

(NC)

HE



FR9701855

ISSN 0429 - 3460

CEA-R-5691

CEA-R-5691

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

Jouze

95002201

Gestion INIS
 Doc. enreg. le : 23/12/95
 N° TRN : F.R.970.1855
 Destination : I,I+D,D

**CARACTERISATION QUANTITATIVE
 DE L'AMORÇAGE ET DE LA PROPAGATION
 EN CORROSION SOUS CONTRAINTE.
 APPROCHE D'UNE MODELISATION
 PHENOMENOLOGIQUE**

par

Olivier RAQUET

DIRECTION DES TECHNOLOGIES AVANCEES
 DEPARTEMENT D'ETUDES
 DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX
 Centre d'Etudes Nucléaires de Fontenay-aux-Roses

Rapport CEA-R-5691

ARRIVEE - CIRST	
16 AOUT 95	004782
Circ. :	REV. :

1995

**SERVICE DE DOCUMENTATION
 ET D'ÉDITION MULTIMÉDIA**
 C.E.-SACLAY 91191 GIF-sur-YVETTE Cédex FRANCE

RAPPORT CEA-R-5691 Olivier RAQUET

"CARACTERISATION QUANTITATIVE DE L'AMORÇAGE ET DE LA PROPAGATION EN CORROSION SOUS CONTRAINTE. APPROCHE D'UNE MODELISATION PHENOMENOLOGIQUE"

Sommaire - Une étude purement phénoménologique de la fissuration par corrosion sous contrainte a été entreprise à partir du couple acier inoxydable austénitique Z2 CN 18.10 / solution aqueuse de MgCl₂ à l'ébullition. Après des essais de traction lente à vitesse d'allongement imposée, l'exploitation des informations morphologiques (forme des fissures et répartition de leurs tailles) a permis de proposer une formulation analytique des vitesses d'amorçage et de propagation.

Cette représentation a conduit à la caractérisation quantitative de l'influence de la vitesse d'allongement de l'éprouvette et de l'effet d'inhibiteurs de corrosion sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures. Elle peut également être utile à la recherche des mécanismes de fissuration en servant de "crible" pour la détermination des étapes cinétiquement limitantes : en effet, aucune hypothèse à caractère mécaniste n'a été nécessaire à son établissement.

1995- Commissariat à l'Energie Atomique - France

RAPPORT CEA-R-5691 Olivier RAQUET

"QUANTITATIVE CHARACTERIZATION OF INITIATION AND PROPAGATION IN STRESS CORROSION CRACKING. AN APPROACH OF A PHENOMENOLOGICAL MODEL"

Summary - A purely phenomenological study of stress corrosion cracking was performed using the couple Z2 CN 18.10 (304 L) austenitic stainless steel / boiling MgCl₂ aqueous solution. The exploitation of the morphological information (shape of the cracks and size distribution) available after constant elongation rate tests led to the proposal of an analytical expression of the crack initiation and growth rates.

This representation allowed to quantitatively characterize the influence of the applied strain rate as well as the effect of corrosion inhibitors on the crack initiation and propagation phases. It can also be used in the search for the stress corrosion cracking mechanisms as a "riddle" for the determination of the rate controlling steps. As a matter of fact, no mechanistic hypothesis has been used for its development.

1995 - Commissariat à l'Energie Atomique - France

N° d'ordre : 1202

THÈSE

PRÉSENTÉE À

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX IPar **Olivier RAQUET**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : Mécanique

**Caractérisation quantitative de l'amorçage et de la propagation
en corrosion sous contrainte.**

Approche d'une modélisation phénoménologique.

Soutenue le : 25 Novembre 1994

Après avis de MM. F. DABOSI, Professeur, E.N.S. de Chimie, Toulouse
T. MAGNIN, Professeur, E.N.S. des Mines, St.-Étienne

Rapporteurs

Devant la commission d'examen formée de :

M. F. DABOSI, Professeur, E.N.S. de Chimie, Toulouse
M. D. DESJARDINS, Professeur, Université Bordeaux I
M. J.P. FRAYRET, Professeur, Université Bordeaux I
M. M. HÉLIE, Ingénieur, CEA Fontenay-aux-Roses
M. T. MAGNIN, Professeur, E.N.S. des Mines, St.-Étienne
Mme M. PUIGGALI, Ingénieur C.N.R.S., Université Bordeaux I
M. G. SANTARINI, Ingénieur, CEA Fontenay-aux-Roses
M. F. VAILLANT, Ingénieur, EdF Les Renardières

Président

Examineurs

- Rapport CEA-R-5691 -

Centre d'Etudes Nucléaires de Fontenay-aux-Roses
Direction des Technologies Avancées
Département d'Etudes du Comportement des Matériaux
Service de la Corrosion d'Electrochimie et de Chimie des Fluides

CARACTERISATION QUANTITATIVE DE L'AMORÇAGE
ET DE LA PROPAGATION EN CORROSION SOUS CONTRAINTE.
APPROCHE D'UNE MODELISATION PHENOMENOLOGIQUE

par

Olivier RAQUET

- Mars 1995 -

Remerciements

Ce travail de thèse, résultat d'une collaboration étroite entre le Commissariat à l'Énergie Atomique et l'Université Bordeaux I, a été réalisé dans le Service de Corrosion d'Électrochimie et de Chimie des Fluides de Monsieur G. PINARD LEGRY. Je le remercie de m'avoir donné cette chance de pouvoir passer trois années au sein de la dynamique et sympathique équipe de Monsieur G. SANTARINI.

J'adresse toute ma gratitude et suis d'une extrême reconnaissance à Monsieur le Professeur D. DESJARDINS, responsable du groupe Mécanique-Corrosion du Laboratoire de Mécanique-Physique de l'Université Bordeaux I, pour, d'une part avoir dirigé ce travail avec intérêt et bienveillance, et d'autre part, m'avoir offert une confiance sans faille en toutes circonstances. Qu'il soit assuré de toute mon amitié.

Je remercie vivement Monsieur F. DABOSI, Professeur à l'École Nationale Supérieure de Chimie de Toulouse, de me faire l'honneur de présider le jury de cette thèse et d'avoir accepté d'en être le rapporteur. Qu'il soit assuré de mon estime et de mon profond respect.

Que Monsieur T. MAGNIN, Professeur à l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, reçoive l'expression de ma profonde reconnaissance pour avoir accepté d'être le rapporteur de ce travail. Je l'en remercie infiniment.

Je suis très heureux de pouvoir exprimer toute ma gratitude à Monsieur F. VAILLANT, chef du laboratoire de Mécanique-Corrosion du département "Étude des Matériaux" du centre de recherche Électricité de France des Renardières pour avoir accepté d'être membre du jury.

Madame M. PUIGGALI, ingénieur CNRS, n'a cessé lors de nos rencontres de m'apporter son soutien. Je lui en suis très reconnaissant et je la remercie d'avoir accepté de participer au jury.

Mes remerciements vont également à Monsieur le Professeur J.P. FRAYRET. Qu'il soit assuré de ma reconnaissance.

Monsieur M. HÉLIE, responsable du Laboratoire d'Études de Corrosion à Température Élevée du CEA, n'a pas manqué une occasion de me faire profiter de son expérience et de ses bonnes idées

novatrices. Je lui suis très reconnaissant pour la confiance qu'il m'a accordée et pour son soutien dans les moments difficiles.

Je désire exprimer à Monsieur Ph. SORNAY, ingénieur au CEA, ma profonde gratitude pour ses conseils bienveillants et ses critiques constructives. Je tiens à lui témoigner ici mon profond attachement.

Je tiens à exprimer ma très grande reconnaissance et mes plus chaleureux remerciements à Monsieur G. SANTARINI, responsable de la Section d'Étude de la Corrosion Aqueuse, pour m'avoir soutenu, conseillé et encouragé pendant ces trois années. Sans ses précieux conseils, ce travail n'aurait pas abouti. Ce qu'il m'a apporté dépasse largement le cadre de cette thèse, puisque c'est à ses côtés que j'ai découvert les joies et les exigences du métier de chercheur. Qu'il soit assuré de ma grande reconnaissance et de mon profond respect.

Enfin, je ne saurais oublier dans ces remerciements l'ensemble des personnes, ingénieurs et techniciens du SCECF, qui durant cette période m'ont apporté leur aide. Je ne puis les citer tous, j'aimerais simplement qu'ils se reconnaissent dans ces quelques lignes.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1. BIBLIOGRAPHIE DE LA CORROSION SOUS CONTRAINTE	3
1. Introduction	3
2. La phénoménologie	3
2.1. Introduction	3
2.2. Spécificité du couple matériau-milieu	4
2.3. Les conditions d'amorçage	5
2.4. La morphologie des fissures	7
2.5. La vitesse de propagation des fissures	8
3. Les modèles mécanistes	10
3.1. Introduction	10
3.2. Modèle de fissuration par perte de matière : modèle de Ford	10
3.3. Modèles de fissuration par fragilisation sans formation d'une nouvelle phase	14
3.3.1. <i>Modèle de Sieradsky-Newman</i>	14
3.3.2. <i>Modèle de Flanagan-Lichter</i>	17
3.3.3. <i>Modèle de Petch</i>	18
3.3.4. <i>Modèle d'Oriani</i>	19
3.3.5. <i>Modèles basés sur une modification de la plasticité</i>	20
3.3.5.1. <i>Modèle de Magnin</i>	
3.3.5.2. <i>Modèle de Jones</i>	
3.3.5.3. <i>Modèle de Lynch</i>	
3.3.5.4. <i>Modèle de Birbaum</i>	

3.4. Modèles de fissuration par fragilisation avec formation d'une nouvelle phase	30
3.4.1. <i>Modèle basé sur la formation d'une phase solide : modèle de Birnbaum</i>	30
3.4.2. <i>Modèles basés sur la formation d'une phase gazeuse</i>	31
3.4.2.1. <i>Modèle de Zapfe</i>	
3.4.2.2. <i>Modèle de Scott</i>	
4. Le modèle morphologique	32
4.1. Introduction	33
4.2. Fonction de répartition des tailles de fissures	33
4.3. Cinétiques d'amorçage et de propagation	33
4.4. Relations générales	34
4.4.1. <i>Phase d'amorçage : relation entre les fonctions Z et w</i>	34
4.4.2. <i>Phase de propagation : relation entre les fonctions Z et v</i>	34
4.5. Quelques remarques	35
CHAPITRE 2. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES	36
1. Le couple matériau-milieu étudié	36
2. La nature de l'essai de CSC	37
3. Le mode opératoire	38
4. Caractérisation de la multifissuration	40
4.1. Caractérisation de l'évolution temporelle de la répartition des tailles de fissures à l'aide des fonctions Z_t et Z_w	41
4.1.1. <i>Définitions</i>	41
4.1.2. <i>Détermination des fonctions Z_t et Z_w</i>	42
4.2. Caractérisation de la morphologie des fissures à l'aide des fonctions f et g	43
4.2.1. <i>Définitions</i>	43
4.2.2. <i>Détermination expérimentale de la forme des fissures</i>	44
4.3. Effets de la coalescence des fissures sur les fonctions de répartition et la fonction de forme	45
CHAPITRE 3. MORPHOLOGIE DES FISSURES	47
1. Première approche : détermination des profils des fissures	47
1.1. Méthodologie	47

1.2. Résultats	48
1.3. Discussion	49
1.3.1. Hypothèse des fissures triangulaires à croissance homothétique	50
1.3.2. Hypothèse des fissures rectangulaires à croissance homothétique	51
1.4. Conclusion	52
2. Deuxième approche : recherche d'une fonction de forme telle que $\beta > 2\alpha$	53
2.1. Introduction	53
2.2. Forme triangulaire à côtés tronqués	54
2.3. Forme triangulaire à sommet tronqué	56
2.4. Conclusion	58
3. Troisième approche : recherche d'une fonction de forme à l'aide d'une méthode plus systématique	59
3.1. Méthode	59
3.2. Résultats	60
3.3. Discussion	60
3.4. Conclusion	62
4. Synthèse	63
5. Conclusion	65
CHAPITRE 4. RECHERCHE DES CINÉTIQUES D'AMORÇAGE ET DE PROPAGATION DES FISSURES	66
1. Introduction	66
2. Evolution de la densité de fissures	66
2.1. Introduction	66
2.2. Evolution de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à 15 μm	67
2.3. Discussion	69
3. Vitesse de propagation des fissures	70
3.1. Introduction	70
3.2. Fonction de répartition des profondeurs de fissures : $Z(l,t)$	71
3.3. Evolution de la profondeur des fissures au cours du temps	74
3.4. Discussion	75
4. Représentation analytique	76
4.1. Représentation analytique proposée	76

4.2. Principales limites de cette représentation analytique	78
5. Conclusion	79
CHAPITRE 5. APPLICATIONS	80
1. Introduction	80
2. Caractérisation de l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation	80
2.1. Introduction	80
2.2. Etude de l'applicabilité de la représentation analytique à d'autres vitesses d'allongement relatif	80
2.3. Evolution des paramètres de fissuration	83
2.3.1. <i>Méthode de détermination des paramètres de fissuration</i>	83
2.3.2. <i>Résultats</i>	84
2.3.3 <i>Discussion</i>	87
2.3.3.1. <i>Influence de la vitesse d'allongement relatif sur la phase d'amorçage</i>	
2.3.3.2. <i>Influence de la vitesse d'allongement relatif sur la phase de propagation</i>	
2.4. Conclusion	91
3. Caractérisation de l'action sur les phases d'amorçage et de propagation de composés minéraux ajoutés à la solution de chlorure de magnésium	92
3.1. Introduction	92
3.2. Additifs retenus	93
3.3. Conditions expérimentales	93
3.4. Résultats	94
3.5. Discussion	96
3.5.1. <i>Influence des additifs sur la phase d'amorçage</i>	97
3.5.1. <i>Influence des additifs sur la phase de propagation</i>	99
3.6. Conclusion	100
4. Conclusion	100
CONCLUSION	101
BIBLIOGRAPHIE	105

NOMENCLATURE	111
ANNEXE 1. Liste des hypothèses du <i>modèle morphologique</i>	113
ANNEXE 2. Relation entre les fonctions Z_t, Z_w et g	115
ANNEXE 3. Propriétés de superposition	122
ANNEXE 4. Recherche d'une fonction de forme telle que $\beta > 2\alpha$	124
ANNEXE 5. Autre forme de fissure	129
ANNEXE 6. Détermination directe de la fonction h et évolution des paramètres λ, μ et α au cours du temps	132
ANNEXE 7. Expression analytique de la fonction Z_t	134

LISTE DES ILLUSTRATIONS

CHAPITRE 1

Tableau 1. *Systèmes matériau-milieu particulièrement sensibles à la fissuration par CSC¹.*

Figure 1. *Relation entre les conditions de pH et de potentiel pour lesquelles la sensibilité d'un acier doux en milieux aqueux est grande et domaines de stabilité des espèces solides et dissoutes sur un diagramme potentiel/pH¹.*

Figure 2. *Représentation schématique de courbes intensité-potentiel obtenues à faible vitesse de balayage pour deux systèmes matériau-milieu : l'un montrant une faible aptitude à la passivation (schéma a), l'autre une passivité stable (schéma b).*

Figure 3. *Mise en évidence de la susceptibilité à la CSC par comparaison des courbes intensité/potentiel à faible et grande vitesse de balayage³.*

Figure 4. *Influence du potentiel et de la contrainte sur la fissuration d'un acier inoxydable austénitique (Z 2 CN 18.10) en solution aqueuse de MgCl₂ (44%) à 153°C⁶.*

Figure 5. *Faciès de rupture montrant la propagation transgranulaire de fissures de CSC dans un acier inoxydable austénitique (Z 2 C N 18.10) en solution aqueuse de chlorure de magnésium (44%, 153°C) à potentiel imposé ($E = E_{corr}$). Essai à charge constante : 300 MPa.*

Figure 6. *Faciès de rupture montrant la propagation intergranulaire de fissures de CSC dans un acier inoxydable austénitique (Z 2 CN 18.10) en solution aqueuse de chlorure de*

magnésium (35%, 120°C) à potentiel imposé ($E = E_{\text{corr}}$). Essai à charge constante : 300 MPa.

Figure 7. Relation entre la vitesse de propagation des fissures et le facteur d'intensité de contrainte¹.

Figure 8. Influence de la température sur la vitesse de propagation des fissures⁹. Acier inoxydable Z 6 CN 18.9 en solution aqueuse de NaCl (22%).

Tableau synoptique 2. Etapes physico-chimiques "élémentaires" suggérées par les auteurs des différents modèles mécanistes.

Figure 9. Modèle de dissolution des plans de glissement²⁴. Transferts de charges en fond de fissure et sur les parois de celle-ci.

Figure 10. Relation entre la vitesse de propagation des fissures et la densité de courant de dissolution maximum⁴¹, toutes deux déterminées expérimentalement. La droite correspond à la vitesse théorique de propagation des fissures calculée à partir de la relation (1) avec $z = 2$.

Figure 11. Représentation schématique des différentes étapes de propagation selon Newman et Sieradski⁴³. Les figures a, b, c représentent une fissure en coupe, les figures d, e, f en vue de dessus.

Figure 12. Nucléation d'une fissure dans un film fragile par ouverture d'un verrou de Lomer-Cottrell⁴².

Figure 13. Evolution de la charge et du courant de dissolution lors de la propagation, en traction lente, d'une fissure $\{110\}$ selon la direction a) $\langle 001 \rangle$ auquel cas la propagation est discontinue, b) $\langle 110 \rangle$ où la propagation est continue à l'échelle de l'observation⁴⁷. La vitesse instantanée de propagation des fissures peut être déduite de la pente de la courbe de la charge P : elle est comprise entre 20 et 100 $\mu\text{m/s}$ pour les deux directions de propagation considérées $\langle 001 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ ⁴⁷.

Figure 14. Représentation schématique de la plasticité en fond de fissure⁴⁷. Formation d'une microfissure par dissolution du plan de glissement et accumulation des dislocations sur le verrou de Lomer-Cottrell.

Figure 15. Effet d'une polarisation anodique ($0,9 \text{ mA.cm}^{-2}$) correspondant à une vitesse de dissolution de $0,33 \text{ nm.s}^{-1}$ sur le fluage d'un fil de cuivre (diamètre 0,27 mm soit environ 2,5 grains en moyenne) dans une solution d'acétate désaérée⁵⁵ (pH=3,7, 25°C). Contrainte appliquée : 90 MPa.

Figure 16. Influence d'une dissolution anodique localisée aux bandes de glissement sur le comportement en fatigue plastique d'un acier inoxydable austénitique et d'un acier ferritique, tous deux à l'état passif⁶⁰.

Figure 17. Effet d'une polarisation cathodique (densité de courant $0,9 \text{ mA.cm}^{-2}$) sur le fluage d'une éprouvette de cuivre dans une solution d'acétate désaérée⁵⁷ (pH=3,7, 25°C). Diamètre de l'éprouvette 0,27 mm (soit en moyenne 2,5 grains). Contrainte appliquée : 90 MPa.

Figure 18. Représentation schématique des différentes étapes conduisant à l'avancée par clivage d'une fissure selon le modèle de Magnin^{60,61}.

Figure 19. Représentation schématique de la microplasticité en fond de fissure au voisinage des joints de grains⁶¹.

Figure 20. Représentation schématique de fissures se propageant de façon intergranulaire ou pseudo-intergranulaire⁶¹.

Figure 21. Représentation schématique des étapes mises en jeu lors de la propagation d'une fissure de CSC ou de FC selon Jones⁷².

Figure 22. Représentation schématique de l'état de contrainte et de déformation en fond de fissure⁷². Les bilacunes pénètrent sur une distance R , atténuent le durcissement et abaissent la contrainte de rupture de σ_r à σ'_r .

Figure 23. Distance et vitesse de diffusion des bilacunes en fonction du temps⁷² ($D=10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$).

Figure 24. Représentation schématique de l'effet d'un chargement cyclique sur le comportement en fluage d'un acier au manganèse en milieu air⁷⁶.

Figures 25a et 25b. Représentation schématique du mécanisme de propagation des fissures ductiles⁶⁵.

Figure 26. Représentation schématique du mécanisme de propagation des fissures fragiles⁶⁵.

CHAPITRE 2

Tableau 3. Composition chimique de l'acier utilisé.

Figure 27. Eprouvette utilisée (essais à vitesse d'allongement constante) de longueur utile 30 mm.

Figure 28. Etats de surface d'une éprouvette avant le polissage électrolytique (a) et après le polissage électrolytique (b) obtenus à l'aide d'un microscope mécanique à balayage. Principaux paramètres d'acquisition : 256×256 points, pas : 2 micromètres. Les trois

"pics" que l'on peut constater sur la figure 28b sont vraisemblablement des artefacts de mesure.

Figure 29. Amarrage d'une éprouvette aux tirants de la ligne de traction.

Figure 30. Cellule de corrosion en P.T.F.E utilisée.

Figure 31. Machine de traction utilisée.

Figure 32. Représentation schématique d'une fissure en trois dimensions.

Figure 33. Micrographie optique d'une partie de la surface utile d'une éprouvette (X 200). Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \cdot s^{-1}$, $t = 105 \text{ min}$.

Figure 34. Micrographie optique d'un échantillon de la section d'une éprouvette (X 200). Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \cdot s^{-1}$, $t = 105 \text{ min}$.

Figure 35. Représentation schématique d'une fissure en deux dimensions. Notations.

Figure 36. Illustration du principe de la méthode de détermination des profils des fissures par polissages parallèles au plan de coupe original.

Figure 37. Micrographie optique ($\times 50$) d'un échantillon de la surface d'une éprouvette en acier inoxydable Z 2 CN 18.10 sollicitée à vitesse d'allongement relatif constante ($5 \cdot 10^{-6} \cdot s^{-1}$) dans une solution aqueuse de $MgCl_2$ (44%, 153°C) jusqu'à sa rupture. Mise évidence du phénomène de coalescence des fissures.

Figure 38. Représentation schématique de la coalescence de deux fissures. Influence sur la densité de traces de fissures.

CHAPITRE 3

Figures 39a et 39b. Profils de fissures obtenus par polissages parallèles au plan de coupe original.

Ces fissures sont présentes à la surface d'une éprouvette déformée jusqu'à sa rupture à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$.

Figure 40. Profils de fissures déterminés par polissages parallèles à la surface de l'éprouvette. Ces fissures sont présentes à la surface d'une éprouvette déformée jusqu'à sa rupture à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$.

Figure 41. Profil d'une fissure de grande taille déterminé par polissages parallèles au plan de coupe original.

Figure 42. Evolution du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur. Les fissures concernées sont présentes à la surface d'une éprouvette déformée jusqu'à sa rupture à la vitesse d'allongement relatif $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Figure 43. Fissure en forme de triangle. Notations.

Figure 44. Graphes représentant les fonctions $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$ et $Z_w(\alpha l, t)$. Essai à vitesse d'allongement relatif constante égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ interrompu après 32 minutes de traction.

Figure 45. Fissure en forme de rectangle. Notations

Figure 46. Graphes représentant les fonctions $-\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t}{\partial l_t}$ et $-\frac{\partial Z_w}{\partial l_w}$. Essai de traction lente à vitesse d'allongement relatif constante égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ interrompu après 32 minutes.

Figure 47. Les fonctions Z_t et Z_w peuvent être assimilées à des fonctions exponentielles.

Figure 48. Représentation schématique d'un réseau de "fissures à côtés tronqués".

Figure 49. Représentation d'un réseau de fissures triangulaires à côtés tronqués, à un instant donné.

Figure 50. Représentation d'un réseau de fissures triangulaires à sommet tronqué.

Figure 51. Fonction $h(l_t)$ à différents instants. Essais à vitesse d'allongement relatif égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Figure 52. Fonction h assimilée à une loi puissance ($5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$).

Figure 53. Fonction h assimilée à une fonction linéaire pour $l_t > k$ ($5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$).

Figure 54. Représentation d'un réseau de fissures en forme d'arc brisé à l'instant $t = 22 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Figure 55. Transformation de la forme des fissures au cours du temps, pour deux fissures de demi-largeur $20 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$ assimilées à un arc brisé.

Figure 56. Représentation d'un réseau de fissures de forme triangulaire à côtés tronqués à l'instant $t = 22 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Figure 57. Transformation au cours du temps de la forme de deux fissures de demi-largeurs égales à $20 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Figure 58. Evolution du rapport demi-largeur profondeur des fissures présentes à la surface d'une éprouvette déformée à la vitesse d'allongement relatif $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ pendant 32 minutes. Les résultats expérimentaux ont été acquis à l'aide de la technique des polissages parallèlement à la surface de l'éprouvette ; les courbes représentent les fonctions (25) et (44).

CHAPITRE 4

Figure 59. Evolution de la contrainte nominale et du potentiel d'électrode de l'éprouvette au cours d'un essai de traction lente à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ mené jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Figure 60. Fonction Z_w . Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Figure 61. Evolution au cours d'un essai de traction lente à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$.

Figure 62. Répartitions des profondeurs de fissures aux instants $t = 22 \text{ min}$, $t = 32 \text{ min}$ et $t = 43 \text{ min}$ en assimilant la forme des fissures à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

- Figure 63.** Fonctions de répartition des profondeurs de fissures construites à partir des fonctions $Z_t(l_b, t)$ et $Z_w(l_w, t)$. Forme des fissures : arc brisé. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$.
- Figure 64.** Fonctions de répartition des profondeurs de fissures construites à partir des fonctions $Z_t(l_b, t)$ et $Z_w(l_w, t)$. Forme des fissures : triangle à côtés tronqués. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$.
- Figure 65.** Evolution de la profondeur de cinq fissures entre les instants $t = 22$ min et $t = 43$ min. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$.
- Figure 66.** Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure considérée. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$.
- Figure 67.** Evolution de la profondeur des fissures entre les instants $t = 20$ min et $t = 43$ min. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$.
- Figure 68.** Fonctions de répartition des profondeurs des traces de fissures expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$. Durées d'essai : $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min.
- Figure 69.** Evolution de la profondeur de la plus grande fissure au cours de l'essai. Vitesse d'allongement relatif : $5.10^{-5} s^{-1}$.

CHAPITRE 5

- Figure 70.** Evolution du potentiel d'électrode et de la contrainte nominale en fonction de l'allongement relatif de l'éprouvette. Vitesse d'allongement relatif : $6,7.10^{-6} s^{-1}$.
- Figure 71.** Fonction de répartition des demi-largeurs de fissures aux instants $t = 60$ min, $t = 75$ min, $t = 90$ min et $t = 105$ min. Vitesse d'allongement relatif : $6,7.10^{-6} s^{-1}$.
- Figure 72.** Fonction de répartition des profondeurs de fissures. Vitesse d'allongement relatif : $6,7.10^{-6} s^{-1}$.
- Figure 73.** Evolution de la profondeur des fissures au cours d'un essai réalisé à la vitesse d'allongement $6,7.10^{-6} s^{-1}$. La densité Z est exprimée en mm^{-2} .
- Figure 74.** Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la profondeur de la fissure considérée. Vitesse d'allongement relatif : $6,7.10^{-6} s^{-1}$.

Figure 75. Evolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'essais réalisés aux vitesses d'allongement relatif suivantes : 10^{-4} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} .

Figure 76. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durée de l'essai : $t = 30 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : 10^{-4} s^{-1} .

Figure 77. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durées des essais : $t = 22 \text{ min}$, $t = 32 \text{ min}$ et $t = 43 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Tableau 4. Valeurs des paramètres Z_0 , v_{\max} et t_i pour les différentes vitesses d'allongement considérées.

Figure 78. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durées des essais : $t = 70 \text{ min}$ et $t = 90 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : 10^{-5} s^{-1} .

Figure 79. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durées des essais : $t = 60 \text{ min}$, $t = 75 \text{ min}$, $t = 90 \text{ min}$ et $t = 105 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Figure 80. Amorçage des fissures. Allongement relatif de l'éprouvette et vitesse d'allongement relatif.

Figure 81. Influence de la vitesse d'allongement relatif sur l'évolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'un essai de traction lente.

Figure 82. Influence de la vitesse d'allongement relatif sur la vitesse de propagation des fissures. La densité Z est exprimée en mm^2 .

Figure 83. Evolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'un essai de traction lente. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Additifs : dichromate de potassium, iodure de potassium, chlorure d'étain.

Tableau 5. Influence des composés ajoutés à la solution de MgCl_2 sur la durée de traction nécessaire à la rupture des éprouvettes. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Figure 84. Influence des additifs sur la densité totale de fissures et l'instant moyen d'amorçage des fissures. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Figure 85. Influence des additifs sur la vitesse de propagation de la plus grande fissure et les paramètres de propagation r_1 et r_2 . Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Figure 86. Fonctions Z_t expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Durée de l'essai : $t = 105 \text{ min}$. Additif : dichromate de potassium.

Figure 87. Fonctions Z_t expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Durée de l'essai : $t = 105 \text{ min}$. Additif : iodure de potassium.

Figure 88. Fonctions Z_t expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Durée de l'essai : $t = 105 \text{ min}$. Additif : chlorure d'étain.

Figure 89. Influence du chlorure d'étain sur l'évolution de la profondeur d'une fissure sur une éprouvette pré-entallée soumise à une charge constante (le composé H_2PtCl_6 accélère la vitesse de la réaction de réduction de l'ion H^+)⁹⁶.

Figure 90. Vitesse de propagation des fissures en fonction du rapport Z / Z_0 . Vitesse d'allongement relatif : $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

ANNEXE 2

Figure 91. Représentation schématique d'une fissure. Notations.

Figure 92. Fissures, coupées sur leur tronçon BC, ayant des profondeurs de traces comprises entre l_t et $l_t + dl_t$.

Figure 93. Fissures, coupées sur leur tronçon AB, ayant des profondeurs de traces comprises entre l_t et $l_t + dl_t$.

Figure 94. Représentation schématique d'une fissure triangulaire à côtés tronqués et à sommet tronqué. Notations.

ANNEXE 4

Figure 95. Graphes représentant les fonctions $\beta \exp\left(\frac{l}{\alpha l_2}\right)$ et $\frac{2l}{l_2} + 2\alpha$ lorsque $2\alpha \geq \beta$.

Figure 96. Graphes représentant les fonctions $\beta \exp\left(\frac{l}{\alpha l_2}\right)$ et $\frac{2l}{l_2} + 2\alpha$ lorsque $2\alpha < \beta$.

ANNEXE 5

Figure 97. Graphes représentant les fonctions $\beta \exp\left(\frac{l-\alpha k}{\alpha l_2}\right)$ et $\frac{2l}{l_2} + 2\alpha$ lorsque $2\alpha \geq \beta \exp\left(-\frac{k}{l_2}\right)$.

ANNEXE 6

Tableau 6. Evolution des paramètres λ, μ au cours du temps. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Tableau 7. Evolution du paramètre α au cours du temps. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Introduction

La fissuration par Corrosion Sous Contrainte (CSC) est une des manifestations les plus pernicieuses de la corrosion localisée. Sous l'action conjointe d'un environnement et d'une contrainte de tension, de fines fissures se développent, pouvant provoquer des ruptures d'installations aux conséquences catastrophiques. De nombreux secteurs de l'industrie sont concernés par ce problème préoccupant : on peut citer les secteurs chimique, pétrochimique, aéronautique, et nucléaire. Pourtant, malgré un grand nombre d'études expérimentales systématiques entreprises un peu partout dans le monde, il demeure encore mal compris. Les principales raisons susceptibles d'être invoquées sont les suivantes :

- la multiplicité et les interactions des processus physico-chimiques intervenant dans le phénomène de fissuration,
- l'absence, jusqu'à récemment, de méthodes quantitatives pour caractériser l'amorçage et la propagation des fissures.

Afin d'éliminer ce second obstacle, un modèle purement phénoménologique de caractérisation expérimentale a été développé au Service de Corrosion, d'Electrochimie et de Chimie des Fluides du Commissariat à l'Energie Atomique. Ce modèle, appelé *modèle morphologique*, ne fait appel à aucune hypothèse à caractère mécaniste et permet à partir de l'exploitation de l'information morphologique présente sur les éprouvettes de CSC de déterminer des lois globales de comportement : les cinétiques d'amorçage et de propagation des fissures. Le modèle morphologique a déjà été appliqué au cas de la fissuration de l'Alliage 600 dans l'eau à température élevée (l'effet Coriou), mais contient encore certaines imperfections.

Ce travail de thèse se situe dans le contexte des recherches entreprises pour améliorer ce modèle. L'objectif principal est d'éprouver ses possibilités pratiques d'application. Pour cela, un couple matériau-milieu plus commode à utiliser au laboratoire que l'Alliage 600 dans l'eau à température élevée a été choisi : il s'agit de l'acier inoxydable Z 2 CN 18.10 dans une solution aqueuse de chlorure de magnésium (44% en poids, 153°C) : pour des essais de traction lente à vitesse d'allongement imposée, ce

système fournit, de façon reproductible, une fissuration abondante en des temps très courts (quelques heures).

La présentation de ce travail débute par une revue bibliographique destinée à présenter les principales caractéristiques du phénomène de fissuration par CSC, les modèles mécanistes proposés, et le *modèle morphologique* (**chapitre 1**).

L'information morphologique présente sur une éprouvette déformée à vitesse d'allongement constante est caractérisée à l'aide de trois fonctions : deux décrivent l'évolution au cours de l'essai de la répartition des tailles de fissures, la dernière, la transformation de la forme de ces mêmes fissures. Le **chapitre 2** présente, avec les conditions des essais, la manière de déterminer expérimentalement ces trois fonctions.

Pour préciser la fonction de trois variables caractérisant la forme des fissures, nous avons été amenés à utiliser, successivement, trois approches différentes (**chapitre 3**). Cette fonction décrit l'évolution au cours de l'essai de la forme des fissures de même dimension (par exemple même profondeur) et l'évolution de la forme des fissures en fonction de leur taille à un instant donné.

Deux fonctions décrivant les cinétiques d'amorçage et de propagation des fissures ont ensuite été déduites des fonctions caractérisant l'information morphologique présente sur l'éprouvette. Une représentation analytique de la cinétique du phénomène de fissuration par CSC est proposée : elle comprend une vitesse d'amorçage et une vitesse de propagation des fissures (**chapitre 4**).

L'influence de la vitesse d'allongement imposée au fût de l'éprouvette sur les cinétiques d'amorçage et de propagation a fait l'objet d'une étude dont les résultats sont présentés dans le **chapitre 5**. Dans ce même chapitre, l'action d'inhibiteurs potentiels a été caractérisée. Leur influence sur les phases d'amorçage et de propagation est quantifiée.

Chapitre 1

Bibliographie de la corrosion sous contrainte

1. Introduction

L'objet de ce premier chapitre est de rappeler ce qu'est le phénomène de fissuration par CSC et de préciser les paramètres susceptibles de l'influencer. Les principaux modèles mécanistes, qui sont des interprétations du phénomène, sont présentés ainsi que leurs domaines d'application. Enfin, le *modèle morphologique*, qui permet d'obtenir une représentation phénoménologique quantitative de la fissuration par CSC est détaillé.

2. La phénoménologie

2.1 Introduction

D'un point de vue phénoménologique, la fissuration par CSC se manifeste par l'amorçage et la propagation de fissures à partir de l'interface métal-solution sans attaque générale notable du matériau. Le comportement en CSC du système formé par un matériau et un environnement donnés est gouverné par l'interaction de trois types de paramètres :

- les paramètres chimiques, électrochimiques et physiques de l'environnement,
- les paramètres chimiques et structuraux du matériau,
- les sollicitations mécaniques subies par le matériau.

Ces paramètres régissent un grand nombre de processus qui sont :

- les réactions et transports en phase liquide,
- les réactions et transports superficiels,
- les modifications locales des propriétés du matériau,
- la rupture mécanique.

La multiplicité et les interactions entre ces différents processus rendent l'identification du ou des mécanisme(s) responsable(s) de la propagation des fissures extrêmement complexe et malgré la masse importante de données expérimentales

accumulées, le ou les processus le(s) plus lent(s) (ou le(s) plus rapide(s)) dont la cinétique gouverne celle de la propagation des fissures demeure(nt) inconnu(s).

Pour décrire les cas de fissuration par CSC, on se limite le plus souvent à l'examen de caractéristiques propres à ce phénomène de corrosion localisée qui peuvent se résumer ainsi :

- la spécificité du couple matériau-environnement,
- les conditions d'amorçage,
- la propagation des fissures,
- la morphologie des fissures.

2.2 Spécificité du couple matériau-milieu

Aucun matériau ne peut être considéré comme intrinsèquement sensible ou insensible à la CSC, et aucun milieu ne peut être considéré comme un promoteur intrinsèque de CSC. Ainsi, la CSC n'est le fait ni d'un matériau, ni d'un milieu, mais le fait d'un couple matériau-milieu.

Quelques couples matériau-milieu connus pour leur grande sensibilité à la fissuration par CSC sont cités en exemple dans le tableau 1.

Aciers doux	}	OH ⁻ , NO ₃ ⁻ , NH ₄ ⁺ , PO ₄ ³⁻ , CO ₃ ²⁻ /HCO ₃ ⁻ , CO/CO ₂
Aciers ferritiques faiblement alliés		
Aciers haute résistance		H ₂ O, H ₂ , H ₂ S
Aciers inoxydables austénitiques		Cl ⁻ , OH ⁻ , H ₂ O(O ₂)
Alliages d'aluminium		Cl ⁻
Alliages de cuivre		NH ₄ ⁺
Alliages de titane		Cl ⁻ , NO ₃ ⁻ , sels fondus, CH ₃ OH

Tableau 1. Systèmes matériau-milieu particulièrement sensibles à la fissuration par CSC¹.

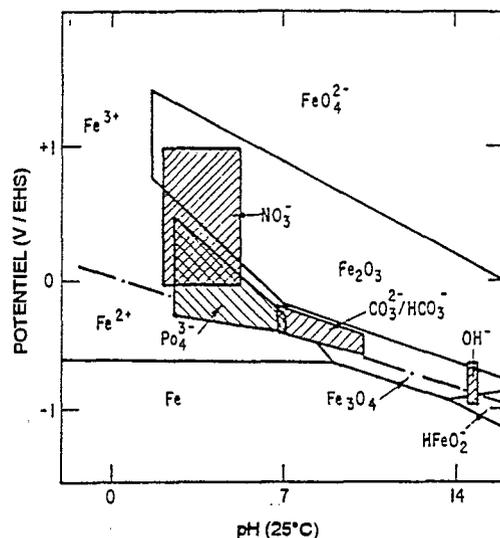


Figure 1. Relation entre les conditions de pH et de potentiel pour lesquelles la sensibilité d'un acier doux en milieu aqueux est grande et domaines de stabilité des espèces solides et dissoutes sur un diagramme potentiel/pH¹.

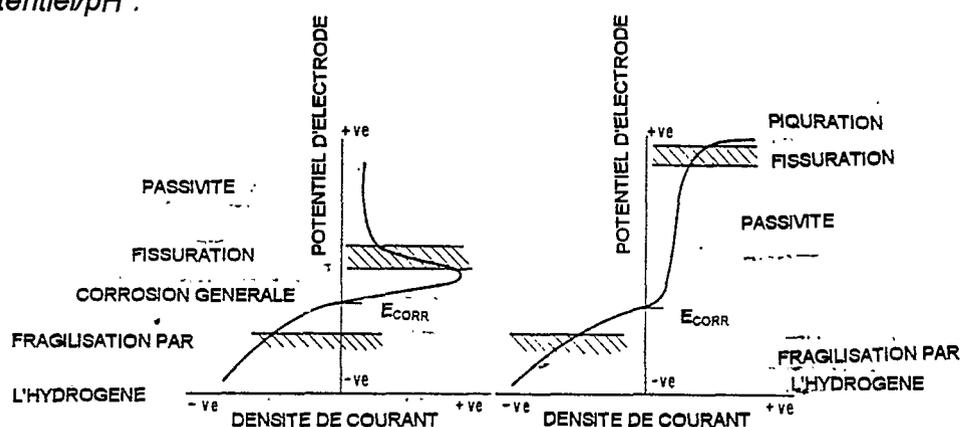


Figure 2. Représentation schématique de courbes intensité/potentiel obtenues à faible vitesse de balayage pour deux systèmes matériau-milieu : l'un montrant une faible aptitude à la passivation (schéma a), l'autre une passivité stable (schéma b).

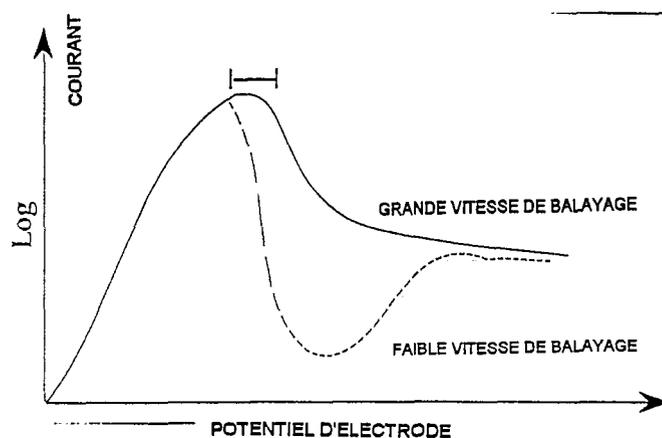


Figure 3. Mise en évidence de la susceptibilité à la CSC par comparaison des courbes intensité/potentiel à faible et grande vitesse de balayage³.

Une majorité de cas de fissuration par CSC se manifeste lorsque le matériau est revêtu d'un film "protecteur" et lorsque l'oxydation (ou l'oxydation/dissolution) du matériau est thermodynamiquement possible.

Ainsi, pour l'exemple de l'acier doux en milieu aqueux (Figure 1), la fissuration par CSC se produit dans des domaines de potentiel et de pH bien précis où les espèces solubles Fe^{2+} et HFeO_2^- peuvent se former en cas de rupture du film protecteur (de magnétite, d'oxydes, ou de sels) dans les solutions contenant les anions OH^- , NO_3^- , CO_3^{2-} ou PO_4^{3-} .

Le domaine de potentiel où la fissuration par CSC d'un système matériau-milieu donné se manifeste correspond à un domaine d'instabilité du film protecteur (Figure 2). Ce domaine est situé à la transition active-passive ou à la limite de la transpassivité.

L'étendue du domaine de potentiel située à la transition active-passive peut être précisée si l'on compare la courbe intensité-potentiel réalisée à petite vitesse de balayage ($\frac{dE}{dt}$) représentée sur la figure 2a à la courbe intensité-potentiel correspondante réalisée à grande vitesse de balayage^{2,3}. En réalisant l'essai à grande vitesse (quelques V/min), on minimise la formation du film de telle sorte que les courants mesurés correspondent à des conditions de surface nue ou peu protégée (figure 3). Par contre, dans l'essai à petite vitesse de balayage (quelques mV/min), on permet la formation du film. La comparaison des deux courbes indique le domaine de potentiel pour lequel existe une haute activité anodique dans des conditions de surface nue et une activité insignifiante quand le temps nécessaire à la formation du film est atteint. C'est dans ce domaine de potentiel que la fissuration par CSC peut se manifester³.

2.3 Les conditions d'amorçage

D'une manière générale, la rupture du film protecteur est nécessaire à l'amorçage d'une fissure. La déformation du substrat, la modification (dans le temps) de la structure physico-chimique du film protecteur ou le développement d'une piqûre induisent la rupture du film et la création de sites anodiques où peuvent se développer des fissures si des conditions tant mécaniques qu'électrochimiques sont réunies.

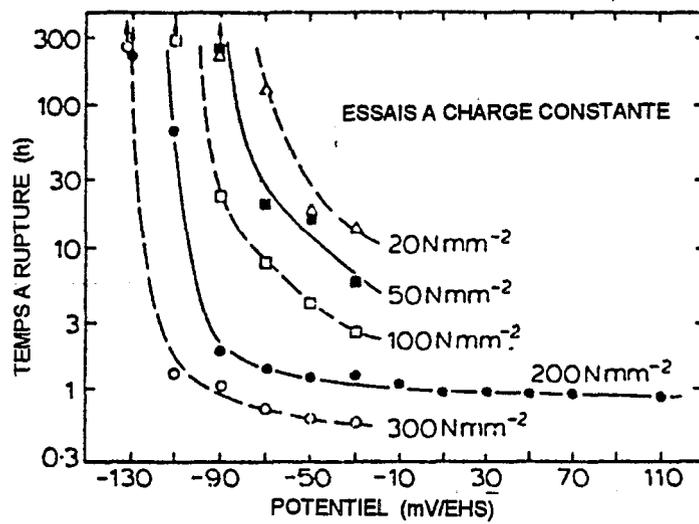


Figure 4. Influence du potentiel et de la contrainte sur la fissuration d'un acier inoxydable austénitique (Z 2 C N 18.10) en solution aqueuse de $MgCl_2$ (44%) à $153^\circ C$ ⁶.

Pour le cas des aciers inoxydables austénitiques en milieu chloruré, la fissuration ne se produisant qu'en milieu suffisamment acide, l'amorçage se produit sur des sites où une rupture locale de la passivité permet, quand le potentiel est suffisamment élevé, une acidification et une concentration locale de chlorures et de cations métalliques. Plusieurs types de sites d'amorçage ont été identifiés⁴ :

- les piqûres,
- les marches de glissement qui subissent une dissolution localisée selon les plans $\{111\}$,
- les inclusions solubles ou non (contenant du sulfure de manganèse) qui provoquent une concentration locale de contrainte et de déformation mais aussi un effet de micro-crevasse qui facilite l'acidification.

La réalisation d'essais à potentiel imposé montre l'existence d'un potentiel critique en deçà duquel la fissuration ne se produit pas. Ce potentiel critique de fissuration est, pour les aciers inoxydables austénitiques, souvent proche du potentiel de piqûration, voire confondu avec ce potentiel, cela autant en milieu neutre et dilué qu'en milieux relativement acides et concentrés comme le sont les solutions aqueuses de $MgCl_2$.

Par ailleurs, un changement de nature du film superficiel a été mis en évidence au voisinage du potentiel critique de fissuration⁵.

Dans ces conditions, le potentiel critique d'amorçage des fissures est le potentiel qui "permet" d'obtenir une acidification locale suffisante dans les sites d'amorçages potentiels (plus le potentiel est cathodique, plus le dégagement d'hydrogène est important, moins les protons sont libres et moins l'acidification locale est importante).

La diminution du potentiel critique de fissuration qui accompagne l'augmentation de la contrainte appliquée (figure 4) montre que plus les sollicitations mécaniques sont importantes moins l'acidification des sites d'amorçage potentiels est nécessaire à la fissuration (étant données les conditions expérimentales précisées à la figure 4, il est difficile de concevoir que l'amorçage d'une fissure puisse se manifester sans sa propagation).

De la même manière, le rôle précurseur des sites d'amorçage potentiels est minimisé avec l'acidité croissante du milieu.

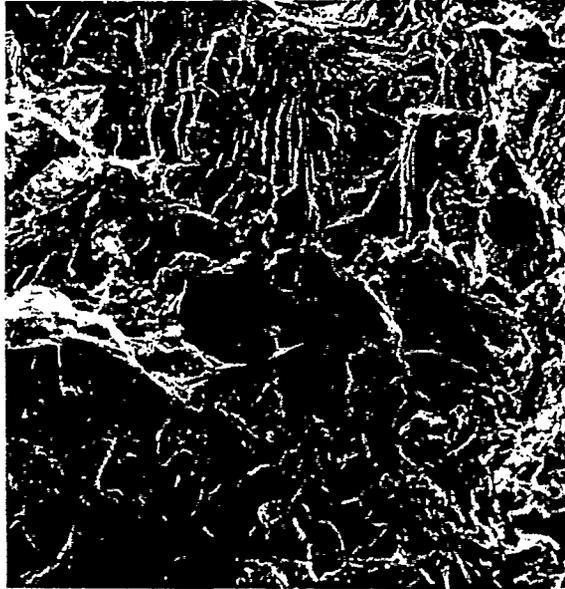


Figure 5. Faciès de rupture montrant la propagation transgranulaire de fissures de CSC dans un acier inoxydable austénitique (Z 2 C N 18,10) en solution aqueuse de chlorure de magnésium (44%, 153°C) à potentiel imposé ($E = E_{\text{corr}}$). Essai à charge constante : 300 MPa.



Figure 6. Faciès de rupture montrant la propagation intergranulaire de fissures de CSC dans un acier inoxydable austénitique (Z 2 C N 18,10) en solution aqueuse de chlorure de magnésium (35%, 120°C) à potentiel imposé ($E = E_{\text{corr}}$). Essai à charge constante : 300 MPa.

L'amorçage des fissures nécessite une sollicitation mécanique suffisante du matériau. On peut définir un seuil critique de non fissuration exprimé en terme de contrainte limite ou de facteur d'intensité de contrainte critique si l'on étudie l'amorçage de fissures de CSC à l'aide d'éprouvettes pré-entaillées.

Le seuil de non fissuration est naturellement d'autant plus bas que le matériau, dans un environnement donné, est sensible à la fissuration par CSC. Pour un acier de type Z 2 CN 18.10 exposé à une solution de $MgCl_2$ bouillante à $153^\circ C$, des contraintes appliquées de l'ordre de 70 à 100 MPa sont suffisantes^{7,8} ; le facteur d'intensité de contrainte critique^{9,10} est de l'ordre 9 à 12 $MPa.m^{1/2}$.

2.4 La morphologie des fissures

Selon le système matériau-milieu et les conditions expérimentales, les fissures de CSC peuvent traverser les grains : fissures transgranulaires (figure 5) ou bien les contourner : fissures intergranulaires (figure 6).

La fissuration des aciers inoxydables austénitiques en milieux chlorurés est généralement transgranulaire mais des fissures intergranulaires peuvent aussi se développer. Le cas le plus fréquent est celui des aciers "sensibilisés" mais, même en l'absence de sensibilisation, la fissure peut avoir un caractère intergranulaire.

Une fissuration intergranulaire est favorisée par :

- un milieu moins agressif : des températures plus basses¹¹, des concentrations en chlorures plus faibles¹², des potentiels plus cathodiques¹³,
- des sollicitations mécaniques plus sévères : une augmentation du facteur d'intensité de contrainte¹⁴, une augmentation de la vitesse d'allongement de l'éprouvette¹¹.

L'ajout de certains éléments d'alliage comme le molybdène peut également favoriser son aptitude à la fissuration intergranulaire⁹.

La fissuration par CSC produit des faciès de rupture de type fragile, que la fissuration soit intergranulaire ou transgranulaire.

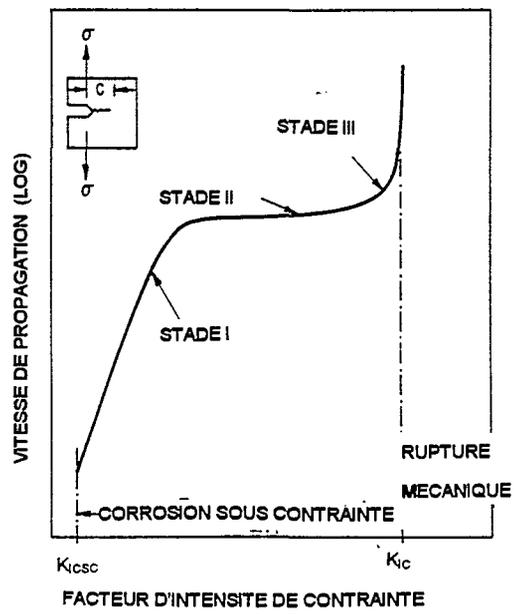


Figure 7. Relation entre la vitesse de propagation des fissures et le facteur d'intensité de contrainte¹.

A l'échelle macroscopique, la rupture d'une éprouvette en acier inoxydable austénitique soumise à une vitesse d'allongement constante suffisamment faible se produit sans striction après un allongement relatif de quelques pour cent seulement, alors que l'allongement relatif à rupture de tels matériaux dépasse 50% en milieu inerte.

A l'échelle microscopique, les fissures dans un acier inoxydable austénitique présentent peu ou pas de traces de déchirures ductiles mais des facettes, des marches, des éventails, ou des rivières avec des aspects souvent identiques à des faciès de clivage dans le cas d'une fissuration transgranulaire. Ces ruptures mettent en jeu des orientations cristallographiques bien définies : les plans $\{100\}$ et $\{110\}$, et parfois $\{210\}$ et $\{211\}$ sont les plus fréquemment identifiés. Bien souvent, les deux faces de la fissure présentent une correspondance géométrique presque parfaite, ce qui peut être interprété comme le signe

- d'une faible déformation plastique en pointe de fissure,
- d'une grande localisation de la déformation plastique en pointe de fissure,
- d'une contribution indirecte de l'oxydation (ou de l'oxydation/dissolution) à l'avancée de la fissure en ce sens que l'avancée des fissures ne résulte pas d'une perte de matière,
- d'une grande localisation de l'oxydation (ou de l'oxydation/dissolution).

2.5 La vitesse de propagation des fissures

D'une manière générale, la vitesse de propagation des fissures de CSC est lente, voire très lente.

Selon les couples matériau-milieu considérés, les vitesses de propagation des fissures sont comprises entre 10^{-11} et 10^{-6} m/s.

Pour certains systèmes matériau-milieu, la vitesse de propagation des fissures est approximativement constante pour une large gamme de sollicitations mécaniques (stade II figure 7). Au stade I, il correspond une augmentation rapide de la vitesse de propagation des fissures avec le facteur d'intensité de contrainte, au stade III l'amorce de la rupture brutale purement mécanique du matériau.

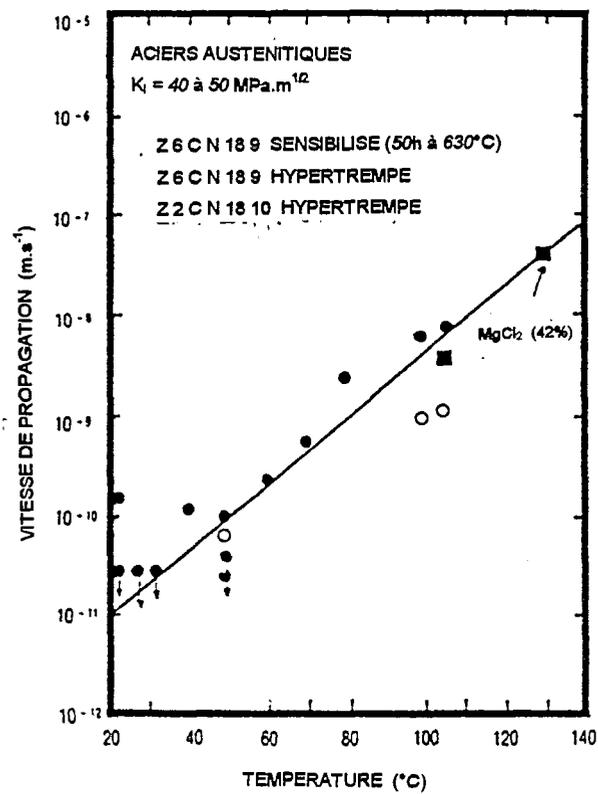


Figure 8. Influence de la température sur la vitesse de propagation des fissures⁹. Acier inoxydable 18 10 en solution aqueuse de NaCl (22%).

Pour l'exemple d'un acier inoxydable austénitique en solution aqueuse de $MgCl_2$ (44%) à $153^\circ C$, l'ordre de grandeur de la vitesse de propagation des fissures⁹ au stade II est 10^{-7} m/s.

La ramification des fissures est observée pour certains couples matériau-milieu lorsque les sollicitations mécaniques dépassent une certaine valeur. Cette valeur exprimée en terme de facteur d'intensité de contrainte est approximativement égale¹⁵ à $25 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour un acier inoxydable austénitique dans une solution aqueuse de $MgCl_2$ (44%) à $153^\circ C$. Cette arborescence restreint la validité de la mesure de la vitesse de propagation et rend difficile l'application des lois de la mécanique de la rupture^{16,17}.

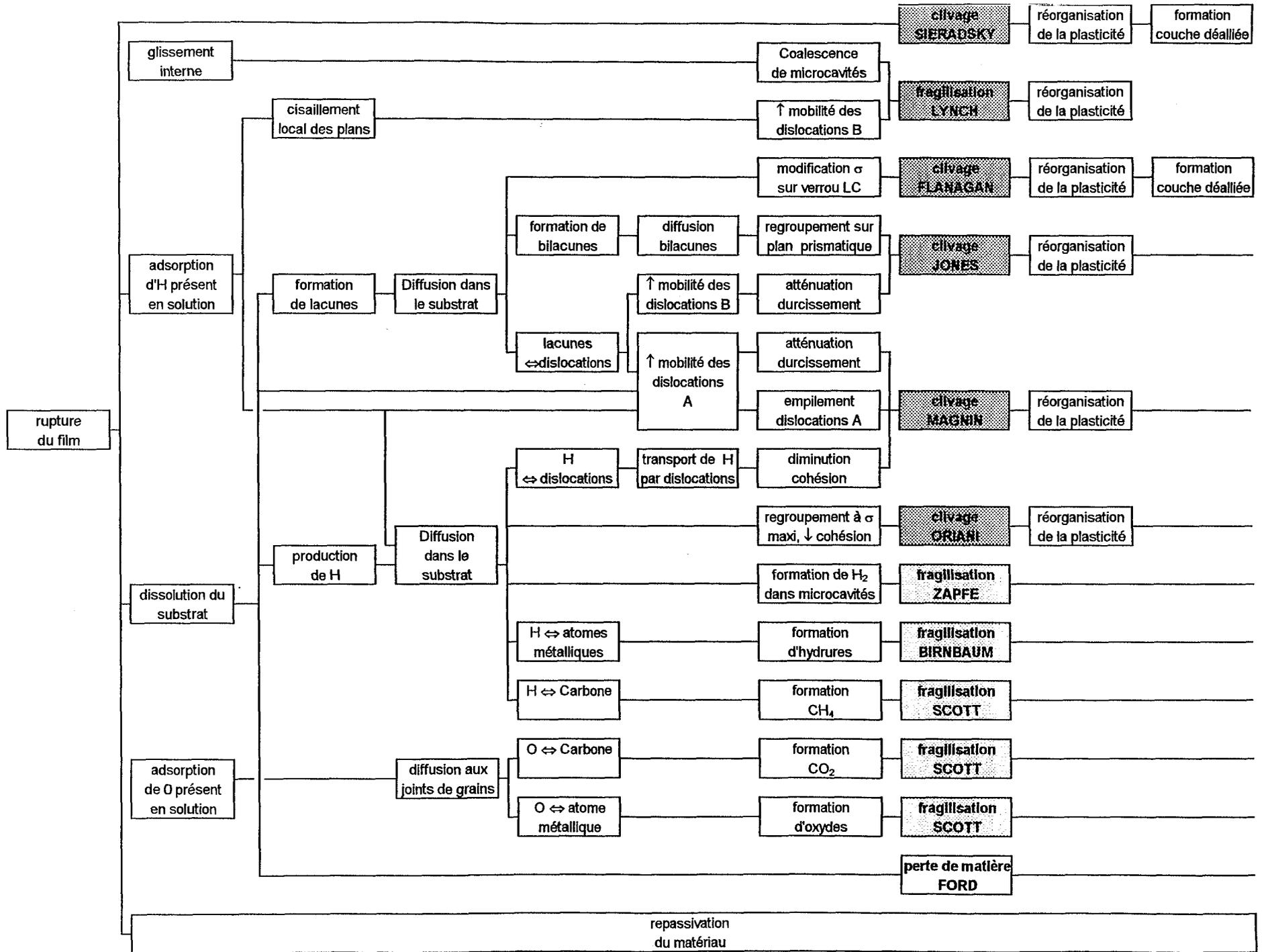
Les vitesses de propagation des fissures augmentent avec la température de la solution. Ce résultat n'est pas surprenant car la température est un facteur d'activation des processus physiques et chimiques. Etant donné le nombre de processus différents mis en jeu dans le phénomène de fissuration par CSC, il est impossible de définir "une énergie d'activation", mais le terme "énergie d'activation apparente" est utilisé pour quantifier l'effet de la température sur la vitesse de propagation des fissures.

L'augmentation de la vitesse de propagation des fissures avec la température indiquée sur la figure 8 est en accord avec des énergies d'activation apparentes^{9,10} comprises entre 75 et 95 kJ.mol^{-1} .

L'approche macroscopique globale du phénomène de fissuration par CSC qui a été adoptée jusqu'à présent nous a conduit à considérer une vitesse macroscopique moyenne des fissures.

L'approche microscopique du phénomène de fissuration transgranulaire conduit à une description de la propagation comme une suite d'événements discrets. En effet, de nombreux travaux^{18,19,20,21} montrent que la propagation transgranulaire se fait par clivages discontinus sur des matériaux tels que les aciers inoxydables, les laitons α , les alliages Cu-Au et les alliages Al-Zn-Mg.

Tableau synoptique 2. Etapes physico-chimiques "élémentaires" suggérées par les auteurs des différents modèles mécanistes.



3. Les modèles mécanistes

3.1 Introduction

Ce paragraphe présente les principaux modèles mécanistes de fissuration par CSC et leurs domaines d'application.

L'étude du tableau synoptique 2 présentant les étapes physico-chimiques "élémentaires" suggérées par les auteurs des différents modèles mécanistes de fissuration par CSC nous a conduit à considérer trois familles de modèles. Deux d'entre elles rassemblent *des modèles de fragilisation* du matériau. L'autre famille présente la particularité de ne comporter qu'un seul modèle attribuant un *rôle direct* au phénomène de dissolution anodique puisque la propagation des fissures résulterait d'une perte de matière par dissolution anodique.

La formation d'une nouvelle phase solide ou gazeuse à l'intérieur du matériau est pour certains modèles à l'origine de la fragilisation du matériau. L'ensemble de ces modèles constitue la famille des modèles de fissuration par fragilisation avec formation d'une phase nouvelle. Les phases solides évoquées sont des hydrures, des oxydes, les phases gazeuses du méthane, du dioxyde de carbone et de l'hydrogène.

Enfin, la troisième famille regroupe les modèles de fragilisation sans la formation d'une nouvelle phase. La fragilisation du matériau est induite par les lacunes produites par la dissolution anodique et/ou l'hydrogène généré par la réaction cathodique ou présent en solution. Le rôle des lacunes et le rôle des atomes d'hydrogène absorbés (ou présents en subsurface) sont identiques, à savoir : modifier l'état de contrainte au voisinage de dislocations formées mécaniquement, ou plus généralement modifier les propriétés mécaniques du matériau ou encore accroître la plasticité en interagissant avec les dislocations.

3.2 Modèle de fissuration par perte de matière : modèle de Ford

L'idée qu'une fissure puisse se propager uniquement par oxydation (ou oxydation/dissolution) fut proposée par Champion et Logan, reprise par Vermilyea²² et Newman²³, et formalisée par Ford²⁴.

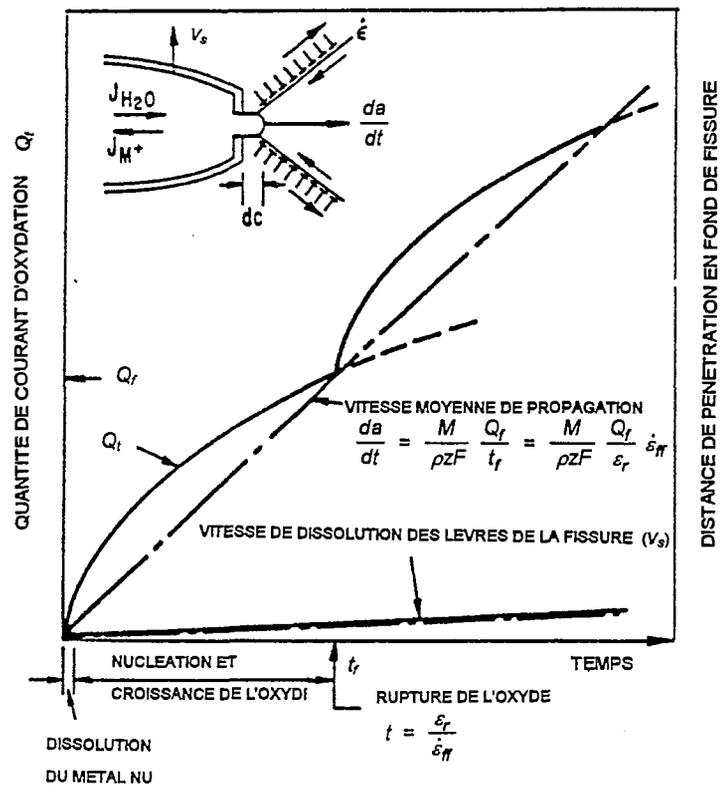


Figure 9. Modèle de dissolution des plans de glissement²⁴. Transferts de charges en fond de fissure et sur les parois de celle-ci.

Le modèle associé à cette idée, baptisé "modèle de dissolution des plans de glissement", suppose l'existence à la surface du matériau d'un film protecteur ou partiellement protecteur, thermodynamiquement stable et apte à se reformer.

La rupture de ce film induite par l'émergence d'un plan de glissement en fond de fissure entraîne l'oxydation (ou l'oxydation/dissolution) de la surface à nu et l'avancée de la fissure.

Après la repassivation de la surface oxydée, l'émergence d'un plan de glissement en fond de fissure amorce une nouvelle étape de propagation.

La vitesse de propagation de la fissure dépend donc de la quantité de matière oxydée entre deux événements de rupture du film et de la fréquence de rupture de celui-ci (Figure 9).

La conservation de la forme de la fissure est indispensable pour que sa croissance perdure. La cinétique de la réaction de dissolution sur les lèvres de la fissure doit donc être faible comparée à la vitesse de propagation de la fissure (Figure 9).

La vitesse moyenne de propagation de la fissure peut être explicitée à partir de la loi de Faraday de la façon suivante :

$$\frac{da}{dt} = \frac{M}{\rho z F} \frac{Q_f}{\varepsilon_r} \dot{\varepsilon}_{ff} \quad (1)$$

où M et ρ sont respectivement la masse atomique et volumique du métal, F la constante de Faraday, z le nombre d'électrons mis en jeu lors de la réaction globale d'oxydation des atomes du métal, Q_f la densité de charges échangées entre deux événements de rupture du film, ε_r la déformation nécessaire à la rupture du film, et $\dot{\varepsilon}_{ff}$ la vitesse de déformation en fond de fissure.

Après la rupture du film, l'oxydation (ou l'oxydation/dissolution) du matériau à nu est très importante et décroît au fur et à mesure que le film se reconstitue. Les cinétiques d'oxydation du matériau et de reconstitution du film dépendent de l'interaction entre le métal

et la solution en fond de fissure. L'application de ce modèle nécessite donc la connaissance des cinétiques des réactions électrochimiques localisées en fond de fissure.

Comme la mesure directe de ces grandeurs est impossible, on mesure le transitoire de courant de dissolution sur le matériau non fissuré immergé dans une solution supposée présenter les particularités de la solution en fond de fissure (même potentiel d'électrode, même activité anionique et même pH). Les techniques utilisées pour enlever localement le film d'oxyde sont de nature électrochimique^{25,26,27} (saut de potentiel) ou mécanique (rayure du matériau^{28,29}, traction rapide^{30,31}, rupture rapide³²).

Cela dit, quelle que soit la technique de dépassivation utilisée, et même si les conditions de "similitude" chimique et électrochimique sont respectées, les cinétiques d'oxydation et de repassivation ainsi déterminées peuvent être différentes des cinétiques réelles. En effet, les cinétiques des phénomènes de transport de masse par diffusion chimique et par migration, qui peuvent limiter la cinétique de la réaction d'oxydation, sont très différentes sur une surface plane et en fond de fissure où la circulation de la solution est impossible³³.

L'influence des cinétiques de transport de masse sur les propriétés chimiques et électrochimiques de la solution confinée en fond de fissure a fait l'objet d'une modélisation qui apporte quelques précisions^{33,34,35} concernant l'évolution du pH et du potentiel.

Les quelques considérations électrochimiques rapidement abordées ci-dessus soulignent la difficulté d'obtenir des résultats quantitatifs indiscutables sur le transitoire de courant de dissolution en fond de fissure. La détermination des paramètres mécaniques - déformation à rupture du film et vitesse de déformation en fond de fissure - présente également des difficultés.

La déformation nécessaire à la rupture d'un film peut être estimée de différentes manières, on peut citer la technique consistant à suivre l'évolution du courant lors de la traction d'une éprouvette à potentiel imposé.

La déformation nécessaire à la rupture du film dépend des propriétés^{36,37} physiques et "mécaniques" du film mais aussi du mode de déformation en fond de fissure : glissement épais ou glissement fin³⁸.

En dépit des effets des hétérogénéités du matériau (précipités, défauts...) sur l'écoulement plastique en fond de fissure, la vitesse de déformation en fond de fissure peut être explicitée avec des paramètres macroscopiques^{39,40}.

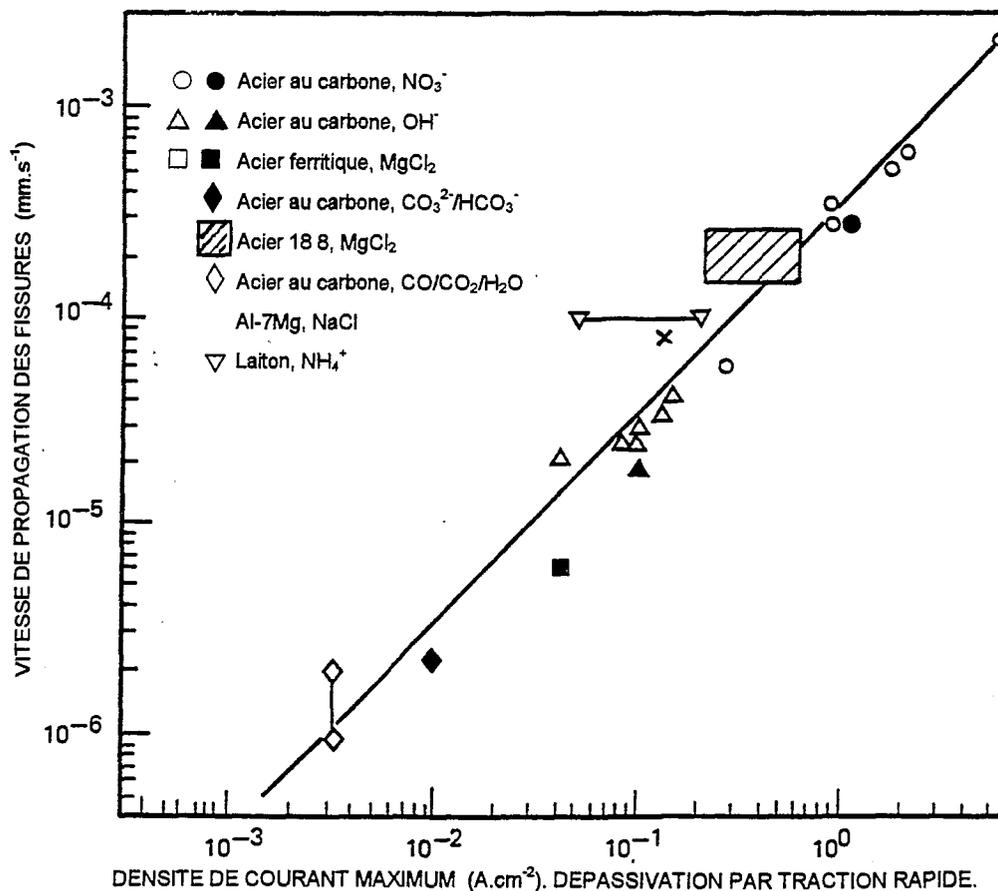


Figure 10. Relation entre la vitesse de propagation des fissures et la densité de courant de dissolution maximum⁴¹, toutes deux déterminées expérimentalement. La droite correspond à la vitesse théorique de propagation des fissures calculée à partir de la relation (1) avec $z = 2$.

Pour les essais à charge constante :

$$\dot{\varepsilon}_{ff} = A\dot{\varepsilon} + B\frac{\dot{a}}{x^*} \quad (2)$$

pour les essais à vitesse d'allongement constante :

$$\dot{\varepsilon}_{ff} = C\dot{\varepsilon} + D\frac{\dot{a}}{x^*} \quad (3)$$

pour les essais à chargement cyclique :

$$\dot{\varepsilon}_{ff} = \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial K}\right)_a \dot{K} + \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial a}\right)_K \dot{a} \quad (4)$$

K est le facteur d'intensité de contrainte, \dot{a} la vitesse de fissuration, $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation de la partie utile de l'éprouvette, x^* une longueur de calibration des fissures (par exemple l'écartement en fond de fissure, appelé CTOD "Crack Tip Opening Displacement"), et A, B, C, D des coefficients adimensionnels.

La relation (3) relative aux essais à vitesse d'allongement constante peut être explicitée en fonction du nombre de fissures amorcées⁴¹.

L'incertitude avec laquelle les paramètres locaux qu'ils soient de nature électrochimique comme Q_r ou de nature mécanique comme ε_r et $\dot{\varepsilon}_{ff}$ sont déterminés rend l'application de la relation (1) délicate. Cela dit, comme le montre la figure 10, la vitesse moyenne de propagation des fissures varie quasi-proportionnellement avec la densité de courant de dissolution maximum déterminée expérimentalement par la technique de dépassivation par traction rapide⁴¹.

Ce résultat est naturellement un argument en faveur d'un modèle basé sur la dissolution anodique, mais ne prouve en aucune manière que la fissure se propage uniquement par perte de matière.

Pour certains systèmes matériau-milieu, il semblerait toutefois que la vitesse moyenne de propagation des fissures puisse être assez nettement supérieure à la vitesse moyenne de propagation calculée à partir du courant de dissolution maximum. Ce sont généralement les cas de fissuration transgranulaire. On peut citer l'exemple de l'acier inoxydable 18.8 en milieu $MgCl_2$, et l'exemple du laiton en milieu NH_4^+ (Figure 10). Cette remarque a suggéré l'existence d'une contribution d'origine mécanique à la propagation des

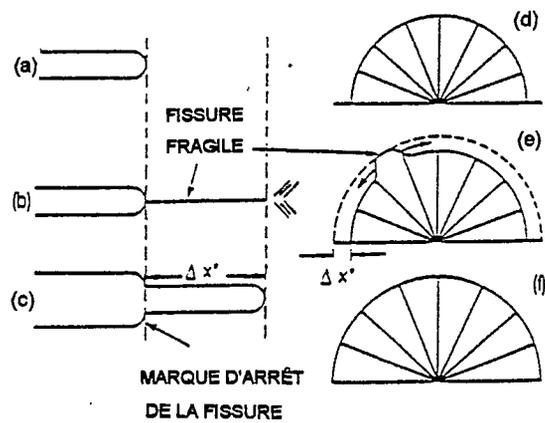


Figure 11. Représentation schématique des différentes étapes de propagation selon Newman et Sieradski⁴³. Les figures a, b, c représentent une fissure en coupe, les figures d, e, f en vue de dessus.

fissures, en outre plus à même de rendre compte du caractère cristallographique de la fissuration transgranulaire.

Les modèles faisant appel à une contribution d'origine mécanique attribuent un rôle indirect à l'oxydation (ou à l'oxydation/dissolution). Ce rôle est selon les modèles mécanistes et selon les systèmes matériaux-milieux auxquels ils se réfèrent, de fragiliser le matériau au voisinage de la surface par formation d'une couche déalliée, de modifier l'état de contrainte au voisinage des dislocations, et enfin de modifier la plasticité.

3.3 Modèles de fissuration par fragilisation sans formation d'une nouvelle phase

3.3.1 Modèle de Sieradsky-Newman

La présence de facettes de clivage observées sur les faciès de rupture transgranulaire a longtemps été associée à l'absorption d'atomes d'hydrogène. S'il est aujourd'hui admis que ce phénomène est responsable de la fragilisation de certains matériaux (aciers ferritiques à hautes caractéristiques mécaniques et métaux à potentiel cathodique), son intervention dans la fissuration transgranulaire des aciers et alliages ductiles en condition de potentiel libre est discutée.

Afin de rendre compte de la fissuration par clivage des matériaux ductiles, un modèle mécaniste a été proposé par Sieradski et Newman⁴². Ce modèle s'appuie sur les résultats des travaux de Edeleanu et Forty⁴³ qui mirent en évidence une fragilisation des alliages ductiles par le milieu corrosif.

L'idée principale de ce modèle est qu'une fissure amorcée par clivage dans un film peut se propager dans le substrat ductile sous-jacent sur une distance significative (Figure 11b). Un tel phénomène a été observé pour des alliages de Cu-Au⁴⁴ (dans des solutions de FeCl₃ et de sulfates acides) et de Cu-Zn⁴³ (dans des solutions ammoniacales non ternissantes) et, par ailleurs, modélisé dans le cas de la fissuration d'alliages de Cu-Zn⁴³. Le film de surface est, pour ces deux systèmes matériau-milieu, une couche déalliée fragile de structure poreuse formée par dissolution sélective.

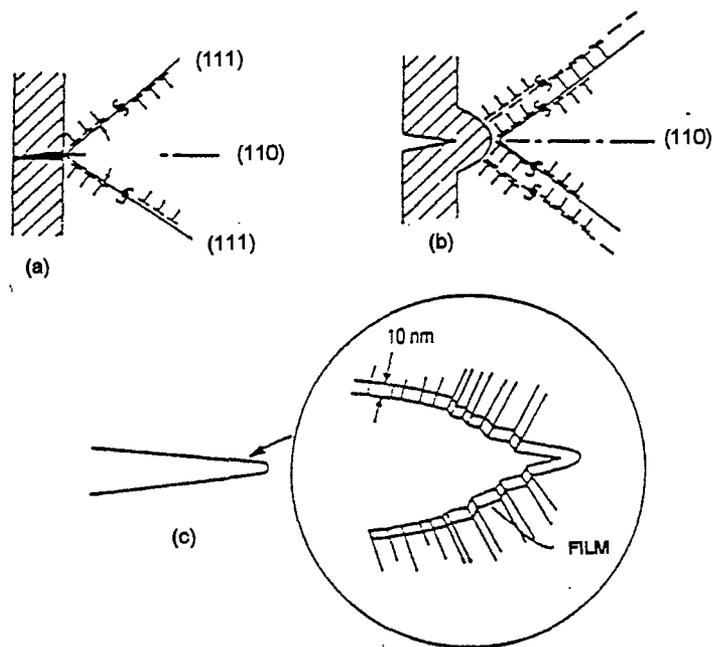


Figure 12. Nucléation d'une fissure dans un film fragile par ouverture d'un verrou de Lomer-Cottrell⁴².

La formation du film sur les surfaces nouvellement créées par l'avancée de la fissure est nécessaire à l'amorçage d'une nouvelle étape de propagation.

La propagation transgranulaire dans un matériau ductile prend donc un caractère discontinu très marqué. Pugh¹⁸ a montré à l'aide de la technique de mesure de l'émission acoustique que la fissuration transgranulaire de certains matériaux se produisait par séquences de propagation mécanique par clivage, entrecoupées d'arrêts de la fissuration pendant lesquels les réactions électrochimiques recréent le film.

La nucléation du clivage dans le film fragile résulte de l'ouverture d'un verrou de Lomer-Cottrell. Un tel verrou peut se former à l'intersection de deux plans de glissement de type $\{111\}$ (Figure 12a). Les dislocations contenues dans ces plans s'empilent sur le verrou et celui-ci s'ouvre lorsque la contrainte induite est suffisante. L'orientation des facettes de quasi-clivage est $\{110\}$ (Figure 12b). La fissure se développe par une succession d'étapes de quasi-clivage (Figure 12c).

Afin que le clivage se propage dans le substrat ductile, le paramètre de maille du film doit être inférieur au paramètre de maille du substrat⁴⁴. Si cette condition n'est pas vérifiée, la microfissure amorcée dans le film est stoppée à l'interface film/substrat par les dislocations qu'elle a générées dans le substrat sous-jacent.

Ce modèle nécessite à priori que le film ou la phase superficielle soit fragile. Sieradski et Newman ont cependant montré par simulation numérique que la présence d'un film ductile mince et poreux mais cohérent avec le substrat peut induire également une fissuration par clivage⁴² du substrat. La nucléation du clivage résulterait alors d'un empilement de dislocations générées dans le film, et non au sein du substrat comme pour le cas des films plus fragiles que le substrat.

Les phénomènes susceptibles d'arrêter la propagation par clivage de la fissure au sein du substrat ductile sont les suivants :

- la rencontre d'obstacles préexistants ou générés par la déformation plastique⁴²,
- la perte d'énergie due à la rupture des ligaments formés entre les facettes de microclivages¹⁸,
- la perte d'énergie due à l'émission de dislocations qui accompagne la propagation du clivage⁴⁵.

Parkins⁴¹ propose d'expliciter la vitesse de propagation de la façon suivante :

$$\frac{da}{dt} = \frac{j+T}{\varepsilon_c / \dot{\varepsilon}} \quad (5)$$

où T est l'épaisseur du film et j l'avancée de la fissure par clivage. L'intervalle de temps entre deux événements de croissance du film et d'avancée de la fissure par clivage (soit l'intervalle de temps nécessaire à la croissance du film car l'avancée de la fissure par clivage se produit à la vitesse du son dans le matériau) est le laps de temps au bout duquel la déformation critique ε_c entraîne l'amorçage de la fissure dans le film. Cette durée dépend de la vitesse de déformation et est égale au rapport $\frac{\varepsilon_c}{\dot{\varepsilon}}$

Ford²⁴ propose une expression peu différente puisqu'il exprime la vitesse de propagation des fissures de la façon suivante :

$$\frac{da}{dt} = \left(\frac{M}{\rho z F} Q_f + j \right) \frac{\dot{\varepsilon}_f}{\varepsilon_f} \quad (6)$$

Cette relation est une généralisation de l'équation (1) décrivant l'avancée des fissures par perte de matière puisqu'un terme traduisant l'avancée par clivage de la fissure est ajouté au terme de propagation par perte de matière.

Cole et al.⁴⁶ proposent une expression de la vitesse des fissures sans prendre en considération la vitesse de déformation :

$$\frac{da}{dt} = \frac{Q_\tau}{\tau} \frac{M}{\rho z F} \quad (7)$$

où τ est l'intervalle de temps entre deux événements de clivage (calculé en faisant le rapport de la distance séparant deux marques d'arrêt et de la vitesse des fissures) ce qui sous-entend que τ est le laps de temps nécessaire à la dissolution pour que le film atteigne une épaisseur critique. Le fait que cette relation ne prenne pas en compte la vitesse de déformation semble indiquer que l'on considère un film dépourvu de toute élasticité.

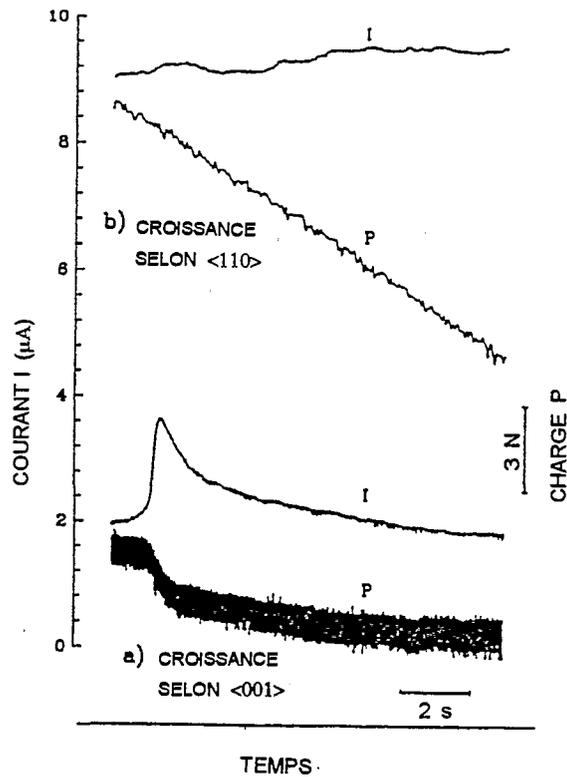


Figure 13. Evolution de la charge et du courant de dissolution lors de la propagation, en traction lente, d'une fissure $\{110\}$ selon la direction a) $\langle 001 \rangle$ auquel cas la propagation est discontinue, b) $\langle 110 \rangle$ où la propagation est continue à l'échelle de l'observation⁴⁷. La vitesse instantanée de propagation des fissures peut être déduite de la pente de la courbe de la charge P : elle est comprise entre 20 et 100 $\mu\text{m/s}$ pour les deux directions de propagation considérées $\langle 001 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ ⁴⁷.

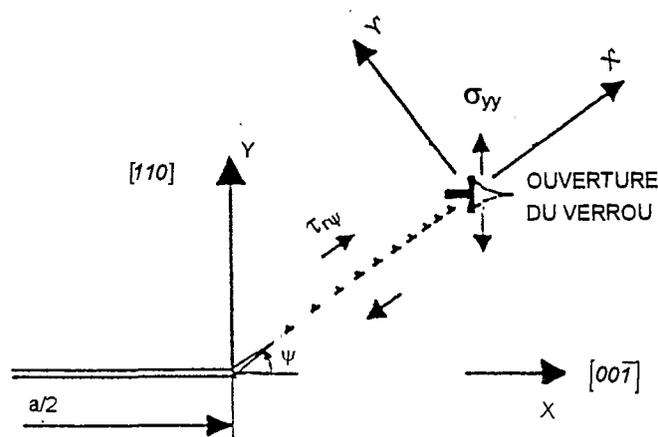


Figure 14. Représentation schématique de la plasticité en fond de fissure⁴⁷. Formation d'une microfissure par dissolution du plan de glissement et accumulation des dislocations sur le verrou de Lomer-Cottrell.

3.3.2 Modèle de Flanagan-Lichter

Un effet possible de l'oxydation (ou de l'oxydation/dissolution) est de modifier l'état de contrainte au voisinage des structures de dislocations présentes en fond de fissure. Flanagan et Lichter proposent un modèle⁴⁷ de fissuration basé sur ce principe.

Ce modèle s'applique au cas de la fissuration transgranulaire des matériaux ductiles susceptibles de connaître une oxydation (ou une oxydation/dissolution) localisée importante. Il repose sur l'étude de la fissuration d'un monocristal de Cu-25Au polarisé anodiquement (300 à 400 mV/ECS) en milieu NaCl (0,6 M) sollicité en traction lente à des vitesses de déformation variant entre 10^{-7} et 10^{-6} s⁻¹. Le monocristal est orienté de telle sorte que sa direction $[110]$ soit parallèle à la direction de la contrainte principale de traction. Les auteurs précisent que, pour la gamme de potentiel considérée, l'éprouvette est soumise à une oxydation (ou une oxydation/dissolution) sans effet de fragilisation par l'hydrogène⁴⁷.

Dans de telles conditions expérimentales la rupture par clivage se produit sur des plans de type $\{110\}$ et la propagation des fissures est anisotrope⁴⁷. En effet, la propagation de la fissure selon la direction $\langle 001 \rangle$ est discontinue à cause de l'arrêt de la fissure (observation de lignes d'arrêts), alors que la propagation selon les autres directions par exemple selon $\langle 110 \rangle$ est continue. La Figure 13 montre l'évolution simultanée de la charge P et du transitoire de courant I pour les deux directions de propagation considérées $\langle 001 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$. On observe sur la figure 13a que la décroissance de P est discontinue ce qui témoignerait d'une propagation non continue de la fissure : le clivage s'arrête. L'événement de rupture par clivage s'accompagne d'un pic de courant matérialisant une forte oxydation (ou une oxydation/dissolution) localisée. La figure 13b montre une décroissance continue de P : la propagation est continue (à l'échelle de l'observation) et le courant est approximativement constant.

Le mécanisme de propagation, mais aussi le mécanisme d'amorçage et de ré-amorçage des fissures après une étape de propagation sont abordés dans ce modèle.

Pour expliquer l'amorçage ou le ré-amorçage d'une fissure, Flanagan et al.⁴⁷ évoquent l'ouverture d'un verrou de Lomer-Cottrell située en avant d'un plan de glissement de type $\{111\}$ (Figure 14). Un tel verrou peut être ouvert par clivage ou être dissocié sous l'action d'une contrainte de cisaillement. Le rôle de l'oxydation (ou de l'oxydation/dissolution) est de promouvoir l'ouverture par clivage de ce verrou en modifiant l'état de contrainte au voisinage de celui-ci.

Le mécanisme d'action de l'oxydation (ou de l'oxydation/dissolution) est le suivant : l'oxydation préférentielle du plan de glissement $\{111\}$ facilite son cisaillement et engendre la formation d'une microfissure donnant à la fissure une forme de type "jambe de chien". La contrainte normale qui produit l'ouverture du verrou par clivage est augmentée par l'oxydation alors que la contrainte de cisaillement susceptible d'induire la rupture par cisaillement du verrou n'est que très peu affectée par l'oxydation.

L'ouverture du verrou par clivage entraîne la croissance et l'ouverture de la fissure.

Ce modèle d'amorçage ou de ré-amorçage décrit une avancée de la fissure de quelques micromètres. Afin de rendre compte des avancées de fissures de plusieurs dizaines de micromètres, les auteurs envisagent une phase de propagation.

Selon Flanagan et al.⁴⁷, l'oxydation (ou l'oxydation/dissolution) sélective des atomes en pointe de fissure est responsable de la diminution du K_{IC} , ce qui va augmenter la longueur d'un incrément de propagation de la fissure.

3.3.3 Modèle de Petch

Le modèle de fissuration proposé par Petch⁴⁸ repose sur le principe d'une diminution, engendrée par la présence d'hydrogène adsorbé sur le domaine du matériau dépourvu de film en fond de fissure, de l'énergie nécessaire à la création de nouvelles surfaces.

Cependant, il semblerait que la réduction de l'énergie de surface par l'adsorption d'hydrogène ne puisse rendre compte, à elle seule, de l'avancée d'une fissure⁴⁹.

Par ailleurs, l'adsorption d'espèces dotées d'une énergie d'adsorption plus importante que l'hydrogène (telles que O_2 , N_2 ou encore H_2O) qui entraîne donc une diminution de l'énergie de surface plus importante, devrait accroître la sensibilité du matériau à la fissuration, ce qui n'est pas vérifié.

En conclusion, le fait que l'adsorption réduise l'énergie nécessaire à la création de surfaces nouvelles s'applique à tout phénomène évoquant la création de surface mais ne semble pas pouvoir à lui seul expliquer le phénomène de fissuration par CSC.

3.3.4 Modèle d'Oriani

L'idée générale du modèle basé sur la diminution de l'énergie de cohésion est que les atomes d'hydrogène dissous dans les régions de fortes triaxialité des contraintes, dans la matrice, aux joints de grains, aux interphases, diminuent localement la force de cohésion interatomique⁵⁰.

Ainsi, pour qu'il y ait fissuration, il faut que localement la relation suivante soit vérifiée :

$$\sigma = n F_m(c) \quad (12)$$

où σ est la contrainte locale, n le nombre d'atomes métalliques mis en jeu lors de la décohésion et F_m la force de cohésion par unité de surface dépendant de la concentration en hydrogène c .

Le modèle de décohésion postule que la force de cohésion est réduite par la présence d'hydrogène dissous. Une difficulté pour la validation de ce modèle est l'impossibilité de la mesure de la force de cohésion. Dans ce contexte, seule la modélisation pourrait apporter quelques renseignements. Cela dit, démontrer que le phénomène de diminution de la force de cohésion est seul responsable de la fissuration semble particulièrement difficile.

Quoi qu'il en soit, les travaux de Vehoff et Rothe⁵¹ ainsi que ceux de Gerberich et Chen⁵² sur des monocristaux d'alliages fer-silicium apportent quelques arguments en faveur de ce modèle.

La simulation numérique de la fissuration d'un monocristal de fer-silicium⁵³ montre que la contrainte peut atteindre 10^4 MPa à l'intérieur d'un domaine de dimension $0,03 \mu\text{m}$ en avant de la fissure. Le calcul de la concentration en hydrogène correspondante donne un rapport H / Fe égal à $1 / 3$. La nucléation du clivage se produirait dans ce domaine chargé en hydrogène et la propagation du clivage s'arrêterait après une avancée de 1 micromètre.

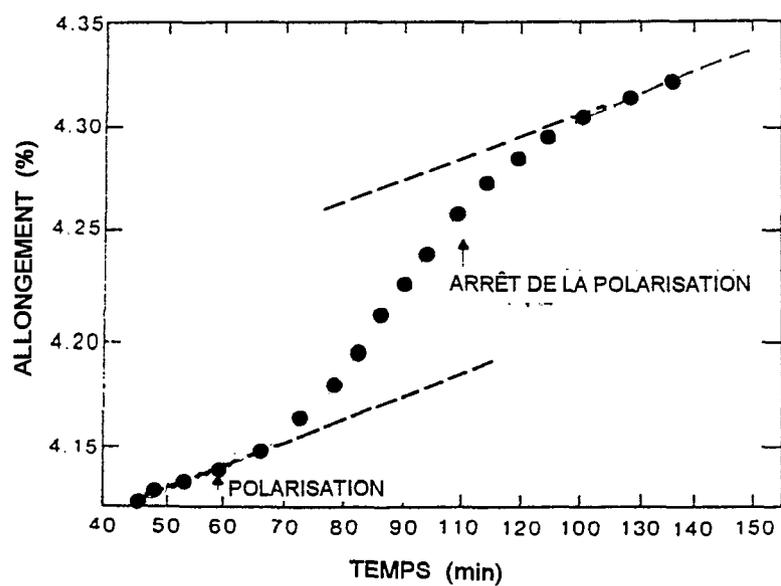


Figure 15. Effet d'une polarisation anodique ($0,9 \text{ mA.cm}^{-2}$) correspondant à une vitesse de dissolution de $0,33 \text{ nm.s}^{-1}$ sur le fluage d'un fil de cuivre (diamètre $0,27 \text{ mm}$ soit environ $2,5$ grains en moyenne) dans une solution d'acétate désaérée⁵⁵ ($\text{pH}=3,7$, 25°C). Contrainte appliquée : 90 MPa .

3.3.5 Modèles basés sur une modification de la plasticité

En guise de préambule, nous nous proposons de présenter quelques résultats expérimentaux illustrant les phénomènes d'interaction dissolution-plasticité et adsorption-plasticité.

Ces deux phénomènes sont des cas particuliers de l'effet Rehbinder⁵⁴, mis en évidence en 1928, que l'on peut définir rapidement comme la modification des propriétés mécaniques d'un matériau métallique immergé dans certaines solutions. Rehbinder explique l'adoucissement du matériau par une diminution de l'énergie de surface engendrée par l'adsorption de certaines espèces et l'accumulation de charges électriques à la surface.

L'oxydation (ou l'oxydation/dissolution) peut modifier le comportement plastique d'un matériau. L'exemple le plus cité est le fluage d'une éprouvette de cuivre en condition de dissolution généralisée (Figure 15). Pour expliquer l'augmentation de l'ampleur du fluage, la production de lacunes par la dissolution a été suggérée⁵⁵. Celles-ci, après diffusion dans le substrat sous la forme de bilacunes accroîtraient la mobilité des dislocations. Ce principe a été repris par Jones dans son modèle de fissuration par CSC.

Les auteurs de cette expérience, Revie et Uligh, soulignent le fait que dans le milieu d'essai (solution d'acétate désaérée) la surface de l'éprouvette n'est pas pourvue d'un film d'oxyde ; l'effet de la dissolution ne peut donc être imputé à une modification de ce film.

D'autres études de fluage en condition de dissolution généralisée ont été entreprises pour divers matériaux tels que le laiton, le fer, le cuivre et un acier à 0,77%C^{56, 57}. Certains résultats ont par ailleurs été remis en question⁵⁸.

Un adoucissement a été mis en évidence pour un acier inoxydable de type Z 2 CN 18.10 soumis à une dissolution anodique généralisée (12 mA.cm^{-2}) dans un bain de polissage électrolytique⁵⁹, puisqu'une augmentation de l'ordre de 60% du coefficient de fluage, non imputable à la diminution de l'aire de la section de l'éprouvette, a été mesurée.

Par ailleurs, un adoucissement du matériau a été mis en évidence en fatigue plastique⁶⁰ par la dissolution : à partir d'une certaine durée d'essai la contrainte cyclique

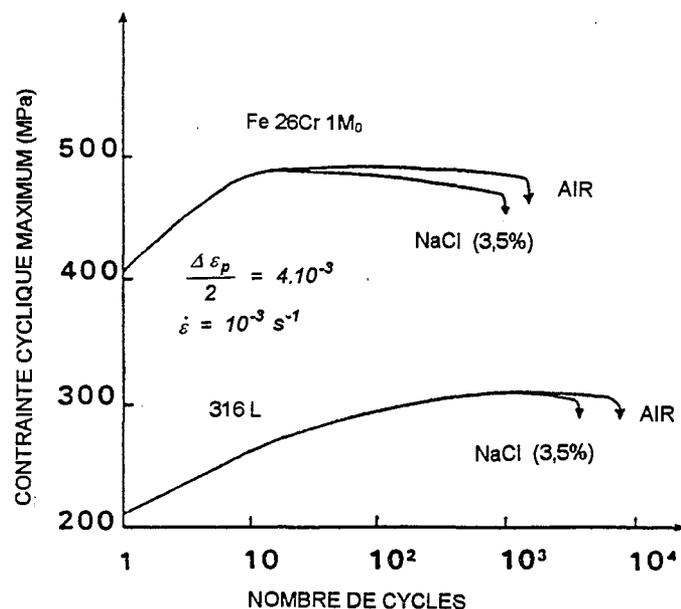


Figure 16. Influence d'une dissolution anodique localisée aux bandes de glissement sur le comportement en fatigue plastique d'un acier inoxydable austénitique et d'un acier ferritique, tous deux à l'état passif⁶⁰.

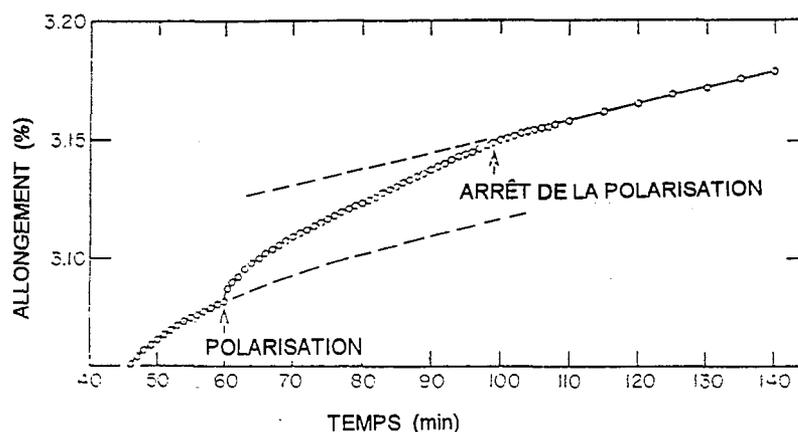


Figure 17. Effet d'une polarisation cathodique (densité de courant $0,9 \text{ mA.cm}^{-2}$) sur le fluage d'une éprouvette de cuivre dans une solution d'acétate désaérée⁵⁷ ($\text{pH}=3,7$, 25°C). Diamètre de l'éprouvette $0,27 \text{ mm}$ (soit en moyenne $2,5$ grains). Contrainte appliquée : 90 MPa .

maximum décroît par rapport à l'évolution correspondante en milieu inerte (Figure 16). La dissolution est, pour ces essais, localisée aux bandes de glissement émergeant à la surface de l'éprouvette et rompant le film de passivité.

De plus, il a été mis en évidence que le phénomène d'adoucissement du matériau est d'autant plus marqué que le rapport surface/volume des éprouvettes est important⁶⁰.

Ces résultats soulignent le fait que la dissolution anodique peut adoucir le matériau en subsurface en augmentant la mobilité des dislocations. Magnin exploite ce résultat en proposant un modèle de fissuration^{60,61}.

Lorsque l'on considère la fissuration d'un matériau en milieu hydrogéné, le terme "fragilisation par l'hydrogène" désigne communément la baisse de ductilité à l'échelle macroscopique du matériau et l'apparence fragile des faciès de rupture observés à faible grossissement.

Cependant, l'observation des surfaces de rupture à fort grossissement a conduit Beachem⁶² à penser qu'à l'échelle microscopique les atomes d'hydrogène peuvent favoriser la plasticité. La grande localisation de la déformation serait à l'origine des faibles déformations observées à l'échelle macroscopique et de l'aspect fragile des faciès de rupture.

Revie et Ulich ont étudié l'effet d'une polarisation cathodique sur la cinétique de fluage d'une éprouvette de cuivre dans une solution d'acétate désaérée⁵⁷ identique à la solution utilisée pour montrer l'effet de la dissolution anodique. Avant que la contrainte ne soit appliquée au fil de cuivre, le film d'oxyde formé à l'air a été réduit cathodiquement.

La figure 17 montre une augmentation instantanée de l'ampleur du fluage du matériau une fois le courant cathodique imposé.

La réduction de l'énergie de surface induite par les atomes d'hydrogène adsorbés a été proposée pour expliquer l'augmentation de l'ampleur du fluage du cuivre⁶³.

Ce concept de modification de la plasticité induite par l'hydrogène a, par la suite, fait l'objet de nombreuses études et ce phénomène a été mis en évidence pour différents matériaux ; citons par exemple l'acier inoxydable austénitique⁶⁴ Z 6 CNS 25.20, et le cuivre⁵⁵.

A l'instar des lacunes produites par la réaction anodique de dissolution, les atomes d'hydrogène pourraient également faciliter la mobilité des dislocations et accroître la plasticité. De nombreuses explications ont été proposées pour rendre compte de ce phénomène, mais il demeure encore mal compris⁶⁵.

Deux modèles de propagation de fissures sont issus du concept de plasticité induite par l'hydrogène. Le premier est proposé par Lynch⁶⁶, le second par Birnbaum⁶⁷.

Ces deux modèles se différencient essentiellement par le fait que Lynch pense que la plasticité est accrue par l'hydrogène adsorbé, alors que Birnbaum considère que l'augmentation de la plasticité est induite à la fois par l'hydrogène adsorbé et l'hydrogène absorbé.

Lynch⁶⁸ souligne que la vitesse de propagation des fissures, pouvant atteindre quelques micromètres par seconde, est très importante par rapport à la vitesse de transport des atomes d'hydrogène. C'est pourquoi il considère que pour les cas de vitesse de propagation importantes seul les effets de surface ou de subsurface doivent être considérés dans les modèles de propagation.

3.3.5.1 Modèle de Magnin

Ce modèle^{60,61} considère une augmentation de la plasticité en fond de fissure consécutive à la dissolution anodique des plans de glissement de type $\{111\}$ et à l'absorption d'espèces spécifiques telles que l'hydrogène.

Ce modèle s'applique principalement aux alliages activables-passivables, cubiques à faces centrées (c.f.c.), ductiles, d'énergie de faute d'empilement relativement faible.

L'auteur explique les phénomènes d'adoucissement du matériau et de clivage du domaine adouci de la manière suivante (figure 18).

Les plans de glissement de type $\{111\}$ émergeant en fond de fissure sont soumis au processus de dissolution anodique qui va faciliter leur cisaillement. Les espèces adsorbées contribuent également à l'adoucissement du matériau en facilitant le cisaillement de ces plans.

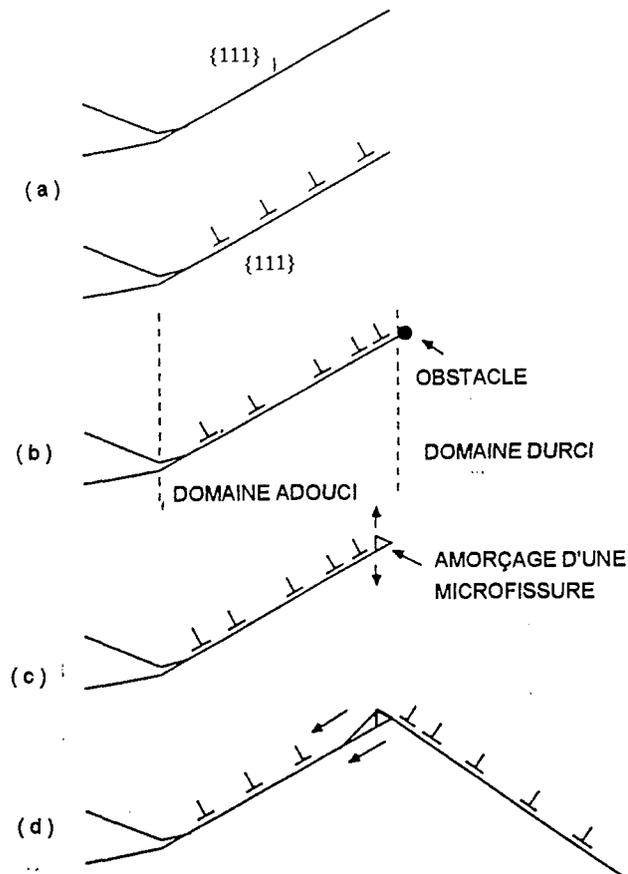


Figure 18. Représentation schématique des différentes étapes conduisant à l'avancée par clivage d'une fissure selon le modèle de Magnin^{60,61}.

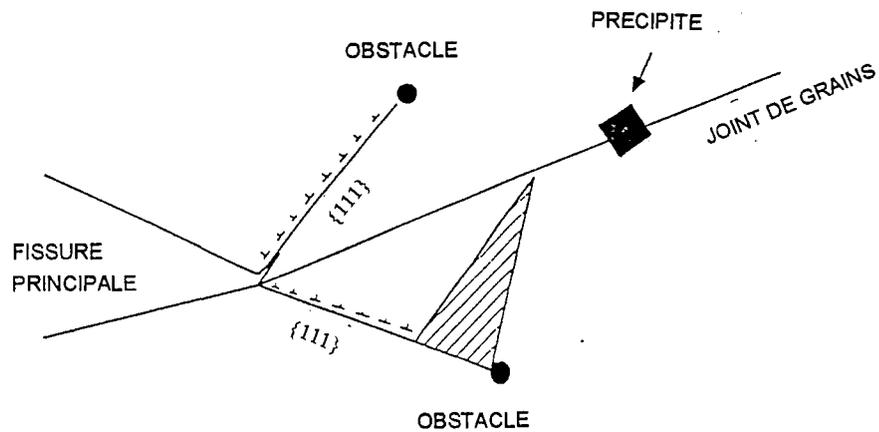


Figure 19. Représentation schématique de la microplasticité en fond de fissure au voisinage des joints de grains⁶¹.

L'augmentation de l'état de contrainte due à la dissolution des plans $\{111\}$ et la diminution de la contrainte critique de cisaillement due à la chimisorption des espèces adsorbées sur les plans $\{111\}$ font que des dislocations émises en fond de fissure vont être injectées dans ces plans (Figure 18a).

Celles-ci s'accumulent sur un obstacle qui peut être un précipité, un joint de grain, ou un enchevêtrement de dislocations (ou un verrou de Lomer-Cottrell) situé au voisinage de la limite entre le domaine adouci et le domaine écroui enveloppant ce dernier (Figure 18b).

Au fur et à mesure que les dislocations s'empilent sur l'obstacle la contrainte normale et la contrainte de cisaillement croissent. Si la résistance au cisaillement de l'obstacle est suffisante, le facteur d'intensité de contrainte critique (K_{IC}) sera atteint à l'obstacle et une microfissure va s'amorcer par un mécanisme de type Stroh⁶⁹. Les espèces adsorbées facilitent l'amorçage de la fissure en abaissant le K_{IC} (Figure 18c).

La fissure s'ouvre ensuite selon le plan $\{111\}$ si la contrainte normale est suffisante. En abaissant l'énergie de cohésion des plans $\{111\}$, les espèces adsorbées réduisent la contrainte nécessaire à l'ouverture de la fissure. La fissuration se produit suivant des facettes $\{111\}$ ou $\{100\}$ selon l'orientation cristallographique (Figure 18d).

Après la relaxation des contraintes et la passivation des surfaces nouvellement créées par l'avancée de la fissure, une nouvelle étape de propagation peut débuter.

L'observation de microfacettes de clivage correspondant aux plans $\{111\}$ sur 15% des grains présents sur les surfaces de rupture de l'Alliage 600 en milieu primaire a conduit l'auteur à proposer une adaptation de ce modèle au cas de la fissuration intergranulaire^{61, 70}.

Comme dans le cas de la fissuration transgranulaire, le rôle de la corrosion (dissolution/oxydation et adsorption) est d'augmenter la plasticité. Les phénomènes d'interaction corrosion-plasticité localisés au sein d'un grain dans le cas de la fissuration transgranulaire se produisent au voisinage des joints de grains dans le cas de la fissuration "intergranulaire".

Les dislocations émises en fond de fissure s'accumulent sur les plans de type $\{111\}$ et viennent s'empiler sur des obstacles situés au voisinage des joints de grains (Figure 19). Ces obstacles peuvent être des carbures intragranulaires ou des enchevêtrements de dislocations résultant de l'écrouissage du matériau. Comme dans le cas de la fissuration

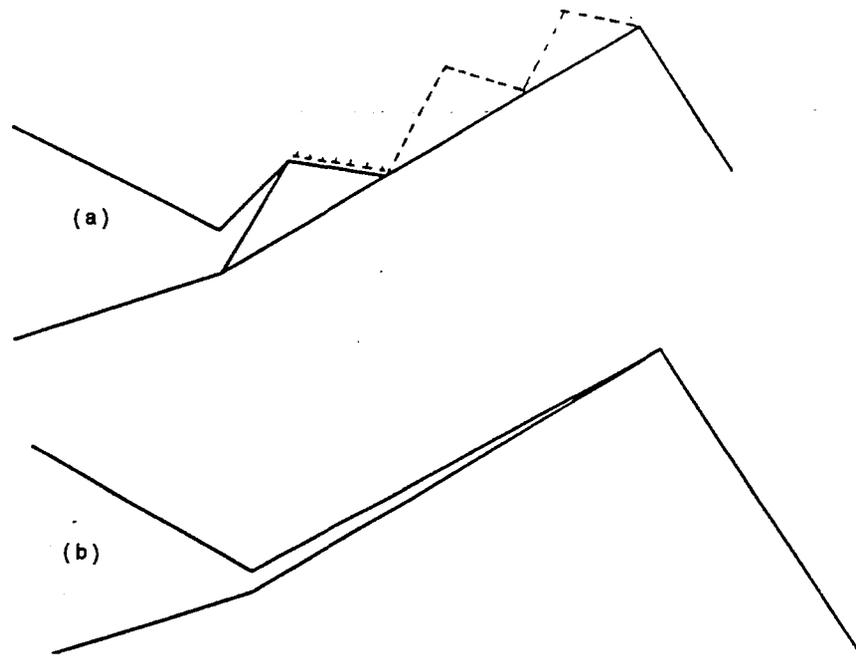


Figure 20. Représentation schématique de fissures se propageant de façon intergranulaire ou pseudo-intergranulaire⁶¹.

transgranulaire, la relaxation des contraintes est empêchée par la présence du domaine durci ceinturant le domaine adouci.

L'amorçage des microfissures peut se produire de deux manières (Figure 19) :

- suivant une microfacette $\{111\}$ par décohésion consécutive à la concentration de contrainte et à l'adsorption comme dans le cas du modèle transgranulaire,
- ou suivant un joint de grain, également par décohésion, comme suite à l'empilement de dislocations sur un obstacle, si l'orientation du joint de grain par rapport à la direction de la contrainte principale privilégie cette possibilité.

Ainsi, la fissuration sera de nature purement intergranulaire (Figure 20b) ou pseudo-intergranulaire (zigzags sur des microfacettes $\{111\}$ comme schématisés Figure 20a).

Les deux modèles de fissuration trans et intergranulaire sont dans leur principe très proches. Ils font tous les deux appel au même phénomène d'interaction corrosion-plasticité, localisé au sein d'un grain dans le cas d'une fissuration transgranulaire et au voisinage du joint de grain dans le cas de la fissuration intergranulaire.

Ces deux modèles expliquent les observations fractographiques des faciès de rupture de la fissuration transgranulaire⁷¹ de l'acier inoxydable Z 2 CND 17.13 en solution aqueuse chlorurée ($MgCl_2$) et de la fissuration inter ou pseudo-intergranulaire⁷⁰ de la fissuration de l'Alliage 600 en milieu eau à température élevée.

3.3.5.2 Modèle de Jones

La thèse de Jones⁷² est que l'atténuation du durcissement du matériau en fond de fissure induite par la présence de lacunes générées par la réaction de dissolution est responsable du caractère fragile des faciès de rupture de CSC.

Ce modèle s'applique aux matériaux c.f.c. ductiles revêtus d'un film protecteur et sollicités dans un domaine de potentiel où une dissolution localisée pourra intervenir.

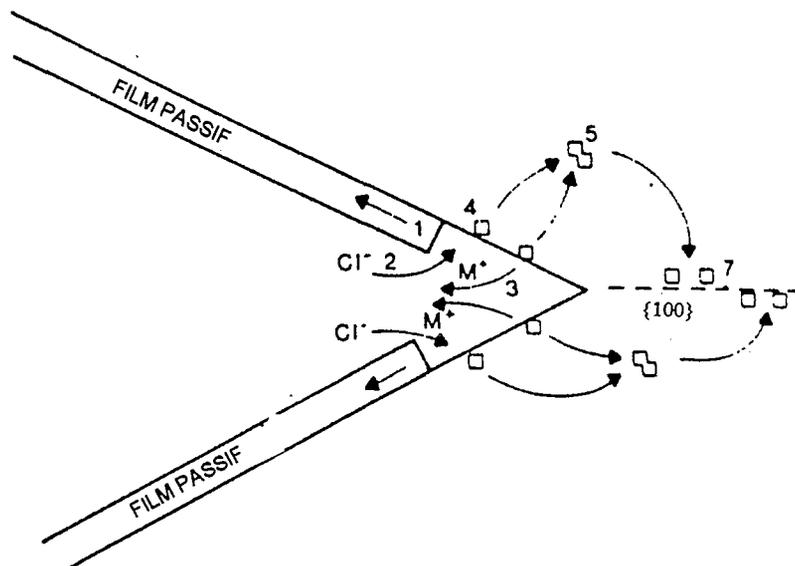


Figure 21. Représentation schématique des étapes mises en jeu lors de la propagation d'une fissure de CSC ou de FC selon Jones⁷².

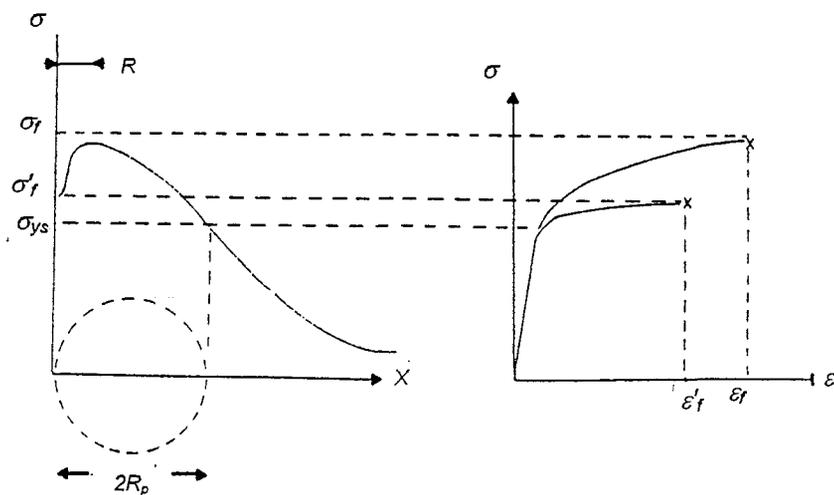


Figure 22. Représentation schématique de l'état de contrainte et de déformation en fond de fissure⁷². Les bilacunes pénètrent sur une distance R , atténuent le durcissement et abaissent la contrainte de rupture de σ_f à σ'_f .

Les phénomènes d'amorçage et de propagation des fissures de CSC et de Fatigue-corrosion (FC) sont expliqués par ce modèle.

Intéressons nous tout d'abord au cas de la propagation de fissures de CSC déjà formées représentées schématiquement sur la figure 21.

Sous l'action de la contrainte, le film de passivité est rompu en fond de fissure par l'émergence de bandes de glissement (étape n°1 figure 21). Le domaine du matériau dépourvu de film est au contact de la solution et la repassivation de celui-ci est retardée par l'adsorption compétitive d'espèces spécifiques telles les ions chlorures pour les aciers inoxydables austénitiques (étape n°2 figure 21).

La dissolution anodique (étape n°3 figure 21), d'autant plus importante que le rapport des aires des surfaces anodiques et cathodiques est faible, engendre la formation de lacunes en subsurface (étape n°4 figure 21).

En accroissant la mobilité des dislocations, les lacunes facilitent le glissement et adoucissent le matériau durci par écrouissage en pointe de fissure. Cependant le glissement demeure très localisé en raison de la restriction du glissement qu'engendre les conditions de triaxialité des contraintes existant en fond de fissure⁷².

Etant donnée l'atténuation du durcissement et les conditions de glissement restreintes, une rupture est favorisée.

Les lacunes se regroupent ensuite en bilacunes (étape n°5 figure 21) et pénètrent dans le matériau sur une courte distance R ($\approx 10^{-7}$ m) comparée au domaine déformé plastiquement de diamètre $2R_p$ (figure 22).

Les bilacunes se regroupent sur les plans prismatiques de type $\{100\}$, $\{210\}$ et $\{110\}$ caractérisés par de faibles indices et une faible densité atomique.

Les lacunes, en se regroupant en bilacunes, facilitent la montée des dislocations et le glissement selon ces plans ainsi facilité provoque l'amorçage ou le ré-amorçage des fissures (étape n°6 non représentée figure 21).

La fissuration par clivage se produit lorsque les bilacunes sont présentes en quantité suffisante (étape n°7 figure 21). La contrainte nécessaire à la rupture σ'_r est alors bien inférieure à la contrainte de rupture du matériau non fragilisé σ_r .

Après la réorganisation de la plasticité en fond de fissure, et la passivation des surfaces créées par l'avancée de la fissure, une nouvelle étape de propagation peut se manifester.

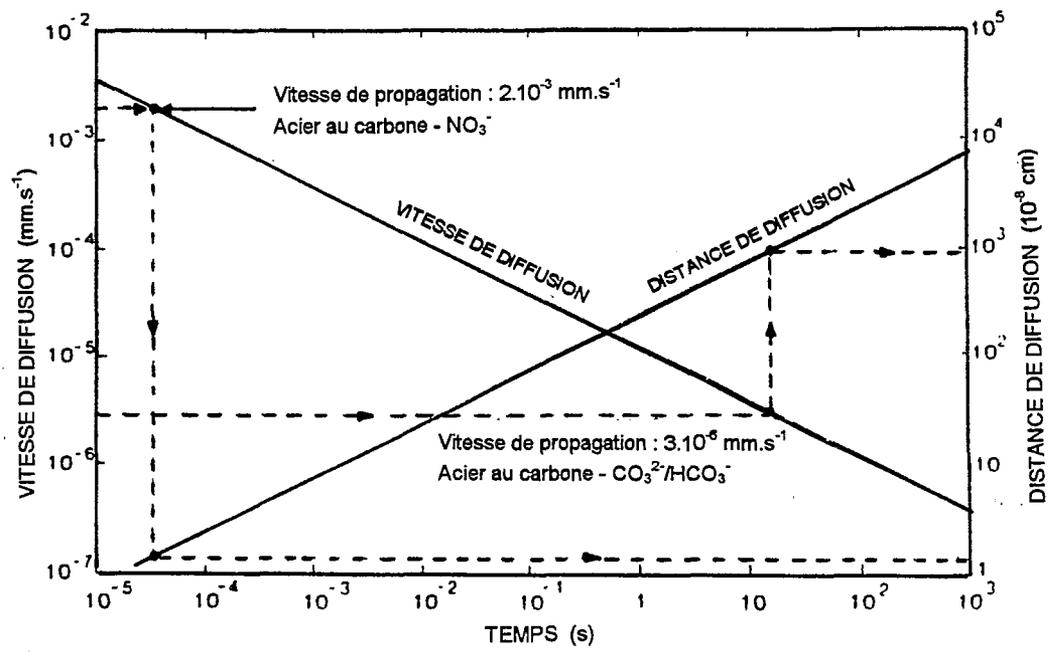


Figure 23. Distance et vitesse de diffusion des bilacunes en fonction du temps⁷²
 ($D=10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$).

Le mécanisme de nucléation des fissures est, selon Jones⁷², similaire au mécanisme de propagation. Les lacunes résultant de la réaction de dissolution des plans de glissement émergeant à la surface du matériau se regroupent en bilacunes et facilitent la montée des dislocations. Le glissement selon ces plans est ainsi facilité et la fissure amorcée.

Selon Jones, la fissuration est intergranulaire lorsque la rupture du film et/ou la migration des bilacunes se produit (ou se produisent) préférentiellement aux joints de grains.

Le passage de la fissuration intergranulaire à la fissuration transgranulaire induite par une augmentation de la température de la solution (cas des aciers inoxydables austénitiques en milieu $MgCl_2$ ¹¹) résulterait d'une énergie d'activation thermique plus importante de la diffusion des bilacunes au sein d'un cristal qu'au sein d'un joint de grain⁷².

L'auteur montre que la cinétique de diffusion des bilacunes est suffisante pour rendre compte de la vitesse de propagation des fissures.

La distance moyenne de pénétration des bilacunes R en pointe de fissure durant un laps de temps t est donnée par la relation^{72,73} :

$$R = 2.45 (Dt)^{1/2} \quad (8)$$

pour une matrice c.f.c., où D est le coefficient de diffusion des bilacunes. La dérivée de cette relation fournit directement la cinétique de diffusion des bilacunes :

$$\frac{dR}{dt} = 1.23 \left(\frac{D}{t} \right)^{1/2} \quad (9)$$

Pickering et Wagner⁷⁴ estiment le coefficient de diffusion des bilacunes : $D = 10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$.

La figure 23 représente la vitesse de diffusion des bilacunes (relation 9) et la distance de pénétration des bilacunes (relation 8) en fonction du temps.

Sont ajoutées sur cette figure les vitesses de propagation d'un acier en milieu nitrate ($2.10^{-3} \text{ mm.s}^{-1}$) à 75°C et d'un acier en milieu carbonate/bicarbonate ($6.10^{-6} \text{ mm.s}^{-1}$) à 75°C, toutes deux extraites de la figure 10.

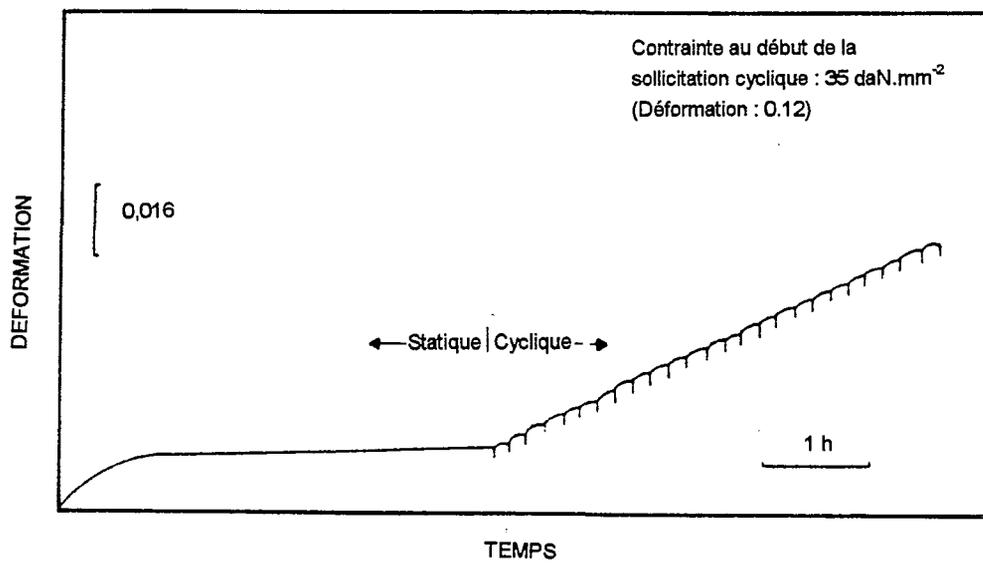


Figure 24. Représentation schématique de l'effet d'un chargement cyclique sur le comportement en fluage d'un acier au manganèse en milieu air à 20°C ⁷⁶.

En milieu carbonate/bicarbonate, Jones constate que la période de rupture du film protecteur est proche de 10 s et que l'avancée intergranulaire⁷⁵ de la fissure, uniquement par diffusion des bilacunes en fond de fissure, est de l'ordre de 10^{-1} μm . L'observation de marques d'arrêt espacées d'environ 10^{-1} μm sur le faciès de rupture ou sur une réplique du faciès de rupture à l'aide d'un microscope électronique à transmission pourrait permettre de vérifier que la propagation se produit, comme le prédit ce modèle, par incréments de 10^{-1} μm .

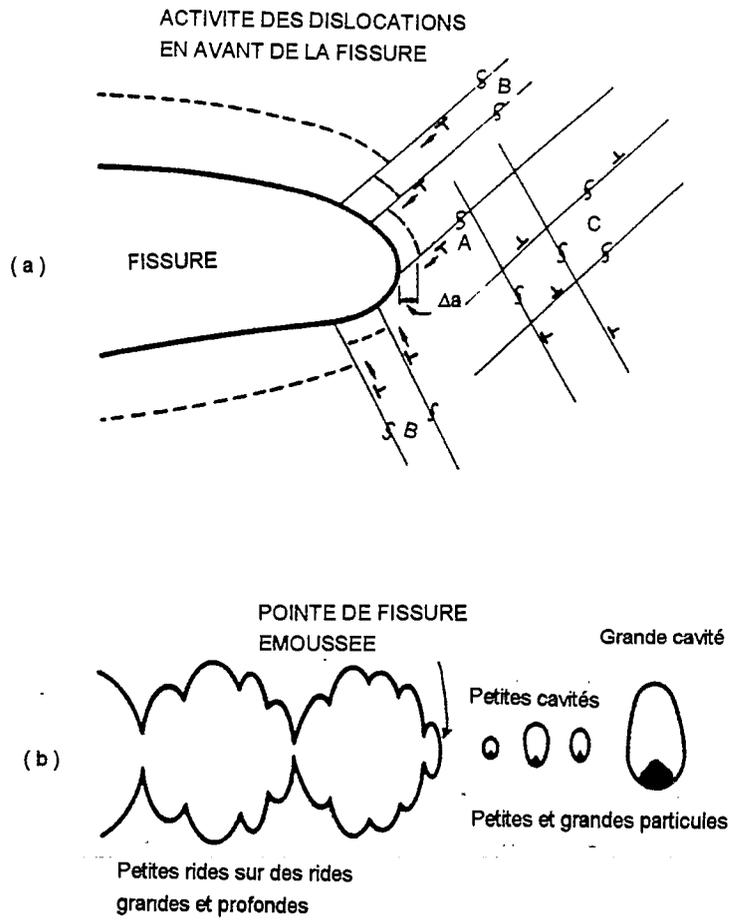
En solution de nitrates, la figure 23 montre que l'importante vitesse de propagation des fissures résulterait d'une succession d'avancées de la fissure sur une très faible distance de l'ordre de 0,1 nm. Ce résultat surprenant pourrait être la conséquence d'une sous-estimation de la valeur du coefficient de diffusion (une augmentation d'un ordre de grandeur de ce coefficient engendre une augmentation d'un facteur multiplicatif $\sqrt{10}$ la distance de diffusion des bilacunes) ou de l'existence d'une contribution d'origine mécanique non prise en compte dans ce modèle qui ferait qu'un incrément d'avancée de la fissure serait nettement supérieur à la distance de diffusion des bilacunes.

Jones explique de la même manière la propagation des fissures au sein d'un matériau ductile sollicité mécaniquement par un chargement cyclique. Un chargement cyclique entraîne un adoucissement du matériau en pointe de fissure et l'abaissement de la contrainte de rupture (Figure 24). L'amorçage et la propagation des fissures résulterait, comme en CSC, de l'accumulation de bilacunes au voisinage des plans cristallographiques ou aux joints de grains, les lacunes étant générées par la déformation plastique cyclique⁷⁶ (figure 24) et/ou la dissolution.

3.3.5.3 Modèle de Lynch

L'idée principale du modèle de Lynch⁶⁵ est que les espèces adsorbées localisent le glissement en pointe de fissure, ce qui confère à la fissure un aspect fragile à l'échelle macroscopique.

Ce mécanisme de fissuration repose sur des études, en cristallographie et en fractographie, de la croissance des fissures dans les alliages d'aluminium, le nickel, le fer-silicium, les aciers à haute résistance, le magnésium et les alliages de titanes placés dans différents environnements, métal liquide, eau, hydrogène et gaz inertes.



Figures 25a et 25b. Représentation schématique du mécanisme de propagation des fissures ductiles⁶⁵.

Les nombreuses similitudes pour les matériaux qui viennent d'être cités entre la fissuration assistée par l'hydrogène, la fissuration par CSC et la fragilisation par métaux liquides qui est provoquée par l'adsorption a conduit Lynch à suggérer que la fissuration assistée par l'hydrogène et la fissuration par CSC sont dues toutes deux à l'adsorption (de l'hydrogène) en tête de fissure.

De plus, l'auteur précise que pour la fragilisation des alliages d'aluminium, du nickel, des alliages de titane et du magnésium en atmosphère aqueuse ou d'hydrogène, les vitesses de fissuration sont tellement élevées que l'hydrogène n'a pas le temps de diffuser en tête de fissure, ce qui constitue un argument en faveur d'un mécanisme basé sur l'adsorption en tête de fissure.

En outre, les observations des surfaces de rupture ont suggéré à Lynch que la fissuration assistée par l'environnement, de type fragile, se produit suivant un processus déformation plastique-coalescence des microcavités plus localisé que celui qui a lieu en environnement inerte.

Avant d'étudier comment et pourquoi la localisation de ce processus se produit, rappelons rapidement le mécanisme de propagation ductile⁶⁵.

Le comportement ductile des matériaux en milieu inerte peut s'expliquer par le fait que les sources de dislocations en avant de la fissure sont activées pour une contrainte inférieure à celle nécessaire à la nucléation des dislocations en pointe de fissure⁶⁵. Seulement quelques dislocations générées par les sources situées en avant de la fissure participent directement à l'avancée de la fissure en émergeant en fond de fissure (dislocations de type A), la majorité d'entre elles participent à la déformation plastique en avant de la fissure (dislocations de type C). Les dislocations de type B permettent l'ouverture de la fissure (Figure 25a).

Ainsi, l'ouverture de la fissure (COD) est accommodée par l'émoussement du fond de la fissure et par les déformations importantes en avant de la fissure. Celles-ci conduisent à la formation et la croissance de cavités aux niveau des particules situées en avant de la fissure, et la fissure se propage à l'échelle macroscopique par coalescence de la fissure émoussée avec les cavités (figure 25b).

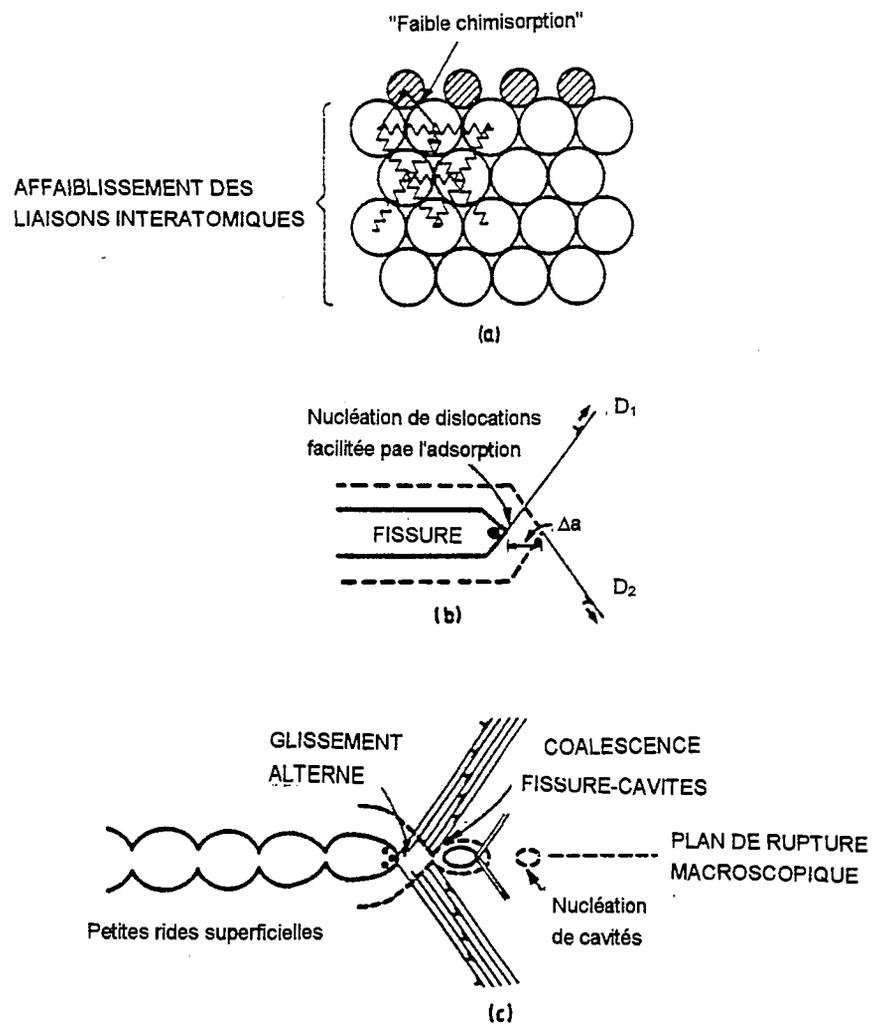


Figure 26. Représentation schématique du mécanisme de propagation des fissures fragiles⁶⁵.

Les déformations nécessaires à la création de cavités (par rupture des particules, par rupture de l'interface particule-matrice...) dépendent de la taille, de la forme et du type de particules concernées. Tous paramètres égaux par ailleurs, la nucléation des cavités se produit pour une déformation plus faible autour des particules les plus grosses.

La coalescence des grosses cavités et de la fissure entraîne la formation de petites cavités autour des petites particules.

Les grosses cavités et les petites cavités sont responsables de la présence de grandes et de petites "rides" caractéristiques d'un faciès de rupture de type ductile.

Lynch explique la propagation de fissures de type fragile en introduisant le concept de localisation, induite par l'environnement, du processus déformation plastique-coalescence des microcavités.

La localisation du processus microcavité-coalescence plus importante en milieu hydrogène, en milieu aqueux et en présence de métal liquide qu'en milieu inerte est imputée au phénomène d'adsorption localisé en fond de fissure (Figure 26a).

En affaiblissant les liaisons interatomiques, les ions adsorbés facilitent l'émission de dislocations à partir du fond de la fissure, ce qui fait que les sources de dislocations situées en pointe de fissure sont activées avant que l'activité des sources de dislocations situées en avant de la fissure soit trop importante.

Les dislocations injectées à partir du fond de la fissure sur les plans de glissement engendrent l'avancée Δa et l'ouverture de la fissure (Figure 26b).

La formation de cavités induite par l'activation des sources de dislocations situées en avant de la fissure accompagne le processus de glissement alterné.

La coalescence de la fissure avançant par glissement alterné avec les cavités en avant de la fissure "ré-affute" la fissure.

La fissure se produit donc, à l'échelle macroscopique, selon le plan bissecteur des plans de glissement activés (Figure 26c).

Ce modèle de propagation rend compte des faciès de rupture pour les alliages d'aluminium, le nickel, le fer-silicium, les aciers à haute résistance, le magnésium, et les alliages de titane dans différents environnements : métal liquide, hydrogène, et certaines solutions aqueuses⁶⁶.

3.3.5.4 Modèle de Birnbaum

L'augmentation de la plasticité est responsable selon Birnbaum⁶⁷ de la fissuration d'un grand nombre de métaux et alliages tels les alliages de nickel, de fer et d'aluminium en milieu hydrogéné.

La diminution de la contrainte d'écoulement induite par l'hydrogène permet la localisation de la plasticité, ce qui confère aux faciès de rupture un aspect de type fragile à l'échelle macroscopique.

Birnbaum⁶⁷ décrit le processus de fissuration comme suit. Les atomes d'hydrogène localisés en fond de fissure entraînent une diminution de la contrainte d'écoulement, et par conséquent une localisation du glissement en fond de fissure. Cette étape de glissement est ponctuée par une étape de cisaillement localisé qui conduit à la rupture du matériau.

Ce mécanisme de propagation serait aussi bien applicable aux cas de fissuration transgranulaire qu'aux cas de fissuration intergranulaire. La localisation de l'hydrogène aux joints de grains conduirait à une fissuration intergranulaire, alors que la localisation de l'hydrogène à l'intérieur des grains à une fissuration transgranulaire. Le mécanisme de propagation est le même, seul le lieu où se produit l'adoucissement diffère.

L'effet de l'hydrogène sur les propriétés d'écoulement des matériaux a fait l'objet de nombreuses études. Des phénomènes d'adoucissement et de durcissement ont été mis en évidence. Lunarska⁷⁷ a rassemblé toutes les études concernant le fer et les aciers ordinaires. Il ressort de cette synthèse qu'un chargement d'hydrogène peut aussi bien induire un adoucissement qu'un durcissement, cela dépendant de la composition chimique, de l'histoire thermique et mécanique du matériau, de la taille de l'échantillon de matériau, et des conditions de chargement. Il est nécessaire de préciser que ces conclusions sont issues des études des propriétés mécaniques "moyennes" c'est à dire macroscopiques des échantillons, qui ne reflètent pas nécessairement la plasticité en fond de fissure.

3.4 Modèles de fissuration par fragilisation avec formation d'une nouvelle phase

3.4.1 Modèle basé sur la formation d'une phase solide : modèle de Birnbaum

L'exemple le plus couramment cité de changement de phase est la formation d'hydrures métalliques.

Les métaux susceptibles de former des hydrures sont essentiellement les métaux du groupe V de la classification de Mendeleïev, à savoir Nb, V et Ta mais aussi Zr, Ti, Mg et Pb, ainsi que leurs alliages.

Le mécanisme de propagation est le suivant⁶⁷ : les hydrures se forment en fond de fissure où la concentration de contrainte est la plus importante car le potentiel chimique de l'hydrogène dissous et de l'hydrure y est plus faible, puis se rompent de manière fragile (la fissure est stoppée à l'interface hydrure-métal). La fissure se propage par répétition des événements décrits ci-dessus.

Un hydrure a un volume plus important qu'un atome de métal, par conséquent sa formation engendre une augmentation de la triaxialité des contraintes qui facilite la formation d'autres hydrures.

Si la température est trop importante, la stabilité de l'hydrure est diminuée et la contrainte induite peut être trop faible pour que sa rupture soit de type fragile.

A l'opposé, si la température est trop faible, la diffusivité des atomes d'hydrogène et la vitesse de formation des hydrures sont trop faible pour permettre la précipitation des hydrures et la rupture sera de type ductile. De la même manière, une vitesse de déformation excessive en fond de fissure ne laisse pas le temps nécessaire à la formation des hydrures, et la rupture sera également ductile.

3.4.2 Modèles basés sur la formation d'une phase gazeuse

3.4.2.1 Modèle de Zapfe

L'augmentation de pression qui accompagne la recombinaison des atomes d'hydrogène à l'intérieur de cavités situées en avant de la fissure serait suffisante pour accroître le volume de ces cavités et causer la rupture du matériau. Ce modèle⁷⁸ semblerait plus à même d'expliquer la fragilisation de matériaux en milieu gazeux, comme les aciers faiblement alliés en milieu H₂S. En effet, pour les systèmes considérés, des "cloques" en surface du métal pouvant résulter de la croissance de cavités ou de fissures (souvent associées aux inclusions de MnS) ont été observées. De par son concept, ce mécanisme

suppose la préexistence ou la formation induite par des déformations plastiques de microcavités.

3.4.2.2 Modèle de Scott

Constatant les difficultés qu'éprouvent les modèles basés sur la dissolution anodique et sur la fragilisation par l'hydrogène à rendre compte des caractéristiques thermodynamiques et cinétiques de la fissuration par CSC de l'Alliage 600 en milieu primaire, Scott propose un modèle basé sur la formation d'une nouvelle phase⁷⁹.

Différentes hypothèses thermodynamiquement envisageables ont été étudiées :

- la diffusion intergranulaire de l'oxygène (produit par radiolyse de l'eau en milieu primaire) qui en interagissant avec des atomes métalliques pourrait entraîner la formation d'un oxyde interne (Cr_2O_3), ou en interagissant avec des atomes de carbone pourrait conduire à la formation de CO_2 ,
- la diffusion intergranulaire de l'hydrogène qui en interagissant avec le carbone pourrait entraîner la formation de CH_4 .

Des considérations d'ordre cinétique ont amené l'auteur à retenir deux phénomènes : la formation de CO_2 , et la présence d'une couche d'atomes d'oxygène aux joints de grains.

La présence de microcavités (ou de bulles) intragranulaires, de quelques dizaines de nanomètres de dimension, a déjà été observé à l'avant des fissures pour l'Alliage 600 et l'Alliage X750⁸⁰. La formation de bulles de méthane résultant d'une réaction entre l'hydrogène et le carbone dissous avait été évoqué par Shen et al.⁸⁰ pour expliquer cette constatation.

4. Le modèle morphologique

Ce modèle^{81,82}, développé au laboratoire, s'inscrit dans le cadre beaucoup plus général de l'étude des instabilités interfaciales morphologiques.

4.1 Introduction

Lorsque l'on considère plusieurs corps solides, liquides ou gazeux qui réagissent les uns avec les autres, les interfaces qui séparent les différentes phases peuvent connaître au cours de l'évolution du système physico-chimique, une modification locale ou globale de leur forme. On parle alors d'instabilité interfaciale morphologique.

Un germe, un précipité, une inclusion, une piqûre, une fissure de CSC, tout défaut de surface évolutif peut être appréhendé comme une instabilité interfaciale morphologique locale.

On caractérise alors les informations morphologiques portées par l'interface à l'aide d'une fonction décrivant l'évolution, dans le temps, de la répartition des tailles de défauts.

4.2 Fonction de répartition des tailles de fissures

Prenons comme grandeur caractérisant la taille d'une fissure sa profondeur que l'on note l .

Pour décrire l'état de fissuration observé sur la partie utile d'une éprouvette ayant connu un essai de CSC de durée t , on utilise une fonction de deux variables l et t , que l'on note Z .

La définition de cette fonction appelée fonction de répartition des profondeurs de fissures est la suivante : $Z(l,t)$ est la densité (nombre par unité d'aire) de fissures de profondeurs strictement supérieures à l à l'instant t .

La connaissance de cette fonction permet la détermination des fonctions décrivant les cinétiques d'amorçage et de propagation des fissures.

4.3 Cinétiques d'amorçage et de propagation

Deux fonctions suffisent eu égard aux hypothèses adoptées figurant en Annexe 1 pour caractériser l'évolution temporelle du phénomène de fissuration par CSC. Elles sont notées $w(t)$ et $v(l,t)$.

La première dépendant uniquement de la durée écoulée depuis le début de l'essai décrit la vitesse d'amorçage des fissures. Par définition, $w(t)$ est la densité (nombre par unité d'aire) de fissures amorcées, à l'instant t , par unité de temps.

La seconde, dépendant de la variable t et de la variable l décrit la croissance des fissures. On définit par $v(l,t)$, la vitesse de propagation des fissures ayant une profondeur l à l'instant t : $v(l,t) = \frac{dl}{dt}$

Pour des raisons de commodité, on pourra être amené à utiliser également la fonction $W(t)$ décrivant l'évolution au cours du temps de la densité (nombre par unité d'aire) totale de fissures présentes à la surface de l'éprouvette.

Déterminons la relation⁸² liant les fonctions $w(t)$ et $W(t)$.

Entre les instants t et $t+dt$ (dt positif), le nombre de fissures apparues par unité d'aire de l'éprouvette est $w(t)dt$. Le nombre de fissures présentes par unité d'aire, à l'instant t , noté $W(t)$, est donc :

$$W(t) = W(0) + \int_0^t w(t)dt \quad (10)$$

où $W(0)$ est le nombre de fissures présentes par unité d'aire à l'instant $t = 0$.

4.4 Relations générales⁸¹

Un fait d'une grande importance est l'existence d'une relation biunivoque entre la fonction décrivant l'évolution de la répartition des profondeurs de fissures ($Z(l,t)$) et le couple de fonctions composé de la fonction décrivant la cinétique d'amorçage ($w(t)$) et de la fonction décrivant la cinétique de propagation des fissures ($v(l,t)$).

Ainsi, à chaque fonction expérimentale $Z(l,t)$ il correspond un couple unique de fonctions décrivant l'évolution temporelle du phénomène, et réciproquement.

4.4.1 Phase d'amorçage : relation entre les fonctions Z et w

La relation mathématique liant les fonctions Z et w se déduit directement des définitions de celles-ci. En effet, comme la densité totale de fissures à l'instant t est égale à la densité de fissures de profondeurs strictement supérieures à zéro à ce même instant, la vitesse d'amorçage des fissures à l'instant t est :

$$w(t) = \left. \frac{\partial Z}{\partial t}(l,t) \right|_{l=0} \quad (11)$$

4.4.2 Phase de propagation : relation entre les fonctions Z et v

Considérons une fissure de profondeur l après un essai de durée t .

L'instant d'amorçage de cette fissure dépend naturellement des variables l et t ; il est noté $t_a(l, t)$.

Après un essai de durée $t+dt$ (dt positif) cette même fissure aurait une profondeur égale à $l+v(l, t).dt$ sans pour autant que son instant d'amorçage ne change.

Cela se traduit par la relation suivante :

$$d[t_a(l, t)] = 0 \quad (12)$$

Développée et simplifiée⁸¹, elle nous donne l'expression de la vitesse de propagation des fissures de profondeur l à l'instant t :

$$v(l, t) = -\frac{\frac{\partial Z}{\partial t}(l, t)}{\frac{\partial Z}{\partial l}(l, t)} \quad (13)$$

4.5 Quelques remarques

Les fonctions $w(t)$ et $v(l, t)$ expriment la cinétique du phénomène de fissuration par CSC pour un système matériau-milieu donné et des conditions expérimentales données. Les expressions mathématiques représentant les fonctions expérimentales $w(t)$ et $v(l, t)$ que l'on peut déduire directement de la fonction $Z(l, t)$ contiennent donc, outre les variables l et t , des paramètres constants au cours de l'essai considéré mais qui dépendent de la nature de cet essai. Ainsi, il est nécessaire de s'affranchir de ces paramètres extrinsèques pour obtenir des expressions de $w(t)$ et $v(l, t)$ générales, autrement dit une formulation intrinsèque du comportement du matériau dans le milieu considéré.

Ce modèle s'applique à tout système physico-chimique entraînant la formation d'instabilités interfaciales morphologiques locales, pourvu que celles-ci soient dotées d'une phase d'amorçage et d'une phase de propagation. En effet, aucune hypothèse mécaniste n'est nécessaire à l'élaboration des relations fondamentales décrivant la cinétique du phénomène étudié.

Chapitre 2

Conditions expérimentales

1. Couple matériau-milieu étudié

Initialement, le *modèle morphologique* a été appliqué au cas de la fissuration de l'Alliage 600 dans une solution représentative du milieu primaire des réacteurs à eau sous pression. Le principal objectif de l'étude que nous avons entreprise étant de tester en détail et de manière approfondie les possibilités pratiques de ce modèle, nous avons jugé plus commode d'utiliser comme couple matériau-milieu un acier inoxydable austénitique et le réactif de Scheil. Comparé au couple Alliage 600-milieu primaire, le couple retenu génère un grand nombre de fissures lors d'essais de durées beaucoup plus faibles, et de façon reproductible.

Le réactif de Scheil est une solution aqueuse de chlorure de magnésium concentrée à 44% en poids, utilisée à sa température d'ébullition (153°C). Le pH de cette solution, mesuré à 153°C est voisin de 3.

L'acier utilisé est un acier inoxydable ordinaire désigné par Z 2 CN 18.10 selon la norme AFNOR, plus couramment appelé 304L (Norme AISI), particulièrement sensible à la fissuration par CSC en milieu chloruré aéré chaud.

Le tableau 3 précise les quantités des éléments ajoutés à l'élément de base : le fer.

éléments	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni
% en poids	0,02	1,45	0,026	0,007	0,66	18,2	10,0

Tableau 3. Composition chimique de l'acier utilisé.

Le maintien à une température proche de 1050°C pendant 30 minutes et le refroidissement rapide par un flash d'hélium confèrent à cet acier une structure austénitique. Ce traitement

d'austénitisation dont l'objet est de mettre en solution solide de substitution les additions métalliques (Cr, Ni, Si) et en solution solide d'insertion le carbone nous assure de l'absence de précipités de carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$ aux joints de grains.

La composition chimique de cet acier inoxydable austénitique montre que l'on ne peut exclure une décomposition de la structure austénitique par traitement thermo-mécanique. En effet, la transformation de l'austénite en martensite ε (hexagonale compacte) et en martensite α' (cubique centrée pour les bas-carbone, sinon quadratique) a été mise en évidence à plusieurs reprises par de nombreux auteurs^{83, 84, 85, 86} à des températures bien supérieures à la température ambiante au sein d'un tel matériau soumis à des déformations plastiques importantes.

2. La nature de l'essai de CSC

Les essais de CSC diffèrent essentiellement par le mode de mise en charge des éprouvettes. On dénombre trois catégories d'essais :

- les essais à charge constante,
- les essais à déformation imposée,
- les essais à vitesse d'allongement imposée.

Concernant les essais à charge constante, les éprouvettes sont généralement sollicitées en traction. La cinétique de la mise en charge des éprouvettes influence très nettement le phénomène d'amorçage des fissures⁸⁷. Ce type d'essai permet la détermination d'une contrainte limite de non fissuration souvent assimilée à la contrainte limite de non fluage du matériau⁸⁷. Une estimation de la durée de la période d'incubation est parfois possible par la comparaison de l'évolution de l'allongement de l'éprouvette en milieu inerte et en milieu corrosif⁸⁸.

Pour les essais à déformation imposée, lorsque les éprouvettes sont confectionnées à partir de tube, on rencontre des éprouvettes en forme de C nommées C-rings, en forme de U appelées U-bends, en forme de "selle de cheval" ("Reverse U-bends"). Les contraintes ainsi appliquées sont déterminées avec imprécision et évoluent au cours de l'essai pour différentes raisons : relaxation



Figure 27. Eprouvette utilisée (essais à vitesse d'allongement constante) de longueur utile 30 mm.

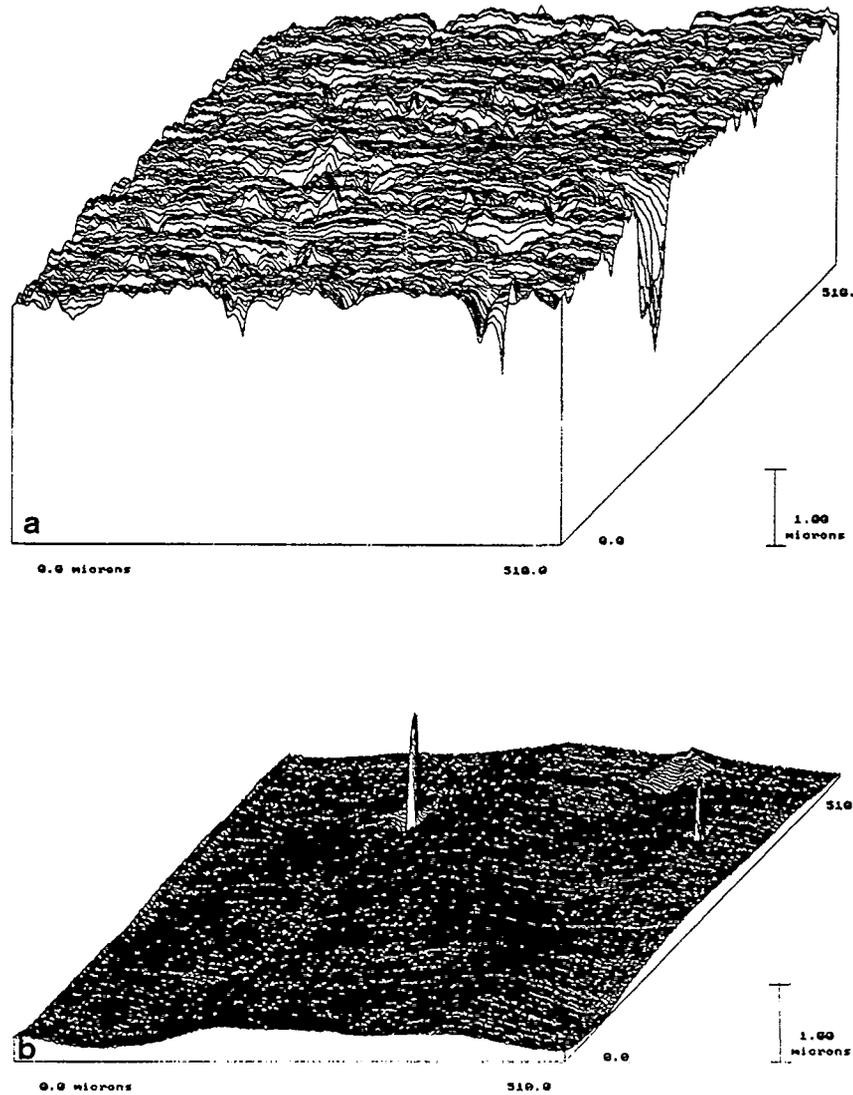


Figure 28. Etats de surface d'une éprouvette avant le polissage électrolytique (a) et après le polissage électrolytique (b) obtenus à l'aide d'un microscope mécanique à balayage. Principaux paramètres d'acquisition : 256×256 points, pas : 2 micromètres. Les trois "pics" que l'on peut constater sur la figure 28b sont vraisemblablement des artefacts de mesure.

par fluage, relaxation consécutive au développement d'une fissure. Peu d'études fondamentales sont issues de ce mode d'application d'une sollicitation mécanique. Les essais à déformation imposée sont généralement utilisés dans le but de classer la sensibilité à la fissuration par CSC de différentes nuances d'aciers ou de tester l'efficacité d'inhibiteurs potentiels ; la sensibilité d'un matériau à la fissuration par CSC dans un milieu donné est exprimée en terme de durée à rupture.

On peut aussi imposer un allongement linéairement croissant à une éprouvette en réalisant un essai de traction. Le rapport de la vitesse d'allongement et de la longueur utile de l'éprouvette (mesurée avant déformation) est appelé (abusivement) vitesse de déformation ou encore vitesse d'allongement relatif. L'ordre de grandeur de la vitesse d'allongement relatif que l'on applique à l'éprouvette dépend du couple matériau-milieu considéré. La sensibilité d'un matériau à la fissuration par CSC dans un environnement donné est exprimée en termes de perte de ductilité, de baisse de la contrainte maximale, ou de réduction de l'aire de la courbe (σ, ϵ).

Les raisons qui nous ont amené à choisir comme couple matériau-milieu l'acier inoxydable austénitique et le réactif de Scheil nous ont également conduit à choisir comme type d'essai l'essai à vitesse d'allongement imposée. En effet, pour un couple matériau-milieu donné, ce type d'essai génère un plus grand nombre de fissures que les autres types d'essai, et cela plus rapidement. Par ailleurs, les paramètres mécaniques comme la contrainte (nominale) et la vitesse d'allongement sont directement accessibles et leur évolution au cours de l'essai est facilement modélisable.

3. Le mode opératoire

Les éprouvettes de traction sont découpées dans une tôle d'épaisseur 2 millimètres dans le sens de laminage. La forme des éprouvette est indiquée à la figure 27.

Après avoir été hypotremées, elles sont polies mécaniquement à l'aide de feuilles de papier abrasif au carbure de silicium. Afin de parfaire l'état de surface, de supprimer l'écrouissage (et éventuellement la martensite) formé superficiellement au cours du polissage mécanique, et enfin d'éliminer les carbures de silicium incrustés dans le matériau, les éprouvettes sont ensuite polies électrolytiquement (Figure 28). Ce polissage est effectué à densité de courant de dissolution

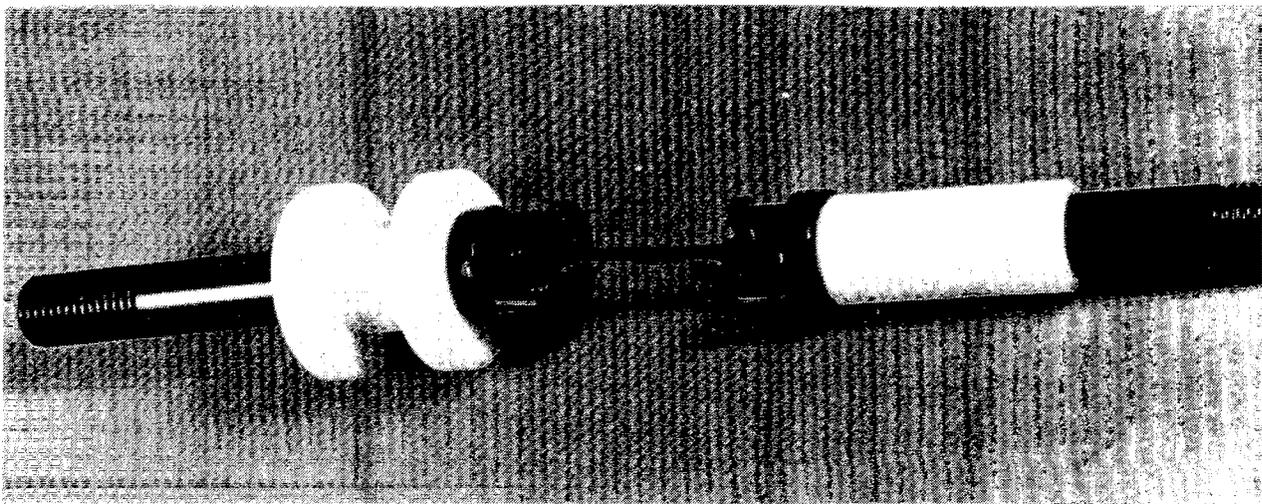


Figure 29. Amarrage d'une éprouvette aux tirants de la ligne de traction.

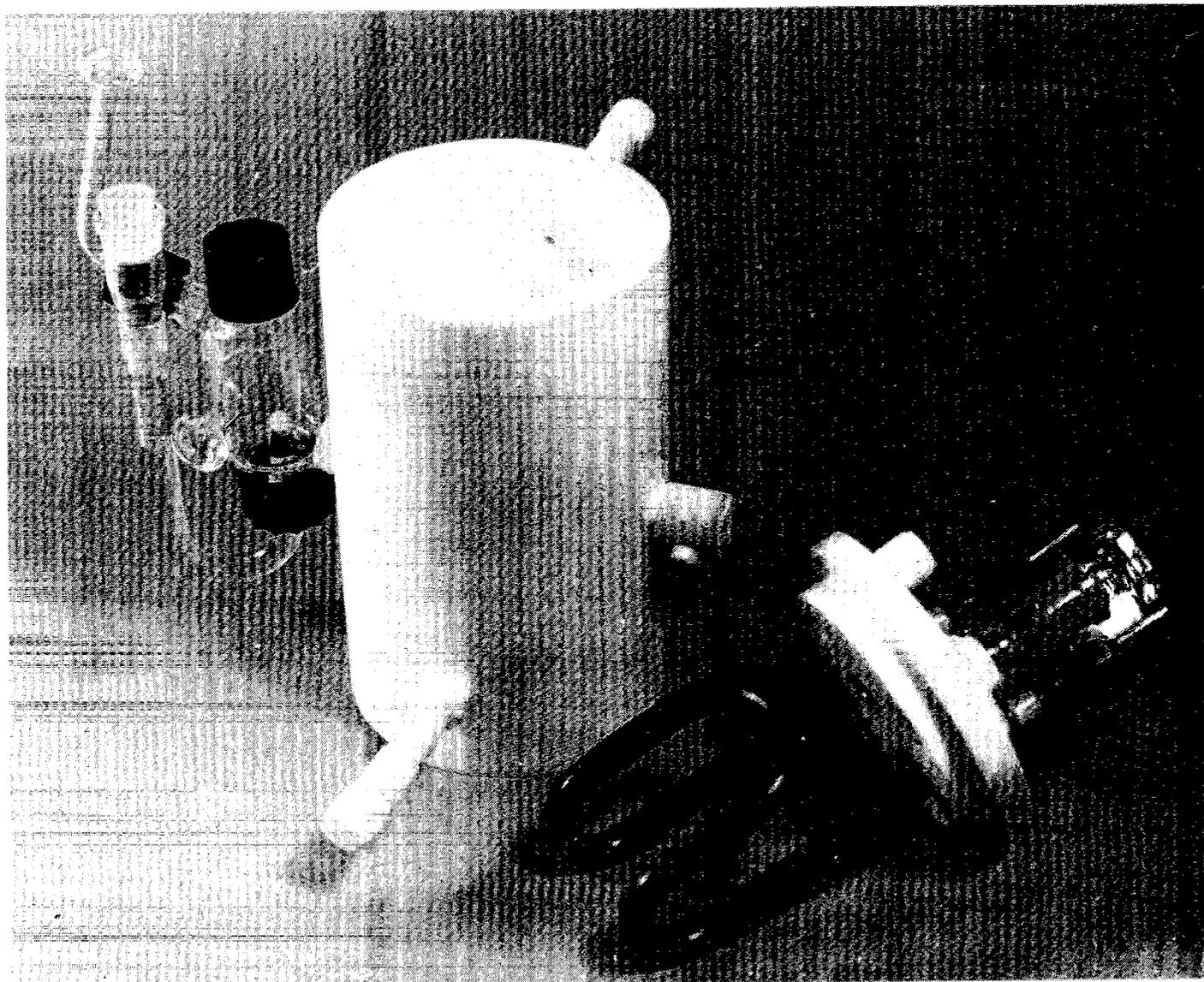


Figure 30. Cellule de corrosion en P.T.F.E utilisée.

imposée (100 mA.cm^{-2}). La solution est celle habituellement utilisée, à savoir une solution d'acide perchlorique (10% en volume, $d = 1,67$) et d'éther monobutylique de l'éthylène glycol (90% en volume, $d = 0,90$). La quantité de matière dissoute est telle que l'épaisseur de l'éprouvette a diminué d'environ $60 \mu\text{m}$.

Les éprouvettes sont ensuite légèrement décapées : l'immersion pendant une quinzaine de secondes dans un bain nitro-fluorhydrique (0,9 mole d'acide fluorhydrique et 1,6 mole d'acide nitrique pour 1 litre d'eau) élimine le film organique qui pourrait subsister après le polissage électrolytique.

Avant d'être introduites dans la cellule de corrosion, les éprouvettes sont dégraissées à l'aide d'une solution ternaire (acétone, toluène et éthanol en quantités égales) et rincées (éthanol) dans une cuve à ultrasons.

Le réactif de Scheil est élaboré à partir de chlorure de magnésium hydraté. La concentration désirée, 44% en poids, est obtenue par ajout de chlorure de magnésium hydraté à de l'eau déminéralisée en quantité telle que la température d'ébullition de la solution soit égale à 153°C .

Cette solution est ensuite introduite dans la cellule de corrosion contenant l'éprouvette. Celle-ci est solidarisée à la ligne de traction comprenant un capteur de force à l'aide de mors réalisés dans le même matériau afin d'éviter un couplage galvanique car les mors sont à l'intérieur de la cellule au contact de la solution. Ces mors ont par la suite été recouvert d'un film à base de Téflon (nommé Halar) car des mesures de transitoires de courants de dissolution ont été envisagées (Figure 29).

La solution est chauffée à l'aide d'une résistance chauffante située à l'intérieur de la cellule. La résistance chauffante est également recouverte d'un film de Halar, cela afin de la protéger de la solution corrosive (Figure 30).

La solution est chauffée en permanence par la résistance chauffante et sa concentration est maintenue constante par le retour dans la cellule de la vapeur d'eau condensée à l'intérieur d'un

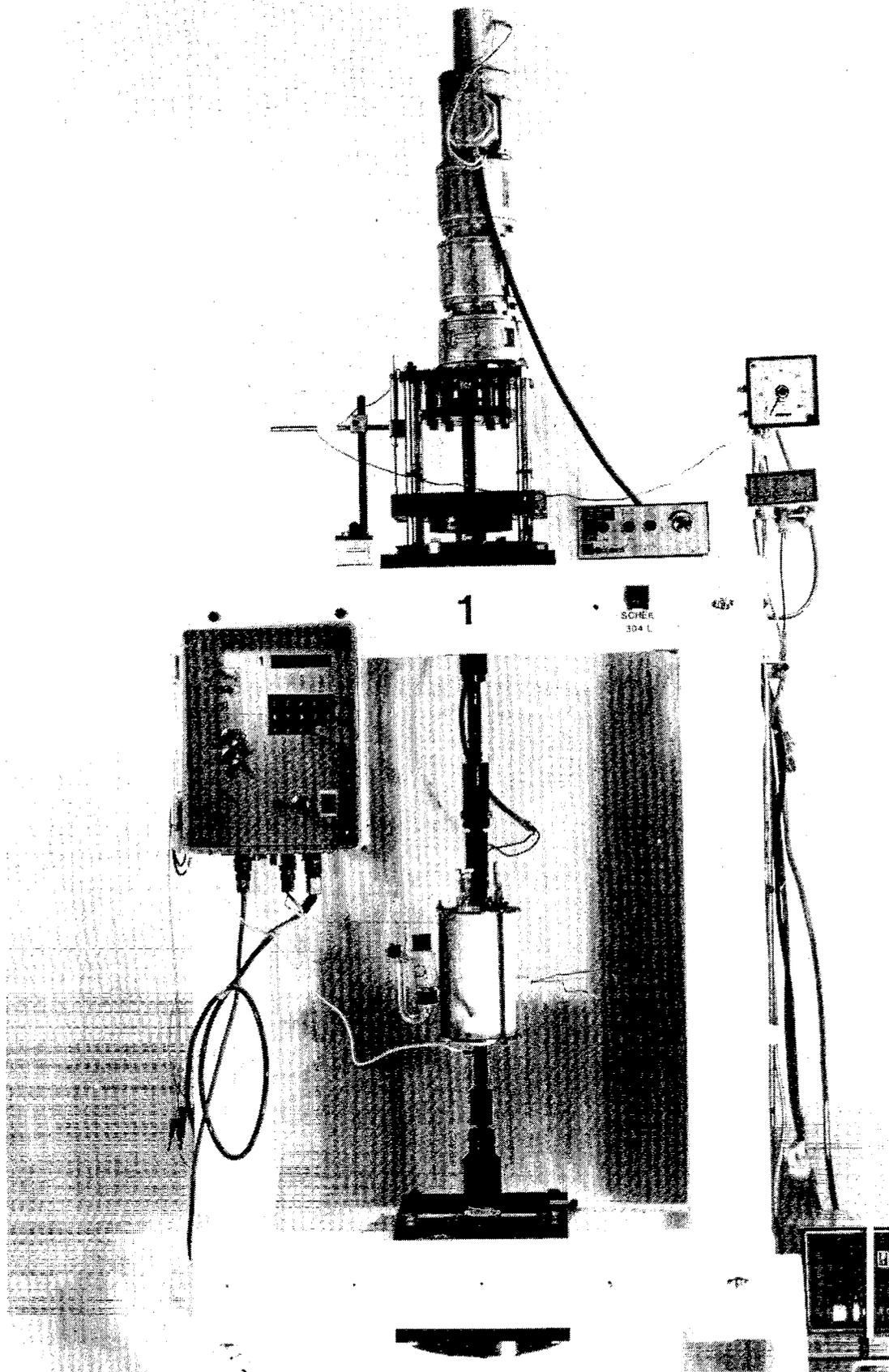


Figure 31. Machine de traction utilisée.

échangeur thermique fixé à la partie supérieure de la cellule. Le contrôle de la température d'ébullition de la solution permet de s'assurer que la concentration en chlorure de magnésium de la solution demeure constante au cours de l'essai.

L'ensemble constitué de l'éprouvette et des mors est isolé électriquement des autres éléments de la ligne de traction. Une électrode de référence au calomel est plongée dans une solution de chlorure de potassium saturée reliée à la solution de chlorure de magnésium par un fritté (Figure 30). La solution de chlorure de potassium est à température ambiante.

Les essais de traction sont réalisés sur une machine (Figure 31) de capacité 2000 daN équipée d'un ensemble motoréducteur permettant d'exercer une vitesse d'allongement constante comprise entre quelques millièmes de millimètres par heure et plusieurs centaines de millimètres par heure selon le nombre de réducteurs utilisés et les rapports de réduction de ces réducteurs.

La traction de l'éprouvette ne débute qu'une fois son potentiel d'électrode stabilisé à une valeur proche de -300 mV/ECS. Cette condition nous assure de débiter la traction à un état stationnaire électrochimique donné, reproductible d'une manipulation à l'autre. Si le potentiel n'est pas stabilisé dans des délais raisonnables (environ trois heures), l'essai n'est pas poursuivi.

Durant toute la durée de l'essai, le potentiel d'électrode de l'éprouvette et la force à laquelle elle est soumise sont enregistrés.

4. Caractérisation de la multifissuration

Deux grandeurs viennent naturellement à l'esprit pour caractériser à un instant donné la taille d'une fissure : sa profondeur et sa largeur.

On désigne par largeur d'une fissure L_w sa plus grande dimension mesurée en surface de l'éprouvette et par profondeur l sa plus grande dimension normale à la surface de l'éprouvette (figure 32).

Comme la forme des fissures est supposée symétrique par rapport à la droite normale à la surface de l'éprouvette passant par le point de l'interface métal-solution en fond de fissure le plus

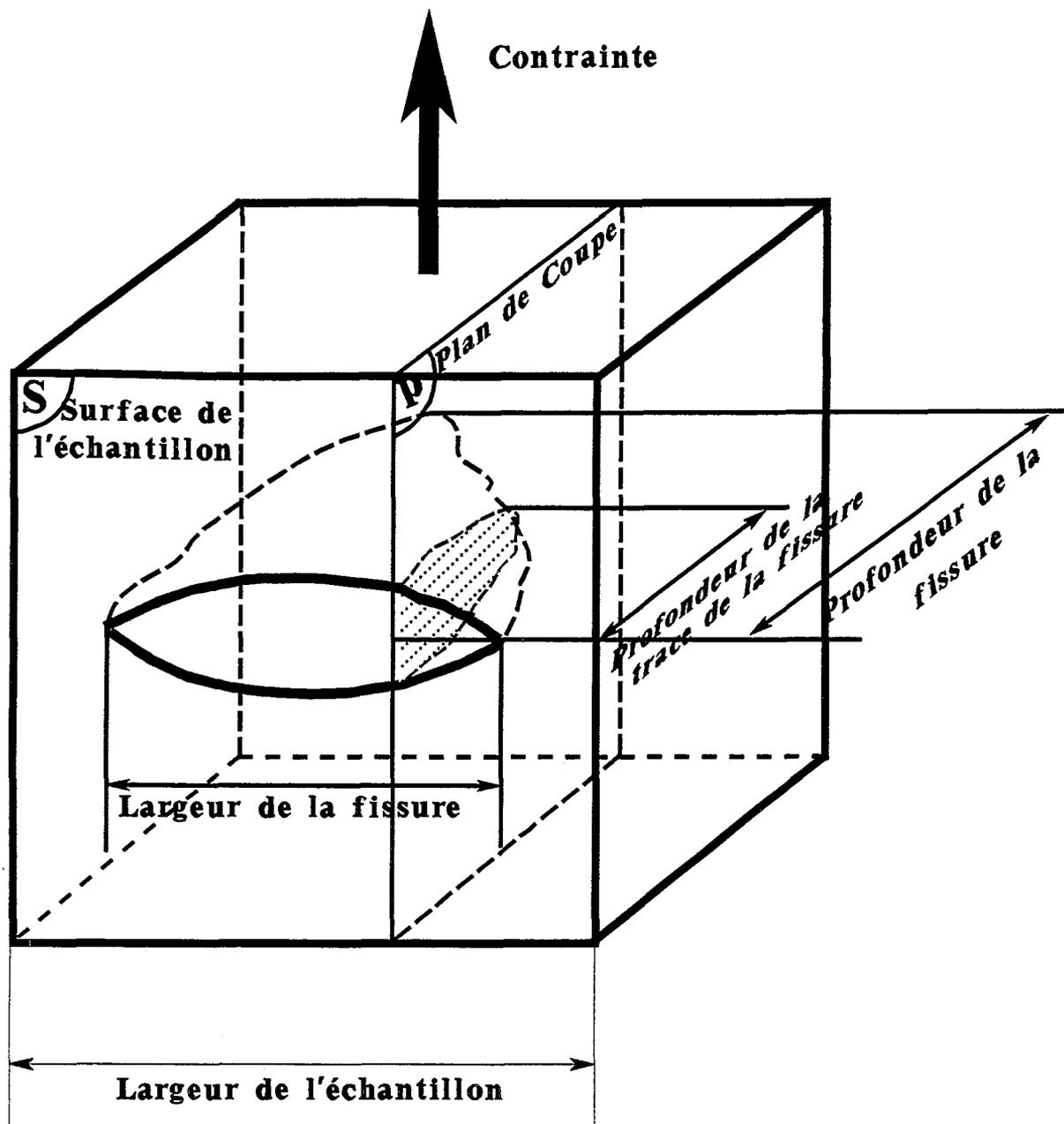


Figure 32. Représentation schématique d'une fissure en trois dimensions.

éloigné de la surface de l'éprouvette, nous utilisons préférentiellement à la variable L_w , la variable l_w désignant la demi-largeur de la fissure.

4.1. Caractérisation de l'évolution temporelle de la répartition des tailles de fissures à l'aide des fonctions Z_t et Z_w

4.1.1. Définitions

A chacune des variables l et l_w caractérisant la taille des fissures, il correspond une fonction décrivant la répartition des tailles des fissures. Ces fonctions caractérisent le même état de fissuration de l'éprouvette et sont utilisées à des fins différentes.

L'évolution de la répartition des demi-largeurs des fissures au cours du temps est caractérisée à l'aide de la fonction de deux variables $Z_w(l_w, t)$ appelée *fonction de répartition des demi-largeurs de fissures* dont la définition est : *densité de fissures (nombre par unité de surface de l'éprouvette) qui, à l'instant t , ont une demi-largeur strictement supérieure à l_w .*

L'évolution de la répartition des profondeurs des fissures au cours du temps est caractérisée de la même manière puisque la fonction $Z(l, t)$ nommée *fonction de répartition des profondeurs de fissures* a pour définition : *densité de fissures (nombre par unité de surface de l'éprouvette) qui, à l'instant t , ont une profondeur strictement supérieure à l .*

Contrairement à la fonction Z_w , la fonction Z n'est pas accessible directement avec des moyens opérationnels simples. En effet, on convient qu'il n'est pas aisé de déterminer la profondeur de chacune des fissures présentes à la surface d'une éprouvette.

Cependant, la fonction Z est déductible de la fonction Z_t caractérisant *l'évolution de la répartition des profondeurs de traces de fissures au cours du temps*. On appelle *trace d'une fissure* l'intersection de celle-ci et d'un plan de coupe. Celui-ci est axe de symétrie de l'éprouvette, soit parallèle à la direction de la contrainte principale de traction (Figure 32).

La répartition des profondeurs des traces de fissures à un instant t donné est directement accessible à partir de l'examen micrographique du plan de coupe.



Figure 33. Micrographie optique d'une partie de la surface utile d'une éprouvette (X 200). Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-6} \cdot s^{-1}$, $t = 105 \text{ min}$.

La définition de la fonction Z_t est la suivante : $Z_t(l_t, t)$ est la densité de traces de fissures (nombre par unité de longueur de la partie utile de l'éprouvette) qui, à l'instant t ont une profondeur strictement supérieure à l_t .

Cette fonction Z_t est liée à la fonction Z par une relation mathématique faisant intervenir une fonction qui caractérise la forme des fissures. Cette fonction est définie dans le paragraphe 4.2.1. De la précision avec laquelle la fonction caractérisant la forme des fissures est déterminée dépend le "degré de fidélité" avec lequel la fonction Z "reproduit" la répartition des profondeurs des fissures.

Chacune de ces fonctions Z_w , Z et Z_t est positive, décroissante par rapport à la variable choisie pour caractériser la taille des fissures et croissante par rapport à la variable t .

4.1.2. Détermination des fonctions de répartition Z_t et Z_w

A chaque instant t , la fonction Z_w décrivant l'évolution temporelle de la répartition des demi-largeurs de fissures se déduit directement de l'examen micrographique de la surface de l'éprouvette (Figure 33) déformée à vitesse d'allongement constante pendant la durée t . En effet, la mesure des largeurs de toutes les fissures présentes sur une éprouvette permet de déterminer le nombre de fissures de demi-largeur strictement supérieure à l_w à l'instant t .

Pratiquement, sont dénombrées les fissures ayant des demi-largeurs comprises entre 15 et 20 μm , 20 et 25 μm , etc..., et le calcul des effectifs cumulés décroissants donne le nombre de fissures de demi-largeur supérieures à 15 μm , le nombre de fissures de demi-largeur supérieures à 20 μm , etc..., à l'instant t . Ces nombres, divisés par la surface du domaine où le dénombrement a été effectué, sont les valeurs de la fonction Z_w lorsque la variable l_w est égale 15 μm , 20 μm , etc... , à l'instant t .

Le dénombrement des fissures est effectué sur une reproduction photographique d'une portion de la surface utile de l'éprouvette grossie 200 fois. Cette portion est symétrique par rapport à l'axe longitudinal de l'éprouvette ; sa largeur est égale à 1,5 mm et sa longueur est 6 mm. L'utilisation d'une reproduction photographique permet de marquer les fissures déjà prises en compte et d'éviter d'en oublier. Le dénombrement des fissures ayant des demi-largeurs inférieures à 15 μm n'a pas été effectué car nous avons constaté qu'il est très délicat (voire impossible) de faire la distinction entre

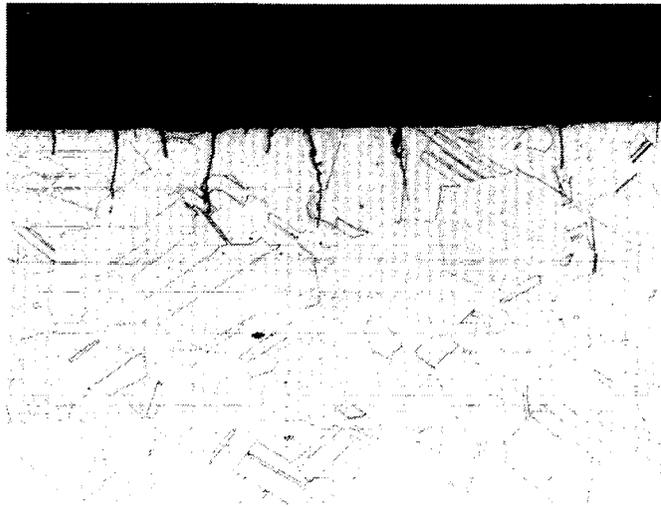


Figure 34. Micrographie optique d'un échantillon de la section d'une éprouvette (X 200). Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-6} \cdot s^{-1}$, $t = 105 \text{ min}$.

une fissure et un défaut de surface comme un plan de glissement émergeant à l'interface matériau-milieu.

Le principe de détermination de la fonction Z_t caractérisant la répartition des profondeurs des traces de fissures est le même.

Avant de mesurer la profondeur des traces de fissures, la section de l'éprouvette est soigneusement polie (du papier au carbure de silicium à la pâte diamant $\frac{1}{4} \mu\text{m}$) puis immergée pendant quelques minutes dans un bain nitro-fluorhydrique afin de supprimer le "beurrage" des traces de fissures qui pourrait conduire à une mesure erronée de leur profondeur (figure 34).

La qualité de l'état de surface de la section de l'éprouvette permet une observation plus fine des traces de fissures (grossissement 500) et il est alors possible de distinguer sans ambiguïté les traces de fissures des traces de petites tailles des défauts de surface (seuil de distinction : quelques micromètres). Cela dit, le dénombrement des traces de fissures étant une opération longue et fastidieuse, seules les traces de fissures de profondeurs supérieures à $10 \mu\text{m}$ sont prises en compte.

Le dénombrement des traces de fissures de profondeurs comprises entre 10 et $20 \mu\text{m}$, 20 et $30 \mu\text{m}$, etc., est effectué sur la totalité des deux sections de l'éprouvette, soit sur quatre longueurs utiles de l'éprouvette (chaque section possède deux interfaces métal-solution de longueur utile L_0). Cela est réalisé dans le but d'obtenir des données expérimentales concernant les traces de fissures de grandes profondeurs (présentes en faible quantité) le plus statistiquement représentatif possible. Le calcul des effectifs cumulés décroissant donne le nombre de traces de fissures de profondeurs supérieures à $10 \mu\text{m}$, le nombre de traces de fissures de profondeurs supérieures à $20 \mu\text{m}$, etc., et la division de ces nombres par le facteur $4 \times L_0$ donne les valeurs de la fonction Z_t lorsque la variable l_t est égale à $10 \mu\text{m}$, $20 \mu\text{m}$, etc., à l'instant t . La réalisation d'une reproduction photographique de la section de l'éprouvette n'est pas indispensable car le relevé des profondeurs des traces de fissures est "linéique" et non "surfactive" comme pour le relevé des demi-largeur de fissures et les traces dont la profondeur a déjà été mesurée ne peuvent être prises en compte une nouvelle fois en examinant la section de l'éprouvette méthodiquement d'une extrémité à l'autre.

4.2. Caractérisation de la morphologie des fissures à l'aide des fonctions f ou g

4.2.1. Définitions

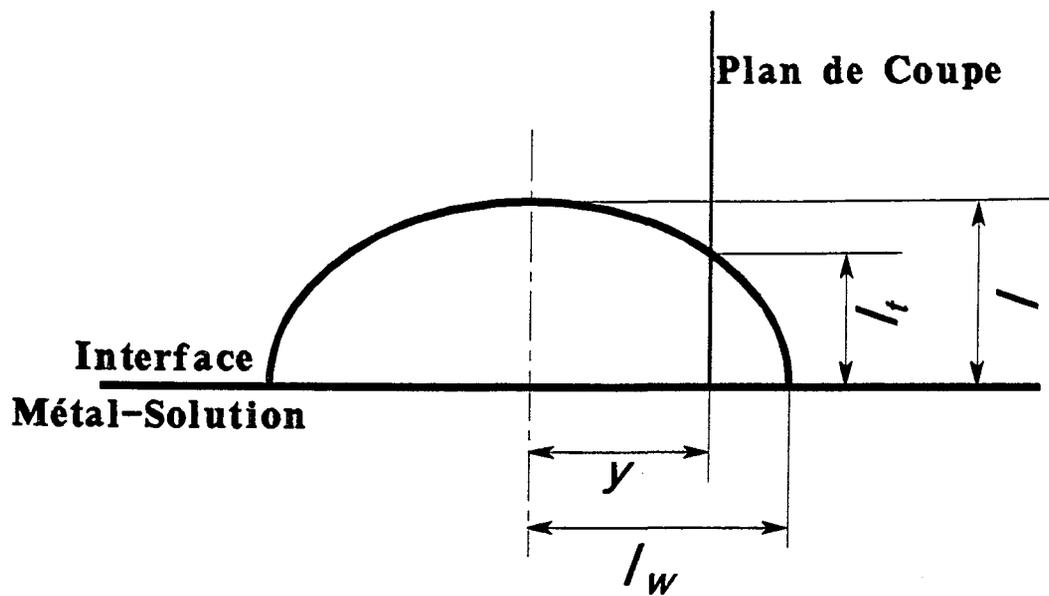


Figure 35. Représentation schématique d'une fissure en deux dimensions. Notations.

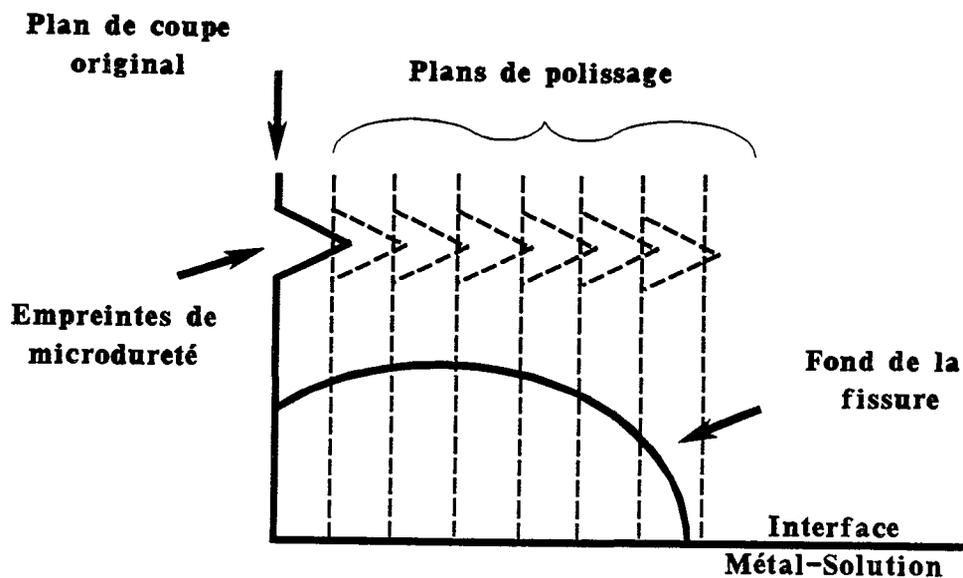


Figure 36. Illustration du principe de la méthode de détermination des profils des fissures par polissages parallèles au plan de coupe original.

Pour caractériser la forme des fissures à l'instant t , on peut utiliser l'une ou l'autre des deux fonctions suivantes :

$$y = f(l_t, l, t) \text{ avec la condition } f(l, l, t) = 0 \quad (14)$$

$$y = g(l_t, l_w, t) \text{ avec la condition } g(0, l_w, t) = l_w \quad (15)$$

y étant la distance séparant le plan de coupe de l'axe de symétrie de la fissure (Figure 35).

Le choix se fait en fonction de la commodité, pour les calculs. Ces fonctions sont appelées *fonction de forme*.

4.2.2. Détermination expérimentale de la fonction de forme

La fonction de forme f (ou la fonction de forme g) caractérisant la forme des fissures à l'instant t peut être déterminée expérimentalement.

La technique que nous avons utilisée consiste en la détermination des "profils des fissures" par polissages mécaniques. Nous désignons par "profil d'une fissure" la forme de la courbe définie comme l'intersection des deux lèvres de cette fissure.

La méthode consiste en la réalisation d'une multitude de polissages mécaniques effectués parallèlement au plan de coupe préalablement défini, et au suivi de l'évolution de la profondeur des traces de fissures mesurées après chaque étape de polissage. La distance séparant le nouveau plan de coupe de l'ancien est déterminée par la diminution de la profondeur d'une empreinte de microdureté. La géométrie de l'empreinte étant connue, il suffit de mesurer la diminution de la longueur de sa diagonale pour accéder à la diminution de sa profondeur. La figure 36 illustre le principe de cette méthode.

Le parallélisme des plans de polissage est vérifié en comparant les diminutions des profondeurs de trois empreintes de microdureté suffisamment éloignées les unes des autres.

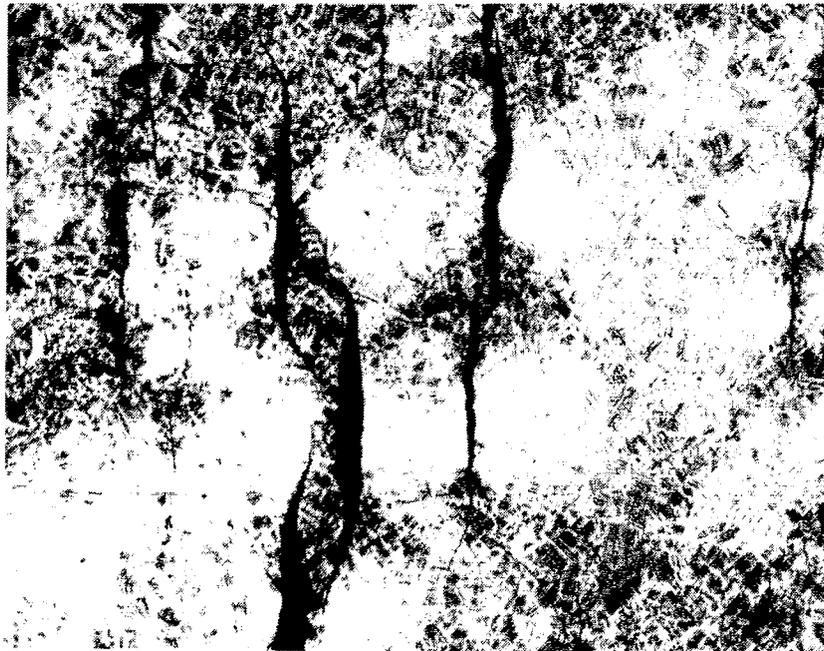


Figure 37. Micrographie optique ($\times 50$) d'un échantillon de la surface d'une éprouvette en acier inoxydable Z 2 C N 18,10 sollicitée à vitesse d'allongement relatif constante ($5 \cdot 10^{-6} \cdot s^{-1}$) dans une solution aqueuse de $MgCl_2$ (44%, $153^\circ C$) jusqu'à sa rupture. Mise évidence du phénomène de coalescence des fissures.

Avant de mesurer la profondeur des traces de fissures, une attaque chimique (bain nitro-fluorhydrique) de la surface de l'échantillon est effectuée afin de supprimer le "beurrage" des traces de fissures.

4.3. Effets de la coalescence des fissures sur les fonctions de répartition et sur la fonction de forme

Si deux fissures sont suffisamment proches, elles peuvent se regrouper et ainsi ne former plus qu'une seule fissure (Figure 37).

La fréquence d'observation de la coalescence de fissures est augmentée par une augmentation de la densité totale de fissures et/ou par une augmentation de la taille des fissures.

Lorsque deux fissures se regroupent, la fissure qui en résulte a pour largeur environ la somme des largeurs des deux fissures et pour profondeur la profondeur de la fissure la plus profonde. Il est évident que la forme de la nouvelle fissure est différente de la forme des fissures qui lui ont donné naissance. Les fonction de forme (f et g) caractérisant la forme des fissures sont donc fortement influencées par le phénomène de coalescence des fissures.

Les fonctions de répartition Z et Z_w caractérisant respectivement la répartition des profondeurs de fissures et la répartition des largeurs de fissures sont également influencées par le phénomène de coalescence.

Comme le regroupement de deux fissures donne naissance à une fissure de largeur égale à la somme des largeurs des deux fissures, le phénomène de coalescence entraîne inéluctablement une diminution de la densité des fissures de faibles largeurs au bénéfice des densités des fissures de plus grandes largeurs.

Par contre, comme le regroupement de deux fissures donne naissance à une fissure de profondeur égale à la profondeur de la fissure la plus profonde, le phénomène de coalescence a pour effet d'engendrer une diminution des densité des fissures de faibles profondeurs sans modifier les densités des fissures de grandes profondeurs.

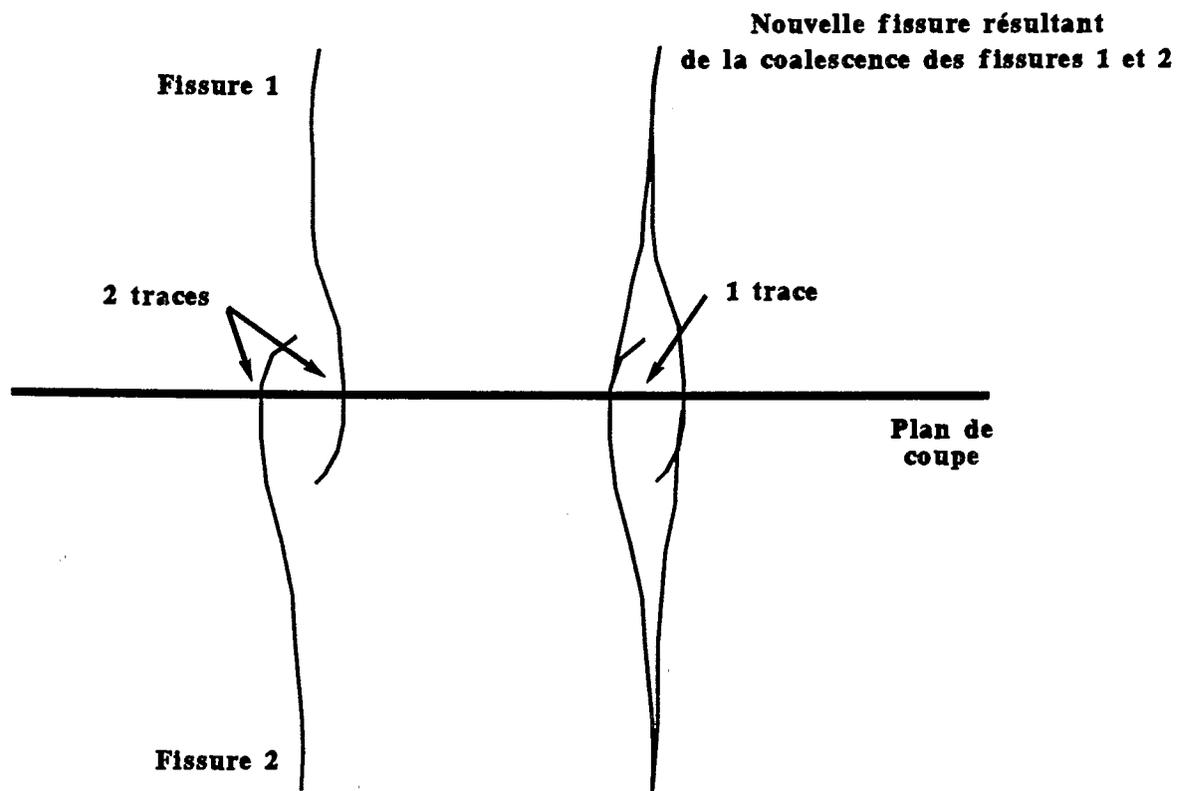


Figure 38. Représentation schématique de la coalescence de deux fissures. Influence sur la densité de traces de fissures.

La fonction d'évolution Z_f caractérisant la répartition des profondeurs des traces de fissures peut aussi être influencée par le phénomène de coalescence si le regroupement de deux fissures se réalise au niveau du plan de coupe. Ainsi, compte tenu de la forme particulière des extrémités des deux fissures qui vont se rejoindre (Figure 37), deux traces de fissure avant regroupement ne donnent plus qu'une trace de fissure après regroupement (Figure 38).

Il convient toutefois de noter que la probabilité qu'un regroupement de fissures se produise au niveau du plan de coupe est très faible.

L'un des objectifs de notre étude étant de déterminer les cinétiques d'amorçage et de propagation des fissures de CSC, nous devons nous affranchir du phénomène de coalescence qui perturbe à la fois l'évolution de la densité totale de fissure, l'évolution de la forme des fissures et enfin l'évolution de la vitesse de propagation des fissures au cours de l'essai. Nous ne réaliserons donc que des essais de courtes durées pour lesquels le phénomène de coalescence ne se manifeste pas ou peu. En limitant la durée des essais, les fissures se propagent peu, leur taille reste donc modeste et les regroupements sont peu fréquents.

Par ailleurs, des études du phénomène de coalescence des fissures ont été entreprises : on peut citer les travaux de Parkins⁸⁹ et de Kitagawa⁹⁰.

Chapitre 3

Morphologie des fissures

Ce chapitre retrace la démarche adoptée pour caractériser la morphologie des fissures de CSC, à savoir déterminer la fonction de forme. La connaissance de cette fonction, rappelons le, est indispensable à la détermination de la fonction décrivant l'évolution de la répartition des profondeurs de fissures.

Trois approches différentes ont été successivement utilisées pour préciser la fonction de forme. La première consiste en la détermination expérimentale des profils des fissures, les deux autres en la recherche de la fonction de forme à partir des fonctions expérimentales décrivant l'évolution temporelle de la répartition des profondeurs des traces de fissures et l'évolution temporelle de la répartition des largeurs de fissures.

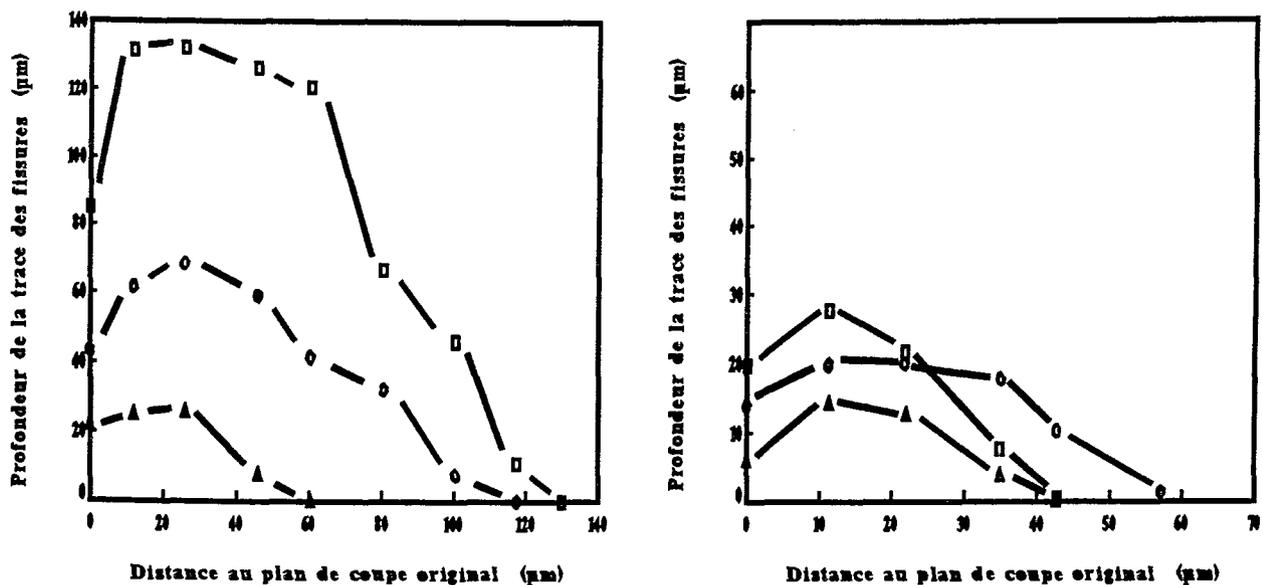
1. Première approche : détermination des profils des fissures

Lors de cette première approche, nous nous sommes attachés à déterminer de manière expérimentale les profils des fissures.

1.1 Méthodologie

La méthode utilisée est décrite dans le paragraphe 4.2.2. du chapitre 2. Elle consiste en la réalisation d'une multitude de polissages mécaniques effectués parallèlement au plan de coupe original, et au suivi de l'évolution de la profondeur des traces de fissures mesurée après chaque étape de polissage.

Une méthode de détermination des profils de fissures sensiblement différente a également été utilisée. Les polissages mécaniques sont cette fois réalisés parallèlement à la surface de l'éprouvette et l'on suit l'évolution de la largeur des fissures mesurée après chaque étape de polissage. Comme pour la première méthode, la distance séparant le nouveau plan de polissage de l'ancien est déterminée par la diminution de la profondeur d'une empreinte de microdureté. Le parallélisme des plans de polissage est vérifié en comparant les diminutions des profondeurs de trois empreintes de microdureté suffisamment éloignées les unes des autres.



Figures 39a et 39b. Profils de fissures obtenus par polissages parallèles au plan de coupe original. Ces fissures sont présentes à la surface d'une éprouvette déformée jusqu'à sa rupture à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

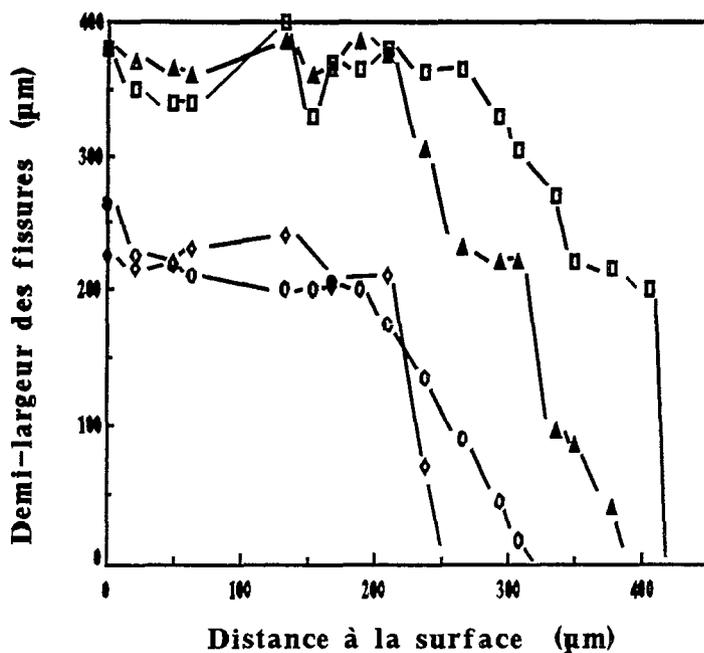


Figure 40. Profils de fissures déterminés par polissages parallèles à la surface de l'éprouvette. Ces fissures sont présente à la surface d'une éprouvette déformée jusqu'à sa rupture à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

1.2 Résultats

Les figures 39a et 39b présentent des acquisitions obtenues à l'aide de la technique des polissages parallèles au plan de coupe original. Celle-ci est appliquée à l'étude de la morphologie des fissures présentes à la surface d'une éprouvette déformée à vitesse d'allongement constante jusqu'à sa rupture.

Comme sont représentées en ordonnée la profondeur des traces de fissures et en abscisse la distance au plan de coupe original, ces figures donnent directement les profils des fissures.

On constate que les profils des fissures sont assez semblables. En première approximation, la forme des fissures pourrait être assimilée à un triangle isocèle.

Remarquant que les fissures sont plus larges que profondes, nous avons utilisé la technique des polissages parallèles à la surface de l'éprouvette pour étudier la morphologie des fissures de grandes dimensions. Cette technique offre l'avantage de nécessiter un nombre de polissages inférieur. Le suivi de l'évolution de la largeur des fissures en fonction de la distance à la surface de l'éprouvette nous donne les profils de celles-ci.

La figure 40 présente des profils de fissures ainsi obtenus. En abscisse est portée la distance à la surface de l'échantillon, et en ordonnée la demi-largeur des fissures. Cette figure (n°40) ne se lit donc pas comme les figures 39a et 39b. En effet, pour ces dernières l'interface métal-solution correspond à l'axe des abscisses alors que pour la figure 40 il correspond à l'axe des ordonnées.

On distingue un changement de morphologie des fissures : si la forme des petites fissures s'apparente à un triangle isocèle, la forme des fissures de grandes tailles serait assimilable à un rectangle. Le changement de forme des fissures que nous venons de déceler n'est pas induit par le changement de technique d'investigation : la technique réservée à la détermination des profils des fissures de petites tailles appliquée à la détermination d'un profil d'une fissure de grande taille nous a conduit à la même constatation (Figure 41).

Le fait que les formes des fissures de différentes tailles ne soient pas semblables résulte probablement d'une croissance non homothétique des fissures. Dans le paragraphe "Discussion" qui suit, ce problème est abordé.

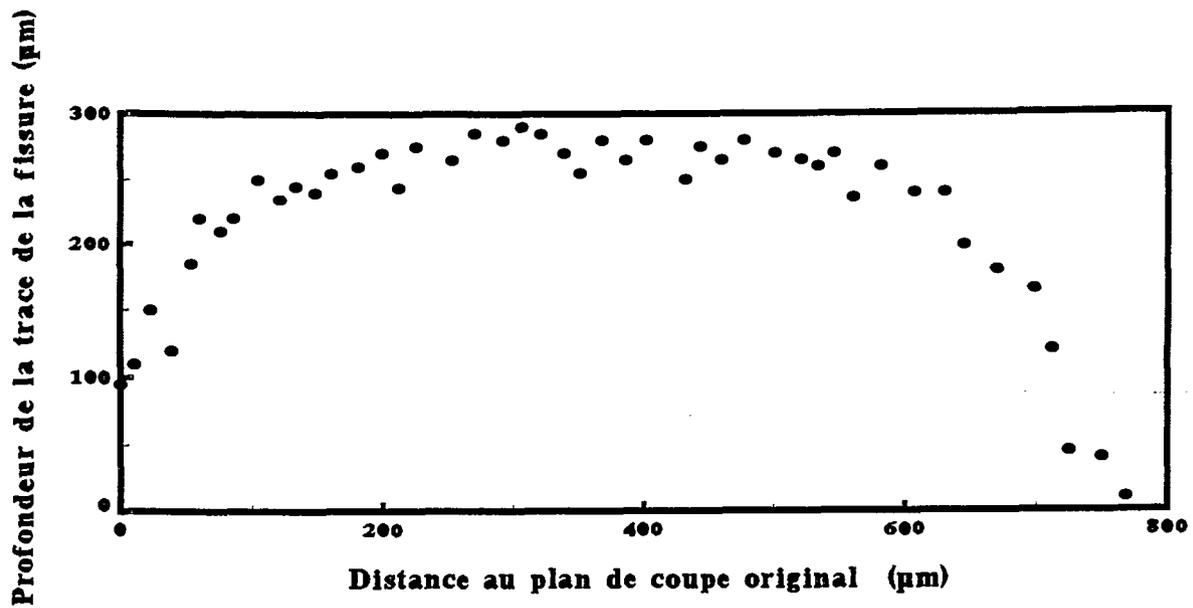


Figure 41. Profil d'une fissure de grande taille déterminé par polissages parallèles au plan de coupe

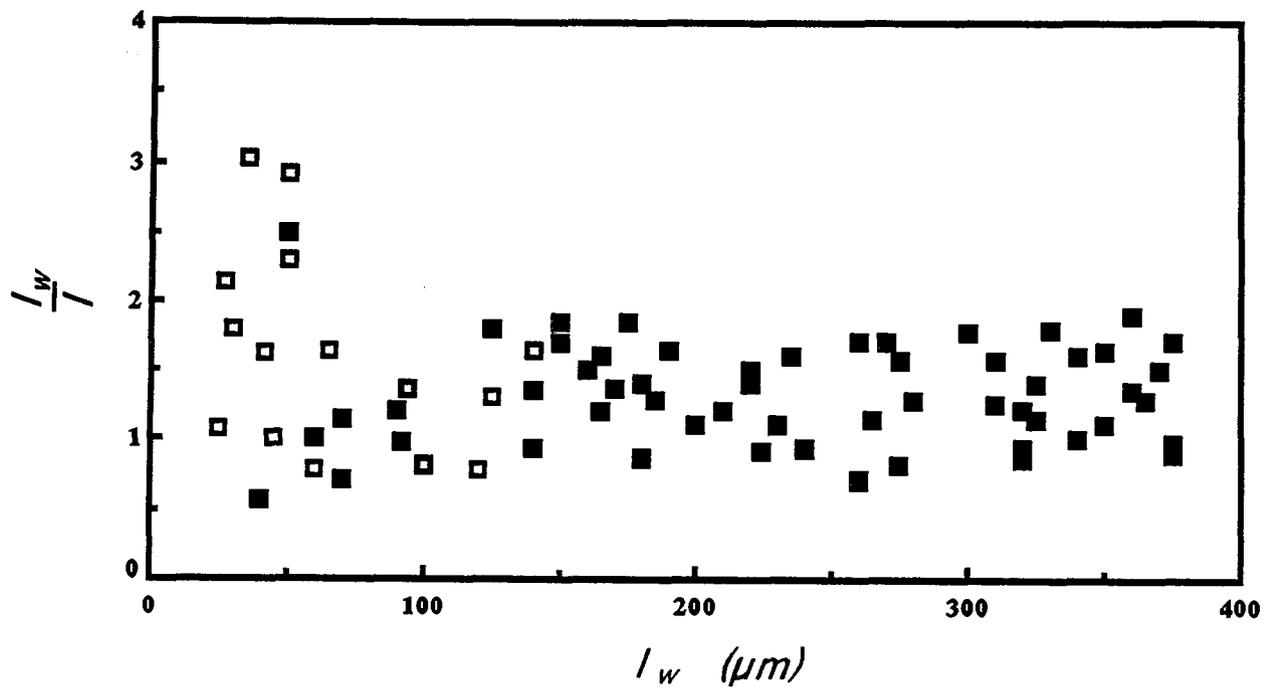


Figure 42. Evolution du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur. Les fissures concernées sont présentes à la surface d'une éprouvette déformée jusqu'à sa rupture à la vitesse d'allongement relatif $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

1.3 Discussion

Présentées sous une autre forme, les informations sur la morphologie des fissures recueillies précédemment, nous livrent d'autres renseignements.

En effet, examinons l'évolution du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur représenté sur la figure 42.

Sont représentées par des carrés évidés les données obtenues par la méthode des polissages successifs parallèlement au plan de coupe original, et par des carrés noircis les résultats de la méthode consistant à réaliser des polissages successifs parallèlement à la surface originale de l'éprouvette.

On constate l'existence de deux domaines distincts :

- un premier domaine concernant les fissures ayant une demi-largeur inférieure à environ $80 \mu\text{m}$;
- un second domaine relatif aux fissures possédant une demi-largeur supérieure.

Considérons ce second domaine. Le rapport demi-largeur/profondeur semble en moyenne constant quelle que soit la taille des fissures. Ainsi, il semble que l'on puisse supposer la croissance des fissures homothétique.

Si l'on considère la totalité des acquisitions, le rapport demi-largeur/profondeur des fissures semble en moyenne diminuer lorsque la taille des fissures croît. L'hypothèse de croissance homothétique est alors caduque : la vitesse de propagation des fissures en surface n'est pas proportionnelle à la vitesse de propagation des fissures en profondeur. La croissance des fissures est telle que leur rapport demi-largeur/profondeur décroît.

Les valeurs élevées du rapport demi largeur-profondeur de certaines fissures de petites tailles (demi-largeurs inférieures à $80 \mu\text{m}$) traduisent-elles une réalité physique ou résultent-elles des imprécisions expérimentales ?

Afin d'apporter des éléments de réponse à cette question, étudions si la relation \mathcal{R} liant la fonction de répartition des profondeurs des traces de fissures, la fonction de répartition des demi-largeurs des fissures et la fonction de forme est vérifiée en supposant, dans un premier temps, que la fonction de forme décrit une croissance homothétique de fissures triangulaires ($\mathcal{R} = \mathcal{R}_1$) et dans un second temps, une croissance homothétique de fissures rectangulaires ($\mathcal{R} = \mathcal{R}_2$).

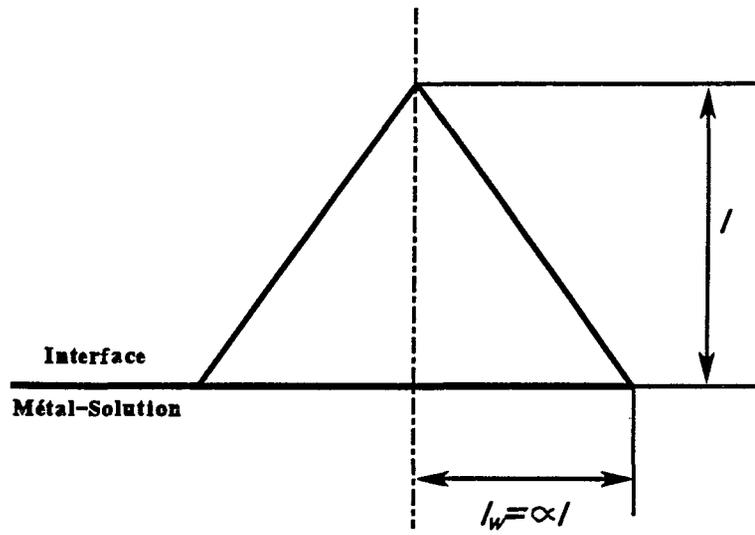


Figure 43. Fissure en forme de triangle. Notations.

D'après les profils obtenus, la forme triangulaire "épouserait" mieux la forme des fissures de petites tailles ($l_w < 80 \mu\text{m}$) que celle des fissures de grandes tailles, la forme rectangulaire mieux les fissures de grandes tailles que les fissures de petites tailles, mais l'hypothèse de croissance homothétique des fissures nous interdit de modéliser la forme des fissures par une forme dont la géométrie évolue au cours du temps.

Si l'une des relations \mathcal{R}_1 ou \mathcal{R}_2 est vérifiée, alors nous pourrions, d'une part, conclure que les valeurs supérieures à 2 du rapport demi-largeur/profondeur des fissures sont vraisemblablement des valeurs erronées (technique imprécise) et d'autre part, proposer une modélisation simple de la forme des fissures.

Si ni l'une ni l'autre des relations \mathcal{R}_1 ou \mathcal{R}_2 n'est vérifiée, alors nous devons prendre en compte la décroissance du rapport demi-largeur/profondeur (en fonction de la demi-largeur des fissures), et la modélisation de la forme des fissures ne sera pas aussi simple.

1.3.1 Hypothèse des fissures triangulaires à croissance homothétique

Si l'on assimile la forme des fissures à un triangle (figure 43), la fonction de forme f a pour expression :

$$y = f(l_t, l, t) = \alpha (l - l_t) \quad (16)$$

où $\alpha = \frac{l_w}{l}$ est une constante pure ; cette condition est imposée par l'hypothèse de croissance homothétique des fissures.

Exprimée à l'aide des variables l_t , l_w et t , la fonction de forme devient :

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha l_t \quad (17)$$

La relation entre les fonctions décrivant l'évolution temporelle de la répartition des profondeurs des traces de fissures et l'évolution temporelle de la répartition des largeurs des fissures avec l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique est (annexe 2) :

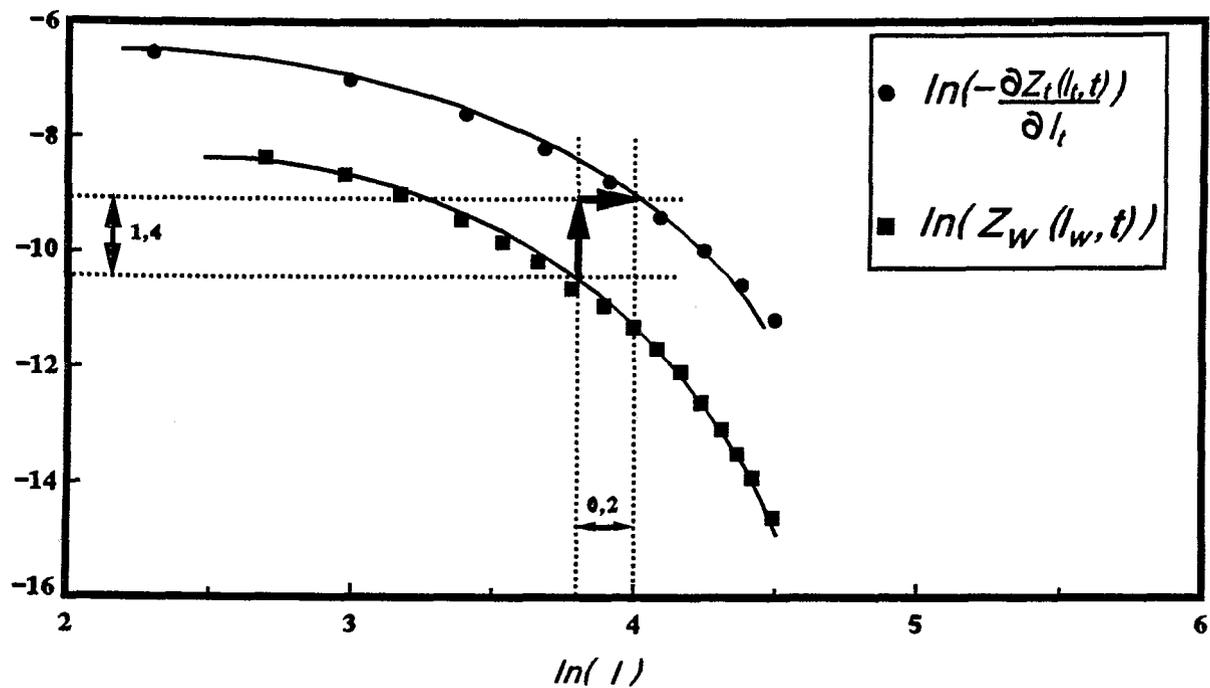


Figure 44. Graphes représentant les fonctions $-\frac{\partial Z_t(l,t)}{\partial l_t}$ et $Z_w(\alpha l, t)$. Essai à vitesse d'allongement relatif constante égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ interrompu après 32 minutes de traction.

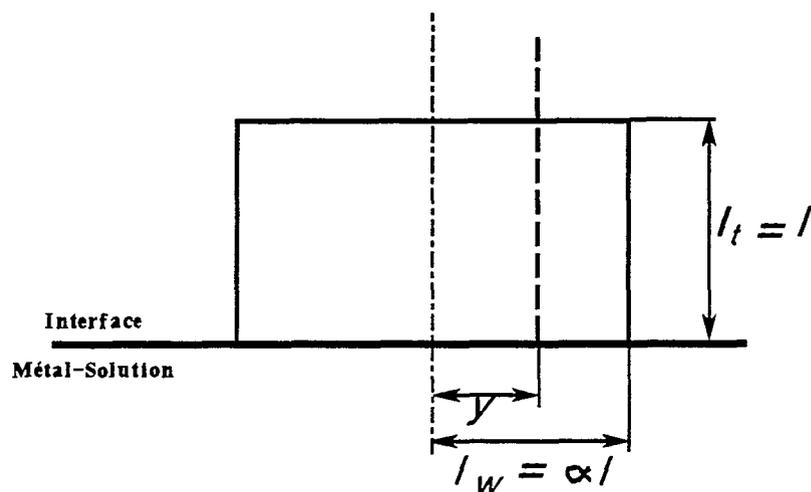


Figure 45. Fissure en forme de rectangle. Notations

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \alpha Z_w(\alpha l_t, t) \quad (18)$$

Cette relation (relation 18) implique que le graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$ se déduit, en coordonnées logarithmiques (ln/ln), du graphe représentant la fonction $Z_w(\alpha l_t, t)$ en effectuant une translation définie par le vecteur de composantes $-\ln(\alpha) \vec{i}$ et $+\ln(2\alpha) \vec{j}$. Cette propriété est démontrée dans l'annexe 3 et nous l'appelons *propriété de superposition appliquée à l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique*.

La connaissance des fonctions expérimentales Z_t et Z_w relatives à un essai de traction lente conduit à la vitesse d'allongement relatif de 5.10^{-5} s^{-1} et interrompu après 32 minutes de traction nous permet d'étudier si la propriété de superposition appliquée à l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique est vérifiée.

La figure 44 montre tout d'abord que les graphes représentant les fonctions $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$ et $Z_w(\alpha l_t, t)$ sont approximativement superposables, et ensuite que la norme de la translation à effectuer suivant l'axe des ordonnées n'est pas égale à la norme de la translation à effectuer suivant l'axe des abscisses additionnée de la valeur $\ln(2)$. En effet, la norme de la translation suivant l'axe des abscisses est approximativement égale à 0,2 alors que la norme de la translation suivant l'axe des ordonnées est approximativement égale à 1,4.

La relation (18) n'étant pas vérifiée, l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique ne peut donc être retenue.

1.3.2 Hypothèse des fissures rectangulaires à croissance homothétique

Si l'on assimile la forme des fissures à un rectangle, la profondeur de la trace d'une fissure est égale à sa profondeur quelle que soit la distance séparant le plan de coupe de l'axe de symétrie de la fissure (figure 45).

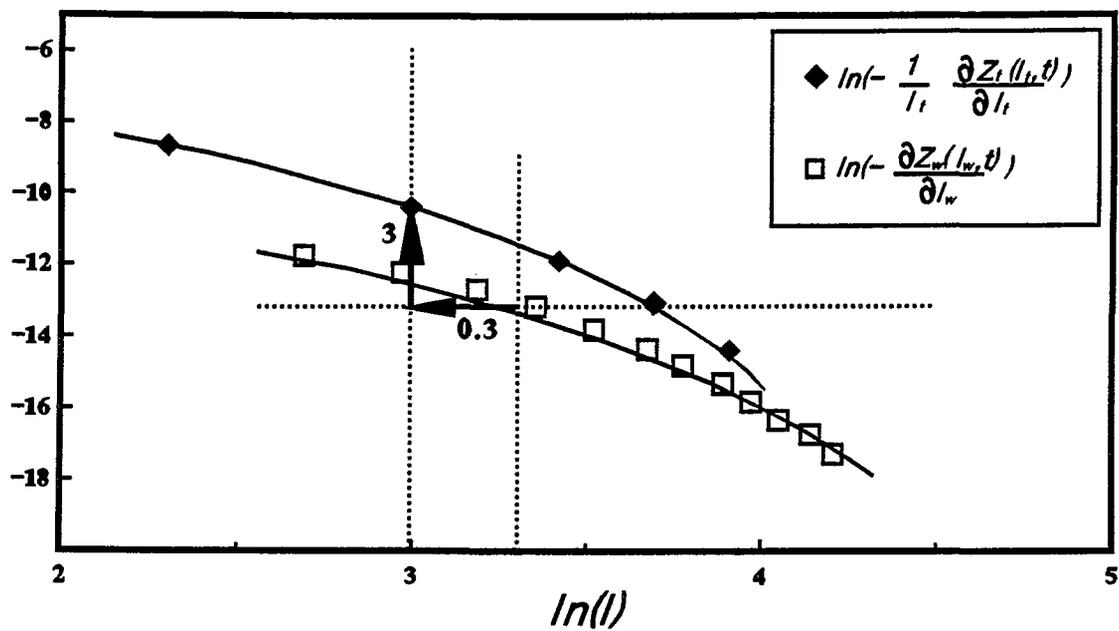


Figure 46. Graphes représentant les fonctions $-\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t}{\partial t}$ et $-\frac{\partial Z_w}{\partial w}$. Essai de traction lente à vitesse d'allongement relatif constante égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ interrompu après 32 minutes.

L'hypothèse de croissance homothétique des fissures impose un rapport demi-largeur/profondeur des fissures constant que l'on note également α .

La relation liant les fonctions décrivant l'évolution temporelle de la répartition des profondeurs de traces de fissures et l'évolution temporelle de la répartition des largeurs de fissures dans l'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique (annexe 2) est :

$$\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2\alpha^2 \frac{\partial Z_w(\alpha l_t, t)}{\partial(\alpha l_t)} \quad (19)$$

La propriété de superposition appliquée à l'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique déduite de la relation (19) et démontrée dans l'annexe 3 est : le graphe représentant la fonction $-\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$ se déduit, en coordonnées logarithmiques (ln/ln), du graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w}$ par une translation dont les composantes du vecteur sont $-\ln(\alpha) \vec{i}$ et $+\ln(2\alpha^2) \vec{j}$.

La figure 46 montre que la propriété de superposition appliquée à l'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique n'est pas vérifiée : la norme de la translation selon l'axe des ordonnées n'est pas égale au double de la norme de la translation selon l'axe des abscisses additionnée de la valeur $\ln(2)$. En effet, la norme de la translation selon l'axe des abscisses est approximativement égale à 0,3 alors que la norme de la translation selon l'axe des ordonnées est environ égale à 3.

L'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique ne peut donc être retenue.

1.4 Conclusion

Le fait que l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique et l'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique ne puissent être adoptées semble confirmer un changement de morphologie associé à une croissance non homothétique des fissures décelés par la technique de polissages mécaniques.

Densité de traces de fissures profondes supérieures à l_f , Densité de fissures de demi-largeurs supérieures à l_w

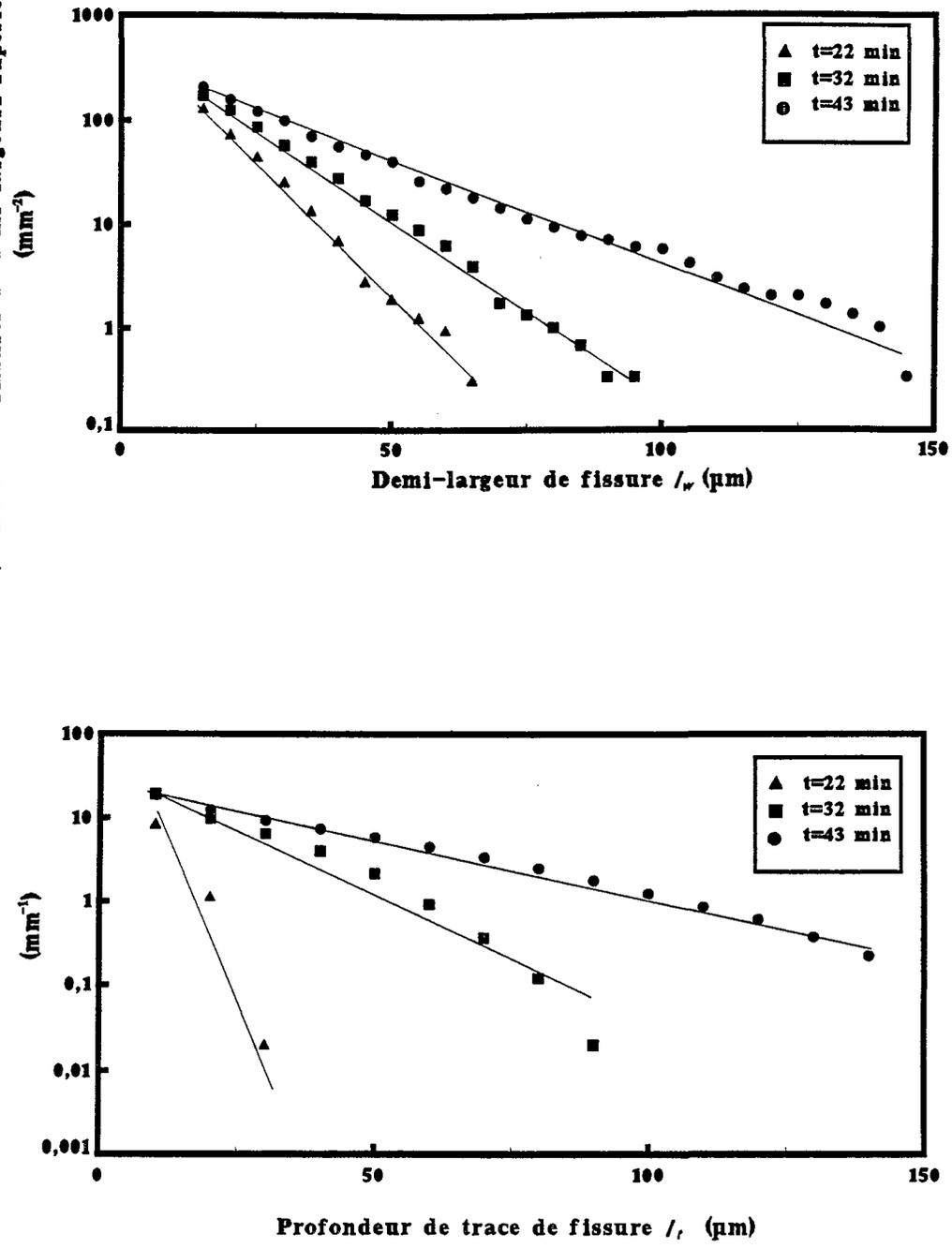


Figure 47. Les fonctions Z_t et Z_w peuvent être assimilées à des fonctions exponentielles.

Ainsi, il apparaît que l'on ne puisse considérer le rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur constant, ce qui serait le cas pour une croissance homothétique des fissures. Le fait que les fissures se développent de façon non homothétique pourrait expliquer le changement de morphologie observé : forme des fissures de petites dimensions assimilable à un triangle et forme des fissures de plus grande dimensions assimilable à un rectangle. Cela dit, les fissures peuvent très bien croître de façon non homothétique sans pour autant que l'on soit obligé de changer la forme géométrique simple à laquelle on assimile leur forme.

Cette étude nous a fourni quelques indications sur la morphologie des fissures et nous a permis d'appréhender les difficultés que présente la détermination de la fonction de trois variables qu'est la fonction de forme f .

Ces difficultés nous ont amené à poser le problème autrement.

2. Deuxième approche : recherche d'une fonction de forme telle que $\beta > 2\alpha$

2.1 Introduction

L'idée que nous allons développer est basée sur un résultat mis en évidence lors de la première approche.

Ce résultat est le suivant : le graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$ se déduit bien, en coordonnées logarithmiques, du graphe représentant la fonction $Z_w(l_w, t)$ par une translation de vecteur \vec{V} (de composantes V_x et V_y) mais la norme V_y est supérieure à la norme V_x additionnée de la valeur $\ln(2)$.

Appelons donc $\ln(\beta)$ la norme de la translation selon l'axe des ordonnées (la norme de la translation selon l'axe des abscisses est toujours notée $\ln(\alpha)$), et recherchons des fonctions de formes compatibles avec les fonctions expérimentales Z_t et Z_w , et telles que $\beta > 2\alpha$.

Au cours du développement mathématique, nous avons été amené à expliciter les fonctions de répartition Z_t et Z_w . Nous les avons assimilés à des fonctions exponentielles (Figure 47).

Comme, par définition, les fonctions Z_t et Z_w s'annulent lorsque les variables l_t et l_w sont respectivement égales à la plus profonde trace de fissures et à la plus grande largeur de fissure observées à l'instant t , la plus grande fissure doit avoir, lorsque les fonctions Z_t et Z_w sont assimilées à des exponentielles, des dimensions infinies. Cette conséquence est dénuée de tout sens physique, ce qui signifie que l'approximation adoptée n'est plus acceptable pour les grandes dimensions de fissures (grandes valeurs de l_t et de l_w), mais comme ces grandes dimensions correspondent aux faibles valeurs absolues des fonctions Z_t et Z_w et de leurs dérivées (domaine pour lequel les données expérimentales ne sont plus statistiquement représentatives), l'erreur introduite par "l'approximation exponentielle" pourra être négligée dans les développements mathématiques qui suivent.

2.2 Forme triangulaire à côtés tronqués

Afin de simplifier la recherche de la fonction de forme telle que $\beta > 2\alpha$, nous supposons que la fonction de forme g peut s'écrire sous la forme :

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - h(l_t, t) \quad (20)$$

Il reste donc à déterminer la fonction h .

Les indications sur la forme des fissures obtenues par la technique des polissages nous permettent de cibler la recherche de la fonction h .

Le fait que la largeur des fissures de grandes et moyennes tailles n'évolue pas de manière significative en fonction de la distance à la surface de l'éprouvette (figure 40), lorsque celle-ci est cependant faible, nous a incité à préciser la fonction g comme suit :

pour $0 \leq l_t \leq k$:

$$g[k, l_w, t] = l_w \quad (21)$$

soit encore, à l'aide de la relation (20) :

$$h(k, t) = 0 \quad (22)$$

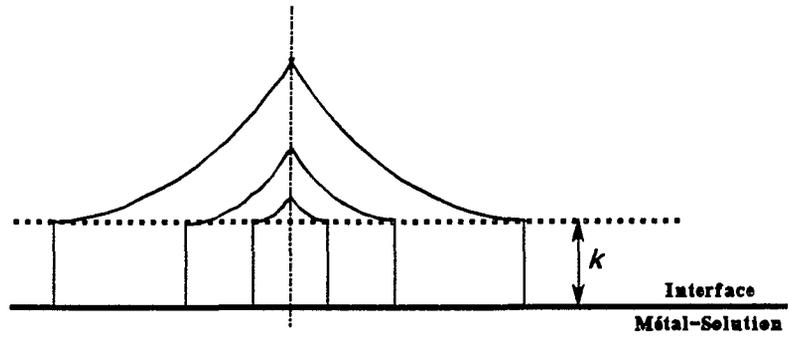


Figure 48. Représentation schématique d'un réseau de "fissures à côtés tronqués".

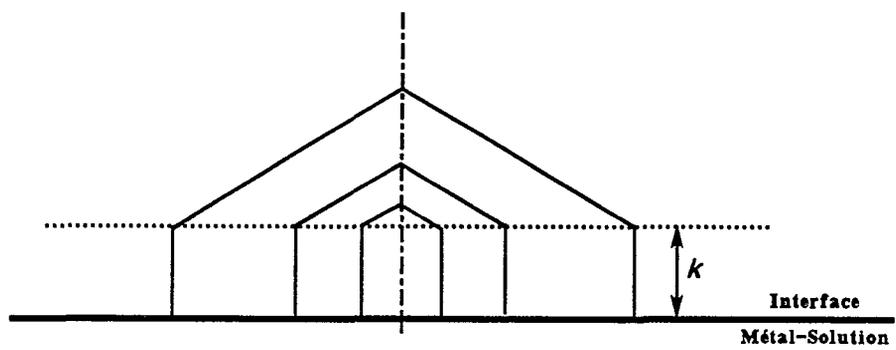


Figure 49. Représentation d'un réseau de fissures triangulaires à côtés tronqués, à un instant donné.

La figure 48 représente un réseau de fissures vérifiant cette condition.

La relation liant la fonction de répartition des profondeurs de traces de fissures, la fonction de répartition des largeurs de fissures et la fonction de forme lorsque celle-ci vérifie la condition (21) est (annexe 2) :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \int_{r(k, l_t, t)}^{r[k, l_{max}(t), t]} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (23)$$

En explicitant les fonctions Z_t et Z_w par des exponentielles et la fonction de forme g comme indiqué ci-dessus (relations (20) et (22)), on montre que la relation (23) a pour solution (annexe 4) :

$$h(l_t, t) = \alpha(l_t - k) \quad (24)$$

où k est proportionnel à $\ln\left(\frac{\beta}{2\alpha}\right)$; le coefficient de proportionnalité étant strictement positif.

Cette solution appelle quelques commentaires :

- si $2\alpha = \beta$, on retrouve la fonction g caractérisant la forme de fissures triangulaire ($k = 0$),
- si $2\alpha > \beta$, il n'existe pas de solution physiquement acceptable ($k < 0$) ; la solution proposée implique donc $2\alpha \leq \beta$,
- la solution de l'équation (23) que nous avons déterminée n'est certainement pas la seule possible. En effet, expliciter la fonction g d'une autre manière et/ou assimiler les fonctions Z_t et Z_w à une autre fonction que la fonction exponentielle, nous aurait probablement conduit à une autre solution.

Comme la fonction h est une fonction linéaire de la variable l_t , la forme des fissures est triangulaire à côtés tronqués (Figure 49).

Il est important de remarquer que l'inégalité que doivent satisfaire les grandeurs 2α et β ($\beta > 2\alpha$) pour que la fonction de forme (24) solution de l'équation (23) et assimilant la forme des

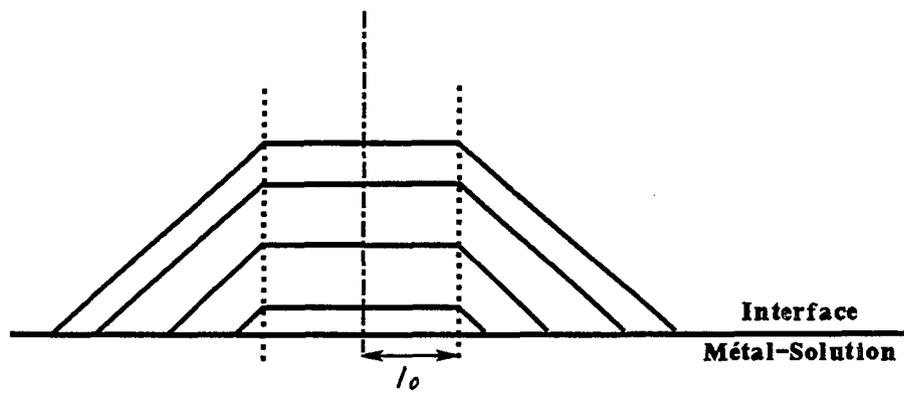


Figure 50. Représentation d'un réseau de fissures triangulaires à sommet tronqué.

fissures à un triangle à côtés tronqués puisse être retenue est vérifiée. En effet, le calcul des grandeurs 2α et β à partir des relations (65), (66), (68) et (69) de l'annexe 4 donne $\alpha = 0,75$ et $\beta = 3,5$ pour un essai réalisé à la vitesse d'allongement relatif $5.10^{-5} s^{-1}$ interrompu après 32 minutes de traction. Ces valeurs sont, par ailleurs, approximativement égales aux valeurs déterminées graphiquement (Figure 44) : $\alpha = \exp(-0,2) \cong 0,8$ et $\beta = \exp(1,4) \cong 4$. Enfin, l'application numérique de la relation (81) de l'annexe 4 donne la valeur du paramètre k : $k = 15,7 \mu m$.

A l'aide des relations (20) et (24), on montre que le rapport demi-largeur/profondeur des fissures est :

$$\frac{l_w}{l} = \frac{\alpha l_w}{l_w + \alpha k} \quad (25)$$

Comme celui-ci n'est pas constant, la croissance des fissures n'est pas homothétique. Plus leur demi-largeur est grande plus leur rapport demi-largeur/profondeur est important.

En conclusion, le problème ainsi énoncé admet une solution ayant un sens physique si $2\alpha \leq \beta$ ce qui est vérifié expérimentalement, mais cette solution engendre un rapport demi-largeur/profondeur des fissures croissant en fonction de leur taille, ce qui est contraire à l'observation faite lors de la première approche (figure 42).

La recherche d'une autre fonction de forme est donc nécessaire.

2.3 Forme triangulaire à sommet tronqué

En observant les profils de fissures représentés à la figure 40, on constate que la largeur des fissures décroît très rapidement en fond de fissure. Cette remarque nous a donc amené à considérer une fonction de forme caractérisant des fissures triangulaires à sommet tronqué (figure 50).

On caractérise la forme des fissures, à l'instant t , de la façon suivante :

si $y \geq \ell_0$

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha l_t \quad (26)$$

ou, à l'aide de la fonction f :

$$y = f(l_t, l, t) = l_0 + \alpha (l - l_t) \quad (27)$$

si $y \leq l_0$

$$l_t = l \quad (28)$$

Lorsque l'on caractérise ainsi la forme des fissures, le rapport demi-largeur/profondeur des fissures est une fonction décroissante de leur demi-largeur. Ainsi, on montre, à l'aide de la relation (26), que ce rapport est égal à :

$$\frac{l_w}{l} = \frac{\alpha l_w}{l_w - l_0} \quad (29)$$

La relation liant les fonctions de répartitions des profondeurs de traces, de répartition des largeurs de fissures et la fonction de forme considérée est égale à la relation (56) démontrée dans l'annexe 2 lorsque le paramètre k est nul, soit :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2l_0 \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \Big|_{l_w = r(0, l_t, t)} \frac{\partial f(0, l_t, t)}{\partial l_t} + 2 \int_{r(0, l_t, t)}^{r[0, l_{\max}(t), t]} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (30)$$

En explicitant les fonctions Z_t et Z_w par des exponentielles, on montre (annexe 4) que :

- si $\beta < 2\alpha$, la fonction de forme considérée est solution de la relation (30),
- si $\beta > 2\alpha$, la relation (30) n'admet pas de solution physiquement acceptable,
- si $\beta = \alpha$, on retrouve la fonction g modélisant la forme des fissures par un triangle ($l_0 = 0$).

Ainsi, la fonction de forme étudiée, assimilant la forme des fissures à un triangle à sommet tronqué, est solution de l'équation (30) si $\beta < 2\alpha$. Cette inégalité n'est pas vérifiée expérimentalement : on peut déduire de la figure 44 que $\beta = 4$ et $2\alpha = 1,6$.

La fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à sommet tronqué est en accord avec la décroissance du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur mise en évidence expérimentalement (figure 42) mais ne peut être retenue étant donné qu'elle n'est pas solution de l'équation (30) si $\beta > 2\alpha$.

2.4 Conclusion

Deux fonctions de forme ont été étudiées lors de cette seconde approche. Ces fonctions décrivent une croissance non homothétique de fissures assimilées à un triangle à côtés tronqués, et à un triangle à sommet tronqué. Ces formes géométriques simples sont une assez bonne approximation de la forme "globale" des fissures que l'on pourrait définir à partir des profils des fissures déterminés expérimentalement.

Cependant aucune des fonctions de forme ne peut être retenue. La raison à cela est que ni l'une ni l'autre de ces deux fonctions de forme ne vérifie les deux résultats expérimentaux qui sont l'inégalité $\beta > 2\alpha$ et la décroissance du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur. En effet, la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqué satisfait l'inégalité $\beta > 2\alpha$ mais engendre la croissance du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur taille, alors que la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à sommet tronqué vérifie la décroissance de ce même rapport mais est en désaccord avec l'inégalité $\beta > 2\alpha$.

L'étude d'une nouvelle fonction de forme qui est une généralisation des deux fonctions de forme étudiées puisqu'elle assimile la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués et à sommet tronqué a été envisagée (Annexe 5). Cela dit, la technique de recherche d'une fonction de forme employée au cours de cette seconde approche, qui consiste à imaginer une fonction de forme (ou l'allure de cette fonction de forme) et à vérifier que celle-ci est en accord avec la propriété de superposition et les informations morphologiques obtenues lors de la première approche n'est pas une technique systématique et on peut se demander si l'hypothèse que nous avons adoptée (Z_t et Z_w assimilables à des exponentielles) n'est pas à l'origine des difficultés que nous connaissons. Ainsi, nous avons jugé préférable de nous consacrer à l'élaboration d'une méthode

plus systématique de recherche d'une fonction de forme. Cette méthode est expliquée et appliquée dans la paragraphe suivant.

3. Troisième approche : recherche d'une fonction de forme à l'aide d'une méthode plus systématique

3.1 Méthode

Le principe de la méthode est de déterminer directement la fonction de forme g à partir des fonctions de répartition des profondeurs des traces de fissures et de répartition des largeurs de fissures.

La relation (23), liant les fonctions Z_t , Z_w et g , est à nouveau utilisée. Une hypothèse et une approximation sont utilisées pour simplifier cette équation.

L'hypothèse est que l'on peut écrire la fonction de forme g caractérisant la forme des fissures à l'instant t , sous la forme :

$$g(l_t, l_w) = l_w - h(l_t) \quad (31)$$

avec la condition :

pour $l_t \leq k$,

$$h(k) = 0 \quad (32)$$

L'approximation est que la plus grande fissure est de dimension infinie.

En posant :

$$\bar{Z}_w(l_w) = \int_{l_w}^{\infty} Z_w(l_w) dl_w \quad (33)$$

la relation (23) liant les fonctions Z_t , Z_w et g devient (cf annexe 6) :

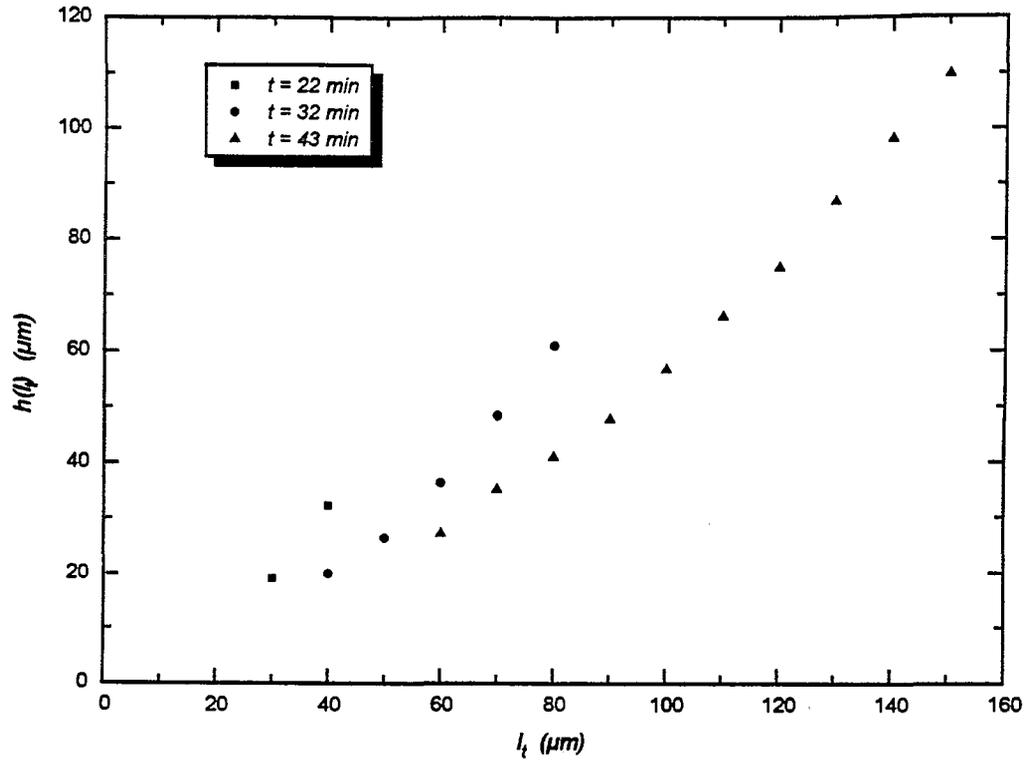


Figure 51. Fonction $h(l_t)$ à différents instants. Essais à vitesse d'allongement relatif égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

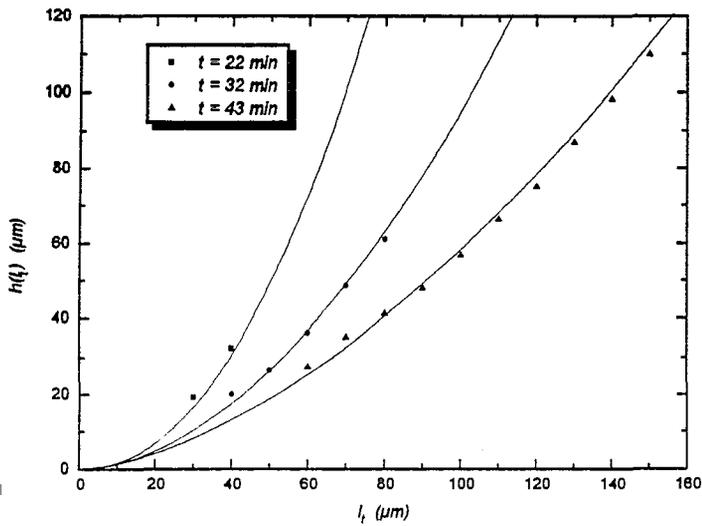


Figure 52. Fonction h assimilée à une loi puissance ($5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$).

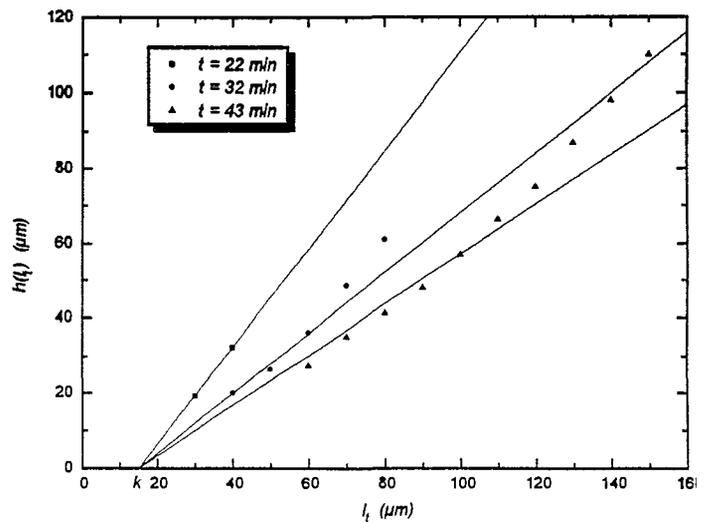


Figure 53. Fonction h assimilée à une fonction linéaire pour $l_t > k$ ($5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$).

$$Z_t(l_t) = \bar{Z}_w [h(l_t)] \quad (34)$$

Cette relation montre qu'il est possible de déduire directement la fonction h des fonctions Z_t et \bar{Z}_w . En effet, la valeur de la fonction Z_t au point d'abscisse l_t est égale à la valeur de la fonction \bar{Z}_w au point d'abscisse $h(l_t)$. La fonction \bar{Z}_w se déduit de la fonction Z_w par intégration.

3.2 Résultats

Des essais à vitesse d'allongement relatif égale à 5.10^{-5} s^{-1} , interrompus après différentes durées de traction ont été réalisés.

Nous avons caractérisé la multifissuration des éprouvettes en déterminant, pour chacun de ces essais, la répartition des profondeurs des traces de fissures et la répartition des demi-largeurs des fissures.

La fonction h a donc été déterminée pour plusieurs durées d'essai : $t = 22$, $t = 32$, et $t = 43$ minutes.

La figure 51 présente le résultat obtenu.

3.3 Discussion

Pour chaque durée d'essai, la fonction h peut être assimilée à une loi puissance (figure 52), ou à une fonction linéaire pour $l_t > k$ (figure 53).

Si l'on assimile la fonction h à une loi puissance, la fonction de forme g peut être explicitée pour chaque valeur de t de la façon suivante :

$$y = g(l_t, l_w) = l_w - \lambda l_t^\mu \quad (35)$$

et les fissures ont la forme d'un arc brisé.

Les paramètres λ et μ définissent complètement cette forme : lorsque le paramètre μ est égal à 2 le profil des fissures est composée de deux arcs paraboliques ; lorsque μ est égal à 1 ou tend vers l'infini, les profils des fissures sont respectivement triangulaire et rectangulaire.

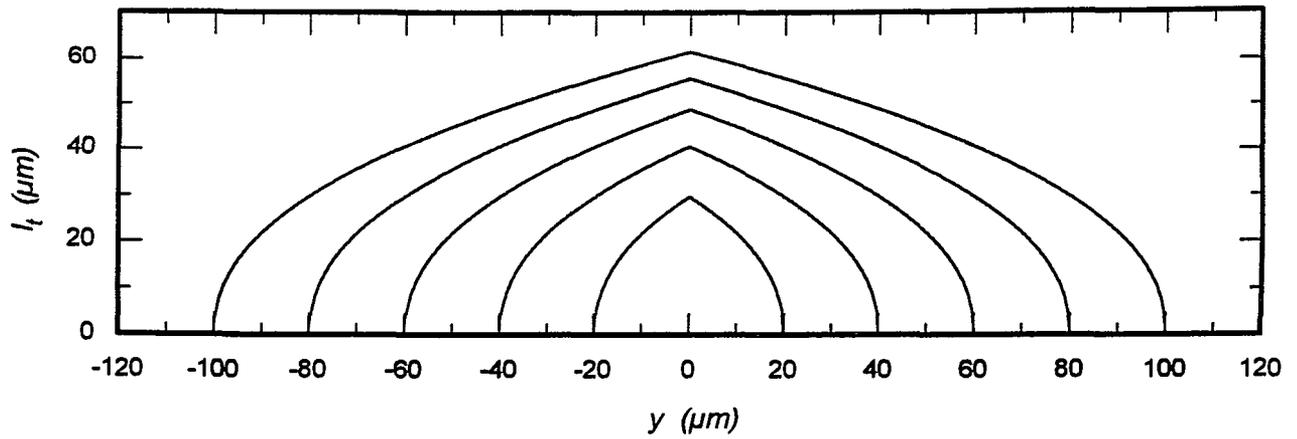


Figure 54. Représentation d'un réseau de fissures en forme d'arc brisé à l'instant $t = 22$ min. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

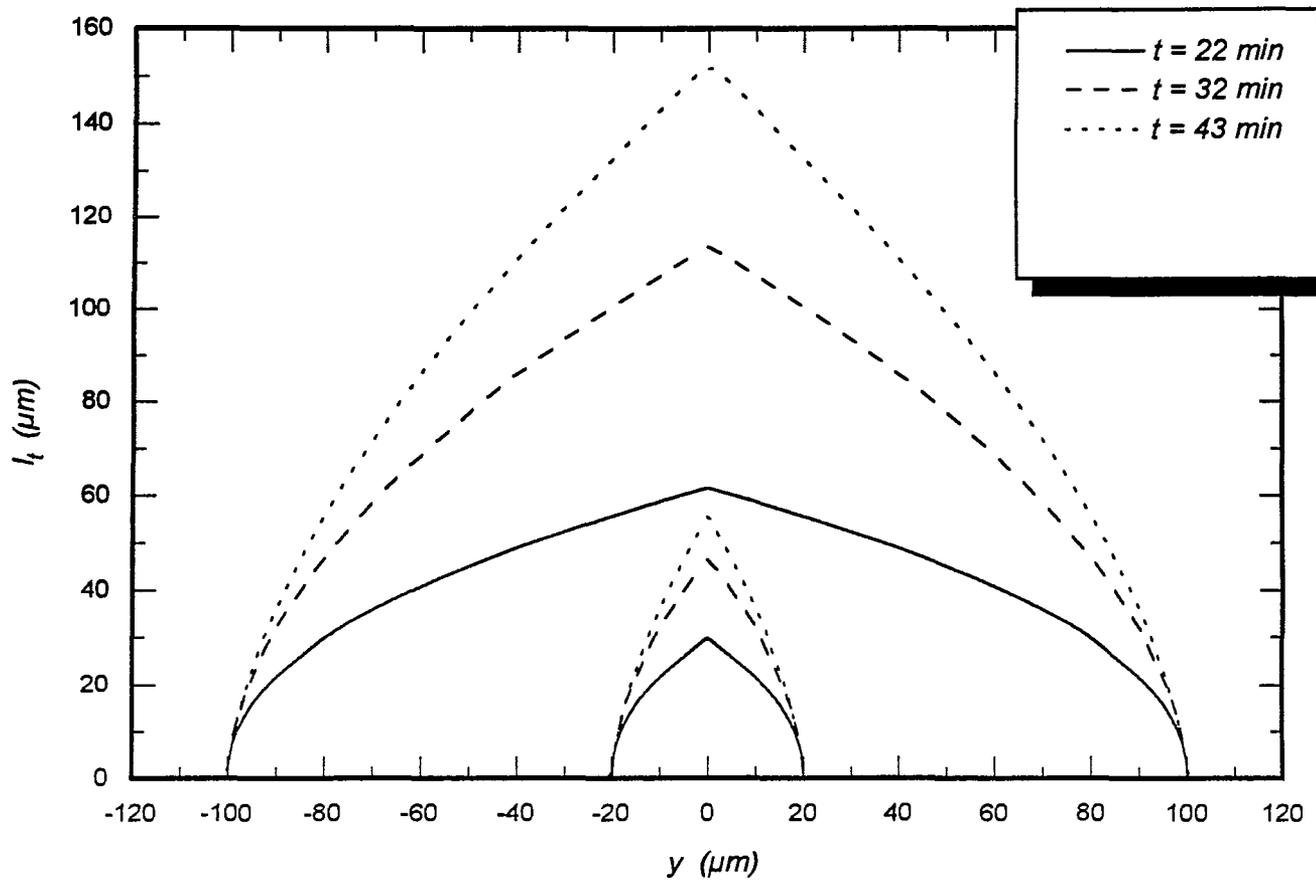


Figure 55. Transformation de la forme des fissures au cours du temps, pour deux fissures de demi-largeur $20 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$ assimilées à un arc brisé.

La figure 54 présente l'évolution, à un instant donné, de la forme des fissures en fonction de leur taille. L'équation du profil des fissures se déduit de la relation (35) et les valeurs des paramètres λ et μ figurent dans le tableau 6 de l'annexe 6.

On observe que le rapport demi-largeur/profondeur des fissures croît en fonction de leur taille. Le calcul confirme ce résultat puisque, à partir de la relation (35), on montre qu'à un instant donné le rapport demi-largeur/profondeur des fissures est égal à :

$$\frac{l_w}{l} = \lambda^{\frac{1}{\mu}} l_w \left(1 - \frac{1}{\mu}\right) \quad (36)$$

et ce rapport est une fonction croissante de la demi-largeur des fissures ($\lambda > 0$ et $\mu > 1$ pour les durées d'essai considérées).

L'évolution des paramètres λ et μ en fonction de t décrit la transformation de la forme des fissures au cours du temps : la profondeur des fissures de demi-largeur donnée est une fonction croissante de la variable t (figure 55).

Lorsque la fonction h est assimilée à une loi puissance, la transformation géométrique qui permet de déduire le graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_t}{\partial l_t}$ du graphe représentant la fonction Z_w en coordonnées logarithmiques n'est plus une simple translation mais une "translation" dont le "vecteur" dépend de la variable l_t . Ainsi, on peut montrer à l'aide des relations (23) et (36) que la norme de la translation à effectuer selon l'axe des ordonnées (c'est à dire $\ln(\beta)$) et la norme de la translation à effectuer selon l'axe des abscisses (c'est à dire $\ln(2\alpha)$) dépendent de la variable l_t . Cela dit, la différence de ces deux normes ($\ln(\beta) - \ln(2\alpha)$) est indépendant de l_t .

Ainsi, on peut déduire des relations (23) et (36) que $\frac{\beta}{2\alpha} = \mu$. Comme μ est strictement supérieur à 1 quelle que soit la valeur de la variable t , l'inégalité $\beta > 2\alpha$ est vérifiée.

La valeur du rapport $\frac{\beta}{2\alpha}$ calculée, en supposant le graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_t}{\partial l_t}$ déductible du graphe représentant la fonction Z_w par une translation (Figure 44 : $\ln(\beta) = 1,4$ et $\ln(\alpha) = -0,2$), est égale à 2,5. Cette valeur n'est pas très éloignée de la valeur du paramètre μ pour la durée de l'essai considéré : $\mu = 1,8$.

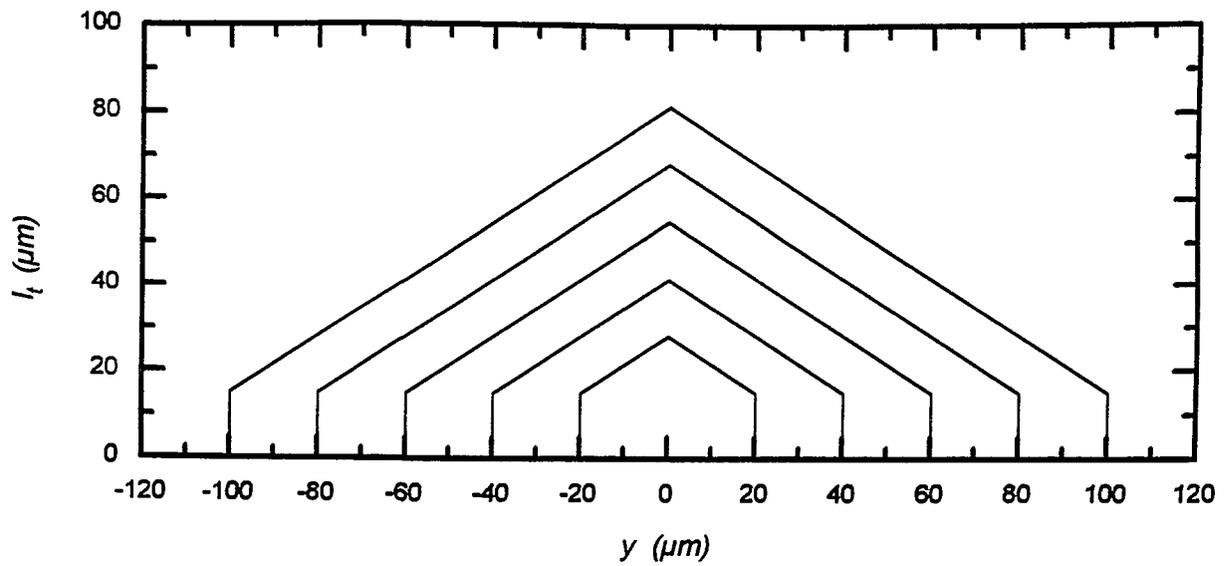


Figure 56. Représentation d'un réseau de fissures de forme triangulaire à côtés tronqués à l'instant $t = 22 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

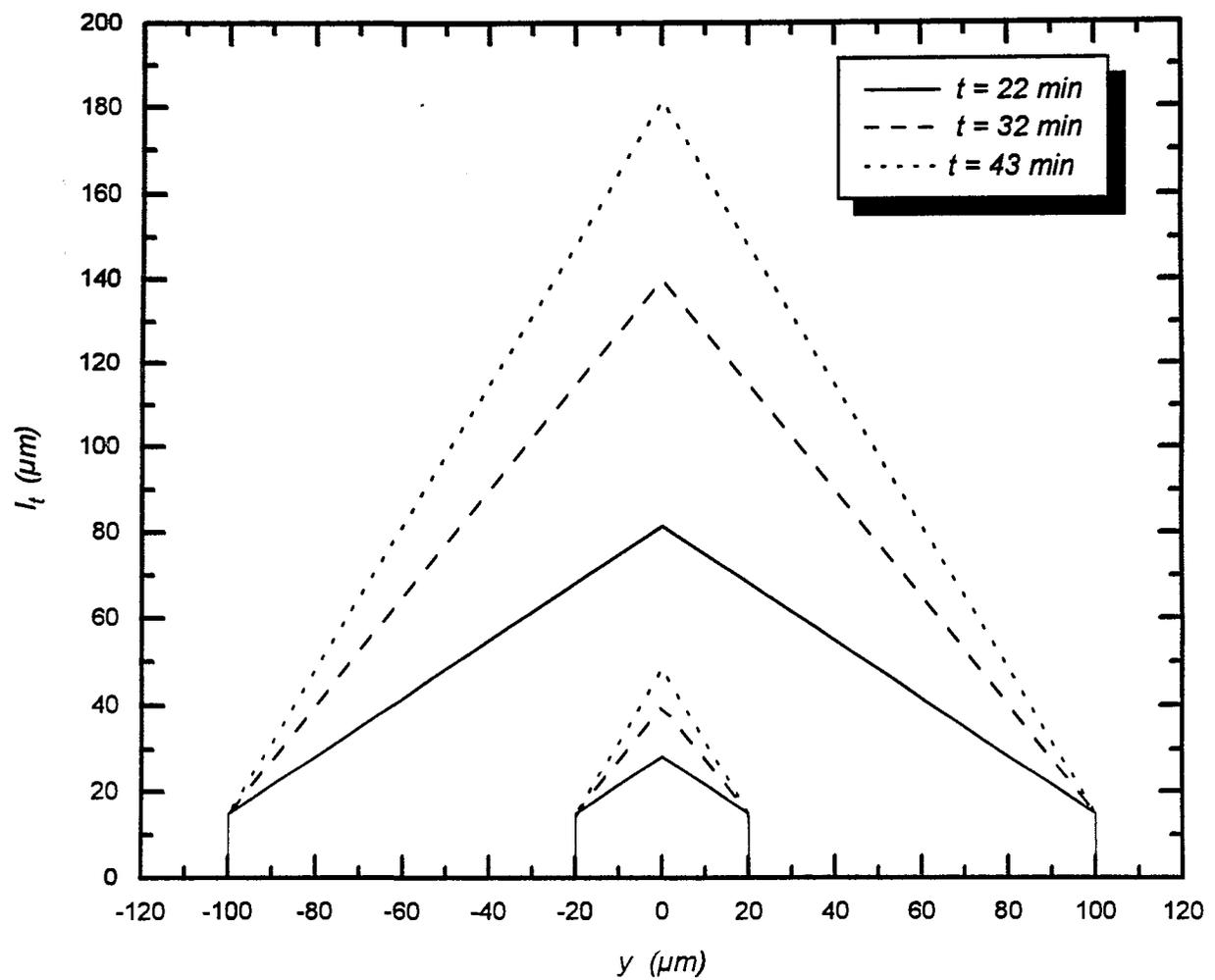


Figure 57. Transformation au cours du temps de la forme de deux fissures de demi-largeurs égales à $20 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Si la fonction h est assimilée à une fonction linéaire (pour $l_t > k$), la forme des fissures est triangulaire à côtés tronqués.

Cette modélisation de la forme des fissures a déjà été obtenue lors de la seconde approche. La fonction de forme g a pour expression à un instant donné :

$$y = g(l_t, l_w) = l_w - \alpha(l_t - k) \quad (37)$$

où le paramètre α dépend de la variable t , et le paramètre k peut être supposé constant ($k = 15 \mu\text{m}$).

L'évolution, à un instant donné, de la forme des fissures en fonction de leur taille est illustrée sur la figure 56.

Comme l'indique la figure 56 et le prouve la relation (25), à un instant donné le rapport demi-largeur/profondeur des fissures est une fonction croissante de leur demi-largeur.

La transformation de la forme des fissures au cours du temps est illustrée sur la figure 57. Comme pour l'approximation de la forme des fissures par un arc brisé, la profondeur des fissures qui, à des instants différents, ont des demi-largeurs égales est une fonction croissante de la variable t .

L'évolution du paramètre α en fonction de la variable t est indiquée dans le tableau 7 de l'annexe 6.

Par ailleurs, cette modélisation de la forme des fissures vérifie l'inégalité $\beta > 2\alpha$ comme cela a été mis en évidence précédemment.

3.4 Conclusion

Cette dernière approche conduite dans le but de caractériser la forme des fissures nous amène à considérer deux fonctions de forme : l'une assimilant la forme des fissures à un arc brisé, l'autre à un triangle à côtés tronqués. Il convient de rappeler que cette dernière modélisation de la forme des fissures avait déjà été obtenue par une autre technique développée lors de la seconde approche.

La forme "triangulaire à côtés tronqués" est un peu moins proche des résultats expérimentaux que la forme "arc brisé", comme on peut s'en rendre compte en comparant les figures 52 et 53, mais elle présente l'avantage d'être très simple à visualiser.

Que l'on considère l'approximation de la forme des fissures par un arc brisé ou un triangle à côtés tronqués, la croissance des fissures est telle qu'à un instant t donné, le rapport demi-largeur/profondeur des fissures croît en fonction de la demi-largeur des fissures.

Par ailleurs, la profondeur des fissures qui, à des instants différents, ont des demi-largeurs égales est une fonction croissante du temps t .

Enfin, l'inégalité $\beta > 2\alpha$, constatée expérimentalement, est vérifiée pour les deux fonctions de formes considérées.

4. Synthèse

A la lumière de l'étude de la morphologie des fissures qui vient d'être entreprise, il semble que l'on ne puisse adopter l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique ni l'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique. L'argument qui justifie ce fait est que pour les deux hypothèses considérées la relation liant la fonction Z_r de répartition des profondeurs de traces de fissures et la fonction Z_w de répartition des largeurs de fissures n'est pas vérifiée.

Les fonctions de forme vérifiant la condition $\beta > 2\alpha$ que nous avons trouvées assimilent la forme des fissures à :

- un triangle à côtés tronqués,
- un arc brisé.

Pour chacune de ces fonctions de forme, la croissance des fissures est telle qu'à un instant donné le rapport demi-largeur/profondeur des fissures croît en fonction de leur demi-largeur. Ce point est en contradiction avec la décroissance du rapport demi-largeur/profondeur des fissures mise en évidence par la technique des polissages (figure 42).

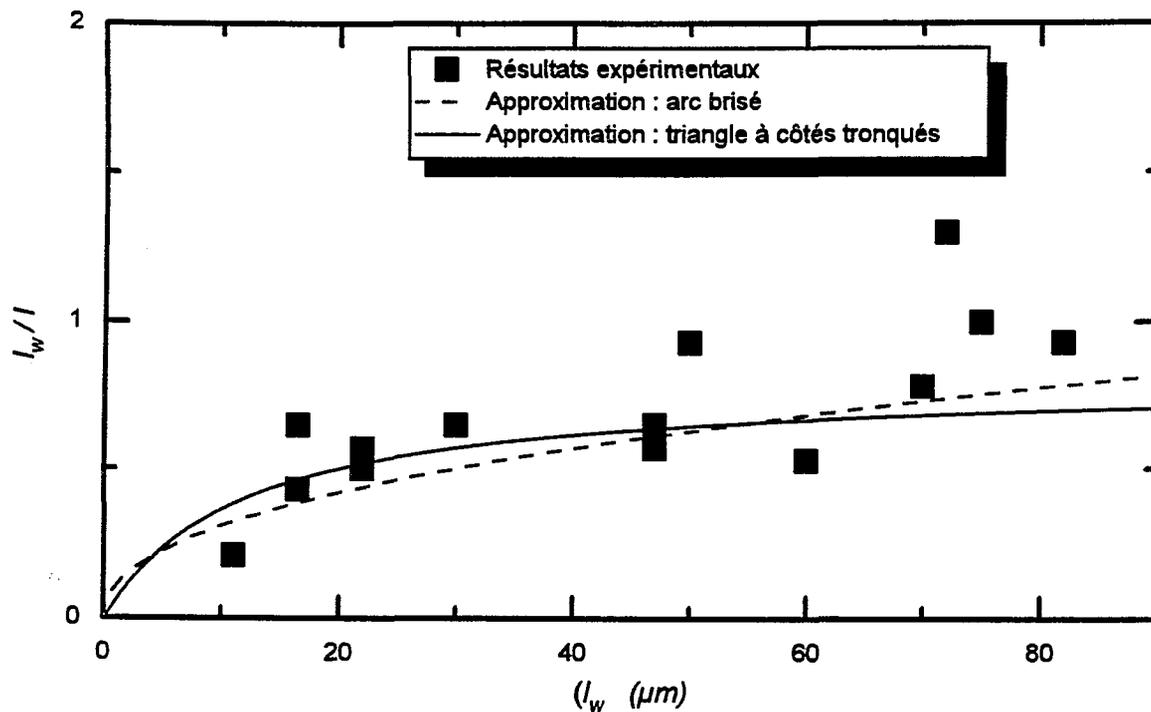


Figure 58. Evolution du rapport demi-largeur profondeur des fissures présentes à la surface d'une éprouvette déformée à la vitesse d'allongement relatif $5.10^{-5}s^{-1}$ pendant 32 minutes. Les résultats expérimentaux ont été acquis à l'aide de la technique des polissages parallèlement à la surface de l'éprouvette ; les courbes représentent les fonctions (25) et (44).

Cette contradiction pourrait être imputable à la technique expérimentale employée pour la détermination des profils des fissures de petites dimensions ($l_w < 80 \mu\text{m}$).

En effet, il peut arriver, lorsque l'on suit l'évolution de la profondeur de la trace d'une fissure en fonction de la distance au plan de coupe que, d'une étape de polissage à l'autre, on suive l'évolution de la profondeur de la trace d'une autre fissure approximativement alignée avec la première. Il en résulte qu'on associe alors à la plus grande valeur de la trace mesurée, non pas la largeur de la fissure correspondante, mais la largeur de deux (voir plus) fissures additionnée de la (ou des) distance(s) séparant les fissures.

Afin d'éviter de commettre une telle erreur, on pourrait réduire la distance séparant un plan de polissage au plan de polissage suivant. Cela aurait pour conséquence la nécessité de réaliser un nombre très important de polissages, ce qui rend la technique difficilement applicable.

De par son principe, la technique consistant à suivre l'évolution de la largeur des fissures en fonction de la distance à la surface a l'avantage d'interdire une erreur d'interprétation de ce type.

Afin de vérifier si la décroissance du rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur résulte d'erreurs d'interprétation liées à l'emploi de la technique des polissages parallèlement au plan de coupe original, nous avons réalisé une nouvelle campagne de détermination expérimentale des profils des fissures en employant la technique des polissages parallèlement à la surface de l'éprouvette. La figure 58 présente les résultats obtenus.

On constate effectivement la croissance du rapport demi-largeur/profondeur des fissures avec leur taille. La contradiction évoquée précédemment est donc levée. Sur la figure 58 sont également présentés les graphes représentant les fonctions (25) et (36) décrivant l'évolution du rapport demi-largeur/profondeur des fissures lorsque leur forme est assimilée à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués (les valeurs des paramètres α , μ , λ sont indiqués dans les tableaux 6 et 7 de l'annexe 6). On remarque que les valeurs "théoriques" des rapports demi-largeur/profondeur des fissures sont peu différentes, quelle que soit la taille des fissures, que l'on assimile la forme des fissures à un arc brisé ou à un triangle à côtés tronqué. Ces valeurs théoriques sont proches des valeurs expérimentales.

5. Conclusion

A l'issue de cette étude de caractérisation de la forme des fissures, deux fonctions de forme peuvent être retenues :

- la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un arc brisé,
- la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués,

Chacune de ces fonctions de forme décrit une propagation non homothétique des fissures : à chaque instant, le rapport demi-largeur/profondeur des fissures est une fonction croissante de leur demi-largeur.

Par ailleurs, nous sommes en mesure de décrire quantitativement :

- l'évolution, à un instant donné, de la forme des fissures en fonction de leur taille,
- l'évolution en fonction du temps de la forme des fissures de demi-largeur donnée.

Le fait que la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un arc brisé soit plus proche des résultats expérimentaux (figures 52 et 53) que la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués voudrait que l'on retienne pour l'étude qui va suivre la forme "arc brisé". Nous préférons cependant ne pas écarter la forme "triangle à côtés tronqués" ; nous étudierons, le moment venu, l'influence de la forme affectée aux fissures sur l'allure de la fonction Z décrivant la répartition des profondeurs de fissures que l'on déduit des fonctions Z_t et f .

Chapitre 4

Recherche des cinétiques d'amorçage et de propagation des fissures

1. Introduction

A partir des informations morphologiques présentes sur des éprouvettes déformées à une vitesse d'allongement relatif donnée pendant des durées différentes, nous allons déterminer expérimentalement l'évolution de la densité de fissures et l'évolution de la vitesse de propagation des fissures au cours d'un essai de traction lente à la vitesse d'allongement relatif considérée.

A la lumière des résultats expérimentaux, nous proposerons une expression analytique pour chacune des fonctions $W(t)$ et $v(l,t)$ caractérisant quantitativement les phases d'amorçage et de propagation des fissures.

Les fonctions W , v et f fournissent une représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC, et la fidélité de cette représentation sera étudiée en comparant la fonction décrivant l'évolution de la répartition des profondeurs des traces de fissures déterminée expérimentalement à cette même fonction déterminée par le calcul à partir des expressions analytiques des fonctions W , v et f .

2. Evolution de la densité de fissures

2.1. Introduction

L'évolution de l'information morphologique présente sur une éprouvette au cours d'un essai de traction lente à vitesse d'allongement constante, peut être caractérisée à l'aide des fonctions suivantes :

- fonction de répartition des profondeurs des traces de fissures ($Z_t(l,t)$),
- fonction de répartition des profondeurs de fissures ($Z(l,t)$),
- fonction de répartition des demi-largeurs de fissures ($Z_w(l_w,t)$).

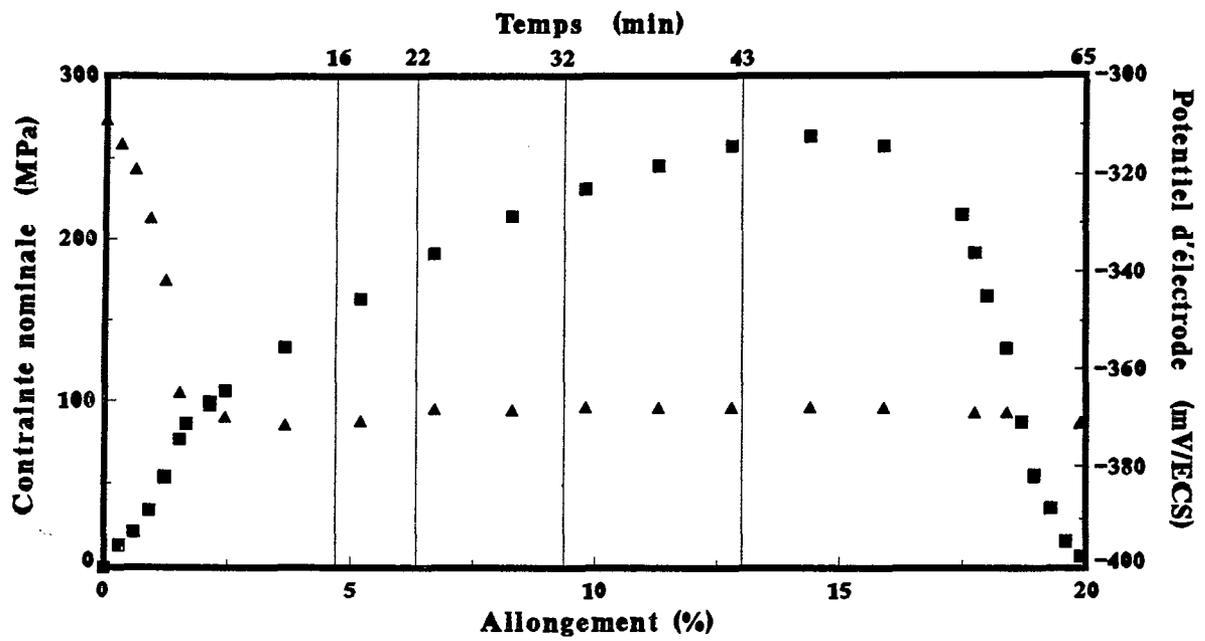


Figure 59. Evolution de la contrainte nominale et du potentiel d'électrode de l'éprouvette au cours d'un essai de traction lente à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ mené jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

L'évolution de la densité de fissures au cours d'un essai ne peut être déduite directement de l'augmentation de la densité des traces de fissures de profondeurs non nulles ($Z_t(0,t)$) : les fonctions $W(t)$ et $Z_t(0,t)$ n'ont pas la même dimension, et ne sont pas proportionnelles.

Cela dit, on peut déterminer l'évolution de la densité de fissures à partir de la fonction décrivant l'évolution temporelle de la répartition des profondeurs des fissures. En effet, à chaque instant, la densité de fissures est égale à la densité de fissures de profondeurs supérieures à 0 :

$$W(t) = Z(0,t) \quad (38)$$

Toutefois, la fonction de répartition des profondeurs de fissures étant déduite de la fonction de répartition des profondeurs des traces de fissures et de la fonction de forme f , la forme à laquelle on assimile la forme des fissures peut influencer considérablement la valeur de la fonction Z lorsque $l = 0$.

La fonction décrivant la répartition des demi-largeurs des fissures étant accessible directement, c'est à dire expérimentalement, la fonction décrivant l'évolution de la densité de fissures que l'on peut déduire de cette fonction de répartition à l'aide de la relation (39) est sans doute plus précise.

$$W(t) = Z_w(0,t) \quad (39)$$

En conclusion, nous allons utiliser cette fonction expérimentale décrivant l'évolution de la répartition des demi-largeurs de fissures pour déterminer l'évolution de la densité de fissures au cours du temps.

2.2. Evolution de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à 15 μm

Un essai préliminaire conduit jusqu'à la rupture de l'éprouvette a d'abord été réalisé. Au cours de cet essai mené à la vitesse d'allongement relatif de 5.10^{-5} s^{-1} , la force à laquelle est soumise l'éprouvette et le potentiel d'électrode de celle-ci ont été enregistrés ; ils sont représentés sur la figure 59.

Densité de fissures de demi-largeurs supérieures à l_w
(mm^{-2})

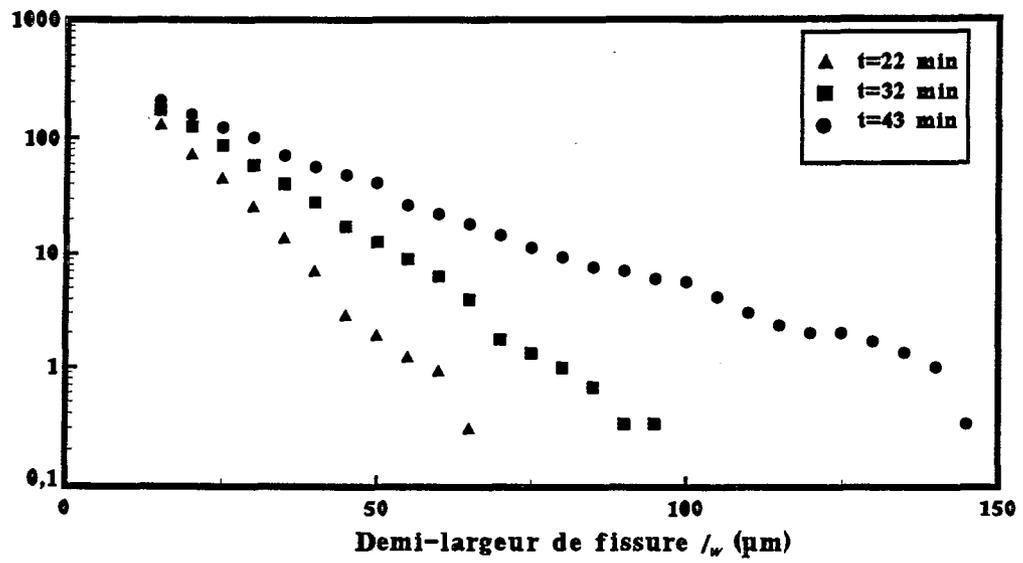


Figure 60. Fonction Z_w . Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

L'évolution du potentiel d'électrode de l'éprouvette au cours de cet essai nous a guidé dans le choix des durées des essais interrompus à réaliser. Ainsi, l'essai de plus courte durée a été stoppé à l'instant où le potentiel de l'éprouvette est le plus cathodique (-375 mV/ECS) soit après 16 minutes de traction ; un essai a été interrompu après le faible anoblissement (5 mV/ECS) qui suit la chute du potentiel, soit après 22 minutes de traction, et enfin deux autres essais ont été interrompus durant la période où le potentiel est quasi-stationnaire soit après 32 et 43 minutes de traction. Nous avons également réalisé des essais de plus longues durées mais ces essais ne sont pas pris en compte dans cette étude en raison de la grande quantité de regroupements de fissures observée à la surface des éprouvettes.

Nous avons caractérisé l'information morphologique présente sur chacune des éprouvettes en déterminant la répartition des demi-largeurs des fissures. La fonction Z_w est donc connue aux instants $t = 16$ min, $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min.

Comme il est très difficile de différencier (au microscope optique) une fissure de petite dimension ($l_w < 15 \mu\text{m}$) d'un plan de glissement émergeant à la surface du matériau, seules les fissures de demi-largeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ ont été dénombrées. Ainsi, comme on le constate sur la figure 60, nous ne connaissons pas la répartition des demi-largeurs de fissures de demi-largeurs inférieures à $15 \mu\text{m}$ pour chacun des essais.

A l'instant $t = 16$ min, aucune fissure n'a été observée à la surface de l'éprouvette. Il est possible que l'amorçage n'ait pas encore débuté. Afin de vérifier que les plans de glissement ne dissimulent pas des fissures de faibles demi-largeurs, une analyse micrographique des deux sections longitudinales de l'éprouvette à fort grossissement ($\times 1000$) a été entreprise. Aucune trace de fissure n'ayant pu être mise en évidence, il semble qu'effectivement l'éprouvette soit à l'instant $t = 16$ min dépourvue de fissures.

Pour les essais interrompus après des durées de traction plus importantes soient $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min, les densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ sont respectivement $Z_w(15,22) = 130$, $Z_w(15,32) = 172$, $Z_w(15,43) = 207$.

Nous pouvons déduire de ces premiers résultats que :

- la densité de fissures est nulle lorsque $t \leq 16$ min,
- la densité de fissures de demi-largeur supérieure à $15 \mu\text{m}$ croît rapidement durant le laps de temps compris entre les instants $t = 16$ min et $t = 22$ min,

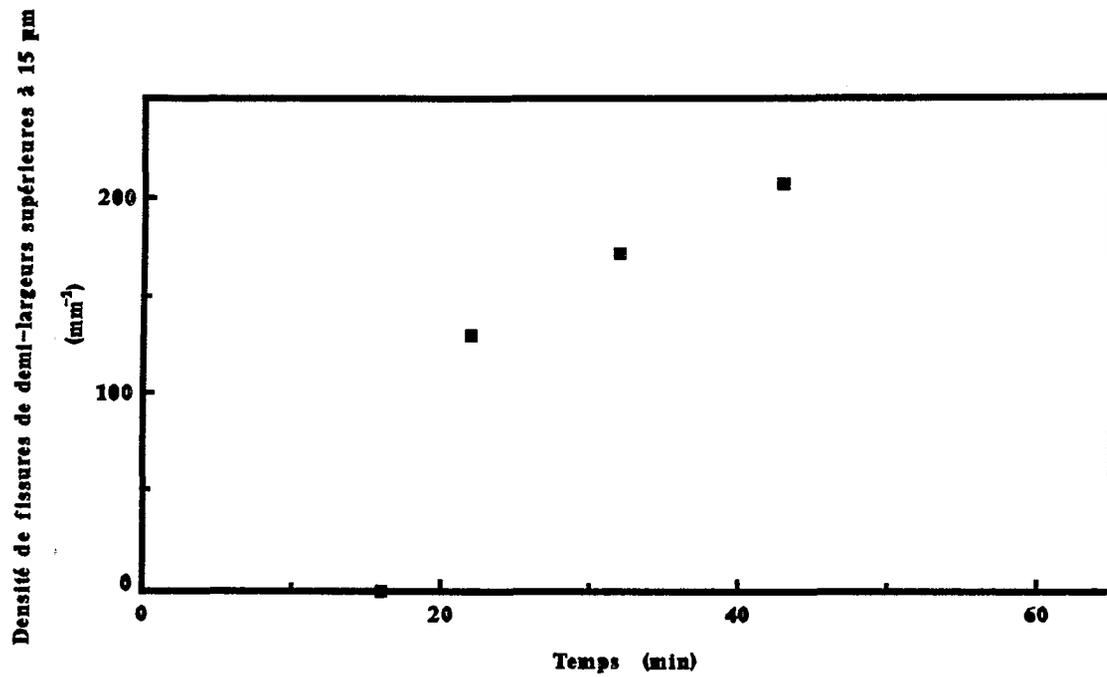


Figure 61. Evolution au cours d'un essai de traction lente à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$.

- la densité de fissures de demi-largeur supérieure à $15\ \mu\text{m}$ continue de croître, mais plus lentement, lorsque $t \geq 22\ \text{min}$ et $t \leq 43\ \text{min}$.

2.3. Discussion

Au cours de l'étude de l'évolution de la densité de fissures que nous avons entreprise, nous avons été contraint de ne prendre en considération que les fissures de demi-largeurs supérieures à $15\ \mu\text{m}$. Ainsi, étant dans l'impossibilité de déterminer expérimentalement l'évolution au cours du temps de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0\ \mu\text{m}$ ($Z_w(0,t)$), nous avons déterminé l'évolution au cours du temps de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $15\ \mu\text{m}$ soit la fonction $Z_w(15,t)$ qui est une fonction décrivant l'amorçage apparent des fissures (figure 61).

Cela dit, nous pouvons tenter de préciser l'allure de la fonction décrivant l'évolution au cours du temps de la densité totale de fissures de demi-largeurs strictement supérieures à 0 . En effet, si l'on prolonge pour des valeurs de l_w inférieures à $15\ \mu\text{m}$ les répartitions des demi-largeurs de fissures déterminées expérimentalement pour des demi-largeurs supérieures à $15\ \mu\text{m}$, nous constatons alors (Figure 60) que la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0\ \mu\text{m}$ est approximativement constante pour des durées d'essais supérieures ou égales à $22\ \text{min}$; on peut estimer la densité totale de fissures comprise entre $550\ \text{mm}^{-2}$ et $650\ \text{mm}^{-2}$.

Ainsi, si l'extrapolation de la fonction $Z_w(l_w,t)$ pour $l_w = 0$ est juste, deux phénomènes importants méritent alors d'être soulignés.

Le premier est la brièveté de la période durant laquelle la quasi-totalité des fissures s'amorcent. En effet, la durée de cette période est inférieure à $6\ \text{minutes}$, soit approximativement inférieure au dixième de la durée de la traction réalisée à la même vitesse d'allongement relatif ($5.10^{-5}\ \text{s}^{-1}$) conduisant à la rupture de l'éprouvette.

Le second phénomène important est la saturation de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0\ \mu\text{m}$ après $22\ \text{minutes}$ de traction. Nous avons mis en évidence que ce phénomène se produit jusqu'à l'instant $t = 43\ \text{min}$.

Par ailleurs, la période durant laquelle le potentiel d'électrode de l'éprouvette s'anoblit correspond à la période durant laquelle la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0\ \mu\text{m}$

augmente brutalement, et le laps de temps au cours duquel le potentiel est quasi-stationnaire correspond au laps de temps où la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0 \mu\text{m}$ est approximativement constante.

Un phénomène qui pourrait être responsable de l'arrêt de l'amorçage après 22 minutes de traction est la diminution de l'intensité des sollicitations mécaniques en peau du matériau consécutivement à la propagation des fissures amorcées les premières : les "amorces" de fissures seraient "atrophées" par les fissures déjà présentes en grande quantité.

Après 22 minutes de traction le potentiel d'électrode de l'éprouvette est quasi-stationnaire. Ce résultat va dans le sens d'un arrêt de l'amorçage. En effet, une importante chute du potentiel est associée à l'amorçage d'un grand nombre de fissures. La chute de potentiel que l'on observe en début d'essai (Figure 59) traduisant la création à la surface de l'éprouvette d'un grand nombre de sites dépassivés (d'aire totale importante) illustre ce propos. L'anoblissement du potentiel qui suit (entre les instants $t = 16 \text{ min}$ et $t = 22 \text{ min}$) peut être interprété comme la sélection des sites d'amorçages potentiels que sont les domaines dépassivés : certains donnent naissance à des fissures alors que d'autres pourraient se repassiver. La repassivation de ces sites pourrait être la cause de l'anoblissement du potentiel.

L'interprétation de l'évolution du potentiel d'électrode de l'éprouvette qui vient d'être faite est reprise et détaillée dans le paragraphe 2.3.3.1 du chapitre 5 traitant de l'influence de la vitesse d'allongement imposée à l'éprouvette sur la phase d'amorçage des fissures.

En résumé, la quasi-totalité des fissures s'amorcerait durant un court laps de temps (entre les instants $t = 16 \text{ min}$ et $t = 22 \text{ min}$) approximativement égal au dixième de la durée de traction conduisant à la rupture de l'éprouvette à la même vitesse d'allongement relatif.

3. Vitesse de propagation des fissures

3.1. Introduction

Avant d'entreprendre la recherche de la fonction v caractérisant la vitesse de propagation des fissures, commençons par quelques considérations d'ordre général concernant cette fonction.

Si la fonction v ne dépend que de la variable t , les fissures possèdent toute la même vitesse de propagation à l'instant t . Ce comportement collectif des fissures pourrait être induit par un mécanisme de propagation de nature électrochimique où la vitesse de propagation de chaque fissure ne dépendrait que de la surface anodique totale des fissures : la réaction cathodique à la surface de l'éprouvette pourrait limiter la vitesse comme pour le phénomène de piqûration par exemple⁸¹. Un tel comportement collectif des fissures est aussi obtenu lorsque la vitesse de propagation des fissures dépend de la contrainte nominale ou de l'allongement de l'éprouvette, ces deux paramètres sont directement liés à la variable t au cours d'un essai à vitesse d'allongement constante.

Si la fonction v ne dépend que de la variable l , la vitesse de propagation d'une fissure dépend uniquement de paramètres caractérisant la taille de la fissure. Ce comportement que l'on pourrait qualifier d'individualiste pourrait être constaté si l'étape contrôlant la vitesse de propagation des fissures est la diffusion d'espèces spécifiques à l'intérieur de la fissure⁸¹.

Le développement du modèle morphologique au cas de la fissuration intergranulaire de l'Alliage 600 en milieu eau à température élevée au cours d'essais de traction lente⁸² a permis de montrer que la vitesse de propagation des fissures pour le couple matériau-milieu considéré dépend à la fois de la variable l et de la variable t , ce qui laisse penser que le processus de propagation des fissures résulte à la fois de phénomènes locaux et de phénomènes globaux.

Ainsi, le cas le plus général est le cas où la fonction v est une fonction des deux variables l et t , mais la fonction décrivant la vitesse de propagation des fissures peut également être explicitée d'une autre manière comme nous allons le montrer.

3.2. Fonction de répartition des profondeurs de fissures : $Z(l,t)$

La fonction Z caractérisant la répartition des profondeurs de fissures se déduit des fonctions Z_t et f décrivant respectivement la répartition des profondeurs des traces de fissures et la forme des fissures. La relation liant ces trois fonctions est la suivante⁸² :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \int_{l_t}^{l_{\max}(t)} \frac{\partial f(l_t, l, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z(l, t)}{\partial l} dl \quad (40)$$

Densité de fissures de profondeurs supérieures à /

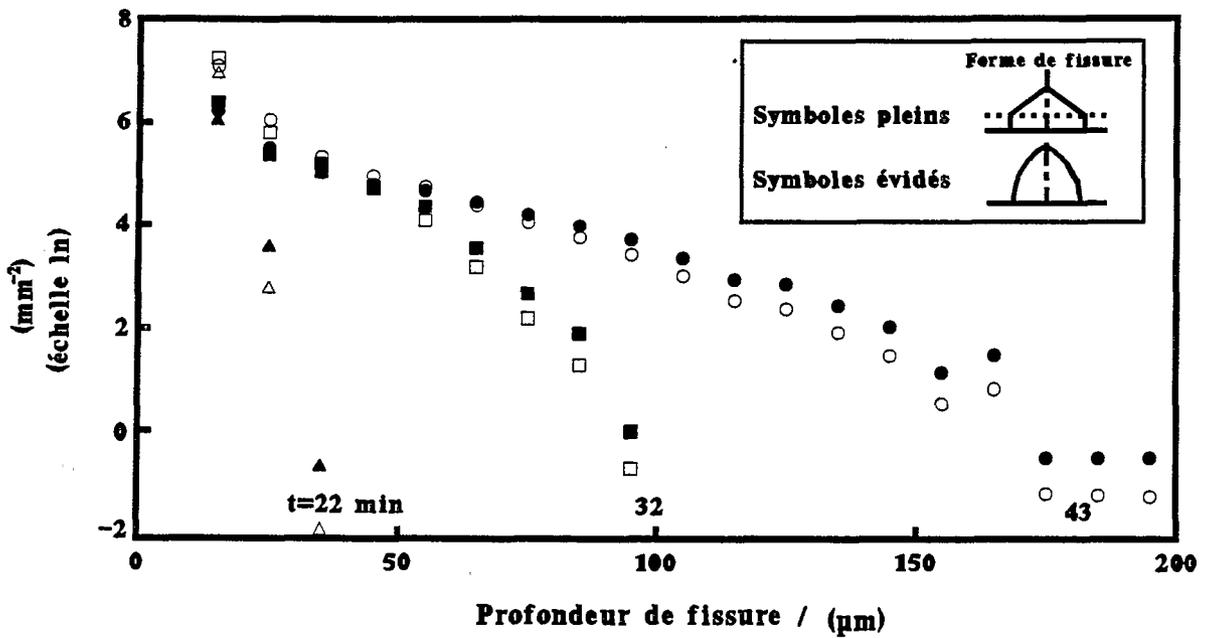


Figure 62. Répartitions des profondeurs de fissures aux instants $t = 22 \text{ min}$, $t = 32 \text{ min}$ et $t = 43 \text{ min}$ en assimilant la forme des fissures à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

La répartition des profondeurs de traces de fissures a été déterminée aux instants $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min et nous avons calculé la répartition des profondeurs de fissures à ces mêmes instants en utilisant, dans un premier temps, la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un arc brisé (relation (35)), et ensuite la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués (relation (37)), cela, afin "d'appréhender" l'incertitude avec laquelle nous connaissons la fonction Z .

On constate sur la figure 62 que les deux modèles de forme de fissures (triangle à côtés tronqués et arc brisé) n'engendrent pas de différences significatives sur la répartition des profondeurs des fissures de profondeurs supérieures à $50 \mu\text{m}$. Il en est autrement pour la répartition des profondeurs de fissures de profondeurs inférieures à $50 \mu\text{m}$. En effet, les écarts entre les densités de fissures de profondeurs supérieures à $45 \mu\text{m}$, $35 \mu\text{m}$, $25 \mu\text{m}$ et $15 \mu\text{m}$ sont d'autant plus importants que la taille des fissures considérées (i.e./) est faible. On en déduit, à l'aide de la relation (13), que la vitesse de propagation des fissures de profondeurs inférieures à $50 \mu\text{m}$ assimilées à un triangle à côtés tronqués est supérieure à la vitesse de propagation des fissures de même taille assimilées à un arc brisé.

Que l'on assimile la forme des fissures à arc brisé ou à un triangle à côtés tronqués, on constate cependant que les densités de fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ sont approximativement égales aux instants $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min. Cela dit, ces valeurs ne peuvent être rigoureusement égales. En effet, si elles sont égales, cela signifie que les fissures de profondeurs inférieures à $15 \mu\text{m}$ ne se propagent pas.

La densité de fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ lorsque la forme des fissures est modélisée par un arc brisé est nettement supérieure à la densité de fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ lorsque la forme des fissures est modélisée par un triangle à côtés tronqués.

En assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués, la densité de fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ est approximativement égale à 500 mm^{-2} . Au cours de l'étude de la morphologie des fissures, nous avons montré expérimentalement que les fissures de profondeur $15 \mu\text{m}$ ont une demi-largeur approximativement égale à $7 \mu\text{m}$ (figure 58). Ainsi, la densité de fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ que l'on peut déterminer en assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués et qui est approximativement égale à 500 mm^{-2} est compatible avec la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $7 \mu\text{m}$ que l'on pourrait obtenir en extrapolant la fonction $Z_w(l_w, t)$ lorsque $l_w = 7 \mu\text{m}$ (figure 60).

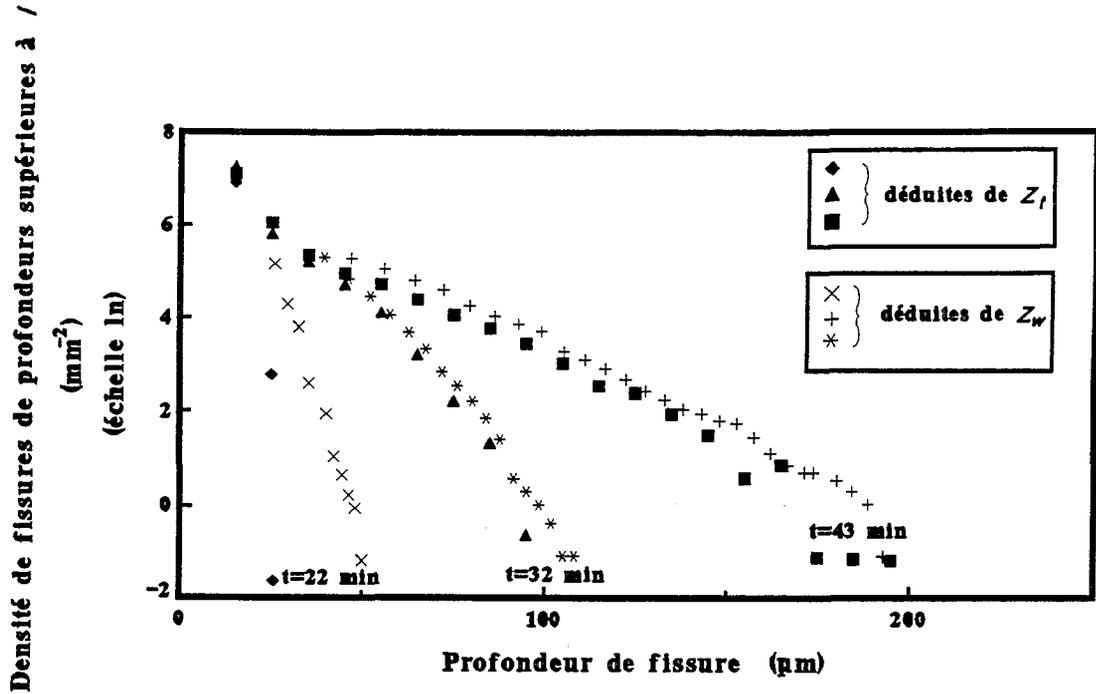


Figure 63. Fonctions de répartition des profondeurs de fissures construites à partir des fonctions $Z_t(l_t, t)$ et $Z_w(l_w, t)$. Forme des fissures : arc brisé. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

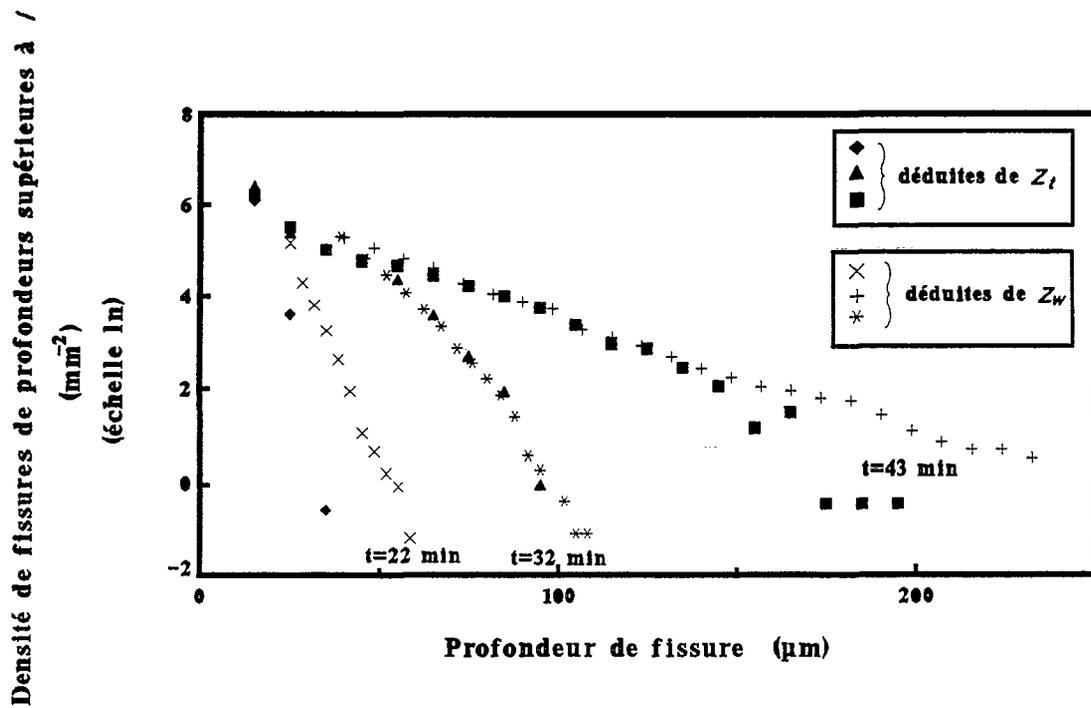


Figure 64. Fonctions de répartition des profondeurs de fissures construites à partir des fonctions $Z_t(l_t, t)$ et $Z_w(l_w, t)$. Forme des fissures : triangle à côtés tronqués. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Lorsque la forme des fissures est assimilée à un arc brisé, la densité de fissures de profondeurs supérieure à $15 \mu\text{m}$ (environ 1000 mm^2) est plus importante que la densité totale de fissures $Z_w(0,t)$ que l'on peut estimer à partir de la figure 60. Cela pourrait provenir d'une surestimation de la densité de fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ que l'on fait en assimilant la forme des fissures à un arc brisé, ou alors à une sous-estimation de la densité totale de fissures.

Nous avons déterminé la fonction de répartition des profondeurs de fissures à partir de la fonction de répartition des profondeurs de traces de fissures et de la fonction de forme, mais cette fonction peut également être déduite de la fonction de répartition des demi-largeurs de fissures et de la fonction de forme. La relation liant ces trois fonction est la suivante :

$$Z(l,t) = Z_w[h(l,t),t] \quad (41)$$

La figure 63 présente la fonction de répartition des profondeurs de fissures déterminées à partir de la fonction de répartition des profondeurs de traces de fissures et à partir de la fonction de répartition des demi-largeurs de fissures lorsque la forme des fissures est modélisée par un arc brisé.

La figure 64 présente les fonctions de répartition des profondeurs de fissures obtenues lorsque la forme des fissures est modélisée par un triangle à côtés tronqués.

On constate en observant les figures 63 et 64 un bon accord entre les répartitions des profondeurs de fissures déduites des fonctions Z_t et Z_w pour les deux formes de fissure. On note cependant des répartitions des profondeurs de fissures sensiblement différentes pour l'essai de plus courte durée ($t = 22 \text{ min}$) et cela pour les deux formes de fissures considérées.

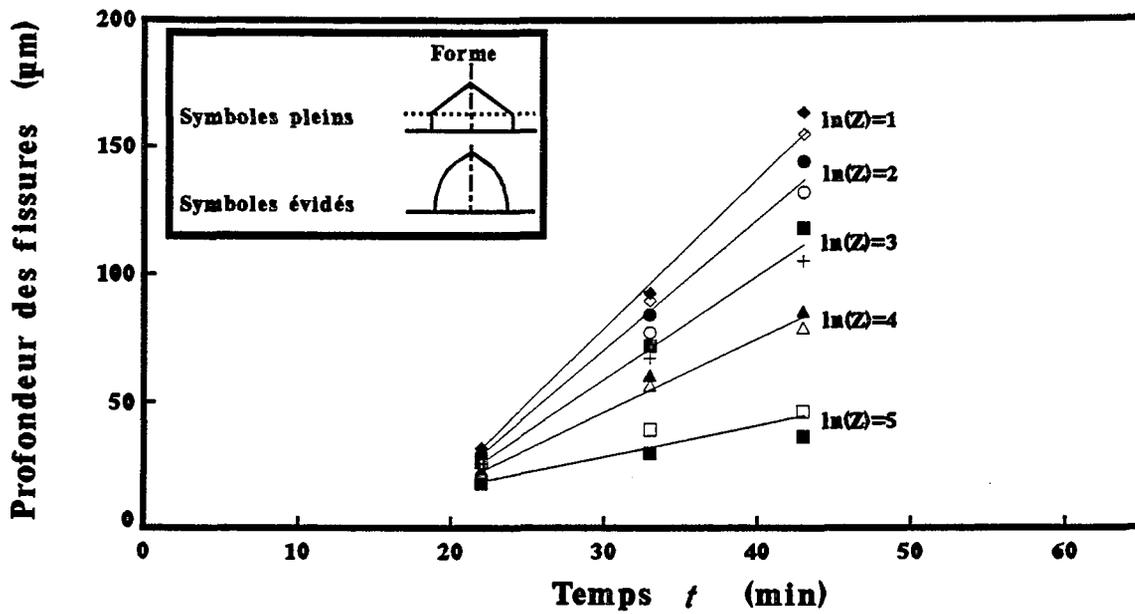


Figure 65. Evolution de la profondeur de cinq fissures entre les instants $t = 22$ min et $t = 43$ min. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

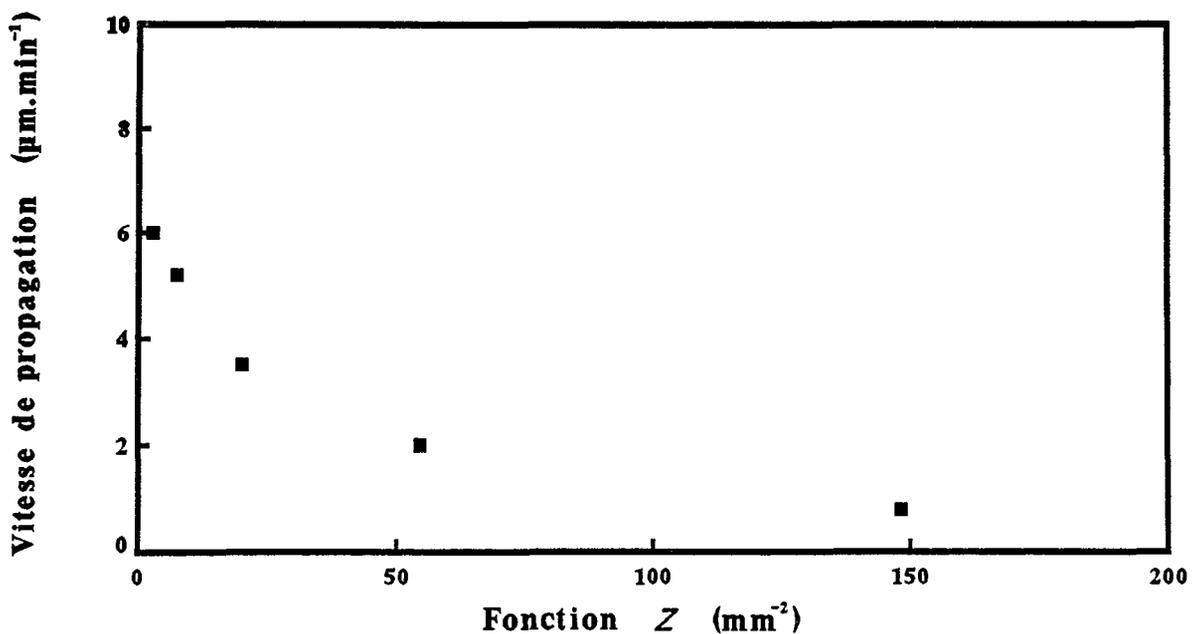


Figure 66. Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure considérée. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

3.3. Evolution de la profondeur des fissures au cours du temps

L'évolution de la profondeur des fissures au cours d'un essai peut être déduite de la fonction caractérisant l'évolution temporelle de la répartition des profondeurs de fissures au cours de ce même essai.

Une hypothèse doit cependant être faite. Cette hypothèse est la suivante : la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure considérée demeure constante tout au long de l'essai. Cette hypothèse permet de caractériser une fissure par la densité Z de fissures plus profondes qu'elle.

En considérant le graphe de Z comme une fonction de la variable l à différents instants t , et les valeurs de l pour lesquelles, à différents instants t , Z conserve la même valeur, il est alors possible de déterminer l'évolution au cours de l'essai de la profondeur des fissures caractérisées par une valeur de Z .

La figure 65 présente la profondeur aux instants $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min de cinq fissures, qui sont :

- la fissure ayant comme densité de fissures de profondeurs supérieures : $exp(1)$,
- la fissure ayant comme densité de fissures de profondeurs supérieures : $exp(2)$,
- la fissure ayant comme densité de fissures de profondeurs supérieures : $exp(3)$,
- la fissure ayant comme densité de fissures de profondeurs supérieures : $exp(4)$,
- et la fissure ayant comme densité de fissures de profondeurs supérieures : $exp(5)$.

L'évolution de la profondeur des fissures a été déterminée en supposant la forme des fissures assimilable à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués, cela, dans le but de prendre en considération l'incertitude avec laquelle nous connaissons la profondeur des fissures aux instants considérés.

Nous constatons donc, à la lumière de la figure 65, que l'évolution de la profondeur des fissures au cours de l'essai, plus précisément entre les instants $t = 22$ min et $t = 43$ min, peut être supposée linéaire. Ce qui signifie que la vitesse de propagation des fissures est constante. Cependant, comme le montre la figure 66, la vitesse de propagation des fissures est une fonction décroissante de la variable Z .

Ainsi la fonction v peut être explicitée à l'aide de Z qui dépend de la profondeur l des fissures et de la durée t écoulée depuis le début de l'essai.

3.4. Discussion

Nous avons supposé, pour déterminer l'évolution de la profondeur des fissures entre les instants $t = 22$ min et $t = 43$ min, que la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure considérée est constante au cours de l'essai. Cela signifie, en d'autres termes, que les fissures ne se dépassent pas. Or, supposer que les fissures ne se dépassent pas veut dire qu'à un instant donné, deux fissures de même profondeur ne peuvent avoir des vitesses de propagation différentes. En d'autres termes, en supposant que les fissures ne se dépassent pas, on suppose que la propagation des fissures est déterministe : à un instant donné t , les fissures de profondeur l ont toutes la même vitesse v . Le suivi optique de la croissance des fissures au cours d'un essai permettrait de vérifier cette hypothèse d'une propagation déterministe.

Nous avons montré au cours du paragraphe précédent que la vitesse de propagation des fissures pouvait être explicitée entre les instants $t = 22$ min et $t = 43$ min *uniquement* à l'aide de Z . Ainsi, si l'évolution de la profondeur des fissures n'avait été une fonction linéaire de la variable t , la vitesse de propagation des fissures aurait alors dépendu de la variable Z et de la variable t . Nous aurions, par ailleurs, pu être amené à considérer le cas plus général où la fonction v est une fonction des trois variables Z , t et l .

On peut interpréter la décroissance rapide de la vitesse de propagation des fissures avec la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure donnée en considérant que les fissures de petites tailles sont "atrophées" par les fissures de plus grandes tailles. Une vitesse de déformation en fond de fissure plus faible, une contrainte moindre, un facteur d'intensité de contrainte moins important, pourraient en être la cause.

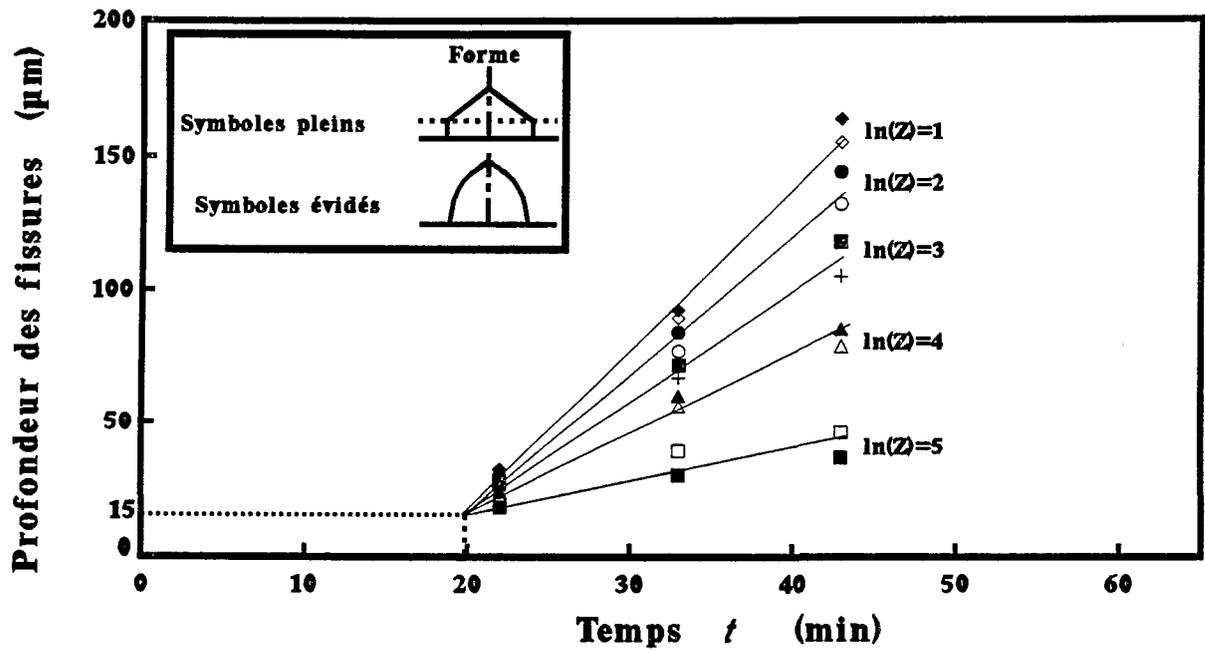


Figure 67. Evolution de la profondeur des fissures entre les instants $t = 20$ min et $t = 43$ min. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

4. Représentation analytique

4.1. Représentation analytique proposée

Nous avons montré dans ce quatrième chapitre que l'évolution de la profondeur des fissures entre les instants $t = 22$ min et $t = 43$ min pouvait être assimilée à une fonction linéaire de la variable t . Supposons qu'il en est de même avant l'instant $t = 22$ min. La figure 67 montre alors que toutes les fissures ont une profondeur égale à $15 \mu\text{m}$ à un instant t approximativement égal à 20 min. Nous proposons d'assimiler cet instant à l'instant moyen d'amorçage des fissures et nous ne décrivons que la vitesse de propagation des fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$.

Nous proposons la représentation analytique suivante de l'évolution de la densité totale de fissures au cours de l'essai :

$$W(t) = Z_0 H(t - t_i) \quad (42)$$

où :

Z_0 est la densité totale de fissures,

t_i l'instant moyen d'amorçage des fissures et ,

$H(x)$ la fonction de Heaviside ($H(x) = 1$ si $x > 0$ et $H(x) = 0$ si $x < 0$).

Cette représentation analytique de l'évolution de la densité totale de fissures au cours de l'essai est en accord avec l'évolution temporelle de la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0 \mu\text{m}$. En effet, nous avons estimé (figure 60) d'une part que la densité de fissures de demi-largeurs supérieures à $0 \mu\text{m}$ croît très rapidement entre les instants $t = 16$ min et $t = 22$ min puisqu'elle passe de la valeur 0 mm^{-2} à une valeur comprise entre 550 mm^{-2} et 650 mm^{-2} durant ce court laps de temps, et d'autre part que cette densité demeure ensuite approximativement constante jusqu'à l'instant $t = 43$ min.

Pour les fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$, l'évolution de leur profondeurs entre les instants $t = 18$ min et $t = 43$ min est une fonction linéaire de t , et cela pour toute valeur de Z . La vitesse de propagation d'une fissure de profondeur supérieure à $15 \mu\text{m}$ est donc constante au cours de l'essai mais dépend de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la profondeur de la

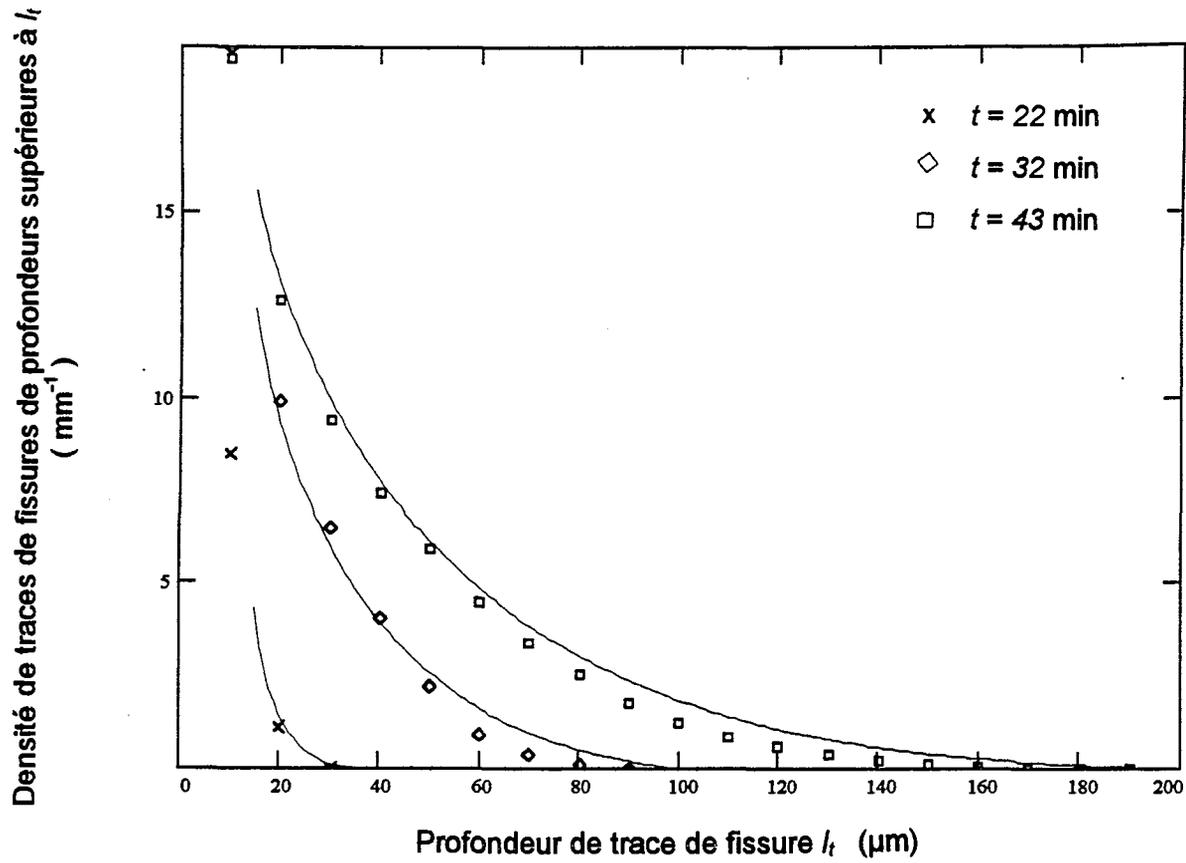


Figure 68. Fonctions de répartition des profondeurs des traces de fissures expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : 5.10^5 s^{-1} . Durées d'essai : $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min.

fissure considérée. Pour décrire l'évolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de Z (figure 66), nous avons retenu l'expression analytique suivante :

$$v(Z) = v_{max} \left[1 - \left(\frac{Z}{Z_0} \right)^{r_1} \right]^{r_2} \quad (43)$$

où :

v_{max} est la vitesse de propagation de la fissure la plus rapide ($Z = 0$)

r_1 et r_2 sont des paramètres de propagation.

Comme seules les fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ sont prise en compte par la loi de propagation que nous proposons (relation (43)), nous suggérons de retenir le fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués. En effet, les fissures ainsi modélisées naissent avec une profondeur non nulle, égale à $15 \mu\text{m}$ (cf Chapitre 3).

A la lumière de cette étude, nous proposons de caractériser l'amorçage et la propagation des fissures de CSC pour le couple matériau-milieu considéré de la façon suivante :

- toutes les fissures apparaissent au même instant (t_i) avec une profondeur égale à $15 \mu\text{m}$ et une demi-largeur nulle,
- puis les fissures se développent. Leur forme peut être assimilée à un triangle à côtés tronqués. Leur vitesse de propagation est constante, elle dépend uniquement de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la fissure considérée.

On peut estimer la validité de la caractérisation du phénomène de fissuration par CSC décrite ci-dessus en comparant les fonctions Z_t expérimentale et théorique (Figure 68). La fonction Z_t expérimentale est déduite du relevé des profondeurs des traces de fissures observées sur le plan de coupe, et la fonction Z_t théorique est déduite (cf annexe 6) des relations décrivant l'amorçage et la propagation des fissures (relations (42) et (43)) et de la fonction de forme (relation (37)). L'expression de cette fonction est la suivante :

$$Z_t(l_t, t) = 2 \alpha Z_0 \int_{l_t}^{v_{max} \times (t - t_i)} \left[1 - \left(\frac{l - k}{(t - t_i) v_{max}} \right)^{\frac{1}{r_2}} \right]^{\frac{1}{r_1}} dl \quad \text{si } l > k \text{ et } t > t_i \quad (44)$$

Un bon ajustement est obtenu avec les valeurs des paramètres de fissuration suivantes :

- $Z_0 = 665 \text{ mm}^{-2}$
- $t_i = 18 \text{ min}$
- $v_{max} = 9 \text{ } \mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$
- $r_1 = 0,4$
- $r_2 = 3,0$

4.2. Principales limites de cette représentation analytique

Dans ce paragraphe, nous nous proposons de présenter brièvement les principales limites de la caractérisation que nous venons de proposer (la liste n'est pas exhaustive). Elles feront l'objet d'une étude plus approfondie ultérieurement quand des données complémentaires seront en notre possession.

Tout d'abord, l'évolution de la densité de fissures au cours de l'essai a été assimilée à une fonction de Heaviside. Cette approximation, commode pour les développements mathématiques, est à affiner. Une sigmoïde serait vraisemblablement plus adaptée.

La propagation des fissures de profondeurs inférieures à $15 \text{ } \mu\text{m}$ n'est pas décrite par la représentation analytique proposée. La difficulté à laquelle on se heurte lorsque l'on essaie de décrire la vitesse de propagation des petites fissures à partir de l'information morphologique présente sur une éprouvette est de dénombrer les traces de petites dimensions (inférieures à $5 \text{ } \mu\text{m}$) et les fissures de faibles demi-largeurs (inférieures à $15 \text{ } \mu\text{m}$). En effet, la fonction Z_t et par conséquent la fonction Z , ainsi que la fonction Z_w sont inconnues pour les faibles valeurs de l_t , l ou l_w .

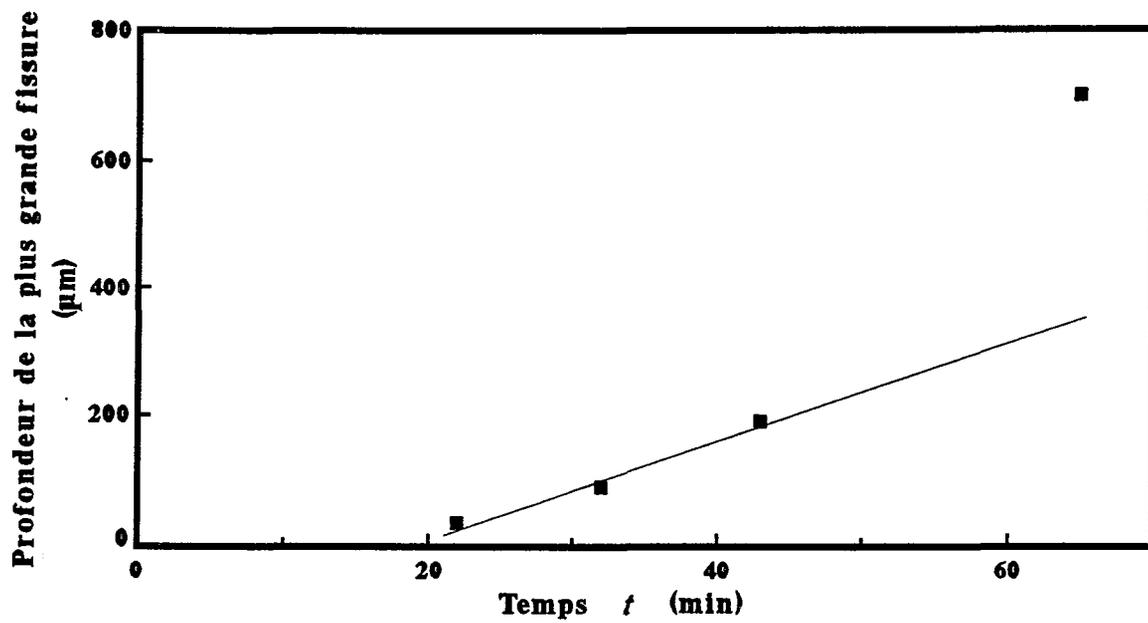


Figure 69. Evolution de la profondeur de la plus grande fissure au cours de l'essai. Vitesse d'allongement relatif : 5.10^{-5} s^{-1} .

Ce manque de données expérimentales est également responsable de l'incertitude qui subsiste sur la forme des petites fissures. En effet, la fonction h caractérisant la forme des fissures, déduite des fonctions Z_t et Z_w lors de la troisième approche (cf Chapitre 3), n'a pu être déterminée pour les faibles valeurs de t (figure 51)

Nous avons montré que la vitesse de propagation des fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ peut être supposée constante jusqu'à l'instant $t = 43 \text{ min}$. La figure 69 met en évidence qu'après cet instant, l'évolution de la profondeur de la plus grande fissure qui est la plus rapide ($Z = 0$) ne suit plus la loi linéaire qui caractérise sa croissance avant l'instant $t = 43 \text{ min}$.

5. Conclusion

En étudiant l'évolution au cours d'un essai à vitesse d'allongement constante de l'information morphologique présente à la surface d'une éprouvette, et en caractérisant le plus précisément possible la forme des fissures, nous avons montré que :

- l'évolution de la densité totale de fissure peut être modélisée par une fonction de Heaviside dont le module est égal à la densité de fissures à saturation (Z_0) et l'argument à la différence $t - t_i$, t_i étant l'instant moyen d'amorçage des fissures,
- la vitesse de propagation d'une fissure de profondeur donnée (supérieure à $15 \mu\text{m}$) est constante au cours de l'essai, et est une fonction décroissante de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la fissure considérée (Z).

La représentation analytique de l'amorçage et de la propagation que nous proposons (relations (42) et (43)) n'est autre qu'une caractérisation quantitative du comportement en fissuration par CSC du matériau étudié dans le milieu considéré. Cette caractérisation est également spécifique à l'essai de CSC réalisé qui est un essai de traction lente à vitesse d'allongement relatif égale à 5.10^{-5} s^{-1} . Afin d'obtenir une formulation plus générale de cette caractérisation, il convient d'étudier l'évolution des paramètres de fissuration avec la vitesse d'allongement imposée à l'éprouvette. Les formulations alors obtenues de l'amorçage et de la propagation des fissures, caractériseront plus généralement le comportement en traction lente du couple matériau-milieu considéré.

Chapitre 5

Applications

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous nous proposons de caractériser dans un premier temps l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation, et dans un deuxième temps, l'action d'inhibiteurs potentiels sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures.

2. Caractérisation de l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation

2.1. Introduction

Afin de caractériser l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures, nous allons déterminer les valeurs des paramètres de fissuration à partir des répartitions des profondeurs des traces de fissures caractérisant l'information morphologique présente à la surface d'éprouvettes déformées à des vitesses d'allongement différentes. Ces vitesses sont comprises entre $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-4} s^{-1} .

Avant d'utiliser la représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC établie pour une vitesse d'allongement relatif égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, il convient de s'assurer qu'elle peut être appliquée pour d'autres vitesses d'allongement relatif. C'est l'objet de l'étude préliminaire que nous avons réalisée.

2.2 Etude de l'applicabilité de la représentation analytique à d'autres vitesses d'allongement relatif

Afin de vérifier que la représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC établie pour une vitesse d'allongement relatif égale à $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ peut s'appliquer à d'autres vitesses d'allongement relatif, nous avons entrepris de retrouver les résultats expérimentaux qui nous ont conduit à proposer cette représentation analytique pour une vitesse d'allongement relatif autre que

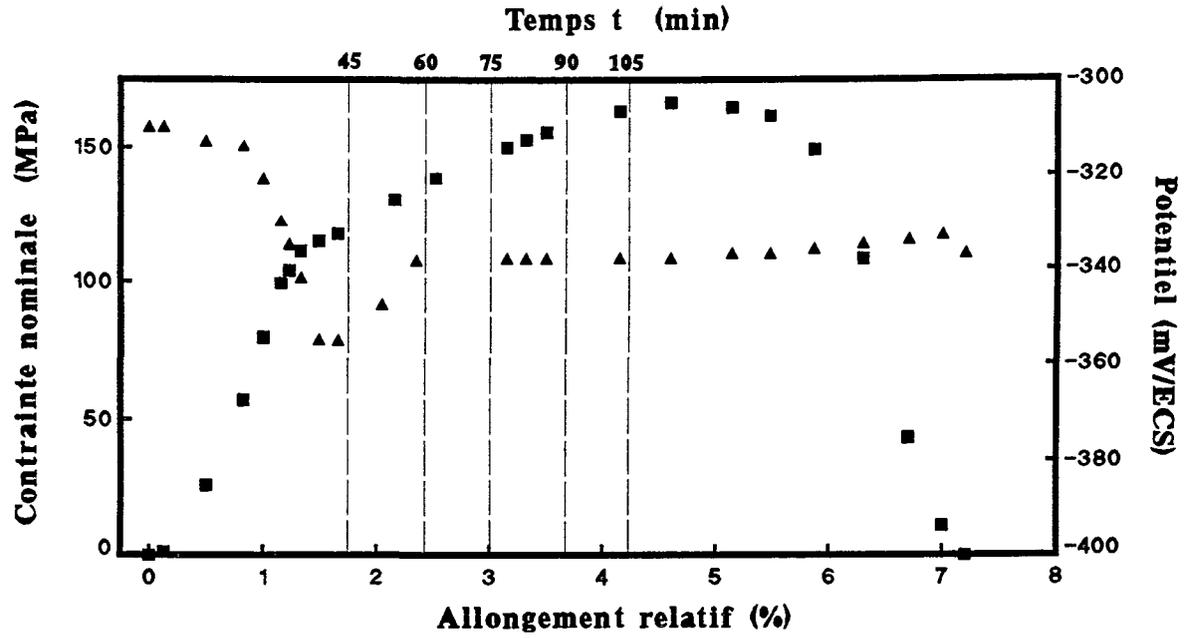


Figure 70. Evolution du potentiel d'électrode et de la contrainte nominale en fonction de l'allongement relatif de l'éprouvette. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

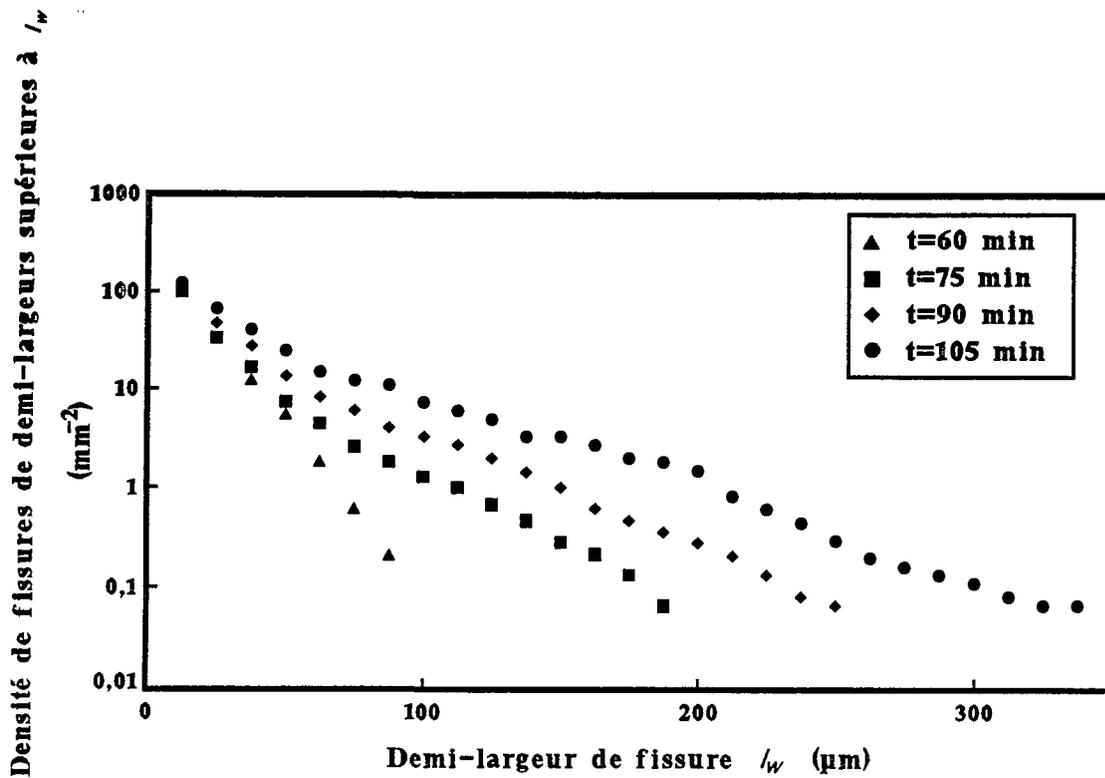


Figure 71. Fonction de répartition des demi-largeurs de fissures aux instants $t = 60 \text{ min}$, $t = 75 \text{ min}$, $t = 90 \text{ min}$ et $t = 105 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

5.10^{-5} s^{-1} . Ces résultats expérimentaux sont l'évolution de la densité de fissure et l'évolution de la profondeur des fissures au cours du temps. La vitesse d'allongement relatif choisie pour cette étude est celle parmi les vitesses d'allongement relatif utilisées pour l'étude de l'influence de la vitesse d'allongement relatif que nous allons entreprendre qui est la plus "différente" de 5.10^{-5} s^{-1} , à savoir $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Un essai a tout d'abord été réalisé jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La force et le potentiel d'électrode de l'éprouvette ont été enregistrés, ils sont présentées sur la figure 70.

L'évolution du potentiel d'électrode de l'éprouvette nous a guidé dans le choix des durées des essais interrompus à réaliser. Ainsi, l'essai de plus courte durée a été stoppé à l'instant où le potentiel est le plus cathodique (-360 mV/ECS) soit après 45 minutes de traction ; un essai a été interrompu après l'anoblissement (25 mV/ECS) qui suit la chute de potentiel soit à l'instant $t = 60 \text{ min}$, et enfin trois autres essais ont été interrompus durant la période où le potentiel est quasi-stationnaire (figure 70) soit après 75, 90, et 105 minutes de traction. Des essais interrompus après des durées de traction plus importantes ont aussi été réalisés, mais le grand nombre de regroupements de fissures dont il font l'objet les rend inexploitable.

Pour chacun de ces essais, nous avons caractérisé l'information morphologique présente à la surface de l'éprouvette en déterminant la répartition des profondeurs des traces de fissures et la répartition des demi-largeurs de fissures.

Concernant l'essai interrompu après 45 min de traction aucune trace de fissure n'a pu être mise en évidence sur un plan de coupe longitudinal de l'éprouvette.

Les densités de fissures de demi-largeurs supérieures à l_w aux instants $t = 60 \text{ min}$, $t = 75 \text{ min}$, $t = 90 \text{ min}$ et $t = 105 \text{ min}$ sont portées sur la figure 71. On constate à la lumière de cette figure que les densités de fissures de demi-largeurs supérieures à $0 \mu\text{m}$ que l'on peut estimer sont, pour ces essais, approximativement égales. Cette valeur est comprises entre 100 mm^{-2} et 150 mm^{-2} .

Ainsi, comme pour la vitesse d'allongement relatif 5.10^{-5} s^{-1} , on constate que la densité totale de fissures croît rapidement à partir d'une certaine durée de traction pendant un laps de temps relativement bref et demeure ensuite approximativement constante. La fonction d'Heaviside (relation (42)) proposée pour modéliser l'évolution de la densité de fissures au cours d'un essai de traction lente à la vitesse d'allongement relatif 5.10^{-5} s^{-1} semble également convenir pour une vitesse

Densité de fissures de profondeurs supérieures à /
(mm^2) (échelle ln)

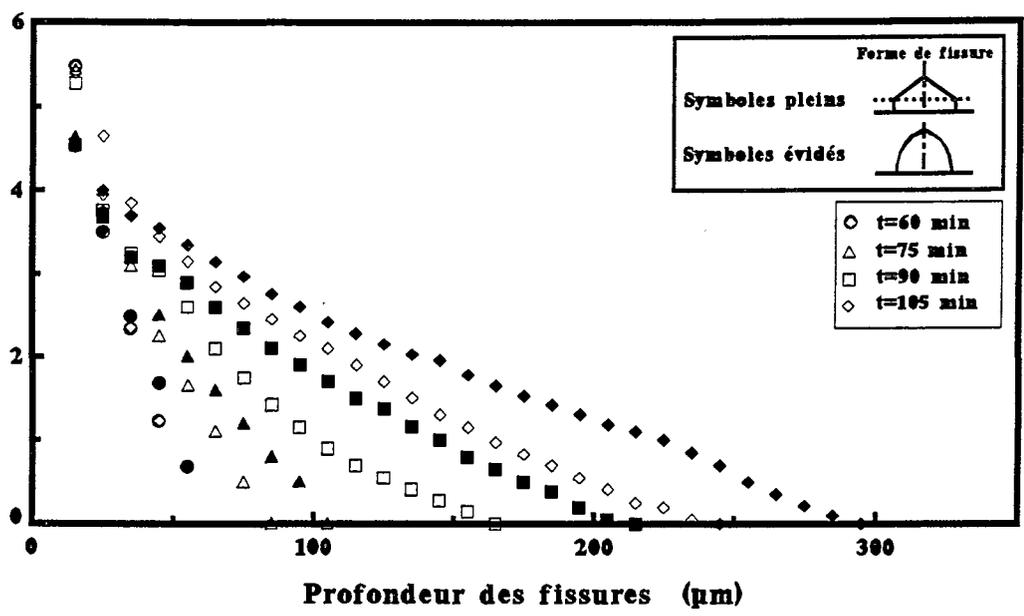


Figure 72. Fonction de répartition des profondeurs de fissures. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

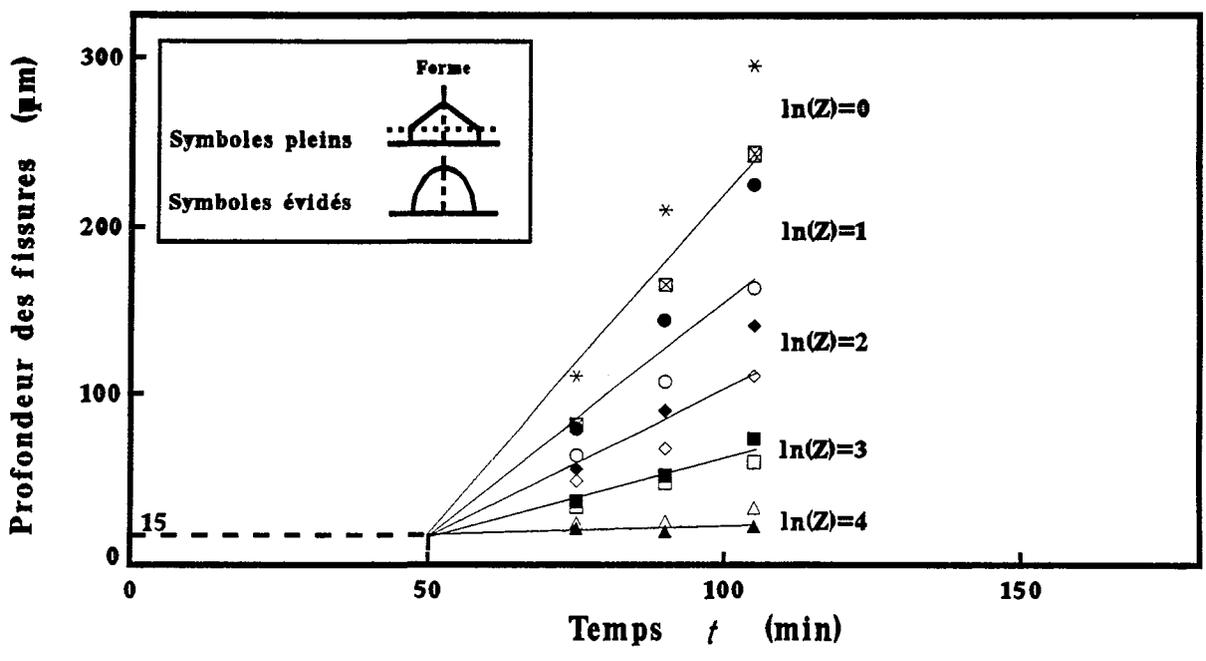


Figure 73. Evolution de la profondeur des fissures au cours d'un essai réalisé à la vitesse d'allongement $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. La densité Z est exprimée en mm^{-2} .

d'allongement relatif égale à $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Nous supposons qu'il en est de même pour les autres vitesses d'allongement utilisées.

Par ailleurs, il est important de remarquer que durant la période où la densité totale de fissures semble être approximativement constante le potentiel d'électrode de l'éprouvette est quasi-stationnaire. De plus, c'est durant le laps de temps où le potentiel d'électrode de l'éprouvette s'anoblit (entre les instants $t = 45 \text{ min}$ et $t = 60 \text{ min}$) que la densité totale de fissures croît rapidement.

La fonction Z caractérisant l'évolution de la répartition des profondeurs de fissures au cours du temps a ensuite été déduite, à l'aide de la relation (40), de la fonction Z_t caractérisant l'évolution de la répartition des profondeurs des traces de fissures en supposant la forme des fissures assimilable à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués (figure 72).

Remarque

Nous supposons que les fonctions de forme assimilant la forme des fissures à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués qui caractérisent la forme des fissures présentes sur une éprouvette déformée à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ sont à même de caractériser également la forme des fissures présentes sur des éprouvettes déformées à des vitesses d'allongement relatif différentes.

Nous supposons que la forme des fissures est identique quelle que soit la vitesse d'allongement relatif pour des valeurs identiques du rapport t / T . On rappelle que T est la durée d'un essai conduit jusqu'à la rupture de l'éprouvette, et t la durée de l'essai interrompu mené à la même vitesse d'allongement relatif. L'évolution des paramètres α , λ , et μ en fonction du rapport t / T a été déduite des valeurs de ces paramètres déterminées aux instants $t = 22 \text{ min}$, $t = 32 \text{ min}$ et $t = 43 \text{ min}$ pour la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Les valeurs de ces paramètres α , λ , et μ pour des valeurs de t / T différentes de $22 / 65$, $32 / 65$ et $43 / 65$ ont été estimées en lissant les valeurs de α , λ , et μ connues.

L'évolution de la profondeur des fissures au cours de l'essai réalisé à la vitesse d'allongement relatif de $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ a été déduite de la fonction de répartition des profondeurs de fissures en supposant la forme des fissures assimilable à un arc brisé et à un triangle à côtés tronqués (voir chapitre 4 paragraphe 3.3.). La figure 73 montre que, pour les fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$, l'évolution de leur profondeur entre les instants $t = 50 \text{ min}$ et $t = 105 \text{ min}$ peut être supposée linéaire,

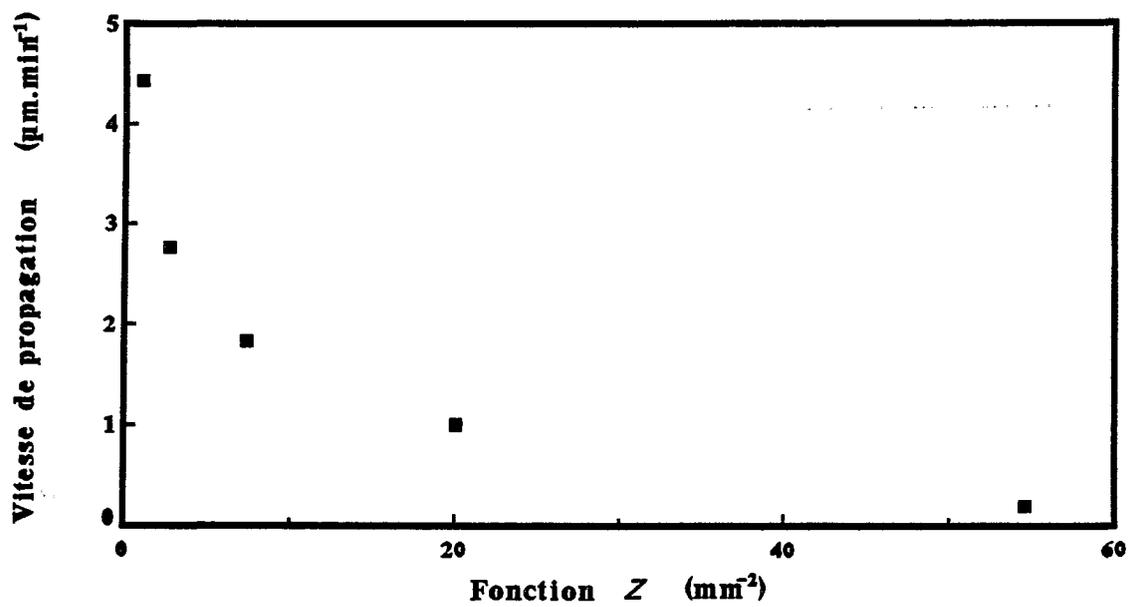


Figure 74. Evolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la profondeur de la fissure considérée. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

et cela pour chaque valeurs de Z . L'instant $t = 50$ min est assimilé à l'instant moyen d'amorçage des fissures.

Cela signifie que la vitesse de propagation des fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ est constante durant cette période et que la vitesse de propagation d'une fissure est une fonction décroissante de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la profondeur de la fissure considérée (figure 74).

En conclusion, la représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC établie pour une vitesse d'allongement relatif égale à 5.10^{-5} s^{-1} peut être utilisée pour une vitesse d'allongement relatif égale à $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Nous supposons qu'il en est de même pour toute vitesse d'allongement relatif comprise entre $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-4} s^{-1} .

2.3. Evolution des paramètres de fissuration

2.3.1. Méthode de détermination des paramètres de fissuration

Les paramètres de fissuration Z_0 , v_{max} , t_i , r_1 et r_2 sont déterminés à partir de la fonction Z_t caractérisant l'évolution au cours du temps de la répartition des profondeurs des traces de fissures. Pour cela, il est tout d'abord nécessaire de déduire de la fonction Z_t la fonction Z décrivant l'évolution de la répartition des profondeurs de fissures. Cette fonction permet de connaître la profondeur des fissures caractérisées par des valeurs de Z à différents instants. Les droites représentant l'évolution de la profondeur des fissures pour différentes valeurs de Z sont sécantes au point d'abscisse t_i et d'ordonnée l_i ($l_i = 15 \mu\text{m}$). Les pentes de ces droites donnent l'évolution de la vitesse de propagation des fissures en fonction de Z . Les valeurs des paramètres de fissuration Z_0 , v_{max} , r_1 et r_2 sont celles qui permettent le meilleur lissage de la fonction expérimentale v par la fonction v théorique (relation (43)).

Tous les paramètres de fissuration étant connus, il est possible de comparer les graphes représentant la fonction Z_t expérimentale et la fonction Z_t théorique (relation (44)). Les valeurs des paramètres Z_0 , v_{max} , r_1 et r_2 sont déterminées pour plusieurs valeurs de t_i peu différentes de la valeur déterminée précédemment à partir des droites décrivant l'évolution au cours du temps de la

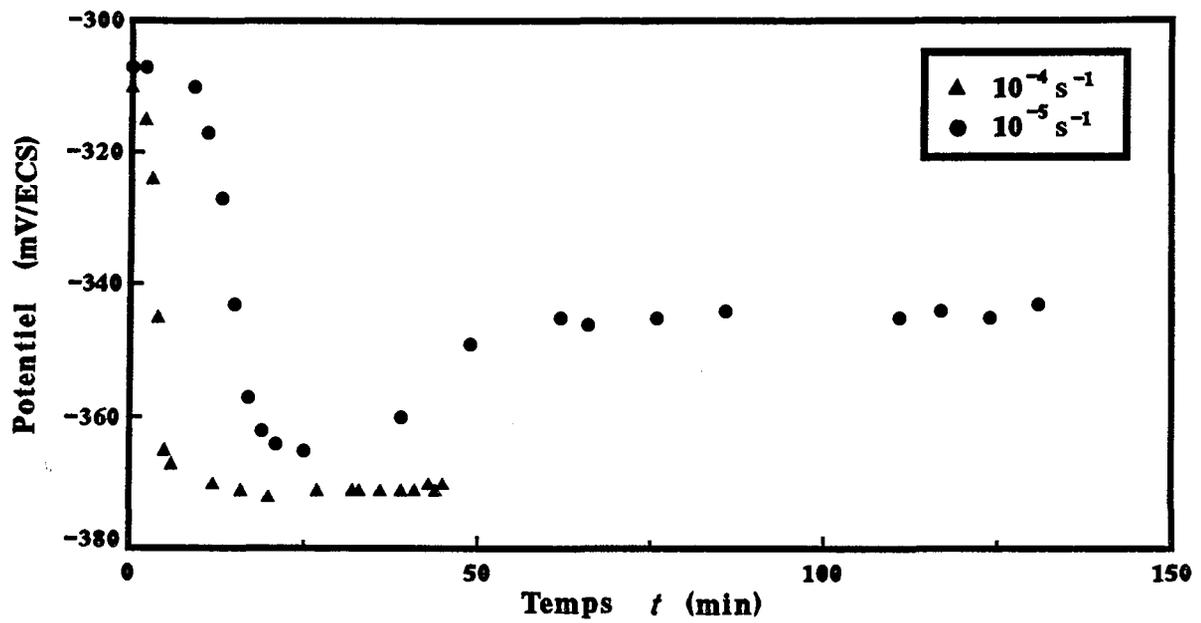


Figure 75. Evolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'essais réalisés aux vitesses d'allongement relatives suivantes : 10^{-4} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} .

profondeur des fissures. Enfin, les valeurs des paramètres de fissuration Z_0 , v_{max} , t_i , r_1 et r_2 retenues sont celles qui permettent le meilleur lissage de la fonction expérimentale Z_t .

Lorsque l'on ne dispose que d'un seul essai interrompu, une valeur approchée de l'instant moyen d'amorçage des fissures est déduite de l'évolution du potentiel d'électrode de l'éprouvette.

En effet, nous avons montré précédemment, pour deux vitesses d'allongement relatif 5.10^{-5} et $6,7.10^{-6} s^{-1}$, que la densité totale de fissures est constante durant la période où le potentiel est quasi-stationnaire, et qu'aucune fissure n'est observable à l'instant où le potentiel est le plus cathodique. On peut donc supposer que l'instant moyen d'amorçage t_i est compris dans l'intervalle de temps correspondant à l'anoblissement qui suit la chute du potentiel (Figures 59 et 70). Pour les autres vitesses d'allongement ($10^{-4} s^{-1}$ et $10^{-5} s^{-1}$), nous supposons qu'il en est de même.

L'évolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours des essais réalisés aux vitesses d'allongement relatif de $10^{-4} s^{-1}$ et $10^{-5} s^{-1}$ est représentés sur la figure 75. On note que la chute de potentiel est plus importante et que l'anoblissement du potentiel qui suit est plus faible pour la vitesse d'allongement la plus grande.

La valeur approchée de l'instant moyen d'amorçage des fissures et la profondeur des fissures à un instant donné permettent de déterminer la fonction $v(Z)$. Comme précédemment, les valeurs des paramètres Z_0 , v_{max} , r_1 et r_2 sont celles qui permettent le meilleur lissage de la fonction v . Ces paramètres sont déterminés pour plusieurs valeurs de t_i comprises dans l'intervalle de temps spécifié précédemment. Finalement, les valeurs des paramètres Z_0 , v_{max} , t_i , r_1 et r_2 retenues sont celles qui permettent le meilleur lissage de la fonction expérimentales Z_t .

2.3.2. Résultats

Afin de caractériser quantitativement l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures, nous avons déterminé à l'aide de la méthode décrite précédemment les valeurs des paramètres de fissuration Z_0 , v_{max} , t_i , r_1 et r_2 pour les vitesses d'allongement relatif suivantes : $6,7.10^{-6} s^{-1}$, $1.10^{-5} s^{-1}$, $5.10^{-5} s^{-1}$, et $1.10^{-4} s^{-1}$.

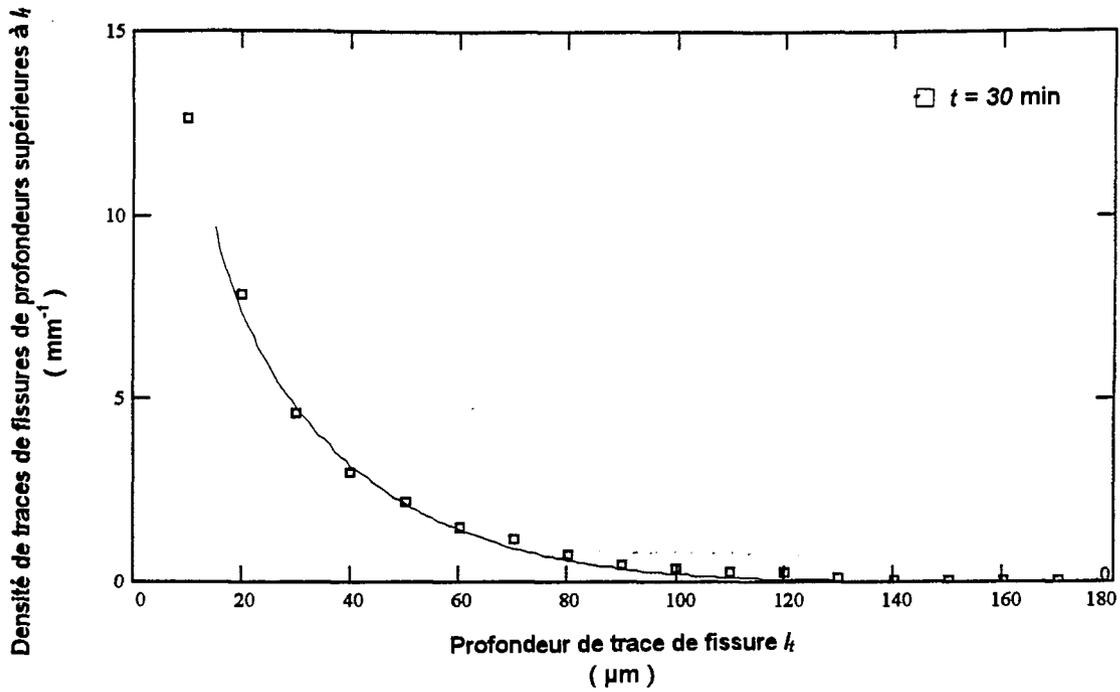


Figure 76. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durée de l'essai : $t = 30$ min. Vitesse d'allongement relatif : 10^{-4} s^{-1} .

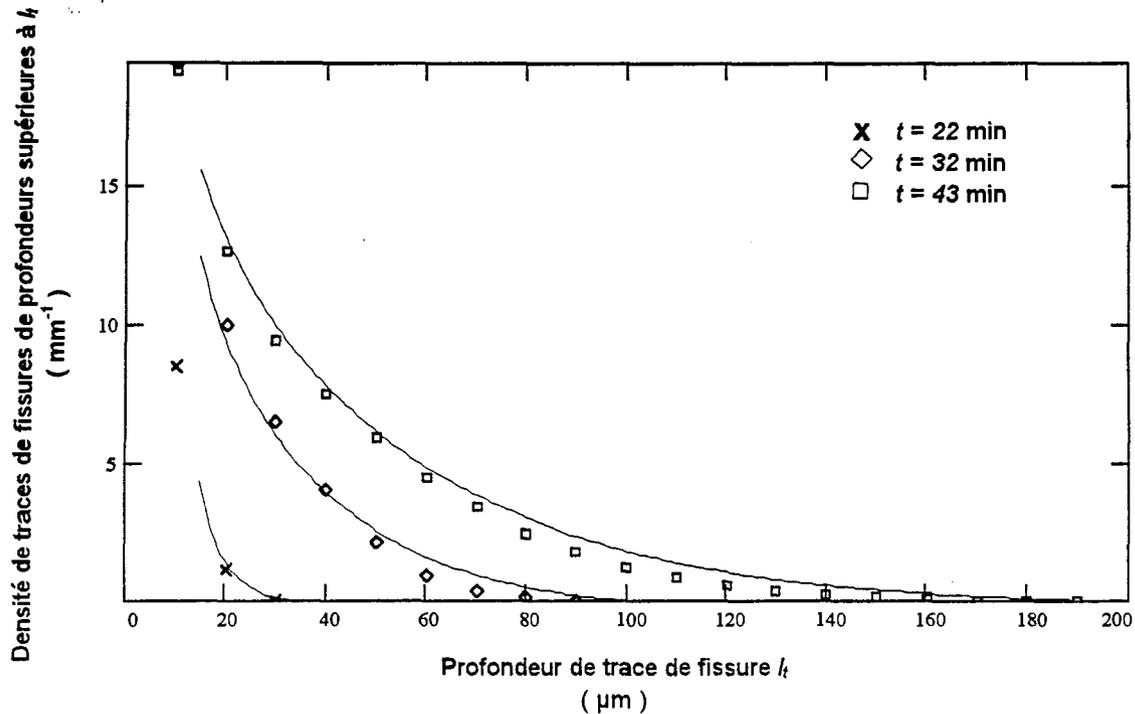


Figure 77. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durées des essais : $t = 22$ min, $t = 32$ min et $t = 43$ min. Vitesse d'allongement relatif : $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Les valeurs des paramètres de fissuration r_1 et r_2 étant très peu différentes pour les vitesses d'allongement relatives considérées, nous avons jugé bon de les "figer". Les modifications des valeurs des paramètres Z_0 , t_i et v_{max} que cela a engendré sont très faibles.

Ainsi, les paramètres de propagation r_1 et r_2 sont indépendants de la vitesse d'allongement relatif, leurs valeurs sont : $r_1 = 0,4$ et $r_2 = 3,0$. Les valeurs des paramètres Z_0 , v_{max} et t_i sont rassemblées dans le tableau 4.

On constate que la densité totale de fissures croît avec la vitesse d'allongement relatif alors que la vitesse de propagation de la plus grande fissure demeure approximativement constante. Quant à l'instant moyen d'amorçage des fissures, il diminue lorsque la vitesse d'allongement relatif augmente. Le contraire aurait été surprenant étant donné que la durée T des essais conduits jusqu'à la rupture de l'éprouvette croît lorsque la vitesse d'allongement relatif diminue.

Vitesse d'allongement relatif (s^{-1})	T (min)	v_{max} ($\mu m \cdot min^{-1}$)	Z_0 (mm^{-2})	t_i (min)
$1 \cdot 10^{-4}$	45	9	700	13
$5 \cdot 10^{-5}$	65	9	665	18
$1 \cdot 10^{-5}$	135	9	280	48
$6,7 \cdot 10^{-6}$	180	8	110	52

Tableau 4. Valeurs des paramètres Z_0 , v_{max} et t_i pour les différentes vitesses d'allongement considérées.

Les figures 76, 77, 78 et 79 montrent que ces valeurs des paramètres de fissuration permettent un bon ajustement des répartitions déterminées par le calcul et expérimentalement des profondeurs des traces de fissures pour différentes durées de traction et pour les vitesses d'allongement considérées. Cela tend à valider la représentation analytique que nous proposons.

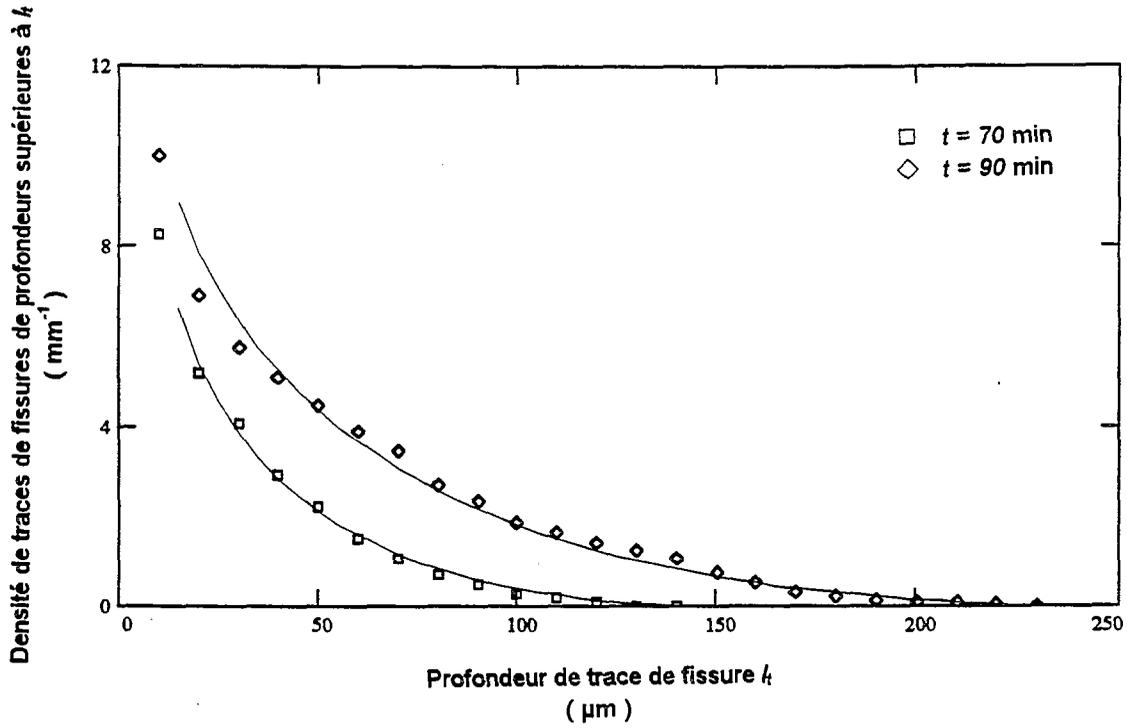


Figure 78. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durées des essais : $t = 70 \text{ min}$ et $t = 90 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : 10^{-5} s^{-1} .

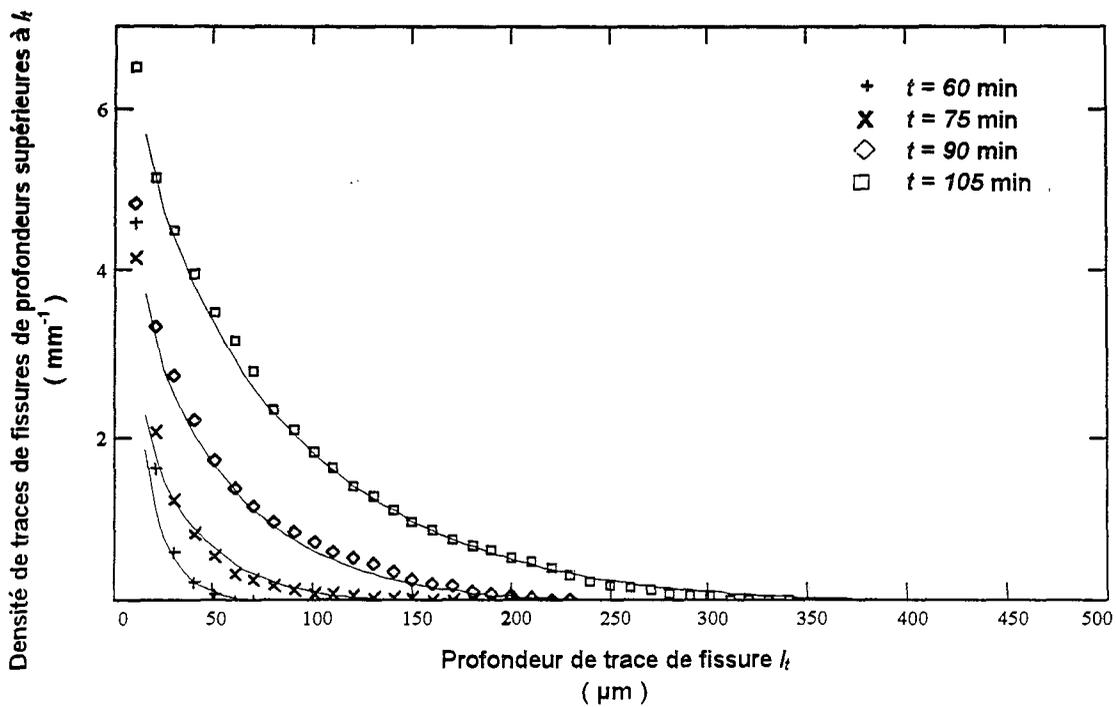
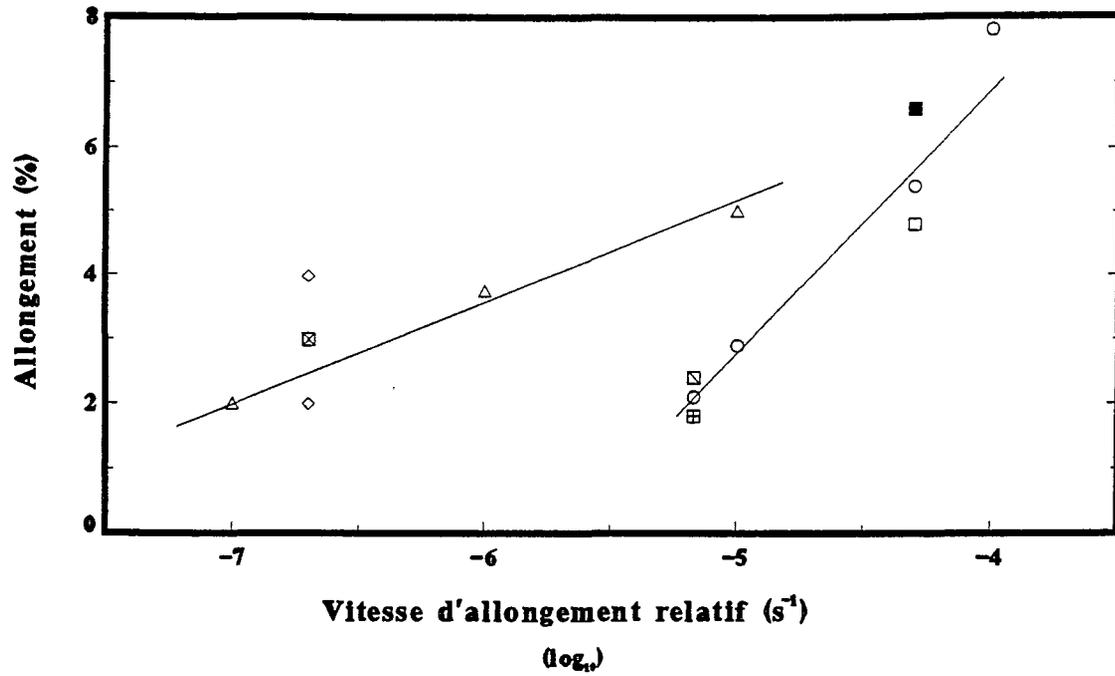


Figure 79. Répartitions déterminées expérimentalement et par le calcul des profondeurs des traces de fissures. Durées des essais : $t = 60 \text{ min}$, $t = 75 \text{ min}$, $t = 90 \text{ min}$ et $t = 105 \text{ min}$. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.



- △ Z 2 CND 17.12 / eau (200°C) + Cl (5 ppm), E=-300mV/EHS d'après YANG⁹⁰
 ⊠ Z 2 CND 17.12 / eau (289°C) + Sulfate (0,1 ppm) d'après MAIYA⁹¹
 ◇ Z 2 CN 18.10 / eau (289°C) + Sulfate (0,1 ppm) d'après MAIYA⁹¹
- ⊠ t=45 min : pas de fissures
 ⊠ t=60 min : amorçage "terminé" } $6,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
 □ t=16 min : pas de fissures
 ■ t=22 min : amorçage "terminé" } $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$
 ○ t₁ : instant moyen d'amorçage

Figure 80. Amorçage des fissures. Allongement relatif de l'éprouvette et vitesse d'allongement relatif.

2.3.3. Discussion

2.3.3.1. Influence de la vitesse d'allongement relatif sur la phase d'amorçage

Compte tenu de la représentation analytique proposée (relation (42) et (43)), deux paramètres caractérisent la phase d'amorçage des fissures. Ces paramètres sont la densité totale de fissures Z_0 et l'instant moyen d'amorçage des fissures t_i .

Bien que t_i soit une grandeur statistique et non physique comme cela aurait été le cas si t_i était l'instant réel d'amorçage d'une fissure, nous avons jugé utile de le comparer aux valeurs déterminées expérimentalement que l'on peut trouver dans la littérature.

Les études qui ont été réalisées dans le but de détecter le début de l'amorçage des fissures au cours d'essais à vitesses d'allongement relatif constantes associent toutes l'instant d'amorçage d'une fissure à un allongement relatif critique de l'éprouvette.

Nous avons donc déduit des instants moyens d'amorçage des fissures t_i les allongements relatifs des éprouvettes correspondants. Ces valeurs sont présentées sur la figure 80.

Sont également portés sur cette figure les allongements relatifs qui correspondent aux instants où aucune fissure n'a pu être mise en évidence pour les vitesses d'allongement relatif de $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, ainsi que les allongements relatifs qui correspondent aux instants les plus faibles où la densité totale de fissures est constante pour les deux mêmes vitesses d'allongement relatif.

Enfin, nous avons ajouté sur la figure 80, les résultats des travaux de Yang⁹¹ et Maiya⁹².

Les travaux de Yang⁹¹, concernant la fissuration d'un acier Z 2 CND 17.12 sensibilisé en milieu eau à 200°C avec 5 ppm de Cl⁻ à potentiel imposé (-300 mV / EHS), montrent que l'allongement relatif critique nécessaire à l'amorçage des fissures est une fonction croissante de la vitesse d'allongement relatif. Nous pensons qu'il en est de même pour le système Z 2 CN 18.10 / MgCl₂ (154°C) que nous étudions dans la mesure où :

- pour la vitesse d'allongement relatif $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, aucune fissure n'a été mise évidence pour un allongement relatif égal à 1,5% et la quasi-totalité des fissures est amorcée pour un allongement relatif égal à 2,5%,

- pour la vitesse d'allongement relatif 5.10^{-5} s^{-1} , aucune fissure n'a été observé à la surface de l'éprouvette par un allongement relatif approximativement égal à 5% et la quasi-totalité des fissures est amorcée pour un allongement relatif égal à environ 6,5%.

Ainsi, pour le couple matériau-milieu étudié, l'amorçage débute pour un allongement relatif supérieur à 1,5% et inférieur à 2,5% pour la vitesse d'allongement relatif de $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et pour un allongement relatif compris entre 5% et 6,5% si la vitesse d'allongement relatif est égale à 5.10^{-5} s^{-1} (Figure 80).

Maiya⁹² montre que les allongements relatifs nécessaires à l'amorçage des fissures pour une vitesse d'allongement relatif égale à 2.10^{-7} s^{-1} en milieu eau à 200°C (9 MPa) avec 0,1 ppm de sulfates sont approximativement égales à 2% pour un acier inoxydable austénitique Z 2 CND 17.12 et compris entre 3 et 4% pour un acier inoxydable Z 2 CN 18.10 selon son histoire thermique.

Bien que l'on ne puisse pas comparer directement nos résultats aux résultats de Yang (ou de Maiya) car les couples matériau-milieu étudiés et les conditions expérimentales sont différentes, on constate que les résultats obtenus par Yang et les nôtres convergent dans la mesure où les fissures s'amorcent pour un allongement d'autant plus faible que la vitesse d'allongement relatif est faible.

Le second paramètre qui caractérise la phase d'amorçage des fissures est Z_0 : la densité totale de fissures.

Notons tout d'abord que les valeurs de Z_0 sont en accord avec les extrapolations des fonctions Z_w en $l_w = 0$. En effet, nous avons estimé à partir de la fonction Z_w que les densités totales de fissures aux vitesses d'allongement relatif $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et 5.10^{-5} s^{-1} sont respectivement comprises entre 100 et 150 mm^{-2} (figure 71) et entre 550 et 650 mm^{-2} (figure 61).

Nous avons montré que Z_0 croît avec la vitesse d'allongement relatif. Pour interpréter ce résultat, nous proposons de prendre en considération l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur l'évolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'un essai de traction lente.

Au début d'un essai de traction lente, on observe une chute du potentiel d'électrode de l'éprouvette. On associe à cette chute du potentiel la dépassivation de l'éprouvette. Plus la vitesse d'allongement

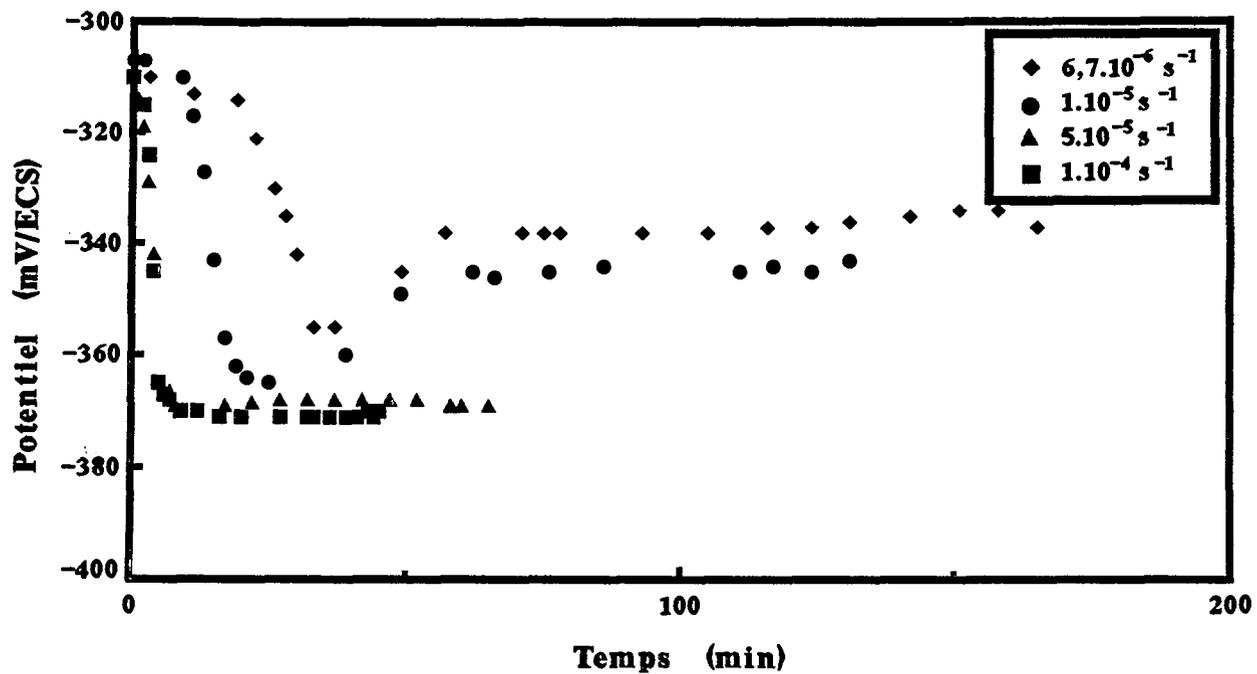


Figure 81. Influence de la vitesse d'allongement relatif sur l'évolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'un essai de traction lente.

relatif est grande, plus la chute du potentiel est importante (Figure 81) et plus l'aire des domaines dépassivés est grande. Nous considérons que ces domaines à nus sont des sites d'amorçage potentiels qui pourront donner naissance à des fissures. Par ailleurs, l'allongement relatif qui correspond à l'instant où le potentiel d'électrode de l'éprouvette est le plus cathodique est d'autant plus important que la vitesse d'allongement relatif est grande.

Après la chute du potentiel, on observe un anoblissement de celui-ci que l'on associe à la diminution de l'aire des sites d'amorçage potentiels. Cet anoblissement du potentiel est d'autant plus important que la vitesse d'allongement relatif est faible (figure 81). Durant cette période où le potentiel s'anoblit, l'amorçage des fissures se produit. En effet, pour les vitesses d'allongement relatif de $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, aucune trace de fissure n'a pu être mise en évidence sur le plan de coupe lorsque la traction est interrompue à l'instant où le potentiel est le plus cathodique et pour les essais interrompus après l'anoblissement du potentiel la densité de fissures est approximativement constante (égale à Z_0), ce qui peut être interprété comme la fin de l'amorçage des fissures (cf les paragraphes 2.2. des chapitres 4 et 5).

Nous associons à l'anoblissement du potentiel un phénomène de "sélection" des sites d'amorçage potentiels. Cette sélection serait d'autant plus importante que l'anoblissement du potentiel est marqué, c'est à dire que la vitesse d'allongement relatif est faible. Par ailleurs, les allongements relatifs qui correspondent à la fin de cette période de sélection des sites d'amorçage potentiels croissent avec la vitesses d'allongement relatif.

La "sélection" des sites d'amorçage potentiels pourrait résulter de la compétition entre les cinétiques de deux processus qui pourraient être :

- la repassivation des sites d'amorçage potentiels,
- le développement des sites d'amorçage potentiels.

En conclusion, plus la vitesse d'allongement relatif est importante, plus les sites d'amorçage potentiels seraient nombreux, et plus la sélection de ces mêmes sites serait faible.

Ainsi pourrait être expliquée l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur la densité de fissures amorcées lors d'essais de traction lente.

Afin d'étayer cette interprétation, il serait intéressant d'étudier les effets sur la densité totale de fissures d'une diminution de la vitesse d'allongement relatif à l'instant où le potentiel cesse de chuter. En diminuant la vitesse d'allongement relatif, on devrait accroître la sélection des sites

d'amorçage potentiels et constater une diminution de la densité totale de fissures pour une densité de sites potentiels identique.

2.3.3.2. Influence de la vitesse d'allongement relatif sur la phase de propagation

Compte tenu de l'expression analytique retenue (relation (43)) pour décrire la vitesse de propagation des fissures, les paramètres qui permettent de caractériser quantitativement l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur la phase de propagation des fissures sont v_{max} , r_1 et r_2 .

La grandeur v_{max} est la vitesse de propagation de la fissure la plus grande ($Z = 0$) et les paramètres r_1 et r_2 décrivent la décroissance de la vitesse de propagation des fissures en fonction du rapport Z / Z_0 , autrement dit, en fonction du rapport de la densité de fissures de profondeurs supérieures à la fissure considérée et de la densité totale de fissures.

Intéressons nous tout d'abord à l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur la vitesse de propagation de la fissure la plus rapide qui est la fissure de plus grande taille.

Les résultats rassemblés dans le tableau 4 montrent que la vitesse de propagation de la fissure la plus rapide ne varie pas de manière importante avec la vitesse d'allongement relatif. En effet, $v_{max} = 8 \mu\text{m}.\text{min}^{-1}$ si la vitesse d'allongement relatif est égale à $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et $v_{max} = 9 \mu\text{m}.\text{min}^{-1}$ (soit $1,5.10^{-7} \text{ m}.\text{s}^{-1}$) pour les autres vitesses d'allongement relatif : 10^{-5} s^{-1} , 5.10^{-5} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} .

On pourrait donc considérer, en première approximation, que la vitesse de propagation de la plus grande fissure est indépendante de la vitesse d'allongement relatif, cela pour la gamme de vitesses d'allongement relatif étudiée.

Plusieurs études ont abouti au même résultat. On peut citer les travaux d'Oltra, de Takano et de Speidel.

Oltra⁹³ montre que la vitesse de fissuration d'un acier inoxydable austénitique Z 2 CN 18.10 en milieu MgCl_2 (44%, 153°C) est indépendante de la vitesse d'allongement relatif lorsque celle-ci est comprise entre 10^{-8} s^{-1} et 5.10^{-6} s^{-1} . Il souligne également que, pour les vitesses d'allongement relatif citées ci-dessus, la vitesse de fissuration ($2.10^{-4} \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$) est nettement supérieure ($\times 10$) à la vitesse de fissuration calculée à partir de loi de Faraday (relation (1)).

Les résultats de Takano¹¹ montrent que la vitesse de propagation de la fissure conduisant à la rupture d'une éprouvette en acier inoxydable Z 2CN 18.10 dans une solution aqueuse de MgCl_2

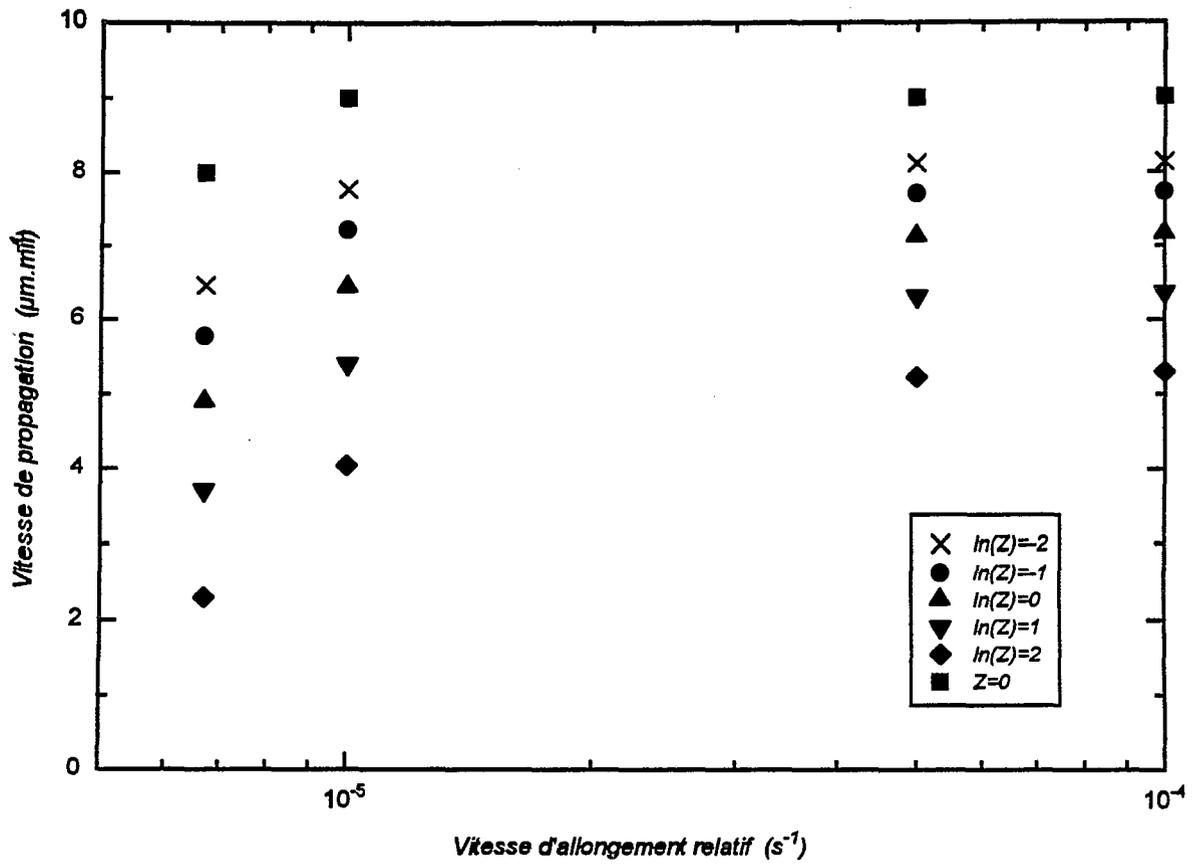


Figure 82. Influence de la vitesse d'allongement relatif sur la vitesse de propagation des fissures. La densité Z est exprimée en mm^{-2} .

(44%, 153°C) est indépendante de la vitesse d'allongement relatif lorsque celle-ci est comprise entre 10^{-6} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} , mais que la vitesse de propagation de cette fissure croît avec la vitesse d'allongement relatif lorsque celle-ci est inférieure à 10^{-6} s^{-1} ou supérieure à 10^{-4} s^{-1} . Lorsque la vitesse de propagation de la fissure conduisant à la rupture de l'éprouvette est indépendante de la vitesse d'allongement relatif, elle est approximativement égale à $2 \cdot 10^{-7} \text{ m.s}^{-1}$ selon Takano.

Enfin, on peut citer les travaux de Speidel⁸. Ceux-ci montrent que la vitesse de propagation des fissures est indépendante du facteur d'intensité de contrainte lorsque celui-ci est compris entre 15 et $60 \text{ MPa.m}^{1/2}$. La vitesse de propagation des fissures dans un acier inoxydable austénitique Z 2 CN 18.10 est alors approximativement égale $5 \cdot 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$ dans une solution de MgCl_2 (42%, 130°C).

L'évolution en fonction de la vitesse d'allongement relatif de la vitesse de propagation des fissures ayant une densité Z de fissures de profondeurs supérieures a été déduite de la relation (43) et des valeurs des paramètres de fissuration figurant dans le tableau 4. La figure 82 montre que la vitesse de propagation des fissures croît avec la vitesse d'allongement relatif, cela pour toutes valeurs de Z . Cela dit, plus la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure donnée est faible, moins l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur sa vitesse de propagation est notable, surtout pour les vitesses d'allongement relatif les plus importantes (10^{-5} s^{-1} , $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-4} s^{-1}). Pour la plus grande fissure ($Z = 0$), la vitesse d'allongement relatif n'a plus d'effet sur sa vitesse de propagation, la densité totale de fissures amorcées n'a plus de conséquence.

2.4. Conclusions

Ce paragraphe regroupe des conclusions d'ordre phénoménologique et méthodologique.

Tout d'abord, l'étude de l'évolution de la densité totale de fissures au cours d'un essai de traction lente à la vitesse de déformation relative de $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ confirme les résultats obtenus concernant l'amorçage des fissures au cours d'un essai réalisé à la vitesse d'allongement relatif de $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Ainsi, il semblerait que pendant la période durant laquelle le potentiel d'électrode de l'éprouvette est quasi-stationnaire toute les fissures ou la quasi-totalité des fissures soient amorcées. L'amorçage des fissures se produirait alors durant un laps de temps très bref qui semblerait correspondre à la période durant laquelle le potentiel d'électrode de l'éprouvette s'anoblit après la dépassivation de l'éprouvette.

L'étude de l'évolution de la profondeur des fissures au cours de l'essai réalisé à la vitesse d'allongement relatif de $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ montre, comme cela a été mis en évidence pour une vitesse d'allongement relatif de 5.10^{-5} s^{-1} , que la vitesse de propagation des fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ peut être supposée constante au cours de l'essai.

Ainsi, la représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC que nous avons proposée pour la vitesse d'allongement relatif égale à 5.10^{-5} s^{-1} s'applique également pour la vitesse d'allongement relatif de $6,7.10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Les valeurs des paramètres de fissuration v_{max} , Z_0 , t_i , r_1 et r_2 ont été déterminées pour différentes vitesses d'allongement relatif ce qui nous permet de caractériser quantitativement l'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation (Tableau 4). Qualitativement, lorsque la vitesse d'allongement relatif croît :

- la densité totale de fissures augmente,
- l'instant moyen d'amorçage des fissures diminue sans pour autant, toutefois, que le rapport t_i / T évolue beaucoup ($0.28 \leq t_i / T \leq 0.35$),
- la vitesse de propagation des fissures ayant une densité Z de fissures de profondeurs supérieures augmente lentement avec la vitesse d'allongement relatif. Cela est engendré par l'augmentation de la densité totale de fissures Z_0 avec la vitesse d'allongement relatif. Cet effet est d'autant plus net que Z est grand. La vitesse de la plus grande fissure est pratiquement indépendante de la vitesse d'allongement relatif.

3. Caractérisation de l'action sur les phases d'amorçage et de propagation de composés minéraux ajoutés à la solution aqueuse de chlorure de magnésium

3.1. Introduction

La corrosion sous contrainte étant le résultat de l'action conjuguée, sur un matériau métallique, d'une contrainte mécanique et d'un milieu corrosif, on peut essayer de la prévenir, soit en agissant sur le métal lui-même au moyen par exemple d'additions appropriées, soit au contraire en modifiant le milieu de façon très minime par l'adjonction en faibles quantités de substances dites inhibitrices.

Nous nous proposons d'étudier l'influence sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures de composés, qui sont des inhibiteurs de corrosion, ajoutés à la solution aqueuse de chlorure de magnésium. La distinction des effets des additifs sur l'amorçage et la propagation des fissures est possible grâce à la représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC que fournit le modèle morphologique.

3.2. Additifs retenus

Les additifs choisis sont des composés minéraux aux modes d'action différents.

Le premier est le dichromate de potassium. Les dichromates, comme les nitrites, les nitrates et évidemment les chromates sont des substances passivantes⁶⁴ : elles renforcent la passivité des aciers inoxydables en milieux chlorurés. A faible concentration, les dichromates (comme les chromates) agissent cependant comme des inhibiteurs cathodiques⁶⁵.

Le deuxième additif retenu est le chlorure d'étain. L'ion Sn^{2+} réduit la vitesse de la réaction cathodique⁶⁶ qui est la réaction de réduction de l'ion H^+ pour le couple matériau-milieu étudié.

Enfin, le troisième additif est l'iodure de potassium. L'ion I^- , ainsi que l'iode I_2 , ont la propriété d'inhiber la réaction anodique⁶⁷ du processus de corrosion des aciers inoxydables en solution de chlorure de magnésium concentrée.

3.3. Conditions expérimentales

Les additifs sont ajoutés à la solution de chlorure de magnésium bouillante (153°C) avant que celle-ci soit introduite dans la cellule de corrosion contenant l'éprouvette.

La masse d'additif introduite dans un litre de solution de MgCl_2 bouillante à 153°C est la même pour chaque additif : 0,05 gramme.

La traction ne débute qu'après la stabilisation du potentiel d'électrode de l'éprouvette. La vitesse d'allongement relatif choisie est $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Des essais préliminaires ont été réalisés dans le but de connaître la durée de traction conduisant à la rupture de l'éprouvette pour chacun des additifs.

Les paramètres de fissuration ont ensuite été déterminés à partir des répartitions des profondeurs des traces de fissures caractérisant la multifissuration des éprouvettes après 105 minutes de traction.

L'évolution du potentiel d'électrode des éprouvettes a été enregistrée pendant la traction.

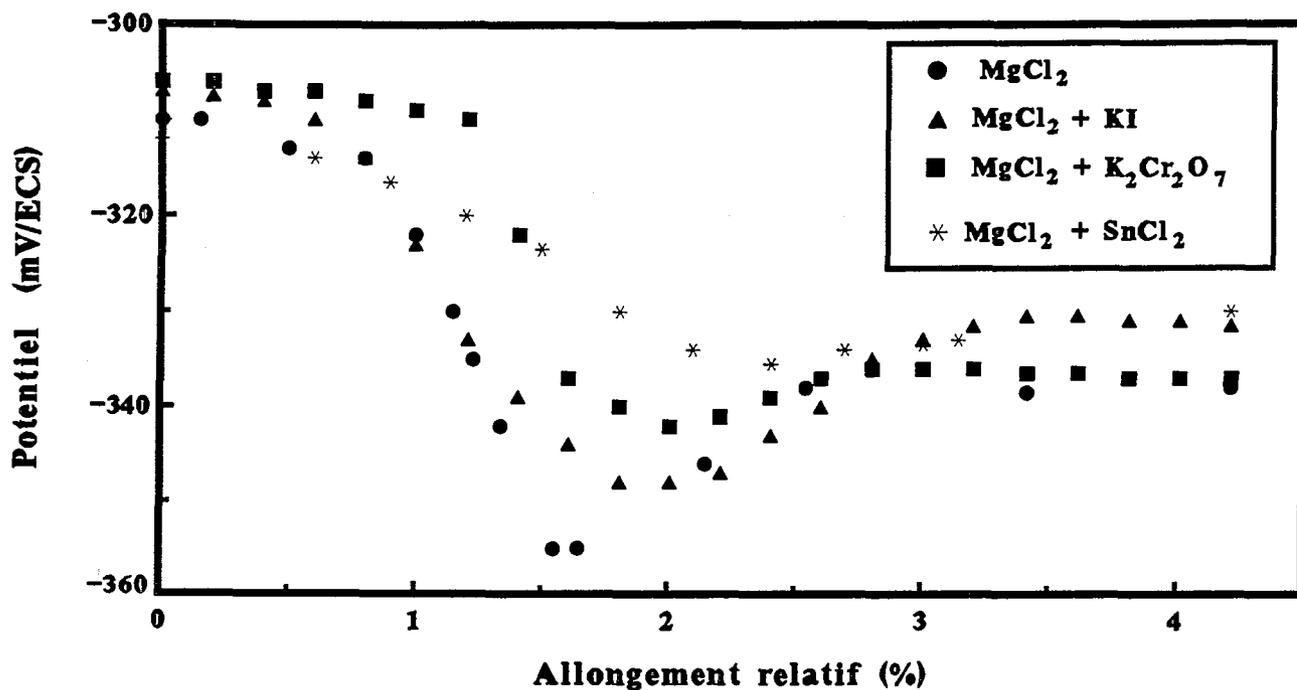


Figure 83. Evolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'un essai de traction lente. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Additifs : dichromate de potassium, iodure de potassium, chlorure d'étain.

3.4. Résultats

Les valeurs des durées des essais menés jusqu'à la rupture des éprouvettes pour les différents additifs testés sont rassemblées dans la tableau 5 où figure également la durée de l'essai conduisant à la rupture de l'éprouvette en l'absence d'additif.

	MgCl ₂	MgCl ₂ + KI	MgCl ₂ + SnCl ₂	MgCl ₂ + K ₂ Cr ₂ O ₇
T (min)	180	265	225	170

Tableau 5. Influence des composés ajoutés à la solution de MgCl₂ sur la durée de traction nécessaire à la rupture des éprouvettes. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Ces essais menés jusqu'à la rupture des éprouvettes permettent de connaître les valeurs du rapport t / T à l'instant $t = 105$ min afin d'en déduire les valeurs du paramètre α à l'instant $t = 105$ min pour les différents additifs. On rappelle que le paramètre α caractérise la forme des fissures lorsque celle-ci est assimilée à un triangle à côtés tronqués.

Les durées à rupture donnent une indication globale de l'influence des additifs sur la sensibilité de l'acier inoxydable étudié à la fissuration par CSC dans la solution aqueuse de chlorure de magnésium. Ainsi, l'iodure de magnésium et le chlorure d'étain accroissent la résistance du matériau alors que le dichromate de potassium semble, au contraire, la diminuer. Cela dit, son influence n'est pas très marquée. En effet, la diminution de la durée à rupture (6%) qu'il engendre n'est pas très significative compte tenu des écarts des durées à rupture que l'on constate parfois lorsque que l'on réalise deux fois le même essai dans des conditions expérimentales identiques.

Afin de déterminer l'influence de ces additifs sur les phases d'amorçage et de propagation, nous avons exploité les répartitions des profondeurs des traces de fissures présentes sur le plan de coupe des éprouvettes déformées pendant 105 min. La technique d'exploitation est celle précédemment décrite (paragraphe 2.3.1. de ce même chapitre) et l'évolution du potentiel d'électrode des éprouvettes est présentée sur la figure 83. Les valeurs des densités totales de

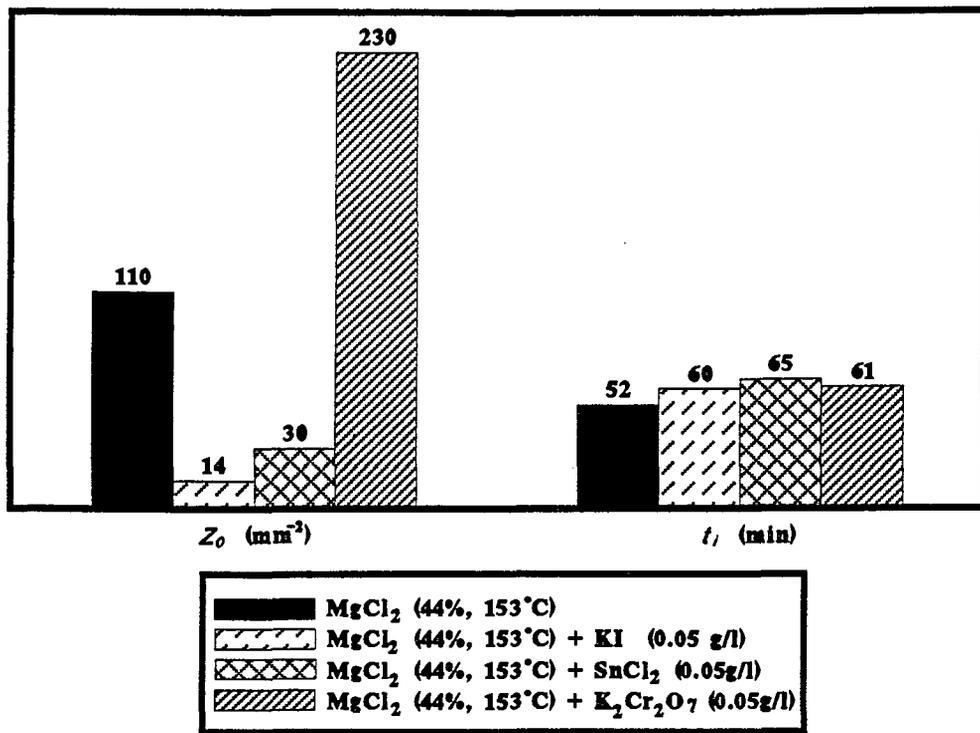


Figure 84. Influence des additifs sur la densité totale de fissures et l'instant moyen d'amorçage des fissures. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

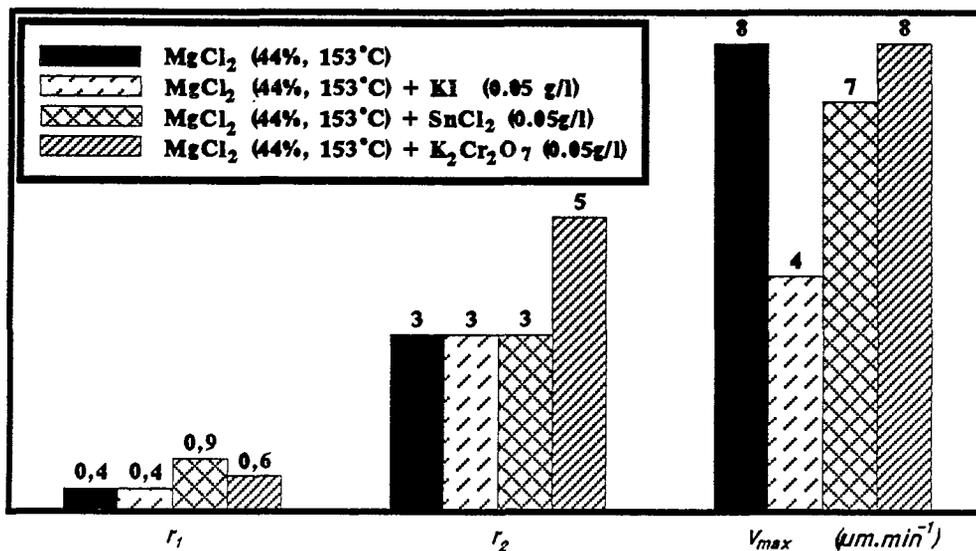


Figure 85. Influence des additifs sur la vitesse de propagation de la plus grande fissure et les paramètres de propagation r_1 et r_2 . Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

fissures Z_0 , des instants moyens d'amorçage t_i , des vitesses de propagation de la plus grande fissure v_{max} ainsi que des paramètres de propagation r_1 et r_2 sont présentée sur les figures 84 et 85.

Concernant l'influence des additifs sur la phase d'amorçage (figure 84), on ne constate qu'une légère augmentation de l'instant moyen d'amorçage des fissures : celui-ci est compris entre 60 et 65 min, alors qu'il est environ égal à 50 min en l'absence d'additifs. Cette modification de l'instant moyen d'amorçage des fissures n'est pas très significative ; en revanche la densité totale de fissures change de manière conséquente en présence d'additifs. Ainsi, l'iodure de potassium et le chlorure d'étain réduisent respectivement d'un facteur 8 et d'un facteur 4 la densité totale de fissures alors que le dichromate de potassium engendre une multiplication par 2 de la densité totale de fissures.

La phase de propagation des fissures est également affectée par les additifs (figure 85), principalement par l'iodure de potassium qui entraîne une diminution d'un facteur 2 de la vitesse de propagation de la plus grande fissure. Le dichromate de potassium n'aurait aucun effet sur la vitesse de propagation de la fissure la plus rapide, et le chlorure d'étain la ralentirait légèrement. Les valeurs des paramètres de propagation r_1 et r_2 ne sont pas modifiées par l'ajout de l'iodure de potassium. Avec le chlorure d'étain, la valeur de r_2 est inchangée, tandis que celle de r_1 est supérieure. Pour le dichromate de potassium, les valeurs des deux paramètres r_1 et r_2 ont augmenté.

Nous rappelons que les expressions analytiques des phases d'amorçage et de propagation (relations (49) et (50)) des fissures ont été établies pour le couple matériau-milieu composé de l'acier inoxydable Z 2 CN 18.10 et de la solution aqueuse de chlorure de magnésium. Ainsi, elles sont donc, a priori, spécifiques à ce couple matériau-milieu.

Les lissages de bonne qualité des répartitions des profondeurs des traces de fissures obtenus pour les différents additifs avec la fonction Z_i calculées à l'aide des relations (49) et (50) laissent penser que la représentation analytique s'appliquerait également aux nouveaux couples matériau-milieu que l'on crée en ajoutant les composés minéraux à la solution de chlorure de magnésium (figures 86, 87, 88). Cependant, il conviendrait de vérifier que :

- l'ajout de ces substances ne modifie pas de manière significative la forme des fissures,
- l'amorçage des fissures s'effectue également durant un court laps de temps avec les additifs,
- l'évolution de la profondeur des fissures de profondeurs supérieures à 15 μm peut aussi être supposée linéaire.

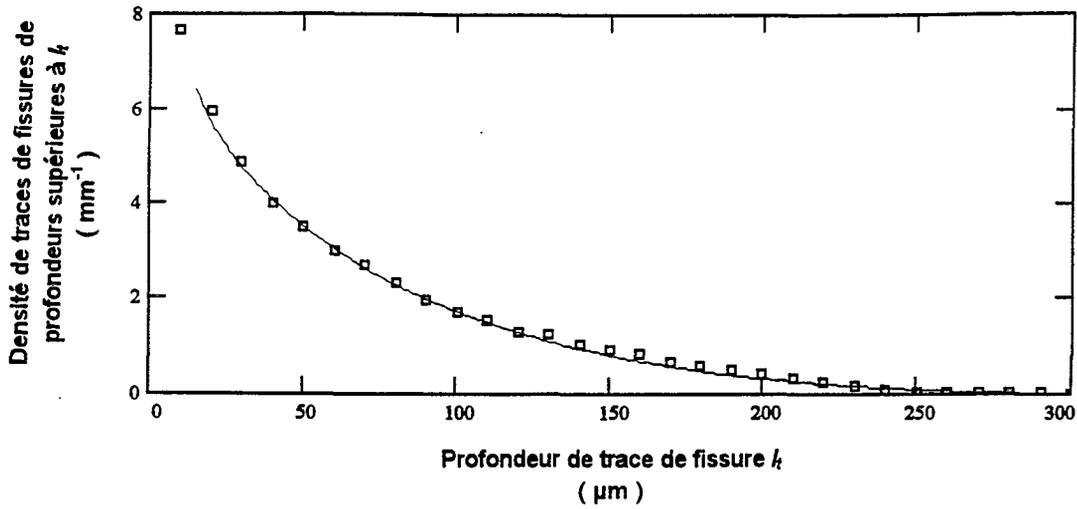


Figure 86. Fonctions Z_t expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.
Durée de l'essai : $t = 105 \text{ min}$. Additif : dichromate de potassium.

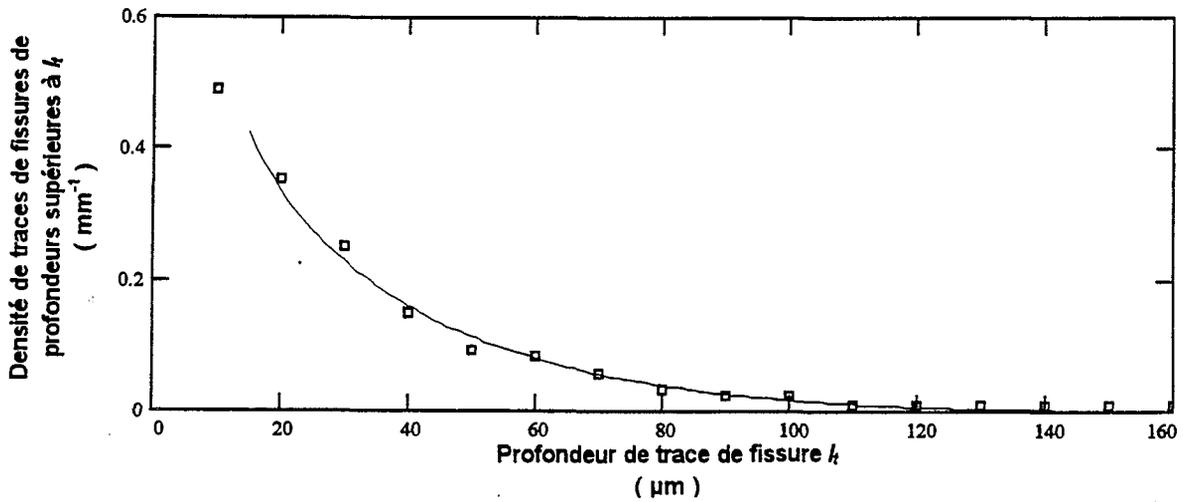


Figure 87. Fonctions Z_t expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.
Durée de l'essai : $t = 105 \text{ min}$. Additif : iodure de potassium.

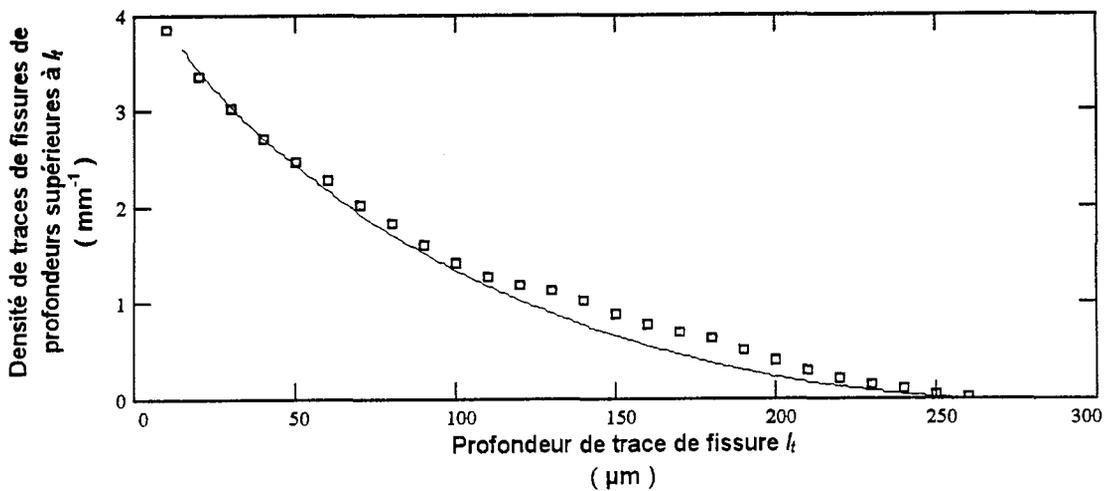


Figure 88. Fonctions Z_t expérimentale et théorique. Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.
Durée de l'essai : $t = 105 \text{ min}$. Additif : chlorure d'étain.

Dans ce but, il serait nécessaire de réaliser des essais interrompus après différentes durées de traction, ce qui n'a pas pu être fait dans le cadre de cette étude.

3.5. Discussion

L'influence du dichromate de potassium et de l'iodure de potassium sur la résistance de l'acier inoxydable Z 2 CN 18.10 à la fissuration par CSC en milieu chloruré chaud a été étudiée par Pinard⁹⁵. Il ressort de cette étude que le matériau sollicité à déformation constante ou à charge constante est nettement plus sensible à la fissuration lorsque du dichromate de potassium est ajouté à la solution : la durée à rupture d'une éprouvette est diminuée d'environ 20% pour un essai à déformation imposée et d'environ 50% pour un essai à chargement imposé.

Une meilleure résistance du matériau a été mise en évidence en ajoutant de l'iodure de potassium. Il convient de préciser pour être tout à fait précis que la concentration en inhibiteur adoptée au cours de cette étude est supérieure à celle que nous avons choisie et que, d'autre part, la solution de $MgCl_2$ retenue est moins agressive puisque sa concentration est 30% en poids et qu'elle est utilisée à la température de 105°C soit 15°C en dessous de sa température d'ébullition. Ces deux faits qui sont une concentration en additif plus importante et un milieu moins concentré et utilisé à une température inférieure à sa température d'ébullition expliquent sans doute l'effet accélérateur plus marqué du dichromate de potassium mis en évidence par Pinard que lors de notre étude. On ne peut exclure également un effet plus prononcé du dichromate de potassium sur la sensibilité du matériau sollicité à déformation imposée ou à charge imposée qu'à vitesse de d'allongement constante.

Concernant l'iodure de potassium, une franche augmentation de la durée à rupture des éprouvettes a été observée, que le matériau soit sollicité à déformation imposée, à charge imposée⁹⁵, ou à vitesse d'allongement constante au cours de nos travaux.

Les effets du chlorure d'étain ont été très peu étudiés. La propriété inhibitrice de ce composé que nous avons mis en évidence en observant une durée à rupture plus importante a par ailleurs été signalée par Scully⁹⁶.

Afin de mieux comprendre l'action de ces composés, étudions leurs effets sur les phases d'amorçage et de propagation.

3.5.1. Influence des additifs sur la phase d'amorçage

L'instant moyen d'amorçage des fissures est faiblement accru par les additifs testés. Ainsi, alors qu'il est approximativement égal à 52 min en l'absence d'additif, il est respectivement égal à 60, 65 et 61 min lorsque de l'iodure de potassium, du chlorure d'étain ou du dichromate de potassium sont ajoutés à la solution de chlorure de magnésium.

D'après Pinard⁸⁸, l'efficacité de l'iodure de potassium résulte essentiellement d'une augmentation importante de la durée de la période d'incubation. Ce résultat, mis en évidence lorsque le matériau est soumis à une déformation imposée, ne serait donc pas vérifié pour des essais à vitesse d'allongement constante. Il est probable qu'au cours d'un essai de traction lente, l'allongement croissant de l'éprouvette provoque sa dépassivation et minimise ainsi l'effet de retard de l'amorçage que l'on peut constater lorsque le matériau est soumis à une déformation constante.

Des études ont montré que le dichromate de potassium modifie la structure du film de telle sorte que son comportement mécanique soit moins fragile^{88, 98}. Cela pourrait expliquer la faible augmentation de l'instant moyen d'amorçage des fissures.

D'après nos résultats, les modifications de l'instant moyen d'amorçage des fissures ne permettent pas d'expliquer l'effet bénéfique du chlorure d'étain ou de l'iodure de potassium et l'effet néfaste du dichromate de potassium sur la résistance de l'acier Z 2 CN 18.10 à la fissuration par CSC en milieu $MgCl_2$.

Le second paramètre caractérisant le phénomène d'amorçage des fissures est la densité totale de fissures. La figure 84 montre que les composés étudiés exercent une importante influence sur la densité totale de fissures amorcées.

Le dichromate de potassium accroît considérablement la densité totale de fissures. En se référant à l'interprétation de l'évolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette au cours d'un essai de traction lente que nous avons proposé pour expliquer l'augmentation de la densité totale de fissures avec la vitesse d'allongement relatif (paragraphe 2.3.3.1. de ce chapitre), on peut tenter d'expliquer l'augmentation, par rapport à la solution sans additifs, de la densité de fissures engendrée par l'ajout du dichromate de potassium. En comparant l'évolution du potentiel d'électrode de l'éprouvette au cours des essais avec et sans dichromate de potassium (figure 83), on constate que la chute de potentiel observée en début d'essai est moins importante en présence de dichromate, mais aussi que l'anoblissement qui suit est de plus faible ampleur. Ainsi, cela pourrait signifier que la densité de sites d'amorçage potentiels est plus faible en présence de dichromate de potassium et que la

sélection de ces sites est moins importante de telle sorte que la densité totale de fissures soit plus grande.

La densité de sites d'amorçage potentiels plus faible pourrait être la conséquence du comportement moins fragile du film en présence de dichromate de potassium. La sélection moins importante des sites d'amorçage potentiel pourrait être induite par une augmentation de l'intensité que débitent les cellules active/passive en raison du renforcement de la passivité qu'engendre le dichromate de potassium⁹⁸. En effet, l'augmentation de l'intensité des cellules active/passive rend certainement la repassivation des sites d'amorçage potentiels plus difficile.

Les autres additifs, c'est à dire l'iodure de potassium et le chlorure d'étain, réduisent la densité totale de fissures. Cela pourrait résulter d'une densité de sites d'amorçage potentiels plus faible et/ou d'une sélection de ces mêmes sites plus importante.

Pour le cas de l'iodure de potassium, il semble que ce soit une densité de sites d'amorçage potentiels plus faible qui soit responsable d'une densité totale de fissures plus faible. En effet, l'anoblissement du potentiel qui est associé à la repassivation des sites d'amorçage potentiels est sensiblement de même ampleur avec et sans KI (figure 83).

La diminution de la densité totale de fissures engendrée par l'ajout de chlorure d'étain pourrait résulter d'une densité de sites d'amorçage potentiels plus faible. L'anoblissement du potentiel étant très peu marqué (figure 83), la sélection des sites d'amorçage potentiels serait très faible. On note également que l'anoblissement du potentiel est beaucoup plus lent avec cet additif qu'avec la solution de chlorure de magnésium seul. On peut se demander si l'amorçage des fissures se produit alors aussi brutalement avec le chlorure d'étain que sans.

Des expériences complémentaires sont à réaliser dans le but de confirmer (ou d'infirmer) l'interprétation de l'évolution du potentiel d'électrode d'une éprouvette.

Tout d'abord, il conviendrait de vérifier qu'avec les additifs, l'amorçage des fissures se produit durant la période correspondant à l'anoblissement du potentiel comme cela semble être le cas pour la solution de chlorure de magnésium.

Ensuite, il serait intéressant de vérifier, pour les différents additifs, qu'en augmentant "artificiellement" l'anoblissement du potentiel on réduise effectivement la densité totale de fissures. Cela pourrait être réalisé en diminuant la vitesse d'allongement relatif à l'instant où le potentiel

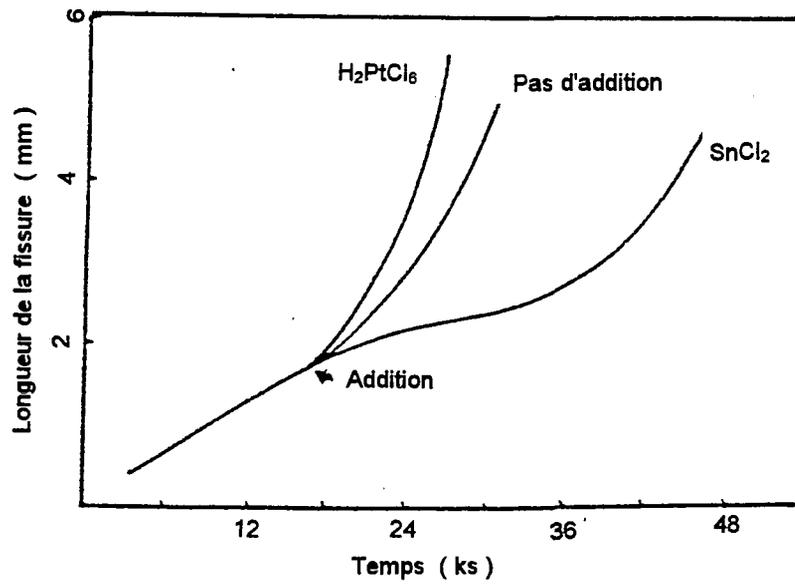


Figure 89. Influence du chlorure d'étain sur l'évolution de la profondeur d'une fissure sur une éprouvette pré-entailée soumise à une charge constante (le composé H_2PtCl_6 accélère la vitesse de la réaction de réduction de l'ion H^+)⁹⁶.

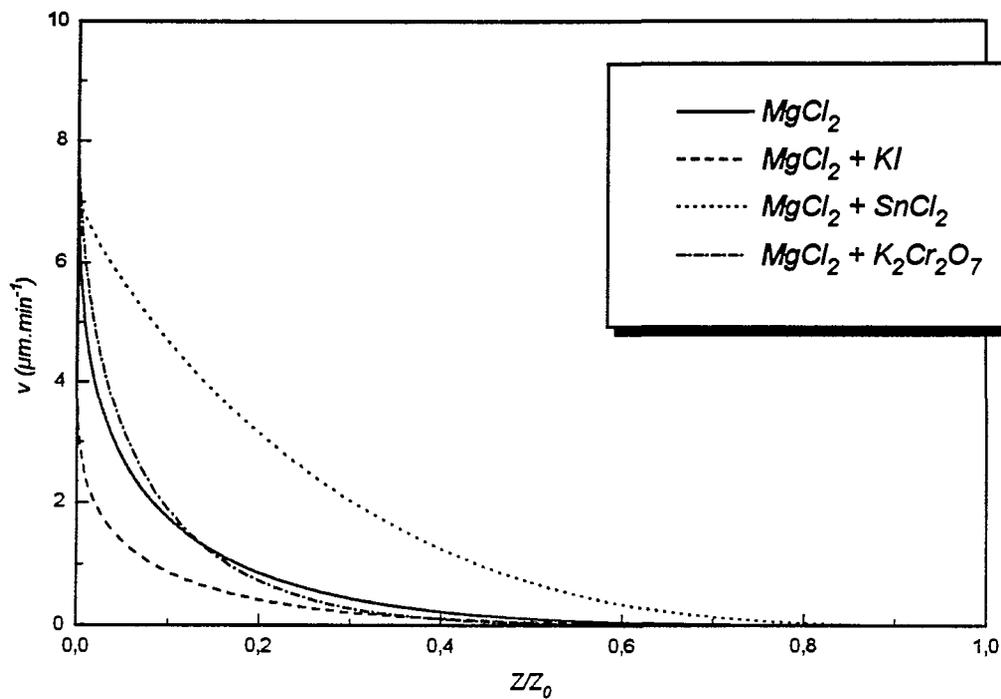


Figure 90. Vitesse de propagation des fissures en fonction du rapport Z / Z_0 . Vitesse d'allongement relatif : $6,7 \cdot 10^{-6} s^{-1}$.

d'électrode de l'éprouvette est le plus cathodique. En effet, en réduisant la vitesse d'allongement de l'éprouvette, on devrait faciliter la repassivation des sites d'amorçages potentiels.

3.5.2. Influence des additifs sur la phase de propagation

La vitesse de propagation de la plus grande fissure n'est pas modifiée par l'ajout de dichromate de potassium. En effet, celle-ci est égale à $8 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ comme en milieu MgCl_2 seul. L'ajout de l'ion dichromate entraînerait donc une augmentation de la densité totale de fissures mais ne modifierait pas la vitesse de propagation de la plus grande fissure. Les ions dichromate se consommant rapidement à la surface du matériau, il est possible compte tenu de la faible quantité ajoutée à la solution que tous soient consommés au cours de la passivation de l'éprouvette et ne puissent exercer une action inhibitrice ou (accélératrice) au cours de la phase de propagation des fissures. Il serait intéressant de réaliser un essai en introduisant cet additif après l'amorçage des fissures, c'est à dire au début de la période durant laquelle le potentiel est quasi-stationnaire. On pourrait ainsi étudier son action sur la phase de propagation uniquement et comparer les vitesses de propagation des plus grandes fissures en milieu MgCl_2 seul et avec l'ajout de dichromate de potassium, et cela pour une densité de fissure identique.

L'iodure de potassium réduit nettement la vitesse de propagation de la plus grande fissure puisque celle-ci est égale à la moitié de la vitesse de propagation de la plus grande fissure en milieu MgCl_2 seul. Réduire la cinétique de la réaction d'oxydation des atomes métalliques en réalisant une barrière composée d'ions I^- adsorbés⁹⁷ semble être un moyen efficace de diminuer la vitesse de propagation de la plus grande fissure.

La vitesse de propagation de la plus grande fissure n'est pas diminuée significativement par l'ajout de chlorure d'étain : elle est égale à $7 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ alors que sans additif elle est égale à $8 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$. En quantité plus importante ($\times 10$) et ajouté en cours d'essai, le chlorure d'étain ralentit de manière importante la vitesse de propagation d'une fissure amorcée sur une éprouvette pré-entaillée soumise à un chargement constant⁹⁶ (Figure 89).

L'expression analytique de la vitesse de propagation (relation (43)) permet de connaître la vitesse de toutes les fissures. La figure 90 indique la décroissance de v en fonction du rapport Z / Z_0 pour

les différents additifs. On constate, que pour toute valeur de Z / Z_0 , la vitesse de propagation des fissures en présence de dichromate de potassium est supérieure à la vitesse de propagation des fissures en présence des autres additifs ou en milieu $MgCl_2$ seul.

3.6. Conclusion

En supposant que la représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC de l'acier inoxydable Z 2 CN 18.10 en milieu $MgCl_2$ s'applique encore lorsqu'un composé est ajouté à la solution, nous avons caractérisé l'influence sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures en traction lente du dichromate de potassium, de l'iodure de potassium et du chlorure d'étain ajoutés en faible quantité à la solution de chlorure de magnésium.

Il semble que ces composés ne modifient pas de manière significative l'instant moyen d'amorçage des fissures. L'iodure de potassium et le chlorure d'étain diminuent la densité totale de fissure, alors que le dichromate de potassium l'augmente.

Le dichromate de potassium ne semble pas avoir d'effet sur la vitesse de propagation de la plus grande fissure. Le chlorure d'étain la réduit légèrement. Seul l'iodure de potassium diminue efficacement la vitesse de propagation de la plus grande fissure.

Il est important de rappeler que nous avons supposé que la forme des fissures n'est pas modifiée par l'ajout des composés cités ci-dessus.

4. Conclusion

La représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC que nous avons déterminée permet de caractériser quantitativement l'influence sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures de la vitesse d'allongement relatif et de composés ajoutés à la solution de chlorure de magnésium. On peut souligner l'originalité de l'approche adoptée qui permet de différencier les effets sur l'amorçage et la propagation de fissures

Des études complémentaires devraient être entreprises afin de vérifier les hypothèses qui ont du être faites pour caractériser l'action des additifs.

Conclusion

Le *modèle morphologique* qui est un modèle purement phénoménologique de caractérisation expérimentale a été appliqué au cas de la fissuration par CSC de l'acier inoxydable Z 2C N 18.10 sollicité à vitesse d'allongement constante en solution aqueuse de chlorure de magnésium (44% en poids, 153°C). Ce modèle permet de déduire des informations morphologiques présentes à la surface d'une éprouvette après un essai de CSC, les lois d'amorçage et de propagation des fissures sans l'appui d'hypothèse mécaniste. Ces informations morphologiques sont la répartition des tailles des fissures et la forme des fissures.

Deux fonctions ont été utilisées pour caractériser l'évolution de la répartition des tailles de fissures au cours d'un essai : l'une décrit l'évolution de la répartition des profondeurs des traces de fissures ($Z_t(l,t)$), l'autre l'évolution de la répartition des demi-largeurs de fissures ($Z_w(l_w,t)$). Ces deux fonctions caractérisant le même "état" de fissuration sont complémentaires.

Une méthode "systématique" de caractérisation de la forme des fissures à partir des fonctions Z_t et Z_w a été élaborée (Troisième approche). Cette méthode permet de déterminer la fonction $g(l_t, l_w, t)$ qui décrit l'évolution de la forme des fissures en fonction de leur taille à un instant donné de l'essai, et l'évolution au cours de l'essai de la forme des fissures de même dimension. Deux expressions analytiques de cette fonction g sont proposées. Ces deux expressions conduisent à deux formes de fissures : l'une assimilable à un triangle à côtés tronqués, l'autre à un arc brisé. Dans les deux cas, la croissance des fissures n'est pas homothétique : la profondeur des fissures de même largeur croît au cours de l'essai. Par ailleurs, à un instant donné de l'essai, le rapport demi-largeur/profondeur des fissures est une fonction croissante de la demi-largeur des fissures.

La loi d'amorçage des fissures a été déduite de la fonction expérimentale Z_w . Les résultats indiquent que pour des vitesses d'allongement relatives comprises entre $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-4} s^{-1} la fonction $W(t)$ décrivant l'évolution de la densité de fissures est assimilable à une sigmoïde telle que la quasi-totalité de l'amorçage s'effectue durant un court laps de temps approximativement égal au dixième de la durée d'un essai conduit jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Il semblerait que ce laps de temps coïncide, pour les différentes vitesses d'allongement étudiées, avec l'anoblissement du potentiel d'électrode de l'éprouvette que l'on peut observer après la chute du potentiel associée à la

dépassivation de l'éprouvette. L'évolution de la densité de fissures a été modélisée par une fonction de type Heaviside dont le module est égal à la densité totale de fissures Z_0 et l'argument à la différence $t - t_i$, où t_i est l'instant moyen d'amorçage des fissures.

La loi de propagation des fissures a été déduite de la fonction Z caractérisant l'évolution au cours de l'essai de la répartition des profondeurs de fissures. Cette fonction Z a été déterminée à partir de la fonction expérimentale Z_t en supposant la forme des fissures assimilable dans un premier temps à un triangle à côtés tronqués et ensuite à un arc brisé, cela afin d'appréhender l'incertitude avec laquelle nous connaissons cette fonction Z . Si l'on considère que la densité de fissures de profondeurs supérieures à une fissure donnée est constante au cours de l'essai, une fissure peut être caractérisée par la densité Z des fissures qui sont plus profondes qu'elle. Nous avons montré que l'évolution au cours de l'essai de la profondeur des fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ peut être supposée affine, cela pour toute valeur de Z , autrement dit pour chaque fissure. Cela signifie que la vitesse des fissures de profondeurs supérieures à $15 \mu\text{m}$ est constante au cours de l'essai. Cependant, toutes les fissures n'ont pas la même vitesse : la vitesse v d'une fissure est une fonction décroissante de la densité Z de fissures de profondeurs supérieures à la fissure considérée. Une expression analytique de la fonction $v(Z)$ est proposée.

Les lois d'amorçage et de propagation des fissures que nous avons déterminées expérimentalement comportent certaines imperfections mais permettent cependant un lissage de bonne qualité de la fonctions Z_t expérimentale par son homologue théorique déduite des expressions des vitesses d'amorçage et de propagation des fissures, ce qui tendrait à valider la représentation analytique proposée. Les principales faiblesses de cette représentation analytique sont de ne pas décrire la vitesse de propagation des fissures de profondeurs inférieures à $15 \mu\text{m}$, et l'approximation de l'évolution de la densité de fissures par une fonction de type Heaviside. Une étude du comportement des fissures de petites dimensions devrait permettre d'affiner cette représentation ; les données expérimentales nécessaires sont cependant difficilement accessibles.

L'influence de la vitesse d'allongement relatif sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures a été caractérisée quantitativement. En effectuant une "déconvolution" de la fonction Z_t selon la méthode préconisée, les paramètres de fissuration ont été déterminés. Ainsi, qualitativement, la densité totale de fissures augmente avec la vitesse d'allongement relatif et l'instant moyen d'amorçage des fissures diminue quand la vitesse d'allongement relatif croît. Cependant, l'allongement relatif de l'éprouvette nécessaire à l'amorçage des fissures est une

fonction croissante de la vitesse d'allongement relatif. Concernant la phase de propagation, l'augmentation de la vitesse des fissures avec la vitesse d'allongement relatif semble être d'autant plus faible que la taille des fissures est grande : la vitesse de propagation de la plus grande fissure est approximativement constante pour les vitesses d'allongement utilisées.

Les fonctions décrivant l'évolution de la densité de fissure et la vitesse de propagation des fissures caractérisent complètement le comportement à la fissuration par CSC du couple matériau-milieu considéré, pour tout essai de traction réalisé à n'importe quelle vitesse d'allongement imposée comprise entre $6,7 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-4} s^{-1} , mais à priori, elles ne sont pas exprimées à l'aide de paramètres intrinsèques, de sorte qu'elles ne sont pas nécessairement applicables à d'autres types de sollicitation mécanique que la traction lente. En d'autres termes, elles incluent le paramètre t (durée écoulée depuis le début de l'essai) qui peut traduire l'effet de n'importe quel paramètre variant au cours du temps dans l'essai de traction, comme la contrainte, l'allongement. Dans le but de parvenir à une formulation n'utilisant que des paramètres de fissuration intrinsèques, il est nécessaire de réaliser des essais à charge constante ou des essais d'un autre type destinés à préciser la signification du paramètre t . Il s'agit, dans les expressions analytiques des fonctions W et v de remplacer le paramètre t par une fonction des paramètres mécaniques pertinents, de façon à obtenir des lois utilisables pour n'importe quelle sollicitation mécanique.

Un aspect intéressant des résultats obtenus lors de cette étude est la mise en évidence d'une relation étroite entre la vitesse des fissures et la répartition des fissures. Il est cependant nécessaire de préciser la représentation pour parvenir, là encore, à une formulation en terme de paramètres intrinsèques. La difficulté pourrait provenir du fait que les deux fonctions décrivant l'amorçage et la propagation des fissures font intervenir les densités de fissures. Des essais spécifiques devraient être réalisés pour déterminer l'influence de la densité de fissures sur la vitesse de propagation. Changer la vitesse de traction, après l'amorçage des fissures pourrait permettre d'y parvenir.

L'application de cette représentation analytique à la caractérisation de l'action des inhibiteurs présente un intérêt certain : elle permet de préciser leur mode d'action et plus particulièrement de séparer leurs effets sur les phases d'amorçage et de propagation des fissures. Ainsi, nous avons montré que l'ajout d'iodure de potassium entraîne une diminution de la densité totale de fissures et de la vitesse de propagation de la plus grande fissure, alors que le chlorure d'étain semble agir uniquement sur la densité totale de fissures amorcées. Il est cependant nécessaire de vérifier que les expressions analytiques des phénomènes d'amorçage et de propagation sont encore valables

lorsqu'un additif est ajouté au milieu. Toutefois, le lissage de bonne qualité de la fonction Z_f expérimentale par la fonction Z_f théorique déduite des expressions analytiques des fonctions W et v laisse penser qu'il en est ainsi. Une étude de caractérisation quantitative plus approfondie de l'action d'inhibiteurs serait susceptible d'apporter, dans un domaine très mal connu, des idées nouvelles riches d'applications potentielles à la lutte contre la fissuration par CSC.

Les possibilités pratiques du modèle morphologique ont été mises en évidence au cours de cette étude. La représentation analytique du phénomène de fissuration par CSC qu'il fournit peut s'avérer être un outil utile à des fins pratiques ou plus théoriques. La représentation analytique permet de caractériser quantitativement l'effet d'un paramètre lié au milieu ou au matériau sur les phénomènes d'amorçage et de propagation. A des fins plus théoriques, les expressions analytiques peuvent suggérer des mécanismes et, réciproquement, les études de mécanisme peuvent permettre de préciser la formulation analytique.

Bibliographie

1. **Ford F.P.**, dans "Corrosion Processes", R.N. Parkins Ed., Applied Science Publishers LTD, Ripple Road, Barking, Essex, England, 1982, p 272
2. **Sutcliffe J.M., Fessler R.R., Boyb W.K., Parkins R.N.**, Corrosion, Vol 18, 1972, p 313
3. **Parkins R.N.**, Corrosion Science, Vol 20, 1980, p 147
4. **Szklarska-Smialowska Z., Lukomski N.**, Corrosion, Vol 34, 1978, p 177
5. **Da Cunha Belo M., Bergner J., Rondot B.**, Corrosion Science, Vol 21, 1981, p 273
6. **Brauns E., Ternes H.**, Werkstoffe und Korrosion, Vol 19, 1968, p 1
7. **Wagner G.H., Berge P., Badart A., Demestre J., Desestret A., Hochmann J., Leveque R., Poyet P.**, Proceeding of the 4th International Congress on Metallic Corrosion, NACE, 1972, p 527
8. **Combrade P., Desestret A., McCright R.D., Gautey F., Gres C.**, Mémoires et Etudes scientifiques Revue de Métallurgie, Vol 71, 1974, p 907
9. **Speidel M.O.**, Metallurgical Transactions A, Vol 12A, 1981, p 779
10. **Russel P., Tromans D.**, Metallurgical Transactions A, Vol 12A, 1981, p 613
11. **Takano M.**, Corrosion, Vol 30, 1974, p 441
12. **Desjardins D.**, Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, n°6, 1984, p 315
13. **Kessler K.J., Kaesche H.**, Werkstoffe und Korrosion, Vol 35, 1984, p 171
14. **Magnin T.**, dans "Corrosion Sous Contrainte : phénoménologie et mécanismes", Desjardins D. et Oltra R. Eds, Les Editions de Physique, Les Ulis, France, 1992, p 345
15. **Charbonnier J.C.**, Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, Février 1981, p 65
16. **Magnin T., Chierragatti R., Oltra R.**, Acta Metallurgica Material, 1990, Vol 7, p 1313
17. **Dickson J.J., Shiqiong L., Bailon J.P., Tromans D.**, Microstructural Science, Vol 15, p 251

18. **Pugh E.N.**, Corrosion, Vol 41, 1985, p 517
19. **Sieradsky K., Newmann R.C.**, Philosophical Magazine A. defects and mechanical properties, Vol A51, 1985, p 95
20. **Hahn M.T., Pugh E.N.**, Corrosion, Vol 36, 1980, p 380
21. **Newmann R.C., Sieradsky K.**, Scripta Metallurgica, Vol 17, 1983, p 621
22. **Vermilyea D.A.**, dans "Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys", Staehle J.F. and coll. Eds, N.A.C.E., 1977, p 208
23. **Newman J.F.**, Corrosion Science, Vol. 27, 1981, p 487
24. **Ford F.P.**, dans "Environment-induced Cracking of Metals", Gangloff R.P. et Ives M.B. Eds, NACE, Houston, 1990, p 139
25. **Szklarska-Smialowska Z., Kozlowski W.**, Journal of Electrochemical Society, Vol 131, 1984, p 234
26. **McDougall J.**, Journal of Electrochemical Society, Vol 130, 1983, p 114
27. **Goswani K.M., Staehle R.W.**, Electrochimica Acta, Vol 16, 1971, p 1895
28. **Diegle R.B., Lineman D.M.**, Journal of Electrochemical Society, Vol 131, 1984, p 106
29. **Rudd W.S, Scully J.C.**, Corrosion Science, Vol 20, 1980, p 611
30. **Diegle R.B., Vermilyea D.A.**, Journal of Electrochemical Society, Vol 122, 1980, p 180
31. **Ford F.P., Silverman M.**, Corrosion, Vol 36, 1980, p 558
32. **Beck T.R.**, Corrosion, Vol 30, 1974, p 408
33. **Turnbull A.**, Corrosion Science, Vol 23, 1983, p 833
34. **Turnbull A.**, dans proceedings of "Embrittlement by the localized Crack Environment", AIME/ASM Symposium, Philadelphia, October 5-7, 1983, R. Gangloff Ed., p 3
35. **Turnbull A., Ferris D.H.**, Corrosion Science, Vol 27, 1987, p 1323
36. **Bubar S.F, Vermilyea D.A.**, Journal of Electrochemical. Society., Vol 113, 1966, p 892
37. **Diegle R.B., Vermilyea D.A.**, Corrosion, Vol 32, 1976, p 411

38. **Staehe R.W., Royuela J.J. and coli**, Corrosion, Vol 26, 1970, p 451
39. **Lidbury D.P.G.**, dans "Environment-induced Cracking of Metals", Gangloff R.P. et Ives M.B. Eds, NACE, Houston, 1990, p 149
40. **Ford F.P.**, Journal of Pressure Vessel Technology., Vol 1, 1988, p 113
41. **Parkins R.N.**, dans "Environment-induced Cracking of Metals", Gangloff R.P. et Ives M.B. Eds, NACE, Houston, 1990, p 1
42. **Sieradsky K., Newmann R.C.**, Philosophical Magazine A. defects and mechanical properties, Vol 51, 1985, p 95
43. **Edeleanu C., Forty A. J.**, Philosophical Magazine A. defects and mechanical properties, Vol 5, 1960, p 1029
44. **Cassagne T., Flanagan W.F., Lichter B.D.**, Metallurgical Transactions, Vol 17A, 1986, p 703
45. **Sieradski K.**, dans "Chemistry and Physics of Fracture", Latanision R.M. et Jones R.H. Eds, 1987, p 219
46. **Cole A.T., Newman R.C., Sieradski K.**, Corrosion Science, Vol 28, 1988, p 109
47. **Flanagan W.F., Bastias P., Lichter B.D.**, Acta Metallurgica Materials, Vol 39, 1991, p 695
48. **Petch N.J.**, Philosophical Magazine A. defects and mechanical properties, Vol 1, 1956, p 331
49. **Turnbull A.**, Corrosion Science, Vol 34, 1993, p 921
50. **Oriani R.A.**, dans "Environment-Induced cracking of metals", Gangloff R.P. et Ives M.B. Eds, NACE, Houston, 1990, p 439
51. **Vehoff H., Rothe W.**, Acta Metallurgica, Vol 31, 1983, p 1781
52. **Gerberich W.W., Chen X.**, Scripta Metallurgica, Vol 31, 1988, p 1499
53. **Gerberich W.W., Foeche T.J.**, dans "Hydrogen effects on Material Behaviour", Moody N.R. Thomson A.W. Eds, p 687
54. **Rehbinder P.A., Shchkin E.D.**, Progress in Surface Science, Vol 3, 1973, p 97
55. **Revie R.W.**, Progress in Surface Science, Vol 14, 1983, p 53
56. **Revie R.W., Uhlig H.H.**, Corrosion Science, Vol 12, 1972, p 669

57. **Revie R.W., Uhlig H.H.**, Acta Metallurgica, Vol 22, 1974, p 619
58. **Van Der Wekken C.J.**, Acta Metallurgica, Vol 25, 1977, p 1201
59. **Olive J.M.**, Thèse, Bordeaux, 1992
60. **Magnin T.**, Matériaux et Techniques, Vol 11-12, 1989, p 41
61. **Magnin T.**, dans "Corrosion-Deformation Interactions", Magnin T. et Gras J.M. Eds, Les Editions de Physique, 1993, p 27
62. **Beachem C.D.**, Metallurgica Transactions, Vol 3, 1972, p 437
63. **Masing G.**, Metallurgia Italiana, Vol 43, 1951, p 467
64. **Tien C.W., Altstetter C.J.**, dans "Corrosion-Deformation Interactions", Magnin T. and Gras J.M. Eds, Les Editions de Physique, 1992, p 355
65. **Lynch S.P.**, Acta Metallurgica, Vol 36, 1988, p 2639
66. **Lynch S.P.**, Scripta Metallurgica, Vol 20, 1986, p 1067
67. **Birnbaun H.K.**, dans "Environment-Induced cracking of metals", Gangloff R.P. et Ives M.B. Eds, NACE, Houston, 1990, p 21
68. **Lynch S.P.**, Journal of Materials Science, Vol 21, 1986, p 692
69. **Stroch A.N.**, Advances in Physics, Vol 6, 1957, p 418
70. **Magnin T.**, Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériau, Février 1993, p 291
71. **Magnin T., Chieragatti R., Oltra R.**, Acta Metallurgica, Vol 38, 1990, p 1313
72. **Jones D.A.**, Metallurgical Transactions, Vol 16 A, 1985, p 1133
73. **Verhoeven J.D.**, Fundamentals of Physical Metallurgy, Wiley, 1975, p 158.
74. **Pickering H.W., Wagner C.**, Journal of Electrochemical Society, Vol 114, 1967, p 698
75. **Sutcliffe J.M., Fessler R.R., Boyd W.K., Parkins R.N.**, Corrosion, Vol 28, 1972, p 313
76. **Evans J.T., Parkins R.N.**, Acta Metallurgica, Vol 24, 1976, p 511
77. **Lunarska E.**, dans "Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys", Oriani R.A., Hirtch J.P., Smialowska M. Eds

78. **Zapfe C. Sims C.**, Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Vol 145, 1941, p 225
79. **Scott P., Le Calvar M.**, dans "6th International Symposium on Environmental Degradation in Nuclear Power System-Water Reactor", San Diego, California, 1-5 August, 1993
80. **Shen C.H., Shewman P.G.**, Metallurgical Transactions, Vol 21A, 1990, p 1261
81. **Santarini G.**, Corrosion, Vol 45, 1989, p 369
82. **Santarini G.**, dans "Corrosion-Deformation Interaction", Les Editions de Physique, Les Ulis, France, 1993, p 93
83. **Vaughan D.A., Phalen D.I., Peterson C.L.**, Corrosion, Vol 21, 1965, p 315
84. **Holzworth M.L., Louthan M.R.**, Corrosion, Vol 24, 1968, p 637
85. **Reed R.P.**; Acta Metallurgica, Vol 10, 1962, p 865
86. **Liu R., Narita N., Altetter C., Birnbaum H., Pugh E.N.**, Metallurgical Transactions A, Vol 11A, 1980, p 1563
87. **Desjardins D.**, Thèse d'état, Bordeaux, 1981
88. **Hélie M.**, Thèse de troisième cycle, Bordeaux, 1982
89. **Parkins R.N.**, Corrosion Science, Vol 29, 1989, p 1019
90. **Kitagawa H., Fujita T., Miyazawa K.**, Corrosion Fatigue Technology, Craig H.L., Crooker T.W. et Hoepfner D.W. Eds, American Society of Testing and Materials, STP 642, 1978, p 98
91. **Yang W., Congleton J., Kohneh-Chari O., Sajdl P.**, Corrosion Science, Vol 33, 1992, p 735
92. **Maiya P.S.**, Corrosion, Vol 45, p 915
93. **Oltra R., Desestret A., Colson J.C.**, Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, Novembre 1980, p 1003
94. **Pinard J.L.**, Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie, n°6, 1972, p 425
95. **Nathan C.C.**, Corrosion Inhibitors, NACE, 1973, p 126

96. **Scully J.C.**, dans "Mechanisms of environment sensitive cracking of materials", University of Surrey, UK, Avril 1977, Swann P.R., Ford F.P., A.R.C. Westwood Eds, The Metal Society, p 1.
97. **Huang Y.L., Cao C.N., Lu M., Lin H.C.**, Corrosion, Vol 49, 1993, p 644
98. **Pinard J.L.**, Thèse de Doctorat d'Etat ès Sciences, ENSCP, 1974

Nomenclature

		Dimension
A(%)	Allongement relatif	-
E	Potentiel d'électrode	$ML^2T^{-3}I^{-1}$
$f(l, l, t)$	Fonction de forme	L
$g(l, l_w, t)$	Fonction de forme	L
$h(l, t)$	Fonction définie par $g(l, l_w, t) = l_w - h(l, t)$	L
$H(x)$	Fonction de Heaviside	-
k	Hauteur des côtés d'une fissure	L
l	Profondeur d'une fissure	L
l_0	Demi-largeur du sommet d'une fissure	L
L_0	Longueur utile de l'éprouvette	L
l_{min}	Profondeur initiale des fissures	L
l_{max}	Profondeur maximale des fissures	L
l_t	Profondeur de la trace d'une fissure	L
l_w	Demi-largeur d'une fissure	L
L_w	Largeur d'une fissure	L
P	Plan de coupe	-
r_1	Paramètre de propagation	-
r_2	Paramètre de propagation	-
t	Durée écoulée depuis le début de l'essai	T
$t_a(l, t)$	Instant d'amorçage d'une fissure de profondeur l à l'instant t	T
T	Durée d'un essai conduit jusqu'à rupture de l'éprouvette	T
t_i	Instant moyen d'amorçage des fissures	T
$v(l, t)$	Vitesse de propagation, à l'instant t , d'une fissure qui a atteint la profondeur l	LT^{-1}
v_{max}	Vitesse de propagation de la plus grande fissure	LT^{-1}
$w(t)$	Vitesse d'amorçage des fissures à l'instant t	$L^{-2}T^{-1}$
$W(t)$	Densité de fissures à l'instant t	L^{-2}
W_0	Densité initiale de fissures (à $t = 0$)	L^{-2}
y	Distance du centre de la fissure au plan de coupe	L

$Z(l, t)$	Densité de fissures de profondeurs strictement supérieures à l à l'instant t	L^{-2}
Z_0	Densité totale de fissures	L^{-2}
$Z_t(l_t, t)$	Densité de traces de fissures de profondeurs strictement supérieures à l_t à l'instant t	L^{-1}
$Z_w(l_w, t)$	Densité de fissures de demi-largeurs supérieures à l_w à l'instant t	L^{-2}
α	Paramètre de forme	-
β	Paramètre de superposition	-
λ	Paramètre de forme	$L^{1-\mu}$
μ	Paramètre de forme	-

Annexe 1

Liste des hypothèses du *modèle morphologique*

- La surface de l'éprouvette est approximativement plane.
- Les fissures se développent dans un milieu semi-infini ; on néglige les effets de bord.
- Les fissures sont approximativement planes et leurs plans sont orthogonaux à la direction de la plus grande contrainte principale.
- La vitesse de propagation d'une fissure ne peut être perturbée par la présence d'une hétérogénéité à l'échelle d'un grain ; on considère la vitesse moyenne de croissance de la fissure.
- La structure du matériau est homogène à l'échelle de plusieurs grains.

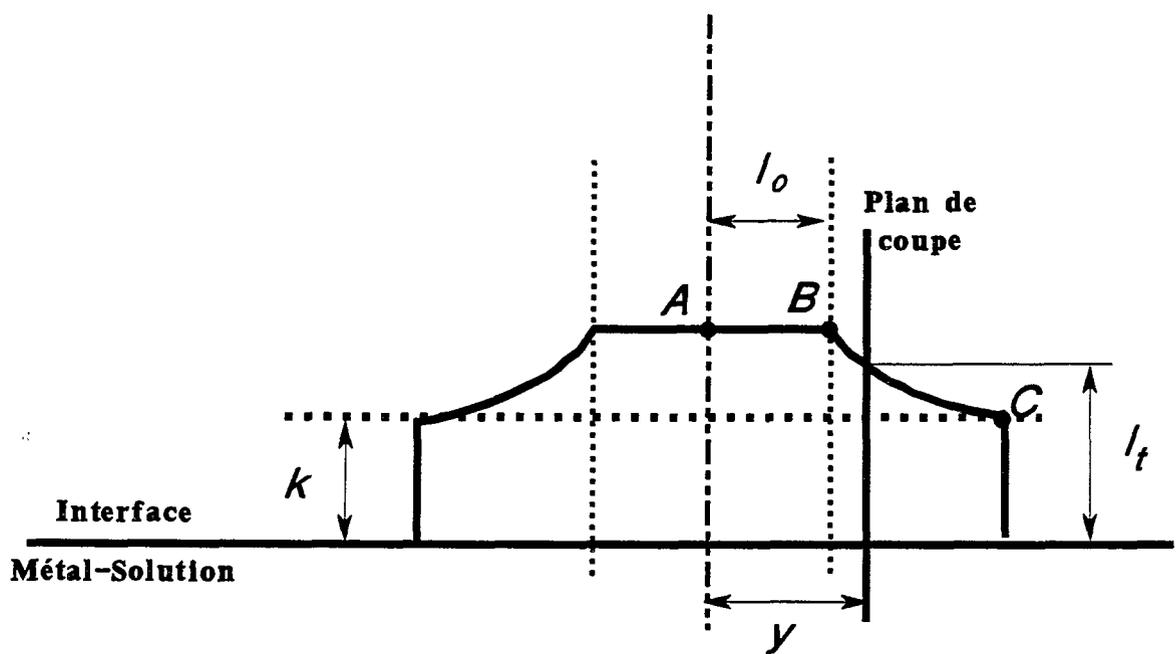


Figure 91. Représentation schématique d'une fissure. Notations.

Annexe 2

Relation entre les fonctions Z_t , Z_w et f

1. Introduction

Nous nous proposons de déterminer la relation générale liant les fonctions Z_t , Z_w et f pour la forme de fissure présentée sur la figure 91. Les relations liant les fonctions Z_t , Z_w et f lorsque la fonction f caractérise une forme de fissure :

- triangulaire,
- triangulaire à côtés tronqués,
- triangulaire à sommet tronqué,
- triangulaire à côtés tronqués et sommet tronqué,

sont ensuite déduites de la relation générale dans le paragraphe "Applications" qui suit. Dans ce paragraphe est également traité le cas où la fonction de forme caractérise une forme de fissure rectangulaire.

Considérons la forme de fissure présentée sur la figure 91.

La fonction caractérisant, à l'instant t , cette forme de fissure est :

- pour $y \leq l_0$:

$$l = l_t$$

- pour $y \geq l_0$:

$$y = g(l_t, l_w, t)$$

avec la condition :

$$\text{pour } 0 \leq l_t \leq k$$

$$y = g(k, l_w, t) = l_w \text{ ou bien,}$$

$$y = f(k, l, t) = l_w$$

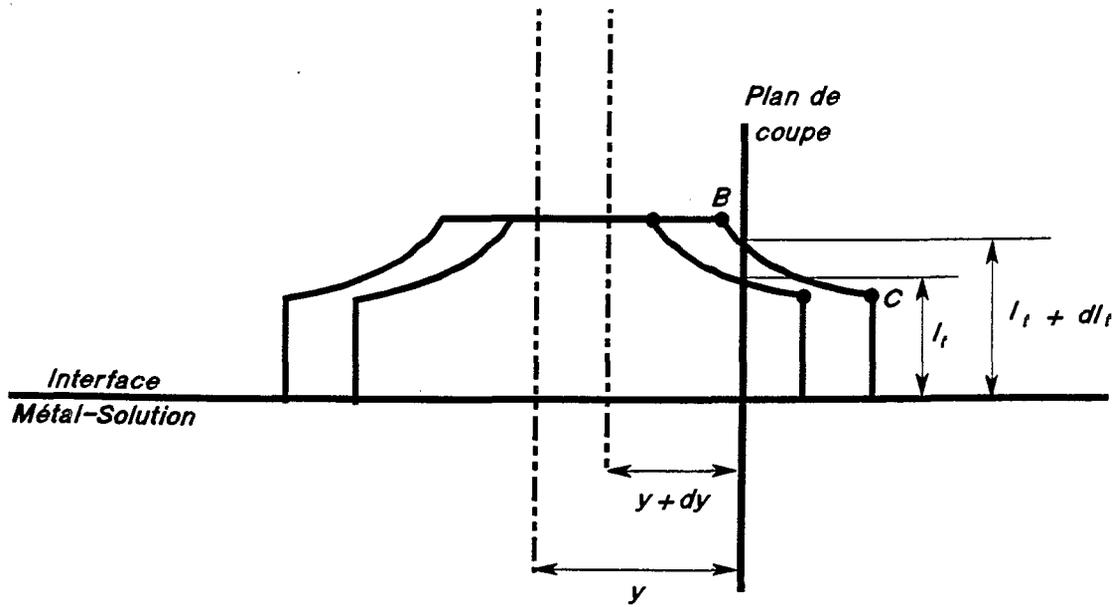


Figure 92. Fissures, coupées sur leur tronçon BC, ayant des profondeurs de traces comprises entre l_t et $l_t + dl_t$.

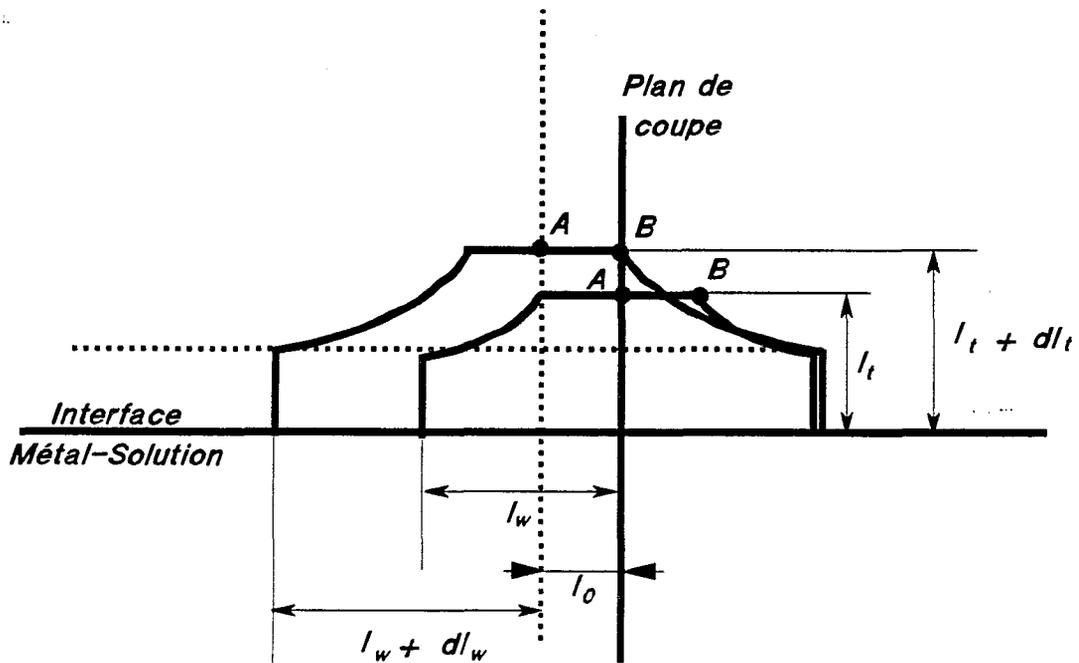


Figure 93. Fissures, coupées sur leur tronçon AB, ayant des profondeurs de traces comprises entre l_t et $l_t + dl_t$.

2. Relation entre les fonctions Z_t , Z_w et f .

Les $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} dl_t$ traces qui, à l'instant t et sur une longueur unité de la section de l'éprouvette, ont une profondeur comprise entre l_t et $l_t + dl_t$ proviennent :

- ♦ des fissures de demi-largeur l_w qui sont coupées sur leur portion BC (figure 92), dont les centres sont situés dans deux bandes (de part et d'autre du plan de coupe) de largeur dy et de longueur unité, l_w variant entre $f(k, l_t, t)$ et $f[k, l_{\max}(t), t]$.

Le nombre de fissures dont les centres sont situés dans l'une ou l'autre des deux bandes de largeur dy et de longueur unité est :

$$- \int_{f(k, l_t, t)}^{f[k, l_{\max}(t), t]} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dy dl_w \quad (45)$$

Pour les fissures ayant une demi-largeur égale à l_w à l'instant t :

$$dy = -\frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} dl_t \quad (46)$$

- ♦ des fissures qui sont coupées sur leur tronçon AB (figure 93). Ce sont des fissures de profondeurs comprises entre l_t et $l_t + dl_t$ et de demi-largeurs comprises entre l_w et $l_w + dl_w$ dont les centres sont situés dans deux bandes (de part et d'autre du plan de coupe) dont l'aire de chacune est $l_0 \times 1$. La demi-largeur d'une fissure de profondeur l_t à l'instant t est égale à $f(k, l_t, t)$.

Le nombre de fissures dont les centres appartiennent à l'une ou l'autre des deux bandes est :

$$-l_0 \left. \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \right|_{l_w = f(k, l_t, t)} dl_w \quad (47)$$

Pour les fissures de profondeur égale à l_t à l'instant t :

$$dl_w = \frac{\partial f(k, l_t, t)}{\partial l_t} dl_t \quad (48)$$

En additionnant les termes (45) et (47) et en remplaçant les quantités dy et dl_w part les termes (46) et (48), on obtient la relation désirée :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2l_0 \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \Big|_{l_w=f(k, l_t, t)} \frac{\partial f(k, l_t, t)}{\partial l_t} + 2 \int_{f(k, l_t, t)}^{f(k, l_{max}(t), t)} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (49)$$

3. Applications

3.1. Fissures triangulaires

La forme triangulaire est le cas particulier de la forme "générale" (figure 91) définie dans la paragraphe 2 de cette annexe où :

- $l_0 = 0$
- $k = 0$
- $f(l_t, l, t)$ et $g(l_t, l_w, t)$ sont affines

La fonction de forme, explicitée à l'aide des variables l_t , l_w et t , a pour expression :

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha l_t \quad (50)$$

Explicitée à l'aide des variables l_t , l et t , elle devient :

$$y = f(l_t, l, t) = \alpha (l - l_t) \quad (51)$$

La relation liant les fonctions Z_t , Z_w et f se déduit rapidement de la relation (49). La seule modification à apporter est de supprimer le premier terme de la somme constituant le second membre. En effet, comme l_0 est égal à zéro, ce terme est nul.

Le second terme de la somme peut être simplifié.

Comme :

$$f(0, l_{\max}(t), t) = \alpha l_{\max}(t)$$

$$f(0, l_t, t) = \alpha l_t$$

$$\frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} = -\alpha$$

la relation (49) devient :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2 \alpha \int_{\alpha l_t}^{\alpha l_{\max}(t)} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (52)$$

Comme $Z_w(\alpha l_{\max}(t), t) = 0$ (par définition), on obtient finalement :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \alpha Z_w(\alpha l_t, t) \quad (53)$$

3.2. Fissures triangulaires à côtés tronqués

Plus généralement, si la fonction de forme caractérise une "forme à côtés tronqués" comme celle schématisée sur la figure 47, le premier terme du second membre de la relation générale (49) liant les fonctions Z_t , Z_w et f est nul (car $l_0 = 0$) et le second est inchangé.

Ainsi la relation (49) devient :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \int_{f(k, l_t, t)}^{f(k, l_{\max}(t), t)} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (54)$$

Si la forme des fissures est triangulaire à côtés tronqués (figure 48), la fonction de forme a pour expression :

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha(l_t - k)$$

Explicitée à l'aide des variables l_t , l et t , elle devient :

$$y = f(l_t, l, t) = \alpha(l - l_t)$$

Comme :

$$f(k, l_t, t) = \alpha(l_t - k)$$

$$f(k, l_{\max}(t), t) = \alpha(l_{\max}(t) - k)$$

$$\frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} = -\alpha$$

$$\text{et } Z_w(\alpha l_{\max}(t), t) = 0 \text{ (par définition)}$$

la relation (54) devient :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \alpha Z_w[\alpha(l_t - k), t] \quad (55)$$

3.3. Fissures triangulaires à sommet tronqué

La relation liant les fonctions Z_t , Z_w et f se déduit directement de la relation (49). Il suffit d'affecter au paramètre k la valeur zéro. Ainsi :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2l_0 \left. \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \right|_{l_w = f(0, l_t, t)} \frac{\partial f(0, l_t, t)}{\partial l_t} + 2 \int_{f(0, l_t, t)}^{f[0, l_{\max}(t), t]} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (56)$$

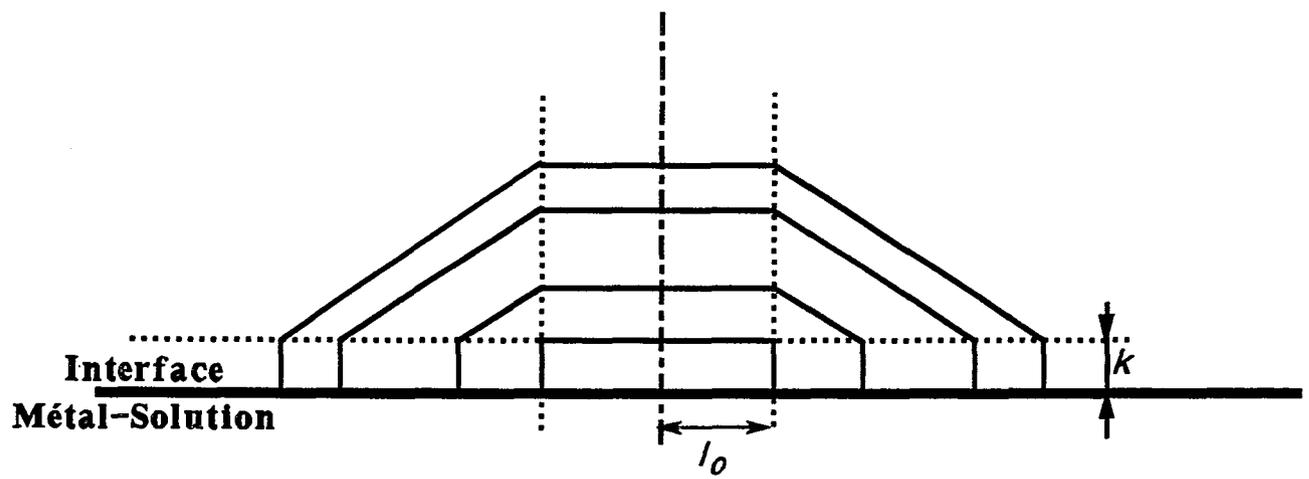


Figure 94. Représentation schématique d'une fissure triangulaire à côtés tronqués et à sommet tronqué. Notations.

L'expression de la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à sommet tronqué est la suivante :

- pour $y \leq l_0$:

$$l_t = l$$

- pour $y \geq l_0$:

$$g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha l_t$$

ou bien :

$$f(l_t, l, t) = l_0 + \alpha(l - l_t)$$

Etant donné que :

$$\begin{aligned} f(0, l_t, t) &= l_0 + \alpha l_t \\ \frac{\partial f(0, l_t, t)}{\partial l_t} &= \alpha \\ \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} &= -\alpha \end{aligned}$$

la relation (56) reliant les fonctions Z_t , Z_w et f devient :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2 \alpha l_0 \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \Big|_{l_w = l_0 + \alpha l_t} + 2 \alpha Z_w(l_0 + \alpha l_t, t) \quad (57)$$

3.4. Fissures triangulaires à côtés tronqués et sommet tronqué

La figure 94 représente une fissure triangulaire à côtés tronqués et à sommet tronqué.

On caractérise cette forme ainsi :

- pour $y \geq l_0$

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha(l_t - k)$$

ou bien :

$$y = f(l_t, l, t) = l_0 + \alpha(l - l_t)$$

- pour $y \leq l_0$

$$l_t = l$$

Comme :

$$f(k, l_t, t) = l_0 + \alpha(l_t - k)$$

$$\frac{\partial f(k, l_t, t)}{\partial l_t} = \alpha$$

$$\frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} = -\alpha$$

la relation (49) liant les fonctions Z_t , Z_w et f devient :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2 \alpha l_0 \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \Big|_{l_w = l_0 + \alpha(l_t - k)} + 2 \alpha Z_w(l_0 + \alpha(l_t - k), t) \quad (58)$$

3.5. Fissures rectangulaires

Lorsqu'une fissure rectangulaire est coupée par le plan de coupe, la profondeur de sa trace est égale à sa profondeur (figure 44).

Les $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} dl_t$ traces qui, à l'instant t et par unité de longueur de section de l'éprouvette,

ont une profondeur comprise entre l_t et $l_t + dl_t$ proviennent uniquement des fissures de profondeurs comprises entre l_t et $l_t + dl_t$. Leurs demi-largeurs sont comprises entre αl_t et $\alpha l_t + \alpha dl_t$ et leurs

centres sont situés dans deux bandes (situées de part et d'autre du plan de coupe) dont l'aire de chacune est $\alpha l_t \times 1$.

Ainsi :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} dl_t = -2 \alpha l_t \left. \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \right|_{l_w = \alpha l_t} \alpha dl_t \quad (59)$$

Finalement :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \alpha^2 l_t \left. \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \right|_{l_w = \alpha l_t} \quad (60)$$

Annexe 3

Propriétés de superposition

1. Propriété de superposition appliquée à l'hypothèse de fissures triangulaires à croissance homothétique.

La relation liant les fonctions de répartition Z_t et Z_w lorsque les fissures sont supposées triangulaires à croissance homothétique est (voir paragraphe 3.1. de l'annexe 2) :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \alpha Z_w(\alpha l_t, t) \quad (61)$$

En prenant le logarithme de la relation (61), et en posant :

$$\begin{aligned} X &= \ln(l_t) \\ Y_1 &= \ln\left[-\frac{\partial Z_t}{\partial l_t}\right] \\ Y_2 &= \ln(Z_w) \end{aligned}$$

on obtient :

$$Y_1(X, t) = \ln(2\alpha) + Y_2[X + \ln(\alpha), t] \quad (62)$$

La relation (62) montre que le graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$ se déduit, en coordonnées logarithmiques (ln/ln), du graphe représentant la fonction $Z_w(l_w, t)$ en effectuant une translation dont le vecteur a pour composantes $-\ln(\alpha) \vec{i}$ et $+\ln(2\alpha) \vec{j}$.

2. Propriété de superposition appliquée à l'hypothèse de fissures rectangulaires à croissance homothétique.

La relation liant les fonctions de répartition Z_t et Z_w lorsque les fissures sont supposées rectangulaires à croissance homothétique est (voir paragraphe 3.5. de l'annexe 2) :

$$\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2\alpha^2 \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \Big|_{l_w = \alpha l_t} \quad (63)$$

En prenant le logarithme de la relation (63), et en posant :

$$\begin{aligned} X &= \ln(l_t) \\ Y_3 &= \ln \left[-\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t}{\partial l_t} \right] \\ Y_4 &= \ln \left[-\frac{\partial Z_w}{\partial l_w} \right] \end{aligned}$$

on obtient :

$$Y_3(X, t) = \ln(2\alpha^2) + Y_4[\ln(\alpha) + X, t] \quad (64)$$

La relation (64) montre que le graphe représentant la fonction $-\frac{1}{l_t} \frac{\partial Z_t}{\partial l_t}$ se déduit, en coordonnées logarithmiques (ln/ln), du graphe représentant la fonction $-\frac{\partial Z_w}{\partial l_w}$ en effectuant une translation dont les composantes du vecteur sont : $-\ln(\alpha) \vec{i}$ et $+\ln(2\alpha^2) \vec{j}$.

Annexe 4

Recherche d'une fonction de forme telle que $\beta > 2\alpha$

1. Avant-propos

Les fonctions Z_t et Z_w sont assimilées à des fonctions exponentielles.

On pose :

$$Z_t(l_t, t) = \frac{N_0}{l_1} \exp\left(-\frac{l_t}{l_2}\right) \quad (65)$$

$$Z_w(l_w, t) = \frac{1}{l_3 l_4} \exp\left(-\frac{l_w}{l_5}\right) \quad (66)$$

où :

$N_0, l_1, l_2, l_3, l_4, l_5$ sont des fonctions de t ,

N_0 est sans dimension, et l_1, l_2, l_3, l_4, l_5 sont homogènes à une longueur.

Nous recherchons les fonctions de forme telles que le graphe Y_1 représentant la fonction $-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}$

se déduise, en coordonnées logarithmiques (ln/ln), du graphe Y_2 représentant la fonction $Z_w(l_w, t)$ par une translation dont le vecteur a pour composantes $-\ln(\alpha) \vec{i}$ et $+\ln(\beta) \vec{j}$ ($\beta \neq 2\alpha$).

Ainsi, en posant :

$$X = \ln(l_t)$$

$$Y_1(X, t) = \ln\left(-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t}\right)$$

$$Y_2[X + \ln(\alpha), t] = \ln[Z_w(\alpha l, t)]$$

les fonctions Z_t et Z_w doivent vérifier l'expression :

$$Y_1(X,t) = \ln(\beta) + Y_2[X + \ln(\alpha),t] \quad (67)$$

ce qui implique (en injectant les relations (65) et (66) dans la relation (67)) que :

$$N_0 = \beta \frac{l_1 l_2}{l_3 l_4} \quad (68)$$

$$l_5 = \alpha l_2 \quad (69)$$

En explicitant N_0 à l'aide de la relation (68) dans la relation (65), et l_5 à l'aide de la relation (69) dans la relation (66), on obtient les expressions des fonctions $Z_t(l_t, t)$ et $Z_w(l_w, t)$ suivantes :

$$Z_t(l_t, t) = \beta \frac{l_2}{l_3 l_4} \exp\left(-\frac{l_t}{l_2}\right) \quad (70)$$

$$Z_w(l_w, t) = \frac{1}{l_3 l_4} \exp\left(-\frac{l_w}{\alpha l_2}\right) \quad (71)$$

2. Forme triangulaire à côtés tronqués

La relation qui lie les fonctions Z_t , Z_w et g est la suivante (voir paragraphe 3.2. de l'annexe 2) :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = 2 \int_{r(k, l_t, t)}^{r[k, l_{\max}(t), t]} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (72)$$

Notre objectif est de trouver une fonction de forme g solution de la relation (72) qui satisfasse les relations (20) et (21).

Commençons par expliciter les termes de la relation (72).

On déduit de la relation (20) que la fonction de forme f s'écrit :

$$f(l_t, l, t) = h(l) - h(l_t) \quad (73)$$

A l'aide de la relation (22), on montre que :

$$f(k, l_t, t) = h(l_t) \quad (74)$$

Comme les fonctions Z_t et Z_w sont assimilées à des fonctions exponentielles, on a :

$$l_{\max}(t) = +\infty \quad (75)$$

$$f(k, l_{\max}(t), t) = h(l_{\max}(t)) = +\infty \quad (76)$$

La dérivée de la fonction g par rapport à la variable l_t est égale à (voir relation(20)) :

$$\frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} = -\frac{\partial h(l_t, t)}{\partial l_t} \quad (77)$$

A l'aide des relations (70), (71), (74), (75) et (76), la relation (72) devient :

$$\exp\left(-\frac{l_t}{l_2}\right) = -\frac{2\alpha l_2}{\beta} \frac{\partial}{\partial l_t} \left[\exp\left(-\frac{h(l_t)}{\alpha l_2}\right) \right] \quad (78)$$

En intégrant, il vient :

$$\exp\left(-\frac{l_t}{l_2}\right) = 2\frac{\alpha}{\beta} \exp\left(-\frac{h(l_t)}{\alpha l_2}\right) + K \quad (79)$$

où K est une constante.

En prenant comme valeur particulière de l_t la valeur k , on peut déterminer la valeur de la constante K (avec la relation (22)). La relation (79) devient :

$$\exp\left(-\frac{l_t}{l_2}\right) = 2\frac{\alpha}{\beta} \exp\left(-\frac{h(l_t)}{\alpha l_2}\right) + \exp\left(-\frac{k}{l_2}\right) - 2\frac{\alpha}{\beta} \quad (80)$$

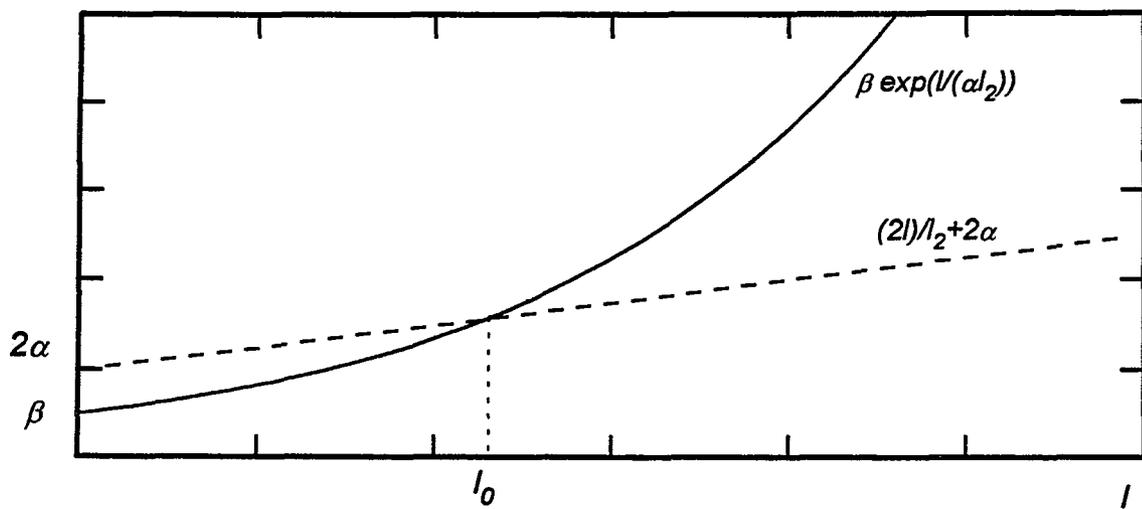


Figure 95. Graphes représentant les fonctions $\beta \exp\left(\frac{l}{\alpha l_2}\right)$ et $\frac{2l}{l_2} + 2\alpha$ lorsque $2\alpha \geq \beta$.

Pour déterminer la valeur de k , il suffit de faire tendre l_t vers l'infini dans la relation (80). Comme h tend vers l'infini quand l_t tend vers l'infini (relation (76)), on obtient :

$$k = l_2 \ln\left(\frac{\beta}{2\alpha}\right) \quad (81)$$

En remplaçant k par sa valeur dans la relation (80), on montre que l'expression de la fonction h est :

$$h(l_t) = \alpha(l_t - k) \quad (82)$$

3. Forme triangulaire à sommet tronqué

La relation liant les fonctions Z_t , Z_w et g est la suivante (voir paragraphe 3.3. de l'annexe 2) :

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2l_0 \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \Big|_{l_w=r(0, l_t, t)} \frac{\partial f(0, l_t, t)}{\partial l_t} + 2 \int_{r(0, l_t, t)}^{r[0, l_{max}(t), t]} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (83)$$

Lorsque l'on assimile la forme des fissures à un triangle à sommet tronqué, l'expression de la fonction de forme est donnée par le couple de relations composé de la relation (26) et de la relation (28), ou par le couple de relations composé des relations (27) et (28).

En simplifiant, à l'aide des relations (70), (71), (76) avec $k = 0$, (26) et (27), la relation (83) devient :

$$\beta = 2 \left(\frac{l_0}{l_2} + \alpha \right) \exp\left(-\frac{l_0}{\alpha l_2}\right) \quad (84)$$

l_0 est donc racine de l'équation (85) :

$$2 \left(\frac{l}{l_2} + \alpha \right) \exp\left(-\frac{l}{\alpha l_2}\right) - \beta = 0 \quad (85)$$

- Si $2\alpha \geq \beta$, la relation (85) admet une solution physiquement acceptable (figure 95) et la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à sommet tronqué est solution de l'équation (83). Cette solution est unique.

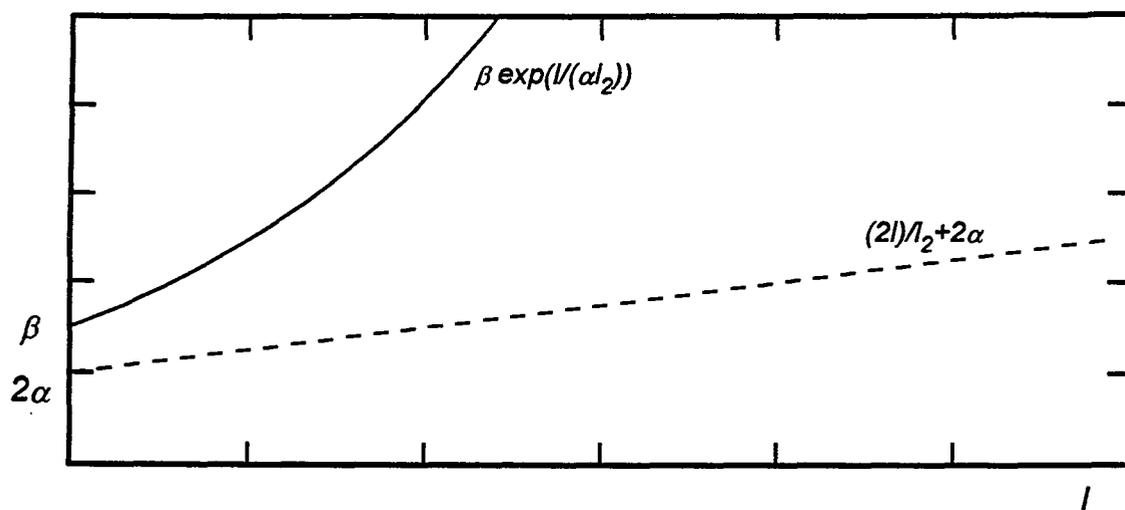


Figure 96. Graphes représentant les fonctions $\beta \exp\left(\frac{l}{\alpha l_2}\right)$ et $\frac{2l}{l_2} + 2\alpha$ lorsque $2\alpha < \beta$.

Si $2\alpha = \beta$, la fonction de forme solution de la relation (83) est celle déjà obtenue qui assimile la forme des fissures à un triangle.

- Si $2\alpha < \beta$, la relation (85) n'admet pas de solution physiquement acceptable (figure 96).

Annexe 5

Autre forme de fissure

Lors de la seconde approche qui consiste à imaginer une fonction de forme compatible avec les fonctions expérimentales Z_t et Z_w et telle que $\beta > 2\alpha$, la forme triangulaire à côtés tronqués et à sommet tronqué (figure 94) a été envisagée.

La fonction de forme caractérisant cette forme de fissures a pour expression à l'instant t :

pour $y \geq l_0$:

$$y = g(l_t, l_w, t) = l_w - \alpha(l_t - k) \quad (86)$$

ou bien, à l'aide de la fonction f :

$$y = f(l_t, l, t) = l_0 + \alpha(l - l_t) \quad (87)$$

pour $y \leq l_0$

$$l_t = l \quad (88)$$

A partir de la relation (86), on montre que le rapport demi-largeur/profondeur des fissures en fonction de leur demi-largeur est égal à :

$$\frac{l_w}{l} = \frac{\alpha l_w}{\alpha k + l_w - l_0} \quad (89)$$

Ce rapport est croissant ou décroissant selon le signe de la différence $\alpha k - l_0$.

La relation liant la fonction de répartition des profondeurs de traces, la fonction de répartition des largeurs de fissures, et la fonction de forme est (démontrée dans l'annexe 2) :

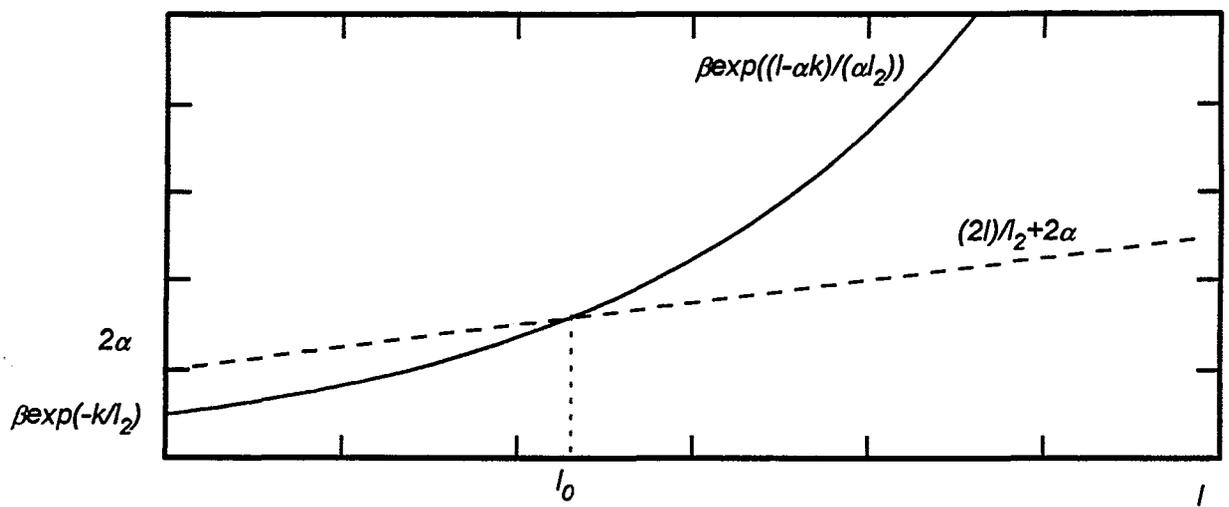


Figure 97. Graphes représentant les fonctions $\beta \exp\left(\frac{l-\alpha k}{\alpha l_2}\right)$ et $\frac{2l}{l_2} + 2\alpha$ lorsque $2\alpha \geq \beta \exp\left(-\frac{k}{l_2}\right)$.

$$-\frac{\partial Z_t(l_t, t)}{\partial l_t} = -2l_0 \left. \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} \right|_{l_w=r(k, l_t, t)} \frac{\partial f(k, l_t, t)}{\partial l_t} + 2 \int_{r(k, l_t, t)}^{r[k, l_{max}(t), t]} \frac{\partial g(l_t, l_w, t)}{\partial l_t} \frac{\partial Z_w(l_w, t)}{\partial l_w} dl_w \quad (90)$$

A l'aide des relations (20), (22), (86), (87), (70), (71), (74) et (76), la relation (90) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\beta = 2 \left(\frac{l_0}{l_2} + \alpha \right) \exp \left(- \frac{l_0 - \alpha k}{\alpha l_2} \right) \quad (91)$$

l_0 est donc racine de l'équation (92)

$$2 \left(\frac{l}{l_2} + \alpha \right) \exp \left(- \frac{l - \alpha k}{\alpha l_2} \right) - \beta = 0 \quad (92)$$

- Si $2 \alpha \geq \beta \exp \left(- \frac{k}{l_2} \right)$, l'équation (92) admet une solution physiquement acceptable (figure 97)

et la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués et à sommet tronqué est solution de l'équation (90).

Si $2 \alpha = \beta \exp \left(- \frac{k}{l_2} \right)$, la fonction de forme recherchée est la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués.

- Si $2 \alpha < \beta \exp \left(- \frac{k}{l_2} \right)$, l'équation (92) n'admet pas de solution physiquement acceptable et la fonction de forme assimilant la forme des fissures à un triangle à côtés tronqués et à sommet tronqué n'est pas solution de l'équation (90).

Les valeurs des paramètres α , β , l_2 peuvent être déterminées expérimentalement : α et β de telle sorte que la propriété de superposition soit vérifiée, et l_2 en lissant la fonction Z_t (relation (65)). Le paramètre k doit vérifier la relation (93) :

$$k \geq l_2 \ln\left(\frac{\beta}{2\alpha}\right) \quad (93)$$

L'application numérique donne $k \geq 15,7 \mu\text{m}$ à l'instant $t = 32 \text{ min}$ (vitesse d'allongement relatif 5.10^{-5} s^{-1}). Une valeur du paramètre l_0 peut être choisie de telle sorte que le rapport demi-largeur/profondeur des fissures soit une fonction croissante (si $l_0 < \alpha k$, $\alpha = 0,8$) ou une fonction décroissante de la variable l_w (si $l_0 > \alpha k$, $\alpha = 0,8$).

Annexe 6

Détermination directe de la fonction h .

Evolution des paramètres λ , μ , α au cours du temps.

1. Détermination directe de la fonction h

A l'aide de la relation (31), on montre que la fonction f s'écrit, à un instant t donné, sous la forme :

$$f(l_t, l) = h(l) - h(l_t) \quad (94)$$

En supposant la plus grande fissure de dimension infinie (relations (75) et (76)) et en utilisant les relations (32) et (94), la relation (23) liant les fonctions Z_t , Z_w et g devient :

$$\frac{dZ_t(l_t)}{dl_t} = 2 \int_{h(l_t)}^{\infty} \frac{dh(l_t)}{dl_t} \frac{dZ_w(l_w)}{dl_w} dl_w \quad (95)$$

ou encore,

$$- \frac{dZ_t(l_t)}{dl_t} = 2 \frac{dh(l_t)}{dl_t} Z_w[h(l_t)] \quad (96)$$

En posant

$$\bar{Z}_w(l_w) = \int_{l_w}^{\infty} Z_w(l_w) dl_w \quad (97)$$

la relation (96) devient :

$$Z_t(l_t) = \bar{Z}_w[h(l_t)] \quad (98)$$

2. Evolution des paramètres λ , μ , et α au cours du temps

2.1. Approximation de la forme des fissures par un arc brisé

t (min)	22	32	43
λ ($\mu\text{m}^{1-\mu}$)	0,011	0,019	0,032
μ	2,2	1,8	1,6

Tableau 6. Evolution des paramètres λ , μ au cours du temps. Vitesse d'allongement relatif : 5.10^{-5} s^{-1}

2.2. Approximation de la forme des fissures par un triangle à côtés tronqués

t (min)	22	32	43
α	1,5	0,8	0,6

Tableau 7. Evolution du paramètre α au cours du temps. Vitesse d'allongement relatif : 5.10^{-5} s^{-1}

Annexe 7

Expression analytique de la fonction Z_t

En intégrant (à $Z = cte$) la relation (43) par rapport à la variable l et en supposant que :

$$\text{à } t = t_i \quad l = k \text{ (relation (42))}$$

on obtient l'expression analytique de la fonction $Z(l,t)$:

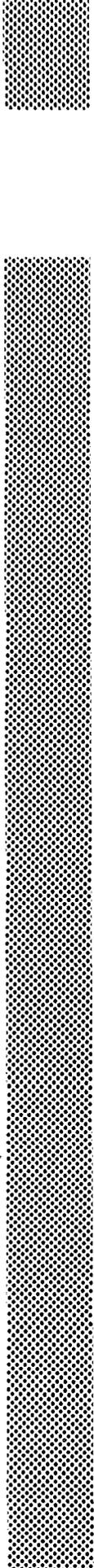
$$Z(l,t) = Z_0 \left[1 - \left(\frac{l - k}{(t - t_i) v_{max}} \right)^{\frac{1}{r_2}} \right]^{\frac{1}{r_1}} \quad (99)$$

A l'aide de la relation (40) liant les fonctions Z_t , Z et f et de la relation (37) caractérisant la forme des fissures lorsque celle-ci est assimilée à un triangle à côtés tronqués, on obtient la relation attendue :

$$Z_t(l_t, t) = 2 \alpha Z_0 \int_{l_t}^{(t - t_i) v_{max}} \left[1 - \left(\frac{l - k}{(t - t_i) v_{max}} \right)^{\frac{1}{r_2}} \right]^{\frac{1}{r_1}} dl \quad \text{si } l_t > k \quad (100)$$

*Achévé d'imprimer
par
le CEA, Service de Documentation et d'Édition Multimédia
Mars 1995*

*DEPOT LEGAL
1er trimestre 1995*



*Édité par
le Service de Documentation
et d'Édition Multimédia
Centre d'Études de Saclay
91191 GIF-sur-YVETTE Cédex (France)*

