attribué cet effet bénéfique à une distribution uniforme et moins profonde des piqures développées à haute température et suggèrent que le rapport entre la surface cathodique et anodique est plus élevé à basse température. Lehmann [63] a noté aussi le même effet bénéfique sur la durée de vie en fatigue d’un acier immergé dans une solution de NaCl à 96°C . Mais, il a attribué cette amélioration à la limite de solubilité de l’oxygène à cette température.

Ces deux interprétations différentes montrent encore une fois que suivant le matériau et le mécanisme d’endommagement mis en jeu, l’effet d’un paramètre tel que la température ne peut pas être indépendant des autres paramètres influents sur le processus de fatigue-corrosion.

3.1.3 Effet de polarisation électrochimique

Le rôle de l’environnement aqueux vis-à-vis de la durée de vie en fatigue-corrosion est fortement lié à l’activité électrochimique du couple métal/électrolyte. L’effet d’un potentiel imposé a été largement étudié par Lee [62] et Kenan [39]. La figure 1.25 montre l’influence du potentiel cathodique imposé sur la durée de vie d’un acier 4140 dans une solution aérée à 3% de NaCl. Le nombre de cycles à la rupture passe par un maximum pour un potentiel de corrosion égal à $-0,6\text{ V}(SHE)$. Pour des potentiels cathodiques inférieurs à la valeur de protection maximale, les durées de vie diminuent de nouveau sous l’effet de la fragilisation du métal par le dégagement de l’hydrogène cathodique.

Par contre l'augmentation de la valeur du potentiel imposé conduit à la dissolution de la couche passive et à l'amorçage des piqûres de corrosion.

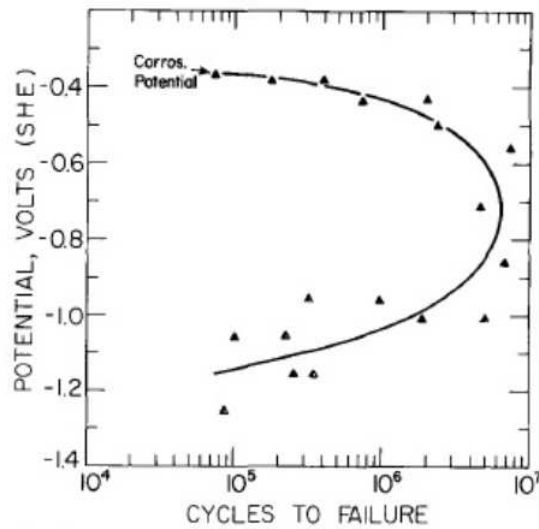


FIGURE 1.25 – Influence de la polarisation cathodique sur la tenue en fatigue-corrosion d'un acier AISI 4140 [62]

Kenan et al. [39] ont mis en évidence ce phénomène sur le même acier (voir figure 1.26). La tenue en fatigue-corrosion s'améliore considérablement en imposant un potentiel de $-0,76 V(SCE)$. À une valeur de $-1 V(SCE)$, la courbe de Wöhler s'approche de celle déterminée sous air. Alors que la diminution de potentiel améliore de plus en plus la durée de vie du matériau, le passage à une valeur de $-1,5 V(SCE)$ fait descendre la courbe de Wöhler sur le diagramme S-N par rapport à celle obtenue à $-1 V(SCE)$ (figure 1.26). Ils notent un dégagement d'hydrogène cathodique dont l'adsorption par le métal conduit à un phénomène de fragilisation.

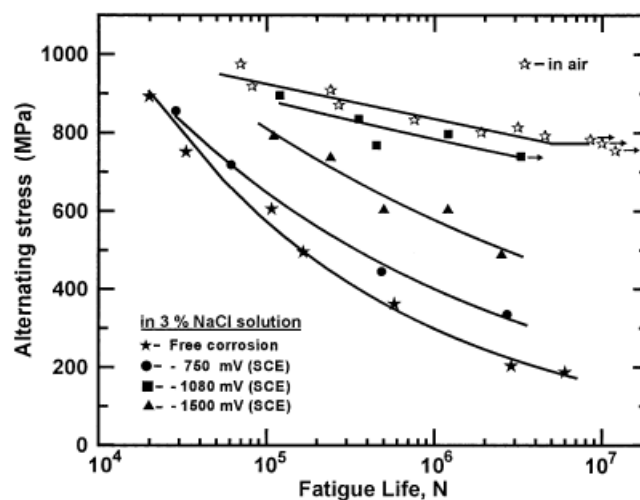


FIGURE 1.26 – Effet de la polarisation cathodique sur la tenue en fatigue-corrosion d'un acier AISI 4140 [39]

3.1.4 Effet de la fréquence d'essai

McAdam [75] a étudié l'effet de la fréquence d'essai sur les courbes de Wöhler en fatigue-corrosion pour un acier à 3,7 % de Ni. L'auteur a montré dans la configuration étudiée que la durée de vie en fatigue-corrosion est piloté par la durée de l'essai. Il montre que cette durée peut être la même à grande durée de vie/haute fréquence, et faible durée de vie/basse fréquence.

Vater et Henn [115] ont étudié l'effet de la fréquence d'essai pour le même niveau de chargement sur un acier faiblement allié dans l'eau douce. Ils ont remarqué qu'à faible fréquence la durée de vie est gouvernée par la durée de l'essai (tableau 1.1).

fréquence	N_r	Durée de l'essai
24 Hz	10^6 cycles	11,5 heures
0,08 Hz	$0,11 \cdot 10^6$ cycles	400 heures

TABLE 1.1 – Effet de la fréquence sur la durée d'essai et le nombre de cycles à la rupture d'un acier faiblement allié en eau douce selon Vater et Henn [115]

De nombreuses études [42, 56] notent la difficulté de comparer l'effet de la fréquence sur différents matériaux exposés au même environnement. Kim [56] a montré que cet effet peut être propre au matériau testé. En effet, un alliage d'aluminium sollicité dans une gamme de 1 Hz à 10 Hz en environnement aqueux à 3.5 % de NaCl reste insensible à la fréquence au contraire de l'alliage Ti-6Al-4V pour lequel l'effet de fréquence est très remarquable sur la limite d'endurance.

Truchon et al. [113] ont constaté que l'effet de la fréquence (0,5 à 50 Hz) en eau de mer synthétique A3 est plus important qu'à l'air. Pour des fréquences faibles la nocivité du milieu est plus grande et la durée de vie diminue nettement (figure 1.27). Mais ce résultat reste difficile à généraliser. En effet, des études à très hautes fréquences (ultrasoniques) en eau de mer synthétique A3 montrent que les réductions de la durée de vie à 10^8 cycles par rapport aux essais à l'air avec la même fréquence sont très proches pour un essai à 60 Hz (20 jours) et différent à 16 KHz (2 heures) [30]. De même des essais de fatigue-corrosion menés à 20kHz sur un acier faiblement allié à haute teneur en Cr et Ni (dénommé R5) [92] montrent un effet très nocif de l'eau de mer synthétique (A3) (figure 1.28).

L'effet de la fréquence, dans une gamme de 0,1 Hz à 60 Hz, reste lié aux caractéristiques du matériau [56], à l'agressivité du milieu vis-à-vis du temps d'exposition (temps d'incubation de la corrosion) [33, 64, 115] et au niveau du chargement cyclique [70]. Les auteurs notent un effet très nocif du milieu aux faibles fréquences (inférieures à 1 Hz) en le comparant à des essais à 50 Hz. Mais ces dernières années des essais à très hautes fréquences (15 KHz à 20 KHz) [30, 92] montrent que l'effet du milieu reste très marqué (même taux de réduction de la limite d'endurance par rapport aux essais à 60 Hz [30]). Ce sujet reste donc ouvert.

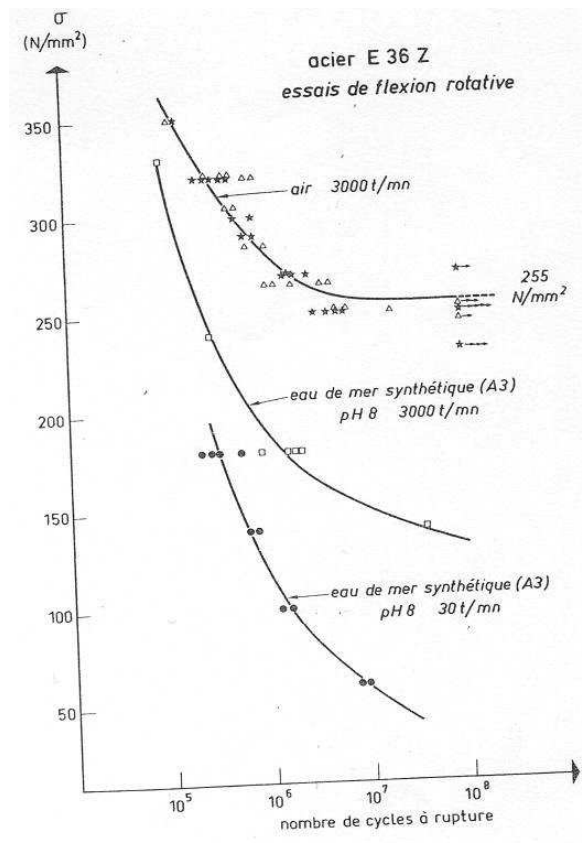


FIGURE 1.27 – Effet de la fréquence (courbes d'endurance en fatigue-corrosion d'un acier rapide supérieur effet de la fréquence d'essai [113])

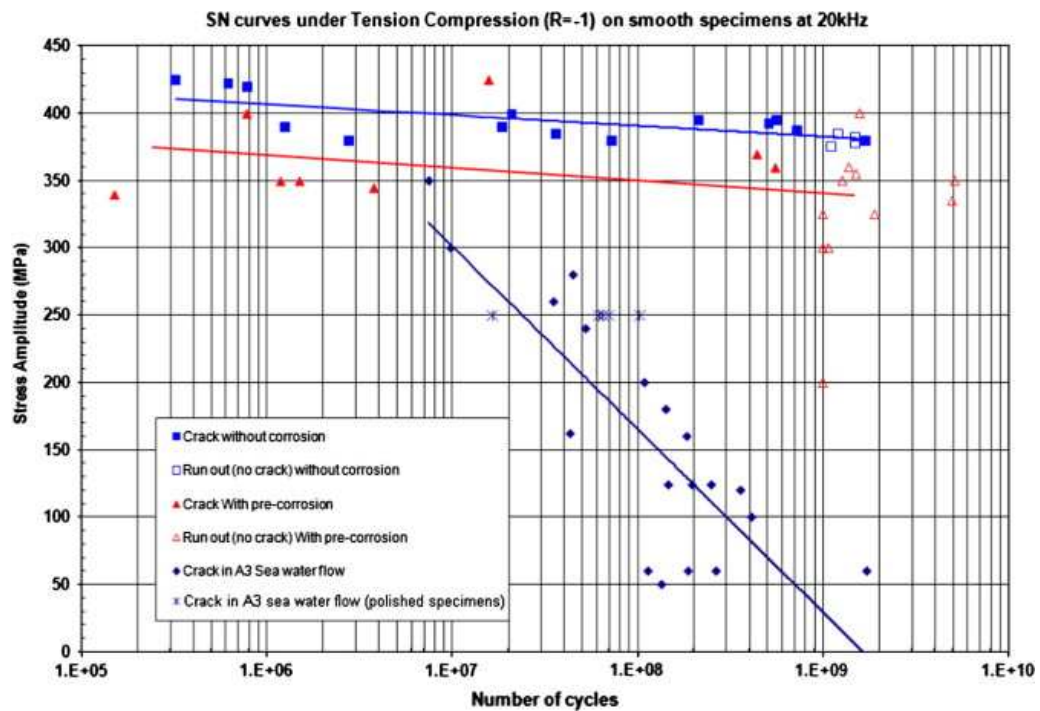


FIGURE 1.28 – Courbes de fatigue-corrosion dans l'eau de mer synthétique A3 de l'acier R5 à très haute fréquence (20 KHz) en traction $R = -1$ [92]

3.1.5 Effet de synergie déformation cyclique/corrosion rôle des bandes de glissement

Dans le domaine de passivation plusieurs études ont montré l'existence d'un transitoire de courant qui apparaît suite à des ruptures successives de la couche passive par les bandes de glissement dues au chargement cyclique (voir schéma de principe figure 1.29 [29]).

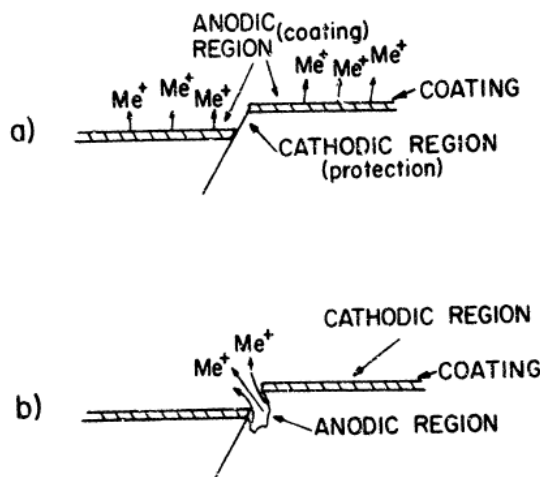


FIGURE 1.29 – Schéma de principe du mécanisme de rupture de passivité par les bandes de glissement [29]

Sous un potentiel de passivation imposé, l'apparition des bandes de glissement entraîne une modification de la valeur de la densité de courant mesuré initialement proche de zéro. Cette modification apparaît sous la forme d'un transitoire de courant illustré en figure 1.30. Ce transitoire présente deux pics par cycle de fatigue correspondant aux deux contraintes maximales de traction et de compression dans un cycle de fatigue avec un rapport de charge $R = -1$.

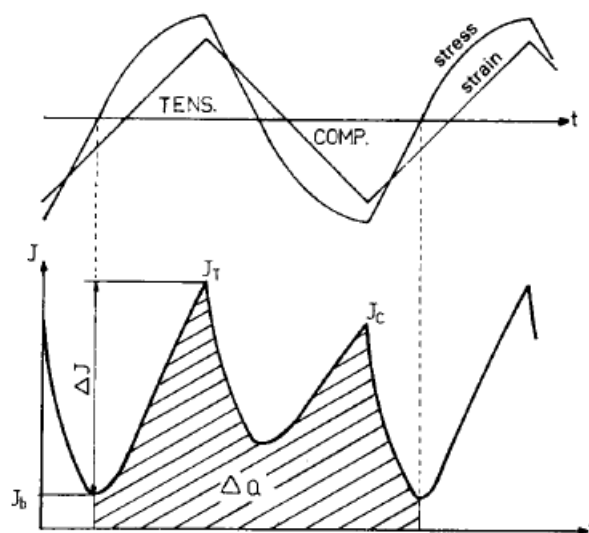


FIGURE 1.30 – Évolution du courant de corrosion au cours d'un essai de fatigue-corrosion à déformation imposée, dans le domaine de passivation d'un acier inoxydable [67]

Muller [79], Mangin [67] et Daeubler [24] montre que chacun des pics de courant enregistré correspond à l'activité de la surface de l'éprouvette mis à nu par les bandes de glissement lors des phénomènes d'intrusions et d'extrusions. La chute de la densité de courant pour un niveau de contrainte/déformation proche de zéro est due essentiellement à la repassivation du matériau : formation d'un film passif à la surface mise à nu. Notons que les fréquences de chargement utilisées dans la plupart des travaux qui proposent ce mécanisme d'endommagement est très faible et ne dépasse pas 1 Hz . Ces travaux considèrent que le matériau de l'étude a le temps de former sa couche passif entre deux mouvements consécutifs d'intrusions/extrusions.

Pour des essais en fatigue oligocyclique, Magnin [67] a mis en évidence l'effet de la déformation plastique accumulée sur le courant de dissolution qui reflète l'activité électrochimique de la surface du matériau. La figure 1.31 illustre la variation du courant en fonction de la déformation plastique cumulée (essai à déformation imposée et à potentiel imposé) (figure 1.30). L'auteur montre que la densité de courant augmente rapidement pour des valeurs de déformation plastique cumulée supérieures à 50%. Cette évolution reste liée à la microstructure de l'acier, elle est plus rapide avec un traitement de revenu ($2h$ à 400°C).

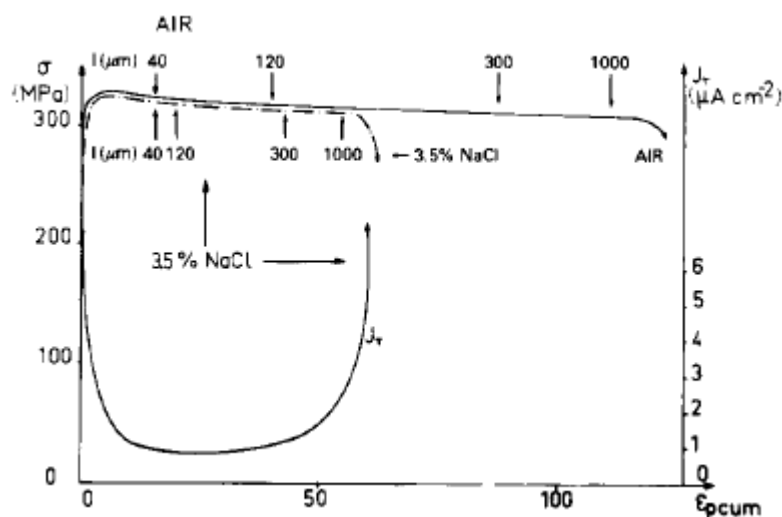


FIGURE 1.31 – Influence de la déformation plastique cumulée, au cours du cyclage mécanique, sur le courant de corrosion [67]

3.2 Modèles de Prédiction de la durée de vie en fatigue-corrosion

Les approches de modélisation de l'amorçage des fissures en fatigue-corrosion en milieu aqueux sont généralement liées à un ou plusieurs des mécanismes suivants [29] :

- baisse de l'énergie de surface du métal résultant des phénomènes d'absorption ou de fragilisation par l'hydrogène ;
- attaque électrochimique des zones déformées plastiquement, jouant le rôle d'une anode par rapport au reste des surfaces (cathode), dans le cas des matériaux non passivables ;
- attaque électrochimique au niveau des ruptures du film passif dues à l'activité des bandes de glissement à la surface et à l'exposition à l'environnement du métal mis à nu ;

- concentration des contraintes au niveau des défauts de corrosion localisées (piqûres, crevasses) des alliages passivables dus à la présence d'inclusions ou à l'agressivité du milieu corrosif.

Seuls les deux derniers mécanismes peuvent intervenir dans le processus de fatigue-corrosion d'un acier inoxydable en contact avec une solution aqueuse contenant des chlorure (le cas de cette étude). Dans le cas des alliages passivables, Duquette [29] montre qu'au cours de l'amorçage des fissures les interactions entre bandes de glissement et l'environnement sont de première importance. En effet l'émergence de ces bandes de glissement expose le métal mis à nu à l'environnement. Le métal subit une dissolution tant que la couche passive n'est pas encore reformée. Dans ce cas, le processus d'amorçage des fissures peut être considéré comme une interaction entre les cinétiques d'émergence des bandes de glissement et de la repassivation du métal [29, 68, 69, 79]. Un deuxième mécanisme intervient dans l'amorçage des fissures en fatigue-corrosion des alliages passivables ; il s'agit de l'amorçage sur les piqûres de corrosion. Plusieurs études montrent que l'amorçage est issu de piqûres déjà existantes [19, 48, 59, 66]. Le plus connu des modèles est celui de Kondo [59], qui relie l'amorçage des fissures à l'interaction de la cinétique de croissance de piqûre et la vitesse de propagation des fissures courtes.

3.2.1 Domaine de passivation : effet des bandes de glissement

L'amorçage de fissures sous condition de passivité est dû à une séquence de rupture/formation du film passif. La rupture est essentiellement due à l'émergence des bandes de glissement entraînant une dissolution locale et la formation d'entaille, un processus dont les paramètres influents sont : la fréquence, le taux de déformation cyclique et la vitesse de repassivation [95].

Une fois que l'entaille est formée, La repassivation aura lieu en même temps que la dissolution des plans de glissement. L'émergence des bandes de glissement en fond d'entaille, résultant de la concentration de contrainte, entraîne de nouveau la fracture du film passif suivie d'une dissolution locale des atomes électro-chimiquement plus activés [60]. Ce processus dynamique (figure 1.32) de rupture de passivité, dissolution préférentielle et repassivation provoque l'amorçage de fissures.

La cinétique de dépassivation/repassivation dépend de la cinétique de dissolution préférentielle du métal après la rupture du film passif [79]. En utilisant la loi de Faraday, on peut calculer la quantité de matière dissoute par cycle sous forme d'une distance sur le plan de glissement :

$$dN = \frac{2M}{nF\rho} \int_0^{f^{-1}} i_{repassivation} dt \quad (1.25)$$

M, F et ρ sont les paramètres de la lois de Faraday et $i_{repassivation}$ le courant de repassivation :

$$i_{repassivation} = i_{max} \exp(-\gamma t)$$

γ étant une constante liée à l'environnement corrosif.

Le nombre de cycle à l'amorçage N_a correspond à une valeur de N pour :

$$dN = d_{critique} \quad (1.26)$$

$$N_a = d_{critique} \frac{nF\rho}{2M} \frac{\gamma}{2i_{max}} \left(1 - \exp\left(\frac{\gamma}{f}\right)^{-1} \right) \quad (1.27)$$

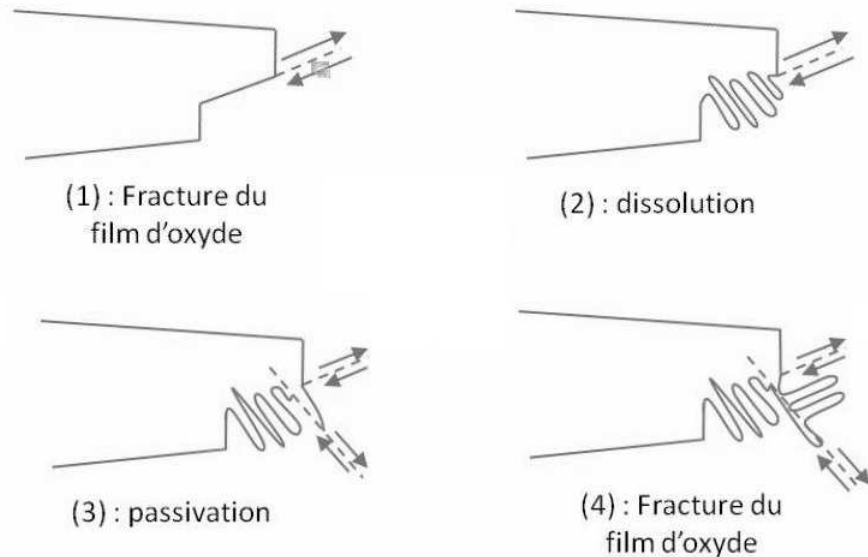


FIGURE 1.32 – Modèle de dissolution/repassivation du film passif [95]

Selon Magnin [MAG87] des limites s'imposent à l'utilisation de cette approche, tout comme celle de l'endommagement par piqûres, du fait qu'elle n'intègre pas les effets de couplage locaux corrosion-déformation, comme par exemple l'effet d'une déformation cyclique sur les réactions électrochimiques :

- évolution de la densité du courant en fonction de la déformation plastique cumulée, de la vitesse du chargement et de la forme du cycle (figure 1.32) ;
- L'effet de la corrosion sur la plasticité cyclique : adoucissement par la dissolution anodique avant qu'une fissure ne se forme.

Ces modèles ont été développés suite à des essais de fatigue oligocyclique avec une déformation plastique suffisante et une fréquence de chargement assez faible. Ces conditions d'essais permettent de remonter à un scénario de dépassivation/repassivation séquentielle de l'acier pendant les phases respectives de charge décharge mécanique. Pour cela, les approches de modélisation ont été centrées sur la cinétique de développement d'un défaut de corrosion assistée par le chargement mécanique cyclique.

3.2.2 Domaine de piqûration : transition piqûre/fissure courte

Les piqûres de corrosion ont été le sujet des premières tentatives de modélisation grâce de part leur importance dans les applications industrielles. Les modèles de calcul de la durée de vie en fatigue-corrosion considèrent la piqûre comme une fissure débouchante associée à un facteur d'intensité de contrainte. À partir d'une valeur seuil de ce facteur, la transition entre la croissance de la piqûre et la propagation d'une fissure de fatigue aura lieu. L'endommagement dans ce cas suit un chemin spécifique contenant 7 étapes :

- initiation d'une piqûre ;
- développement de la piqûre ;

- transition piquûre / propagation fissure courte ;
- propagation d’une fissure courte ;
- transition fissure courte / fissure longue ;
- propagation d’une fissure longue ;
- rupture brutale.

Nous constatons que l’endommagement en fatigue-corrosion contient deux phases : la première est due essentiellement à la corrosion tandis que la deuxième est totalement pilotée par la fatigue et la propagation de fissure en milieu agressif. Dans la suite de ce document nous citons les principaux modèles de prévision de la durée de vie en fatigue-corrosion basé sur la transition croissance d’une piquûre / propagation d’une fissure.

3.2.2.1 Modèle de Müller [79]

Müller a établi une approche, pour calculer le nombre de cycles à l’amorçage de fissure en prenant en compte le temps d’incubation de la corrosion. Pour un chargement cyclique à fréquence constante sous un potentiel de piqûration constant, la cinétique de développement des piquûres sera du type :

$$d_L = C (t - t_0)^\beta \quad (1.28)$$

où " t_0 " est le temps d’incubation pour la germination de la piquûre. " C " et " β " sont des constantes du matériau.

Müller définit ensuite une taille critique " d_{CL} " de transition entre la croissance de la piquûre moyenne et la propagation d’une fissure de fatigue. La valeur de " d_{CL} " dépend du chargement cyclique " $\Delta\sigma_0$ ", de la limite d’élasticité cyclique du matériau " σ_{FC} ", du seuil de non propagation de fissure " ΔK_0 " et de la géométrie de l’éprouvette définie par un paramètre " G ".

$$d_{CL} = \frac{\cos\left(\frac{\pi\Delta\sigma_0}{4\sigma_{FC}}\right) \pi^2 \Delta K_0^2}{32G^2\sigma_{FC}^2 \left[1 - \cos\left(\frac{\pi\Delta\sigma_0}{4\sigma_{FC}}\right)\right]} \quad (1.29)$$

Finalement le nombre de cycles à l’amorçage " N_a " sera du type :

$$N_a = f \left[t_0 + \left(\frac{d_{CL}}{C} \right)^{\frac{1}{\beta}} \right] \quad (1.30)$$

L’inconvénient de cette approche, selon Magnin, vient de la difficulté pour déterminer les paramètres " C " et " β ", qui varient en fonction du nombre de cycles par effet d’interaction corrosion/déformation, phénomène vérifié expérimentalement dans ses travaux.

3.2.2.2 Modèle de Kondo [59]

Kondo fut le premier à mettre une place un modèle de compétition entre la croissance des piqûres de corrosion et la propagation des fissures de fatigue. Cette hypothèse semble aujourd'hui être admise par la communauté scientifique.

Le modèle de Kondo considère une taille moyenne de piqûre de forme hémisphérique de rayon " c ", ce qui correspond à des piqûres obtenues sur ses éprouvettes en acier. La première hypothèse, vérifiée expérimentalement, est que le volume de la piqûre croît proportionnellement au temps " t " :

$$V = \frac{2}{3}\pi c^3 = \alpha t \quad (1.31)$$

Cette loi de croissance des piqûres n'est vrai que si la densité de courant reste constante au cours du temps, donc si le nombre de piqûres par unité de surface reste constant à potentiel constant.

En introduisant le nombre de cycle " N " et la fréquence " f " dans la loi de croissance on obtient l'équation suivante :

$$c = C_p t^{1/3} = C_p \left(\frac{N}{f} \right)^{1/3} \quad (1.32)$$

$$C_p = \left(\frac{3\alpha}{2\pi} \right)^{1/3} \quad (1.33)$$

En différenciant l'équation 1.33, on obtient le taux de croissance par cycle de la profondeur de la piqûre moyenne à courant constant :

$$\frac{dc}{dN} = \frac{1}{3} C_p^{1/3} f^{-1} c^{-2} \quad (1.34)$$

Pour comparer les deux vitesses de croissance des piqûres et de propagation des fissures, il fait modifier l'équation 1.34 en fonction de " ΔK_{eq} ". Kondo [59] a considéré que la piqûre se comporte comme une fissure associée à un facteur d'intensité de contrainte. Il a obtenu ainsi la loi d'évolution de la piqûration en fonction de " ΔK_{eq} " :

$$\frac{dc}{dN} = \frac{1}{3} C_p^3 f^{-1} \left(\frac{\pi}{Q} \right)^2 \left(\frac{1,12\Delta\sigma}{\Delta K_{eq}} \right)^4 \quad (1.35)$$

Selon Kondo l'endommagement par fatigue est observé lorsque la croissance des fissures sera plus rapide que la croissance des piqûres.

$$\left(\frac{dc}{dN} \right)_{piqûre} \leq \left(\frac{dc}{dN} \right)_{fissure} \quad (1.36)$$

Cette approche est basée sur la coexistence de deux processus en compétition, le processus le plus rapide gouvernant le mode d'endommagement en fatigue-corrosion (figure 1.33). L'avantage de la méthode de Kondo est qu'elle part d'une hypothèse qui a un véritable sens physique. Pour cela elle est reprise dans la plupart des travaux récents Chen [19], Shi [105], Magnin [68] et Van Der Walde [26].

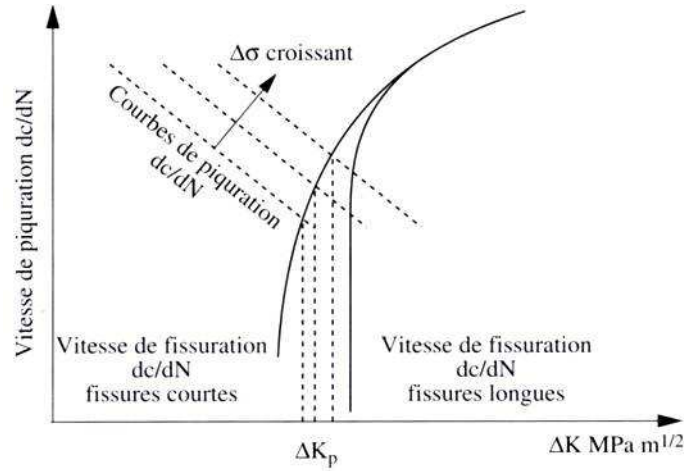


FIGURE 1.33 – Illustration de la compétition entre la croissance des piqûres et la propagation des fissures d’après Kondo [59]

3.2.2.3 Modèle de Chen [19]

Chen a repris le modèle de Kondo, en considérant des piqûres de forme semi-elliptique pour s’approcher du cas réel (figure 1.34).

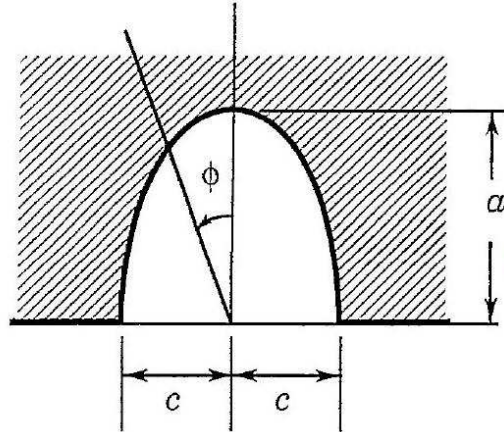


FIGURE 1.34 – Schéma d’une piqûre équivalente de géométrie semi-elliptique [19]

Chen considère, ensuite, que les piqûres croissent en gardant un rapport β constant entre le rayon "c" à la surface et la profondeur "a" (équation 1.37) :

$$\beta = \frac{c}{a} \quad (1.37)$$

En modélisant la piqûre comme une fissure semi-elliptique, il relie la loi de piquuration de Kondo à un facteur d’intensité de contrainte équivalent " ΔK_{eq} " :

$$\Delta K_{eq} = \frac{1,12k_t\Delta\sigma\sqrt{\pi c}}{\phi} \left(\sin^2 \theta + \beta^2 \cos^2 \theta \right)^{1/4} \quad (1.38)$$

$$\text{avec } \phi = \int_0^{\pi/2} \left(\sin^2 \theta + \beta^2 \cos^2 \theta \right)^{1/2} d\theta \quad (1.39)$$

Dans la même logique que le modèle de Kondo la transition aura lieu si le facteur d'intensité de contrainte équivalent pour une piqure dépasse une valeur seuil " ΔK_{th} " appelée aussi de transition " ΔK_{tr} " :

$$\Delta K_{tr} = \left[\frac{\pi (1,12k_t\Delta\sigma)^4}{2} \cdot \frac{C_p}{C_F^*} \cdot \frac{(\beta_{tr})^2}{(\Phi_{tr})^4} \right]^{\frac{1}{n+4}} \cdot \left(\frac{1}{f} \right)^{\frac{1}{n+4}} \quad (1.40)$$

Dans le cas de l'alliage 2024-T4 (aluminium), Chen définit deux domaines pour " ΔK_{tr} " en fonction de la fréquence. Il montre l'existence d'un domaine où le critère de transition est insensible à la fréquence ($f < 5$ Hz), au delà de ce domaine " ΔK_{tr} " évolue suivant une droite en fonction de " $1/f$ " en échelle log-log (figure 1.35).

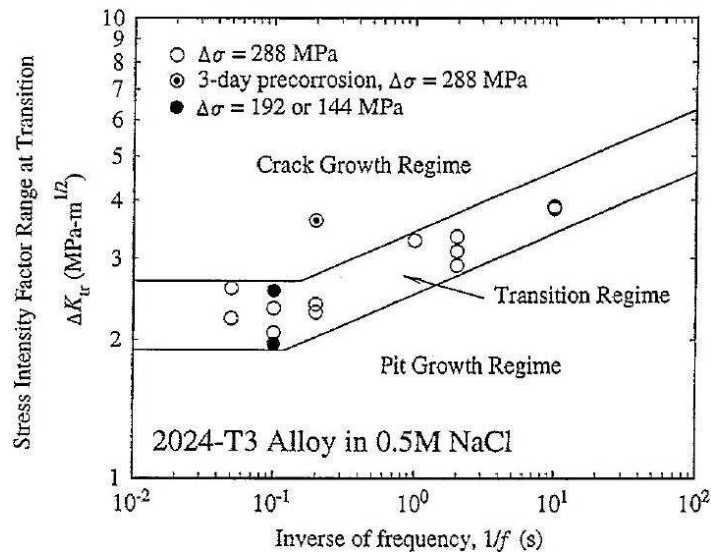


FIGURE 1.35 – Relation entre le facteur d'intensité des contraintes critique d'amorçage des fissures de fatigue-corrosion et la fréquence d'essai [19]

3.2.2.4 Intégration de la loi de Faraday dans la croissance des piqures : Cawley (1996)

Cawley a proposé une relation plus physique pour définir la loi piquuration de Kondo (équation 1.35). Il estime que les piqures se développent avec un taux constant suivant la loi de Faraday, généralement utilisée dans le cas de la corrosion généralisée (équation 1.41).

$$\left(\frac{dV}{dt} \right)_{\text{piqure}} = \frac{M I_p(k)}{n F \rho} \exp \left(- \frac{\Delta H}{RT} \right) \quad (1.41)$$

avec " M " la masse molaire, " F " la constante de Faraday, " ρ " la masse volumique du métal, " R " la constante des gaz parfaits, " T " la température, " I_p " le courant de piquuration, " ΔH " l'énergie d'activation et n le nombre d'électron.

Il considère ensuite la même forme de piqûres établie dans l'approche de Chen (figure-fig1.34) dont le volume est donné par cette relation :

$$V = \frac{2}{3}\pi a^2 c \quad ; \quad \beta = \frac{c}{a} \quad (1.42)$$

$$\frac{dV}{dt} = \frac{2\pi}{3} \left(\frac{c}{\beta}\right)^2 \frac{dc}{dt} = C_p = \frac{MI_p(k)}{\eta F \rho} \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) \quad (1.43)$$

La transition piqûre/fissure aura lieu lorsque la vitesse de propagation des fissures dépasse la vitesse de croissance des piqûres :

$$\left(\frac{dc}{dt}\right)_{fissure} \geq \left(\frac{dc}{dt}\right)_{piqûre} \quad (1.44)$$

$$\left(\frac{dc}{dt}\right)_{piqûre} = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\beta}{c}\right)^2 \frac{MI_p(k)}{\eta F \rho} \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) \quad (1.45)$$

Ensuite, Cawley prend en compte une équation de propagation d'une fissure courte pour appliquer le critère de transition. Il utilise un modèle simple équivalent au modèle de propagation des fissures longues (lois de Paris) avec des paramètres " C " et " n " différents :

$$\left(\frac{dc}{dt}\right)_{fissure} = \frac{dc}{dN} f = C_{sc} (\Delta K)^{n_{sc}} f \quad (1.46)$$

avec " C_{sc} " une constante liée au matériau et " n_{sc} " une constante liée à la propagation des fissures courtes.

En comparant les deux vitesses de croissance des piqûres (équation 1.45) à la vitesse de propagation des fissures courtes (équation 1.46), il arrive à déterminer la longueur critique de transition piqûre/fissure " c_{tr} " :

$$c_{tr} = \left[\frac{(\beta_{tr})^2 (\Phi_{tr})^{n_{sc}}}{2\pi C_{sc} (k_t \Delta \sigma)^{n_{sc}}} \frac{MI_p(k)}{\eta F \rho} \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) \right]^{\frac{2}{n_{sc} + 4}} \cdot \left(\frac{1}{f}\right)^{\frac{2}{n_{sc} + 4}} \quad (1.47)$$

3.2.3 Discussion

Les modèles présentés sont des modèles de calcul relativement simple "mono-piqûres", en considérant soit une piqûre "moyenne" soit la piqûre la plus grande, comme critique pour l'amorçage d'une fissure. Même si ces modèles donnent des résultats convenables dans les travaux évoqués précédemment, leurs bases physiques restent limitées. En effet, les sites d'amorçage de la corrosion ne sont pas répartis de façon homogène dans le métal. Dans la majorité des cas les hétérogénéités de type métallurgiques, inclusions par exemples, sont des sites privilégiés d'amorçage de la corrosion dans les alliages industriels. Elles apparaissent dans l'alliage d'une façon aléatoire, parfois sous forme de réseaux denses et leur taille peut varier sensiblement. Au cours de processus de corrosion des piqûres très proches peuvent former une seule piqûre (phénomène de coalescence) et si on rajoute le chargement mécanique appliqué des zones d'interférences de contraintes entre deux ou plusieurs piqûres proches peuvent avoir lieu. Il apparaît donc tout à fait nécessaire de prendre en compte ces phénomènes dans les modèles de calcul de durée de vie.

4 Conclusion et synthèse bibliographique

Cette partie du manuscrit a présenté une synthèse générale des principaux phénomènes liés à la fatigue-corrosion. Trois points essentiels doivent être retenus :

- Afin d'identifier correctement les mécanismes d'amorçage de fissures en fatigue-corrosion dans un milieu aqueux, de nombreux paramètres, à la fois mécaniques, liés au matériau et physico-chimiques, sont à prendre en compte et à contrôler.
- L'effet de ces paramètres est mal établi dans la littérature à cause de diverses interactions complexes qui peuvent se manifester à localement.
- Certains modèles analytiques ont été développés ces dernières années. Néanmoins, des limitations s'imposent à l'utilisation de ces modèles du fait qu'ils n'intègrent pas les interactions locales corrosion-déformation cyclique. Certes ces approches constituent un moyen qualitatif d'analyse des mécanismes d'amorçage en fatigue-corrosion, mais la nécessité de trouver des moyens expérimentaux, permettant de suivre in-situ l'amorçage, s'impose pour tenter de passer à des modèles plus quantitatifs.

Chapitre 2

Caractérisation du matériau étudié

Le matériau étudié dans le cadre de ce travail est l'acier inoxydable martensitique $X12CrNiMoV12 - 3$. C'est une nuance développée par Aubert et Duval pour des applications aéronautiques associant bonne tenue à la corrosion et une forte résistance mécanique. Ce chapitre présente une analyse de la microstructure, une analyse du comportement mécanique cyclique et une étude de la durée de vie en fatigue à l'air de l'acier $X12CrNiMoV12 - 3$. Ces analyses constitueront une base de données de référence pour l'étude de l'effet de la corrosion en milieu aqueux sur la durée de vie en fatigue (chapitres 3 et 4).

1 L'acier X12CrNiMoV12-3

L'acier X12CrNiMoV12-3 est une nuance d'acier inoxydable martensitique développée par Aubert et Duval pour des applications aéronautiques à haute résistance mécanique. Les pièces industrielles élaborées en X12CrNiMoV12-3 sont obtenues par usinage dans des barres forgées et traitées thermiquement. Ce traitement comprend :

- une austénisation à $1040\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- une trempe à l'air,
- un maintien de remise en solution des carbures à $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- un revenu de relaxation à $230\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Afin d'étudier le matériau constitutif des pièces industrielles, tous les essais mécaniques ont été effectués sur des éprouvettes prélevés dans les bruts des pièces concernées (figure 2.1).

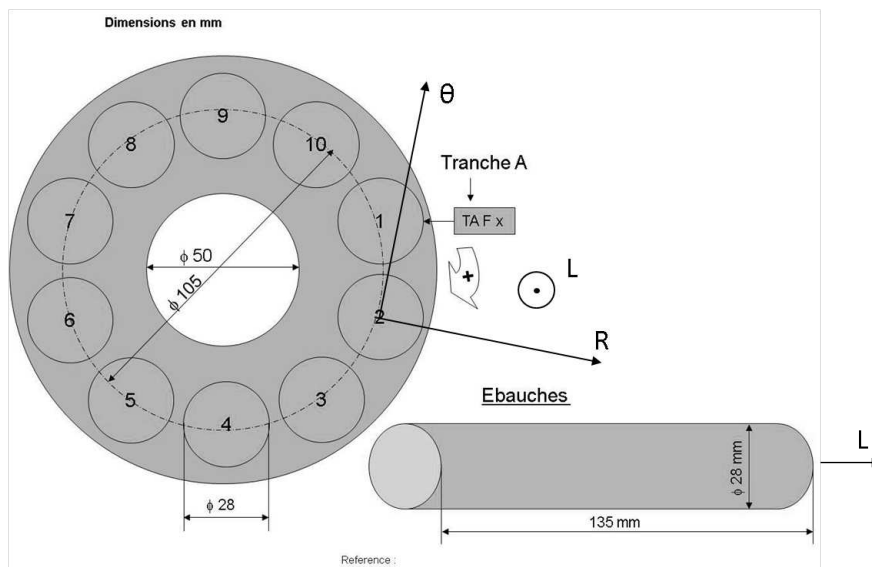


FIGURE 2.1 – Plan de prélèvement des éprouvettes dans les bruts des pièces concernées

1.1 Composition

La composition chimique de l'acier X12CrNiMoV12-3 est donnée dans le tableau 2.1. Les pourcentages massiques des éléments chimiques ont été déterminés par Aubert et Duval.

	Cr	Ni	Mo	V	C	Fe
% massique	11,5	2,5	1,6	0,3	0,12	balance

TABLE 2.1 – Composition chimique de X12CrNiMoV12-3 (en % massique)

1.2 Microstructure et analyse inclusionnaire

Une étude métallographique d'un échantillon de X12CrNiMoV12-3 a été réalisée afin de définir la microstructure (phase en présence et taille des grains) et pour identifier suivant les différentes directions, la présence d'éventuelles inclusions et hétérogénéités microstructurales. En effet nous avons vu dans le chapitre précédent que les inclusions

peuvent jouer un rôle important en fatigue-corrosion.

Le polissage d'un échantillon d'acier X12CrNiMoV12-3 a été réalisé manuellement avec une polisseuse rotative et des papiers abrasifs au carbure de silicium jusqu'au grade 2400 puis des draps et des solutions diamantées jusqu'à la granulométrie $1\ \mu\text{m}$. Les observations en microscopie optique (Olympus) mettent en évidence la présence de fines inclusions d'une taille maximale de $10\ \mu\text{m}$ et d'une densité moyenne de $70\ \text{inclusions}/\text{cm}^2$. Ces inclusions ont été observées sans attaque chimique de la surface de l'échantillon, dans les trois plans d'observation. Les inclusions sont de formes et positions relatives variées, identiques dans les trois plans d'observations et ne constituent pas des agglomérats (figure 2.2).

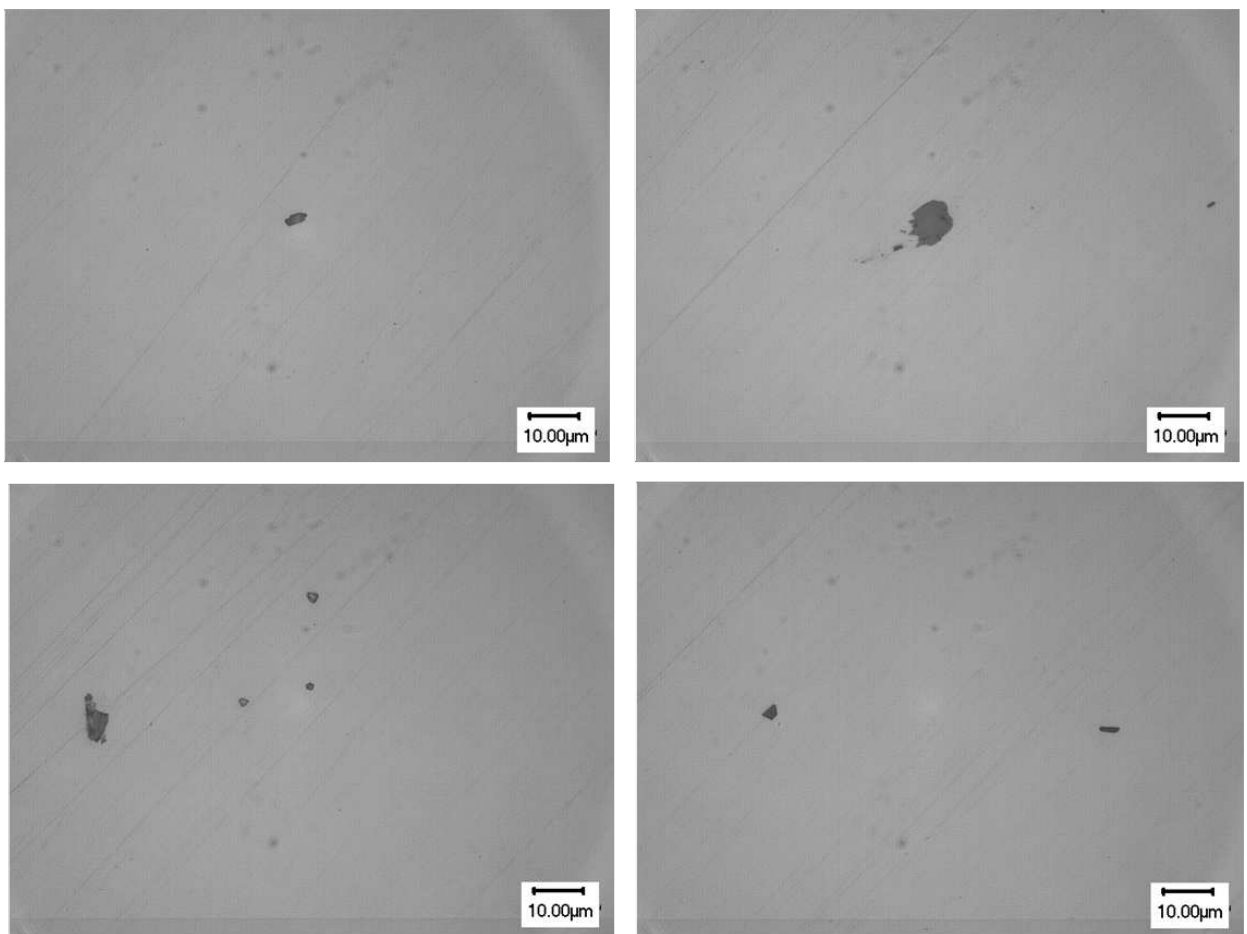


FIGURE 2.2 – Micrographies optiques dans le plan (R, θ) des inclusions présentes dans l'acier X12CrNiMoV12-3

La présence de ces inclusions a été vérifiée par d'autres observations au microscope électronique à balayage (MEB) de type FEG (*Field Emission Gun*). Les analyses EDX (*Energy Dispersive X-ray spectroscopy*) montrent que les inclusions sont majoritairement constituées d'aluminium. Ces inclusions à base d'aluminium ne sont pas des résidus de polissage comme le montre les micrographies en figure 2.3, réalisées avec un échantillon poli électrolytiquement.

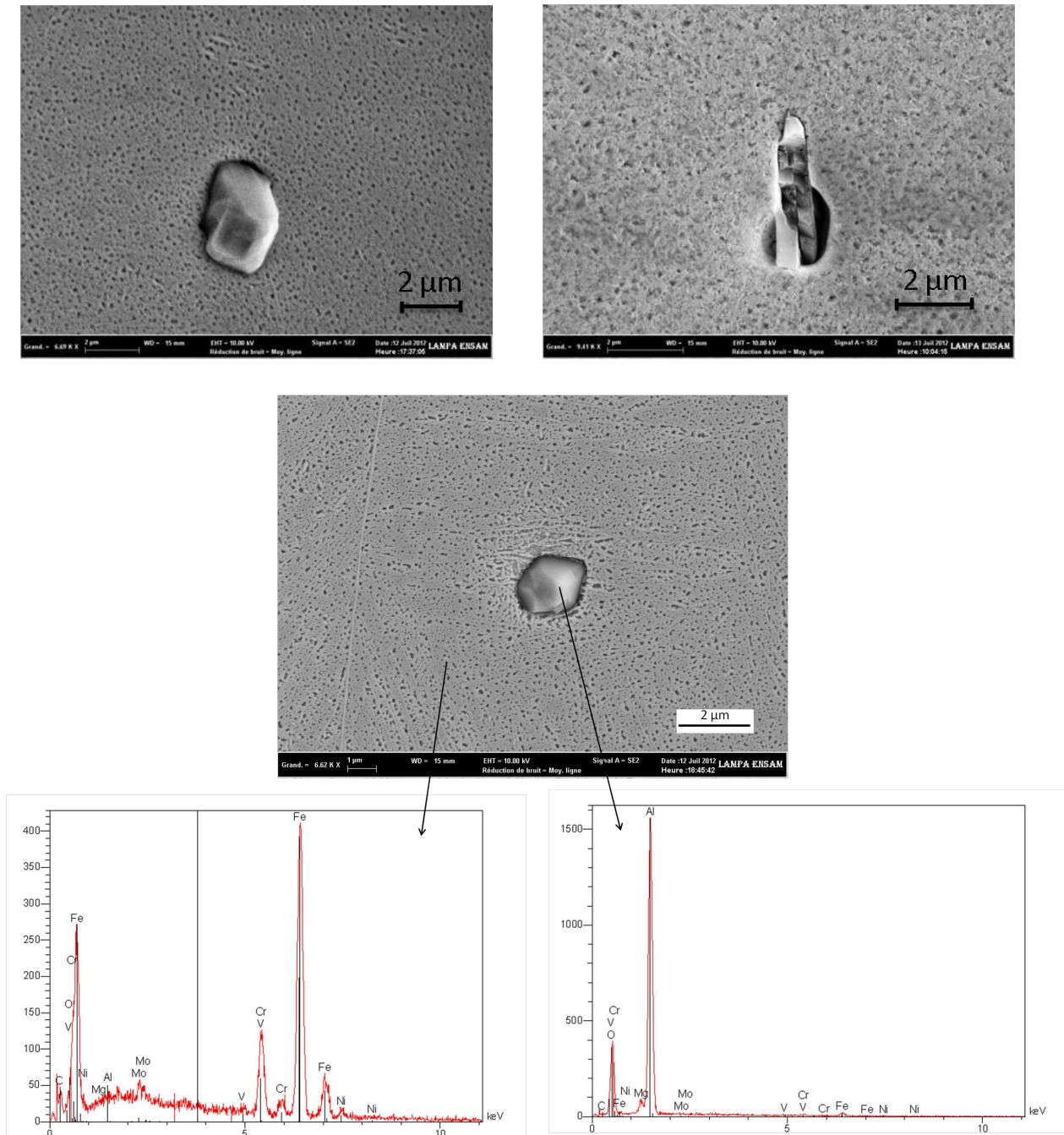


FIGURE 2.3 – Observations et analyse EDX semi-quantitative au MEB des inclusions d'aluminium dans l'acier X12CrNiMoV12-3, on note la présence nette d'aluminium dans l'inclusion

La microstructure de l'acier relevée par une attaque chimique au réactif de Behara est homogène dans les trois plans d'observation (figure 2.4). Après le traitement thermique (état d'usage) cet acier possède une matrice martensitique. Sa microstructure est constituée d'un ensemble de lattes parallèles réunies dans une structure appelée "paquet". Plusieurs paquets peuvent être observés, dans chaque ancien grain austénitique d'une taille moyenne de 100 μm . Les paquets sont à leur tour constitués de blocs dans lesquels se trouvent les lattes de même orientation d'une largeur de l'ordre de 1 μm .

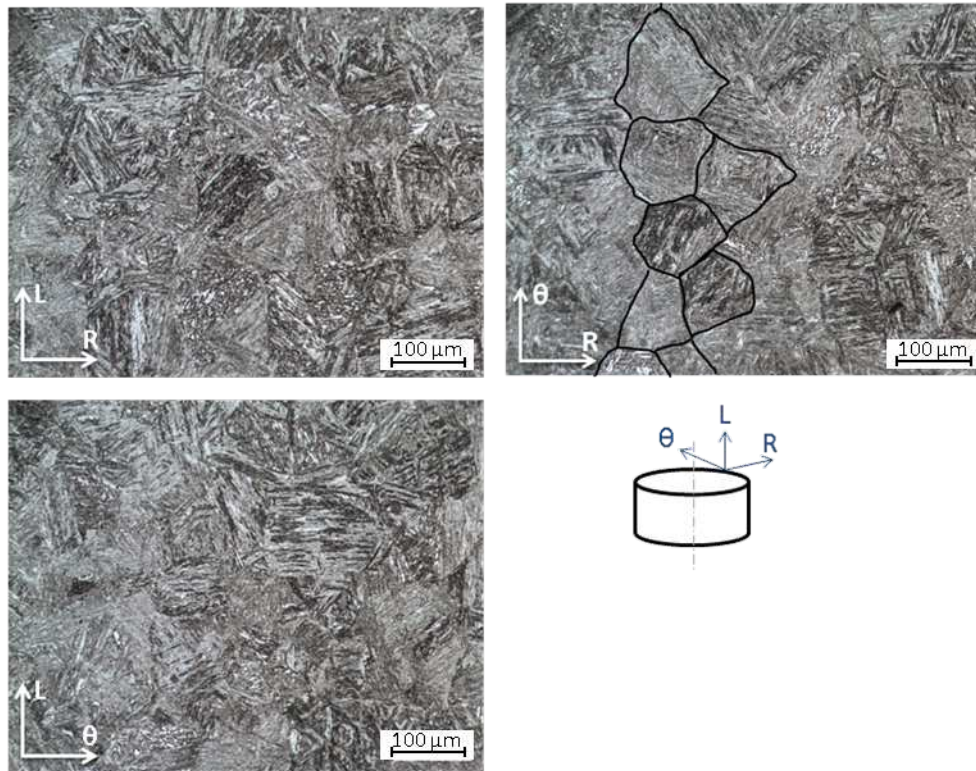


FIGURE 2.4 – Microstructure de l'acier X12CrNiMoV12-3

L'attaque au réactif du Curran révèle la présence de zones non attaquées au niveau des joints des grains. Ces zones constituent des phases autres que la martensite, qui peuvent être soit de l'austénite résiduelle, soit de la ferrite δ (figure 2.5). Afin d'identifier la nature de ces phases, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisées (au LAMPA Arts et Métiers ParisTech centre d'Anger), sur une base d'éprouvette découpée et polie électrolytiquement. Les conditions de diffraction sont les suivantes :

- rayonnement $K\alpha$ du Cr sous 40 kV et 30 mA ;
- $\lambda = 0,2291 \text{ nm}$;
- surface irradiée limitée par le détecteur de diamètre 2 mm .

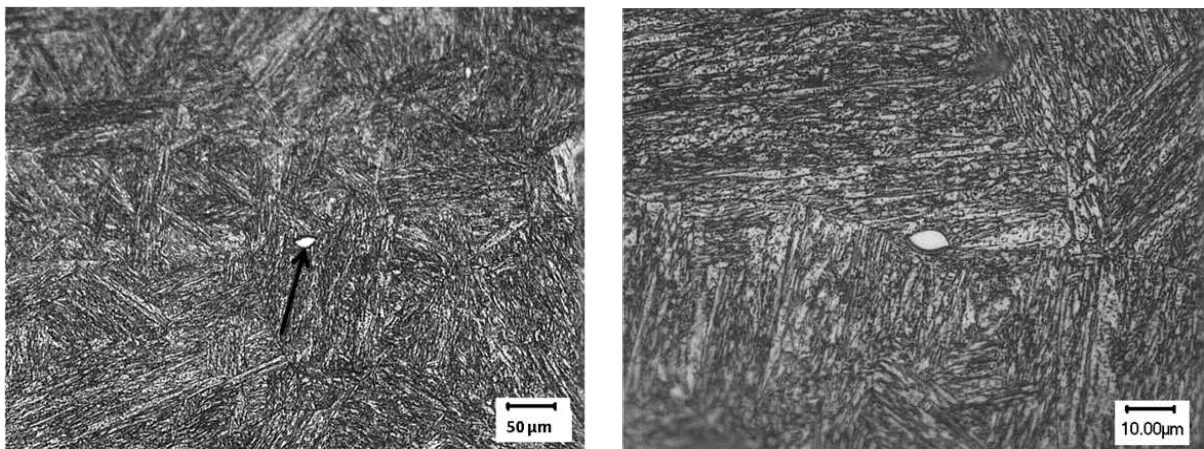


FIGURE 2.5 – Micrographie de l'acier X12CrNiMoV12-3 au réactif de Curran : présence de phases autres que la martensite

Les analyses aux rayons X selon les trois directions à $250\ \mu\text{m}$ de profondeur sont parfaitement identiques aucun pic d'austénite n'est observable sur l'échantillon analysé. Le taux de l'austénite résiduelle est donc inférieur au seuil de détection de l'appareil soit environ 2 %. Par contre les analyses montrent la présence de ferrite δ (figure 2.6), reconnue par sa formation à haute température et sa précipitation au niveau des joints des grains après la solidification de l'acier (confirmer par les observations figure 2.5).

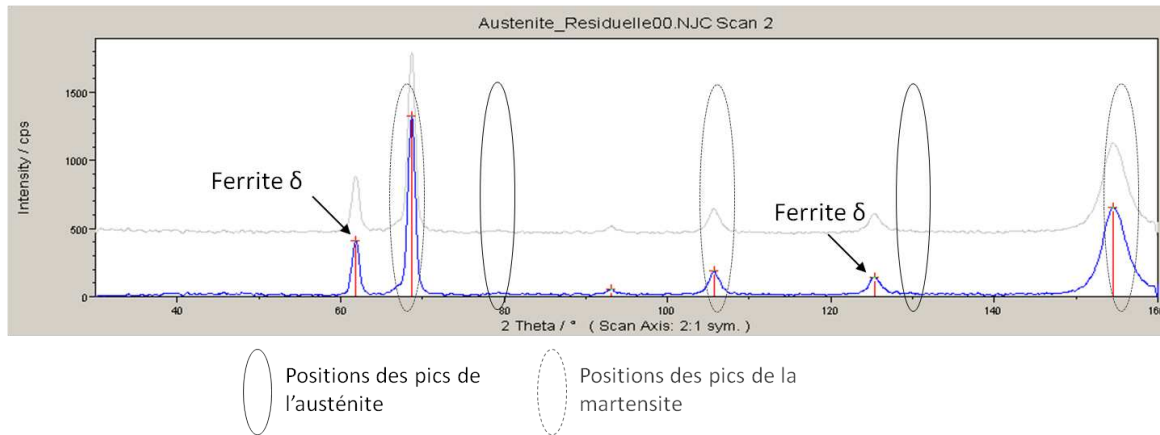


FIGURE 2.6 – Analyse aux rayons X d'un échantillon de X12CrNiMoV12-3

2 Étude du comportement mécanique cyclique de l'acier

L'objectif des essais d'écrouissage cyclique est de déterminer l'évolution de la réponse élastoplastique macroscopique du matériau à une sollicitation cyclique afin d'identifier un modèle de comportement cyclique pour le matériau considéré.

Les éprouvettes d'écrouissage cyclique ont une géométrie cylindrique de section constante dans la partie utile. Elles sont compactes pour éviter les risques de flambement lors du passage en compression. La figure 2.7 présente la géométrie de ces éprouvettes. Les essais d'écrouissage cyclique ont été réalisés à $0,1\text{ Hz}$ sur une machine servo-hydraulique INSTRON 8500 à l'air et température ambiante à déformation totale imposée avec un rapport du chargement $R_\epsilon = -1$. L'extensomètre utilisé est de type INSTRON ($l_0 = 12,5\text{ mm}$; $\pm 2\text{ mm}$).

Les résultats des essais sont illustrés en figure 2.8. On y distingue deux phases. Une phase de durcissement qui reste limitée au tout début de l'essai (20 cycles environ). Elle ne représente qu'un faible pourcentage de la durée totale de l'essai ($< 3\%$). Cette courte période de durcissement est suivie par une seconde phase d'adoucissement de durée plus élevée que le durcissement. Quelle que soit la valeur de l'amplitude de déformation $\frac{\Delta\epsilon}{2}$ imposée, la contrainte est quasi-stabilisée pendant la majeure partie de l'essai comme l'illustre la figure 2.8. Dans la plupart des essais d'écrouissage cycliques réalisés l'adoucissement compense le durcissement (figure 2.8).

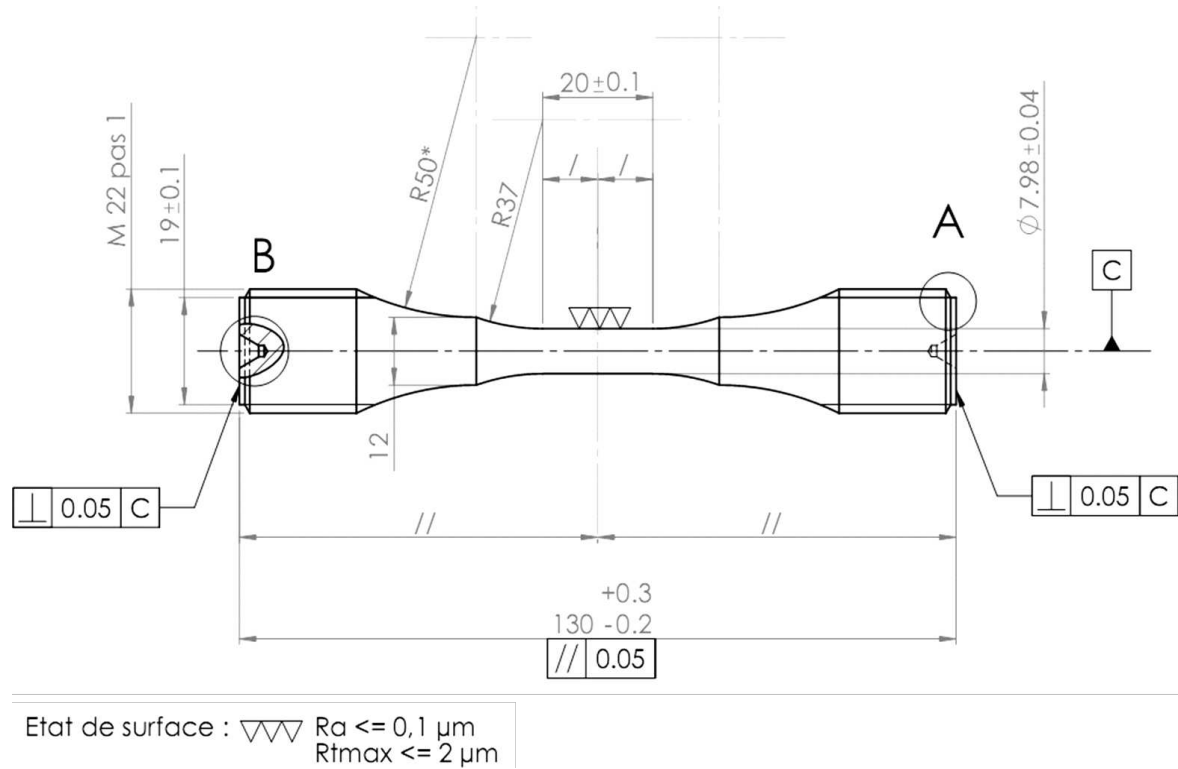


FIGURE 2.7 – Éprouvette de traction monotone quasi-statique et d'écrouissage cyclique

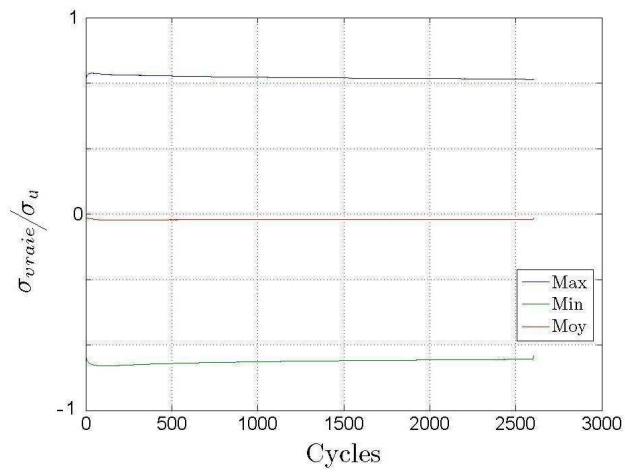
Les phénomènes d'adoucissement et de durcissement correspondent à un écrouissage isotrope se traduisant sur le comportement macroscopique par une diminution progressive de la limite d'élasticité cyclique dans le cas de l'adoucissement et par une augmentation progressive de cette limite dans le cas du durcissement. Pour certains matériaux métalliques ces phénomènes se stabilisent au bout d'un certain nombre de cycles. Dans le cas présent, l'évolution de la contrainte cyclique après le cycle $\frac{N_r}{2}$ est minime et peut être négligée. Pour cela, nous avons choisi d'optimiser les paramètres d'un modèle de comportement cyclique sur les boucles hystérésis à mi-durée de vie $\left(\frac{N_r}{2}\right)$, ce qui paraît une hypothèse raisonnable au vu des courbes $\sigma = f(\varepsilon)$.

3 Comportement mécanique cyclique de l'acier étudié

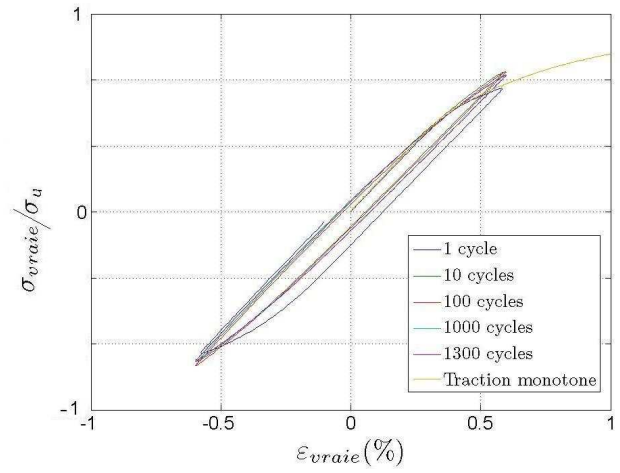
3.1 Choix d'un modèle de comportement

L'identification d'un modèle comportement cyclique est nécessaire pour étudier par simulation avec la méthode des éléments finis l'évolution des champs de contraintes et de déformations, dans les éprouvettes sollicitées en fatigue en particulier en présence de défauts de surface (piqûres). Cette étape permet de :

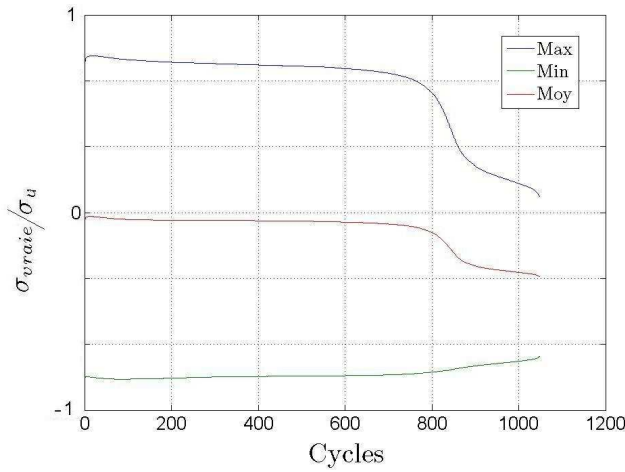
- connaître les champs de contraintes et déformations sous chargement cyclique (fatigue) sur éprouvettes lisses et entaillées (piqûres et crevasses),
- Savoir si le matériau s'adapte ou s'accommode sous un chargement extérieur donné (contrainte imposée ou déformation imposée).



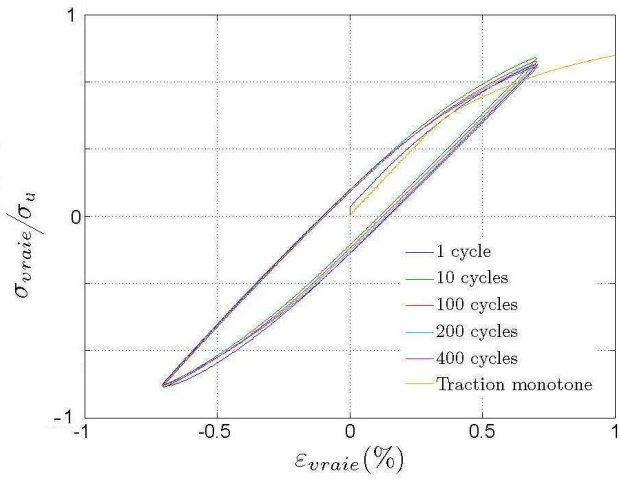
(a) $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0.6\%$



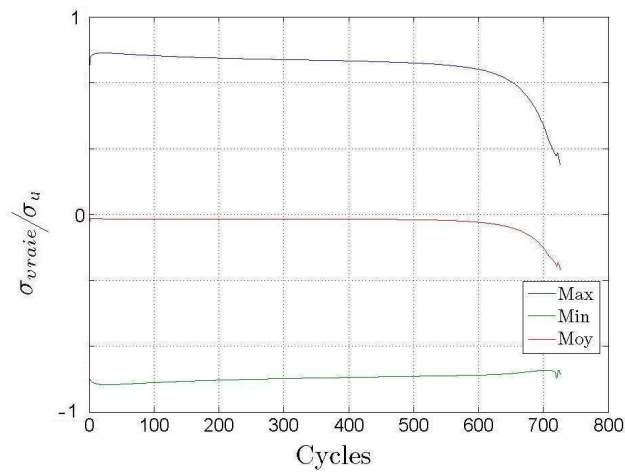
(b) $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0.6\%$



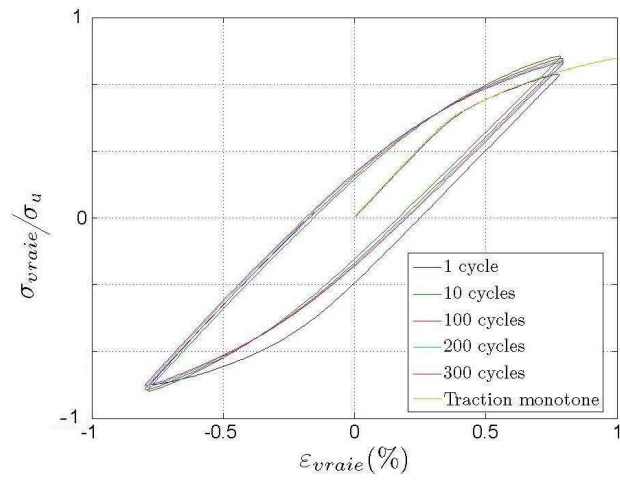
(c) $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0.7\%$



(d) $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0.7\%$



(e) $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0.8\%$



(f) $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0.8\%$

FIGURE 2.8 – Résultats des essais d'écrouissage cyclique à déformation totale imposée

Le choix du modèle est fait à partir des résultats d'essais d'écrouissage cyclique à déformation imposée. L'évolution du niveau de contrainte et des boucles d'hystérésis mettent en évidence un écrouissage isotrope non linéaire. La forme non linéaire des boucles hystérésis dans le domaine plastique met en évidence la présence d'un écrouissage cinématique non linéaire.

Nous avons choisi de modéliser l'écrouissage cinématique non linéaire pour un état de contrainte uniaxial le modèle de Chaboche :

$$X = \mu \frac{C}{D} + \left(X_0 - \mu \frac{C}{D} \right) \exp(-\mu D (\varepsilon^p - \varepsilon_0^p)) \quad (2.1)$$

avec $\mu = \pm 1$ selon le sens de l'écoulement plastique et $\left(R_0 + \frac{C}{D} \right)$ représente la contrainte à saturation lors des essais cycliques quand ε tend vers l'infini. C et D sont les paramètres du modèle et R_0 le rayon du cercle matérialisant le domaine d'élasticité initial dans le repère principal des contraintes (la limite d'élasticité lors d'un essai de traction uniaxiale) [10].

Tandis que l'écrouissage isotrope est donnée par l'équation 2.2 :

$$R = R_0 + Q \left(1 - \frac{1}{e^{bp}} \right) \quad (2.2)$$

Où R désigne la limite d'écoulement, R_0 la limite d'élasticité initiale, Q l'écart entre la limite d'élasticité entre le premier cycle et l'état stabilisé, b est un paramètre traduisant la vitesse de la stabilisation du comportement cyclique et p la déformation plastique cumulée.

3.2 Identification des paramètres par optimisation

L'identification des paramètres d'écrouissage cinématique et d'écrouissage isotrope ont été réalisées par le module d'optimisation du logiciel ZeBuLoN à partir des résultats d'essais d'écrouissage cyclique. Dans une première phase les paramètres C et D d'écrouissage cinématique ont été identifiés sur les premiers cycles des 4 niveaux de déformation testés $\frac{\Delta \varepsilon}{2} = 0,6 \text{ \%}$, $0,7 \text{ \%}$, $0,8 \text{ \%}$ et $1,2 \text{ \%}$. Les premières boucles (contrainte vraie, déformation vraie) expérimentales ont été comparées à des boucles simulées sous le même chargement. La limite d'élasticité initiale R_0 a alors été fixée à $0.46 \times \sigma_u$ et les paramètres b et Q ont été maintenus à 0 considérant ainsi que l'écrouissage isotrope n'intervient pas sur le premier cycle de chargement. Le résultat obtenu pour un seul écrouissage cinématique non linéaire n'était pas satisfaisant, un modèle avec deux écrouissages cinématiques non linéaires superposés a été identifié par optimisation en minimisant l'écart entre la boucle d'hystérésis simulée et la boucle expérimentale. La comparaison entre les résultats de la simulation du modèle et les résultats des essais a été effectuée sur les 4 boucles pour $\frac{\Delta \varepsilon}{2} = 0,6 \text{ \%}$, $0,7 \text{ \%}$, $0,8 \text{ \%}$ et $1,2 \text{ \%}$ (figure 2.9). À l'issue de cette étape un jeu de paramètres a été identifié pour reproduire au mieux les boucles (contrainte, déformation) expérimentales.

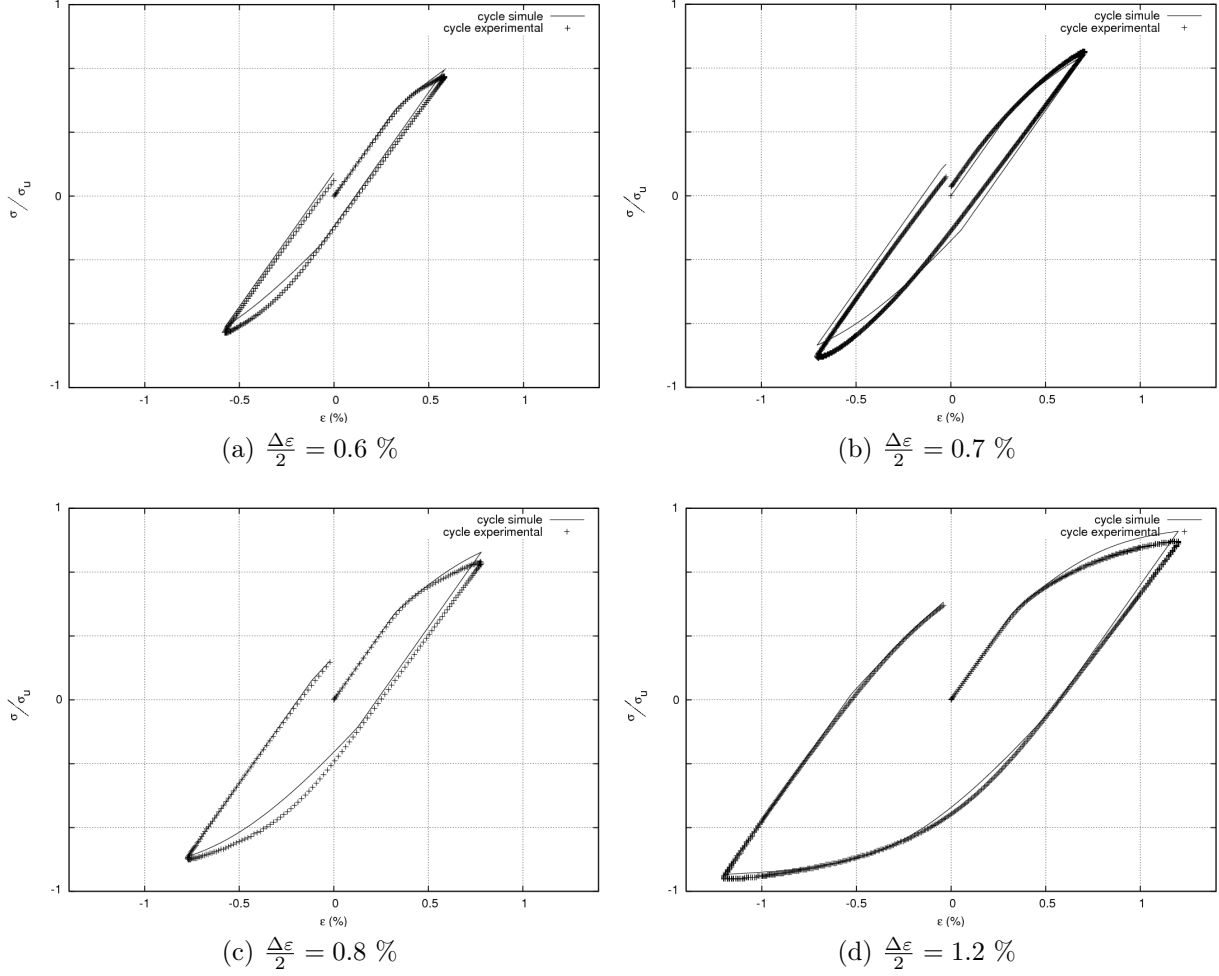


FIGURE 2.9 – Essais d’écrouissage cyclique à déformation totale imposée ($N = N_r/2$), comparaison des boucles σ, ε simulées et expérimentales

Puis les paramètres b et Q ont été optimisés afin de prendre en compte l’évolution de la limite d’écoulement cyclique qui traduit les phénomènes de durcissement et d’adoucissement au cours du cyclage. Cette optimisation a été effectuée en comparant les 6 boucles d’hystérésis expérimentales à différentes durée de vie : $\frac{N_r}{2}$, $\frac{N_r}{3}$, $\frac{N_r}{4}$, $\frac{N_r}{5}$, $\frac{N_r}{6}$ et $\frac{N_r}{7}$ pour les 3 niveaux de chargement $\frac{\Delta \varepsilon}{2} = 0,6 \%$, $0,7 \%$ et $0,8 \%$. Après cette dernière étape d’optimisation, tous les paramètres de la loi de comportement ont été déterminés pour mieux reproduire les boucles de demie-vie expérimentale ($\frac{N_r}{2}$) représentées figure 2.10.

La loi de comportement mécanique cyclique proposée intègre finalement un écrouissage isotrope non linéaire et deux écrouissages cinématiques non linéaires :

$$\sigma = R_0 + R + X \quad (2.3)$$

– Écrouissage isotrope non linéaire :

$$R = Q (1 - \exp(-b\varepsilon^p)) \quad (2.4)$$

– 2 écrouissages cinématiques non linéaires :

$$\bar{X} = \bar{X}_1 (C_1, D_1) + \bar{X}_2 (C_2, D_2) \quad (2.5)$$

$$X_i = \mu \frac{C_i}{D_i} + \left(X_0 - \mu \frac{C_i}{D_i} \right) \exp(-\mu D_i (\varepsilon^p - \varepsilon_0^p)) \quad (2.6)$$

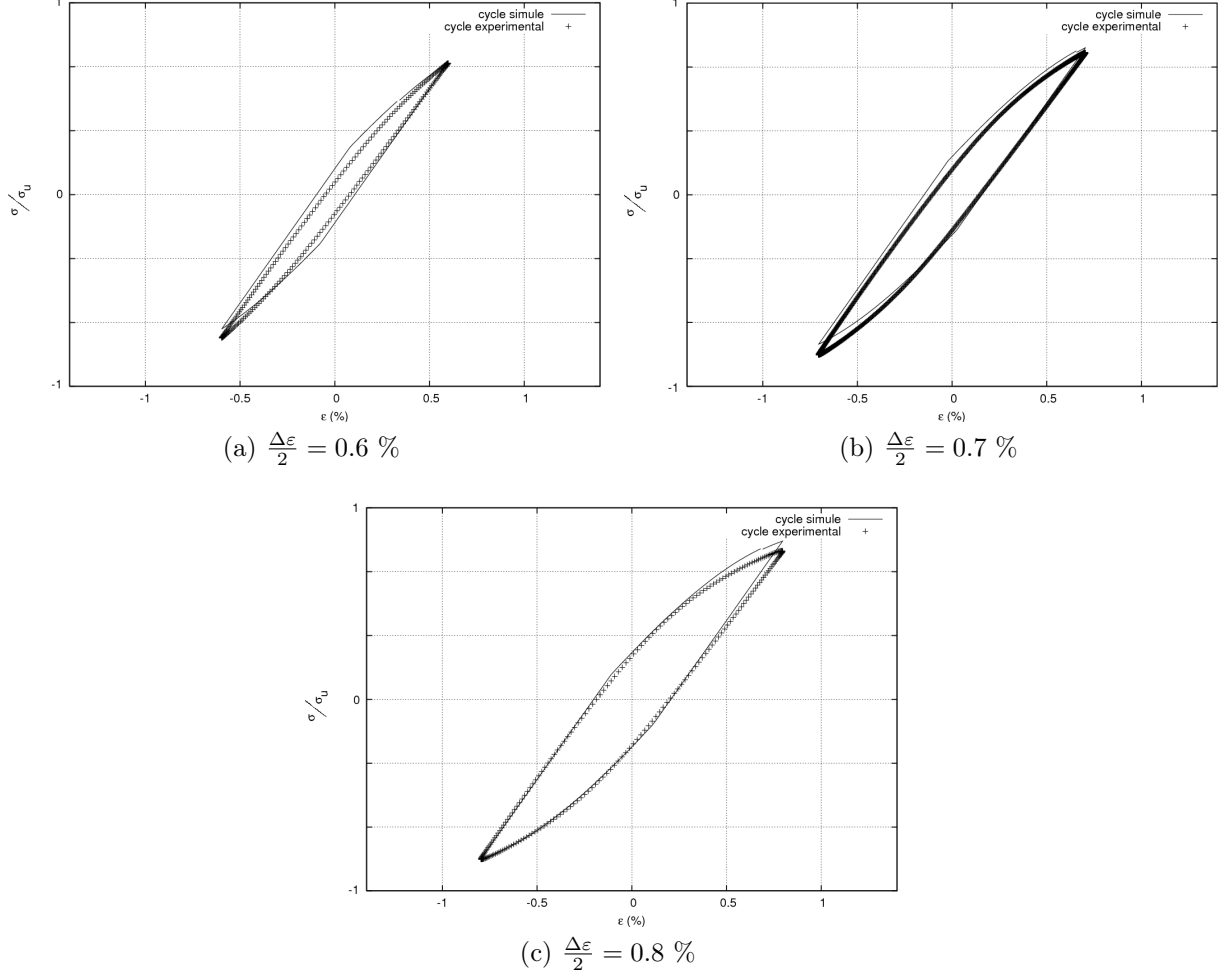


FIGURE 2.10 – Résultats des essais d'érouissage cyclique à déformations imposées sur l'acier X12CrNiMoV12-3 : comparaison modèle/expérience à $N = N_r/2$

4 Étude de la résistance en fatigue à l'air de l'acier

L'étude de la résistance en fatigue à l'air de l'acier étudié permet d'obtenir des courbes de référence à l'air (courbes de Wöhler) afin de déterminer ultérieurement par comparaison l'effet de la corrosion sur la tenue en fatigue de l'acier.

4.1 Géométrie des éprouvettes et conditions des essais

Pour réaliser ces essais, des éprouvettes de fatigue en acier inoxydable X12CrNiMoV12-3 de type cylindrique lisses (figure 2.11) ont été usinées à partir d'une barre forgée (figure 2.1). Ces éprouvettes présentent deux rayons de courbures importants permettant de diminuer le coefficient théorique de concentration de contrainte ($k_t = 1.04$ en traction). Cette faible valeur de " k_t " permet de s'assurer que les amorçages de fissures de fatigue se feront bien dans la zone utile des éprouvettes. Toutes les éprouvettes ont été rectifiées,

l'état de surface est tel que $R_a < 0,1 \mu m$ et $R_{t_{max}} < 2 \mu m$. La grandeur $R_{t_{max}}$ représente l'écart maximum entre un pic et un creux consécutifs sur la longueur de la surface palpée.

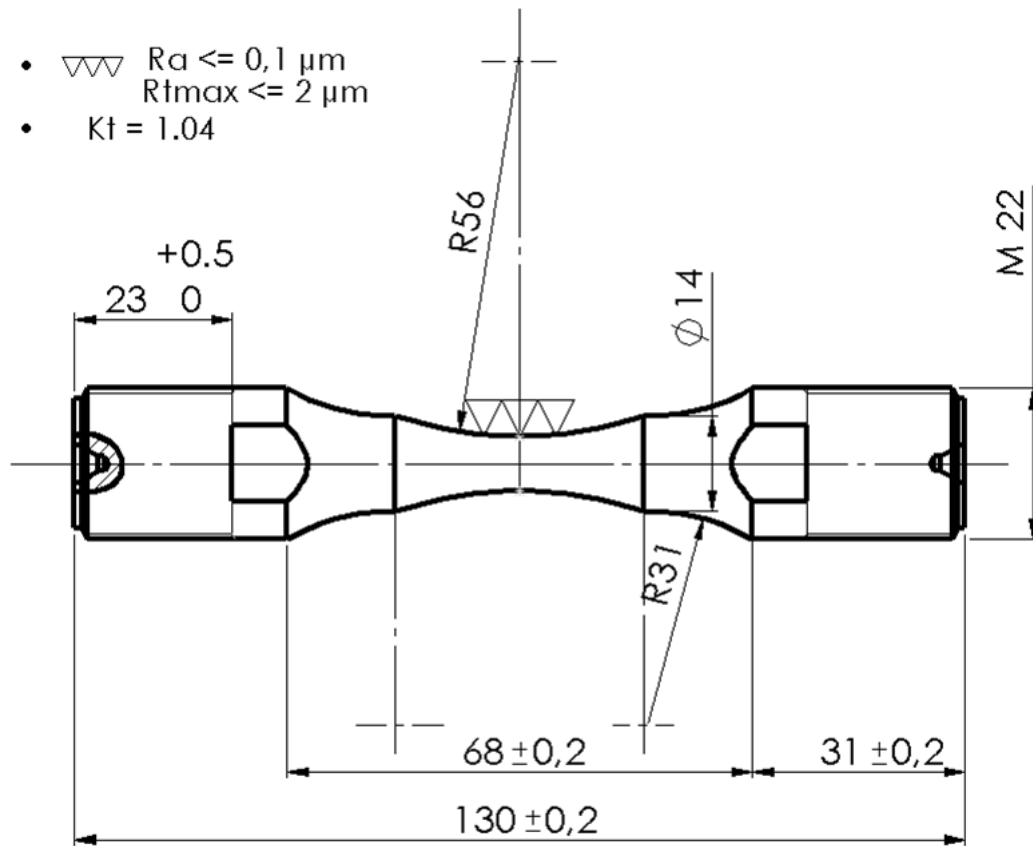


FIGURE 2.11 – Éprouvette de fatigue

Les essais de fatigue ont été effectués en traction sur un banc de fatigue vertical de type Vibrophore (machine électromagnétique à résonance) à force imposée. Deux valeurs du rapport de charge $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ ont été testées ($R = 0,1$ et $R = -1$). La fréquence du cyclage mécanique est de $130 Hz$. Les essais ont été arrêtés lorsque une chute de la fréquence $0,7 Hz$ par rapport au début de l'essai était mesurée (due à l'amorçage des fissures). Ceci correspond à une fissure d'environ $2 mm$ de profondeur. Toutes les séries d'essais de fatigue à l'air ($R = 0,1$ et $R = -1$) ont été réalisées sur 18 à 20 éprouvettes réparties de la façon suivante :

- 9 à 10 éprouvettes pour déterminer la limite d'endurance à 10^7 cycles par la méthode de l'escalier ;
- 5 éprouvettes lancées au même niveau de contrainte pour une durée de vie médiane proche de 10^5 cycles ;
- Le reste des éprouvettes a été testées à des niveaux de contrainte conduisant à des durées de vie comprises entre 10^5 cycles et 10^7 cycles pour identifier la courbe S-N.

4.2 Courbes S-N à l'air

L'ensemble des résultats d'essais pour chaque série a été dépouillé à l'aide du logiciel ESOPE V4 afin d'identifier et tester les paramètres des modèles analytiques des courbes S-N. La modélisation des courbes de fatigue la plus utilisée est celle proposée par Wöhler en 1860.

$$\ln N = a + b\sigma_a \quad (2.7)$$

D'autres modèles analytiques ont été proposés ultérieurement tel que le modèle de Basquin (1910), le modèle de Stromeyer et le modèle de Bastenaire (1974) :

– Modèle de Basquin

$$\ln N = a + b \ln \sigma_a \quad (2.8)$$

– Modèle de Stromeyer

$$\ln N = a + b \ln (\sigma_a - E) \quad (2.9)$$

– Modèle de Bastenaire [7]

$$N = \frac{a}{\sigma_a - E} \exp \left(- \left(\frac{\sigma_a - E}{b} \right)^c \right) \quad (2.10)$$

où σ_a est l'amplitude de contrainte, E la limite d'endurance du matériau (en supposant qu'elle existe¹), a , b et c des paramètres dépendant du matériau et du rapport de charge R .

La limite de fatigue médiane à 10^7 cycles à l'air en traction ($R = -1$) a été déterminée à partir de la méthode de l'escalier, proposée en 1948 par Dixon et Mood [12]. Cette méthode permet l'estimation expérimentale de la résistance à la fatigue à N cycles et son écart-type. La limite d'endurance et l'écart-type sont calculés à l'aide des équations 2.11 et 2.12 de Dixon et Mood [12] :

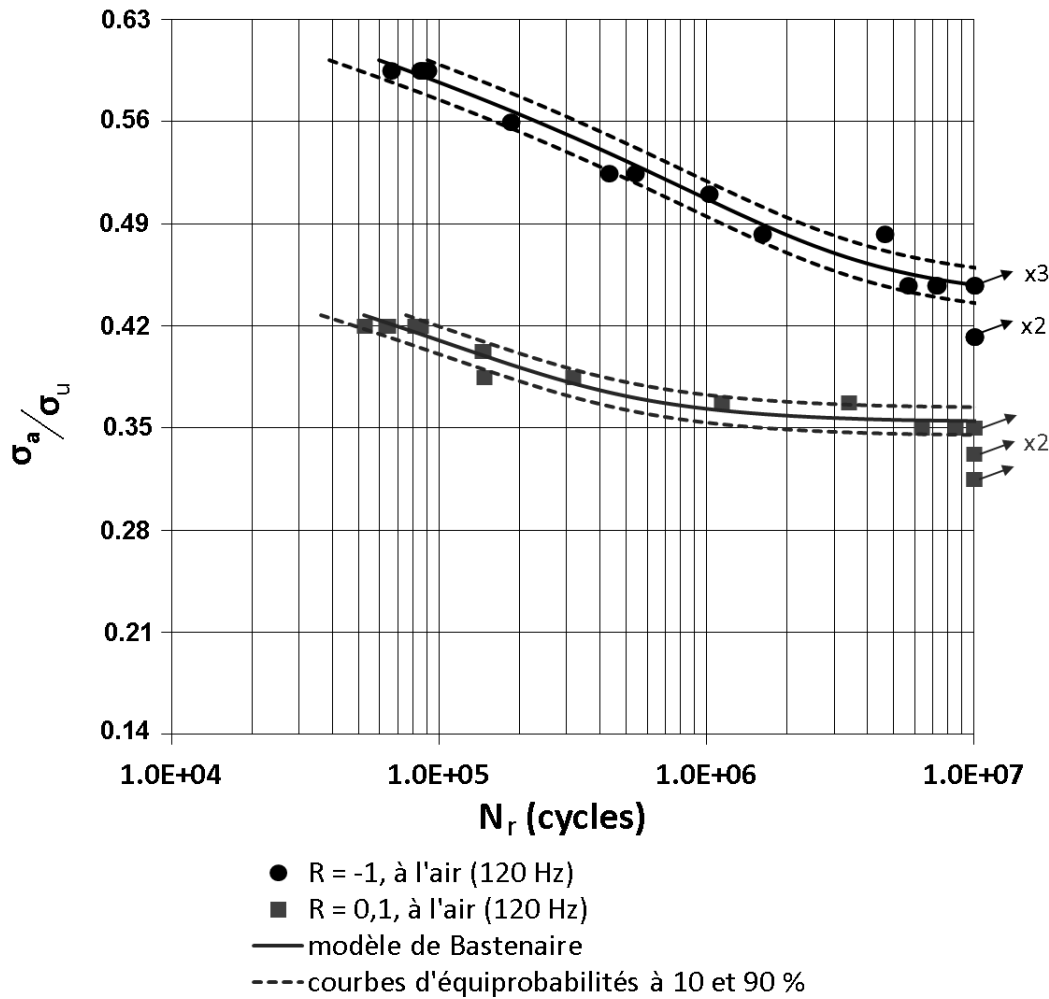
$$\sigma_D = \sigma_0 + \left(\frac{A}{N} \pm 0,5 \right) \quad (2.11)$$

$$s = 1,62d \left(\frac{NB - A^2}{N^2} + 0,029 \right) \quad (2.12)$$

où σ_0 est le niveau de contrainte le plus faible utilisé au cours de l'essai, d est le pas l'échelonnement entre deux niveaux de contrainte successifs, i est l'indice du niveau de contrainte, $i = 0$ pour le niveau σ_0 et N est le nombre des éventualités (ruptures ou non ruptures) les moins fréquentes pour l'ensemble des séquences d'essais.

La figure 2.12 présente la courbe de Wöhler (courbe S-N), indiquant l'amplitude de contrainte normalisée σ_a/σ_u en fonction du nombre de cycles à la rupture N pour les deux rapports de chargement étudié : $R = -1$ et $R = 0,1$. Les quatre modèles de courbes S-N ont été testés pour chaque rapport de chargement. La méthode d'ajustement statistique est programmée dans le logiciel ESOPE V4. La figure 2.12 illustre les courbes identifiées selon le modèle de Bastenaire [7] (équation 2.10) qui présentent un test statistique satisfaisant pour les deux valeurs de rapport de charge R testés.

1. En effet des essais dans le domaine gigacyclique avec ou sans défauts (avec ou sans corrosion) montrent qu'une durée de vie infinie n'existe pas [8]

FIGURE 2.12 – Courbes S-N à l'air pour $R = -1$ et $R = 0,1$

Les limites de fatigue médiane " σ_D " à 10^7 cycles pour les deux rapports de charge sont présentées dans le tableau 2.2.

Rapport du chargement	limite d'endurance σ_D
$R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = -1$	$0.44 \times \sigma_u$
$R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0,1$	$0.34 \times \sigma_u$

TABLE 2.2 – Limites de fatigue médiane ($P_s = 50\%$) à 10^7 cycles à l'air de l'acier X12CrNiMoV12-3 pour $R = -1$ et $R = 0,1$

4.3 Analyse optique et MEB des zones d'amorçage

L'examen des faciès de rupture a permis de comprendre les mécanismes d'endommagement en fatigue de l'acier étudié. Les observations ont été réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) après une trempe cryogénique et rupture de l'éprouvette par ouverture de la fissure de fatigue en flexion. La taille des fissures obtenues à l'arrêt de l'essai a une profondeur d'environ 2 mm.

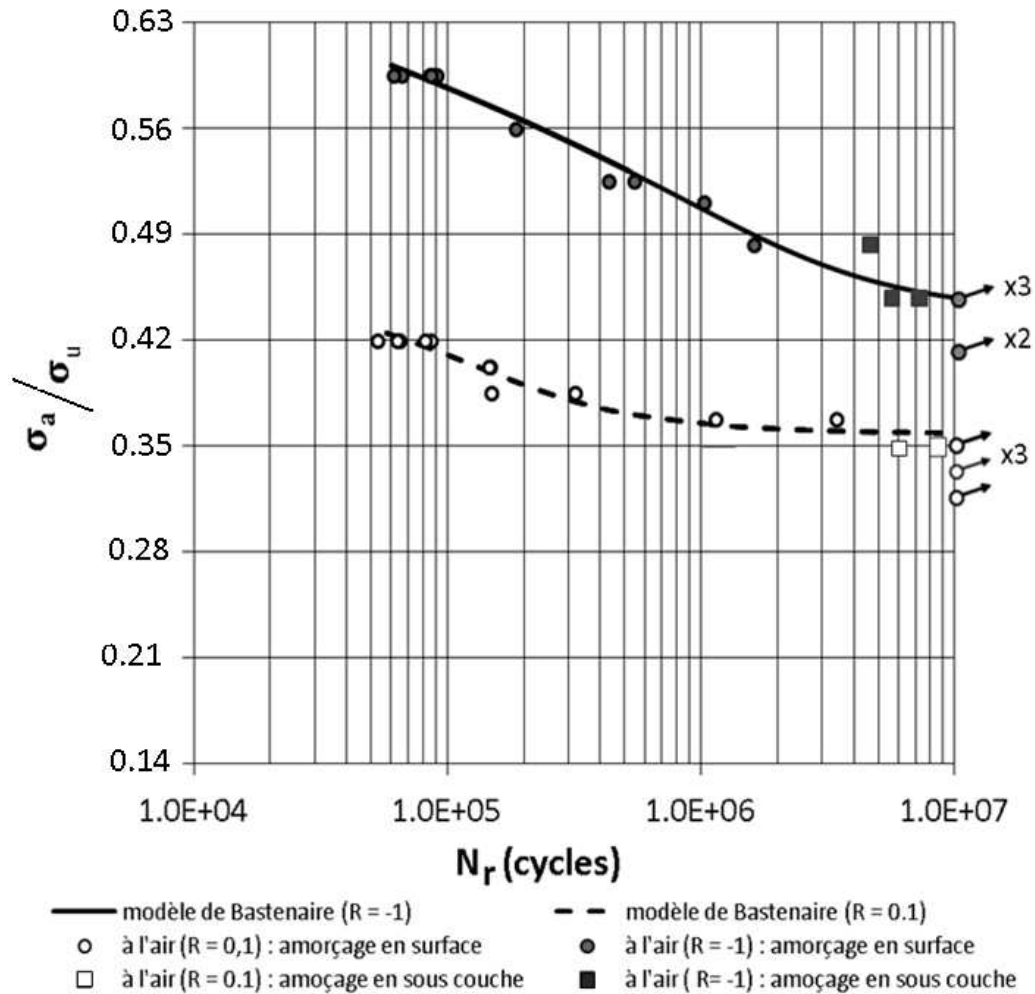


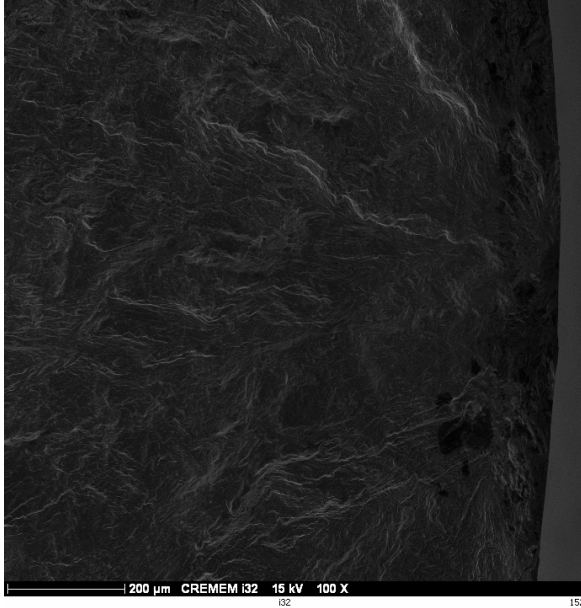
FIGURE 2.13 – Courbes S-N à l'air : amorçage des fissures en surface et en sous-couche

La microstructure de l'acier étudié précédemment présente des inclusions d'aluminium pouvant être à l'origine d'un amorçage des fissures. Deux modes d'amorçage de fissures de fatigue ont été observés : (i) en surface et (ii) en sous-couche. L'amorçage des fissures en surface peut être liée aux bandes de glissement et/ou à la présence de stries d'usinage ($Ra \leq 0,1 \mu m$). Tandis que l'amorçage des fissures en sous-couche peut être le résultat d'une concentration locale des contraintes autour d'une hétérogénéité microstructurale. Les éprouvettes présentant ce mode d'amorçage sont celles testées à des niveaux de contrainte proche de la limite de fatigue à 10^7 cycles selon la méthode de l'escalier (Figure 2.13).

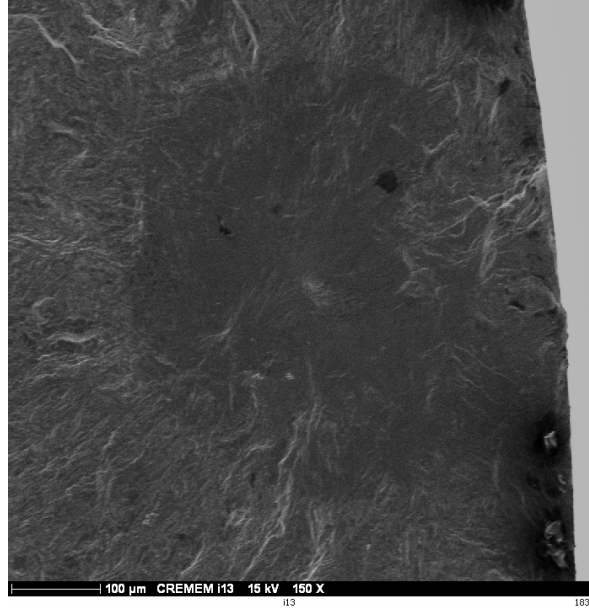
La figure 2.14 montre quelques macrographies des deux modes d'amorçage observés pour les deux rapports de charge. La présence de zones d'amorçage en sous-couche peut être liée à des défauts internes dans la microstructure. Les analyses aux rayons X des compositions chimiques de la matière autour de toutes les zones d'amorçage en sous-couche ne révèlent pas la présence d'inclusions susceptibles d'être à l'origine de l'amorçage des fissures (figure 2.15). Deux hypothèses sont envisageables pour expliquer l'origine de ce phénomène :

- hypothèse n°1 : la présence d'une deuxième phase de même composition chimique que la matrice martensitique mais de réseau cristallin différent comme l'austénite

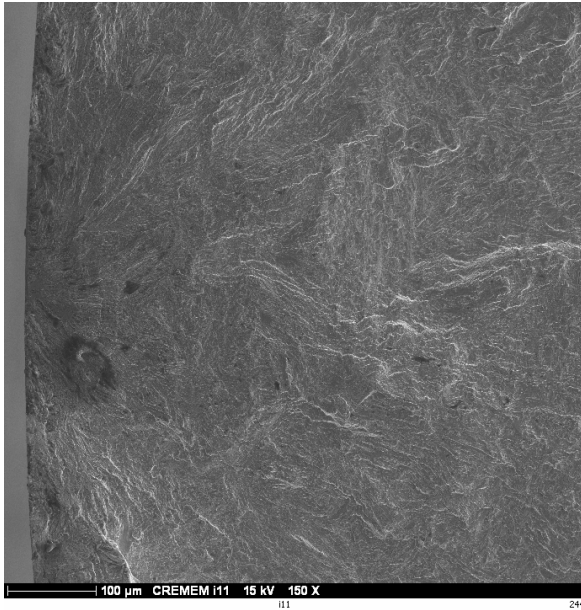
- résiduelle ou la ferrite δ (figure 2.6) serait responsable de cet amorçage.
- Hypothèse $n^{\circ}2$: la présence de contraintes internes provenant du procédé d'usinage des éprouvettes (tournage et rectification).



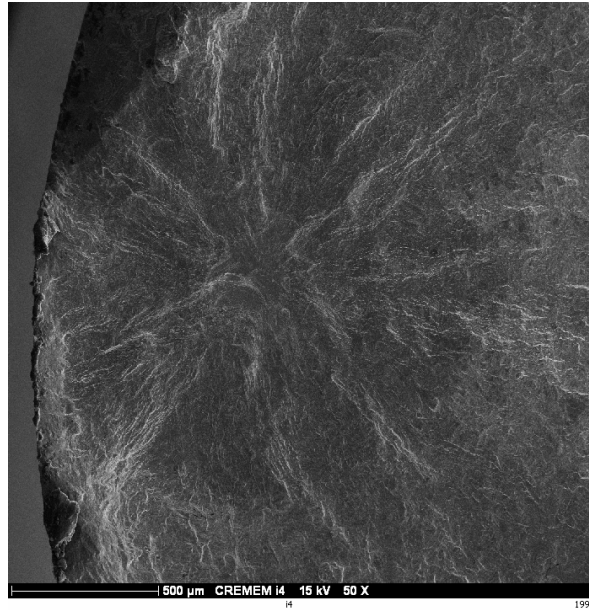
(a) Amorçage en surface : $\sigma_a/\sigma_u = 0.5$; $R = -1$



(b) Amorçage en sous-couche : $\sigma_a/\sigma_u = 0.52$; $R = -1$



(c) Amorçage en surface : $\sigma_a/\sigma_u = 0.34$; $R = 0,1$



(d) Amorçage en sous-couche : $\sigma_a/\sigma_u = 0.41$; $R = 0,1$

FIGURE 2.14 – Macrographies des différents modes d'amorçage des fissures en fatigue à l'air de l'acier $X12CrNiMoV12-3$

Des analyses aux rayons X des contraintes résiduelles sur une éprouvette de fatigue ont été réalisées avant et après cyclage mécanique (sans fissure). Avant chargement la contrainte normale longitudinale et la contrainte normale circonférentielle sont (assez) fortes sur une profondeur de $30 \mu m$ en sous-couche (figure 2.16). Cet état de contrainte est (assez) fréquent après des opérations d'usinage suivi d'une rectification de la surface. Après

cyclage mécanique à un niveau de contrainte proche de la limite de fatigue médiane à 10^7 cycles (sans fissuration), la contrainte normale longitudinale est quasi-relaxée par contre la contrainte normale circonférentielle (ou transverse) reste presque la même. Comme les contraintes résiduelles en profondeur sont majoritairement de compression, l'hypothèse n^o2 que les contraintes résiduelles soient à l'origine d'amorçage des fissures en sous-couche est écartée.

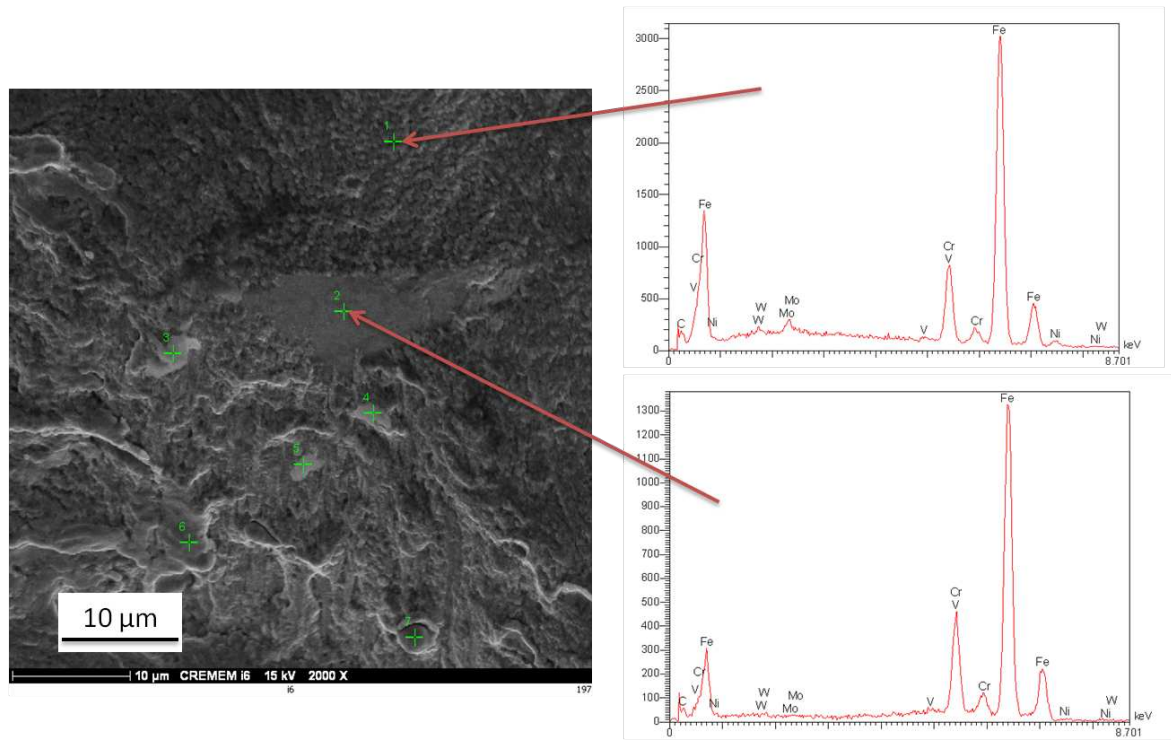


FIGURE 2.15 – Analyses par EDX de la composition chimique dans une zone d'amorçage en sous-couche ($\sigma_a/\sigma_u = 0.34$; $R = 0,1$)

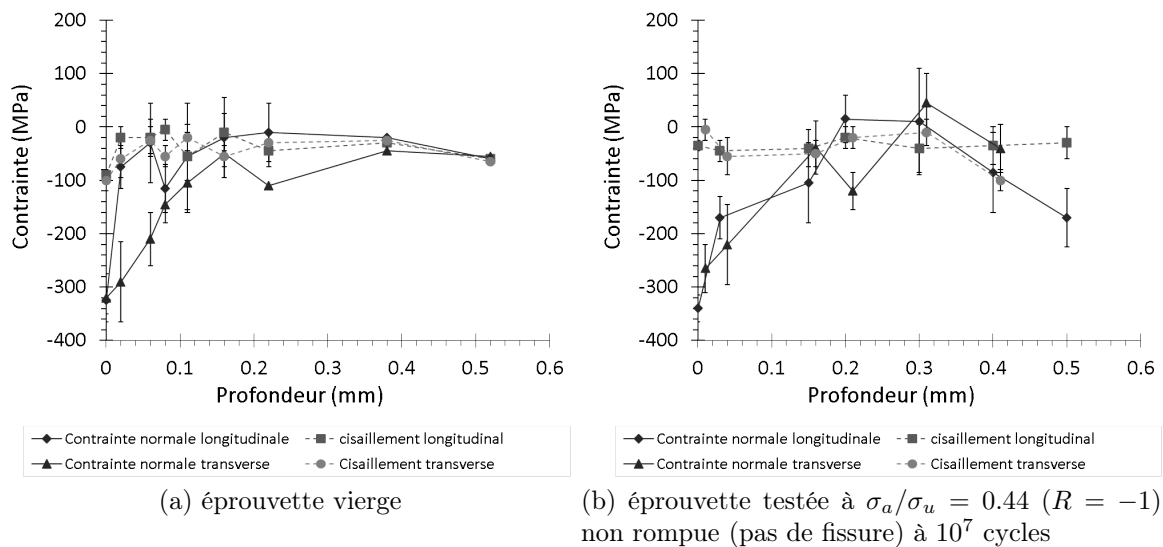


FIGURE 2.16 – Analyses des contraintes résiduelles sur éprouvettes de fatigue

5 Conclusion et synthèse

L'acier $X12CrNiMoV12 - 3$ est un acier inoxydable martensitique présentant une microstructure très fine à l'échelle microstructurale appelée latte de martensite. D'une largeur typique d'environ $2\ \mu m$, ces lattes peuvent avoir différentes orientations formant des blocs au sein du même ancien grain austénitique dont la taille d'environ $100\ \mu m$. Cette microstructure complexe peut contenir une densité importante de dislocations vu le nombre d'interfaces très important. L'analyse inclusionnaire a révélé la présence d'inclusions à base d'aluminium plus probablement de l'alumine. Ces inclusions dures par rapport à la matrice métallique ont été mentionnées, dans l'analyse bibliographique de ce manuscrit, comme l'une des causes possible d'amorçage des fissures de fatigue par effet local de concentration de contraintes [93, 104]. Pour le moment rien ne prouve que ces inclusions interviennent dans l'amorçage des fissures de fatigue à l'air sur l'acier étudié. Une étude approfondie par des analyses aux rayons X a permis d'identifier la présence de ferrite δ au niveau des anciens joints austénitiques et de confirmer que le taux de l'austénite résiduelle est inférieur à 2 %.

Les essais d'écrouissage cyclique sur l'acier $X12CrNiMoV12 - 3$ montre l'existence d'une faible période de durcissement cyclique sur un nombre de cycles restreint (20 à 200 cycles) compensé par un adoucissement cyclique plus long. Les résultats de ces essais ont permis par optimisation des paramètres d'un modèle de comportement mécanique cyclique. Le modèle de comportement retenu (type Chaboche) contient deux écrouissages cinématiques non linéaires et un écrouissage isotrope non linéaire.

Deux courbes de fatigue à deux rapports de chargement différents ($R = 0, 1$ et $R = -1$) ont été déterminées. Les analyses des faciès de rupture de toutes les éprouvettes rompues révèlent deux modes d'amorçage de fissures : amorçage en surface et amorçage en sous-couche. L'amorçage en sous-couche apparaît pour les durées élevées proches de 10^7 cycles. Nous n'avons pas trouvé de traces d'inclusions dans les zones d'amorçage en sous-couche ce qui nous a amené à l'hypothèse de présence d'austénite résiduelle ou de ferrite δ ou d'éventuelles contraintes internes d'usinage qui peuvent être à l'origine de l'amorçage en sous-couche. La question sur la cause de l'amorçage des fissures en sous-couche reste ouverte pour l'instant, malgré les analyses aux rayons X de la matière. Mais la piste d'amorçage des fissures autour des phases autres que la martensite et plus probablement de la ferrite δ n'est pas à exclure.

Chapitre 3

Effet de la pré-corrosion sur la durée de vie en fatigue du matériau

Les aciers inoxydables sont sensibles à la corrosion localisée sous forme de piqûres ou de crevasses. Ce type de corrosion intervient lorsqu'une dissolution anodique importante apparaît sur une zone restreinte ou confinée de la surface de l'acier, le reste de la surface étant protégé par un film passif. En fonction de leur taille, la présence de ces défauts peut entraîner une baisse de la résistance en fatigue du matériau. Une première approche de modélisation de l'effet de la corrosion localisée sur la résistance en fatigue consiste à considérer une piqûre (ou crevasse) de corrosion comme un défaut géométrique surfacique. Un défaut de corrosion est alors considéré comme une micro-entaille. À partir de la géométrie réelle de ces défauts identifiées par les analyses en microtomographie X, le champ de contrainte autour de ces défauts a été déterminé par la méthode des éléments finis en tenant compte du comportement mécanique élastoplastique cyclique du matériau. Une fois le champ des contraintes identifié, un critère de fatigue pour un matériau avec défauts a été appliqué pour déterminer la limite de fatigue médiane du matériau (pré-corrodé) à 10^7 cycles. Deux critères ont été testés. Le premier est celui de Murakami [81] et le deuxième est celui de Gadouini et al. [38] qui prend en compte le gradient de la contrainte équivalente de Crossland suivant une direction particulière de l'espace. La limite d'application de ce critère pour une géométrie réelle de défaut est discutée, ceci nous a conduit à proposer un autre critère basé sur la moyenne volumique de la contrainte équivalente de Crossland. Le volume considéré du défaut est défini par une distance critique. Cette nouvelle approche de modélisation est utilisable en bureau d'étude industriel.

1 Milieu corrosif de l'étude

Des essais préliminaires effectués au CIRIMAT de Toulouse ont permis de déterminer le milieu corrosif intéressant le partenaire industriel de ce projet (RATIER-FIGEAC). Les paramètres opératoires permettant de maîtriser la forme des piqûres de corrosion ont été mis au point avec le CIRIMAT et l'ICAM. Le milieu corrosif optimisé est une solution aqueuse avec 0.1 M de NaCl et 0.044 M de Na_2SO_4 ($\text{pH} = 6,5$). Cette composition permet d'avoir sous potentiel de piqûration et en condition de corrosion en couche mince (travaux de l'ICAM et du CIRIMAT de l'Université Paul Sabatier) des défauts de corrosion de forme proche de celle observée sur des pièces industrielles. Cette solution a été adoptée pour les essais de corrosion et de fatigue-corrosion, ce qui nous permettra de comparer les résultats et de les utiliser pour des interprétations croisées avec les partenaires de ce projet.

La solution aqueuse ($0.1\text{ M NaCl} + 0.044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$) est relativement peu "agressive" en contact avec l'acier X12CrNiMoV12-3 dans le sens où la couche passive formée à la surface de l'acier résiste à l'agressivité du milieu. Par rapport à notre problématique de fatigue-corrosion, l'avantage que présente cette composition est de ne pas être, en soit, à l'origine d'une dépassivation de l'acier étudié. Cependant, une fois le matériau dépassivé (électrochimiquement ou mécaniquement) elle déclenche des phénomènes de corrosion.

2 Corrosion par piqûration

2.1 Protocole expérimental

L'appareillage électrochimique permettant la réalisation des essais de corrosion comporte un potentiostat VERSASTAT 4 relié à un ordinateur pour le pilotage des essais et l'acquisition des données, et une cellule électrochimique à trois électrodes (figure 3.1) : une électrode de référence au calomel saturé (ECS) en KCl ($E = 241\text{ mV/ENH}$), une contre électrode (CE) constituée d'une grille de platine et un échantillon de X12CrNiMoV12-3 comme électrode de travail (WE). Les échantillons ont été prélevés dans des barres de X12CrNiMoV12-3 fournis par Ratier-Figeac. Ces barres représentent en réalité les bruts des pièces aéronautiques concernés par cette étude. Ensuite, ces échantillons ont été enrobés dans une résine époxyde afin d'obtenir une surface active de $3,5\text{ cm}^2$.

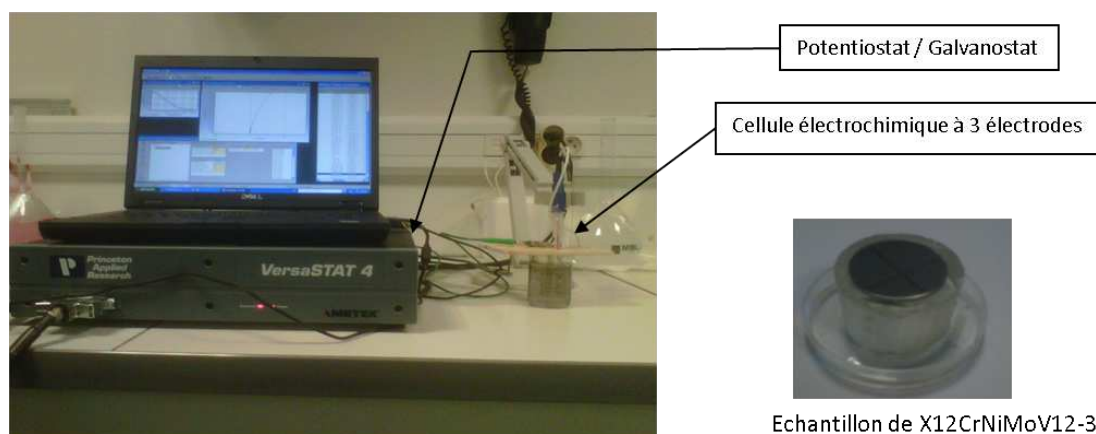


FIGURE 3.1 – Montage expérimental des essais électrochimiques

2.2 Comportement électrochimique de l'acier étudié

2.2.1 Potentiels caractéristiques

Les aciers inoxydables se différencient des autres aciers par la formation à leur surface d'une couche d'oxyde protectrice stable. L'étendue du domaine de passivation a été identifiée sur la courbe de polarisation (figure 3.2).

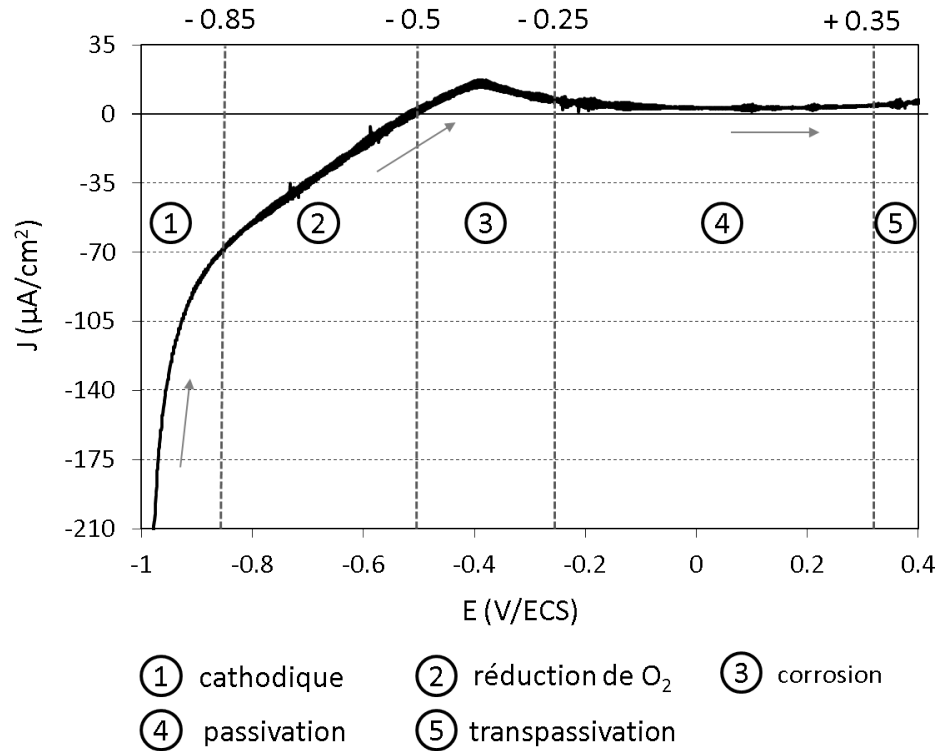


FIGURE 3.2 – Courbe d'évolution du courant en fonction du potentiel $I = f(E)$ et définition des différents domaines

Cette courbe illustre la réponse du matériau en terme de densité surfacique de courant en balayant le potentiel imposé du domaine cathodique jusqu'au domaine de la transpassivation. Il existe cinq plages de potentiel, correspondant chacune à un processus électrochimique spécifique :

1. hydrolyse de l'eau et production d'hydrogène ($E \leq -0,85 \text{ V/ECS}$) ;
2. réduction de l'oxygène dissous ($-0,85 \leq E \leq -0,5 \text{ V/ECS}$) ;
3. corrosion du métal/formation de la couche passive ($-0,5 \leq E \leq -0,25 \text{ V/ECS}$) ;
4. passivation ($-0,25 \leq E \leq +0,35 \text{ V/ECS}$) ;
5. dissolution localisée de la couche passive/piqûration ($E \geq +0,35 \text{ V/ECS}$).

Le potentiel libre (potentiel à courant nul) de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ plongé dans la solution aqueuse ($0.1 \text{ M NaCl} + 0.044 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$) est de l'ordre de $+0.1\text{V/ECS}$. Ce potentiel varie peu au court du temps. Il représente un état d'équilibre stationnaire de la couche passive dans la solution après sa formation.

2.2.2 Essais de corrosion par piqûre

La corrosion par piqûre de l'acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3 a été effectuée sous un potentiel imposé de piqûration, situé dans le domaine de transpassivation ($E_{imp} \geq 0.35 \text{ V}/ECS$). Les premiers essais de piqûration ont été réalisés sur des échantillons de section circulaire de 5 mm de diamètre en solution corrosive. L'objectif principal de cette partie de l'étude est de déterminer la forme et la taille des piqûres de corrosion en fonction des différentes conditions de piqûration. Une première analyse des piqûres a été menée à partir des observations en microscope optique de la surface des échantillons. Nous supposons que les piqûres de corrosion ont une forme hémisphérique définie par le diamètre apparent en surface $\Phi_{app,max}$. Cette hypothèse est justifiée par les études de corrosion par piqûre réalisée à l'ICAM de Toulouse, dans le cadre de notre projet, sur le même type d'échantillons de X12CrNiMoV12-3. L'étude menée à l'ICAM consiste à reconstruire la géométrie 3D d'une piqûre de corrosion à partir des différents profils observés en surface suite à des opérations de polissage successifs de l'échantillon (figure 3.3). Dans certains cas les observations effectuées à l'ICAM ont montré la présence d'une section en profondeur plus importante que celle observée à la surface de l'échantillon. Dans ces cas la piqûre de corrosion ressemble à une géométrie de crevasse (figure 3.4). La figure 3.4 montre que le profil prélevé à la strate 3 est légèrement plus grand que celui prélevé aux strates 0 et 1. Cette observation confirme la présence de certains défauts de corrosion avec une forme qui ressemble à une crevasse.

Plusieurs valeurs de potentiels de corrosion et de densités de courant d'arrêt ont été testées afin de déterminer les meilleures conditions expérimentales pour reproduire des défauts de taille et forme identique à la surface de l'échantillon. La figure 3.5 illustre une surface d'échantillon après un essai de piqûration réalisé à potentiel imposé de $0.35 \text{ V}/ECS$ avec une densité de courant d'arrêt d'environ $0.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

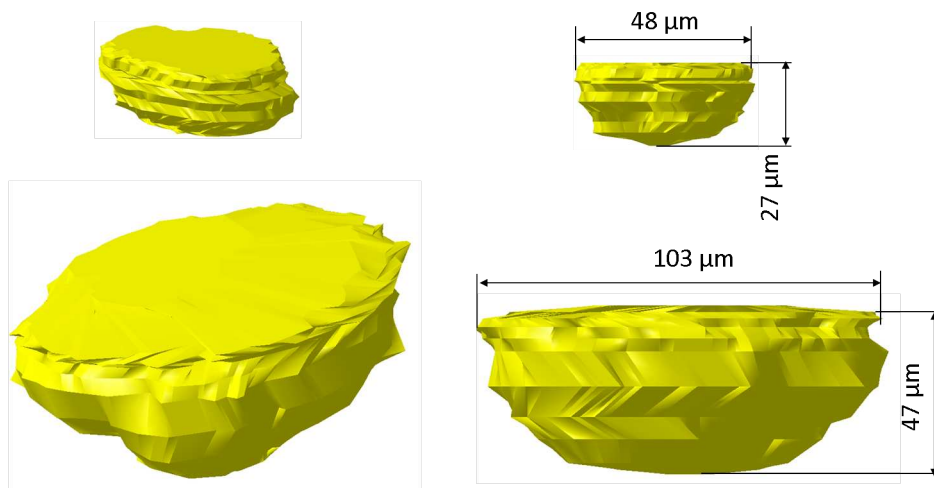


FIGURE 3.3 – Reconstructions 3D des piqûres de corrosion réalisées à l'ICAM de Toulouse

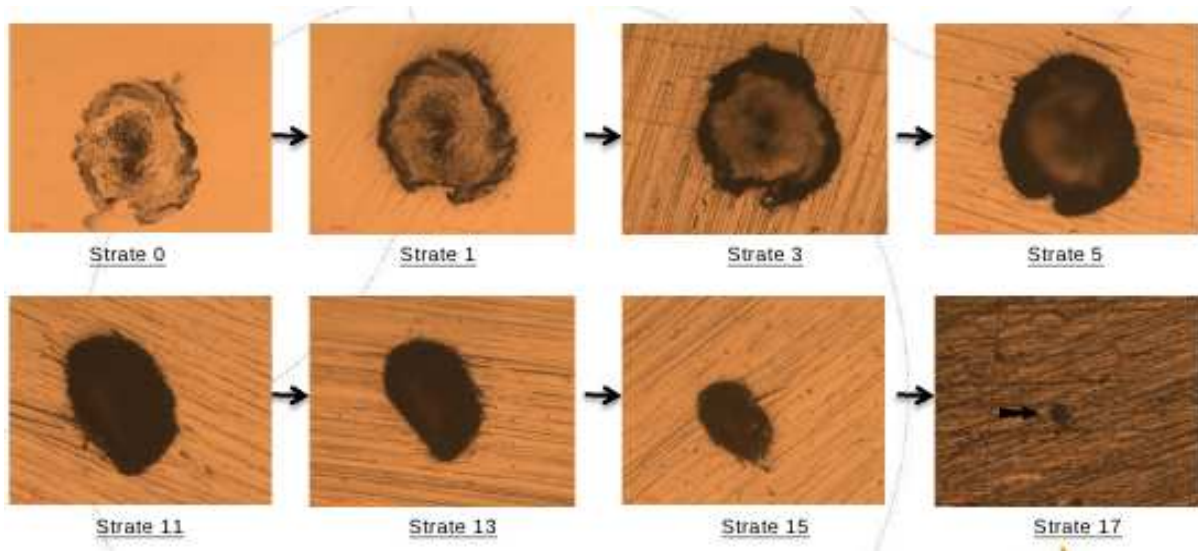


FIGURE 3.4 – Observations en microscope optique de différentes strates d’une piqure de corrosion

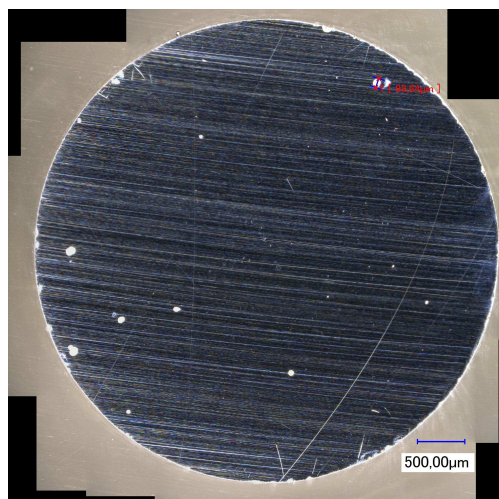


FIGURE 3.5 – Observation optique d’une surface d’acier X12CrNiMoV12-3 après corrosion par piqures

Le critère d’arrêt de la pré-corrosion des éprouvettes définit la taille des piqures réalisées. Les premiers essais de piquuration ont montré que le nombre de piqures varie en fonction du potentiel imposé. Il est de l’ordre de 20 pour un potentiel de $+0.4 V/ECS$ et de 10 pour un potentiel de $+0.35 V/ECS$ pour une surface de $2,5 cm^2$. La perte de matière engendrée par la piquuration est proportionnelle à la valeur du courant de corrosion. Dans ce cas, la taille des piqures de corrosion varie en fonction de la valeur du potentiel imposé (nombre de piqures) et de la densité de courant d’arrêt (perte de matière).

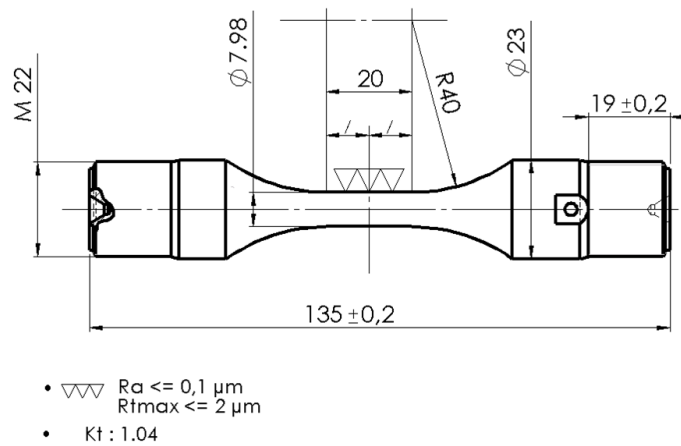
3 Essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées

Les essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées ont pour objectif d’identifier la présence d’un abattement sur la durée de vie en fatigue due à la présence des défauts

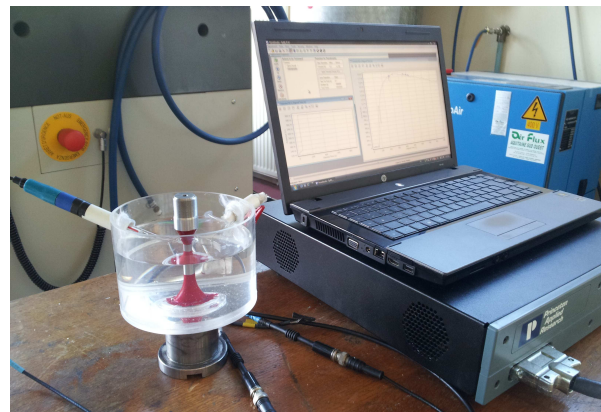
de corrosion (piqûres). Nous cherchons ici à étudier l'influence de la taille d'un défaut de corrosion sur l'amorçage d'une fissure de fatigue à l'air. Les résultats obtenus seront utilisés pour la validation d'un modèle de prévision de la durée de vie en fatigue, utilisable en bureau d'étude.

3.1 Géométrie des éprouvettes et préparation des surfaces

La pré-corrosion des éprouvettes a été réalisée en appliquant un potentiel de piqûration sur des éprouvettes ayant une partie utile cylindrique de 20 mm de long et 8 mm de diamètre (figure 3.6-a). Seule une zone de 10 mm au milieu de la partie utile de l'éprouvette a été corrodée. Le reste de la surface de l'éprouvette en contact avec la solution corrosive a été protégée par un verni anti-corrosion (figure 3.6-b). La protection a pour but d'éviter la répartition des piqûres sur toute la surface de l'éprouvette et notamment sur les rayons de raccordement.



(a) géométrie des éprouvettes



(b) montage de pré-corrosion

FIGURE 3.6 – Dispositif expérimental de pré-corrosion des éprouvettes de fatigue

3.2 Conditions de piqûration des éprouvettes de fatigue

Les éprouvettes ont été dégraissées à l'acétone et plongées dans la solution corrosive 0,1 M NaCl + 0,044 M Na₂SO₄ pendant 5 mn, le temps de vérifier la stabilité du potentiel

libre autour de $0,1 \text{ V}/ECS$. Ensuite un potentiel de $0,35 \text{ V}/ECS$ ou de $0,4 \text{ V}/ECS$ a été imposé selon la taille des piqûres souhaitées. Après la corrosion, les éprouvettes ont été rincées à l'eau, puis à l'éthanol et observées au microscope optique "Keyence" pour mesurer le diamètre apparent en surface et la profondeur des piqûres. Le principe de mesure de la profondeur est basé sur la distance focale nécessaire pour la mise au point de l'image au fond de la piqûre. La reconstruction 3D de la géométrie de la piqûre donne une estimation de la profondeur de la piqûre. La figure 3.7 montre le profil d'une piqûre de corrosion (diamètre apparent $\Phi_{app,max} = 80 \mu m$) projeté sur le plan perpendiculaire à la direction du chargement en fatigue. Les observations confirment que les piqûres de corrosion ressemblent à une géométrie hémisphérique. Cette technique facile et rapide d'utilisation présente parfois le désavantage d'être peu précise et ne permet pas d'avoir une estimation exacte dans le cas d'un défaut présentant la forme d'une crevasse.

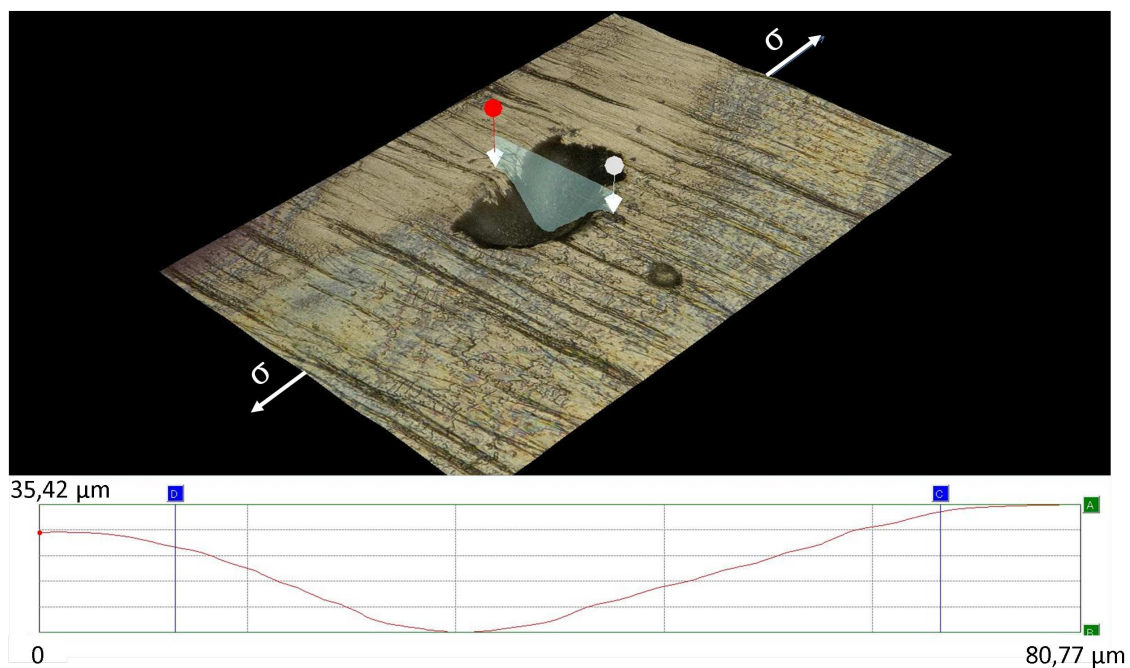


FIGURE 3.7 – Profils de la projection d'un défaut de corrosion sur la direction du chargement

Ces observations par microscopie optique ont été complétées par des analyse en microtomographie X pour déterminer la géométrie et la taille "réelle" des défauts de corrosion. Seulement quelques défauts de corrosion ont été analysés par microtomographie X. L'acier $X12CrNiMoV12 - 3$ n'est pas facile à analyser par cette technique à cause de la forte atténuation des rayons X traversant ce matériau.

La confrontation des deux techniques montre que le profil de la surface d'un défaut projeté sur le plan perpendiculaire à la direction du chargement obtenue par microscopie optique est proche de celui obtenu par les analyses par microtomographie X (figure 3.8). La limitation que présente la technique de détermination du profil du défaut en profondeur se trouve dans le cas des défauts présentant un diamètre apparent en surface moins important que celui en profondeur (géométrie de type crevasse). Néanmoins, le nombre des défauts de type crevasse analysés par la technique de reconstitution 3D par polissage progressif de défaut (travaux de l'ICAM de Toulouse) est largement inférieur au nombre des défauts qui

ressemble à une hémisphère. Dans la suite de cette étude nous considérons que les défauts de corrosion réalisés sur les éprouvettes de fatigue ont une géométrie hémisphérique. L'effet de la présence d'un défaut de type crevasse sur la durée de vie en fatigue sera caractérisé par la simulation numérique dans la suite de ce chapitre.

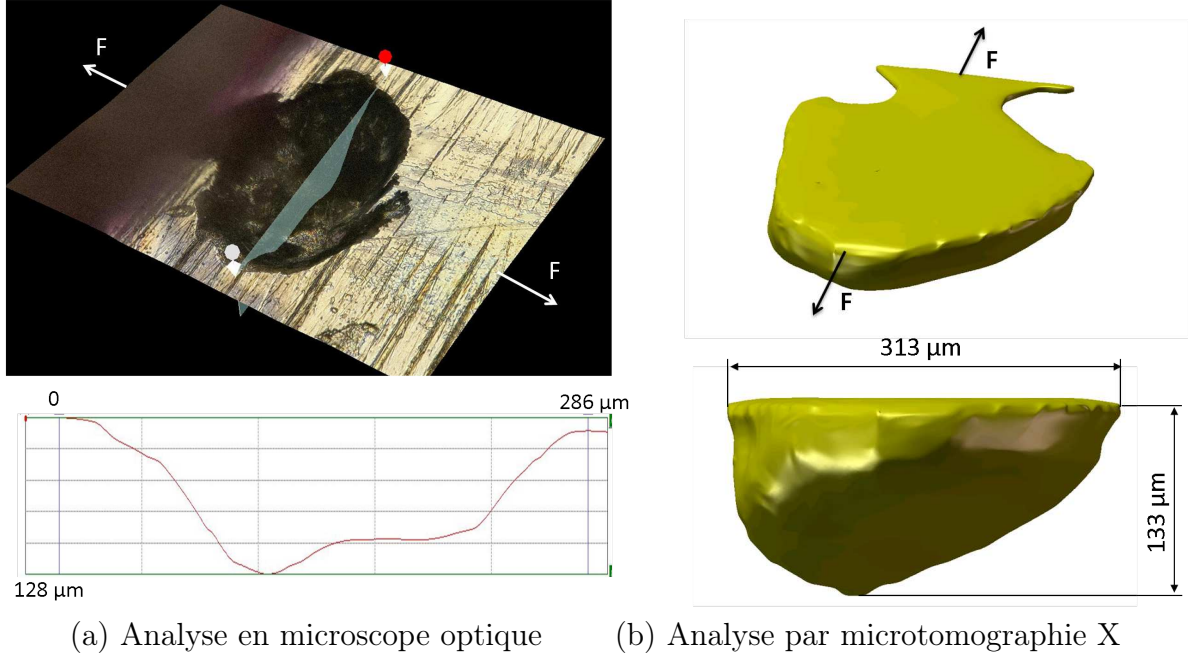


FIGURE 3.8 – Géométrie d'un défaut de corrosion : comparaison entre une analyse en microscope optique et en microtomographie X du même défaut de corrosion

En considérant que toutes les piqûres ont une forme hémisphérique de diamètre $\Phi_{app,max}$ en surface, l'expression de l'aire de défaut projeté sur le plan perpendiculaire à la direction de chargement est définie par la relation :

$$aire = \frac{\pi \Phi_{app,max}^2}{8} \quad (3.1)$$

Après chaque pré-corrosion d'une éprouvette de fatigue, le nombre total des défauts de corrosion ainsi que le diamètre apparent correspondant au plus grand défaut de corrosion sont relevés. Le tableau 3.1 récapitule les principaux paramètres des essais de corrosion réalisés sur les éprouvettes de fatigue.

Au total, trois tailles maximales moyennes de piqûres ont été réalisées pour les essais de fatigue : $27 \mu m$, $52 \mu m$ et $103 \mu m$. Le tableau 3.2 indique, pour chaque groupe d'éprouvettes, la valeur moyenne de $\Phi_{app,max}$, le potentiel imposé (E_{imp}), la densité surfacique du courant d'arrêt (I_{arr}) et le nombre total de piqûres réalisées (n_{total}).

repère	E_{imp} (mV/ECS)	I_{arr} (mA/cm ²)	$\Phi_{app,max}$ (μm)	$\sqrt{aire_{max}}$ (μm)	n_{total}
1	0,4	0,18	30,3	19	17
2	0,4	0,2	27,4	17,2	18
3	0,4	0,19	28,4	17,8	22
4	0,4	0,22	25,2	15,8	18
5	0,4	0,21	23,2	14,5	24
6	0,4	0,31	47,6	29,8	21
7	0,4	0,32	49,2	30,8	23
8	0,4	0,29	53,6	33,6	18
9	0,4	0,27	52,8	33,1	19
10	0,4	0,33	53,8	3,7	20
11	0,4	0,3	50,2	31,4	23
12	0,35	0,53	105,3	66	11
13	0,35	0,58	110,2	69	12
14	0,35	0,49	97,3	60,9	9
15	0,35	0,47	98,5	61,7	10
16	0,35	0,52	108,3	67,8	13
17	0,35	0,46	101,2	63,4	8

TABLE 3.1 – Tableau récapitulatif des essais de piqûration sur les éprouvettes de fatigue

repère	$\Phi_{app,max,moy}$ (μm)	$(\sqrt{aire})_{maxmoy}$	E_{imp} (V/ECS)	I_{arr} (mA/cm ²)
1 à 5	27	16,9	0,4	0,2 ± 0,04
6 à 11	52	32,6	0,4	0,3 ± 0,04
12 à 17	103	64,5	0,35	0,5 ± 0,08

TABLE 3.2 – Conditions de piqûration des éprouvettes de fatigue

3.3 Essais de fatigue à l'air sur éprouvettes pré-corrodées

Les essais de fatigue sur éprouvettes corrodées ont été réalisées sur une machine électromagnétique à résonance de type vibrophore, à 120 Hz, avec un rapport de charge $R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = -1$. Le but de ces essais est de trouver la limite de fatigue à 10^7 cycles pour chaque taille de défauts de corrosion. Compte tenu de la durée limitée de ce travail, le nombre d'éprouvettes testées est inférieur à 8. Pour cela la méthode de l'escalier court a été utilisée pour déterminer la limite de fatigue à 10^7 cycles. Cette méthode proposée par Dixon [12] permet de déterminer la limite d'endurance à partir de l'équation 3.2 :

$$\sigma_D = \sigma_f + K \times d \quad (3.2)$$

avec σ_D la limite d'endurance médiane recherchée, σ_f la dernière valeur de contrainte testée, d le pas de l'escalier (valeur entre les niveaux de contrainte appliqués) et K un coefficient défini par Dixon [12] en fonction de la séquence d'essais réalisée (ordre entre éprouvettes rompues et non rompues). Le tableau 3.3 résume les résultats des essais de fatigue sur éprouvettes corrodées.

$\Phi_{app,max,moy} (\mu m)$	$(\sqrt{aire})_{maxmoy}$	$\sigma_{R=-1}^D / \sigma_u$
0	0	0.44
27	16,9	0.4
52	32,6	0.35
103	64,5	0.33

TABLE 3.3 – Limites de fatigue médianes à 10^7 cycles à l'air sur éprouvettes pré-corrodées en traction $R = -1$ en fonction de la taille moyenne des plus grands défauts

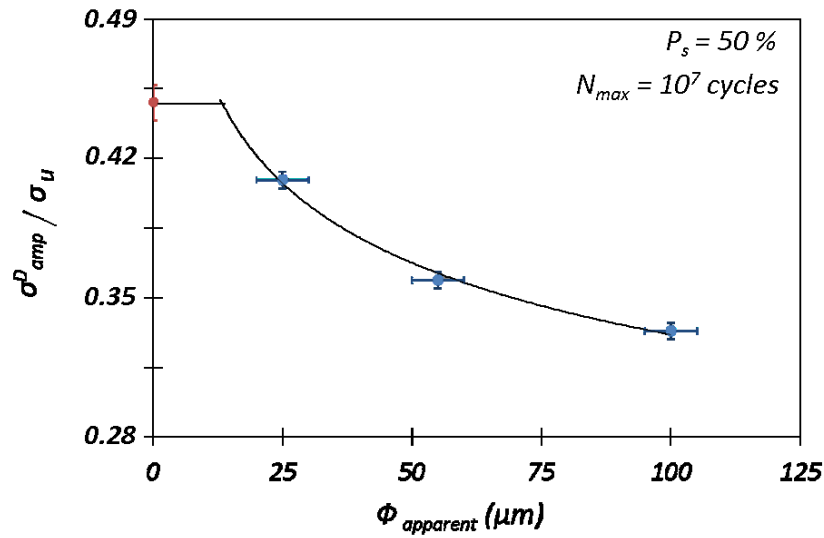


FIGURE 3.9 – Effet de la taille de piqûres sur la limite de fatigue à 10^7 cycles de l'acier X12CrNiMoV12 – 3 en traction $R = -1$

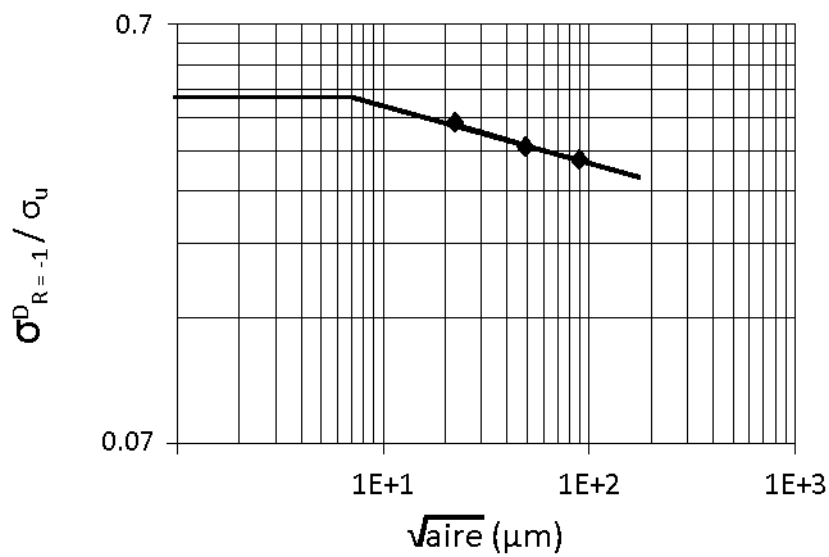
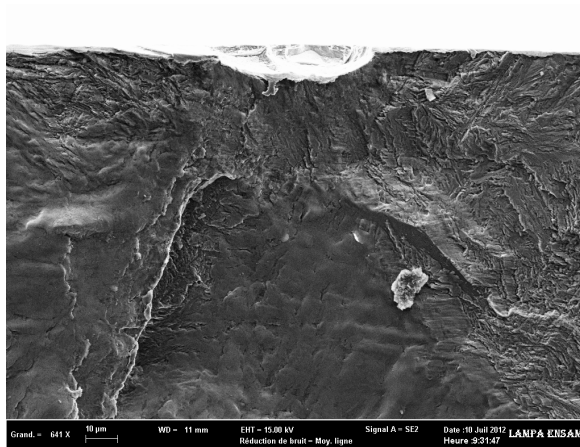


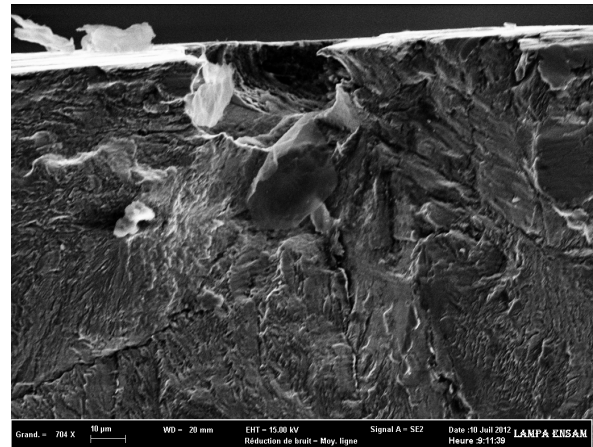
FIGURE 3.10 – Diagramme de Kitagawa expérimental de l'acier X12CrNiMoV12-3 pour une limite de fatigue médiane à 10^7 cycles

La figure 3.9 montre l'évolution de la limite de fatigue à 10^7 cycles en fonction de la taille des défauts de pré-corrosion caractérisée par leur diamètre apparent à la surface de l'éprouvette. Le diagramme de Kitagawa en figure 3.10 présente en échelle bi-logarithmique la variation de la limite de fatigue du matériau à 10^7 cycles en fonction de la racine carrée de l'aire des piqûres de corrosion projetée sur la surface perpendiculaire à la direction du chargement selon la définition proposée par Murakami (figure 1.12). En considérant que les piqûres de corrosion ont une forme hémisphérique la surface projetée est définie à partir de la valeur du diamètre apparent en surface.

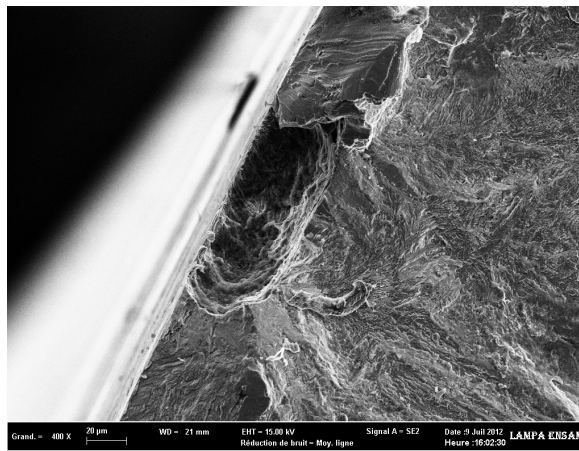
Pour les éprouvettes pré-corrodées les observations des différents faciès de rupture montrent l'existence d'un seul site d'amorçage de fissure. La figure 3.11 illustre quelques zones d'amorçage des fissures pour les trois tailles de défauts testées en fatigue à l'air. Pour toutes les éprouvettes de fatigue pré-corrodées rompues l'amorçage s'effectue sur un seul défaut de corrosion. L'amorçage s'effectuent majoritairement sur le défaut de plus grand diamètre apparent en surface de l'éprouvette.



(a) $\Phi_{app,max,moy} = 27\mu m$; $\sigma_a = 0.41 \times \sigma_u$;
 $N = 2,7.10^6$ cycles



(b) $\Phi_{app,max,moy} = 52\mu m$; $\sigma_a = 0.38 \times \sigma_u$;
 $N = 2,5.10^5$ cycles



(c) $\Phi_{app,max,moy} = 103\mu m$; $\sigma_a = 0.34 \times \sigma_u$;
 $N = 2,3.10^5$ cycles

FIGURE 3.11 – Zones d'amorçage des fissures en fatigue sur éprouvettes pré-corrodées, essais à l'air à $R = -1$

3.4 Application du critère de Murakami

Comme présenté au chapitre 1, le critère de Murakami est un critère empirique qui consiste à estimer la limite de fatigue médiane (à grande durée de vie) à partir de la dureté du matériau H_V , du rapport de charge (R) et de la taille du défaut définie par la racine carrée de l'aire des piqûres de corrosion projetée sur la surface perpendiculaire à la direction du chargement (équation 3.3).

$$\sigma_D = \frac{A (H_V + 120)}{\sqrt{\text{aire}}^{1/6}} \left(\frac{1 - R}{2} \right)^\alpha \quad (3.3)$$

Où $A = 1,43$ pour un défaut surfacique et " α " une constante matériau :

$$\alpha = 0,226 + H_V \times 10^{-4} \quad (3.4)$$

La figure 3.12 compare les résultats expérimentaux avec les valeurs calculées en appliquant le critère de Murakami. Un écart important existe entre la courbe expérimentale et la courbe obtenue par le critère de Murakami. L'estimation de la limite de fatigue du matériau pré-corrodé ne répond pas au critère de Murakami, mais ce dernier est conservatif ce qui est intéressant pour une utilisation en bureau d'étude.

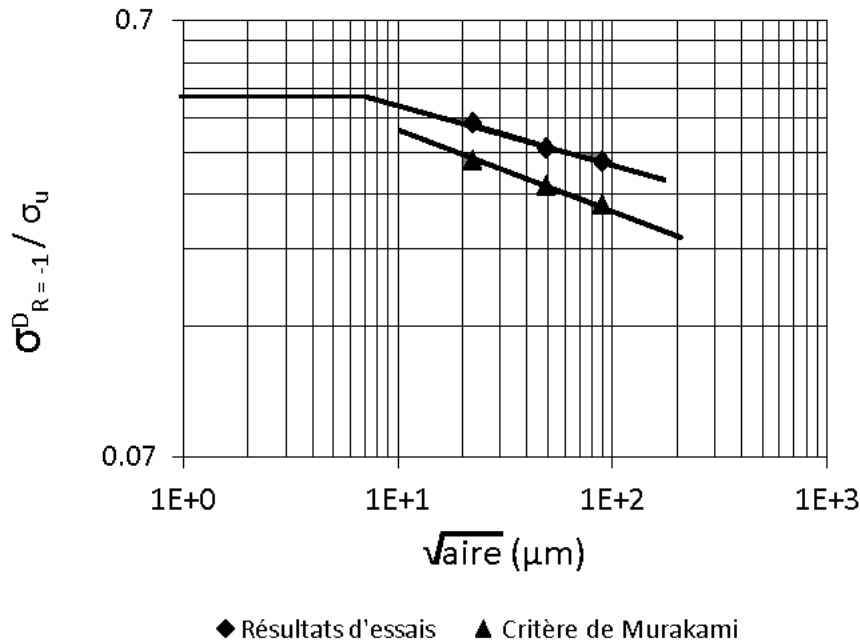


FIGURE 3.12 – Comparaison entre les résultats expérimentaux des essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées et l'estimation de la limite de fatigue par le critère de Murakami

3.5 Discussion

L'acier inoxydable martensitique $X12CrNiMoV12 - 3$ est très sensible à la présence de défauts de corrosion en terme de durée de vie en fatigue. La taille de défaut critique est d'environ $7 \mu m$ (figure 3.12). Cette taille est très faible par rapport à d'autres nuances d'acier inoxydable de microstructure ferritique ou austénitique. Ce phénomène peut être expliqué par trois hypothèses :

- la fragilisation locale du matériau par des espèces chimiques venant de la solution lors de la pré-corrosion des éprouvettes ;
- la forme complexe des défauts de corrosion comparée à des défauts de géométrie idéale (ici supposée hémisphérique) ;
- la dureté élevée de l'acier inoxydable martensitique étudié de microstructure très fine (lattes de martensite) comparée à d'autres nuances d'aciers inoxydables étudiées dans la littérature (ferritique ou austénitique par exemple).

4 Modélisation à partir d'un défaut de géométrie hémisphérique

Une cause importante d'amorçage de fissure en fatigue-corrosion est la concentration des contraintes créée par les défauts de corrosion localisée à la surface de la structure. Une première étude a été réalisée en considérant les défauts de corrosion comme des entailles de géométrie hémisphérique en première approximation. Puis un critère de fatigue a été appliqué en tenant compte du comportement élastoplastique (paramètres de la loi de comportement du matériau définie au chapitre 2) pour voir l'effet d'un défaut hémisphérique de géométrie idéalisée sur la limite de fatigue à 10^7 cycles. Comme nous ne considérons dans ce travail que des chargements proportionnels, les critères testés dans cette étude sont basés sur le critère de Crossland qui prend en compte l'amplitude de cisaillement octaédral $\tau_{oct,a}$ et la contrainte hydrostatique maximale $\sigma_{H,max}$ sur un cycle. En effet la plupart des autres critères de fatigue à grande durée de vie (Dang Van, Papadopoulos, Morel etc..) donnent des résultats voisins de ceux de Crossland sous chargements proportionnels considérés dans cette étude.

4.1 Identification des paramètres du critère de Crossland

Les paramètres du critère de Crossland α et β (équation 3.5) ont été identifiés à partir des limites d'endurance médianes expérimentales obtenus en traction ($R = -1$ et $R = 0, 1$) à l'air à 10^7 cycles sur éprouvettes lisses (sans défauts). Le seuil du critère constitue une limite entre le domaine de fissuration (ici avant 10^7 cycles) et le domaine de sécurité pour une probabilité de survie donnée (ici 50 %). Le coefficient de danger C_d est le rapport entre la contrainte équivalente de Crossland $\sigma_{eq,Cr}$ et le paramètre β du critère (équation 3.6). Le domaine de sécurité (domaine de non amorçage de fissure à 10^7 cycles) est défini par un coefficient de danger inférieur à 1. Dans le cas contraire ($C_d > 1$) l'amorçage de fissure intervient avant 10^7 cycles avec une probabilité de 0, 5 (figure 3.13).

$$\sigma_{eq,Cr} = \tau_{oct,a} + \alpha \sigma_{H,max} \leq \beta \quad (3.5)$$

$$C_{d,Cr} = \frac{\sigma_{eq,Cr}}{\beta} \quad (3.6)$$

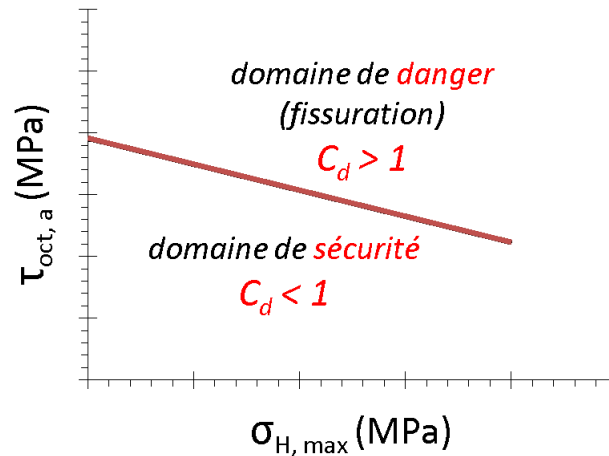


FIGURE 3.13 – Diagramme de Crossland de l'acier X12CrNiMoV12-3

4.2 Paramètres géométriques des défauts de corrosion étudié

Les défauts générés par la corrosion localisée ont une géométrie complexe et une distribution aléatoire à la surface d'une structure. Dans certains cas sur les pièces corrodées, l'amorçage d'une fissure en fatigue peut être influencé par la présence de défauts de corrosion très proches l'un de l'autre (figure 3.14). Il est donc nécessaire de prendre en compte l'effet de voisinage de deux défauts de corrosion, sur les contraintes locales. Les piqûres de corrosion réalisées dans cette étude ont une géométrie hémisphérique approximative avec parfois la forme d'une crevasse. La géométrie d'une crevasse ressemble à celle d'un défaut hémisphérique avec un diamètre apparent en surface moins important que le diamètre réel maximum du défaut. Cette géométrie peut avoir un effet considérable sur les champs de contrainte et de déformation autour du défaut. Pour mieux comprendre l'effet de ces deux phénomènes, une étude paramétrique a été réalisée par la méthode des éléments finis avec le logiciel ZeBuLoN. Deux paramètres ont été étudiés : la distance h du centre de l'hémisphère (représentant le défaut de corrosion) par rapport à la surface et la distance d entre les centres de deux défauts voisins pour étudier l'effet de voisinage (figure 3.15). Faire varier h permet d'avoir des défauts de type crevasse quand $h > 0$. L'étude de l'effet du paramètre d sur les champs de contraintes et déformations permet de déterminer à partir de quelle distance deux défauts de même géométrie entrent en interaction au sens mécanique du terme.

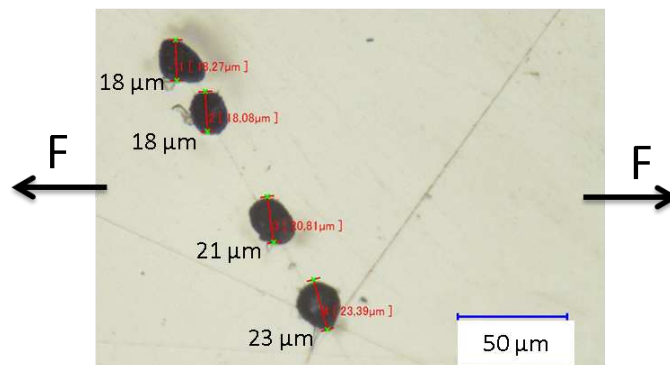


FIGURE 3.14 – Défauts de pré-corrosion très proches

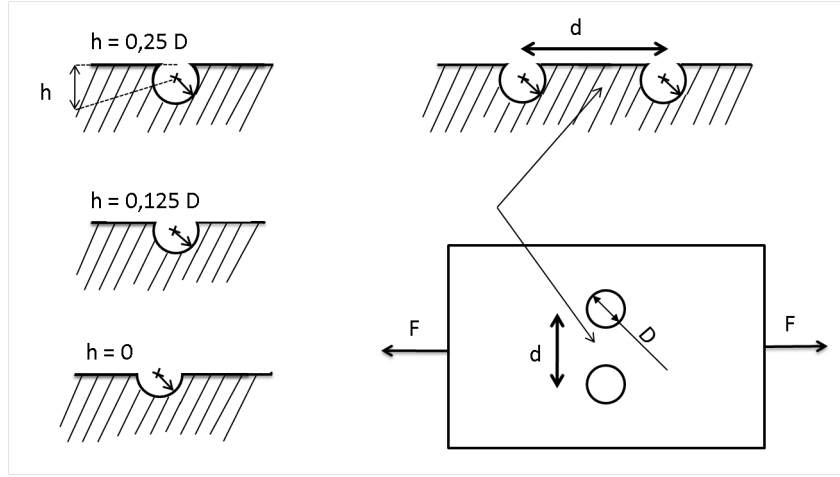


FIGURE 3.15 – Différentes configurations de calcul étudiées

4.3 Conditions de calcul par la méthode des éléments finis

4.3.1 Modèle géométrique et maillage

Afin de simplifier et de réduire la durée des calculs par la méthode des éléments finis, seul un élément de volume de l'éprouvette a été simulé considérant un état de contrainte homogène sur le reste de l'éprouvette (en dehors de cet élément de volume). La taille de l'élément de volume est largement supérieure à la taille de défaut (environ 10 fois supérieure au diamètre du défaut) pour éviter les effets de bords et avoir un état de contrainte loin du défaut, égal à la contrainte nominale appliquée. Le maillage de cet élément de volume a été réalisé avec des éléments cubiques quadratiques (maillage réglé). Ce type de maillage nous permettra dans la suite de relever facilement les évolutions des champs de contrainte sur une ligne.

4.3.2 Modèle de comportement

Sauf indication particulière tous les calculs ont été réalisés avec une loi de comportement cyclique élastoplastique avec un écrouissage isotrope et deux écrouissages cinématiques (loi identifiée au chapitre 2) :

$$\sigma = R_0 + R + X \quad (3.7)$$

– Écrouissage isotrope non linéaire :

$$R = Q (1 - \exp(-b\varepsilon^p)) \quad (3.8)$$

– 2 écrouissages cinématiques non linéaires :

$$\bar{X} = \bar{X}_1 (C_1, D_1) + \bar{X}_2 (C_2, D_2) \quad (3.9)$$

$$X_i = \mu \frac{C_i}{D_i} + \left(X_0 - \mu \frac{C_i}{D_i} \right) \exp(-\mu D_i (\varepsilon^p - \varepsilon_0^p)) \quad (3.10)$$

Les paramètres de la loi de comportement ont été optimisés sur la boucle contrainte/déformation du cycle stabilisé à demie-vie obtenu au cours des essais d'écrouissage cyclique. Nous considérons ainsi que le comportement cyclique du matériau est stable durant

toute la durée de vie et identique à celui du cycle à demie vie. Ce choix permet de réduire le temps de calcul en appliquant un seul cycle de fatigue pour l'application des critères de fatigue et légitime l'utilisation de critère de fatigue puisque le concept de critère de fatigue suppose l'existence d'un état stabilisé.

4.3.3 Conditions aux limites

La vérification du choix des conditions aux limites appliquées à cet élément de volume a été réalisée sur un substrat sans défaut. Le niveau de contraintes et de déformations est partout homogène (figure 3.16) ce qui valide les conditions aux limites utilisées (figure 3.16).

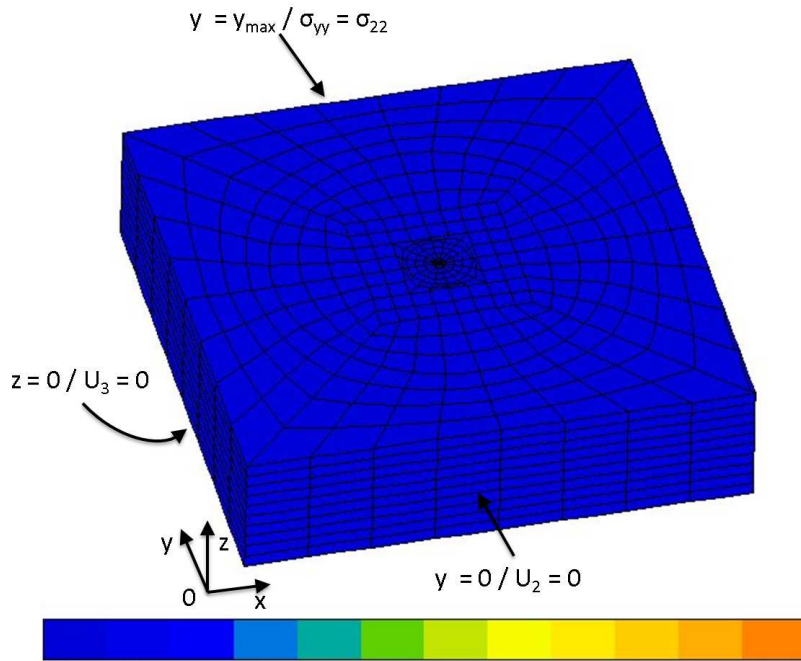


FIGURE 3.16 – Vérification des conditions aux limites sur un substrat sans défauts ($\sigma_a/\sigma_u = 0.44$) - isovaleur de la contrainte équivalente de Von Mises

4.4 Résultats des calculs avec une contrainte appliquée égale à la limite de fatigue du matériau sans défaut

4.4.1 Facteur de concentration de contrainte

Les valeurs théoriques du facteur de concentration de contrainte K_t ont été déterminées pour chaque géométrie de défauts avec un calcul purement élastique ($\sigma_{nom}/\sigma_u = 0.14$). Pour un défaut hémisphérique, chargé en traction, la valeur de K_t est donnée par la relation [94] :

$$K_t = 1,522 \left(1 + \frac{2}{7 - 5\nu} \right) \simeq 2 \text{ pour } \nu = 0,3 \quad (3.11)$$

Cette valeur théorique correspond à celle identifiée par les résultats de la simulation numérique d'un défaut de géométrie hémisphérique (figure 3.17). Les résultats présentés en figure 3.17 montrent que la valeur de K_t augmente en fonction de la profondeur du défaut

(paramètre h). Les défauts avec une géométrie de type crevasse (soit $h > 0$) présentent des valeurs de K_t plus importantes par rapport aux défauts hémisphériques ($h = 0$). Ces valeurs élevées de K_t nous obligent à utiliser une loi de comportement élastoplastique pour l'étude de l'effet de la présence d'un défaut géométrique (entaille) dans le matériau.

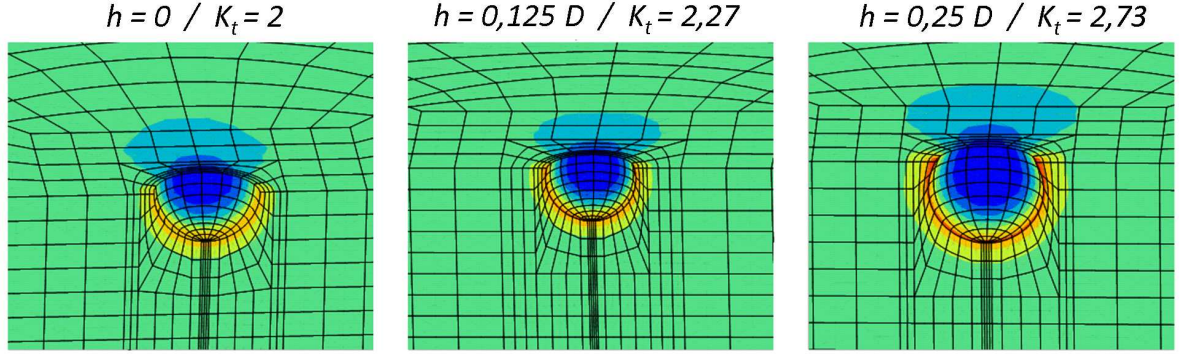


FIGURE 3.17 – Cartographies de champ de contraintes σ_{22} suivant la direction du chargement autour des défauts ($\sigma_{nom}/\sigma_u = 0.14$)

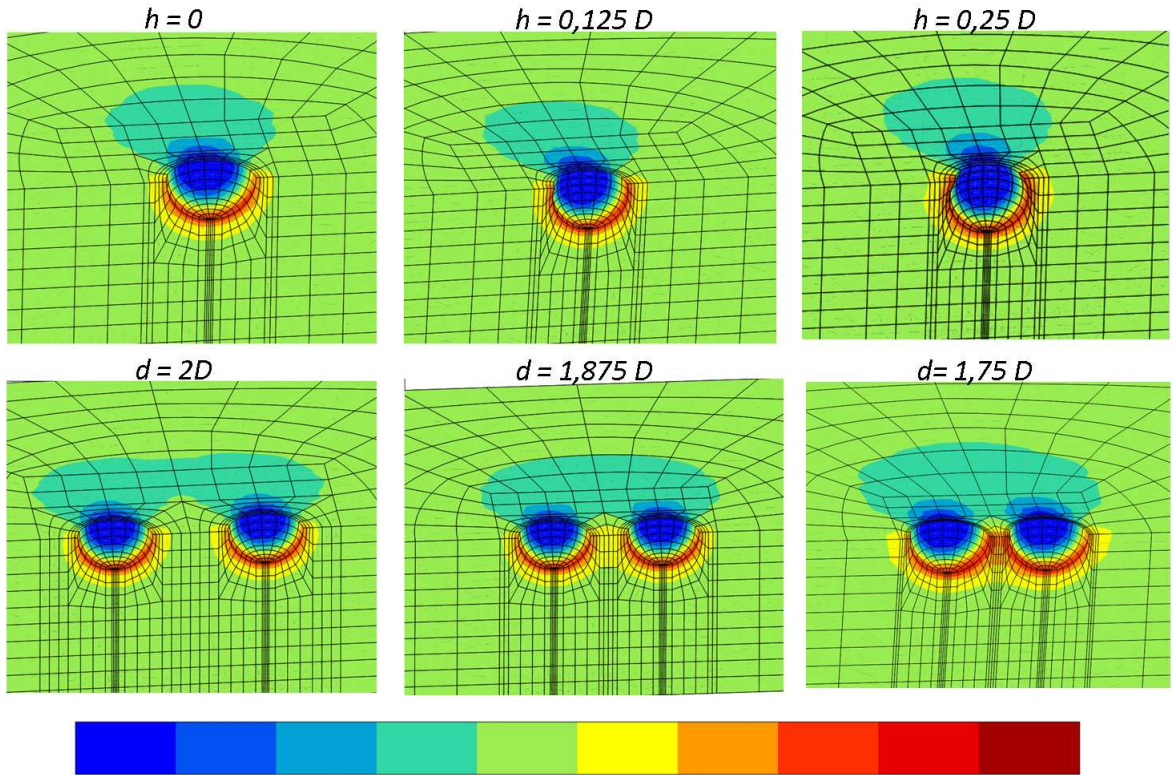


FIGURE 3.18 – Cartographies du champ de la contrainte équivalente de Von Mises σ_{mises} autour des défauts ($\sigma_{nom}/\sigma_u = 0.44$)

4.4.2 Contrainte équivalente de Von Mises

L'étude du champ de contrainte équivalente de Von Mises autour des défauts a été réalisée à une amplitude de contrainte cyclique imposée de $\sigma_{a,nom} = 0.44 \times \sigma_u$ en traction

($R = -1$). La figure 3.18 illustre les cartographies de la contrainte équivalente de Mises (σ_{mises}) en traction (sous une contrainte nominale $\sigma_{nom} = 0.44 \times \sigma_u$) dans les différentes configurations de défauts. Dans le cas où les défauts ressemblent à des crevasses ($h = 0,125D$ et $h = 0,25D$, D étant le diamètre du défaut) une concentration de contrainte en surface libre au bord du défaut est notée (figure 3.18). D'autre part, les calculs avec deux défauts identiques mis côte à côte (figure 3.18) permettent de retrouver le résultat classique à savoir que le champ de contrainte autour d'un défaut n'est pas influencé par le défaut voisin à partir d'une distance supérieure à deux fois le diamètre de défaut. En dessous de cette valeur le champ de contraintes situé entre les deux défauts est modifié.

4.5 Champs associé à la contrainte équivalente de Crossland

Le critère de Crossland est un critère ponctuel qui définit le seuil d'amorçage de fissure par rapport à la valeur maximale d'une contrainte équivalente. Des récentes études menées sur l'effet de la présence de défauts sur le seuil d'amorçage de fissures en fatigue HCF, s'intéressent aux gradients des deux composantes du critère de Crossland [$\tau_{oct,a}$ et $\sigma_{H,max}$]. Les auteurs proposent une méthode de prise en compte du gradient de la contrainte équivalente de Crossland selon une ligne pour prévoir l'effet d'un défaut sur la résistance en fatigue à grande durée de vie. Avant de procéder à l'application de l'une de ces approches, nous avons étudié les évolutions des quantités mécaniques associées au critère ($\tau_{oct,a}$ et $\sigma_{H,max}$) à proximité des défauts.

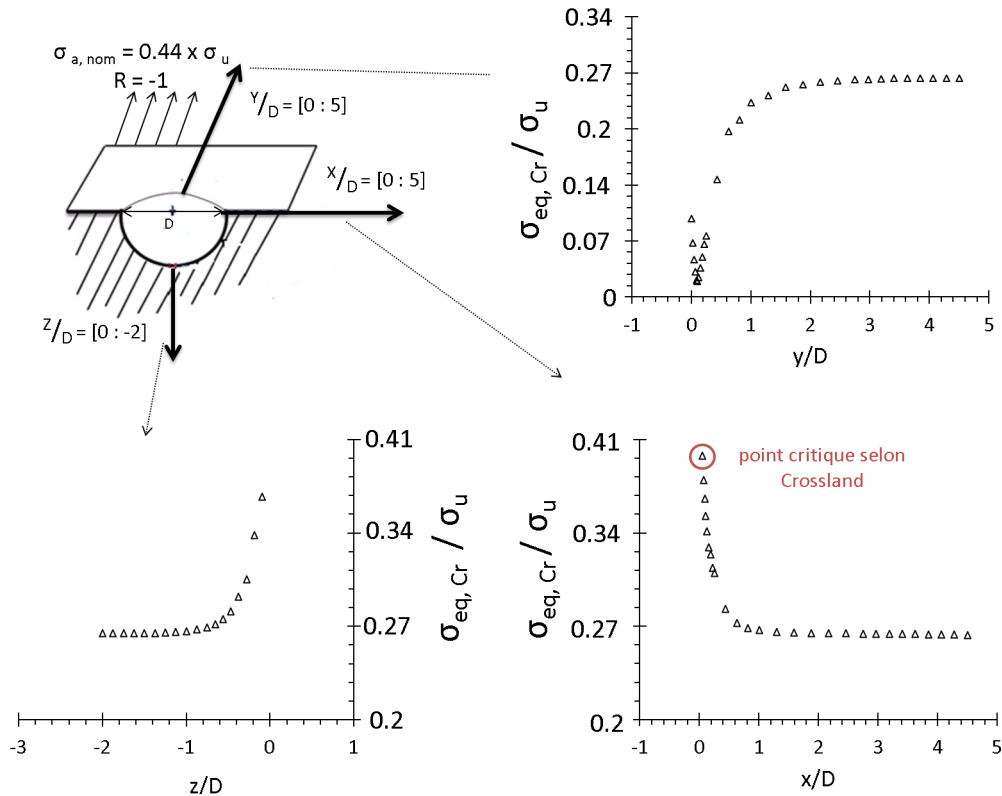


FIGURE 3.19 – Évolution de la contrainte équivalente de Crossland $\sigma_{eq,Cr}$ dans le cas d'un défaut hémisphérique de diamètre D

L'évolution de la contrainte équivalente du critère de Crossland ($\sigma_{eq,Cr}$) dans les 3 axes du défaut est illustrée en figure 3.19. Ces évolutions sont présentées en fonction de la

distance normalisée par le diamètre de défaut. Ces courbes sont identiques quelle que soit la taille de défaut, mais la répartition est différente (gradient), étant la valeur maximale de la contrainte équivalente du critère est la même quelle que soit la taille du défaut. Aussi la prise en compte de la taille du défaut nécessite une méthode non locale, tenant compte du gradient des contraintes autour du défaut. Dans un premier temps, Nous cherchons à identifier l'effet de la forme du défaut (paramètre h dans cette approche où la morphologie du défaut est simple) et l'effet de voisinage (paramètre d) sur l'évolution de la contrainte équivalente du critère de Crossland $\sigma_{eq,Cr}$.

Il semble intuitivement évident que les évolutions des contraintes autour des défauts dépendent de la forme de celui-ci. Les figures 3.20 et 3.21 illustrent les évolutions des deux invariants du critère de Crossland en fonction de la distance h entre le centre du défaut et la surface du matériau. On constate que la présence d'un défaut de type crevasse ($h > 0,5D$) augmente les niveaux de contraintes à la surface de l'échantillon (suivant les axes x/D et y/D). L'augmentation de la valeur du paramètre h n'a pas d'effet remarquable sur l'état des contraintes au fond des défauts (axe z/D).

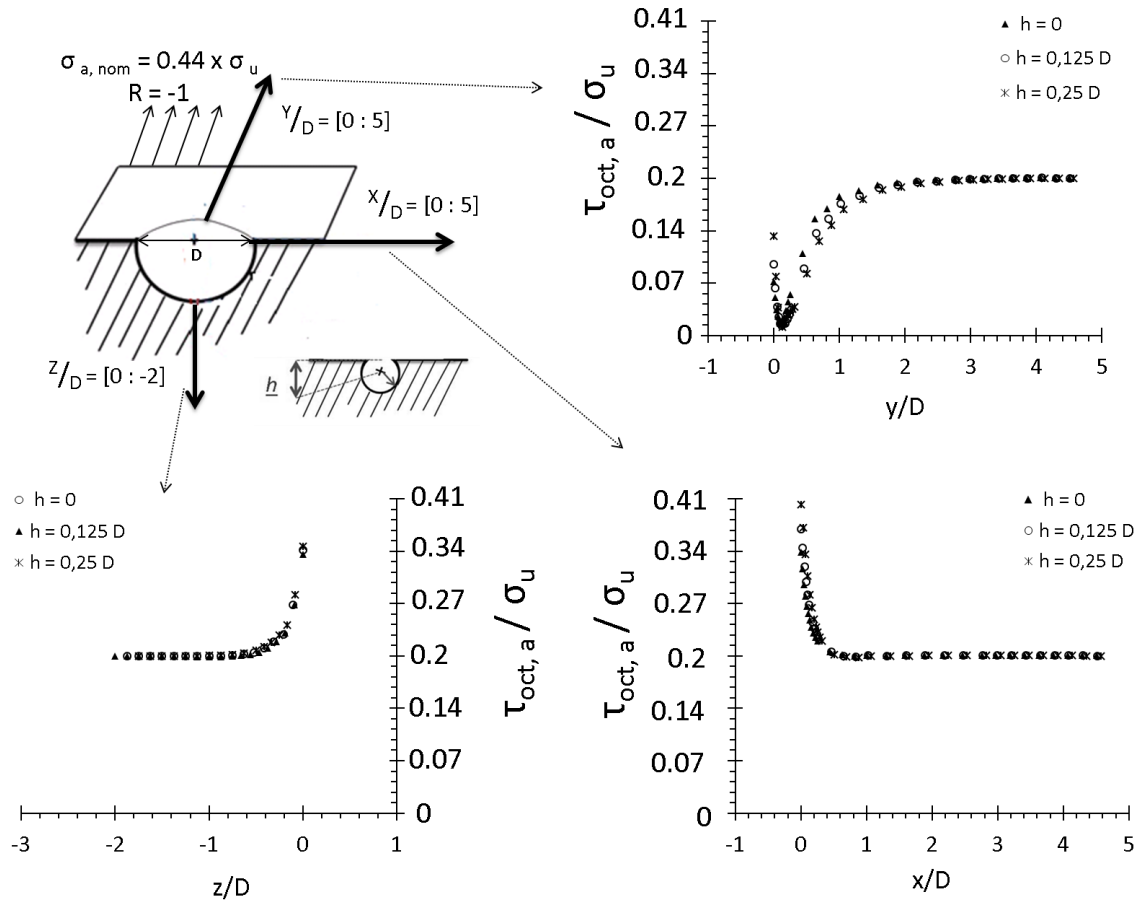


FIGURE 3.20 – Évolution de $\tau_{oct,a}$ dans le cas d'un défaut hémisphérique de diamètre D , effet du paramètre h

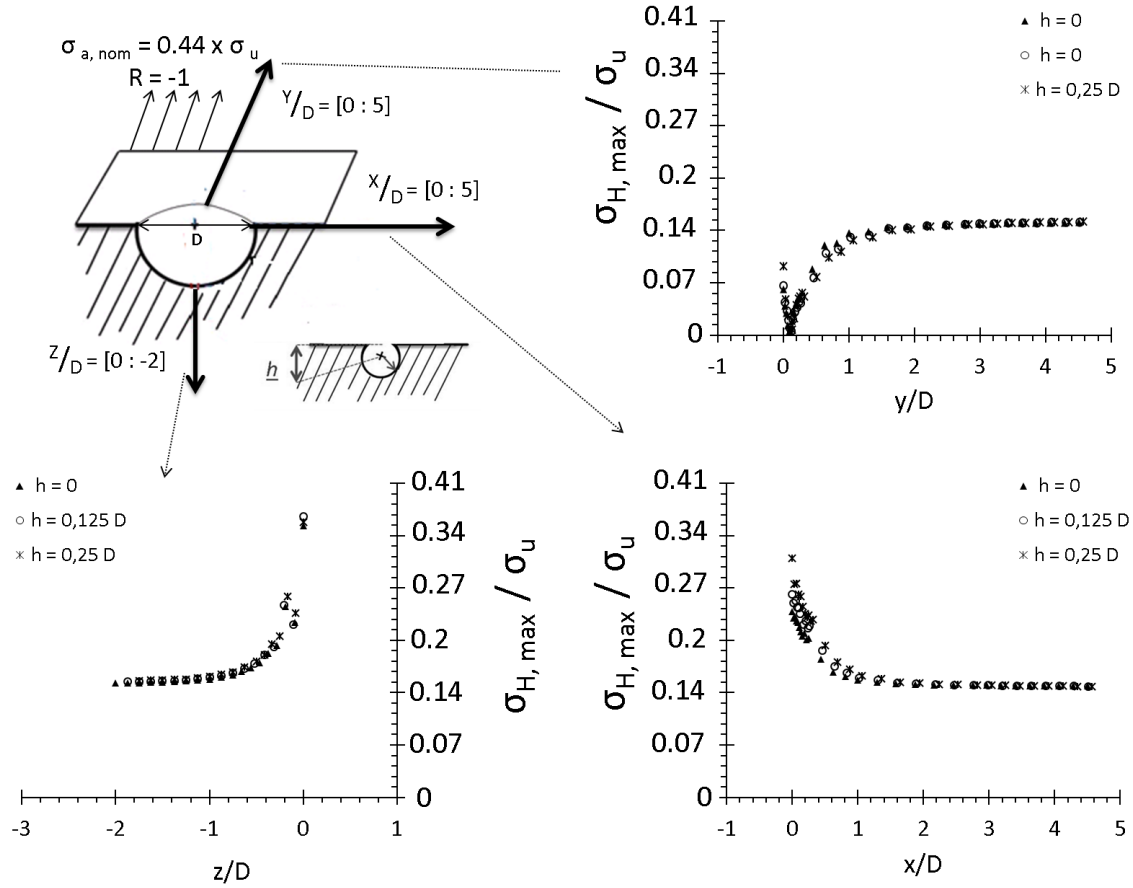


FIGURE 3.21 – Évolution de $\sigma_{H,max}$ dans le cas d'un défaut hémisphérique de diamètre D , effet du paramètre h

Dans le cas de deux défauts de même forme mis côte à côte, les champs de contraintes autour de chaque défaut ne sont pas influencés par le défaut voisin à partir d'une distance supérieure à deux fois le diamètre du défaut. En dessous de cette distance, les niveaux de contrainte entre les deux défauts sont modifiés. L'amplitude de cisaillement octaédrale augmente aux points situés au bord du défaut dans la zone d'interférence. L'effet de voisinage est plus notable sur l'évolution de la contrainte hydrostatique maximale, où une modification totale de l'évolution de la contrainte est observable avec un changement de l'emplacement de la valeur maximale en surface (figure 3.22). Afin de comprendre cette évolution un calcul purement élastique à été réalisé à une contrainte nominale $\sigma_a/\sigma_u = 0.14$. La figure 3.23 présente les évolutions de $\tau_{oct,a}$ et $\sigma_{H,max}$ en élasticité. Les résultats illustrent une évolution de $\sigma_{H,max}$ avec une valeur maximale au bord du défaut. Le pic observé entre les deux défauts dans l'évolution de la contrainte hydrostatique en figure 3.22 peut être attribué à la création d'une zone plastique saturée entre les deux défauts.

Plusieurs critères de fatigue pour matériau avec défauts ont été proposés dans les travaux menés par Nadot et al. [11, 38, 83] en se basant sur le critère de Crossland et en prenant en compte le gradient de contrainte sur une ligne à partir du fond de défaut (figure 3.24). Dans la littérature, ces critères ont été appliqués et validés dans le cas d'un défaut unique de géométrie idéale pour différentes configurations de chargement. Une limitation de ces critères apparaît dans le traitement des cas de voisinage entre deux défauts (paramètre d) et en cas de géométrie de défaut qui ressemble à une crevasse

(paramètre h). En effet la direction choisie pour l'application de ces critères (axe Z partant du fond de défaut en profondeur) ne correspond pas à la zone la plus sollicitée autour d'un défaut dans certains cas ($h > 0$ et $d < 2D$). Dans la suite, nous essaierons d'appliquer le critère de Gadouini et al. [38] dans le cas d'un défaut hémisphérique idéal ($h = 0$). Nous avons choisi le critère de Gadouini et al. comme le plus récent des proposition de l'équipe de Nadot. D'autre part, il prend en compte à la fois le gradient de la contrainte hydrostatique maximale et celui de l'amplitude de la contrainte octaédrique calculé sur un cycle.

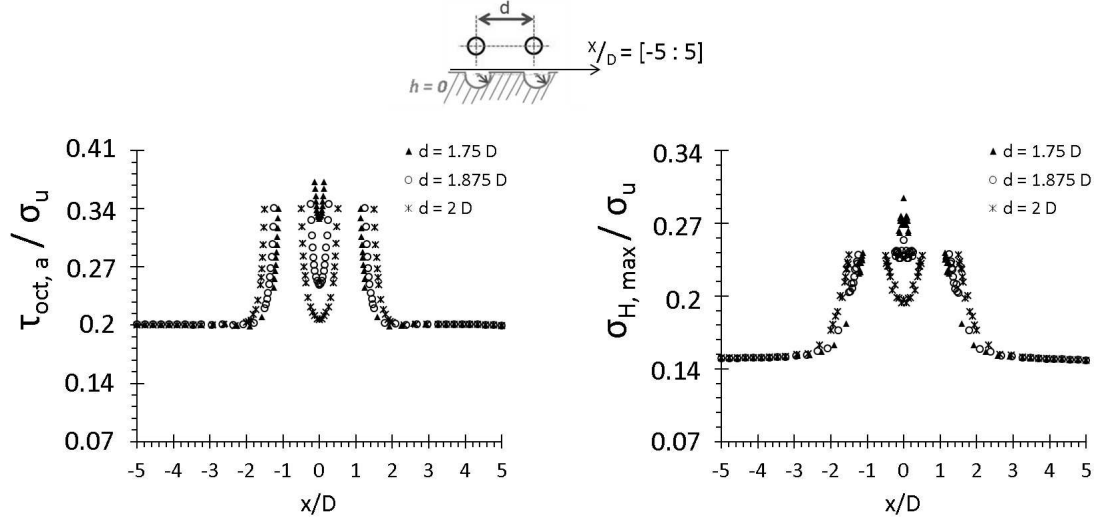


FIGURE 3.22 – Évolution de $\tau_{oct,a}$ et $\sigma_{H,max}$ pour deux défauts hémisphériques de diamètre D distants de d

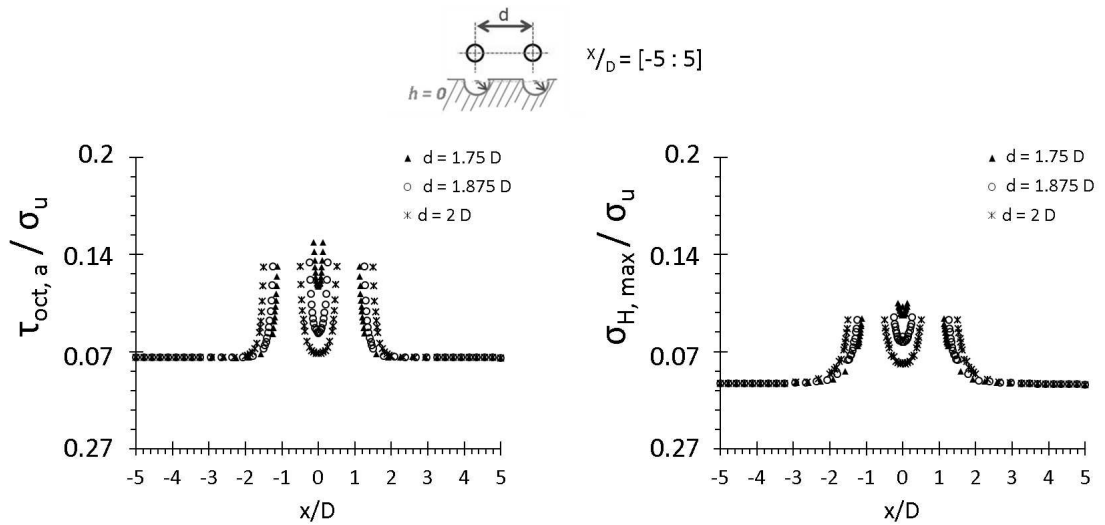


FIGURE 3.23 – Évolution de $\tau_{oct,a}$ et $\sigma_{H,max}$ dans le cas de deux défauts hémisphériques de diamètre D , en supposant un comportement du matériau purement élastique ($\sigma_{nom}/\sigma_u = 0.14$)

4.6 Application du critère proposé par Gadouini [38]

Gadouini et al. [38] proposent un critère de fatigue multiaxiale pour estimer l'impact d'un défaut sur la résistance en fatigue à grande durée de vie, en tenant compte de la distribution des contraintes locales. Ce critère s'écrit de la manière suivante :

$$\sigma_{eq_{Gad}} = \sigma_{eq,Cr}(A) \left(1 - a \left(\frac{G \sigma_{eq,Cr}}{\sigma_{eq,Cr}(A)} \right) \right) \leq \beta \quad (3.12)$$

$$\text{avec } G(\sigma_{eq,Cr}) = \frac{\sigma_{eq,Cr}(A) - \sigma_{eq,Cr}(B)}{\sqrt{aire}}$$

$\sigma_{eq_{Gad}}$ est la contrainte équivalente du critère, calculée en fonction de la contrainte équivalente de Crossland déterminée à partir du champs de contrainte calculé en élastoplasticité (équation 3.5) au point A situé au fond de l'entaille ($\sigma_{eq,Cr}(A)$) et en un point B situé en profondeur assez loin du défaut ($\sigma_{eq,Cr}(B)$) à une distance égale à la taille du défaut $\sqrt{aire}$ (figure 3.24). β et α sont les paramètres intrinsèques du matériau sans défaut pour le critère de Crossland calculés à partir de deux limites d'endurances en fatigue sans défaut à $R = -1$ et $R = 0,1$. a est le paramètre qui décrit l'influence du défaut pour le matériau considéré. Ce paramètre peut être ajusté à partir de données expérimentales avec une taille de défaut donnée. Le tableau 3.4 récapitule toutes les données nécessaires pour l'identification des paramètres α , β et a .

paramètres	données nécessaires
α	$\sigma_{R=-1}^D = 0.44 \times \sigma_u$ (sans défauts)
β	$\sigma_{R=0,1}^D = 0.34 \times \sigma_u$ (sans défauts)
a	$\sqrt{aire} = 32,6 \mu m$ $\sigma_{eq,Cr}(A) = 0.31 \times \sigma_u$ $\sigma_{eq,Cr}(B) = 0.22 \times \sigma_u$

TABLE 3.4 – Données nécessaires pour l'identification des paramètres α , β et a

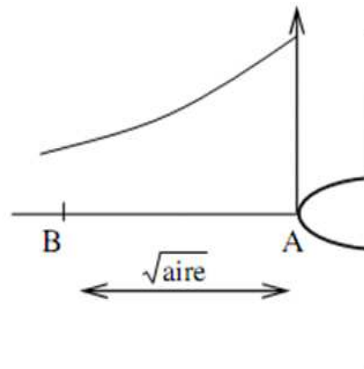


FIGURE 3.24 – Représentation 2D du gradient de la contrainte équivalente de Crossland selon Gadouini [38]

Le paramètre a du critère a été déterminé à partir des résultats d'un calcul EF (en élastoplasticité) sur un défaut hémisphérique de $52 \mu m$ de diamètre ($\sqrt{aire} = 32,6 \mu m$) avec

une contrainte nominale égale à la limite de fatigue expérimentale médiane correspondant à 10^7 cycles (équation 3.13).

$$a = \sqrt{aire} \frac{\sigma_{eq,Cr}(A) - \beta}{\sigma_{eq,Cr}(A) - \sigma_{eq,Cr}(B)} \quad (3.13)$$

$$a = 14,54 \mu m \text{ pour } \Phi_{app,max} = 52 \mu m (\sqrt{aire} = 32,6 \mu m)$$

Le tableau 3.5 donne les résultats de calcul du coefficient de danger du critère proposé par Gadouini et appliqué aux différentes tailles de défauts $\Phi_{app,max} = 27 \mu m$ et $\Phi_{app,max} = 103 \mu m$ avec une distance a identifiée sur les résultats obtenus pour un défaut débouchant de diamètre apparent $\Phi_{app,max} = 52 \mu m$. Le critère donne une bonne estimation dans le cas d'un défaut de diamètre $103 \mu m$ ($C_d^* = 1,004$). Dans le cas d'un défaut de diamètre égal à $27 \mu m$ l'estimation est légèrement inférieure à 1 ($C_d^* = 0.939$) mais reste satisfaisant.

$\Phi_{app,max}$ (expérimentale)	27 μm	52 μm	103 μm
$\sqrt{aire}$ (expérimentale)	16,9 μm	32,6 μm	64,5 μm
$\sigma_{R=-1}^D / \sigma_u$ (expérimentale)	0.4	0.35	0.32
$C_d^* = \sigma_{eqGad} / \beta$ (critère)	0.939	1	1.004

TABLE 3.5 – Application du critère de Gadouini et al. [38]

4.7 Limitation du critère de Gadouini [38]

Les défauts présentés jusqu'à maintenant sont des défauts de géométrie régulière, comparativement aux géométries réelles des défauts de corrosion. L'utilisation du gradient de contraintes suivant une seule direction de l'espace pour décrire le seuil d'endommagement en fatigue est très difficile à appliquer sur un défaut réel. En effet, comme le précise Billaudeau [11], dans le cas général, il apparaît très difficile de choisir une direction représentative pour délimiter une zone participant à l'endommagement. En effet, dans le cas d'un défaut réel, l'évolution des contraintes dans une seule direction donnée ne peut pas refléter l'évolution dans les autres directions [11].

4.8 Proposition d'un critère volumique non local basé sur le critère de Crossland

4.8.1 État de l'art

Il paraît nécessaire de tenir compte de la répartition spatiale (ou volumique) des contraintes autour du défaut afin de rendre compte de l'effet de taille du défaut et de voisinage de défauts sur la résistance en fatigue. Flavenot [34] a proposé un critère non local appelé approche "épaisseur de couche critique". L'auteur a émis l'hypothèse d'un endommagement volumique pour l'amorçage d'une fissure de fatigue autour d'un défaut géométrique. En effet, pour qu'une fissure s'amorce, il faut, en moyenne, dépasser un niveau de contrainte critique sur un certain volume, par exemple un grain. Les contraintes prises en compte dans ce critère sont calculées à une certaine profondeur ou couche critique

caractéristique de chaque matériau. De nombreux travaux de la littérature ont été basés sur le critère de Flavenot. Les plus connus sont les travaux de Taylor et al. [9,110,111]. Ces auteurs proposent des approches qui utilisent soit la contrainte à une certaine distance du point le plus sollicité (*Point method*), soit la contrainte moyennée sur une distance donnée (*Line method*) ou sur un volume donnée (figure 3.25).

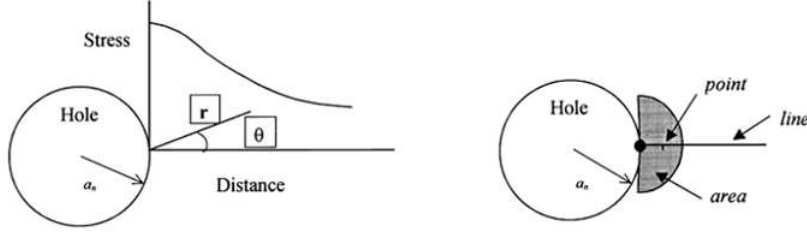


FIGURE 3.25 – Définition des méthodes de distance critique selon Taylor [110]

Parmis les autres critères proposés avec une approche volumique on trouve le critère de Sonsino [107]. Ce dernier est basé sur le concept de volume fortement contraint et déformé, V_{90} . Ce volume est défini autour du point le plus contraint de la pièce étudiée, comme le volume dans lequel la contrainte de Von Mises est supérieure à 90% de la contrainte au point critique. Un autre critère utilisant une approche volumique est le critère énergétique de fatigue multiaxiale de Palin-Luc [91] et ses évolutions [4,102]. Ce critère utilise le concept de volume d'influence autour du point critique. L'auteur [91] a remarqué que les microfissures apparaissent dans les zones chargées avec une amplitude de contrainte supérieure à un seuil σ^* . Cette contrainte seuil est inférieure à la limite de fatigue du matériau σ^D . L'apparition d'une fissure détectable sur une machine d'essai est alors influencée par l'ensemble des points environnant le point critique situé en général en surface et subissant une amplitude de contrainte supérieure à σ^* . Dans ce cas, pour une pièce soumise à un état de contrainte uniaxial, l'amorçage de fissure en fatigue est influencé par un volume de matière, appelé volume d'influence V^* autour du point critique C_i [91] telque :

$$V^* = M(x, y, z) \text{ autour de } C_i \text{ tel que } \sigma(x, y, z) > \sigma^* \quad (3.14)$$

D'autre travaux de la littérature proposent de faire une moyenne volumique de l'état de contrainte ou de déformation autour du défaut. Ce type d'approche non locale est une extension au cas 3D du concept de distance critique proposé par Falvenot. Ceci a été appliquée, au départ, dans le domaine du génie civil [98] puis appliquée par Tovo [112], pour les matériaux métalliques. Tovo propose une moyenne volumique de champ de contrainte sur un volume représentatif du matériau " V ". La moyenne est effectuée sur un volume de rayon " r " telle que :

$$\sigma(r) = \frac{1}{V} \int_V \sigma \, dV \quad (3.15)$$

Notons que la moyenne n'est réalisée que sur la partie de matière située dans le solide.

Les approches basées sur la théorie de la distance critique présente l'avantage de prendre en compte le gradient des contraintes par une méthode simple et rapide d'utilisation. Kaminski [52] a testé les différentes approches non locales basées sur la théorie des

distances critiques. Les différents résultats obtenus avec chaque méthode (Point method, line method et la moyenne volumique) appliquée sur ses travaux de thèse ont montré que la méthode de moyenne volumique suivant une distance critique présente des résultats plus proche de l'expérience que les autres méthodes testées. Kaminski [52] montre ainsi que cette méthode paraît la mieux adaptée pour prendre en compte les gradients de contraintes dans le calcul de la durée de vie en fatigue d'un métal. La méthode de moyenne volumique est une méthode générale qui peut s'appliquer sur les approches classiques de calcul de la résistance en fatigue (Papadopoulos, Dan Vang, Crossland..) [35].

4.8.2 Proposition d'une approche volumique basée sur le critère de Crossland

L'une des façons de résoudre le problème, du choix délicat de la direction dans laquelle le gradient est calculé, est de considérer, non pas la moyenne sur une distance mais la moyenne sur un volume, de la valeur locale de la contrainte équivalente (au sens du critère de fatigue considéré). Nous proposons de considérer la moyenne volumique de la contrainte équivalente du critère de Crossland autour de chaque point M appartenant à la zone affectée par la présence du défaut, Z_{def} , limitée par une sphère de rayon égale au diamètre du défaut (figure 3.26). Au delà de cette sphère le champ de contraintes est peu affecté par la présence du défaut (comme notée section 4.5). Le choix du critère de Crossland permet de comparer les résultats obtenus par la méthode de moyenne volumique aux ceux identifiés par la méthode de moyenne sur une ligne (Line method) selon le critère proposé par Gadouini [38].

L'écriture du critère de Crossland avec une moyenne volumique en chaque point M située à une distance inférieure à la distance critique, d_c , est donné par l'équation 3.16. Le volume V de la moyenne réalisée en tout point M , est défini par les points situés à une distance d_c du point considéré. En fonction de la position du point M par rapport à la peau du défaut, ce volume varie. Si le point M , considéré, est loin du défaut ($[OM] \geq D/2 + d_c$) dans le matériau, le volume V est définie par une sphère de rayon d_c (cas du point M'' figure 3.26). Dans le cas contraire la sphère est tronquée (cas des points M et M' figure 3.26).

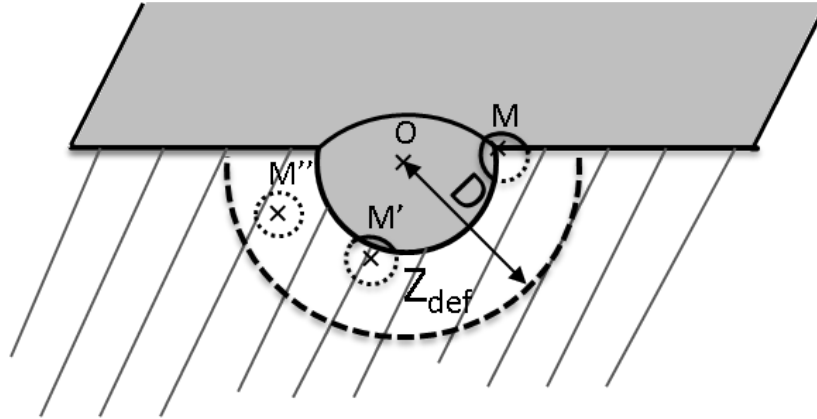


FIGURE 3.26 – moyenne volumique autour d'une distance critique d_c en tout point M appartenant à la zone affectée par la présence du défaut Z_{def}

$$\max_{M \in Z_{def}} [< \tau_{oct,a} > + \alpha < \sigma_{H,max} >] \leq \beta \quad (3.16)$$

$$< \tau_{oct,a} > = \frac{1}{V} \iiint_V \tau_{oct,a} dV \quad (3.17)$$

$$< \sigma_{H,max} > = \frac{1}{V} \iiint_V \sigma_{H,max} dV \quad (3.18)$$

où V est l'intersection entre la sphère de diamètre d_c autour du point considéré et le matériau. Le coefficient de danger est défini par :

$$C_d = \frac{\sigma_{eq}}{\beta} \quad (3.19)$$

Le critère proposé est basée sur les deux paramètres matériau du critère de Crossland (α et β) traduisant la relation entre les parties déviatorique et sphérique du tenseur des contraintes pour des chargements sans gradient. Un troisième paramètre d_c traduit l'influence de la présence d'un gradient de contrainte (créé par un défaut) sur le seuil d'endurance à 10^7 cycles. Ce paramètre définit la distance de la moyenne volumique de la contrainte équivalente de Crossland. Ainsi les deux parties du tenseur des contraintes (déviatrice et hydrostatique) sont écrites avec la prise en compte du gradient de contraintes.

Si l'identification des deux premiers paramètres du critère de Crossland peut se faire pour deux chargements différents du matériau sain (sans défaut), la détermination du paramètre d_c doit se faire avec la simulation d'une éprouvette avec un défaut donné pour la quelle la limite de fatigue expérimentale est connue. Pour l'acier X12CrNiMoV12-3 étudié, un calcul EF avec une taille de défaut hémisphérique de diamètre apparent maximal $\Phi_{app,max,moy} = 52 \mu m$ a permis d'identifier la valeur de d_c . Le calcul EF a été effectué en chargement cyclique de traction $R = -1$ avec une amplitude de contrainte nominale égale à la limite de fatigue médiane expérimentale à 10^7 cycles ($\sigma_{R=-1}^D / \sigma_u = 0.35$, déterminée par la méthode d'escalier court). La détermination de la moyenne volumique de la contrainte équivalente de Crossland a été réalisée avec la fonction "*average around*" du code de calcul ZeBuLoN. Nous essayons ensuite par itérations successives un jeu de valeurs de d_c afin de trouver un coefficient de danger C_d proche de 1 (figure 3.27).

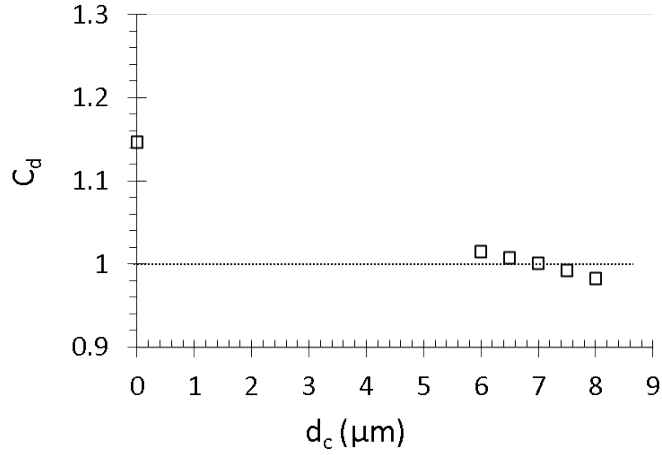


FIGURE 3.27 – Variation du coefficient de danger C_d pour un défaut de diamètre apparent maximal $\Phi_{app,max} = 52 \mu m$ en fonction de la distance critique d_c , pour une amplitude de contrainte nominale de traction ($R = -1$) égale à $\sigma_{R=-1}^D / \sigma_u = 0.35$.

La valeur de la distance de la moyenne volumique d_c ajustée sur les résultats expérimentaux avec une taille de défauts de diamètre apparent égale à $52 \mu m$ ($\sqrt{aire} = 32,6$) est de l'ordre de $7 \mu m$. Cette valeur est du même ordre que la taille de défauts critique identifié sur le diagramme de Kitagawa expérimental (Figure 3.10). Afin de valider cette valeur nous avons procédé au calcul du coefficient de danger pour les deux tailles de défauts restantes ($\Phi_{app,max} = 27 \mu m$ et $\Phi_{app,max} = 103 \mu m$). Le tableau 3.5 présente la variation du coefficient de danger C_d calculé à partir du critère volumique proposé avec une distance critique identifiée d'après la limite de fatigue à 10^7 des défauts de diamètre $\Phi_{app,max} = 52 \mu m$ ($d_c = 7 \mu m$). L'ensemble des résultats obtenus montre une bonne estimation des coefficients de danger pour les différentes tailles de défauts et les limites d'endurance expérimentales médianes à 10^7 cycles. Les valeurs de coefficient de danger calculées sont proches de 1, ce qui valide l'approche volumique proposée avec une distance critique égale à la taille de défaut critique identifié sur le diagramme de Kitagawa expérimental.

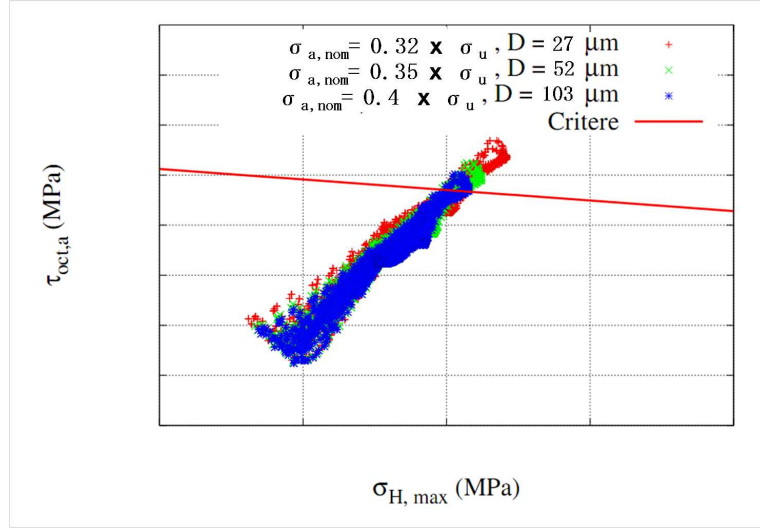
$\Phi_{app,max}$ (expérimental) (μm)	27	52	103
$\sqrt{aire}$ (expérimentale) (μm)	16,9	32,6	64,5
ex $\sigma_{R=-1}^D / \sigma_u$ (expérimentale)	0.4	0.35	0.32
σ_{eq} / σ_u (critère volumique)	0.26	0.27	0.27
$C_d = \sigma_{eq} / \beta$ (critère volumique)	0.977	1.002	1.016

TABLE 3.6 – Résultats du critère volumique pour une distance critique $d_c = 7 \mu m$

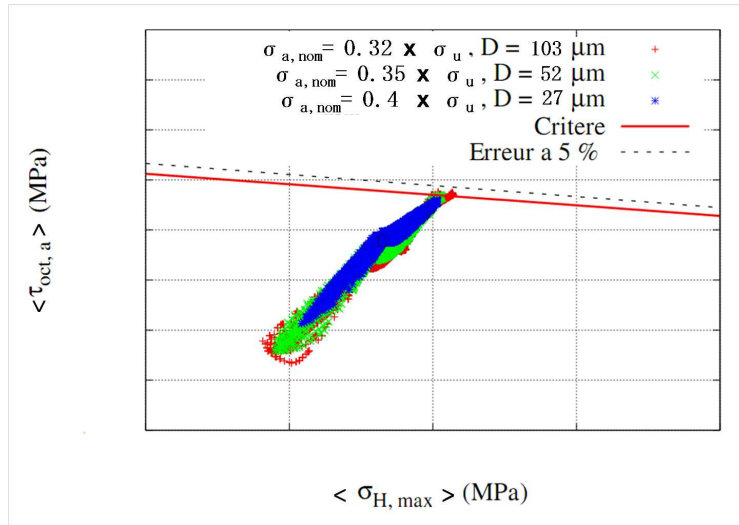
4.8.3 Comparaison entre le critère de Crossland ponctuel et Crossland volumique

La figure 3.28 illustre les diagrammes de Crossland pour les différentes tailles de défauts simulés : (a) avec un calcul classique sans moyenne volumique et (b) avec un calcul des contraintes moyennées à une distance égale à $7 \mu m$. Les nuages de points représentent

les valeurs de l'amplitude de la cisssion octaédrale $\tau_{oct,a}$ et de la contrainte hydrostatique maximale sur un cycle $\sigma_{H,max}$ calculés aux points de Gauss de maillage. Le critère donne une bonne estimation (erreur inférieure à 5 %) par rapport aux résultats expérimentaux sur éprouvettes pré-corrodées.



(a) contraintes non moyennées



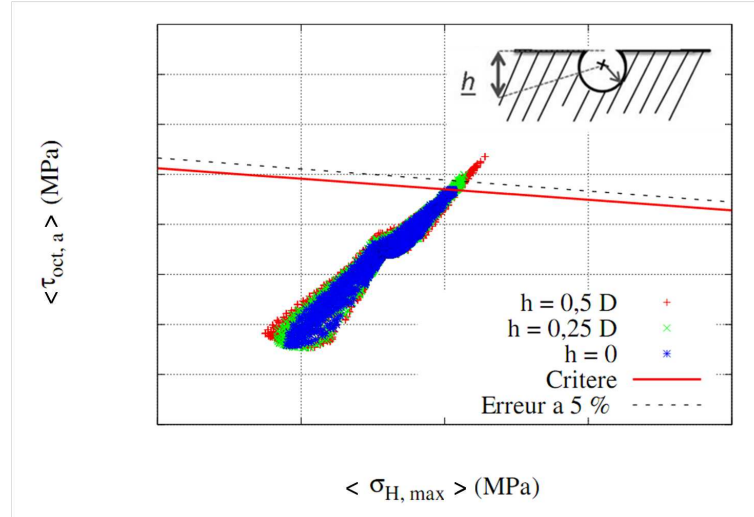
(b) contraintes moyennées à une distance $d_c = 7 \mu m$

FIGURE 3.28 – Diagrammes de Crossland pour des défauts de géométrie hémisphérique ($h = 0$), de diamètre D différents chargés en traction ($R = -1$) à la limite de fatigue médiane expérimentale à 10^7 cycles

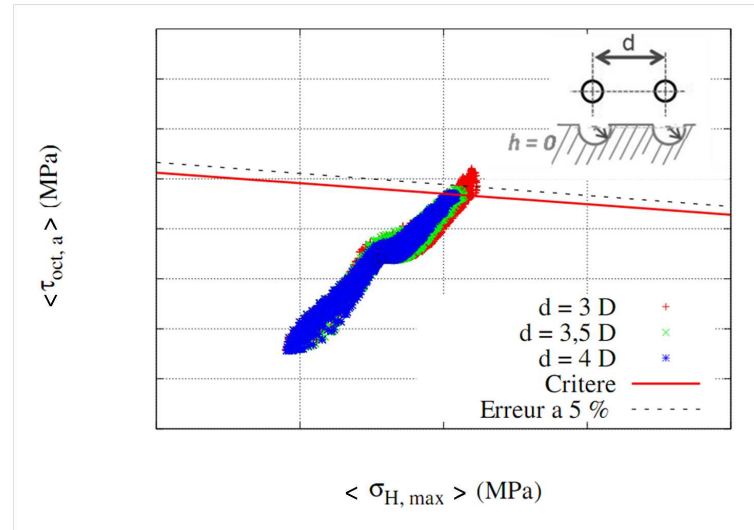
Néanmoins, cette approche a été validée pour un seul type de chargement en fatigue : la traction avec un rapport de charge ($R = -1$). La difficulté dans l'application de ce critère est le passage obligé par un calcul EF pour l'identification de d_c et pour l'application du critère lui même. En revanche, ce critère présente l'avantage d'être applicable dans le cas d'un calcul EF sur une pièce industrielle avec une géométrie réelle de défaut et pour des configurations complexes tel les que l'effet de voisinage et/ou de forme de défaut.

4.9 Application du critère dans les différents cas de calcul sur une géométrie hémisphérique de défaut

La figure 3.29 illustre les différents diagrammes de Crossland pour l'acier X12CrNiMoV12-3 avec une moyenne volumique de la contrainte équivalente de Crossland avec une distance critique d_c de $7\mu m$.



(a) effet du paramètre h (profondeur du centre du défaut)



(b) effet du paramètre d (distance entre les centres des défauts)

FIGURE 3.29 – Diagrammes de Crossland moyennés sur d_c pour différents cas de calcul à une amplitude de contrainte cyclique $\sigma_{nom,a} = 0.35 \times \sigma_u$ en traction ($R = -1$) avec un défaut hémisphérique de diamètre égal à $55\mu m$

Les résultats montrent un effet non négligeable de la forme du défaut (paramètre h) sur la limite de fatigue médiane à 10^7 cycles. Le fait d'avoir une géométrie de défaut qui ressemble à une crevasse ($h > 0$) est plus critique du point de vue amorçage de fissure en fatigue. Le point critique pour l'amorçage d'une fissure selon ce critère se situe en surface au bord du défaut pour des valeurs de h supérieures à zéro. Il correspond à la valeur de K_t la plus élevée (figure 3.17).

L'étude de l'effet de la distance d qui sépare deux défauts de même diamètre placés dans l'axe perpendiculaire à la direction du chargement montre que pour une distance égale à 3 fois le diamètre du défaut, il existe un risque de fissuration plus élevé par rapport à la configuration avec un seul défaut de même taille (figure 3.29). Quand la distance entre les défauts identiques est supérieure à 3 fois le diamètre la criticité diminue.

5 Etude d'une géométrie réelle de défaut

Des analyses en microtomographie X, réalisées par la cellule TOMOMAT de l'ICMCB (Dr Ali Chirazi et DR CNRS D. Bernard), ont permis de déterminer, avec une précision d'acquisition de $1,4 \mu m$ (voxel de $1,4 \mu m$ de coté), la géométrie réelle de quelques défauts de corrosion réalisés sur l'acier X12CrNiMoV12-3 en milieu corrosif de l'étude dans le domaine de la piqûration ($E > 0,3 V/ECS$). Ces géométries ont ensuite été traitées par un logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO) pour obtenir un substrat contenant un défaut de corrosion. Enfin, le maillage du substrat contenant le défaut a été effectué avec le logiciel EF Abaqus. Le calcul par éléments finis quant à lui a été réalisé avec le logiciel ZéBuLoN. La figure 3.30 illustre la démarche suivie pour obtenir un substrat avec un défaut de corrosion réel.

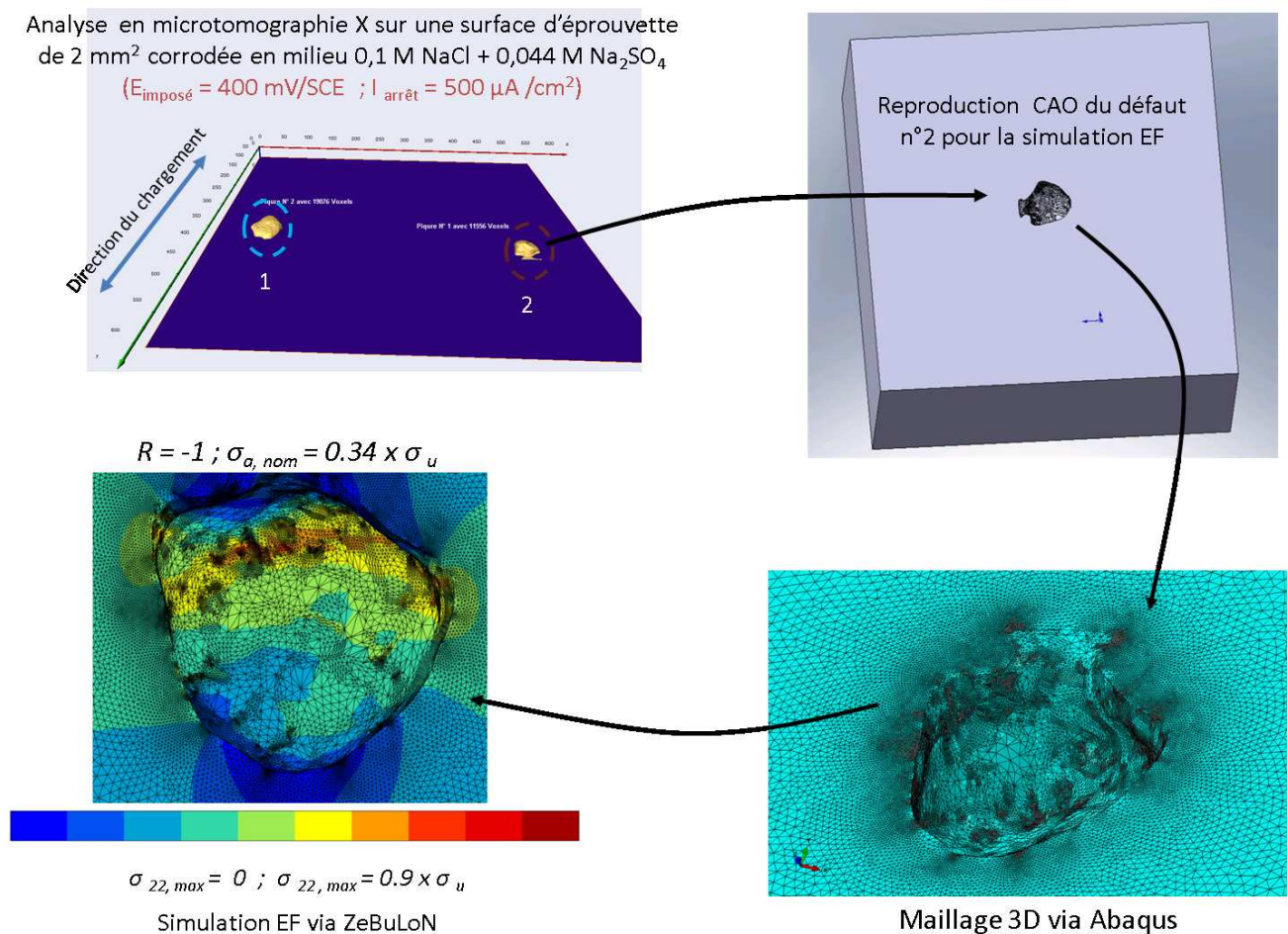


FIGURE 3.30 – Démarche d'obtention d'un substrat avec un défaut de corrosion réel obtenu par analyse en microtomographie X

5.1 Application du critère de Crossland avec moyenne volumique

Comme les analyses en microtomographie X ont été réalisées avec une précision de $1,4 \mu m$ (voxel de $1,4 \mu m$ de côté), la résolution de l'appareillage utilisé nous a conduit à réaliser un défaut de corrosion de taille plus grande que les défauts exploités pendant les essais de fatigue. Le diamètre apparent de défaut analysé est d'environ $300 \mu m$, ce qui permet d'obtenir un substrat contenant une géométrie réelle de défaut avec une précision acceptable. Tous les calculs ont été réalisés avec les mêmes conditions aux limites que les calculs précédents (cf. cas des géométries hémisphériques). Les champs de contraintes et de déformations ainsi que la distribution du coefficient de danger selon le critère proposé précédemment ont été identifiés pour plusieurs valeurs de l'amplitude de contrainte nominale $\sigma_{nom,a}$. La figure 3.31 présente un exemple de calcul élastoplastique en traction ($R = -1$) avec une amplitude de chargement $\sigma_{nom,a} = 0.34 \times \sigma_u$. La cartographie de la contrainte équivalente de Mises au maximum du chargement montre une concentration de contrainte au fond du défaut dans la zone la plus profonde du défaut (voir figure 3.31).

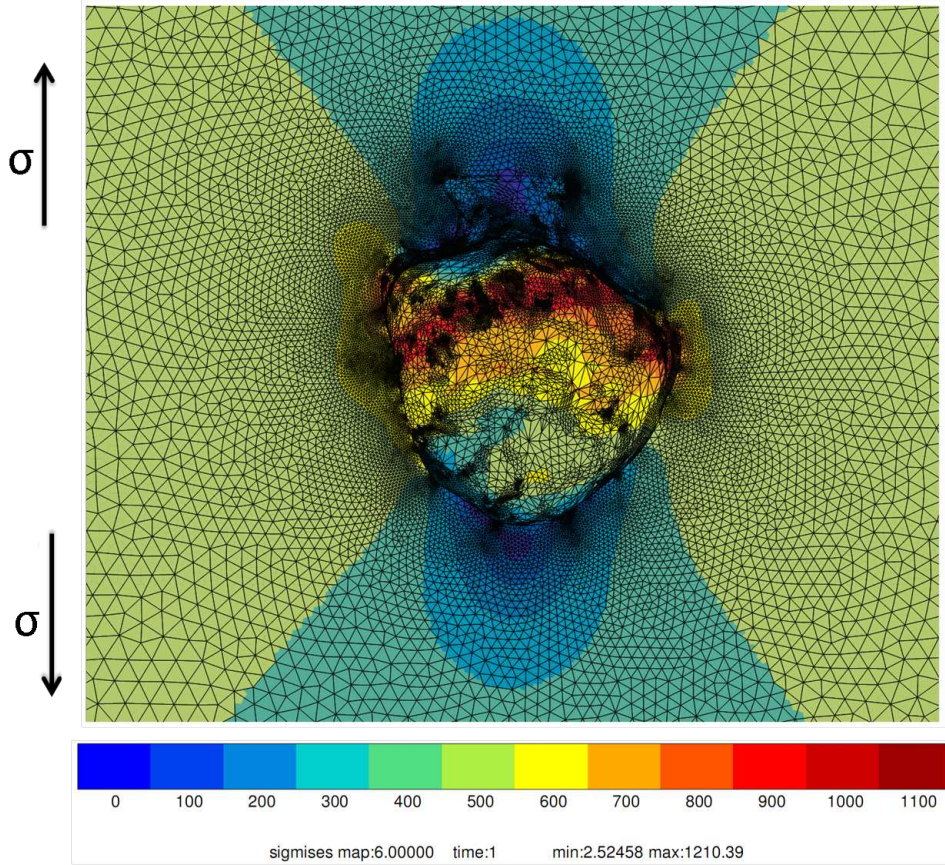


FIGURE 3.31 – Cartographie de la contrainte équivalente de Mises au maximum d'un cycle de fatigue ($R = -1$) sous une amplitude de contrainte nominale $\sigma_{nom,a}/\sigma_u = 0.34$ (calcul élastoplastique)

La limite de fatigue médiane à 10^7 cycles pour ce défaut a été déterminée numériquement par une série de calculs EF avec différentes contraintes nominales imposées. La limite de fatigue correspond à un coefficient de danger égale à 1, calculée par le critère volumique avec une distance critique $d_c = 7 \mu m$ comme identifié précédemment. Les résultats obtenus sont présentés au tableau 3.6. D'après ces résultats la limite de fatigue à 10^7 cycles est d'environ $0.26 \times \sigma_u$.

$\sigma_{nom,a}/\sigma_u$	0.34	0.29	0.27	0.26	0.25	0.24
C_d	1,25	1,06	1,04	1	0,98	0,94

TABLE 3.7 – Résultats du critère volumique pour une distance critique $d_c = 7 \mu m$ appliqué sur une géométrie réelle de défaut ($D = 300 \mu m$)

Cette valeur a été comparée à l'expérience par une série d'essais de fatigue sur cinq éprouvettes de fatigue pré-corrodées avec les mêmes conditions pour obtenir un défaut ayant une taille d'environ $300 \mu m$. La séquence des essais est présentée au tableau 3.8. La limite de fatigue expérimentale à 10^7 cycles a été déterminée par la méthode de l'escalier court, sur la base de cinq éprouvettes. Le coefficient k qui correspond à la séquence des essais réalisé est égal à 0,701 (voir tableau en annexe). À partir de cette valeur la limite de fatigue expérimentale a été déterminée.

$\Phi_{app,max} (\mu m)$	330	320	290	300	310
$\sigma_a/\sigma_u = 0.29$	X		X		X
$\sigma_a/\sigma_u = 0.27$		O		O	
N_r (cycles)	$2,95 \times 10^6$	10^7	$3,13 \times 10^6$	10^7	$3,24 \times 10^6$

TABLE 3.8 – Résultats des essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées avec un diamètre apparent proche de $300 \mu m$; X = éprouvette rompue et O = éprouvette non rompue à 10^7 cycles

$$\sigma_{R=-1}^D = 0.28 \times \sigma_u$$

L'estimation de la limite de fatigue médiane à 10^7 cycles par le critère volumique avec une distance $d_c = 7 \mu m$ donne une valeur inférieure à celle identifiée expérimentalement par la méthode d'escalier court, avec une erreur de 7 %. Compte tenu du pas de l'escalier et du peu d'éprouvettes testée, c'est une erreur acceptable, d'autant plus que la précision est sécuritaire (inférieure à la résistance en fatigue expérimentale)

La figure 3.32 illustre le diagramme de kitagawa de l'acier X12CrNiMoV12-3 pour les différentes taille de défauts de corrosion. La limite de fatigue à 10^7 cycles du matériau avec des défauts de taille $\sqrt{aire} = 188 \mu m$ suit la même loi identifiée avec les tailles de défauts étudiées dans la section 3.3)

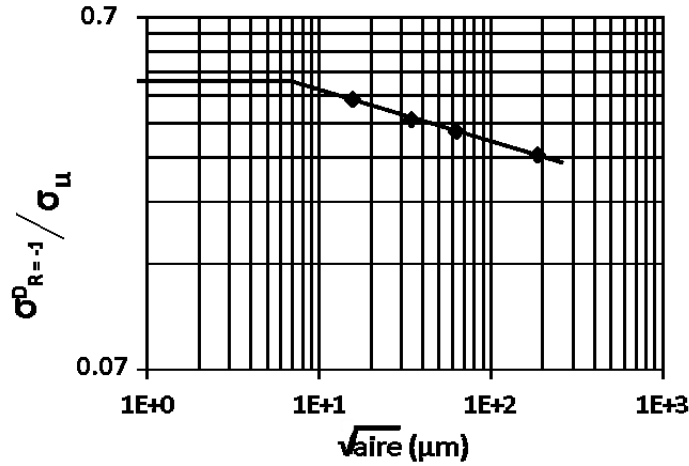


FIGURE 3.32 – Diagramme de Kitagawa expérimental de l'acier X12CrNiMoV12-3 pour une limite de fatigue médiane à 10^7 cycles en traction $R = -1$

5.1.1 Comparaison avec les résultats d'une géométrie hémisphérique équivalente

Cette partie du travail consiste à évaluer l'écart entre la géométrie réelle et une géométrie idéale ajustée au plus près de la géométrie exacte. Ceci permet de voir si un défaut de forme simple (idéalisé) peut être utilisé pour les calculs prévisionnels. Le rayon du défaut hémisphérique équivalent a été ajusté à partir des positions des nœuds appartenant à la peau du défaut ayant la géométrie réelle (figure 3.33).

La demi-sphère la plus proche au sens des moindres carrés du défaut réel a été déterminée à l'aide du logiciel Matlab. Elle s'agit d'une hémisphère de rayon $r = 150 \mu\text{m}$. Les résultats de calculs EF à différentes contraintes nominales imposées figurent dans le tableau 3.8. La limite de fatigue médiane à 10^7 cycles, calculée par le critère volumique en élastoplasticité avec une distance critique $d_c = 7 \mu\text{m}$, à une valeur proche de $0.29 \times \sigma_u$ ce qui correspond à un coefficient de danger très proche de 1. L'erreur relative sur l'estimation de la valeur de la limite de fatigue est moins importante (5 %) par rapport aux calculs réalisés sur la géométrie réelle de défaut (environ 7 %). Cela peut être dû à la valeur de d_c utilisée qui a été ajustée sur une géométrie hémisphérique du défaut idéalisé.

On constate donc que le critère volumique proposé donne une meilleure précision sur une géométrie, régulière (hémisphérique) de défaut approchant le défaut réel. Il est alors légitime de se demander si la complexité géométrique du défaut réel ("anfractuosités" locales) est bien traduit par le maillage éléments finis ou si ce dernier n'amplifie pas certaines concentration de contrainte locales.

$\sigma_{nom,a} / \sigma_u$	0.34	0.3	0.29	0.27	0.25
C_d	1,117	1,002	0,987	0,946	0,89

TABLE 3.9 – Résultats du critère volumique pour une distance critique $d_c = 7 \mu\text{m}$ appliqué sur un défaut hémisphérique équivalent ($D = 300 \mu\text{m}$)

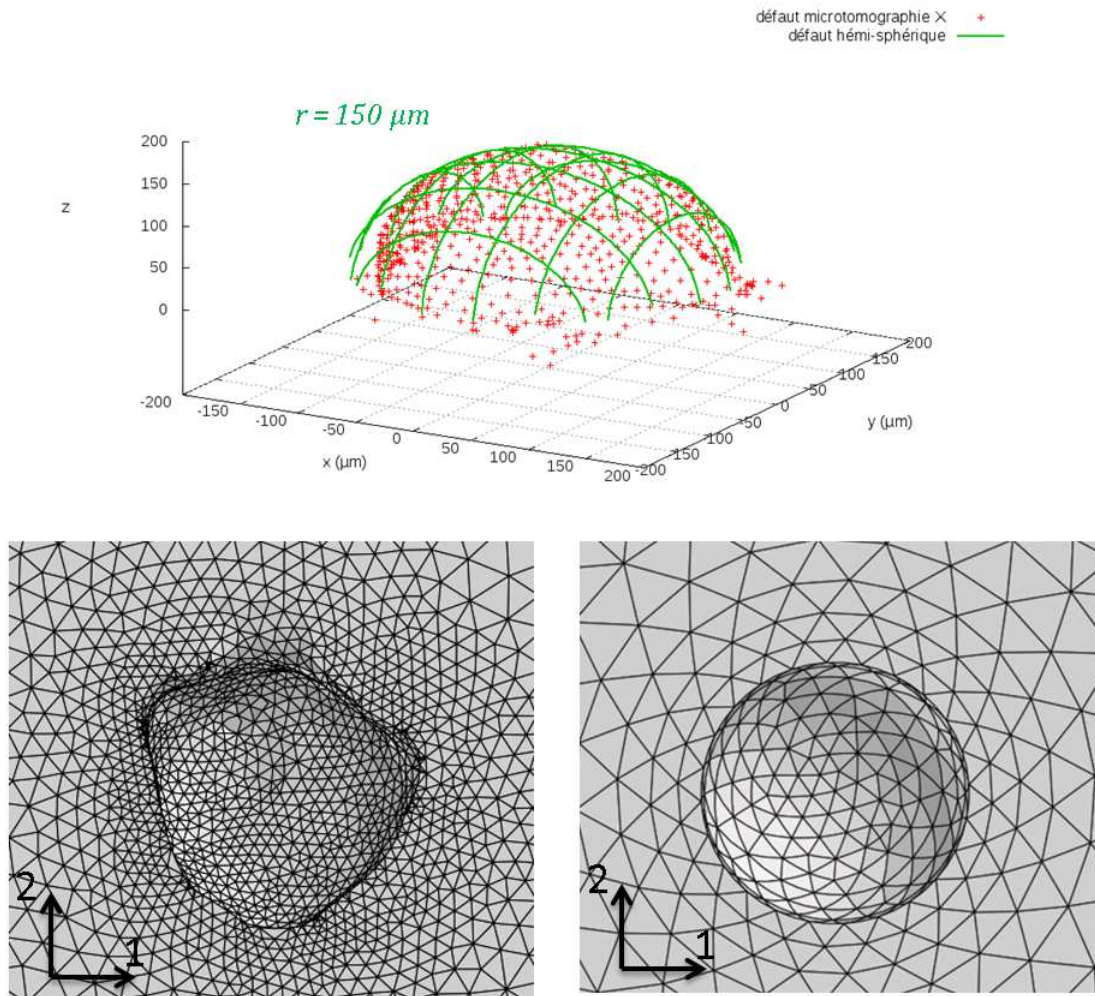


FIGURE 3.33 – Création d'une géométrie hémisphérique voisine géométrie réelle obtenue par microtomographie X

5.1.2 Dépendance au maillage

L'effet du maillage sur le critère volumique doit être pris en considération. La taille des éléments constituant la peau du défaut ont un rôle important sur la valeur du facteur théorique de concentration des contraintes K_t . Ce facteur est défini par le rapport entre la valeur maximale de σ_{22} et la valeur nominale $\sigma_{22,nom}$ toutes les deux calculées en élasticité. La figure 3.34 montre que le fait de changer le maillage induit une valeur de K_t différente. En effet l'augmentation de la taille des éléments permet de régulariser (adoucir) les fluctuations locales de la géométrie, situées au fond du défaut réel. Ces fluctuations entraînent une augmentation locale du champ de contrainte. Donc, il est tout à fait possible que les résultats du critère volumique soient affectés par la stratégie de maillage. Deux configurations de maillage ont été testées avec des tailles de mailles très différentes. Dans les deux cas, les éléments choisis sont des éléments quadratiques. Le tableau 3.9 illustrent les résultats obtenus à partir du critère volumique avec une distance critique d_c toujours égale à $7 \mu m$. Malgré l'effet important noté sur la valeur du facteur théorique de concentration de contraintes, cet effet reste très local et n'influence pas de façon nette les valeurs du coefficient de danger calculées par le critère volumique.

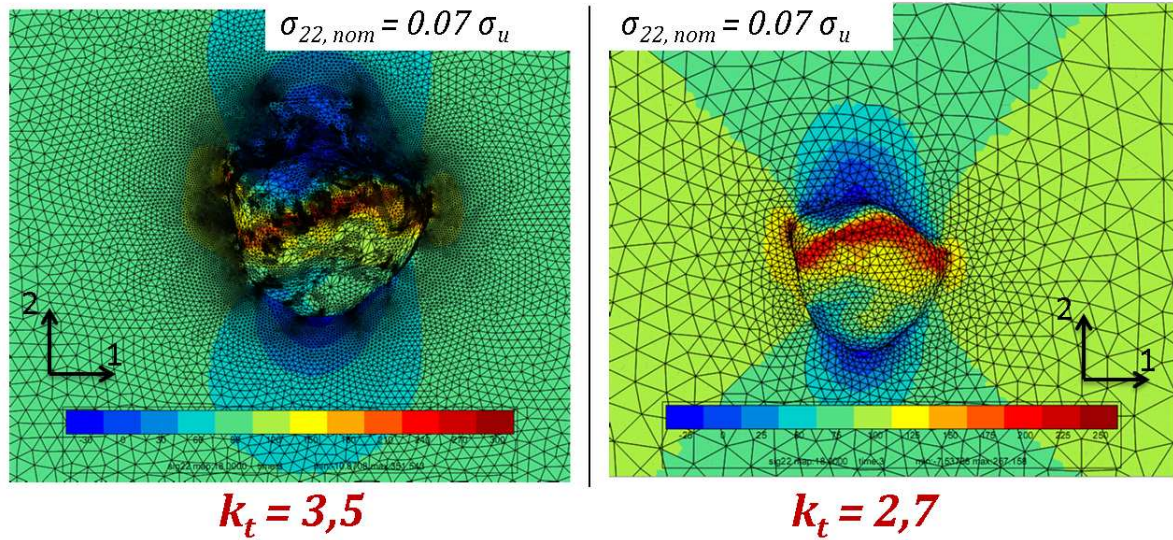


FIGURE 3.34 – Cartographie de la distribution de la contrainte σ_{22} dans la direction du chargement en calcul élastique ($\sigma_{22,nom} = 0.07 \times \sigma_u$), calcul du facteur de concentration de contraintes K_t

$\sigma_{nom,a}/\sigma_u$	0.34	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25
C_d (maillage fin)	1,25	1,09	1,06	1,04	1,02	1
C_d (maillage moyen)	1,244	1,089	1,052	1,032	1,012	0,99

TABLE 3.10 – Comparaison des résultats du critère volumique appliqué sur deux tailles de maillages différents pour une géométrie réelle de défaut ($D = 300 \mu m$)

6 Conclusion et synthèse

Sur le plan mécanique, l'acier X12CrNiMoV12-3 est très sensible aux défauts de corrosion, la taille du défaut critique au sens de Kitagawa est voisine de $7\mu m$. Ce phénomène peut être expliqué par trois hypothèses :

- la fragilisation locale du matériau par des espèces chimiques venant de la solution lors de la pré-corrosion de l'éprouvette ;
- la forme complexe des défauts de corrosion comparée à des défauts de géométrie idéale ;
- la dureté élevée de l'acier inoxydable martensitique de structure très fine (lattes de martensite) comparée d'autres nuances d'aciers inoxydables étudiés dans la littérature (ferritique ou austénitique par exemple).

Ces hypothèses n'ont pas été vérifiées dans le cadre de l'étude actuelle.

L'analyse bibliographique met en évidence diverses approches et critères développés pour prendre en compte l'impact d'un défaut géométrique sur la résistance en fatigue. Ces méthodes sont souvent appliquées dans le cas de géométries idéales ou équivalentes

de défauts (hémisphériques, ellipsoïdes...). Certaines approches consistent à faire un prélèvement de l'état de contrainte sur une direction représentative définie le plus souvent par l'axe partant du fond du défaut en profondeur. Le critère de Gadouini [38] prend en compte l'effet du gradient de contrainte équivalente de Crossland. L'application de ce critère dans le cadre de cette étude donne une estimation acceptable de la limite de fatigue pour chaque taille de défauts étudiés. Néanmoins la limitation de ce critère se trouve dans le choix de la direction d'application du critère dans des configurations complexes de défauts, telles des défauts voisins et la simulation d'une géométrie réelle de défaut. Pour répondre à cette problématique, il apparaît nécessaire de faire un relevé volumique de l'état de contraintes autour du défaut. Deux méthodes peuvent être utilisées : (i) un relevé volumique autour d'une valeur de contraintes seuil ou (ii) autour d'une distance critique. Le choix s'est porté sur la moyenne volumique de la contrainte équivalente du critère de Crossland autour d'une distance critique. Le critère proposé permet d'estimer la limite de fatigue avec une erreur inférieure à 5% en assimilant les défauts de corrosion à des défauts de géométrie hémisphérique. L'avantage que présente ce critère est la possibilité d'étudier des configurations complexes de défauts telles que l'effet de voisinage et des géométries de défauts réelles irrégulières. La distance critique sur la quelle est faite la moyenne volumique appliquée au critère de Crossland correspond à la taille de défaut critique identifié sur le diagramme de Kitagawa.

Ce critère a été validé dans le cas d'un chargement de traction-compression sur un seul type de matériau. Il serait nécessaire de le valider pour d'autre rapport du charge et dans le cas de chargements multiaxiaux mais aussi pour d'autre matériaux.

Chapitre 4

Effet de la corrosion sur la durée de vie en fatigue de l'acier X12CrNiMoV12-3

Ce chapitre présente une étude expérimentale et une modélisation de l'influence de la corrosion sur la durée de vie en fatigue de l'acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3. Le but est d'identifier les mécanismes d'endommagement en fatigue assistés par l'environnement corrosif aqueux.

Une méthodologie expérimentale a été développée afin de mieux comprendre le processus d'amorçage des fissures de fatigue en milieu aqueux corrosif. L'abaissement de la durée de vie en fatigue due à la corrosion a été identifié à travers l'étude de l'effet combiné du chargement cyclique et de la corrosion en solution aqueuse contenant 0,1 M de NaCl et 0,044 M de Na₂SO₄ ($pH = 6,5$). À partir des résultats de suivi électrochimique in situ pendant les essais de fatigue-corrosion, les phénomènes de couplage fatigue/corrosion ont été identifiés. Un modèle analytique de l'amorçage des fissures de fatigue assisté par l'environnement corrosif considéré dans cette étude a enfin été proposé.

1 Méthodes d'études électrochimiques de la dépassivation

L'étude du comportement électrochimique de l'acier dans le milieu corrosif aqueux au cours des essais de fatigue-corrosion a pour objectif de caractériser le système électrochimique formé à l'interface acier/solution. Deux techniques électrochimiques ont été utilisées : le suivi du potentiel libre de corrosion et la spectroscopie d'impédance électrochimique globale (EIS : *Electrochemical impedance spectroscopy*). En premier lieu nous essaierons de déterminer les évolutions des paramètres électrochimiques, sans l'application d'un chargement cyclique en fatigue, puis nous intéresserons au cyclage mécanique en milieu corrosif.

1.1 Effet de la corrosion sur la valeur du potentiel libre

La réaction de corrosion est la combinaison de deux réactions électrochimiques indépendantes, l'une anodique et l'autre cathodique. Le potentiel pris naturellement par l'électrode de travail (généralement constitués par le matériau testé), défini comme le potentiel libre (appelé aussi potentiel à courant nul et potentiel de corrosion), est la somme des potentiels équivalents des deux réactions électrochimiques (anodique et cathodique) [89]. La figure 4.1 illustre l'approche phénoménologique de Wagner et Traud [116] pour la définition du potentiel libre et du courant de corrosion qui correspond au courant de la réaction anodique. Le potentiel libre ne représente pas un état d'équilibre électrochimique. L'égalité en valeur absolue des flux de charges électriques ne reflète pas forcément une égalité des flux de matières des deux réactions anodique et cathodique.

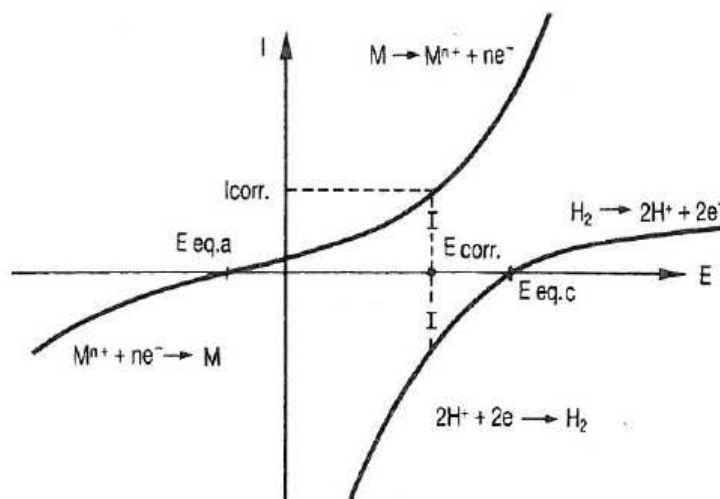


FIGURE 4.1 – Détermination théorique du potentiel libre [89]

La couche passive formée à la surface de l'acier inoxydable X12CrNiMoV12-3 est un point important dans l'étude de la tenue en fatigue-corrosion en milieu aqueux corrosif ($0,1\text{ M NaCl} + 0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$) de ce matériau. L'étendue du domaine de passivation a été identifiée sur la courbe de polarisation (figure 4.2). Le domaine de passivation de cet acier se situe entre $-0,25\text{ V/ECS}$ et $+0,35\text{ V/ECS}$. Si la valeur du potentiel libre se situe entre ces deux valeurs, le matériau est protégé contre la corrosion généralisée par la

présence d'une couche passive en surface. Le potentiel libre de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ dans la solution aqueuse ($0,1\text{ M NaCl} + 0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$) est de l'ordre $+0,1\text{ V/ECS}$. Cette valeur représente un état stationnaire de la couche passive.

Pour une valeur du potentiel proche de $-0,4\text{ V/ECS}$, un pic de courant a été enregistré (figure 4.2). Ce pic correspond d'une part à la dissolution anodique du Fer en milieu ($0,1\text{ M NaCl} + 0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$) et d'autre part au début de formation de la couche passive. Au voisinage de ce potentiel, les deux réactions de dissolution anodique et de formation de la couche passive sont thermodynamiquement possibles. La présence d'un phénomène de dissolution anodique ou de passivation est liée à la cinétique de la réaction correspondante. Cette cinétique dépend fortement du matériau et des conditions du milieu.

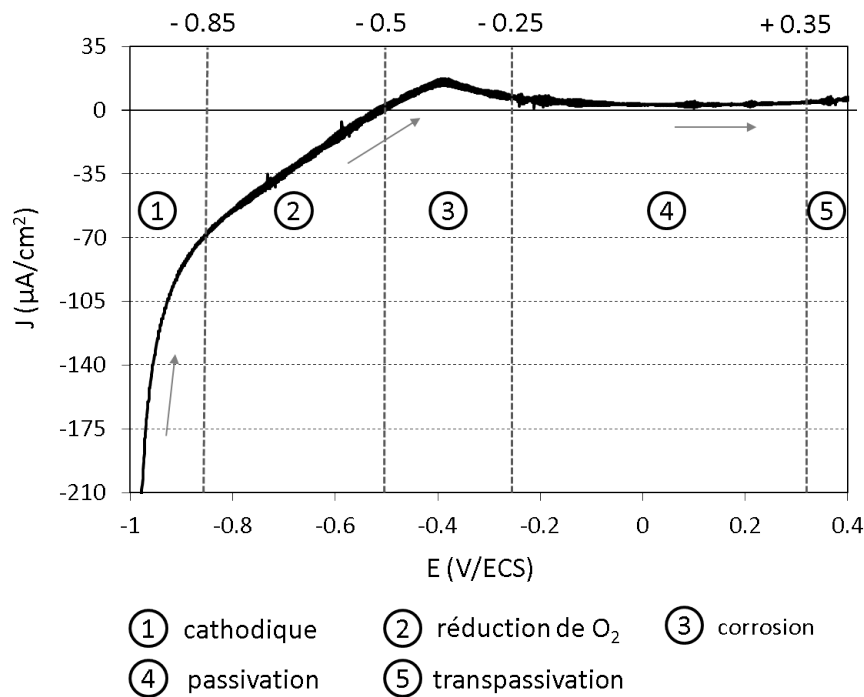


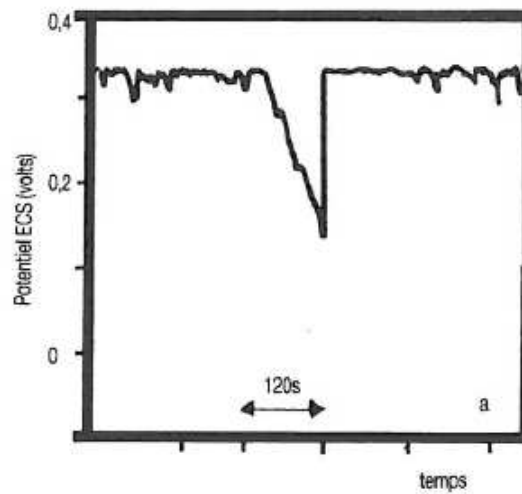
FIGURE 4.2 – Courbe de polarisation de l'acier $X13CrNiMoV12-3$ ($J = f(E)$) et définition des différents domaines

Deux méthodes de suivi électrochimique in-situ sont envisageables pour la détection de la corrosion localisée à la surface d'une éprouvette plongée en milieu corrosif. La méthode la plus connue consiste à suivre l'évolution de la densité du courant sous un potentiel imposé, le plus souvent le potentiel stationnaire de la couche passive (ici $+0,1\text{ V/ECS}$). Dans la configuration d'un système électrochimique au potentiel libre, le courant est nul. L'apparition d'un défaut de corrosion localisé tel qu'une piqûre est détectable par une chute du potentiel libre par rapport à sa valeur initiale située dans le domaine de passivation.

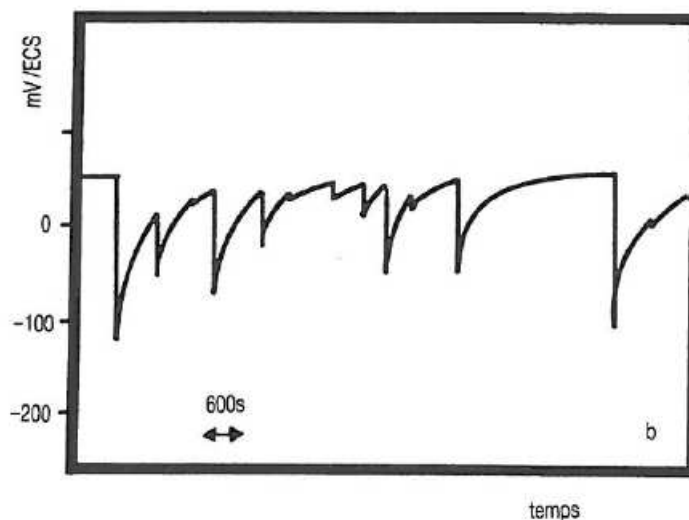
Oltra [88] montre que les amorçages de piqûres de corrosion à la surface d'un acier inoxydable sont caractérisés par les fluctuations du potentiel libre (figure 4.3). La forme des transitoires dépend de la nature de la réaction cathodique de la surface passive :

- en milieu fortement réducteur (solution FeCl_2 en figure 4.3-a) : le potentiel chute lentement pendant la dépassivation (amorçage et propagation de la piqûre) et croît rapidement après la repassivation [88].

- en milieu peu réducteur (solution neutre aérée figure 4.3-b) : le potentiel chute rapidement durant la phase de dépassivation et sa valeur augmente lentement dans la phase de repassivation [88].



(a) solution de $FeCl_2$ (d'après Isaacs [50])



(b) solution NaCl 50 g/l aérée $pH = 3$ (d'après Oltra [88])

FIGURE 4.3 – Mise en évidence de l'effet de la nature du milieu corrosif sur le transitoire de potentiel lié à l'amorçage d'une piqûre sous un potentiel libre [88]

1.2 Effet du chargement de traction sur la valeur du potentiel libre

L'effet d'un chargement de traction monotone quasi-statique sur la valeur du potentiel libre de l'acier $X13CrNiMoV12-3$ a été identifié par un suivi électrochimique in-situ durant un essai de traction monotone en milieu corrosif ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$). Sans chargement mécanique, la valeur du potentiel libre enregistré est proche de $+0,1 V/ECS$ (figure 4.4). Cette valeur de potentiel libre correspond à un état stationnaire de la couche passive. Le lancement du chargement monotone en traction entraîne une diminution progressive de la valeur du potentiel qui reste cependant dans le domaine de passivation de l'acier

pour des niveaux de contrainte inférieurs à la limite d'écoulement du matériau. Lorsque la contrainte appliquée dépasse cette limite, le potentiel libre chute à une valeur proche de $-0,4 \text{ V}/ECS$. Cette valeur correspond à la valeur du potentiel au pic d'activité observé sur la courbe de polarisation en figure 4.2. À cette valeur de potentiel le matériau n'est plus protégé par sa couche passive. Il est fort probable que la déformation plastique de l'éprouvette entraîne la rupture de la couche passive formée à la surface de l'éprouvette. Dans ce cas une dissolution anodique de l'acier mis à nu après la rupture de passivité peut avoir lieu à la surface de l'éprouvette.

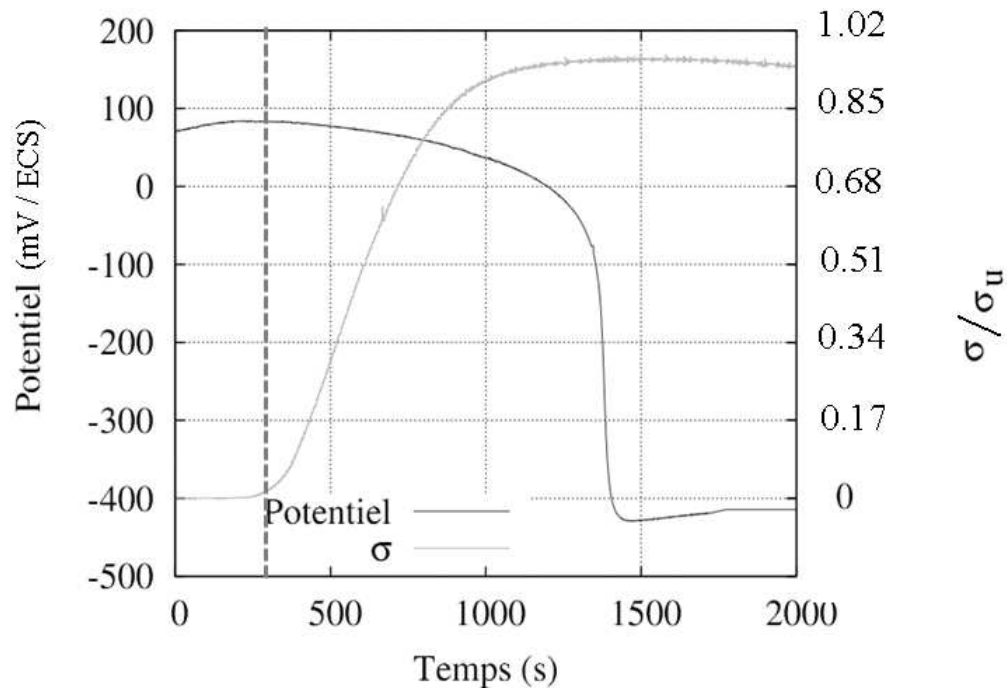


FIGURE 4.4 – Évolution de la valeur du potentiel libre de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ au cours d'un essai de traction monotone quasi-statique à $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ en milieu aqueux corrosif ($0,1 \text{ M NaCl} + 0,044 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$)

Oltra [87] note un phénomène similaire dans le cas d'un essai de corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable à 18 % de Cr en traction monotone quasi-statique à une vitesse du chargement $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ en milieu $MgCl_2$ et $LiCl$ (figure 4.5). Dans les deux milieux corrosifs étudiés, la chute du potentiel libre intervient au début de la déformation plastique du matériau. L'auteur explique ce phénomène par la dépassivation locale du matériau par la déformation plastique et la création de défauts de corrosion. La nature de l'environnement corrosif et la vitesse du chargement jouent un rôle important dans le mécanisme de dépassivation de l'acier qui contrôle le mécanisme d'amorçage des fissures. L'auteur montre que l'endommagement crée à la surface de l'éprouvette de traction dépend fortement du milieu corrosif (figure 4.5).

Le suivi du potentiel libre permet d'identifier une dépassivation de l'acier inoxydable due à l'agressivité du milieu et au chargement mécanique en traction. Le suivi de cette grandeur physique au cours des essais de fatigue en milieu corrosif ($0,1 \text{ M NaCl} + 0,044 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$) pourra nous donner des informations sur d'éventuelles modifications de la couche passive sous l'action du chargement mécanique cyclique (fatigue).

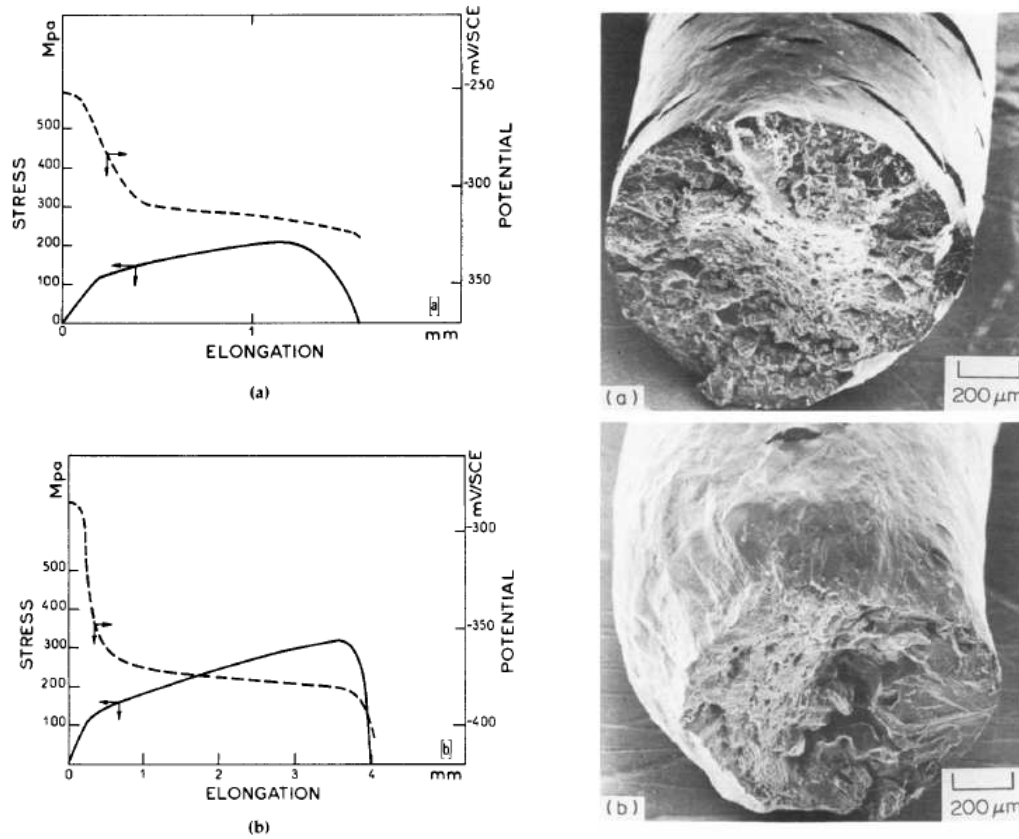


FIGURE 4.5 – Évolution de la valeur du potentiel libre au cours d'un essai de traction monotone quasi-statique à déformation imposée $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$ d'un acier inoxydable à 18 % de Cr : (a) en milieu $MgCl_2$ à 150 °C et (b) en milieu $LiCl$ à 150 °C [87]

1.3 Mesures d'impédance électrochimique

Oltra [87, 88] note que la mesure d'impédance électrochimique permet de séparer les étapes d'amorçage et de propagation de fissure surtout quand l'amorçage est contrôlé par un processus de piqûration avec un contrôle diffusionnel de la cinétique de réaction. Au cours de son étude, les mesures d'impédance électrochimique ont été effectuées en continu durant un essai de traction jusqu'à fissuration d'une éprouvette lisse en acier inoxydable austénitique en milieu $LiCl$ concentré chaud (150 °C). Dans ce milieu la réaction cathodique est contrôlée par la diffusion de l'oxygène. L'amorçage d'une fissure en corrosion sous contrainte se produit généralement sur une piqûre de corrosion. L'auteur distingue un diagramme d'impédance approprié pour chaque stade d'endommagement présentés en figure 4.6 : passivation, piqûration et fissuration. L'auteur propose alors une description schématique des phénomènes mis en jeu selon l'allure des diagrammes d'impédance expérimentaux enregistrés. Au début, le matériau est protégé par le film passif. Le diagramme d'impédance présente une seule constante de temps modélisée par un circuit électrique équivalent d'impédance Z_p contenant une capacité de film en parallèle avec une résistance. La création de la piqûre sans chargement mécanique entraîne une diminution du module d'impédance à haute fréquence (première constante de temps entre 100 et 1 Hz) avec l'apparition d'une deuxième constante du temps à faible fréquence (entre 1 et 0,1 Hz) traduisant le contrôle diffusionnel de la réaction de piqûration. Le modèle électrique équivalent proposé contient une impédance de diffusion Z_d en parallèle avec Z_p . L'apparition de la fissure sous un chargement de traction monotone quasi-statique à $\dot{\epsilon} = 10^{-5} s^{-1}$

entraîne une nouvelle modification du diagramme d'impédance modélisé par un circuit électrique équivalent contenant une impédance de film passif Z_p en parallèle avec une impédance Z_f traduisant la présence d'une fissure au fond de la piqure (création de nouvelles surfaces).

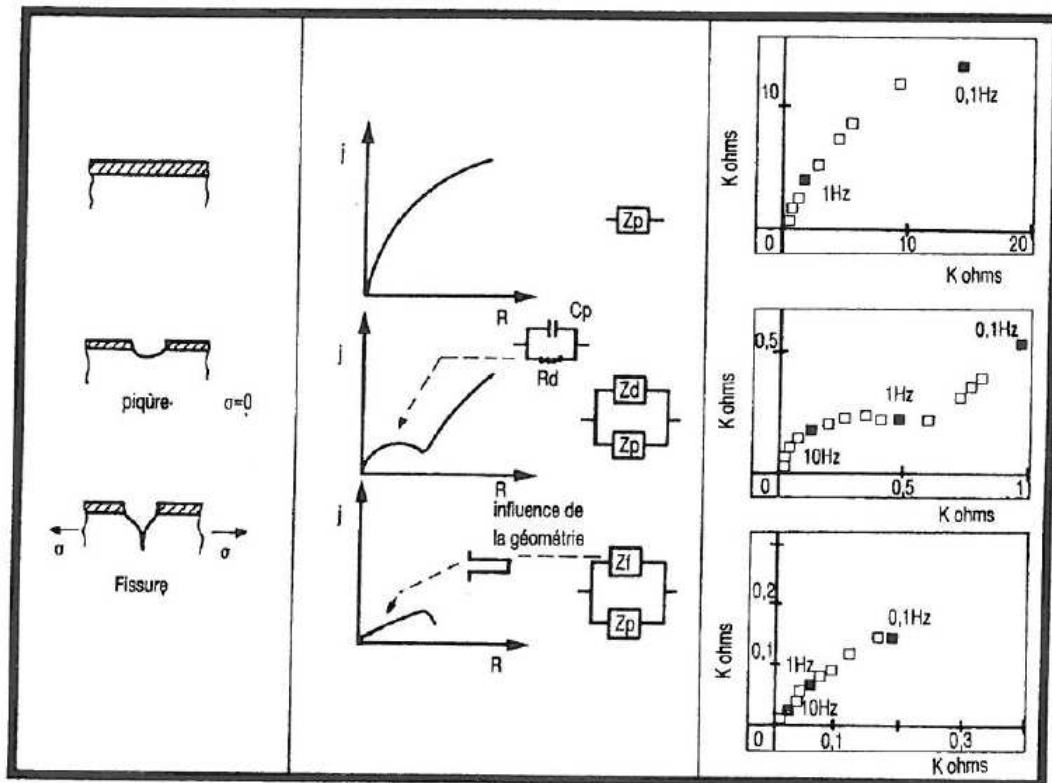


FIGURE 4.6 – différents diagrammes d'impédance électrochimique enregistrés dans le cas d'une fissuration amorcée sur une piqure de corrosion au cour d'un essai de traction monotone quasi-statique à $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ en milieu LiCl bouillant [87, 88]

Des mesures par spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) ont été effectuées sur l'acier $X12CrNiMoV12-3$. La perturbation imposée au système est un sinus en courant d'amplitude $\Delta I(\omega) = \pm 6 \mu\text{A}$. Le mode galvanostatique est alors utilisé. Ce choix a été défini suite à une campagne de tests à différentes amplitudes de courant en utilisant les deux modes : galvanostatique (courant imposé) et potentiostatique (potentiel imposé) ; pour obtenir une réponse optimale (minimisation du bruit de mesure). Le balayage en fréquence pour les mesures d'impédance électrochimique a été réalisé entre 20 kHz et 200 mHz. La figure 4.7 illustre, en représentation de Nyquist, quelques spectres d'impédance de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ en milieu $0,1 \text{ M NaCl} + 0,044 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$. L'allure de ces courbes est caractéristique d'une réaction faradique sans contrôle diffusionnel à l'interface éprouvette/électrolyte. Cette réaction varie en fonction du potentiel imposé :

- réduction de l'oxygène dissous sous potentiel cathodique ($E = -0,7 \text{ V/ECS}$)
- dissolution anodique/formation du film passif dans le domaine d'activité ($E = -0,4 \text{ V/ECS}$)
- échange ionique à travers la couche passive dans le domaine de passivation ($E = 0 \text{ V/ECS}$)

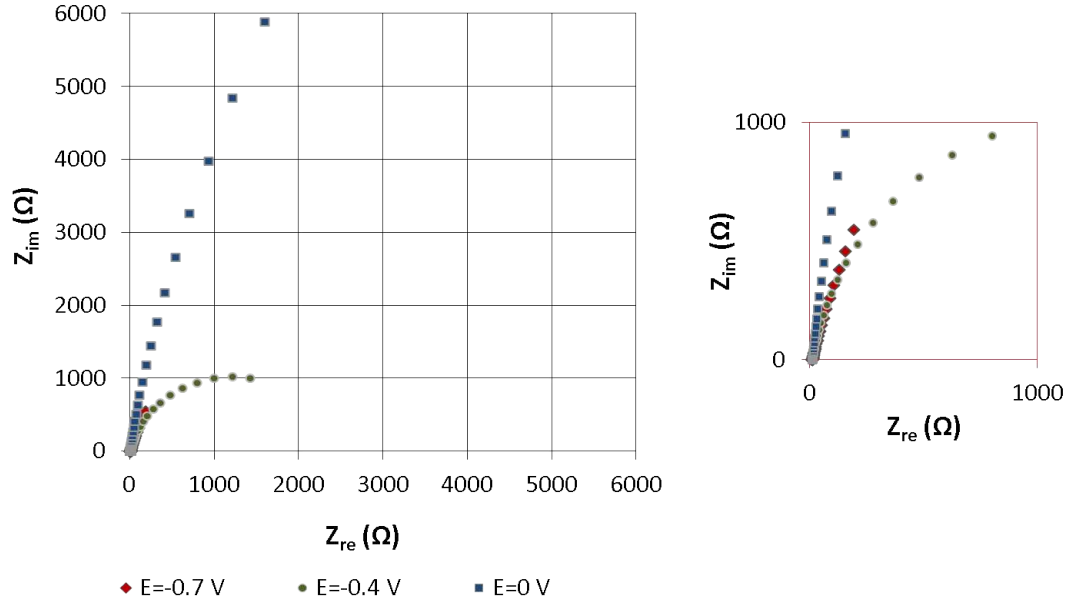


FIGURE 4.7 – Spectroscopie d'impédance électrochimique de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ en milieux $0,1\text{ M NaCl} + 0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$

Dans le cas d'un processus faradique sans contrôle diffusionnel, les courbes d'impédance électrochimique peuvent être modélisées par un modèle électrique équivalent à une seule constante du temps (figure 4.8). Ce modèle contient une résistance d'électrolyte ou de la solution R_s , une résistance de transfert de charges R_{tc} et une capacité non idéale (CPE : "constant phase élément") caractéristique de l'interface métal/électrolyte. Cette dernière est définie par deux valeurs Q et α . À partir de ces deux valeurs une capacité C peut être calculée par l'équation de Brug [41]. Mohammadi [76] montre que le modèle de Brug (équation 4.1) donne de bonnes estimations de la valeur de la capacité de film par rapport au modèle de Hus et Hansfeld [49] (équation 4.2). L'auteur montre qu'avec le modèle de Brug le calcul de l'épaisseur de la couche passive d'un acier inoxydable 304 donne des valeurs très proches des mesures expérimentales effectuées sur le film passif par ellipsométrie [76].

$$C = R_s^{(1-\alpha)/\alpha} \times Q^{1/\alpha} \quad (4.1)$$

$$C = R_{tc}^{(1-\alpha)/\alpha} \times Q^{1/\alpha} \quad (4.2)$$

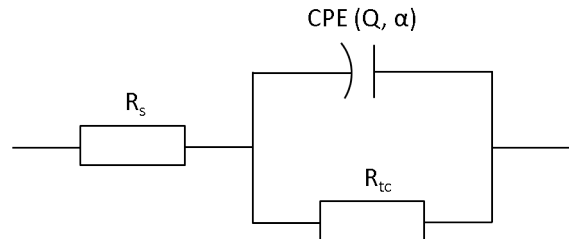


FIGURE 4.8 – Modèle électrique équivalent à une seule constante du temps : utilisable dans le cas d'une réaction faradique

Les paramètres du modèle électrique équivalent ont été déterminés par le module d'identification du logiciel "Zsimpwin" [121]. La figure 4.9 compare point par point les courbes de Nyquist expérimentales aux courbes simulées. L'écart entre la courbe expérimentale et simulée est faible, ce qui valide le choix du modèle électrique équivalent en figure 4.8.

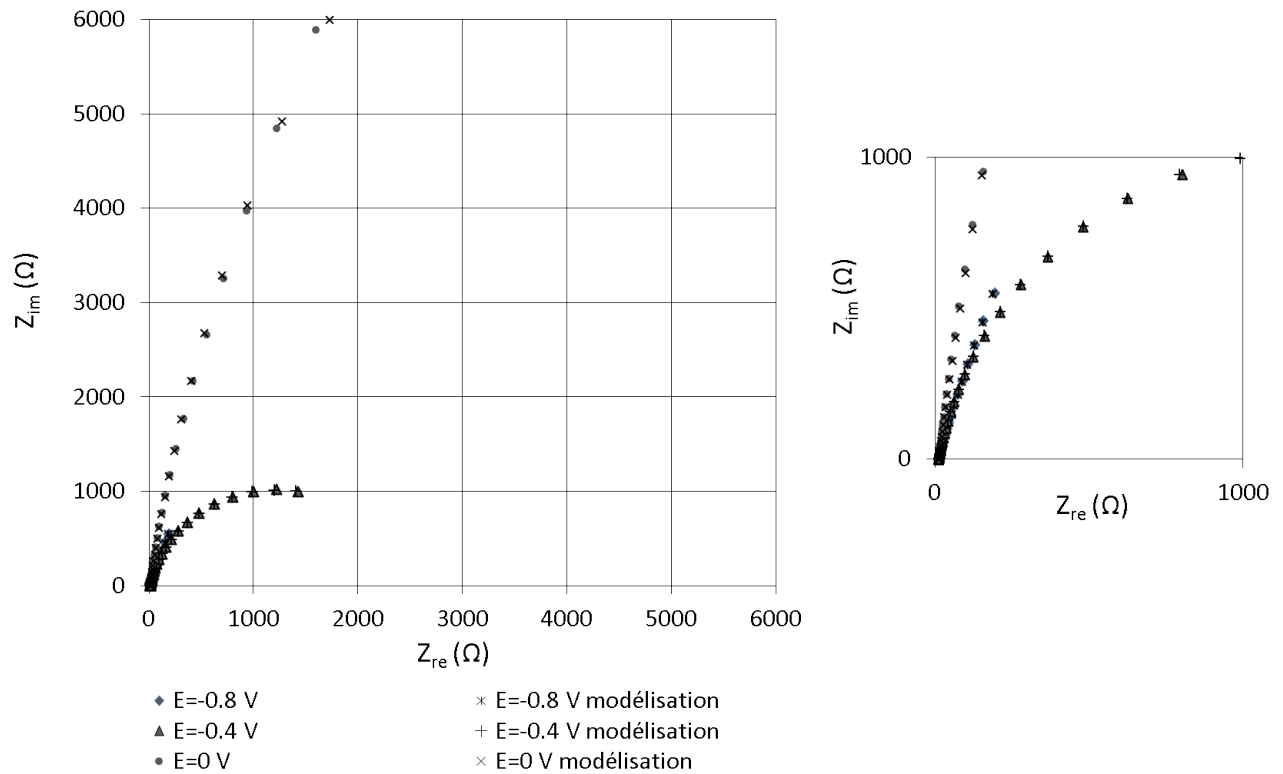


FIGURE 4.9 – Comparaison du modèle électrique équivalent avec les courbes expérimentales de mesures d'impédance électrochimique

Les résultats d'essais présentés figure 4.10 illustrent la valeur de la capacité déterminée par le modèle de Brug [41] en fonction du potentiel imposé, donc en fonction de la réaction électrochimique mise en jeu. Avant chaque mesure d'impédance électrochimique, l'échantillon est poli mécaniquement puis passivé à l'air pendant 4 heures. Ensuite, il est polarisé au potentiel souhaité pendant 3 mn (jusqu'à stabilisation du courant). Les mesures d'impédance effectuées après chaque polarisation correspondent à la réaction électrochimique associée au potentiel imposé (réduction de l'oxygène dissous, corrosion, passivation...).

Dans le domaine cathodique ($E < -0,5$ V/ECS), l'acier X12CrNiMoV12-3 n'est plus protégé par la couche passive. La surface de l'échantillon est alors le siège d'une réaction d'hydrolyse de l'eau ($-0,85$ mV/ECS $< E < -0,5$ V/ECS) ou de réduction de l'oxygène dissous. La valeur maximale de la capacité C correspond à un potentiel $E = -0,7$ V/ECS.

Dans le domaine d'activité de l'acier ($-0,5$ mV/ECS $< E < -0,25$ V/ECS), la valeur de la capacité C chute en fonction du potentiel de polarisation. Cette chute "linéaire" est due à la compétition entre la dissolution de l'acier dans les zones dépassivées

de la surface et la formation du film passif.

Dans le domaine de la passivation les valeurs de capacité restent relativement constantes. La couche passive recouvre complètement la surface de l'échantillon. Pour des valeurs de potentiel imposé comprises entre $-0,25 \text{ V/ECS}$ et $+0,35 \text{ V/ECS}$, les valeurs de capacité correspondent à la capacité du film passif.

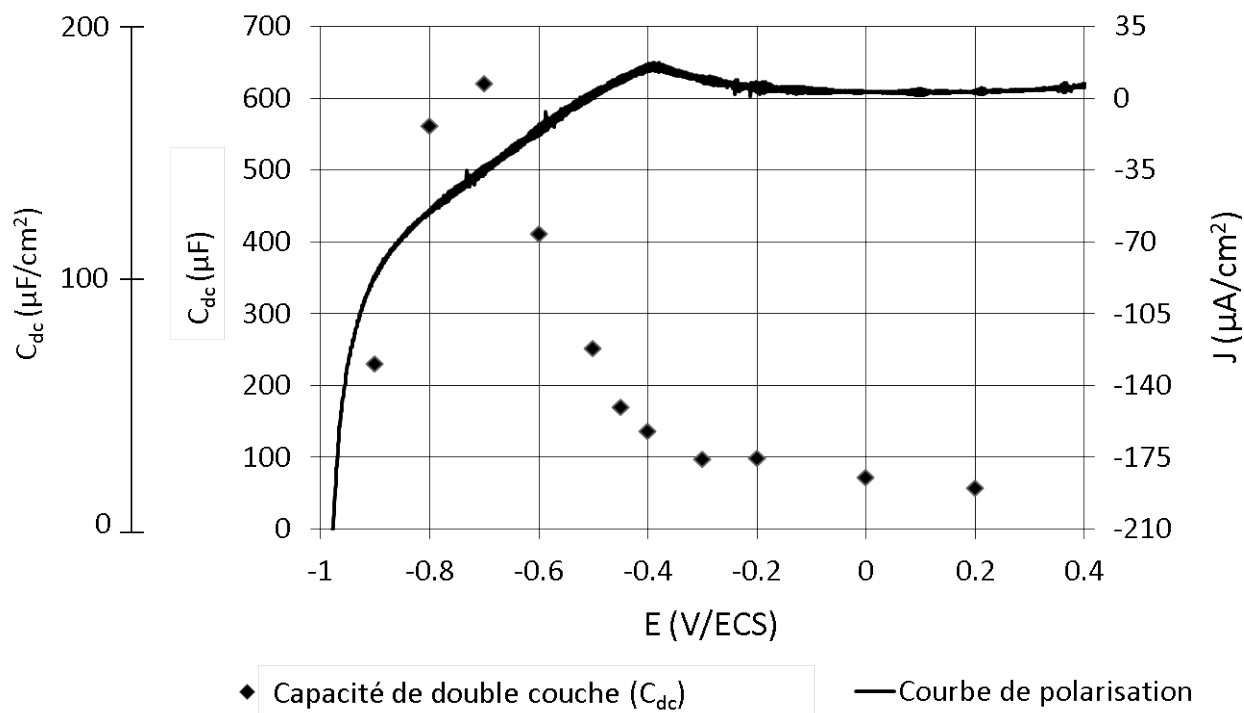


FIGURE 4.10 – Évolution de la capacité du modèle électrique équivalent mesurée en fonction du potentiel imposé, pour une surface d'échantillon de $3,5 \text{ cm}^2$

La diminution de la valeur de la capacité entre le domaine d'activité et le domaine de passivité caractérise un phénomène de passivation de l'acier inoxydable X12CrNiMoV12-3. Dawson [25] trouve des résultats similaires dans le cas d'un acier inoxydable 304 soumis à la corrosion par crevasse en milieu 6 % FeCl_3 avec 3 % NaCl . Au début, le métal est plongé dans une solution à 3 % NaCl . La valeur de la capacité enregistrée est inférieure à $10 \mu\text{F}/\text{cm}^2$ ce qui correspond à une capacité du film passif [25, 90]. Ensuite, l'ajout de 6 % FeCl_3 déclenche la dépassivation locale du matériau et la création d'une crevasse. La capacité mesurée augmente à une valeur proche de $32 \mu\text{F}/\text{cm}^2$ (figure 4.11). Cette valeur de capacité correspond à une capacité de double couche dont les valeurs sont de l'ordre de $50 \mu\text{F}/\text{cm}^2$ [88].

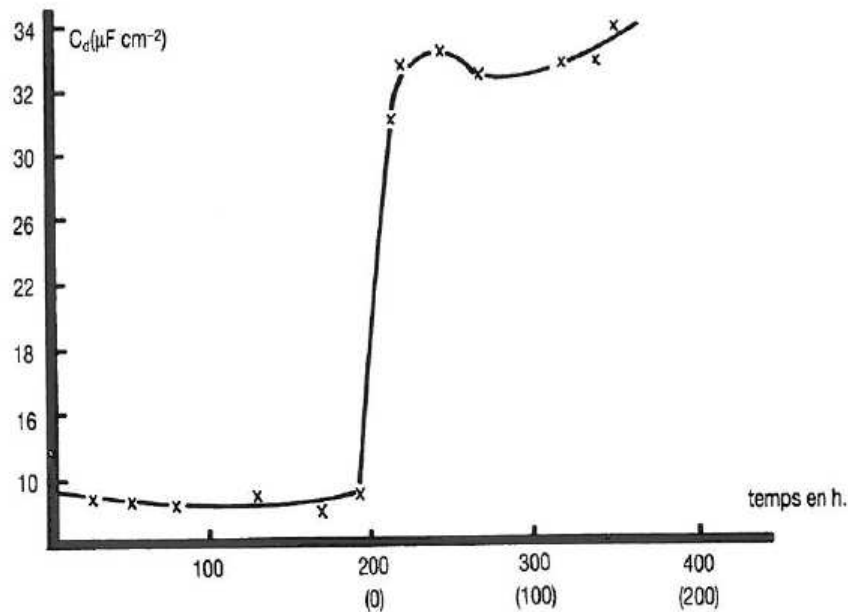
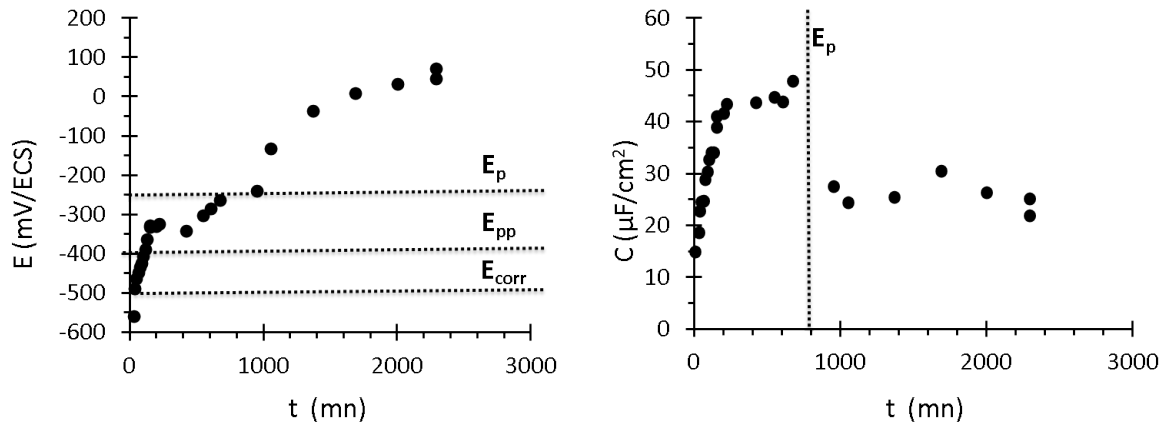


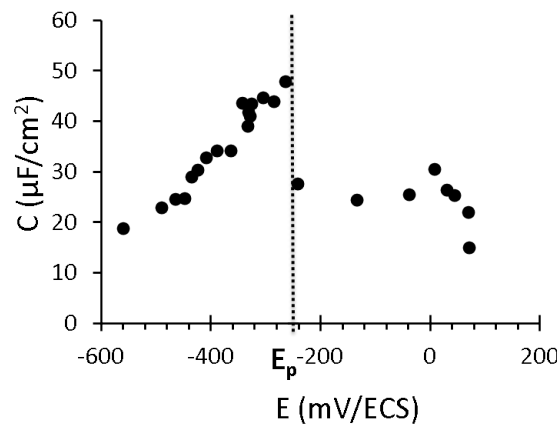
FIGURE 4.11 – Étude de la corrosion d'un acier inoxydable 304 : Évolution de la capacité avant et après l'introduction d'une solution 6 % $FeCl_3$ dans une solution 3 % $NaCl$ d'après [25] (cité dans [88])

La figure 4.12 présente l'évolution au cours du temps du potentiel libre (E) et de la capacité déterminée par le modèle de Brug [41] (C) après une dépassivation électrochimique de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ dans le domaine cathodique (5 mn à $E = -1 V/ECS$). Après la dépassivation, le potentiel libre évolue lentement vers le potentiel de l'état stationnaire de la couche passive, $E = 0,1 V/ECS$. Le retour à un état stationnaire de passivation à partir d'un état complètement dépassivé prend environ 42 heures. Pour des valeurs de potentiel inférieures au potentiel de passivation (E_p), la capacité mesurée augmente de façon linéaire et atteint une valeur maximale à une valeur proche du potentiel de passivation de l'acier $E = -0,25 V/ECS$. À partir de cette valeur, la capacité chute brusquement et se stabilise autour de la valeur initiale enregistrée avant la dépassivation électrochimique de l'acier. La valeur de la capacité, mesurée à la surface de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ en milieu (0,1 M $NaCl$ + 0,044 M Na_2SO_4) est très sensible au phénomène de dépassivation (ou de passivation). Ce caractère permettra d'identifier l'éventuelle présence d'un phénomène de dépassivation à la surface de l'éprouvette au cours des essais de fatigue-corrosion.

La rupture de passivité peut intervenir par voie électrochimique liée à l'agressivité de l'électrolyte ou l'application d'un potentiel de piqûration. Dans le cas de l'étude actuelle le milieu corrosif seul ne provoque pas la dépassivation de l'acier $X12CrNiMoV12-3$. Un autre phénomène peut être à l'origine d'une dépassivation du matériau et la déformation plastique en traction. Les essais de suivi de potentiel libre ont montré l'existence de ce phénomène cohérent avec les résultats de Oltra [88]. Les deux techniques de suivi électrochimique étudiés dans cette section du rapport seront appliquées in-situ au cours des essais de fatigue-corrosion de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ (en milieu aqueux corrosif 0,1 M $NaCl$ + 0,044 M Na_2SO_4).



(a) évolution de E et de C en fonction du temps t



(b) évolution de C en fonction du potentiel enregistré E

FIGURE 4.12 – Courbes d'évolution du potentiel libre (E) et de la capacité associées (C) après une dépassivation de l'échantillon à -1 V/ECS pendant 5 mn

2 Essais de fatigue en milieu aqueux corrosif

Les essais de fatigue en milieu liquide corrosif permettent d'étudier l'effet de l'environnement corrosif sur la durée de vie en fatigue. En effet, l'action combinée du chargement en fatigue et de la corrosion due au milieu corrosif change complètement le mécanisme d'amorçage des fissures de fatigue comparé à celui des essais de fatigue à l'air [29]. L'objectif de cette partie est d'identifier les mécanismes d'endommagement en fatigue-corrosion et de proposer un scénario d'amorçage des fissures de fatigue assisté par l'environnement corrosif.

2.1 Conditions des essais de fatigue-corrosion

2.1.1 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue-corrosion en milieu liquide possèdent une partie utile cylindrique de révolution. Leur géométrie est identique à celles utilisées pour les essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées (figure 4.13). Dans un premier temps un verni d'anti-corrosion a été appliqué à la surface de l'éprouvette sauf dans la partie utile pour limiter les mécanismes d'amorçage à cette zone. Une localisation de

la corrosion au bord du vernis a été observée lors des premiers tests de mise au point. L'origine de ce phénomène est lié au détachement du vernis de la surface de l'éprouvette sous l'effet du chargement mécanique cyclique. Le confinement du milieu entre la surface de l'éprouvette et le vernis favorise la corrosion caverneuse. Afin d'éviter ce phénomène, les éprouvettes ont été testées sans l'application du vernis d'anti-corrosion.

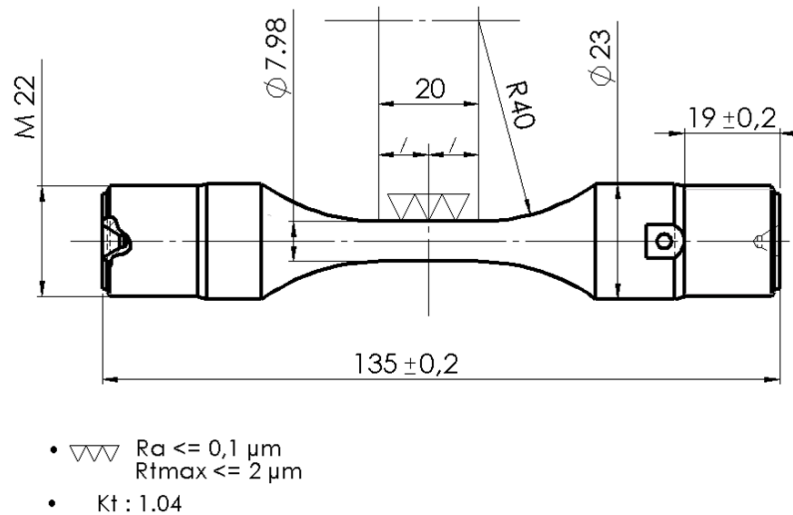


FIGURE 4.13 – Géométrie des éprouvettes des essais de fatigue-corrosion

2.1.2 Milieu corrosif

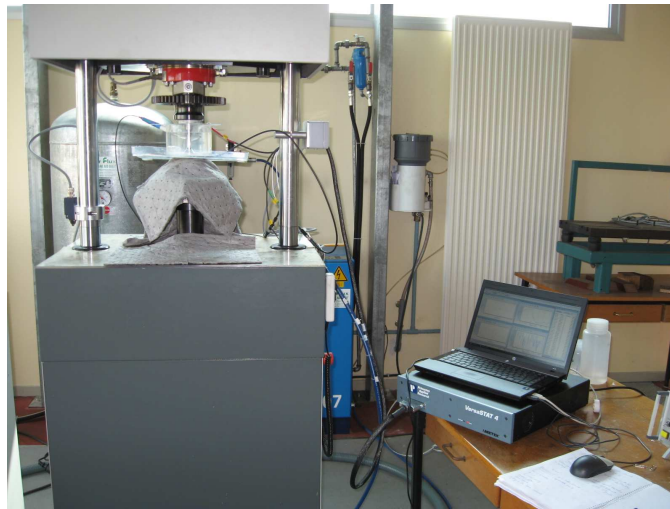
L'étude bibliographique concernant la fatigue-corrosion présentée précédemment a souligné l'influence de la nature du milieu corrosif sur les mécanismes d'endommagement en fatigue-corrosion. Les essais de fatigue-corrosion ont été réalisés dans le même milieu aqueux corrosif que celui utilisé pour piqûrer les éprouvettes de fatigue pré-corrodées ($0,1 M NaCl$ et $0,044 M Na_2SO_4$, $pH = 6,5$). Les caractéristiques que présentent les essais de fatigue-corrosion en milieu aqueux sont :

- la possibilité de suivre l'activité électrochimique de la surface de l'éprouvette et de l'associer à des mécanismes physiques de corrosion ;
- la possibilité d'identifier les mécanismes de couplage mécanique/électrochimie au cours des essais de fatigue-corrosion.

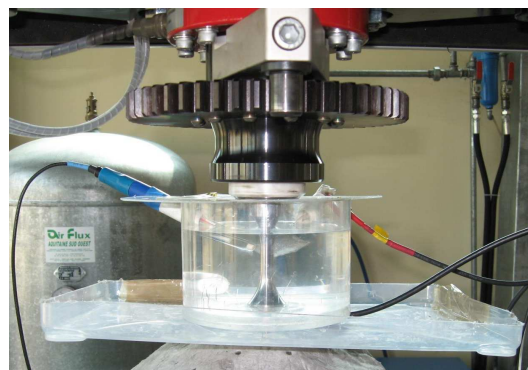
Nous rappelons que la solution aqueuse ($0,1 M NaCl + 0,044 M Na_2SO_4$) est relativement peu "agressive" en contact avec l'acier $X12CrNiMoV12-3$ dans le sens où la couche passive formée à la surface de l'acier résiste à l'agressivité du milieu sans application de contrainte. Cependant, une fois le matériau dépassivé (électrochimiquement ou mécaniquement) elle intervient dans les phénomènes de corrosion.

2.1.3 Montage de suivi électrochimique in-situ

Pour tenter d'identifier les mécanismes électrochimiques mis en jeu sous chargement de fatigue en milieu aqueux corrosif ($0,1 M NaCl$ et $0,044 M Na_2SO_4$), un suivi électrochimique in-situ a été mis en place durant l'essai de fatigue-corrosion. Ce suivi global des paramètres électrochimiques (potentiel et impédances électrochimiques) est assuré par une cellule électrochimique à trois électrodes montées sur le banc d'essai figure 4.14.



(a) Montage des essais de fatigue-corrosion en milieu liquide ($0,1\text{ M NaCl}$ et $0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$)



(b) Cellule électrochimique utilisée pour les essais de fatigue en milieu aqueux

FIGURE 4.14 – Protocole expérimental des essais de fatigue-corrosion en milieu liquide

La cellule électrochimique des essais de fatigue-corrosion a été conçue pour s'adapter sur les deux machines de fatigue en traction du laboratoire : Vibrophore (essais à 120 Hz) et Instron 8500 (essais à 10 Hz). Le volume de la cellule permet de contenir 1 l de solution. La cellule de corrosion se fixe sur l'éprouvette de fatigue-corrosion, au niveau du diamètre 23 mm . L'étanchéité entre la cellule et l'éprouvette est assurée par un joint torique (figure 4.14). Un montage électrochimique à trois électrodes permet de suivre les variations de comportement électrochimique in-situ durant les essais de fatigue-corrosion. La cellule électrochimique contient : une électrode de référence au calomel saturée maintenue à une distance fixe de l'éprouvette de 5 mm , une contre électrode constituée d'une grille de platine, l'éprouvette de fatigue jouant le rôle de l'électrode de travail. Pour éviter de perturber les mesures électrochimiques, l'éprouvette a été isolée électriquement du reste de la machine d'essais.

2.1.4 Effet de l'agitation du milieu

Compte tenu de l'agitation du milieu, due essentiellement à la déformation de l'éprouvette, à 120 Hz , au cours des essais de fatigue-corrosion, nous nous sommes interrogés sur l'influence de cette agitation sur les mesures électrochimiques in-situ. Pour évaluer la sensibilité des mesures à l'agitation du milieu par les vibration, des mesures électro-

chimiques ont été réalisées en faisant vibrer (sans effort mécanique autre que les efforts d'inertie, faibles ici) une éprouvette dans le milieu corrosif de l'étude à la même fréquence et amplitude maximale de déplacement ($40\ \mu m$) que celles atteintes au cours des essais de fatigue-corrosion (figure 4.15). Le système de mesures électrochimiques a été monté sur un pot vibrant et le suivi de potentiel a été réalisé en cours de vibration.

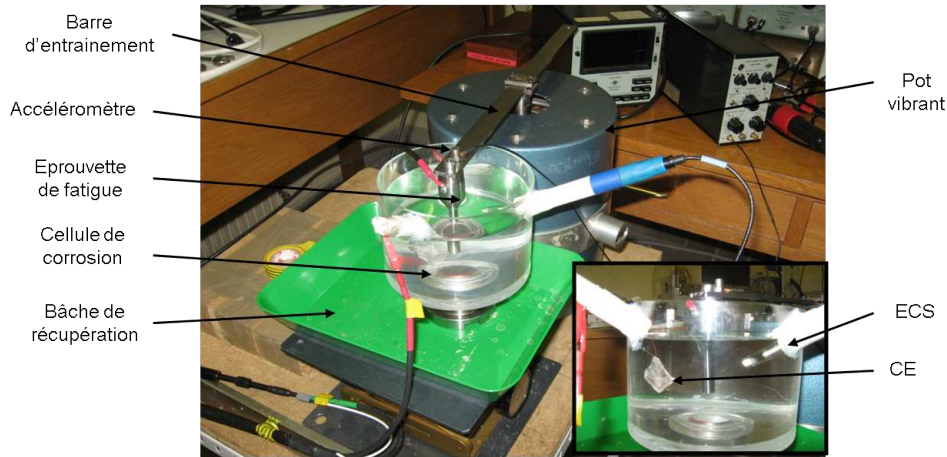


FIGURE 4.15 – Montage d'essai sur pot vibrant : essai de "secouage" d'un morceau d'éprouvette en acier $X12CrNiMoV12-3$ en milieu aqueux ($0,1\ M\ NaCl$ et $0,044\ M\ Na_2SO_4$)

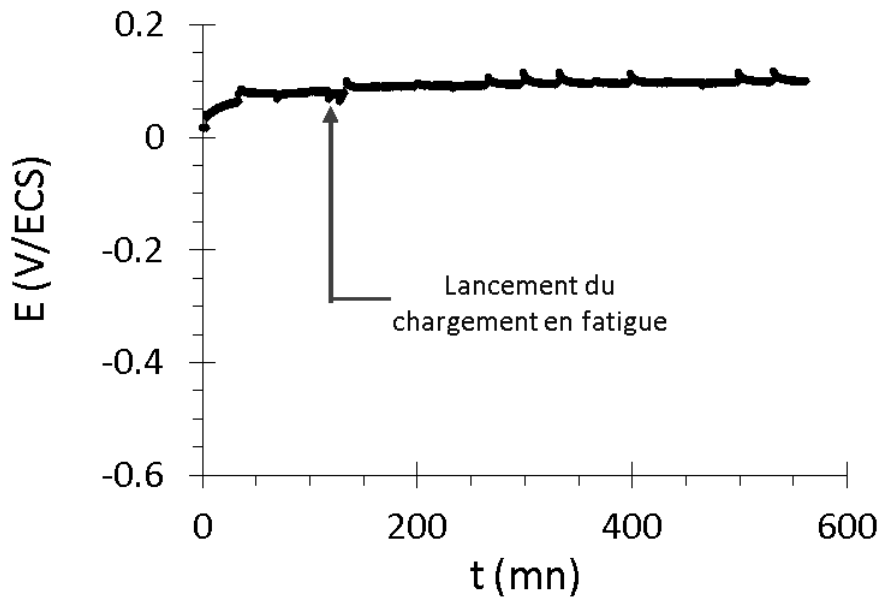


FIGURE 4.16 – Courbe d'évolution du potentiel libre (au cours de l'essai de secouage sur pot vibrant)

Seules des perturbations de potentiel libre liées aux mesures d'impédance sont enregistrées sur les 4 essais réalisés. La figure 4.16 montre que le potentiel libre de l'éprouvette reste dans le palier de passivation de l'acier $X12CrNiMoV12-3$, même après la mise en vibration du pot vibrant. Les résultats obtenus ne montrent pas de dérive sur la courbe d'évolution du potentiel au cours du temps.

2.2 Courbes S-N en milieu aqueux

Les essais de fatigue-corrosion ont été réalisés sur la même machine électromagnétique à résonance (Vibrophore) que celle utilisée pour les essais de fatigue à l'air et sur éprouvettes pré-corrodées. Les essais ont été réalisés à 120 Hz à deux rapports de charge $R = -1$ et $R = 0,1$. Le critère d'arrêt des essais a été fixé par une baisse de fréquence de chargement de $0,7\text{ Hz}$, obtenant ainsi une fissure d'environ 2 mm de profondeur. La limite de fatigue à 10^7 cycles du matériau en milieux aqueux corrosif ($0,1\text{ M NaCl}$ et $0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$) a été déterminée par la méthode de l'escalier sur une base de 9 à 10. Les figures 4.17 et 4.18 présentent les courbes S-N en milieu corrosif et à l'air pour les deux rapports de charge testés ($R = -1$ et $R = 0,1$).

Rappelons que la limite de fatigue à 10^7 cycles ne peut pas être extrapolée pour les durées de vie en fatigue supérieures à la durée maximale fixée dans cette étude. Une diminution de la limite de fatigue peut avoir lieu au delà de 10^7 cycles avec la possibilité de garder le même mécanisme d'endommagement ou un autre mécanisme tel que l'amorçage sur les défauts internes de la microstructure. La courbe S-N médiane pour une probabilité de rupture de 50 % est modélisée par le modèle de Bastenaire [7]. Le choix de ce modèle est basé sur les résultats des tests statistiques menés sur le logiciel ESOPE. Le modèle présente un test statistique satisfaisant pour les deux rapports de charge $R = 0,1$ et $R = -1$.

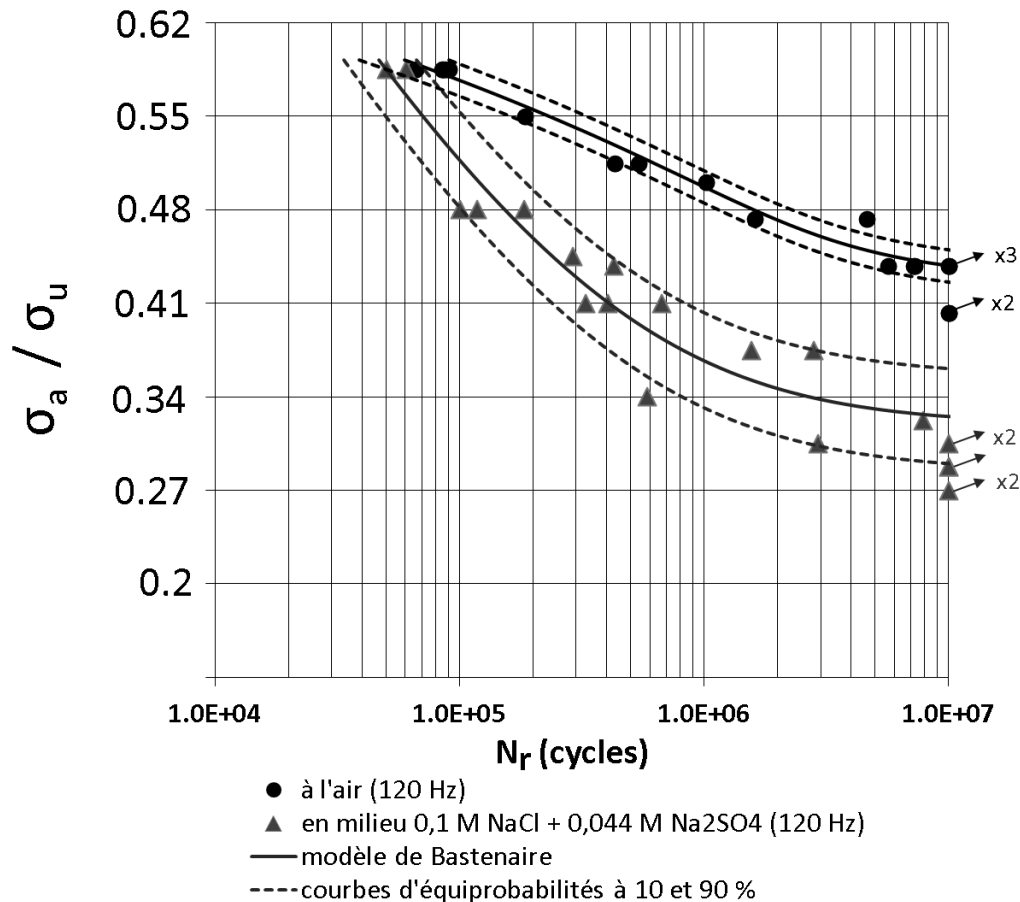


FIGURE 4.17 – Courbes S-N de l'acier X12CrNiMoV13-3 en traction à l'air $R = -1$, en milieu $0,1\text{ M NaCl}$ et $0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$ à une fréquence $f = 120\text{ Hz}$

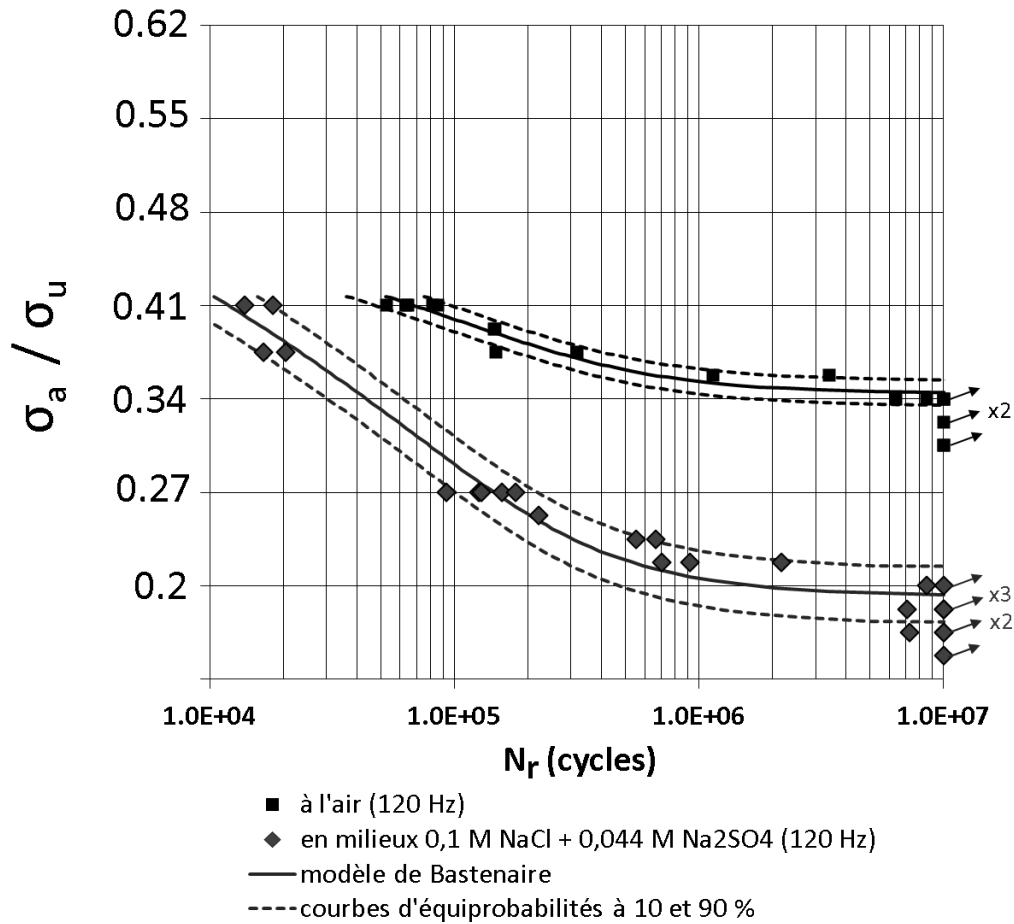


FIGURE 4.18 – Courbes S-N de l’acier X12CrNiMoV13-3 en traction à l’air à $R = 0, 1$, en milieu $0,1 \text{ M NaCl}$ et $0,044 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$ à une fréquence $f = 120 \text{ Hz}$

Les courbes de Wöhler en milieu présentent un abattement de la résistance en fatigue. Cet abattement est plus prononcé pour les grandes durées de vie en fatigue (proches de 10^7 cycles). Pour un rapport de charge $R = -1$ la réduction de la limite de fatigue médiane à 10^7 cycles est d’environ 29 % par rapport aux essais de fatigue à l’air. Pour un rapport de charge $R = 0,1$ cette réduction est de l’ordre de 46 % (voir tableau 4.1). L’effet du rapport de charge est dû essentiellement au niveau plus élevé de la contrainte maximale à $R = 0,1$ qui plastifie le matériau. À faible durée de vie l’écart entre les deux courbes à l’air et en milieu corrosif diminue considérablement pour le rapport de charge de $R = -1$: les deux courbes se rejoignent pour une durée de vie médiane en fatigue proche de $5 \cdot 10^4$ cycles. À ce niveau de chargement, le milieu corrosif de l’étude n’a pas d’effet sur la durée de vie médiane en fatigue du matériau.

$R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$	σ_a^D (air)	σ_a^D (milieu corrosif)	Réduction (%)
-1	640	462,5	27,8
0,1	500	268,75	46,2

TABLE 4.1 – Limites de fatigue médianes à 10^7 cycles à l’air et en milieu corrosif (in-situ), obtenus par la méthode de l’escalier sur une base de 9 à 10 éprouvettes

2.3 Analyse des zones d'amorçage des fissures

Les analyses des faciès de ruptures des éprouvettes de fatigue-corrosion montrent que les zones d'amorçage de fissures ne contiennent pas de défauts notables de corrosion (de type piqûres ou crevasses). Les quelques défauts de corrosion observés dans la zones utile de l'éprouvette sont de petites tailles ($\Phi_{app} < 10 \mu m$ donc $sqrtaire < d_c = 7 \mu m$) inférieures à la taille de défaut critique au sens de Kitagawa. Le reste du profil de l'éprouvette est très peu attaqué par la corrosion (pas de corrosion généralisée observée). L'effet des inclusions d'aluminium (cf chapitre 2) dans le processus d'amorçage de fissure n'a pas été mis en évidence. Les observations au MEB de la zone d'amorçage des fissures ne permettent pas de confirmer la présence de ces inclusions, sites à priori favorables pour la corrosion par création d'une pile galvanique entre les inclusions et la matrice (figure 4.19).

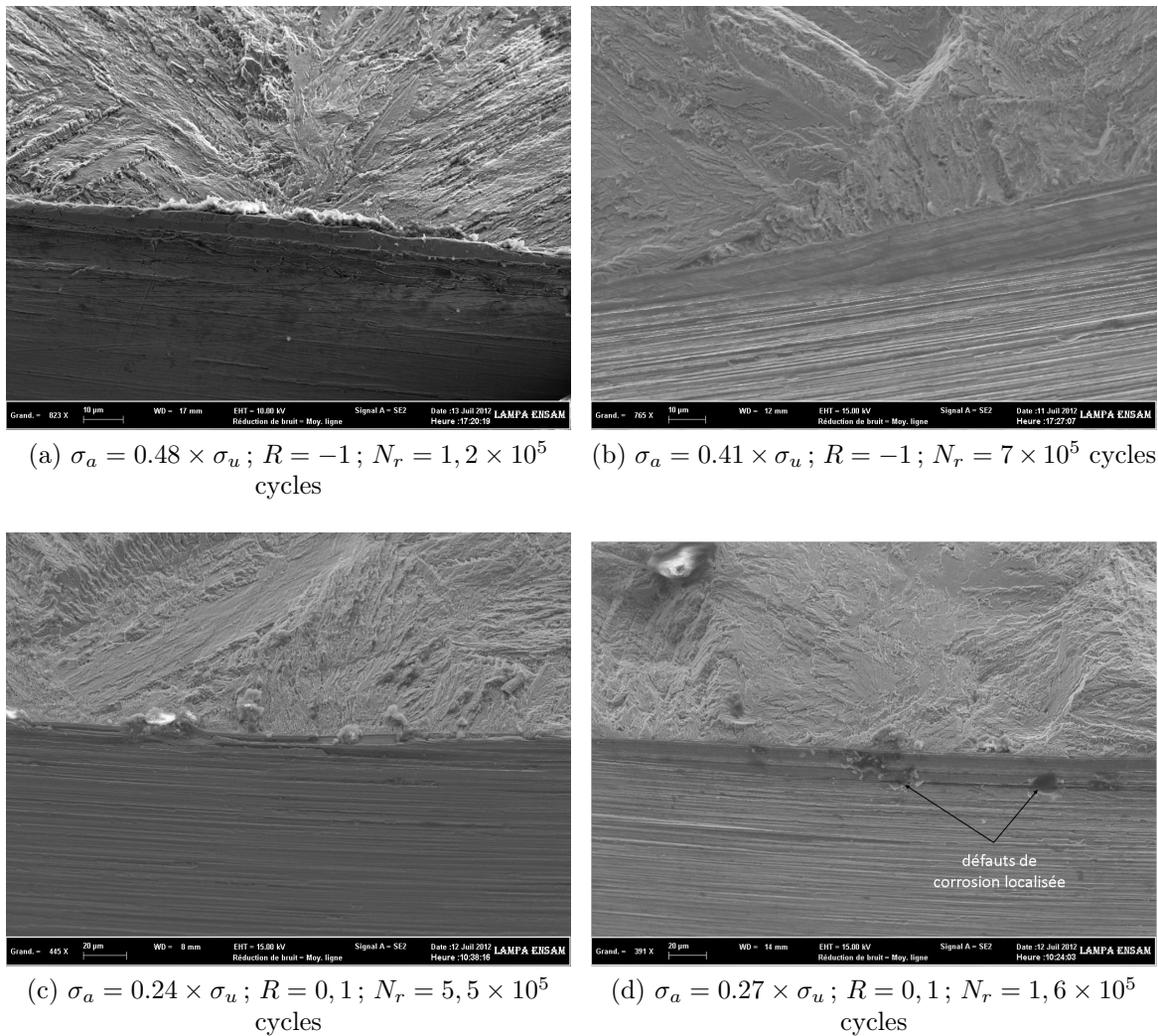


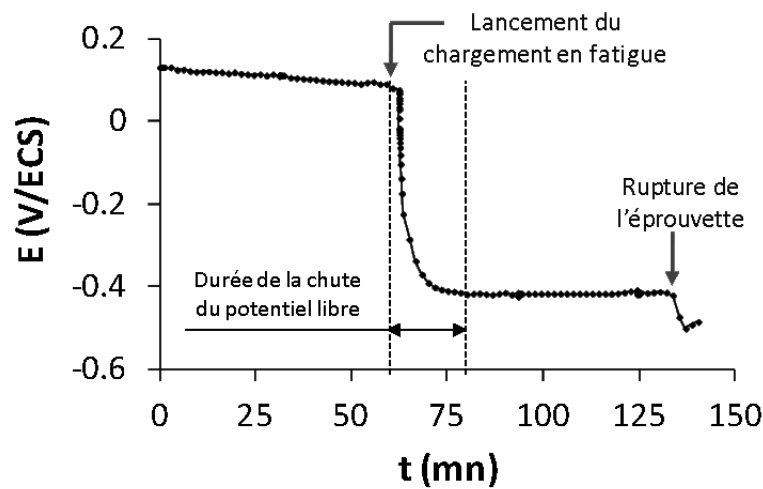
FIGURE 4.19 – Faciès de ruptures des éprouvettes de fatigue-corrosion en milieu corrosif ($0,1 M NaCl$ et $0,044 M Na_2SO_4$)

2.4 Comportement électrochimique in-situ

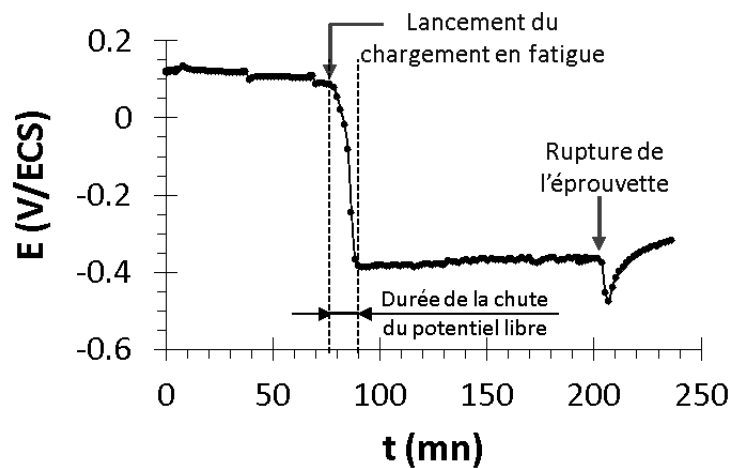
2.4.1 Suivi du potentiel libre

La figure 4.20 illustre l'évolution du potentiel libre au cours d'un essai de fatigue en traction en milieu aqueux ($0,1 M NaCl$ et $0,044 M Na_2SO_4$). Pour toutes les éprouvettes

rompues en fatigue-corrosion, pour les deux rapports de charge ($R = -1$ et $R = 0,1$), le lancement du chargement cyclique fait chuter le potentiel libre à une valeur proche de $-0,4 \text{ V/ECS}$. Le matériau se trouve alors à une valeur de potentiel proche de la valeur du pic d'activité de l'acier *X12CrNiMoV12-3* enregistré dans la courbe de polarisation (figure 4.2). Par analogie avec les résultats de suivi de potentiel libre obtenus au cours des essais de traction monotone, cette chute de potentiel peut être liée à la rupture de la couche passive par le chargement cyclique et le déclenchement d'un processus de corrosion localisée. Au cours d'un essai de traction monotone quasi-statique, une chute brutale de potentiel libre intervient lorsque l'on dépasse la limite d'élasticité du matériau. Pour certains niveaux de chargement cyclique inférieurs à la limite d'élasticité cyclique du matériau $\sigma_e = 0,47 \times \sigma_u$ (pour les grands σ_{max}), la chute du potentiel a été observée durant l'essai de fatigue-corrosion (figure 4.20).



(a) $\sigma_a = 0,44 \times \sigma_u$; $R = -1$; $N_r = 4,3 \cdot 10^5$ cycles,



(b) $\sigma_a = 0,22 \times \sigma_u$; $R = 0,1$; $N_r = 9,2 \cdot 10^5$ cycles

FIGURE 4.20 – Courbes typiques de suivi du potentiel libre au cours d'un essai de fatigue-corrosion

Le mode de rupture de passivité sous chargement cyclique de l'acier *X12CrNiMoV12-3* peut donc être différent de celui obtenu en traction monotone quasi-statique, chargement

pour lequel la rupture de passivité n'est observé que pour des niveaux de contraintes dépassant la limite d'élasticité. Pour des niveaux d'amplitude de contraintes faibles, proches de la limite de fatigue médiane à 10^7 cycles en milieu corrosif, la courbe de suivi du potentiel libre ne présente pas une variation importante après le lancement du chargement mécanique cyclique. La valeur du potentiel reste quasi-stable pendant l'essai pour les éprouvettes n'ayant pas rompue à 10^7 cycles (figure 4.21).

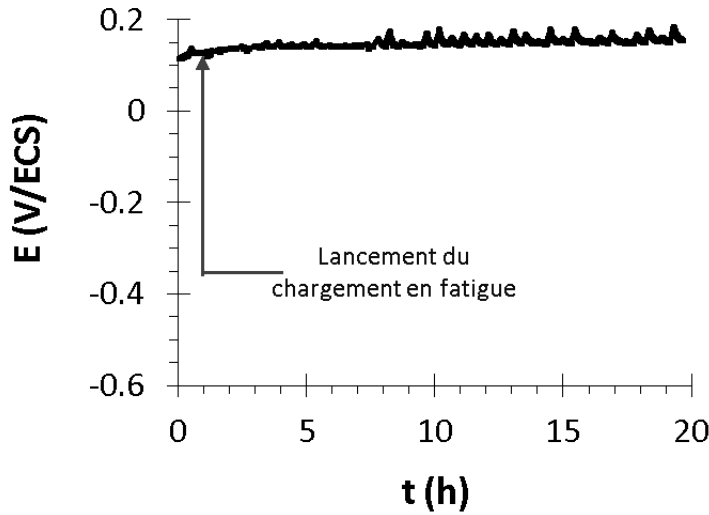


FIGURE 4.21 – Courbes typiques de suivi du potentiel libre au cours d'un essai de fatigue-corrosion d'une éprouvette non fissurée à 10^7 cycles pour $\sigma_a = 0.17 \times \sigma_u$ ($R = 0, 1$)

La rupture de passivité de l'acier $X12CrNiMoV12-3$ au cours des essais de fatigue-corrosion, identifiée par le suivi du potentiel libre in-situ, est liée aux niveaux de l'amplitude de contrainte imposée. Ebara [31] constate le même phénomène dans le cas d'un acier inoxydable martensitique à 12% de Cr testé en fatigue-corrosion ($R = -1$) dans une solution aqueuse à 3% de $NaCl$. L'auteur note une relation entre la chute du potentiel libre et l'amplitude de la contrainte cyclique appliquée (figure 4.22).

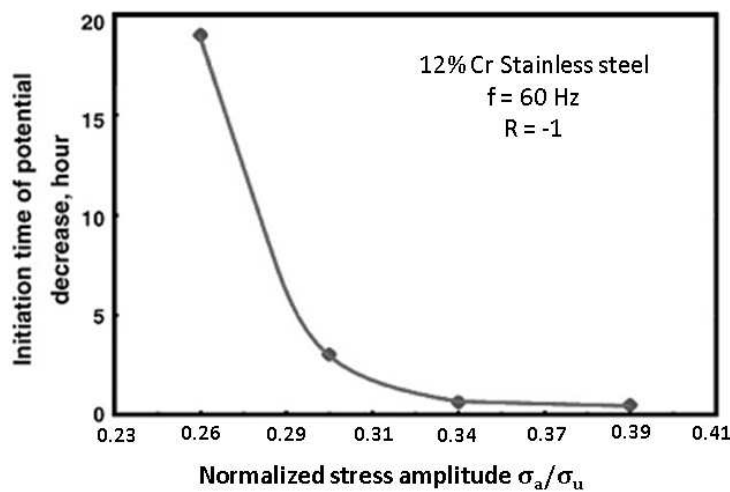


FIGURE 4.22 – Évolution du temps d'initiation de la chute de potentiel (Δt_s) en fonction de l'amplitude de la contrainte de traction appliquée en fatigue [31]

Pour des niveaux de contrainte élevés le temps d'initiation de la chute du potentiel libre est faible. Ebara [31] note que pour des niveaux d'amplitude de contrainte de l'ordre de 166 MPa ($0,22\sigma_u$) la chute du potentiel libre n'est pas observée. Le même phénomène a été observé, dans nos travaux [73], avec la durée de la chute du potentiel libre définie en figure 4.20. La figure 4.23 illustre l'évolution de la durée de la chute du potentiel libre (t_d) après le lancement du chargement cyclique en fatigue en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée. Pour des niveaux de contrainte appliquée élevés la durée nécessaire pour la chute du potentiel libre après le lancement du chargement est très faible (de l'ordre de quelques minutes pour une durée d'essai 10^5 cycles). Cette durée augmente au fur et à mesure que l'amplitude de la contrainte appliquée diminue, et semble tendre vers la durée maximale des essais, environ 23 h à 10^7 cycles soit à la fréquence d'essai (120 Hz), pour un niveau de contrainte proche de la limite de fatigue à 10^7 cycles en milieu corrosif ($0,1\text{ M NaCl} + 0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$).

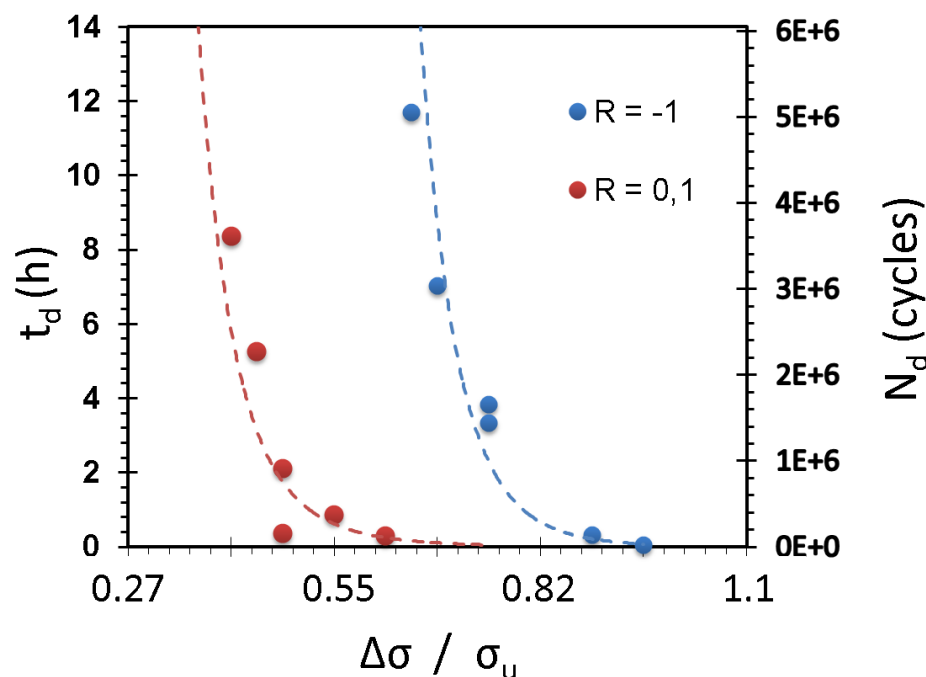


FIGURE 4.23 – Évolution de la durée de la chute du potentiel libre (t_d) en fonction de l'étendue de la contrainte de traction appliquée en fatigue

Discussion

La variation du potentiel libre, d'une valeur correspondant au domaine de passivation à une valeur appartenant au domaine de la dissolution de l'acier, met en évidence un phénomène de dépassivation du matériau induite par le chargement mécanique cyclique de fatigue. Ce phénomène de dépassivation, ou sa cinétique, dépend fortement de l'amplitude de la contrainte appliquée σ_a et du rapport de charge R . Il semble donc que l'application d'une amplitude de contrainte suffisamment élevée entraîne une dépassivation (rupture de la couche passive) plus au moins rapidement. En dessous d'un certain seuil le matériau reste passivé après 10^7 cycles et ne se fissure pas en milieu corrosif ($0,1\text{ M NaCl} + 0,044\text{ M Na}_2\text{SO}_4$) à une fréquence de chargement de 120 Hz . La chute de potentiel observée lors des essais de traction monotone quasi-statique est due à la rupture de passivation par l'écoulement plastique du matériau. Par compte, pour des niveaux du chargement

en fatigue ne dépassant pas la limite d'élasticité cyclique macroscopique du matériau ($\sigma_e = 0.47 \times \sigma_u$), la chute du potentiel libre a été observée.

2.4.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique globale

Des mesures d'impédance électrochimique ont été effectuées durant les essais de fatigue-corrosion toutes les 30 mn en mode galvanostatique au potentiel libre en imposant un courant d'amplitude de $6 \mu A$ et de moyenne nulle. Le balayage en fréquence lors des mesures d'impédance est de 100 Hz à $0,1 \text{ Hz}$. Les courbes d'impédance présentées dans le diagramme de Nyquist, en figure 4.24, contiennent deux familles de courbes distinctes : sans chargement mécanique ($\sigma(t) = 0$) et avec chargement cyclique ($\sigma_a = 0.22 \times \sigma_u$). Une baisse de module est observée pour les hautes fréquence. Cette baisse de module à haute fréquence, également observée dans les travaux menés par Oltra [88], indique le passage dans le domaine de corrosion localisée de l'acier. Le changement d'allure des courbes d'impédance électrochimique présenté en figure 4.24 est lié au phénomène de dépassivation du matériau induit par le chargement cyclique, pour un niveau supérieur à la limite de fatigue à 10^7 en milieu corrosif.

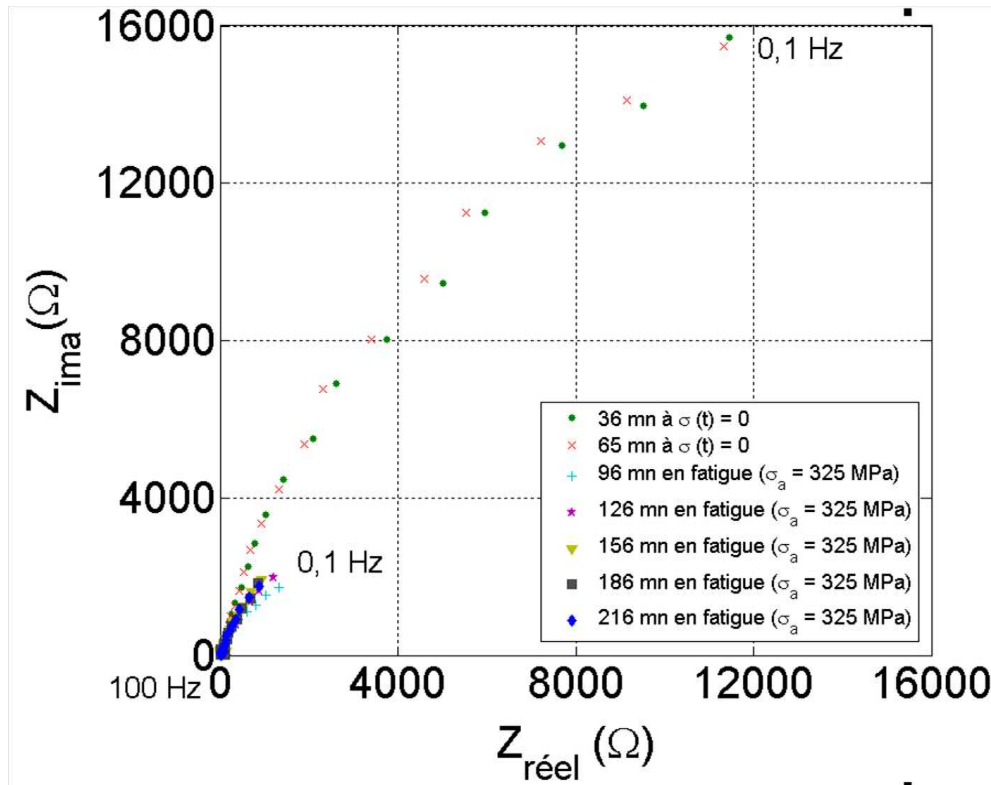


FIGURE 4.24 – Courbes d'impédance électrochimique (présentées dans le plan de Nyquist) lors d'un essai de fatigue-corrosion : $\sigma_a = 0.22 \times \sigma_u$; $R = 0,1$ et $N = 9,2 \times 10^5$ cycles

Les courbes d'impédance permettent de déterminer qualitativement la réponse du système électrochimique mis en jeu. Il s'agit ici de l'interface éprouvette de fatigue/milieu corrosif. Pour quantifier le phénomène de corrosion de l'éprouvette sous chargement mécanique cyclique, ces courbes peuvent être modélisées par un modèle électrique équivalent. Leur forme en un seul arc du cercle indique la présence d'une seule constante de temps à haute fréquence. Cette forme est modélisée par un circuit électrique équivalent à un processus faradique sans contrôle diffusionnel. Il comporte une résistance de solution R_s en série avec une capacité non idéale CPE en parallèle avec une résistance de transfert de charge R_{tc} . À partir de la valeur de la $CPE(Q, \alpha)$, une capacité peut être calculée par l'équation de Brug 4.1. L'évolution des paramètres du circuit équivalent, calculés à partir des résultats d'ajustement théorique des courbes, confirme le phénomène de dépassivation observé sur le suivi du potentiel libre. En effet, le lancement du chargement de fatigue, à une amplitude suffisamment haute pour créer la rupture de passivité, induit une chute de la résistance de transfert de charges et une augmentation de la capacité du film (figures 4.25 et 4.26). Cette évolution est caractéristique d'un échange ionique lié à une réaction de dissolution anodique à la surface de l'éprouvette, donc à un développement de la corrosion après rupture de passivité en cohérence avec les travaux de Dawson [25].

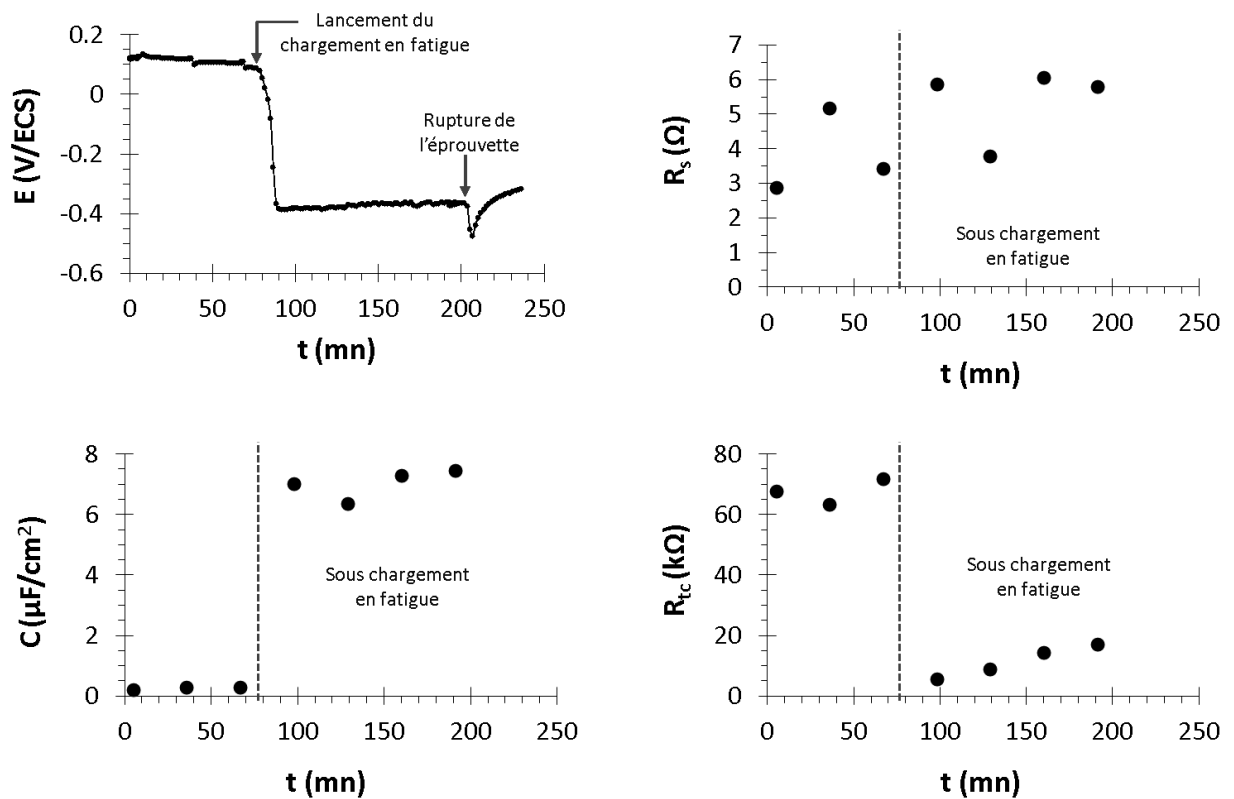


FIGURE 4.25 – Évolution du potentiel libre et des paramètres du circuit électrique équivalent (R_s , R_{tc} et C) durant un essai de fatigue-corrosion : $\sigma_a = 0.44 \times \sigma_u$; $R = -1$ et $N_r = 4,3 \times 10^5$ cycles.

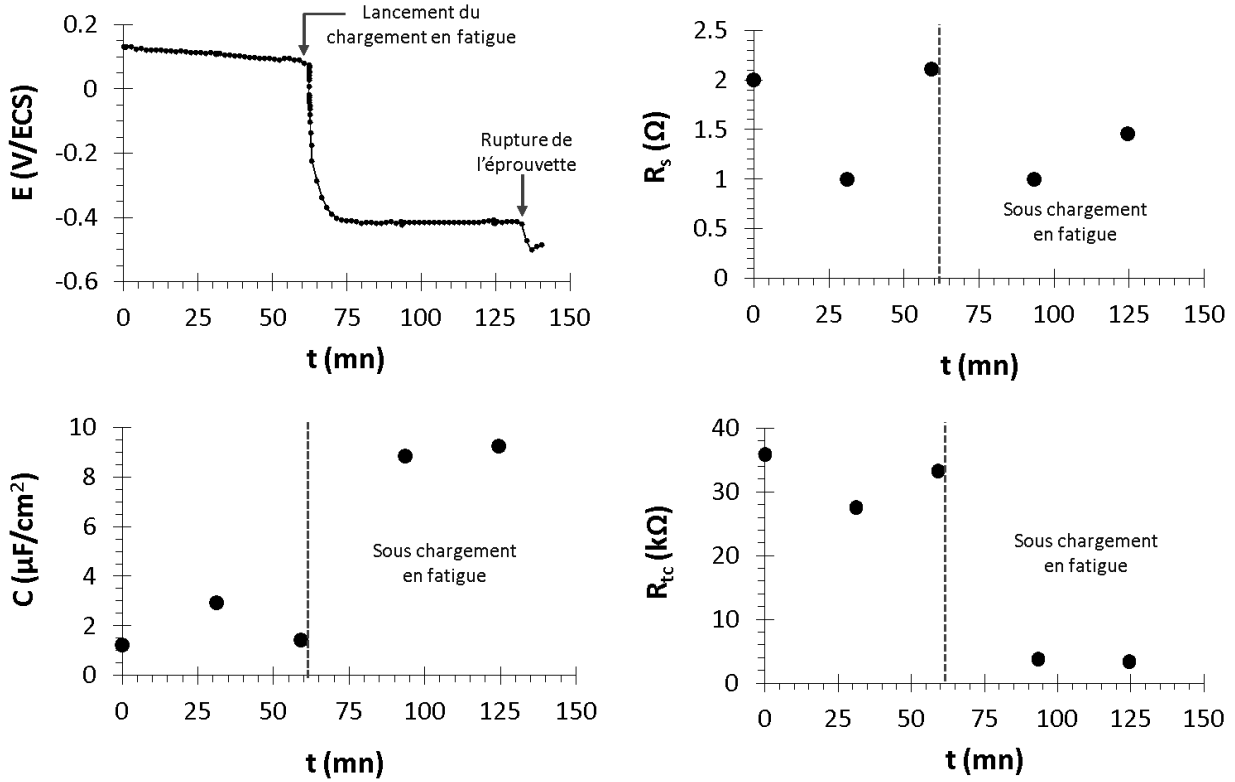


FIGURE 4.26 – Évolution du potentiel libre et des paramètres du circuit électrique équivalent (R_s , R_{tc} et C) durant un essai de fatigue-corrosion : $\sigma_a = 0.22 \times \sigma_u$; $R = 0,1$ et $N_r = 9,2 \times 10^5$ cycles.

La figure 4.27 illustre la variation de la capacité mesurée après la dépassivation de l'acier C_d en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée. Oltra [88] montre dans le cas de la corrosion localisée sur un acier inoxydable que cette capacité est de l'ordre de $50 \mu F/cm^2$. Elle correspond à une capacité de double couche associée au film passif dans l'amorçage de la corrosion localisée. La charge électrique mise en jeu pendant la phase de dépassivation et de repassivation, peut être estimée si C_d est connue préalablement (équation 4.3).

$$Q = C_d \Delta E \quad (4.3)$$

Cette approche peut être étendue à la détermination du courant de corrosion I_c en dérivant la variation du potentiel libre pendant la phase de repassivation de l'acier (retour du potentiel libre à sa valeur initiale) en se basant sur le modèle de décharge d'un condensateur électrique [88] :

$$I_c = C_d \left(\frac{dE}{dt} \right) \quad (4.4)$$

Dans notre cas, l'augmentation du niveau de chargement en fatigue augmente la valeur de capacité C_d et diminue la durée de la chute de potentiel libre Δt_s . Après la chute du potentiel libre, cette dernière conserve une valeur quasiment constante. Il est donc possible que le phénomène de repassivation de l'acier n'ait pas eu lieu sous chargement cyclique. Ceci étant essentiellement dû au niveau élevé de la fréquence du chargement $120 Hz$. Dans ce cas, le modèle de calcul du courant de corrosion proposé par Oltra [88] n'est pas applicable.

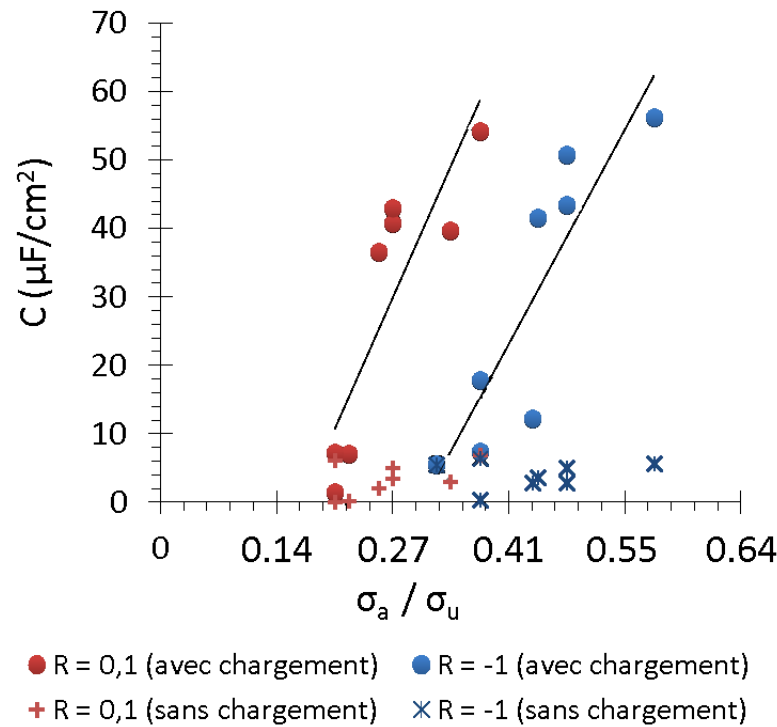


FIGURE 4.27 – Variation de la valeur de la capacité calculée en fonction de l'amplitude contrainte appliquée au cours d'un essai de fatigue-corrosion

2.5 Repassivation de l'acier après cyclage mécanique

La dépassivation locale du matériau est due au chargement cyclique du matériau. Ce phénomène est entretenu au cours des essais de fatigue-corrosion. Il dépend fortement de la fréquence de chargement et de la cinétique de repassivation du matériau. Pour des faibles fréquences de chargement en fatigue (en général lors des essais de fatigue oligocyclique) en milieu corrosif, le matériau aura le temps de reformer la couche passive après la rupture de passivité par le chargement mécanique. De nombreux travaux [3, 69] notent la présence d'un transitoire de courant au cours d'un essai de fatigue-corrosion sous potentiel de passivation. Les auteurs interprètent la présence de transitoire de courant par le caractère séquentiel des événements de dépassivation/repassivation au cours d'un cycle de chargement. Dans le cas de l'étude actuelle, la chute de potentiel est maintenue tout au long de l'essai de fatigue, jusqu'à la rupture de l'éprouvette, à une amplitude de contrainte supérieure à la limite de fatigue à 10^7 cycles en milieu corrosif. Le maintien de cette dépassivation peut être due à une cinétique de repassivation faible par rapport à la fréquence du chargement. Pour mieux connaître la cinétique de reformation de la couche passive après sa rupture locale en milieu aqueux, nous avons enregistré l'évolution du potentiel libre après une dépassivation du matériau par un chargement cyclique (figure 4.28). Le retour du potentiel à la valeur initiale est de l'ordre de 3 jours, c'est une durée très longue par rapport à la fréquence du chargement qui est de 120 Hz soit une période (ou temps caractéristique) de $1/120 = 0,0083 \text{ s}$.

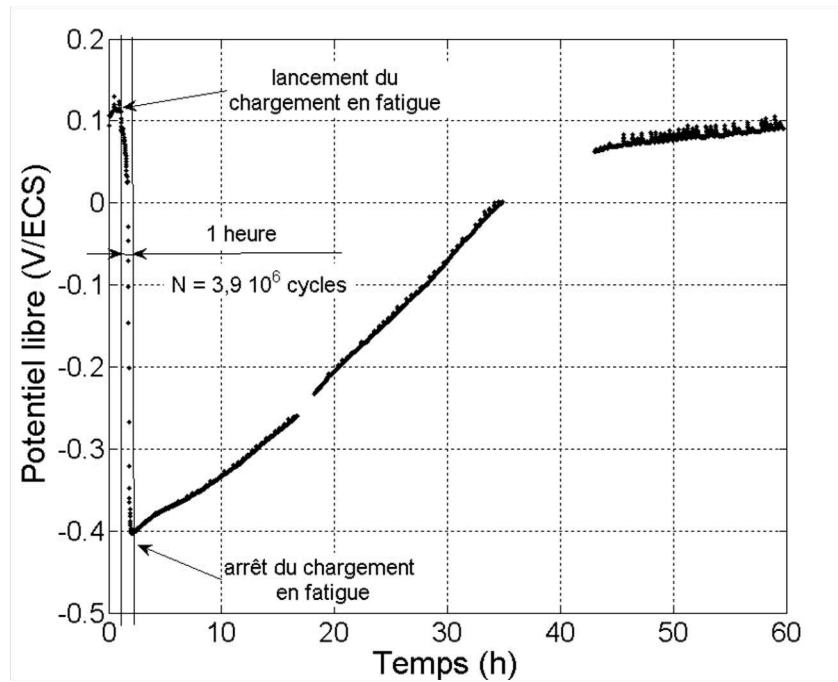


FIGURE 4.28 – Courbe d'évolution du potentiel libre après une dépassivation créée par un chargement mécanique cyclique : $\sigma_a = 0.27 \times \sigma_u$, $R = 0,1$ et $f = 120 \text{ Hz}$

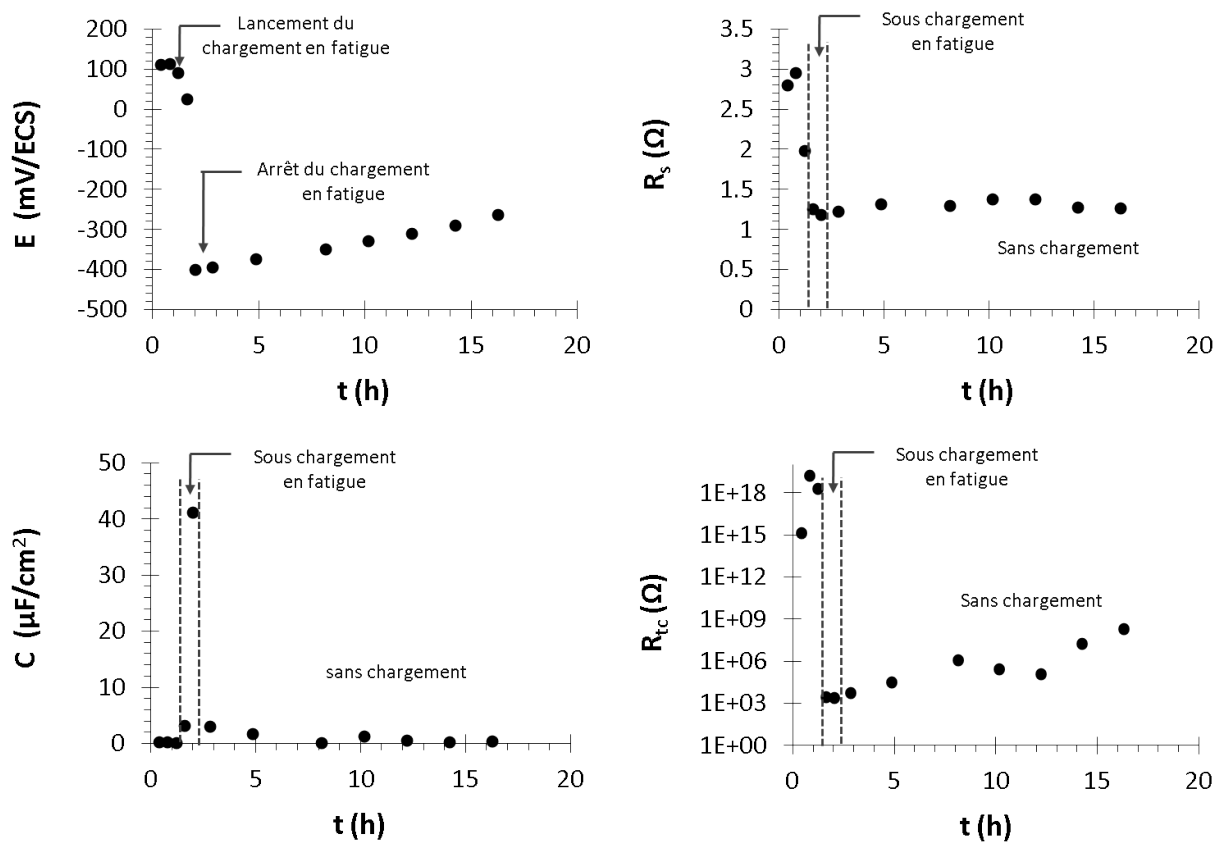


FIGURE 4.29 – Évolution des paramètres du circuit électrique équivalent au cours de la repassivation d'une éprouvette après une dépassivation créée par le chargement mécanique cyclique ($\sigma_a = 0.27 \times \sigma_u$, $R = 0,1$, à 120 Hz)

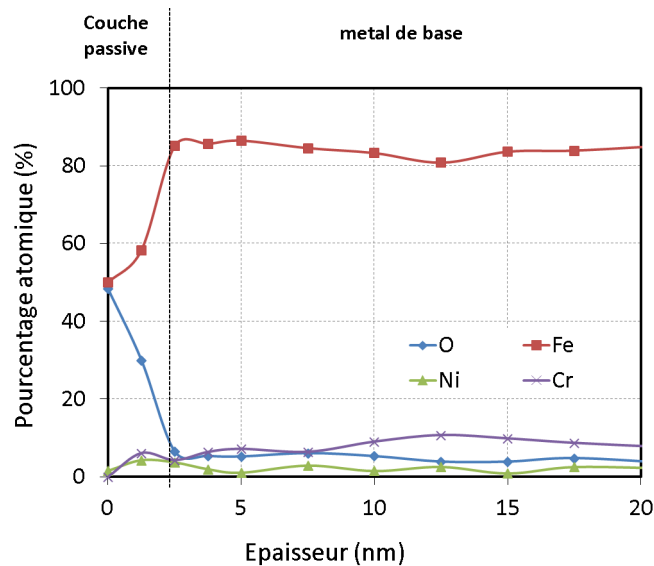
Au cours de cet essai des mesures d'impédance électrochimique ont été effectuées toutes les 30 *mn* en mode galvanostatique au potentiel libre en imposant un courant d'amplitude 6 μA et de moyenne nulle. La figure 4.29 illustre les évolutions des paramètres R_s , R_{tc} et C du circuit équivalent déterminés à partir des courbes de mesures d'impédances. 25 *mn* après l'arrêt du cyclage mécanique, la capacité chute de 41 $\mu F/cm^2$ à 3 $\mu F/cm^2$. La valeur de capacité mesurée atteint au bout de 5 heures la même valeur que celle initialement enregistrée avant la dépassivation du matériau par le chargement mécanique cyclique (figure 4.29). Cette évolution montre que bien que l'état d'équilibre stationnaire de la couche passive ne soit pas atteint, la couche passive se développe dès l'arrêt du cyclage mécanique. Il se peut donc qu'à une certaine fréquence du chargement (très faible) la repassivation du matériau au cours du cyclage mécanique en fatigue puisse avoir lieu. Il s'agit dans ce cas d'une compétition entre la dépassivation et la repassivation du matériau au cours d'un cycle de chargement. Dans le cas des essais de fatigue-corrosion réalisés, dans cette étude, à une fréquence de chargement de 120 *Hz*, une fois que le matériau est dépassivé par le chargement en fatigue, la couche passive n'aura pas le temps de se reformer d'où l'enregistrement d'un potentiel stabilisé autour de $-0,4 V/ECS$ durant l'essai de fatigue-corrosion.

2.6 Épaisseur de la couche passive

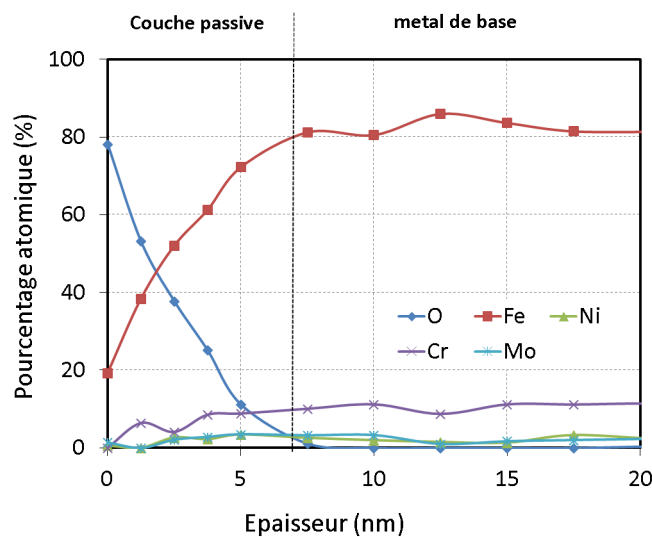
Afin de caractériser l'épaisseur de la couche passive, des analyses par spectroscopie Auger ont été effectuées. Cette technique permet de déterminer l'épaisseur de la couche passive à la surface d'un échantillon [5]. Ces analyses consistent à décaper localement les couches atomiques à la surface de l'échantillon et à analyser la nature et la quantité d'atomes enlevés. L'épaisseur de la couche passive est évaluée par la profondeur à laquelle on détecte une teneur significative d'atomes d'oxygène, élément majeur dans la composition de cette couche. Deux échantillons ont été analysés :

- un avec une passivation à l'air pendant 3 jours,
- l'autre avec une passivation en milieu corrosif (0,1 *M NaCl* et 0,044 *M Na₂SO₄*) pendant 3 jours.

Dans les deux cas, les échantillons ont été préalablement dépassivés par un polissage mécanique progressif aux papiers abrasifs SiC à l'eau puis avec une solution diamantée jusqu'au 1/4 du micromètre. La figure 4.30 montre la différence de l'épaisseur de couches passives entre l'échantillon passivé à l'air et celui passivé en milieu corrosif. L'épaisseur de la couche passive formée à l'air est de l'ordre de 3 *nm* tandis que l'épaisseur de la couche formée en milieu corrosif est de l'ordre de 7 *nm*, soit deux fois plus épaisse. Ces valeurs sont cohérentes avec les données de la littérature sur le film passif des aciers inoxydables [5, 18, 117]. Baroux [5] montre que la composition de la couche passive dépend à la fois du substrat métallique, des traitements de surface et de la composition du milieu chimique dans lequel le matériau est immergé. En milieu aqueux, la couche passive contient de plus des hydroxydes et elle est plus épaisse que celle formée à l'air.



(a) échantillon passivé à l'air



(b) échantillon passivé en milieu 0,1 M $NaCl$ + 0,044 M Na_2SO_4

FIGURE 4.30 – Profils de la composition superficielle dans le film passif obtenus par spectroscopie d'électrons Auger

2.7 Effet de la fréquence du chargement

L'effet de la fréquence du chargement sur la durée de vie en fatigue en milieu corrosif a été étudié par une série d'essais de fatigue-corrosion à une fréquence de 10 Hz pour comparaison aux essais à 120 Hz en même milieu corrosif (0,1 M $NaCl$ + 0,044 M Na_2SO_4). Les essais de fatigue-corrosion à 10 Hz ont été réalisés sur une machine hydraulique de type Instron 8500 à charge imposée sur des éprouvettes de géométrie identique à celles utilisées pour les essais réalisés à 120 Hz . Les courbes S-N présentées en figure 4.31 comparent les résultats des deux essais de fatigue en milieu corrosif à 10 Hz et 120 Hz .

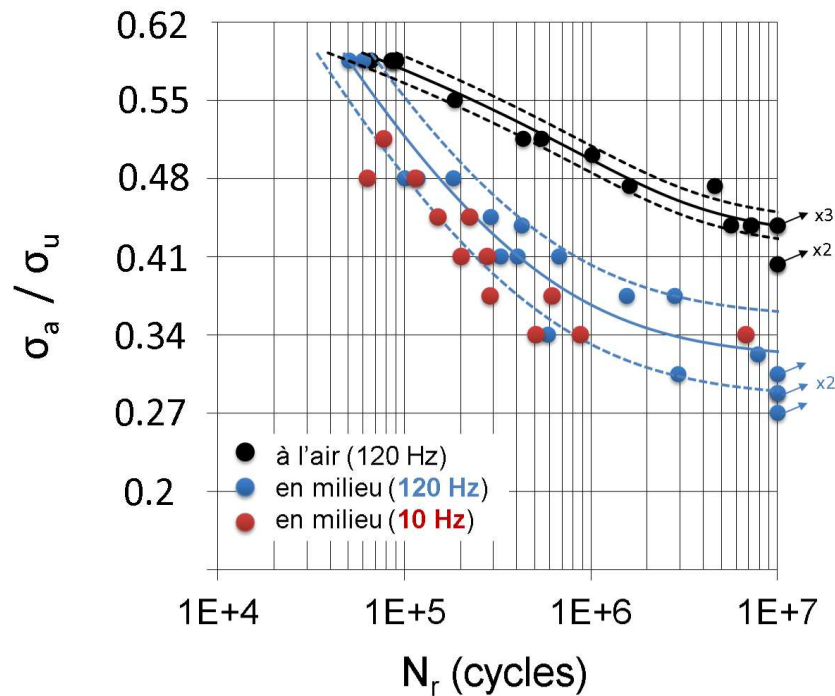


FIGURE 4.31 – Effet de la fréquence (10 Hz ou 120 Hz) du chargement de traction $R = -1$ sur la durée de vie en fatigue en milieu corrosif

Cette figure montre que l'effet de la fréquence sur la durée de vie n'est pas très significatif dans le domaine des durées de vie étudiées ($5 \cdot 10^4$ à 10^7 cycles). Mais cet effet peut être plus important pour des fréquences plus faibles car bien que le matériau nécessite près de 60 heures pour revenir au potentiel stationnaire de la couche passive de $+0,1 \text{ V}/ECS$, le temps de la formation de la couche passive observée par l'évolution des mesures de capacité est beaucoup plus réduit. Une compétition entre la dépassivation du matériau par le chargement mécanique cyclique et la repassivation du matériau dans le milieu corrosif de l'étude peut avoir lieu pour des fréquences encore plus basses, typiquement $0,1 \text{ Hz}$ pour les essais de fatigue oligocyclique en milieu corrosif.

2.8 Scénario d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion de l'acier X12CrNiMoV12-3

Les mesures d'impédance électrochimique et le suivi du potentiel libre au cours des essais de fatigue-corrosion montrent l'existence d'une dépassivation locale du matériau à la surface de l'éprouvette après le lancement du chargement cyclique pour un niveau supérieur à la limite de fatigue médiane à 10^7 cycles. La dépassivation du métal par le chargement cyclique est due essentiellement à un processus d'endommagement cyclique. En effet la rupture de passivité intervient même pour des niveaux du chargement inférieurs à la limite d'élasticité de l'acier. Dans le domaine de passivation des aciers inoxydables plusieurs études [3, 69, 70] montrent que l'amorçage des fissures de fatigue en milieu corrosif est due essentiellement à la rupture du film passif par les bandes de glissement. D'après Cretegnny et al. [21], la hauteur typique des bandes de glissement pour un acier inoxydable martensitique PH13-8Mo varie entre 4 nm et 100 nm , selon l'amplitude de déformation appliquée ($0,4 \%$ à $0,6 \%$). Stanzl-Tschegg et al. [109] montrent que le seuil d'apparition des bandes de glissement dépend aussi bien du nombre de cycles que du niveau de char-

gement. Il est donc probable que le film passif de l'acier $X12CrNiMo12-3$, de faible épaisseur (3 à 7 nm), n'accomode pas les déformations locales dues à l'apparition des bandes de glissement en surface.

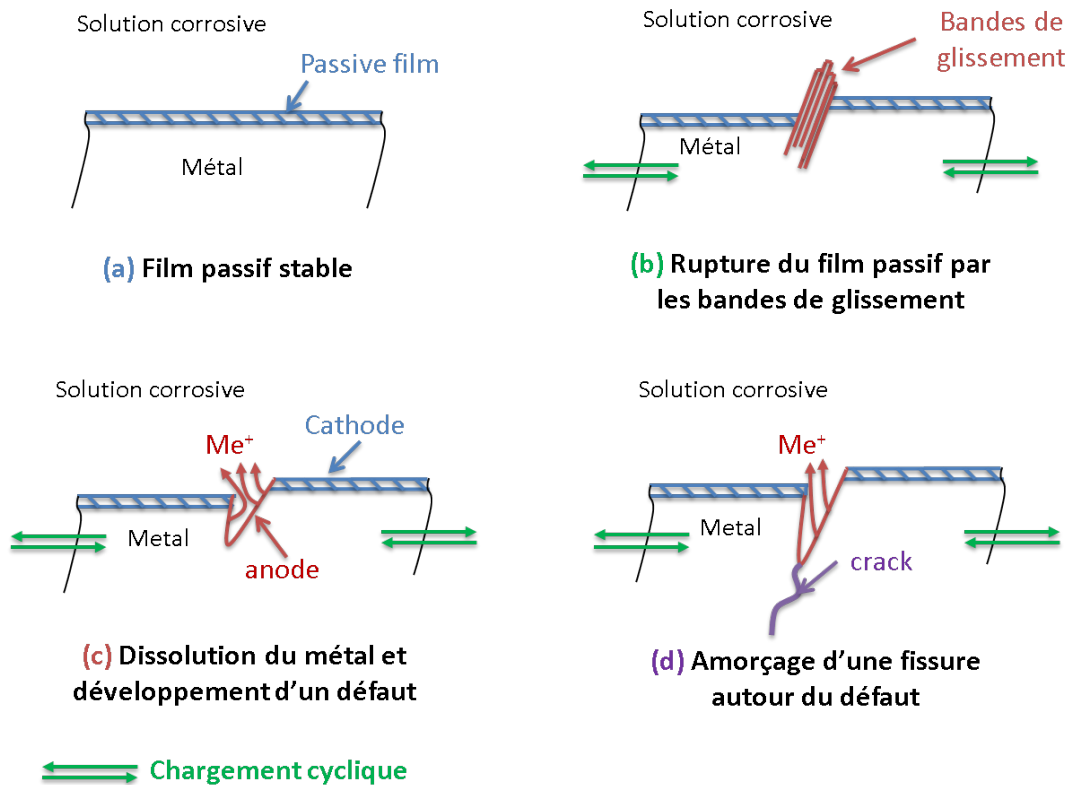


FIGURE 4.32 – Scénario d'amorçage des fissures en fatigue corrosion de l'acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3

Nous supposons que la dépassivation du matériau après le lancement du chargement cyclique est due à l'émergence des bandes de glissement à la surface créant ainsi la rupture locale du film passif. Ceci est cohérent avec le nombre réduit de défauts de corrosion observés à la surface des éprouvettes testées, et avec l'existence d'une contrainte seuil pour la rupture du film passif à 10^7 cycles. Cette dernière pourrait être associée à la contrainte seuil d'émergence des bandes de glissement d'une hauteur suffisante pour la rupture du film passif avant 10^7 cycles (durée maximale des essais de fatigue de ce travail). La cinétique d'apparition de ces bandes dépend du niveau de chargement appliqué et donc de la durée de vie en fatigue [40, 46]. Ce phénomène explique l'existence d'une loi qui relie la cinétique de dépassivation de l'acier à l'intensité du chargement cyclique (figure 4.23). Un scénario d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion en 4 étapes est donc proposé (figure 4.32) :

1. rupture locale de passivité par le chargement cyclique en fatigue
2. initiation de la corrosion au niveau du métal mis à nu et maintien de la dépassivation locale
3. croissance de la corrosion
4. amorçage des fissures de fatigue au niveau des défauts de corrosion

3 Modèle d'endommagement

Dans le domaine de passivation des aciers inoxydables, l'amorçage des fissures en fatigue-corrosion est le plus souvent lié à la rupture locale de passivité sous l'effet du chargement cyclique. La plupart des études [29, 60, 68, 69, 79] ont été menées sous potentiel de passivation imposé avec un enregistrement de la réponse en courant. La majorité de ces travaux a été réalisée en fatigue oligocyclique à faible fréquence (inférieur à 1 Hz). Les efforts de modélisation de l'amorçage des fissures ont été concentrés sur la détermination de la cinétique de développement d'un défaut de corrosion à partir des valeurs de courant enregistrées. Les auteurs reprennent le concept de rupture périodique du film passif en fond de fissure [60, 69, 79]. L'approche électrochimique proposée tient compte du caractère séquentiel des événements de rupture de la couche passive identifié par le transitoire de courant, sous potentiel de passivation. Le modèle le plus connu est celui de Muller [79] qui intègre la valeur du courant de repassivation pour le calcul de la cinétique de corrosion.

Dans le cadre de l'étude actuelle, les essais de fatigue-corrosion ont été réalisés à potentiel libre (comme c'est le cas sur une pièce aéronautique). L'amorçage des fissures de fatigue en milieu corrosif (0,1 M NaCl + 0,044 M Na₂SO₄) est lié d'une part à la rupture de passivité et d'autre par au développement de la corrosion localisée. Les deux séquences d'endommagement enregistrées sur la courbe de suivi du potentiel libre (figure 4.33) sont en relation avec l'amplitude de contrainte appliquée en fatigue-corrosion. La durée de vie en fatigue à l'amorçage t_a peut être définie par la somme de la durée de dépassement t_d identifiée par la chute de potentiel libre et le développement de la corrosion t_c sous chargement mécanique cyclique :

$$t_a(\sigma_a, R) = t_d(\sigma_a, R) + t_c(\sigma_a, R) \quad (4.5)$$

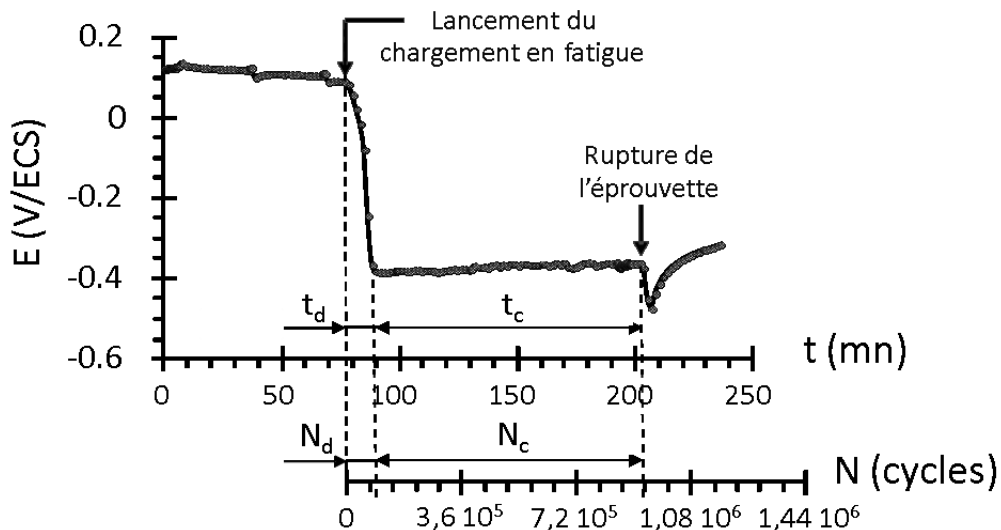


FIGURE 4.33 – Courbe typique de suivi du potentiel libre au cours d'un essai de fatigue-corrosion : $\sigma_a = 0.22 \times \sigma_u$; $R = 0,1$; $N_r = 9,2 \cdot 10^5$ cycles

En faisant intervenir la fréquence du chargement cyclique, le nombre de cycle à l'amorçage des fissures de fatigue-corrosion est donné par la relation suivante :

$$N_a(\sigma_a, R) = N_d(\sigma_a, R) + N_c(\sigma_a, R) \quad (4.6)$$

où N_d représente le nombre de cycle de la phase de dépassivation et N_c représente le nombre de cycle de la phase de corrosion.

3.1 Dépassivation de l'acier sous chargement cyclique

Le temps nécessaire à la dépassivation du matériau sous chargement cyclique est lié à la cinétique d'émergence des bandes de glissement en surface jusqu'à une hauteur suffisante pour rompre le film passif. Ces dernières années le développement de la microscopie à force atomique (AFM) a permis la mesure des cinétiques de formation des bandes de glissement en surface des d'échantillons analysés. Les travaux de Harvey [46] et Gerberich [40] ont permis de décrire, à partir des mesures expérimentales, l'évolution des paramètres géométriques : la hauteur de marche cumulée δ_s^{cum} et l'espacement des bandes de glissement h_s (figure 4.34) en fonction du nombre de cycles N et de l'étendue de la déformation plastique cyclique $\Delta\varepsilon_p$:

$$\frac{\delta_s^{cum}}{h_s} = f \Delta\varepsilon_p N \quad (4.7)$$

où f est la fraction de déformation plastique cumulée en surface à N cycles pour une déformation plastique $\Delta\varepsilon_p$:

$$f = \beta N^p \quad (4.8)$$

où β et p sont des constantes du matériau liées à la taille de grain et à l'environnement des essais de fatigue (figure 4.35).

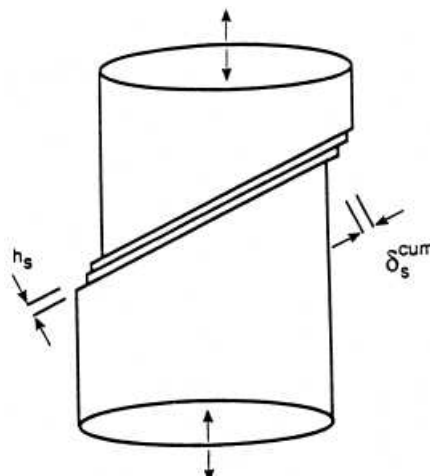


FIGURE 4.34 – Représentation schématique de la hauteur d'une bande de glissement δ_s^{cum} après N cycles et de l'espacement moyen entre les bandes de glissement h_s [40]

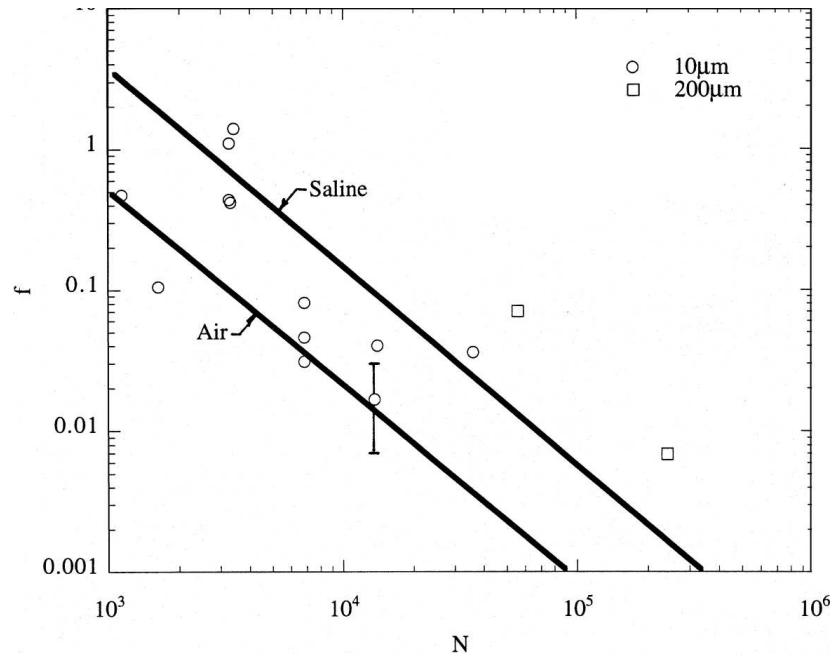


FIGURE 4.35 – Évolutions de la fraction d'émergence des bandes de glissement en surface f d'un polycristal de titane en fonction du nombre de cycles N pour $\Delta\epsilon_p = 0,002$ à l'air et en milieu 0,9 % NaCl [40]

Gerberich et al. [40] ont identifié expérimentalement l'évolution de h_s en fonction de la contrainte cyclique appliquée $\Delta\sigma$ d'un polycristal de titane pour deux tailles de grains $10 \mu m$ et $200 \mu m$ à l'air et en milieu 0,9% NaCl (figure 4.36).

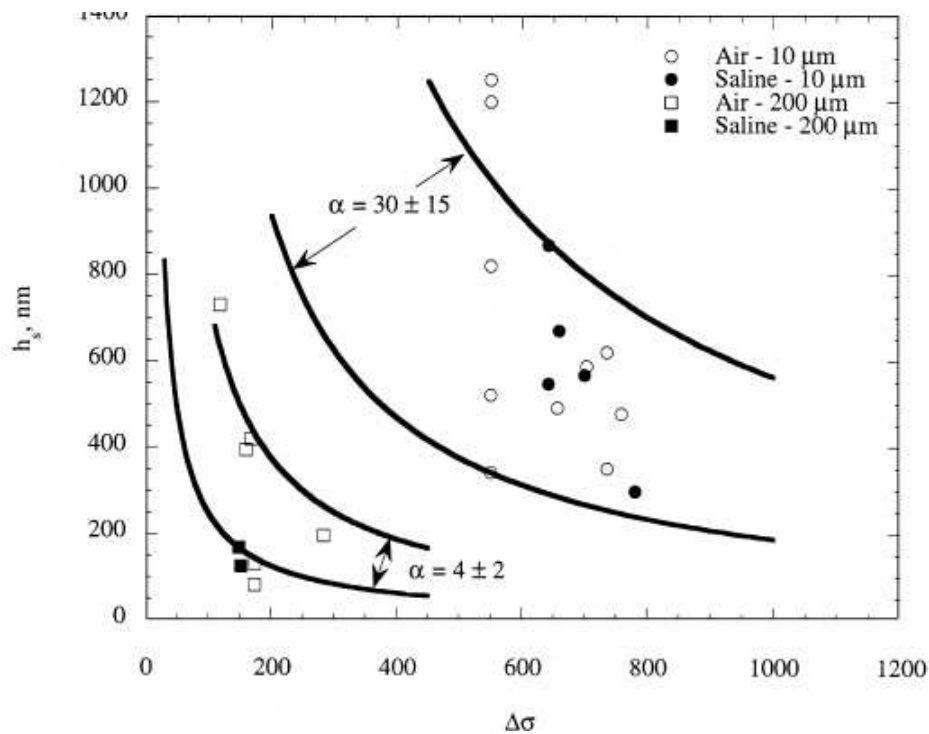


FIGURE 4.36 – Évolution de l'espacement entre les bandes de glissement h_s en fonction de la contrainte appliquée $\Delta\sigma$ ($R = -1$) d'un polycristal de titane pour deux tailles de grains $10 \mu m$ et $200 \mu m$ [40]

A partir de ces résultats, les auteurs proposent une relation pour déterminer la hauteur d'émergence des bandes de glissement h_s :

$$h_s = \frac{\alpha G b}{\Delta\sigma} \quad (4.9)$$

où α est un paramètre d'ajustement qui dépend de la taille des grains et de l'environnement, G est le module de cisaillement du matériau et b le vecteur de Burgers.

Enfin, pour une contrainte cyclique donnée, à l'air, la hauteur cumulée des bandes de glissement δ_s^{cum} augmente en fonction du nombre de cycles selon une loi puissance (figure 4.37). La hauteur cumulée des bandes de glissement peut être exprimée par la relation suivante :

$$\delta_s^{cum} = \beta \alpha G b \frac{\Delta\varepsilon_p}{\Delta\sigma} N^p \quad (4.10)$$

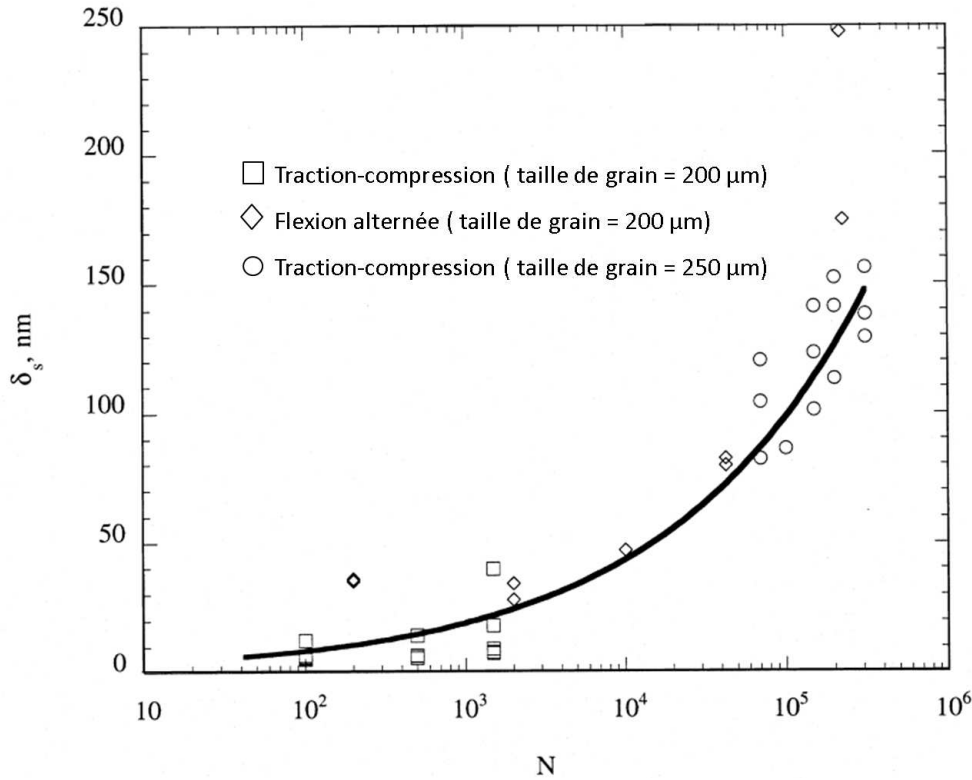


FIGURE 4.37 – Représentation schématique de la hauteur d'une bande de glissement δ_s^{cum} après N cycles [40]

Le nombre de cycles N_d nécessaires pour la dépassivation locale du matériau correspond à une valeur suffisante de δ_s^{cum} noté $\delta_{s,d}^{cum}$ capable de rompre le film passif (équation 4.11)

$$N_d = \left(\frac{\delta_{s,d}^{cum}}{\beta \alpha G b} \right)^{1/p} \left(\frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon_p} \right)^{1/p} \quad (4.11)$$

Gerberich et al. identifient une relation entre $\Delta\sigma$ et $\Delta\varepsilon_p$:

$$\Delta\sigma = k \Delta\varepsilon_p^m \quad (4.12)$$

Ceci suppose que $\Delta\varepsilon_p$ existe même pour des niveaux de contrainte $\Delta\sigma$ faibles. la valeur de $\Delta\varepsilon_p$ peut être calculée dans ce cas par la relation de Ramberg-Osgood [101] :

$$\Delta\varepsilon = \frac{\Delta\sigma}{E} + K \left(\frac{\Delta\sigma}{E} \right)^N \quad \text{avec} \quad \Delta\varepsilon_p = K \left(\frac{\Delta\sigma}{E} \right)^N \quad (4.13)$$

où K et N des paramètres matériau.

L'équation 4.11 s'écrit :

$$N_d = C \Delta\sigma^n \quad (4.14)$$

avec $n = \frac{m-1}{p m}$ et C une constante définie par :

$$C = \left(\frac{\delta_{s,d}^{cum} k^{1/m}}{\beta \alpha G b} \right)^{1/p} \quad (4.15)$$

A partir des résultats de suivi de potentiel libre au cours des essais de fatigue-corrosion, nous avons pu identifier l'évolution de la chute du potentiel libre en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée (figure 4.38). Cette chute de potentiel libre est considérée comme un phénomène lié à la dépassection locale du matériau par les bandes de glissement. Le nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de potentiel stable autour de $-0,4 V/ECS$ correspond au nombre de cycles N_d nécessaire à la dépassection. La figure 4.38 illustre la variation du temps t_d ou du nombre de cycles à la dépassection N_d en fonction de l'étendue de la contrainte cyclique $\Delta\sigma$ pour les deux rapports de charge testés en fatigue.

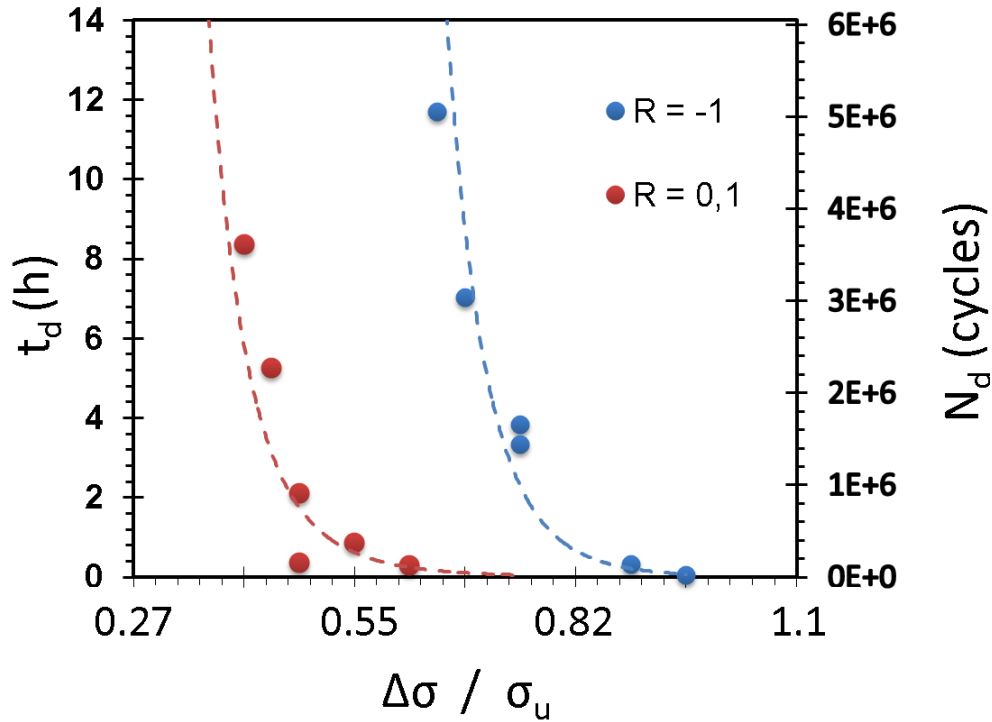


FIGURE 4.38 – Evolution du nombre de cycles N_d nécessaire pour la dépassection locale de l'acier X12CrNiMoV12-3 sous chargement de fatigue en milieu corrosif $0,1 M NaCl + 0,044 M Na_2SO_4$ en fonction de l'étendue de la contrainte cyclique $\Delta\sigma$ appliquée ($f = 120 Hz$)

Le seuil de non rupture du film passif correspond au seuil d'apparition des bandes de glissement. Sa valeur varie en fonction du rapport de charge et correspond à la limite de fatigue à 10^7 cycles du matériau dans le milieu corrosif de l'étude. Afin d'intégrer la notion de seuil de contrainte pour la dépassement local du matériau, il est plus judicieux d'écrire l'équation 4.14 en fonction de la contrainte cyclique effective $\Delta\sigma_{eff}$ qui correspond à l'amplitude de contrainte au dessus de la limite d'endurance à un rapport de charge R donné et définie par :

$$N_d = C (\Delta\sigma - \Delta\sigma^D)^n = C' \Delta\sigma_{eff}^{n'} \quad (4.16)$$

A partir des résultats obtenus avec un rapport de charge $R = 0,1$ nous avons pu identifier les paramètres C' et n' de la relation de dépassement (équation 4.16). La figure 4.39 montre la courbe d'ajustement de l'équation 4.16 sur les points expérimentaux.

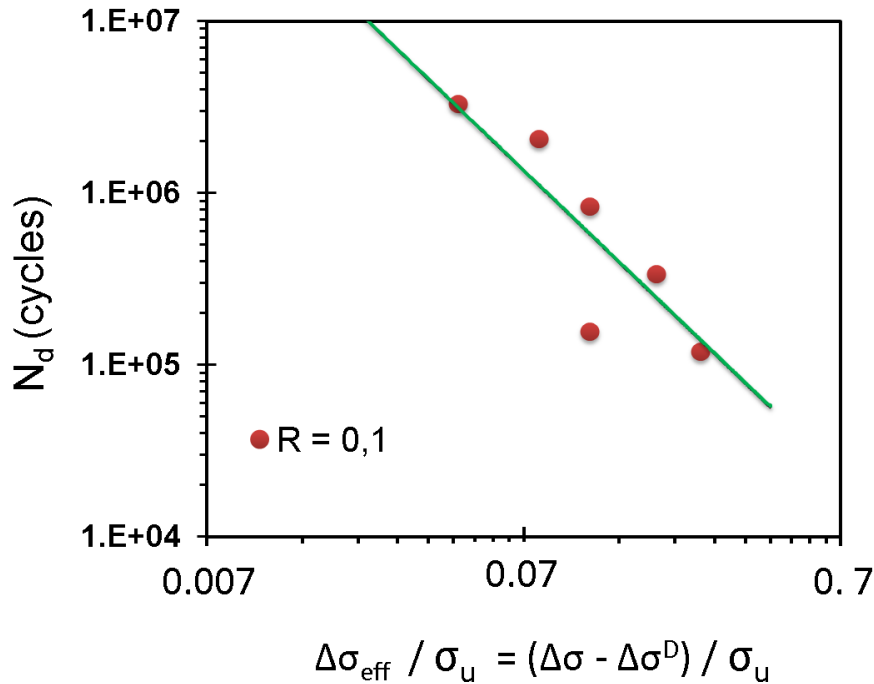


FIGURE 4.39 – Evolution du nombre de cycles nécessaires pour la dépassement N_d locale de l'acier X12CrNiMoV12-3 sous chargement de fatigue à $R = 0,1$ en milieu corrosif $0,1 M NaCl + 0,044 M Na_2SO_4$ en fonction de l'étendue de la contrainte cyclique effective $\Delta\sigma_{eff} = \Delta\sigma - \Delta\sigma^D$.

La validation de ces paramètres a été effectuée sur les résultats des essais de fatigue-corrosion avec un rapport de charge $R = -1$. La variation du nombre de cycles à la dépassement de l'acier en fonction de la contrainte effective $\Delta\sigma_{eff}(R = -1)$ est présentée en figure 4.40. Les paramètres C' et n' identifiés par les résultats avec un rapport de charge $R = 0,1$ permet de décrire correctement les résultats d'essai à $R = -1$.

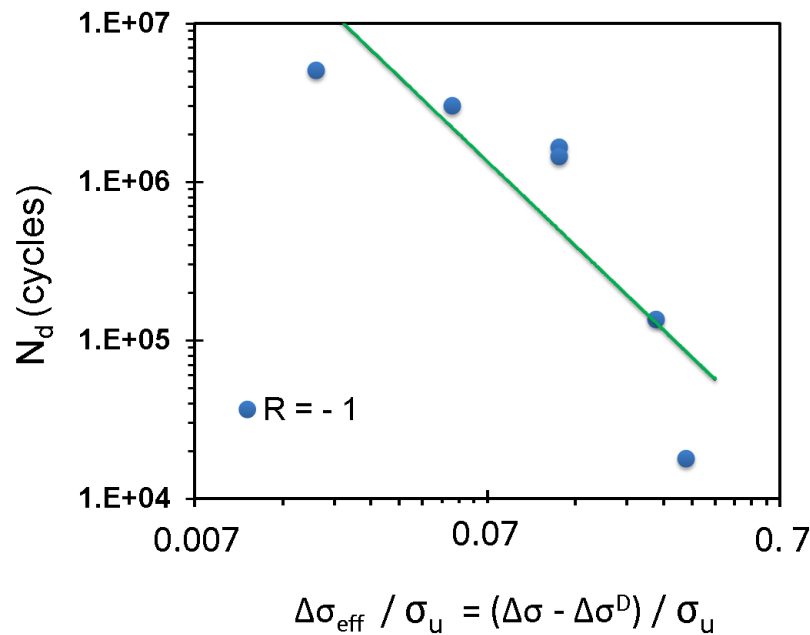


FIGURE 4.40 – Validation de la loi d'évolution du nombre de cycles de la dépassivation N_d en fonction de la contrainte cyclique effective $\Delta\sigma_{eff} = \Delta\sigma - \Delta\sigma^D$ pour un rapport de charge $R = -1$

3.1.1 Discussion

Dans la plupart des travaux réalisés sur la fatigue-corrosion des aciers inoxydables sous conditions de passivation, les auteurs s'intéressent à la phase de développement d'un défaut de corrosion capable de se transformer en fissure propageante. Ce choix est dû au fait que la majorité des essais ont été réalisés dans le domaine de la fatigue oligocyclique à faible fréquence et à des amplitudes de déformation plastique assez importantes pour provoquer une rupture immédiate du film passif. La phase de dépassivation de l'acier est le plus souvent négligée voire non présente, dans les modèles d'endommagement proposés. Dans le cadre de l'étude présentée ici, le niveau de contrainte appliquée est faible et souvent inférieur à la limite d'élasticité macroscopique de l'acier étudié. La fréquence du chargement est suffisamment élevée pour maintenir la dépassivation de l'acier. La cinétique de rupture de passivité est alors un phénomène qui dépend du niveau de contrainte et du nombre de cycles appliqués puisque si le nombre de cycle appliqués est assez grand l'apparition des bandes de glissement pourra subvenir [109]. Cette phase de dépassivation, de durée variable en fonction de niveau de contrainte appliquée, occupe une durée importante par rapport au nombre de cycles à l'amorçage dans le domaine de durée de vie étudié. La loi de dépassivation proposée dans ce chapitre découle du modèle de Harvey [46] et Gerberich [40]. Les auteurs ont pu identifier un modèle de fatigue prenant en compte le rôle des bandes de glissement dans la phase d'amorçage d'une fissure de fatigue. Ce modèle dérive des résultats expérimentaux obtenus par microscopie à force atomique (AFM) sur un polycristal de titane. Ils montrent que le mécanisme d'émergence des bandes de glissement sous un chargement cyclique est sensible à la taille de grains et à l'environnement.

Les paramètres C' et n' de la dépassivation proposée, ont été ajustés sur les résultats expérimentaux obtenus avec un rapport de charge testé $R = 0, 1$. Cette loi a été validée

ensuite sur les résultats expérimentaux avec un rapport de charge $R = -1$. Il paraît judicieux de compléter et valider ultérieurement cette approche de modélisation avec des analyses de l'activité des bandes de glissement par microscopie à force atomique. Ce qui permettra de vérifier expérimentalement l'ensemble des lois et paramètres utilisés pour aboutir à cette modélisation.

3.2 Développement de la corrosion assisté par le chargement cyclique

Le développement d'un défaut de corrosion constitue la deuxième phase d'amorçage d'une fissure en fatigue-corrosion à grande durée de vie. Cette phase représente la dissolution anodique des surfaces mises à nu au niveaux des bandes de glissement intervenant dans la première phase de dép passivation. Toutes les études dans ce domaine reposent sur l'interprétation de la valeur du courant de corrosion pour déterminer la cinétique de dissolution anodique des plans de glissement en fonction de la loi de Faraday [29, 60, 68, 69, 79]. Dans notre cas la valeur du courant de corrosion est inconnue car tous les essais de fatigue-corrosion ont été réalisés à potentiel libre. Les valeurs de courant enregistrées (de l'ordre de quelques nA) au cours des essais ne donnent pas la valeur du courant de corrosion (courant anodique). Étant donnée que la valeur du potentiel libre après la phase de dép passivation est maintenue à une valeur quasi-constante au cours des essais de fatigue-corrosion, la méthode d'estimation du courant de corrosion proposée par Oltra [88] basée sur la décharge d'un condensateur pendant la phase de repassivation (au cours d'essai) n'est pas applicable dans notre cas. En effet la repassivation du matériau n'intervient pas au cours des essais de fatigue avec les deux fréquences de chargement testées (120 et 10 Hz).

Il existe deux méthodologies pour l'estimation de la valeur de courant de corrosion. La première méthode est basée sur la valeur de la résistance de polarisation R_p . Cette grandeur physique peut être identifiée en imposant une variation de potentiel autour du potentiel libre enregistré après la dép passivation du matériau par le chargement mécanique cyclique. Par contre, il a été montré que le potentiel se stabilise autour du pic d'activation de l'acier qui constitue la limite entre les deux réactions électrochimiques de formation de la couche passive et de corrosion anodique de l'acier. L'application de cette première méthode présente le risque de changer les deux demi-réactions d'oxydoréduction. Dans ce cas, l'estimation de la valeur exacte de la résistance de polarisation pour la réaction de dissolution anodique est délicate. La deuxième méthode consiste à réaliser des essais de fatigue-corrosion à potentiel imposé égal au potentiel d'équilibre du film passif ($E \simeq 0,1 \text{ V}/ECS$) enregistré avant le lancement du chargement cyclique. L'identification de la valeur du courant moyen de corrosion nous permettra de déterminer la vitesse moyenne de corrosion à partir de l'expression du volume total de matière perdu V_T , calculé par la loi de Faraday :

$$\frac{dV_T}{dt} = \frac{M}{F\rho} I_{corr} \quad (4.17)$$

où I_{corr} est le courant moyen de dissolution du métal dép passivé.

Dans le cas d'un acier inoxydable, on considère les degrés d'oxydation de Fe^{2+} , Cr^{3+} et Ni^{2+} , soit $M = 26g$. Le paramètre F est la constante de Faraday $F = 96500 \text{ C}$. ρ est la densité du matériau égale à $7,8g/cm^3$. Le volume total de matière perdue V_T est

proportionnel au courant moyen (par cycle) de corrosion et le temps.

$$V_T = A I_{corr} (\Delta\sigma, R) t \quad (4.18)$$

$$A = \frac{M}{F\rho} = 3,45 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/C \quad (4.19)$$

Ce volume total V_T de matière perdu représente la quantité de matière dissoute au cours de la phase de développement de la corrosion au niveau des surfaces mises à nu par les bandes de glissement. Les faciès de rupture des éprouvettes de fatigue-corrosion révèlent la présence d'un seul site d'amorçage en surface (corrosion très localisée). Nous considérons ainsi l'hypothèse que ce volume total perdu correspond à un seul défaut de corrosion à l'origine de l'amorçage d'une fissure de fatigue en milieu corrosif. Les faciès de rupture ainsi que le profil des éprouvettes de fatigue-corrosion ne présentent pas un nombre important de défauts de corrosion visibles de type piquûres ou crevasse. A partir de ces constatations, nous estimons que la corrosion localisée de l'acier se développe au niveau des bandes de glissement présentent dans les zones les plus sollicitées à l'échelle des grains. La forme de défauts de corrosion peut être estimée par un défaut d'une surface noté *aire* et d'une épaisseur e égale à l'épaisseur d'une bande de glissement (figure 4.41).

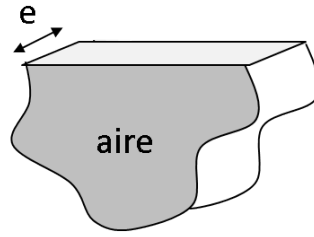


FIGURE 4.41 – Représentation schématique d'un défaut de corrosion localisée développé pendant un essai de fatigue-corrosion de l'acier X12CrNiMoV12-3

Le volume du défaut de corrosion V_c s'exprime en fonction du paramètre géométrique de Murakami ($\sqrt{\text{aire}}$) par la relation :

$$V_c = \left(\sqrt{\text{aire}} \right)^2 e \quad (4.20)$$

En considérant l'hypothèse d'un mono-défaut de corrosion le volume de ce défaut unique peut être alors déterminé suivant la relation :

$$V_c = \left(\sqrt{\text{aire}} \right)^2 e = A I_{corr} t \quad (4.21)$$

L'évolution en fonction du temps de la taille de défaut $\sqrt{\text{aire}}$ peut être exprimée par relation :

$$\sqrt{\text{aire}} = \sqrt{A e} I_{corr} (\Delta\sigma, R)^{1/2} t^{1/2} \quad (4.22)$$

L'amorçage d'une fissure en fatigue-corrosion à une durée de vie inférieure à 10^7 cycles intervient lorsque la taille du défaut de corrosion atteint une valeur critique pour l'amorçage d'une fissure de fatigue. Cette taille critique de défaut de corrosion a_c dépend de

niveau de l'amplitude de contrainte appliquée et du rapport de charge. Le nombre de cycle nécessaire pour atteindre cette taille de défaut s'exprime par la relation :

$$N_c = t_c f = \frac{e f}{A} a_c I_{corr} \quad (4.23)$$

où f est la fréquence du chargement cyclique et a_c la taille de défaut critique pour l'amorçage d'une fissure de fatigue :

$$a_c = (\sqrt{aire})_c^2 \quad (4.24)$$

Les paramètres e , a_c et I_{corr} de l'équation 4.23 dépendent du niveau de la contrainte cyclique et du rapport de charge appliqués. L'identification de ces paramètres nécessitent à la fois des analyses en microscopie à force atomique (AFM), des mesures électrochimiques sous potentiel imposé à différents niveaux de chargement et des essais de propagation de fissure pour estimer la taille de défaut critique pour l'amorçage d'une fissure longue. Ces essais complémentaires n'ont pas été réalisées au cours de cette étude par manque de temps. Nous proposons dans ce cas une équation analytique pour déterminer le nombre de cycle de développement de la corrosion N_c . A partir des résultats de suivi de potentiel libre au cours des essais de fatigue-corrosion nous avons pu identifier la durée de la phase de développement d'un défaut de corrosion t_c en fonction de l'étendue de la contrainte cyclique appliquée $\Delta\sigma$ pour les deux rapports de charge $R = -1$ et $R = 0,1$ dans le cas de l'acier inoxydable X12CrNiMoV12-3 (figure 4.42).

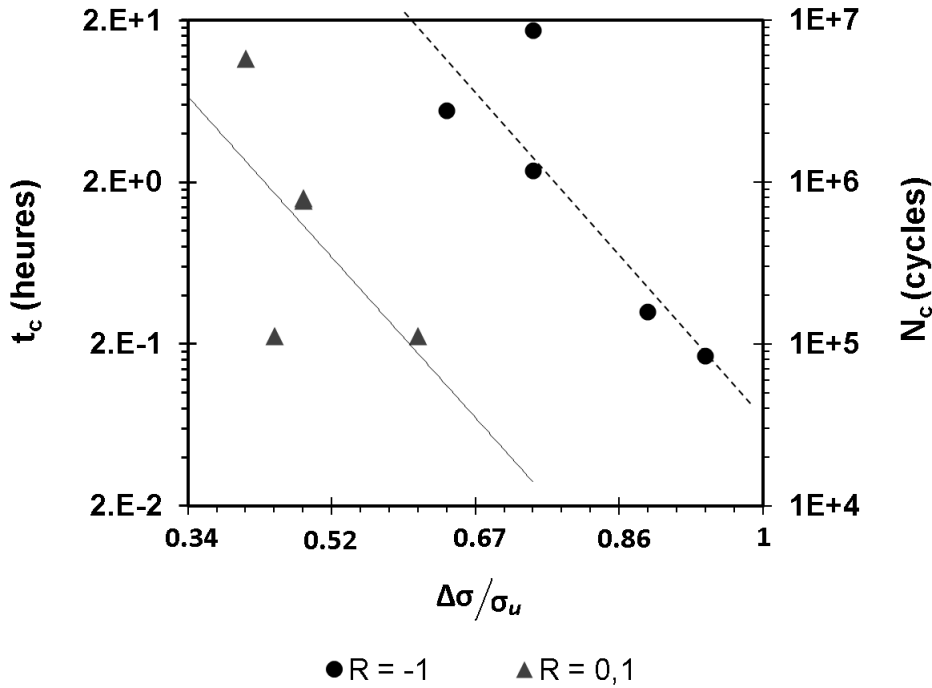


FIGURE 4.42 – Évolution du temps de corrosion t_c (Nombre de cycle N_c) en fonction de la contrainte cyclique appliquée $\Delta\sigma$ pour les deux rapports de charge $R = -1$ et $R = 0,1$

La figure 4.43 représente la durée de la phase de corrosion en fonction de la contrainte effective $\Delta\sigma_{eff}$. La relation qui relie la durée de la corrosion à l'étendue de la contrainte effective est une loi exponentielle avec deux paramètres C''' et n'' :

$$N_c = C''' \exp(n'' \Delta\sigma_{eff}) \quad (4.25)$$

En résumé, l'équation globale du modèle proposé relie le nombre de cycle à l'amorçage N_a à la contrainte effective appliquée par la relation suivante :

$$N_a = N_d + N_c = C' \Delta\sigma_{eff}^{n'} + C'' \exp(n'' \Delta\sigma_{eff}) \quad (4.26)$$

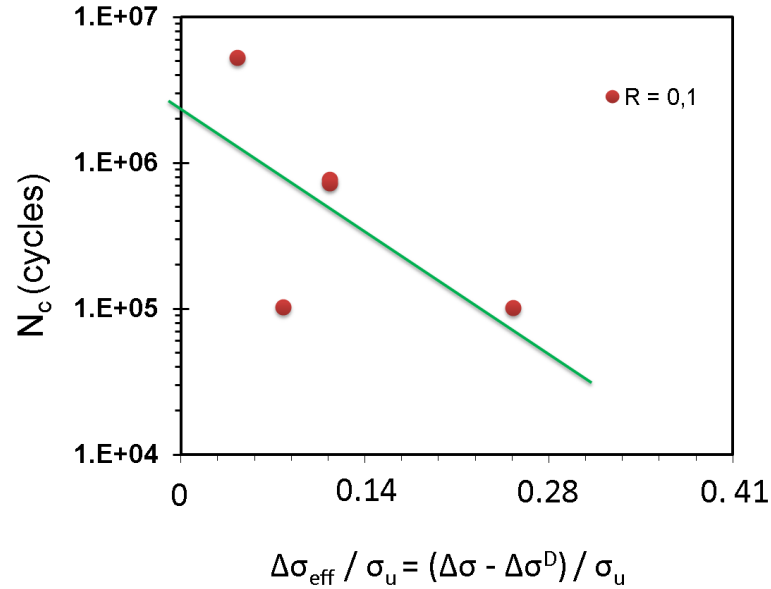


FIGURE 4.43 – Évolution du nombre de cycle de corrosion N_c (temps de corrosion t_c) en fonction de la contrainte cyclique effective $\Delta\sigma_{eff}$ pour un rapport de charge $R = 0,1$

La figure 4.44 compare la loi définie à partir des résultats expérimentaux avec un rapport de charge $R = 0.1$. Le modèle proposé donne une bonne estimation de la durée de vie en fatigue-corrosion de l'acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3 en fonction de la contrainte effective appliquée pour un rapport de charge $R = -1$.

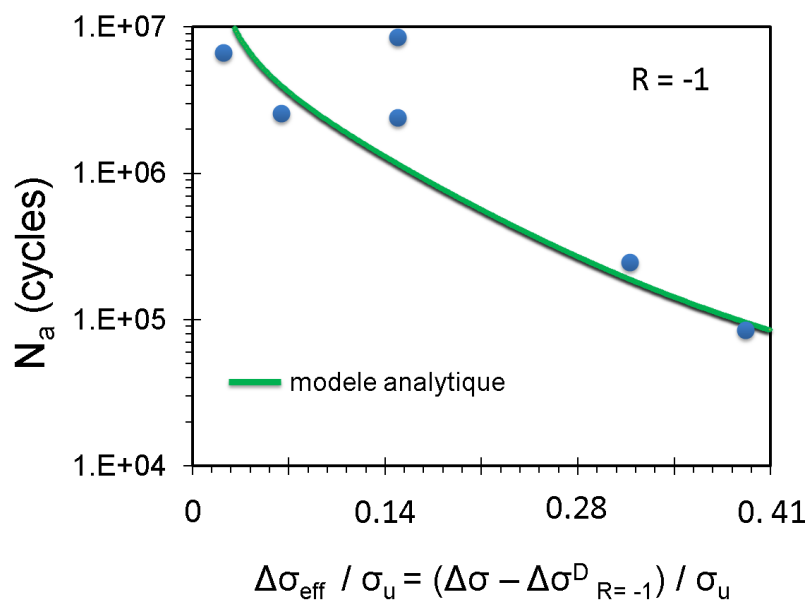


FIGURE 4.44 – Évolution du nombre à l'amorçage N_a en fonction de la contrainte cyclique effective $\Delta\sigma_{eff}$ pour un rapport de charge $R = -1$

4 Conclusion et synthèse

Le milieu corrosif ($0,1 \text{ M NaCl} + 0,044 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$) utilisé dans cette étude est peu agressif sur les éprouvettes de fatigue, mais le fait d'appliquer un chargement cyclique aux éprouvettes accélère le processus de corrosion et entraîne une diminution importante de la durée de vie en fatigue. Cette accélération est liée à la rupture du film passif après la mise en place du chargement mécanique cyclique. Cette dépassement a été mise en évidence par l'évolution du potentiel libre à une valeur proche du pic d'activation de la dissolution anodique au cours des essais de fatigue-corrosion. La cinétique de dépassement et la quantité de surface mise à nu sont contrôlées par le niveau de chargement appliqué. Étant donné que la fréquence du chargement est de 120 Hz dans nos essais la repassivation du matériau ne se produit pas, le potentiel reste donc stable (à environ $-0,4 \text{ V/ECS}$) jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La baisse de la fréquence du chargement à une valeur de 10 Hz (12 fois plus petite) n'entraîne pas un effet significatif sur la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles (10^5 à 10^7 cycles). Ce phénomène est probablement liée au temps très long nécessaire pour la repassivation de l'acier par rapport à la période du chargement cyclique. Ces observations ne peuvent pas être étendues à des fréquences de chargement plus faibles où un phénomène de compétition entre la dépassement et la repassivation du matériau peut avoir lieu. Pour les niveaux de chargement très proche de la limite d'endurance à 10^7 cycles le potentiel libre reste quasi constant pendant toute la durée de l'essai de fatigue. L'évolution du potentiel libre constatée à des durées de vie proche de 10^7 cycles est très faible (quelques dizaines de mV/ECS) comparée à la chute de potentiel de $+0,1 \text{ V/ECS}$ à $-0,4 \text{ V/ECS}$ observée pendant les essais de fatigue-corrosion à un niveau de contrainte plus élevée. Il existe donc un niveau de chargement seuil pour la rupture de la couche passive au dessous du quel la chute du potentiel n'est pas enregistrée avant les 10^7 cycles (durée maximale de cyclage explorée dans le cadre de ce travail), l'éprouvette atteint donc les 10^7 cycles sans fissuration.

Un scénario d'endommagement a été proposé pour expliquer le déroulement de l'amorçage des fissures sous chargement de fatigue en milieu aqueux corrosif. Ce mécanisme qui est basé sur les mesures électrochimiques in-situ. Le mécanisme d'amorçage contient 4 étapes successives occupant chacune une durée de vie spécifique :

- Émergence des bandes de glissement et rupture de passivité ;
- Initiation de la corrosion au niveau du métal mis à nu ;
- Croissance des défauts de corrosion au niveau des bandes de glissement ;
- Amorçage des fissures de fatigue au niveau d'un défaut de corrosion.

Ce scénario comporte deux phases essentielles : la dépassement locale de l'acier et la croissance d'un défaut de corrosion. Un modèle analytique a été proposé dans le cadre de cette étude pour estimer la durée de vie à l'amorçage. Dans ce modèle le nombre de cycle à l'amorçage N_a est la somme du nombre de cycles nécessaires à la dépassement locale de l'acier N_d et du nombre de cycle correspond au développement d'un défaut de corrosion critique N_c pour l'amorçage d'une fissure de fatigue. Ce modèle d'endommagement est basé sur les résultats expérimentaux issus du suivi des paramètres électrochimiques in-situ durant les essais de fatigue. L'équation du modèle identifié avec un rapport de charge $R = 0,1$ permet de tracer la courbe S-N de fatigue-corrosion à grande durée de vie (10^5 à 10^7 cycles) pour un rapport de charge donné connaissant la limite de fatigue à 10^7 cycles du matériau en milieu aqueux de l'étude. L'enrichissement futur de ce modèle nécessite des essais complémentaires de fatigue-corrosion couplés à des observations par AFM.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

L'objectif de cette étude était de répondre à une problématique industrielle bien précise. D'une part, comprendre et quantifier l'influence du milieu aqueux corrosif (0.1 M $NaCl$ + 0.044 M Na_2SO_4) sur la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles (10^5 à 10^7 cycles) de l'acier inoxydable martensitique $X12CrNiMoV12 - 3$. D'autre part, proposer une modélisation de l'amorçage des fissures en fatigue-corrosion.

Cette étude est centrée sur la fatigue-corrosion. Nous avons, dans un premier temps, réalisé une analyse bibliographique qui a permis de montrer la complexité du phénomène de fatigue-corrosion et le nombre réduit des travaux publiés sur les aciers inoxydables martensitiques dans le domaine des grandes durées de vie (10^5 à 10^7 cycles). Cette analyse a aussi permis de mettre en évidence la diversité des paramètres intervenant dans les mécanismes d'amorçage de fissures en fatigue-corrosion et les différentes approches de modélisation existantes. Trois points essentiels ont été retenus :

- Afin d'identifier correctement les mécanismes d'amorçage de fissures en fatigue-corrosion dans un milieu aqueux, de nombreux paramètres (mécaniques, matériau et physico-chimiques) sont à prendre en compte et à contrôler. Le meilleur moyen pour contrôler ces paramètres est de mettre en place un système de suivi électrochimique en cours d'essais de fatigue-corrosion.
- L'effet de ces paramètres est mal établi dans la littérature à cause de diverses interactions qui peuvent se manifester à l'échelle microstructurale. Pour cela, nous avons choisi de centrer notre étude sur l'effet du chargement mécanique en terme de niveau de contrainte, rapport de charge et fréquence de chargement, sur la durée de vie en fatigue dans un seul milieu corrosif aqueux (0.1 M $NaCl$ + 0.044 M Na_2SO_4).
- Certains modèles analytiques ont été développés ces dernières années. Néanmoins, des limitations s'imposent à l'utilisation de ces modèles du fait qu'ils n'intègrent pas les interactions locales corrosion-déformation. Certes ces approches constituent un moyen qualitatif d'analyse des mécanismes d'amorçage de fissure en fatigue-corrosion, mais la nécessité de trouver des moyens expérimentaux, permettant de suivre in-situ l'amorçage, s'impose pour tenter de passer à des modèles plus quantitatifs.

L'effet de la corrosion sur la durée de vie en fatigue a été traité avec deux méthodes différentes. La première, s'intéresse à l'effet purement géométrique des piqûres de corrosion. La deuxième, prend en compte les interactions entre le chargement mécanique cyclique et l'activité électrochimique à la surface des éprouvettes.

La pré-corrosion des éprouvettes de fatigue a été réalisée sous un potentiel de piqû-

ration imposé. A partir des observations optiques, au MEB et par micrographie X la forme vraisemblable et la taille des piqûres réelles ont été identifiées. Quatre tailles différentes de piqûres de corrosion ont été créées artificiellement sur des éprouvettes, qui ont ensuite été testées en fatigue selon la méthode de l'escalier court afin d'identifier la limite de fatigue à 10^7 cycles relative à chaque taille de défaut. A partir de ces résultats nous avons pu identifier le diagramme de Kitagawa expérimental. Les résultats montrent que dans le cas d'une pièce pré-corrodée soumise à un chargement de fatigue à l'air, l'acier X12CrNiMoV12-3 est très sensible aux défauts de corrosion, la taille du défaut critique ($\sqrt{aire}$ de Murakami [80–82]) pour une durée de vie maximale de 10^7 est autour de $7\mu m$.

Une nouvelle approche volumique (non locale) de modélisation de matériau à défauts a été proposée dans le cadre de cette étude. Le choix d'une variable mécanique pertinente s'est porté sur la moyenne volumique de la contrainte équivalente du critère de Crossland autour d'une distance critique d_c . Le critère proposé permet d'estimer, avec une erreur inférieur à 5%, la limite de fatigue en assimilant les défauts de corrosion à des défauts de géométrie hémisphérique. Par rapport à la littérature, l'avantage que présente ce critère est la possibilité d'étudier des configurations complexes de défauts tels que l'effet de voisinage et des géométries réelles irrégulières de défauts. La distance critique d_c de la moyenne volumique appliquée au critère de Crossland correspond à la taille de défaut critique identifié sur le diagramme de Kitagawa ($\sqrt{aire} = 7\mu m$).

Les essais de fatigue-corrosion ont permis d'identifier les interactions entre le chargement mécanique cyclique et l'activité électrochimique à la surface des éprouvettes à partir des résultats de suivi électrochimique in-situ au cours des essais de fatigue-corrosion. Le milieu corrosif (0.1 M $NaCl$ + 0.044 M Na_2SO_4) utilisé dans cette étude est peu agressif sur les éprouvettes de fatigue en l'absence du chargement mécanique cyclique. La valeur du potentiel libre de corrosion enregistrée dans ce milieu est de l'ordre de 0.1 V/ ECS . Elle correspond à l'état stationnaire d'équilibre de la couche passive. L'application d'un niveau de contrainte cyclique supérieur à la limite de fatigue à 10^7 cycles entraîne une chute du potentiel libre à une valeur proche de -0.4 V/ ECS . Cette valeur correspond au pic d'activation de la dissolution anodique observé sur la courbe de polarisation. Ce phénomène correspond à la dépassivation de l'acier. La cinétique de dépassivation et la quantité de surface mise à nu sont contrôlées par le niveau du chargement appliqué. Étant donnée que la fréquence du chargement cyclique appliquée ici est de 120 Hz la repassivation du matériau ne se produit pas durant le cyclage mécanique; le potentiel reste donc stable (à environ -0.4 V/ ECS) jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cette phase correspond à la dissolution anodique des zones dépassivées. La baisse de la fréquence de chargement à une valeur de 10 Hz (12 fois plus petite que 120 Hz) n'entraîne pas un effet significatif sur la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles (10^5 à 10^7 cycles). Ce phénomène est probablement lié au temps très long nécessaire pour la repassivation de l'acier par rapport à la période du chargement. Ces observations ne peuvent pas être étendues à des fréquences de chargement plus faibles de l'ordre du Hertz (comme cela a souvent été étudié dans la littérature en fatigue oligocyclique en milieu corrosif) où un phénomène de compétition entre la dépassivation et la repassivation du matériau peut avoir lieu au cours d'un cycle de fatigue.

Un scénario d'endommagement a été proposé pour expliquer l'amorçage des fissures sous chargement de fatigue en milieu aqueux corrosif. Ce mécanisme basé sur les résultats de mesures électrochimiques in-situ contient 4 étapes :

- Émergence des bandes de glissement et rupture de passivité ;
- Initiation de la corrosion au niveau du métal mis à nu ;
- Croissance des défauts de corrosion au niveau des bandes de glissement ;
- Amorçage des fissures de fatigue au niveau des piqûres de corrosion.

Ce scénario comporte deux phases essentielles : la dépassivation locale de l'acier et la croissance d'un défaut de corrosion. Un modèle phénoménologique a été proposé pour estimer la durée de vie à l'amorçage de l'acier $X12CrNiMoV12-3$. Dans ce modèle le nombre de cycles à l'amorçage, N_a , est la somme du nombre de cycles nécessaires à la dépassivation locale de l'acier, N_d , et du nombre de cycles, N_c , de développement d'un défaut de corrosion critique vis à vis de l'amorçage d'une fissure de fatigue. Ce modèle analytique d'endommagement est basé sur les résultats expérimentaux de suivi du potentiel libre in-situ au cours des essais de fatigue.

Nous disposons à présent d'une technique expérimentale de caractérisation de l'effet de la corrosion aqueuse sur la durée de vie en fatigue des matériaux métalliques à grande durée de vie. Cette technique permet d'identifier un jeu de paramètres électrochimiques nécessaire à la compréhension des mécanismes d'amorçage des fissures en fatigue-corrosion à l'échelle macroscopique. La suite logique de ce travail consiste donc à déterminer les lois de couplage chargement mécanique/corrosion à l'échelle des grains (échelle mésoscopique).

Perspectives

Ce travail a permis de proposer une nouvelle approche volumique non locale pour la prise en compte de l'effet de la présence de défauts géométriques sur la durée de vie en fatigue. Cette approche repose sur la moyenne volumique de la contrainte équivalente du critère de Crossland autour d'une distance critique. En revanche, elle a été validée dans le cas d'un chargement axial de traction sur un seul type de matériau. Les perspectives à court terme de cette étude sont ouvertes vers la validation du critère volumique proposé dans le cas d'autres géométries réelles de défauts et d'autres configurations de chargement (torsion, traction-torsion...).

Cette étude a aussi permis de mettre en évidence la présence de lois de couplage entre le chargement cyclique mécanique et l'activité électrochimique à la surface des éprouvettes testées. A partir de ces résultats nous avons pu identifier un modèle analytique de prévision de la résistance en fatigue à l'amorçage de fissures en fatigue-corrosion de l'acier inoxydable $X12CrNiMo12-3$. Notre étude repose sur la connaissance de l'effet de l'environnement aqueux (0.1 M $NaCl$ + 0.044 M Na_2SO_4) sur la durée de vie en fatigue de l'acier $X12CrNiMoV12-3$. Pour l'enrichissement de cette connaissance quelques travaux complémentaires nous semblent nécessaires :

- Établir une banque de données de l'activité des bandes de glissement par des analyses AFM à la surface des éprouvettes de fatigue avec différentes conditions d'essai : niveau de contrainte, environnement (à l'air et en solution corrosive), rapport de charge et fréquence du chargement.
- Développer un moyen expérimental permettant de relier les paramètres de mesures d'impédances électrochimiques à la quantité de surface dépassivée (mise à nue) localement par le chargement mécanique cyclique.
- Il nous semble aussi nécessaire de coupler les analyses AFM à des analyses par microscopie électrochimique locale (SECM) afin d'identifier la relation entre la mi-

crostructure du matériau et l'activité électrochimique à l'échelle mésoscopique (celle des grains) sous chargement statique. Ceci permettra de vérifier l'effet de la déformation/contrainte sur la valeur locale du courant de corrosion vis-à-vis l'orientation cristalline et l'apparition des bandes de glissement. Des calculs par éléments finis sur agrégats polycristallins avec un modèle de comportement de plasticité polycristalline devait être réalisés pour bien interpréter les résultats expérimentaux compte-tenu des champs de contraintes et de déformations locaux. L'une des difficultés majeures résidera dans l'identification du modèle de comportement sur des aciers dont la microstructure est complexe (multiphasée).

Annexe : Méthode de l'escalier court

Calcul de la limite de fatigue suivant la méthode de l'escalier court [12]

$$\sigma_D = \sigma_f + K \times d$$

avec σ_D la limite d'endurance médiane recherchée, σ_f la dernière valeur de contrainte testée, d le pas de l'escalier (valeur entre les niveaux de contrainte appliqués) et K un coefficient défini par Dixon en fonction de la séquence d'essais réalisée (l'ordre entre éprouvettes rompues et non rompues).

Tableau proposé par Dixon pour les valeurs du coefficient K : cas où le nombre des éprouvettes à partir du premier chargement de réponse est inférieur à 6 :

		1 ^{ère} série des essais + K						
		0	00	000	0000			
2 ^{ème} série des essais	2	X	- 0,500	- 0,388	- 0,378	- 0,377	0	2
	3	X 0	0,842	0,890	0,894	0,894	0 X	3
		X X	- 0,178	0,000	0,026	0,028	0 0	
	4	X 0 0	0,299	0,314	0,315	0,315	0 X X	4
		X 0 X	- 0,500	- 0,439	- 0,432	- 0,432	0 X 0	
		X X 0	1,000	1,122	1,139	1,140	0 0 X	
		X X X	0,194	0,449	0,500	0,506	0 0 0	
	5	X 0 0 0	- 0,157	- 0,154	- 0,154	- 0,154	0 X X X	5
		X 0 0 X	- 0,878	- 0,861	- 0,860	- 0,860	0 X X 0	
		X 0 X 0	0,701	0,737	0,741	0,741	0 X 0 X	
		X 0 X X	0,084	0,169	0,181	0,182	0 X 0 0	
		X X 0 0	0,305	0,372	0,380	0,381	0 0 X X	
		X X 0 X	- 0,305	- 0,169	- 0,144	- 0,142	0 0 X 0	
		X X X 0	1,288	1,500	1,544	1,549	0 0 0 X	
		X X X X	0,555	0,897	0,985	1,000 ⁺¹	0 0 0 0	
	6	X 0 0 0 0	- 0,547	- 0,547	- 0,547	- 0,547	0 X X X X	6
		X 0 0 0 X	- 1,250	- 1,247	- 1,246	- 1,246	0 X X X 0	
		X 0 0 X 0	0,372	0,380	0,381	0,381	0 X X 0 X	
		X 0 0 X X	- 0,189	- 0,144	- 0,142	- 0,142	0 X X 0 0	
		X 0 X 0 0	0,022	0,039	0,040	0,040	0 X 0 X X	
		X 0 X 0 X	- 0,500	- 0,458	- 0,453	- 0,453	0 X 0 X 0	
		X 0 X X 0	1,169	1,237	1,247	1,248	0 X 0 0 X	
		X 0 X X X	0,611	0,732	0,756	0,758	0 X 0 0 0	
		X X 0 0 0	- 0,296	- 0,266	- 0,263	- 0,263	0 0 X X X	
		X X 0 0 X	- 0,831	- 0,763	- 0,753	- 0,752	0 0 X X 0	
		X X 0 X 0	0,831	0,935	0,952	0,954	0 0 X 0 X	
		X X 0 X X	0,296	0,463	0,500	0,504 ⁺¹	0 0 X 0 0	
		X X X 0 0	0,500	0,648	0,678	0,681	0 0 0 X X	
		X X X 0 X	- 0,043	0,187	0,244	0,252 ⁺¹	0 0 0 X 0	
		X X X X 0	1,603	1,917	2,000	2,014 ⁺¹	0 0 0 0 X	
		X X X X X	0,893	1,329	1,465	1,406 ⁺¹	0 0 0 0 0	
		X	XX	XXX	XXXX			
		1 ^{ère} série des essais - K						

Bibliographie

- [1] T.-H. AHN : Investigation of strain-induced martensitic transformation in metastable austenite using nanoindentation. *Scripta Materialia*, 63(5):540 – 543, 2010.
- [2] S. AMOKRANE et J. P. BADIALI : Modern aspects of electrochemistry. *chapitre Analysis of the capacitance of the metal-solution interface*, page 1 – 91, Plenum press, 1992.
- [3] C. AMZALLAG, B. MAYONOBÉ et P. RABBE : Electrochemical corrosion testing. *ASTM-STP 727*, page 69, 1981.
- [4] A. BANVILLET, T. PALIN-LUC et S. LASSERRE : A volumetric energy based high cycle multiaxial fatigue criterion. *International Journal of Fatigue*, 25(8):755 – 769, 2003.
- [5] B. BAROUX, G. BÉRANGER et C. LEMAITRE : *Les aciers inoxydables*, chapitre passivité et rupture de la passivité des aciers inoxydables, page 162. les éditions de physique, 1990.
- [6] J. BARRALIS et G. MAEDER : *Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés et normalisation*. Les précis AFNOR/NATHAN. éditions Nathan, 2005.
- [7] F. BASTENAIRE : *Etude statistique et physique de la dispersion des résistances et des durées à la fatigue*. Thèse de doctorat, Faculté des sciences de l'université de Pais, Janvier 1960.
- [8] C. BATHIAS et P. C. PARIS : *Giagacycle Fatigue in Mechanical Practice*. Marcel Dekker, 270 Madison Avenue , New york, USA, 2005.
- [9] D. BELETT, D. TAYLOR, S. MARCOS, E. MAZZEO, J. GUILLOIS et T. PIRCHER : The fatigue behaviour of three dimensional stress concentrations. *International journal of Fatigue*, 27:207–221, 2005.
- [10] H. BIDOUARD : *Etude de l'effet de surcharges sur la tenue en fatigue à grande durée de vie d'un acier ferrito-bainitique sous chargement d'amplitude variable*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, Juin 2009.
- [11] T. BILLAUDEAU : *Fatigue multiaxiale des matériaux à défauts : mécanismes et critère d'endurance*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2002.
- [12] A. BRAND, J.F. Flavenot R. GRGOIRE et C. TOURNIER : *Données technologiques sur la fatigue*. CETIM, 1992.
- [13] A.R. BROOKS, C.R. CLAYTON, K. DOSS et Y.C. LU : On the role of cr in the passivity of stainless steel. *J. Electrochem. Soc.*, 133:2459–2465, 1986.
- [14] J. BÉNARD, A. MITCHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT : *Métallurgie générale*. Masson Ed., page 651, 1984.
- [15] L.M. CABALIN, M.P. MATEO et J.J. LASERNA : Large area mapping of non-metallic inclusions in stainless steel by an automated system based on laser ablation. *Spectrochimica Acta*, B 59:567–575, 2004.

- [16] N. CAILLET : *Prise en compte des spécificités des pièces forgées en fatigue illimitée*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2007.
- [17] F. CHAOYANG et Z. JIASHEN : Corrosion fatigue behavior of carbon steel in drilling fluids. *Corrosion Engineering section*, 54(8):651–656, 1998.
- [18] J. C. CHARBONNIER : *Proc. 7th international vacuum Congr., 3rd international conf. solid surface*, Vienne 1977.
- [19] G.S. CHEN, K.-C WAN, M. GAO, R.P. WEI et T.H. FLUORNOY : Transition from pitting to fatigue crack growth - modeling of corrosion fatigue crack nucleation in a 2024-T3 aluminium alloy. *Material science and engineering A*, 219:126 – 132, 1996.
- [20] I. CORNET et S. GOLAN : Influence of temperature on corrosion fatigue. *Corrosion*, 15:262, 1959.
- [21] L. CRETEGNY et A. SAXENA : Evolution of surface deformation during fatigue of PH 13-8 Mo stainless steel using atomic force microscopy. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 25:305 – 314, 2002.
- [22] P.-J. CUNAT et J. CHARLES : Stainless steel, from a century to the next. *Revue de métallurgie*, page 976, Novembre 2004.
- [23] F. DABOSI, G. BERANGER et B. BAROUX : Corrosion localisée,. *ed. Les éditions de physique*, pages 241 – 283, 1994.
- [24] M.A. DAEUBLER, G.W. WARREN, I.M. BERNSTEIN et A.W. THOMPSON : Modeling of corrosion fatigue crack initiation under passive electrochemical conditions. *Metallurgical transactions A*, 22A:521, 1991.
- [25] J.L. DAWSON et M.G.S. FERREIRA : Electrochemical studies of the pitting of austenitic stainless steel. *Corrosion Science*, 26(12):1009 – 1026, 1986.
- [26] K. Van der WALDE, J.R. BROCKENBROUGH, B.A. CRAIG et B.M. HILLBERRY : Multiple fatigue crack growth in pre-corroded 2024-T3 aluminium. *International journal of fatigue*, 27:1509 – 1518, 2005.
- [27] DOLLEY, LEE et WEI : The effect of pitting corrosion on fatigue life. *Fatigue Fracture of Engineering Materials Structures*, 23:555–560, 2000.
- [28] D.TAYLOR : Geometrical effects in fatigue : a unifying theoretical model. *International Journal of Fatigue*, 21(5):413 – 420, 1999.
- [29] D. J. DUQUETTE : *Corrosion fatigue : Chemistry, Mechanics, and Microstructure*, chapitre A review of aqueous corrosion fatigue. Nace-2. National Association of Corrosion, 1973.
- [30] R. EBARA : *Fatigue ultrasonore*, chapitre Corrosion fatigue behaviour of 13Cr stainless steel and Ti-6Al-4V ultrasonic frequency. TMS editions, 1980.
- [31] R. EBARA : Corrosion fatigue crack initiation in 12 % chromium stainless steel. *Mater Sci Eng A*, 13:468–470, 2007.
- [32] R. EBARA, T. KAI et K. INOUE : *Corrosion-fatigue Technology*, chapitre Corrosion-fatigue behavior of 13Cr stainless steel in sodium-chloride aqueous solution and steam environment, page 155. ASTM STP 642, 1978.
- [33] K. ENDO et Y. MIYAO : Effects of cyclic frequency on the corrosion fatigue strength. *Bull. Japan Soc. Mech. Eng.*, 1:374, 1958.
- [34] J. F. FLAVENOT et N. SKALLI : L' épaisseur de couche critique ou une nouvelle approche du calcul en fatigue des structures soumises a des sollicitations multiaxiales. *Mec. Mater. Electr*, 397:15–25, 1983.

-
- [35] F.MOREL et T. PALIN-LUC : A non-local theory applied to high cycle multiaxial fatigue. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 25(7):649–665, 2002.
- [36] S. FRAPPART, X. FEAUGAS, J. CREUS, F. THEBAULT, L. DELATTRE et H. MARCHEBOIS : Study of the hydrogen diffusion and segregation into Fe–C–Mo martensitic HSLA steel using electrochemical permeation test. *Journal phys. chem. solids*, 71:1467 – 1479, 2010.
- [37] O. FARRAZ, E. CAVALCANTI et AR. Di SARLI : The characterization of protective properties for some naval steel/polymeric coating/3% NaCl solution systems by EIS and visual assessment. *Corrosion science*, page 80, 1995.
- [38] H. GADOUBINI, Y. NADOT et C. REBOURS : Influence of mean stress on the multiaxial fatigue behaviour of defective materials. *International Journal of fatigue*, 30:1623–1633, 2008.
- [39] K. GENEL, M. DEMIRKOL et M. ÜRGEN : Effect of cathodic polarisation on corrosion fatigue behaviour of ion nitride AISI 4140. *Int. J. of Fatigue*, pages 537–543, 2002.
- [40] W.W. GERBERICH, S.E. HARVEY, D.E. KRAMER et J.W. HOEHN : Low and high cycle fatigue— a continuum supported by AFM observations. *Acta Materialia*, 46(14):5007 – 5021, 1998.
- [41] G.J.BRUG, A.L.G. Van Den EEDEN, M. SLUYTERS-REHBACH et J.H. SLUYTERS : The analysis of electrode impedance complicated by the presence of a constant element. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 176:275, 1984.
- [42] A. J. GOULD : *Ibid.*, 227, 1972.
- [43] K.M. GRUENBERG, B.A. CRAIG, B.M. HILLBERRY, R.J. BUCCI et A.J. HINKLE" : Predicting fatigue life of pre-corroded 2024-T3 aluminum. *International Journal of Fatigue*, 26:629 – 640, 2004.
- [44] M. H. EL HADDAD : Prediction of non propagation cracks. *Engng. Fact. Mech.*, 11:573–584, 1979.
- [45] B. P. HAIGH : Experiments on the fatigue of brasses. *J. Inst. Metals*, 18:55, 1917.
- [46] S.E. HARVEY, P.G. MARSH et W.W. GERBERICH : Atomic force microscopy and modeling of fatigue crack initiation in metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(10):3493 – 3502, 1994.
- [47] D.W. HETZNER et W. Van GEERTFUYDEN : Crystallography and metallography of carbides in high alloy steels. *Mater. Charac.*, 59:825–841, 2008.
- [48] D.W. HOEPPNER : Prediction of component life by application of fatigue crack growth knowledge. *Engineerind fracture mechanics*, 6:47 – 70, 1974.
- [49] C.H. HSU et F. MANSFELD : Technical note : Concerning the conversion of the constant phase element parameter y_0 into a capacitance. *Corrosion science*, 57:747, 2001.
- [50] H. S. ISACS : *Localized Corrosion*, chapitre In Intergranular Corrosion of Stainless Steels. Nace-3, 1974.
- [51] J-B. JORCIN : *Spectroscopie d'impédance électrochimique locale : caractérisation de la délamination des peintures et de la corrosion des alliages Al-Cu*. Thèse de doctorat, Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux - CIRIMAT, Toulouse, France, 2007.

- [52] M. KAMINSKI : *Modélisation de l'endommagement en fatigue des superalliages monocristallins pour aubes de turbines en zone de concentration de contrainte*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech, 2007.
- [53] A.M. KAUFFMAN : Understanding electrochemical cells. *Rapport technique 1, Solartron*, 1997.
- [54] A.S. KEH et S. WEISSMAN : Deformation substructure in body-centred cubic metals. *Electron microscopy and strength of crystals*, Ierescience Publishers, NY-London, pages 231 – 300, 1963.
- [55] Al.Th. KERMANIDIS, P.V. PETROYIANNIS et Sp.G. PANTELAKIS : Fatigue and damage tolerance behaviour of corroded 2024 T351 aircraft aluminum alloy. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 43:121 – 132, 2005.
- [56] Y. H. KIM : Development of fatigue, crack propagation design and analysis methodology in a corrosive environment for typical mechanically-fastened joints (state of the art assessment). *Report No. NADC-83126-60*, 1 (AD-A136414), December 1983.
- [57] H. KITAGAWA et S. TAKAHASHI : applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. *Actes de 2nd Int. conf. Mech. behavior of materials*, pages 627–631, 1976.
- [58] H. KITAHARA, R. UEJI, N. TSUJI et Y. MINAMINO : Crystallographic analysis of plate martensite in Fe-28.5 at.% Ni by FE-SEM/EBSD. *Mater. Charac*, 54:378 – 386, 2005.
- [59] Y. KONDO : Prediction of fatigue crack initiation life based on pit growth. *Corrosion*, 45:7–11, 1979.
- [60] C. LAIRD et DJ. DUQUETTE : Mechanisms of fatigue crack nucleation. *dans O. Devereux and A.J. McEvily and R.W. Staehle, Corrosion fatigue : chemistry, mechanics and microstructure, Vol 2*, page 88, NACE, 1973.
- [61] Y. LAN, H.J. KLAAR et W. DAHL : Evolution of dislocation structures and deformation behavior of iron at different temperatures : Part II. dislocation density and theoretical analysis. *Metall. Trans. A*, 33:537 – 544, 1992.
- [62] H. H. LEE et H. H. UHLIG : Corrosion fatigue of type 4140 high strength steel. *Met. Trans.*, pages 7–11, 1972.
- [63] G. D. LEHMANN : *Engineering*, 128:190, 1929.
- [64] H.P. LIEURADE : Revue critique des essais de fatigue corrosion. *Revue de métallurgie*, page 411, Mai 2002.
- [65] C.-K. LIN, W.-C. FAN et W.-J.TSAI : Corrosion fatigue of precipitation-hardening martensitic stainless steel. *Corrosion Science Section*, 58(11):904–911, 2002.
- [66] T. C. LINDLEY, P. MCINTYRE et P.J. TRANT : Fatigue crack initiation at corrosion pits. *Metals technology*, 9:135 – 142, 1982.
- [67] T. MAGNIN : A new approach to low cycle fatigue behavior of a duplex stainless steel based on the deformation mechanisms of the individual phases. *low cycle fatigue ASTM STP 942*, 1988.
- [68] T. MAGNIN : Mécanismes de fatigue-corrosion des alliages métalliques. *Revue de Métallurgie*, 2002.
- [69] T. MAGNIN et L. COUDREUSE : Corrosion fatigue mechanisms in bcc stainless steels. *Acta Metallurgica* 35, 1987.

-
- [70] T. MAGNIN et A. DESESRET : Approche des mécanismes d'endommagement en fatigue-corrosion. *Mémoire et études scientifique, Revue de métallurgie*, page 641, Novembre 1983.
- [71] R. MATHIS : Initiation and early growth mechanisms of corrosion fatigue cracks in stainless steels. *Journal of material science*, 22:907–914, 1987.
- [72] R. MATHIS : Crack initiation mechanisms for corrosion fatigue of austenitic stainless steel. *Corrosion Science*, 53(2):129–135, 1997.
- [73] M. EL MAY, T. PALIN-LUC, N. SAINTIER et O. DEVOS : Effect of corrosion on the high cycle fatigue strength of martensitic stainless steel X12CrNiMoV12-3. *International Journal of Fatigue*, 47(0):330 – 339, 2013.
- [74] D. J. MCADAM : Stress-strain-cycle relationship and corrosion-fatigue of metals. *Jr. Proc. ASTM*, 26:224, 1926.
- [75] D. J. MCADAM : Influence of water composition on stress corrosion. *Jr. Proc. ASTM*, 31:259, 1931.
- [76] F. MOHAMMADI, T. NICKCHI, M.M. ATTAR et A. ALFATAZI : EIS study of potentiostatically formed passive film on 304 stainless steel. *Corrosion science*, 57:747, 2001.
- [77] S. MORITO : The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. *Acta Materialia*, 54(19):5323 – 5331, 2006.
- [78] J. A. MOSKOVITZ et M. PELLOUX : *Corrosion-fatigue Technology*, chapitre Corrosion-fatigue behavior of austenitic-ferritic stainless steels, page 133. ASTM STP 642, 1978.
- [79] M. MULLER : Theoretical consideration on corrosion fatigue crack in initiation. *Metallurgical transactions A*, 13A:649, 1982.
- [80] Y. MURAKAMI : Effects of small defects and inhomogeneities on fatigue strength : experiments, model and applications to industry. *Actes de : Mechanisms, machanics of damage, failure, ECF 11, Petit J. éditeur, EMAS, Poitiers, France*, pages 31–42, 1996.
- [81] Y. MURAKAMI : *Metal Fatigue : Effects of small defects and nonmetallic inclusions*. Ed. Elsevier, 2002.
- [82] Y. MURAKAMI : Metal fatigue : Effets of small defects and nonmetallic inclusions. *Elsevier Ed.*, 2002.
- [83] Y. NADOT : *Influence des défauts de fonderie sur la résistance à la fatigue d'une fonte GS*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 1992.
- [84] H. NEUBER : Theory of notch stresses : principles for exact calculation of strength with reference to structural form and material. 2 ed., *Springer Verlag, Berlin*, 1958.
- [85] J. NEWMAN : Frequency dispersion in capacity measurements at a disk electrode. *Electrochem. Soc.*, 117(2):198 – 203, 1970.
- [86] G. OKAMOTO : Passive film of 18-8 stainless steel structure and its function. *Corrosion Science*, 13:471–489, 1973.
- [87] R. OLTRA et M. KEDDAM : Application of impedance technique to localized corrosion. *Corrosion Science*, 28(21-22):1–18, 1988.
- [88] R. OLTRA et M. KEDDAM : *Les aciers inoxydables*, chapitre Méthode d'études électrochimiques de la corrosion localisée des aciers inoxydables, page 215. les éditions de physique, 1990.

- [89] R. OLTRA et M. KEDDAM : *Les aciers inoxydables*, chapitre Principes de l'étude électrochimique de la corrosion des aciers inoxydables, page 215. les éditions de physique, 1990.
- [90] M.E. ORAZEM et B. TRIBOLLET : Electrochemical impedance spectroscopy. *The electrochemical society series*, 2008.
- [91] T. PALIN-LUC et S. LASSERRE : An energy based criterion for high cycle multiaxial fatigue. *Eur. J. Mechanics, A/Solids*, 17:237, 1998.
- [92] T. PALIN-LUC, R. PÉREZ-MORA, C. BATHIAS, G. DOMÍNGUEZ, P. C. PARIS et J. L. ARANA : Fatigue crack initiation and growth on a steel in the very high cycle regime with sea water corrosion. *Engng. Fract. Mech.*, 2010.
- [93] A. PARDO : Pitting corrosion behaviour of austénitic stainless steels - combining effects of Mn and Mo additions. *Corrosion Science*, 50:1796–1806, 2008.
- [94] P.C. PARIS, T. PALIN-LUC, H. TADA et N. SAINTIER : Stresses and crack tip stress intensity factors around spherical and cylindrical voids and inclusions of differing elastic properties and with misfit sizes. *Int. Conf. Crack Path, Vicenza, Italy, 23-25 septembers 2009*, pages 495–502.
- [95] R. PELLOUX : *fatigue des matériaux and des structures tome 2*, chapitre Chapitre 10 : Fatigue-corrosion, pages 141–152. Hermès Paris, 2008.
- [96] J. PESICKA, R. KUZEL, A. DRONHFER et G. EGgeler : The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels. *Acta Mater.*, 51:4847 – 4862, 2003.
- [97] R.E. PETERSON : Notch sensitivity. *G. Sines and J.L. Waisman (Eds.), Metal Fatigue, McGraw Hill, New York*, page 293–306, 1959.
- [98] G. PIJAUDIER-CABOT et Z. P. BAZANT : Non local damage theory. *Journal of Engineering Mechanics*, 113:1512–1533, 1987.
- [99] J.L. PUTAUX, L. FEDERZONI, M. MANTEL, G. BLANC et J.P. CHEVALIER : Etude M.E.H.R. de la martensite thermique dans un alliage Fe-Mn-Si-Cr-Ni à mémoire de forme. *Journal Phys. IV France 4*, page 175, 1994.
- [100] F. J. RADD, L. H. CROWDER et L. H. WOLFE : Effect of pH in the range 6.6–14.0 on the aerobic corrosion fatigue of steel. *Corrosion 16*, page 415, 1960.
- [101] W. RAMBERG et W. R. OSGOOD : Description of stress-strain curves by three parameters. Rapport technique Technical Note No. 902, National Advisory Committee For Aeronautics, Washington DC, 1943.
- [102] N. SAINTIER, T. PALIN-LUC, J. BÉNABES et F. COCHETEUX : Non local energy based fatigue life calculation method under multiaxial variable amplitude loadings. *International Journal of Fatigue*, (0):–, 2013.
- [103] N. SATO : A theory for breakdown of anodic oxide films on metals. *Electrochem. Acta*, 16:1683–1692, 1971.
- [104] P. SCHMUKI : *Corrosion Science*, page 1239–1250, 2005.
- [105] P. SHI et S. MAHADEVAN : Damage tolerance approach for probabilistic pitting corrosion fatigue life prediction. *Engineering fracture mechanics*, 68:1493 – 1507, 2001.
- [106] D. V. SHTANSKY et G. INDEN : Phase transformation in Fe-Mo-C and Fe-W-C STEELS—I. the structural evolution during tempering at 700°C. *Acta Metall.*, 1997.

-
- [107] M. SONSINO, H. KAUFMANN et V. GUBRISIC : Transferability of material data for the example of a randomly loaded truck stub axle. *SAE Tech. Paper Series (970708)*, 1997.
- [108] T. SOURISSEAU : Influence d'éléments d'alliage sur la résistance à la corrosion par piqûres d'aciers inoxydables austénitiques. *Thèse, Grenoble (INPG)*, 2001.
- [109] S. STANZL-TSCHEGG, H. MUGHRABI et B. SCHOENBAUER : Life time and cyclic slip of copper in the VHCF regime. *International Journal of Fatigue*, 29(9–11):2050 – 2059, 2007.
- [110] D. TAYLOR : Fatigue : Some novel applications of fracture mechanics concepts to the problem of stress concentrations. *International journal of fatigue*, 1999.
- [111] D. TAYLOR : Geometrical effects in fatigue : a unifying theoretical model. *Proceedings of XXXI conference of the Italian Association of Stress Analysis (AIAS)*, Parma, 2002.
- [112] R. TOVO, E. BENVENUTI et P. LIVIERI : A gradient formulation for the prediction of the static failure load of brittle notched components. *XV Congresso Italiano di Meccanica Computazionale, AIMETA*, 2004.
- [113] M. TRUCHON et P. RABBE : Comportement en fatigue-corrosion de différents matériaux métalliques en milieu chloruré. *Mémoire et études scientifique Revue de métallurgie*, page 122, Mars 1983.
- [114] K. van der WALDE, J.R. BROCKENBROUGH, B.A. CRAIG et B.M. HILLBERRY : Multiple fatigue crack growth in pre-corroded 2024-T3 aluminum. *International Journal of Fatigue*, "27:1509 – 1518, 2005.
- [115] M. VATER et M. HENN : *Korrosion u. Metallscütz*, 20:179, 1944.
- [116] C. WAGNER et W. Z. TRAUD : Über die deutung von korrosionsvorgängen durch Überlagerung von elektrochemischen teilvorgängen und Über die potentialbildung an mischelektroden. *Zeitschrift für Elektrochemie, angewandte physikalische Chemie*, 44:7, 1938.
- [117] D. WALLINDER, J. PAN et A. DELBLANC-BAUER : EIS and XPS study of surface modification of 316LVM stainless steel after passivation. *Corrosion Science*, 41:275 – 289, 1999.
- [118] C. WANG, M. WANG, J. SHIE, W. HUI et H. DONG : Effect of microstructural refinement on the toughness of low carbon martensitic steel. *Scripta Mater.*, 58:492 – 495, 2008.
- [119] Y. WANG et R. AKID : Role of nonmetallic inclusions in fatigue, pitting and corrosion fatigue. *Corrosion Science*, 52(2):92–102, 1996.
- [120] S. XU : Crack initiation mechanisms for low cycle fatigue of type 316Ti stainless steel in high temperature water. *Mat. Sci. and engineering A*, pages 16–25, 2008.
- [121] B. YEUM et A. ARBOR : *ZsimpWin 3.20*. EChem Software, Michigan, USA, 2004.

Etude de la tenue en fatigue d'un acier inoxydable martensitique pour l'aéronautique en milieu marin corrosif

RESUME : Ces travaux ont pour objectif l'identification et la compréhension de l'effet de la corrosion aqueuse sur la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles (HCF) d'un acier inoxydable martensitique utilisé dans des applications aéronautiques. Tout d'abord, l'effet géométrique des défauts de corrosion sur la limite de fatigue à 10^7 cycles à l'air a été étudié avec quatre tailles différentes de piqûres de corrosion. A partir de ces résultats, une nouvelle approche volumique non locale de modélisation numérique a été proposée pour prendre en compte la géométrie réelle d'un défaut de corrosion. Cette dernière a été analysée par microtomographie X. Les phénomènes de couplage entre le chargement cyclique et la corrosion ont été identifiés par des essais de fatigue à grande durée de vie (entre 10^5 et 10^7 cycles) dans une solution aqueuse à 0,1 M NaCl (à pH = 6) pour deux rapports de charge ($R = -1$ et 0,1). Le comportement électrochimique du film passif a été étudié *in-situ* au cours des essais de fatigue-corrosion par le suivi du potentiel libre de corrosion et des mesures d'impédance électrochimique. Les observations des mécanismes d'amorçage de fissures et les résultats des mesures électrochimiques *in-situ* ont permis d'identifier un scénario d'amorçage des fissures de fatigue-corrosion. Ce scénario implique des processus de rupture locale du film passif (induite par le chargement cyclique) et de corrosion assistée par le chargement cyclique. Finalement un modèle analytique de prévision de la durée de vie en fatigue dans un milieu aqueux corrosif a été proposé à partir des résultats expérimentaux.

Mots clés : fatigue-corrosion, acier inoxydable martensitique, grande durée de vie, défaut de corrosion, approche volumique, mesure électrochimique *in-situ*, couplage, mécanisme d'amorçage de fissure

Corrosion fatigue behavior of a martensitic stainless steel used for aeronautic applications

ABSTRACT: This study addresses the effects of corrosion on the high cycle fatigue (HCF) strength of a martensitic stainless steel used in aeronautic applications. First, the geometrical effect of corrosion pits on the fatigue strength in air at 10^7 cycles was studied with four different pit sizes. A new non-local fatigue criterion was proposed to simulate real shapes of pits as identified by X-ray microtomography. Corrosion fatigue synergetic phenomena were studied by HCF tests (between 10^5 and 10^7 cycles) in a 0.1 M NaCl aqueous solution (pH = 6) under two load ratios ($R = -1$ and 0.1). The electrochemical behavior of the passive film was investigated during *in situ* corrosion fatigue tests by free potential measurements and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). Based on fractography analysis and electrochemical test results, corrosion fatigue crack initiation mechanisms were investigated. A scenario of fatigue crack initiation was proposed based on physical evidence. This scenario implied combined processes of local passive film fracture (induced by cyclic loading), stress-assisted corrosion and enhanced pitting development. Local passive film fracture was the main cause of the corrosion fatigue crack initiation. Finally, an analytical model for corrosion fatigue crack initiation was proposed.

Keywords: corrosion fatigue, martensitic stainless steel, High cycle fatigue, corrosion pit, volumetric approach, *In-situ* electrochemical measurements, corrosion fatigue crack initiation mechanism