



HAL
open science

Effet de l'humidité, de la température et de la fréquence sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7175 T7351

Sarah Saanouni

► **To cite this version:**

Sarah Saanouni. Effet de l'humidité, de la température et de la fréquence sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7175 T7351. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2021. Français. NNT : 2021ESMA0018 . tel-03771729

HAL Id: tel-03771729

<https://theses.hal.science/tel-03771729v1>

Submitted on 7 Sep 2022

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

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

THESE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Mécanique des solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Sarah SAANOUNI

Effet de l'humidité, de la température et de la fréquence sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7175 T7351

Directeur de thèse : Gilbert HENAFF

Soutenue le 14 décembre 2021

devant la Commission d'Examen

JURY

Rapporteurs :

Jean-Yves BUFFIERE, Professeur, INSA Lyon

Xavier FEAUGAS, Professeur, Université de la Rochelle

Examineurs :

Christine BLANC, Professeure, CIRIMAT, INP Toulouse

Jean-Christophe EHRSTROM, Ingénieur expert, Constellium

James T. BURNS, Associate professor, USA, University of Virginia

Thomas BILLAUDEAU, Ingénieur R&T, AIRBUS

Gilbert HENAFF, Professeur, ISAE-ENSMA

Invité.e.s :

Manuel DE ARAUJO, Ingénieur R&T, AIRBUS

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été réalisée au sein de l'Institut Pprime à Chasseneuil-du-Poitou en partenariat avec l'entreprise AIRBUS Operation.

Ces travaux sont le fruit d'un long travail d'équipe. Je tiens donc à prendre le temps d'adresser ici mes remerciements à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de cette thèse.

Mes premiers remerciements vont à l'ensemble des membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'évaluer ces travaux et qui ont largement participé à rendre la discussion enrichissante. Ainsi, j'adresse des remerciements sincères à la présidente de ce jury, Mme. Christine Blanc ainsi qu'aux deux rapporteurs, M. Jean Yves Buffière et M. Xavier Feaugas. J'ai une pensée spéciale pour M. Jean Christophe Ehrstrom qui a tenu à assister à cette soutenance malgré les obstacles mais aussi pour M. Burns qui a accepté malgré le décalage horaire important.

Je souhaite maintenant adresser des remerciements particuliers à mon directeur de thèse, Gilbert Hénaff, qui a très largement contribué au succès de cette étude. En effet, sa bienveillance, sa confiance, sa patience et ses nombreux conseils techniques et scientifiques ont été essentiels à l'aboutissement de ce projet. Un immense merci pour ces trois années de thèse qui m'ont apporté sur tous les plans bien plus que je l'espérais. Merci à Guillaume Benoit qui m'a tout appris sur les aspects expérimentaux des essais de fatigue. Je souhaite aussi remercier Damien Marchand, Séraphin Rémy et Jacques Lefort pour la conception et le développement d'un banc d'essai conçu pour les essais de fatigue à très basses fréquences. Laurent Jouvanneau, merci d'avoir fait le maximum pour toujours pouvoir me fournir mes éprouvettes dans les meilleurs délais. Enfin, cette étude n'aurait pu se faire sans la présence et les conseils de Florence pour les observations et la caractérisation par la microscopie électronique. Ton professionnalisme et ton soutien sans faille ont beaucoup participé à l'achèvement de ce projet. Merci de ne jamais compter tes heures pour apporter ton aide aux doctorants. Je n'aurais pas eu l'opportunité de travailler sur ce sujet si passionnant, sans la confiance de Thomas Billaudeau et Manuel De Araujo. Malgré la distance, votre intérêt, votre suivi ainsi que votre implication dans ces travaux n'a jamais flanché. L'accueil au sein de vos équipes sur site a toujours été très agréable. J'ai évidemment une pensée toute particulière pour Jérôme Rousset qui a toujours fait le maximum pour apporter des éléments très pertinents à l'étude. Enfin, je tiens à souligner l'aide importante des membres du CRT d'Airbus (Centre de Recherche et Technologie). Je remercie donc Francois Pradat et François Bourdin qui nous ont apporté un support et une aide technique quand nous en avions besoin.

L'équipe administrative a aussi contribué à faire de cette thèse une belle aventure. Merci à Brigitte Vigner et Karine Lombard pour leurs bonnes humeurs constantes. Merci aussi à Francine Bayle, pour ces discussions qui égayaient toujours nos journées.

Que serait la préparation d'une thèse sans les doctorants de Pprime ? Et bien ça serait trois années plus compliquées à traverser. Je tiens à remercier du fond du cœur, l'ensemble des doctorants avec qui j'ai vécu cette aventure. Mes premiers remerciements vont aux personnes qui m'ont accueilli dès mon arrivée : Nicolas, Romain, Paul, Francois, Pierre, Alice, Caroline, ... J'ai une pensée toute particulière pour mes collègues devenus des amis et avec qui j'ai partagé mon bureau. Cyril, qui a été là depuis le début, merci pour ta bonne humeur, ta gentillesse et ta justesse surtout ! Ça a toujours été un plaisir de partager la plupart de mon temps ici en ta compagnie et d'avoir quelqu'un

avec qui rigoler quand il le faut. Lucille : la tornade de bonne humeur. Merci pour ta joie, ta présence quotidienne tout simplement, et ton soutien. J'ai été entouré des meilleurs amis. Merci à Coline qui m'a vite rejoint et avec qui j'ai eu le plaisir de partager les mois de rédaction qui ont été agrémentés de retour en ville, de discussions et de rires. Mon petit Sam, j'aurais préféré que tu sois à temps pleins à notre bureau mais sache que chaque jour que tu as passé avec nous a été une vague de plaisir. Tu es vraiment quelqu'un ! ne change pas.

J'ai une pensée toute particulière pour l'ATEM 2018 qui compose les personnes avec qui j'ai commencé cette thèse. Happy merci pour ces nombreux trajets effectués ensemble et nos conversations stimulantes. Prasad, merci d'être là et toujours présent pour les parties d'échec. Prasad you deserve all the best. Un grand merci à Luciana qui a apporté beaucoup de moments de rire que ce soit au travail ou pour partager un bon repas, un apéro et bien sûr un BBQ. Ça a été un bonheur de partager ces trois années avec vous. Clément, merci à toi d'être la personne altruiste que tu es, toujours prêt à donner de ton temps que ce soit pour parler science jusqu'à partager des repas les weekends au labo. Merci d'avoir toujours été là.

Enfin j'ai une pensée pour les doctorants encore en place et qui ont participé à cette bonne ambiance générale. Merci à Guillaume, Maxime, Florent, Quentin, Théotime, Julie, Mélanie, Tiphaine, ...

Les moments en dehors du labo sont tout aussi importants. J'ai une pensée pour mes amies, Lou, Mélanie, Kathleen, Maëva, Marie, Manon et Cookie qui m'ont organisé la plus belle des semaines à l'issue de cette thèse. Merci pour votre présence au quotidien.

Enfin, je souhaite remercier une personne très chère à mon cœur qui m'a accompagné tout au long de cette aventure. Julien, mon binôme de vie, sache qu'il y a beaucoup de toi dans ces travaux. Tu as toujours été là pour m'aider à relativiser dans les moments de doutes et tu as toujours tout fait pour me décharger du reste. Je ne l'oublierai pas. Tu sais tous ce que j'ai en tête et je nous souhaite le meilleur pour le reste de notre vie car tu le mérites.

Je ne pourrai clôturer ces remerciements sans évoquer l'importance de ma famille dans ma vie. Mes chers parents, je vous dédie tout ce que j'ai accompli jusque-là. Merci d'avoir toujours été là et d'avoir été toujours de bons conseils. Ce que je suis aujourd'hui, c'est grâce à vous. Ilyes et Slim, merci d'être les frères que vous êtes, toujours là les uns pour les autres. Je nous souhaite de partager encore très longtemps ces moments de bonheur à chaque retrouvaille. Je vous aime.

Table des matières

Introduction	9
Chapitre I : Etat de l'art	
I.1 Microstructures et propriétés mécaniques des alliages d'aluminium 7XXX.....	15
I.1.1 Principales propriétés microstructurales	15
I.1.2 Effet de la microstructure sur les propriétés mécaniques.....	19
I.2 Fatigue assistée par l'environnement.....	21
I.2.1 La fatigue.....	21
I.2.1.1 Généralités sur la durée de vie en fatigue	21
I.2.1.2 Propagation de fissure	23
I.2.2 Fatigue assistée par l'environnement sous atmosphère gazeuse et sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène des alliages 7XXX.....	28
I.2.2.1 Phase d'amorçage.....	30
I.2.2.2 Phase de propagation de fissure.....	30
I.3 Effets de l'environnement sur le comportement en fatigue des alliages 7XXX	35
I.3.1 Mise en évidence de l'effet d'environnement.....	35
I.3.2 Effet de la vapeur d'eau	40
I.3.3 Effet des basses fréquences	44
I.3.4 Effet des basses températures	47
I.4 Mécanismes de fatigue assistée par l'environnement	50
I.4.1 Mécanismes associés à la vapeur d'eau	50
I.4.1.1 Du transport jusqu'à la réaction de surface	50
I.4.1.2 Propagation assistée par l'hydrogène en pointe de fissure	53
I.4.2 Effet de la vapeur d'eau sous air	55
I.4.3 Influence de la température sur les mécanismes	58
I.4.4 Rôle du taux d'exposition	62
I.5 Bilan de l'état de l'art	66
Chapitre II : Matériau et méthodologie expérimentale	
Introduction	71
II.1 Paramètres environnementaux de l'étude.....	71
II.2 Dispositifs expérimentaux	75
II.2.1 Stratégie expérimentale.....	75
II.2.2 Essais de fatigue	80
II.2.2.1 Développement d'un banc d'essai basses fréquences.....	80
II.2.2.2 Machines et procédure d'essais d'endurance.....	81

II.2.2.3 Machines et procédure d'essai de propagation de fissures.....	81
II.2.3 Techniques de microscopie	84
II.2.3.1 La microscopie à variation focale.....	84
II.2.3.2 La microscopie électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champs (MEB-FEG)	85
II.2.3.3 Microscopie électronique à balayage avec analyse dispersive en énergie (EDS)	86
II.2.3.4 Microscopie par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	86
II.2.3.5 Microscopie électronique en transmission MET.....	87
II.3 Composition chimique et microstructure du matériau.....	88
II.3.1 Composition chimique du 7175 T7351	88
II.3.2 Microstructure de l'alliage 7175 T7351.....	89
II.3.3 Propriétés mécaniques de l'alliage 7175 T7351.....	90

Chapitre III : Résultats expérimentaux sur l'influence de l'environnement

Introduction	95
III.1 Effet de la température	96
III.1.1 Effet de la température sous air à faible pression de vapeur d'eau sur la durée de vie totale	96
III.1.2 Effet de la température sous air à faible pression de vapeur d'eau sur la propagation.....	98
III.1.3 Effet de la température sur le comportement intrinsèque du matériau.....	100
III.2 Effet de l'humidité.....	101
III.2.1 Effet de l'humidité à température ambiante sur la durée de vie totale	101
III.2.2 Effet de l'humidité sur la propagation de fissures	102
III.2.2.1 Effet de l'humidité à température ambiante	102
III.2.2.2 Effet de l'humidité à froid	104
III.3 Effet de la fréquence.....	105
III.3.1 Effet de la fréquence sur la durée de vie	105
III.3.2 Effet de la fréquence sur la propagation	106
III.4 Premières analyses de l'effet combiné de l'environnement par l'ERP	108
III.4.1 Effet de l'environnement par l'ERP sur la DDV	108
III.4.2 Analyse de l'effet de l'environnement sur la propagation de fissures à l'aide du paramètre ERP.....	109
III.5 Bilan intermédiaire sur les effets phénoménologiques de l'environnement sur le comportement en fatigue	110

Chapitre IV : Analyses et discussions des effets de l'environnement sur le comportement en fatigue

Introduction	113
IV.1 Analyses des effets de l'environnement sur l'amorçage.....	113
IV.1.1 Effets de l'environnement sur le matériau nu	113

IV.1.2 Le cas particulier du matériau anodisé	118
IV.2 Analyse des effets de l'environnement sur la propagation des fissures	120
IV.2.1 Effets de l'environnement sur la rugosité des faciès de rupture et conséquences.....	120
IV.2.2 Effets de la teneur en vapeur d'eau dans l'air sur les mécanismes de propagation	129
IV.3 Effets de l'environnement sur la concentration d'hydrogène piégé au voisinage des pointes de fissures	136
IV.4 Bilan intermédiaire : Rôle de l'environnement sur les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures et suggestions de mécanismes de propagation par fatigue assistée par l'air humide	140
Chapitre V : Extension de l'ERP au domaine des très basses fréquences et mécanismes associés	
Introduction	145
V.1 Evaluation de la validité du taux d'exposition ERP à très basse fréquence.....	145
V.2 Analyses de la morphologie des faciès de rupture et du chemin de fissuration à très basses fréquences	149
V.2.1 Morphologie des surfaces de rupture à très basses fréquences.....	149
V.2.2 Effets de l'environnement sur le chemin de fissuration	152
V.3 Effets de l'exposition à l'environnement sur l'activité plastique en pointe de fissures	156
V.4 Compétition oxygène/vapeur d'eau sous air	169
V.5 Bilan sur les mécanismes activés par le couplage environnement-fatigue à basse fréquence	173
Conclusions générales et perspectives	179
Références bibliographiques	182
Annexes.....	192
Liste des figures.....	204
Liste des tableaux.....	214

Introduction

Dans un souci de réduction des émissions polluantes, l'industrie aéronautique s'emploie à alléger les structures des avions sans toutefois compromettre la sécurité des appareils. C'est donc tout naturellement que les alliages d'aluminium élaborés avec des bonnes caractéristiques mécaniques alliées à leur faible masse volumique, sont utilisés dans la construction aéronautique, notamment les alliages de la série 7xxx. Cette nuance d'alliage d'aluminium est largement utilisée dans la construction d'avions, au niveau du cockpit ou encore des cadres du fuselage. Les chargements mécaniques ont diverses origines comme la pressurisation, les manœuvres du pilote, les rafales, les turbulences ou encore les phases de décollage et d'atterrissage. Avant de certifier un avion, un certain nombre d'essais en pyramide, de l'éprouvette de laboratoire jusqu'à la structure complète, doivent être menés comme le montre la Figure 1. En particulier, le matériau doit être caractérisé au travers d'essais de fatigue sur coupons mais aussi sur pièces assemblées.

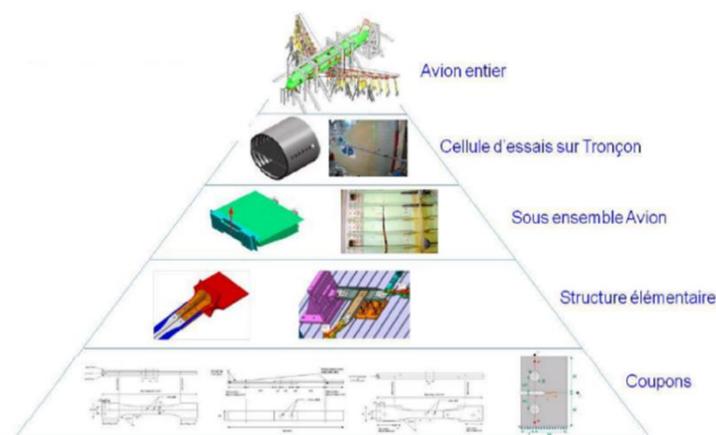


Figure 1: Pyramide des essais de fatigue à mener dans un processus de certification.

La certification de la tenue mécanique en fatigue est démontrée par une analyse étayée d'essais avec prise en compte de coefficients dispersifs garantissant la sécurité de l'avion. Les pièces testées doivent être capables de résister aux charges répétées à amplitude variable pendant la durée de vie annoncée sans amorçage de fissure : c'est le principe de dimensionnement en « Durée de Vie Sûre » (« Safe Life »). Néanmoins, les pièces critiques sont également justifiées en tolérance aux dommages. Dans ce cadre, le constructeur démontre par calcul qu'un défaut pré-existant ne se propagera pas jusqu'à rupture (taille critique) entre 2 inspections. Les pièces sujettes aux apparitions de fissures sont contrôlées à une durée de vie bien spécifique.

L'un des principaux enjeux des constructeurs aéronautiques est l'**amélioration du niveau de confiance des prévisions de la durée de vie** de certaines pièces d'avion susceptibles d'être le siège d'amorçage de fissures sous chargements cycliques. Le but final est de minimiser le nombre de contrôles sur ces pièces sans risque d'amorçage de fissure.

L'amélioration du niveau de confiance pour la prédiction des durées de vies des pièces passe également par la reconstitution de l'histoire de chargement. En effet, en plus du nombre de vols réalisés par un avion, il faudrait pouvoir retracer son histoire d'exposition environnementale compte tenu des effets de l'environnement constatés sur la tenue en fatigue. Aujourd'hui, à l'aide de capteurs performants installés au plus proche des pièces d'intérêt, il est désormais possible de

remonter à des grandeurs comme la température de la structure, l'humidité relative environnante en fonction de l'altitude à différentes phases d'un vol (Figure 2). Ces données permettent donc d'associer les chargements mécaniques et environnementaux subis par différentes pièces de l'avion pendant un vol.

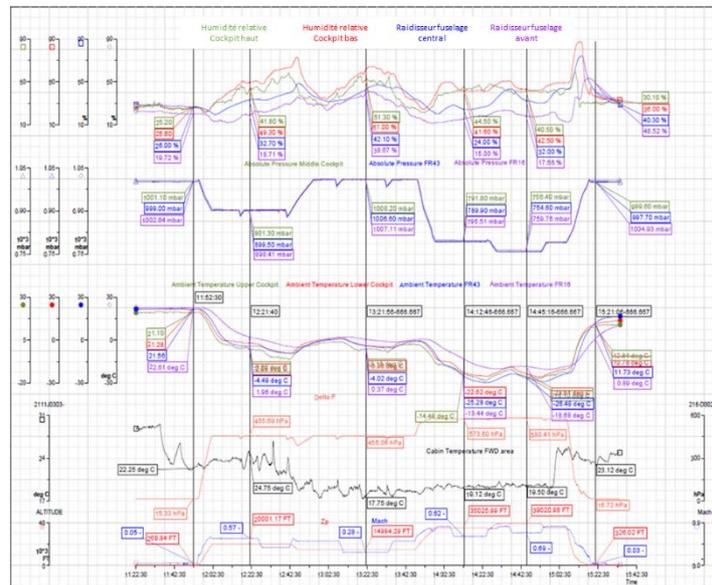


Figure 2: Enregistrement de l'humidité relative, de l'humidité absolue, de la température ambiante et de l'altitude à différentes phases d'un vol de 4 heures à quatre endroits spécifiques d'un A320 : en haut et en bas du cockpit, sur le raidisseur fuselage avant et sur le raidisseur fuselage central.

Diverses études ont porté sur l'effet de l'humidité [1], de la température [2] et de la fréquence [3] ainsi que les effets combinés de ces paramètres [4] sur l'amorçage et la propagation de fissures de fatigue dans des alliages d'aluminium 7XXX.

Elles ont montré que **l'augmentation totale ou partielle de la pression de vapeur d'eau $P(H_2O)$ a un effet délétère sur la résistance à la propagation**, alors que **la diminution de la température accompagnée d'une diminution de la pression de vapeur d'eau $P(H_2O)$ se traduit par une résistance plus élevée à la propagation de fissures de fatigue** [4].

Par ailleurs, de nombreux auteurs ont mis en évidence que **la diminution de la fréquence des sollicitations cycliques** (i.e. une augmentation de la période des cycles) **provoque une diminution de la durée de vie**. Cet effet délétère est attribué à l'augmentation du temps d'exposition des surfaces fissurées qui provoquerait une dégradation des propriétés locales du matériau et donc une augmentation de la durée de vie totale d'une pièce mais aussi de la vitesse de fissuration [3], [5]. Néanmoins, il est important de souligner que les fréquences utilisées pour ces études sont en général bien supérieures à celle représentative d'un cycle avion.

Ainsi, on comprend bien que l'évolution des conditions environnementales évoqués ont des effets antagonistes sur le comportement en fatigue des alliages d'aluminium.

L'objectif principal de cette étude consiste à évaluer **l'effet des principaux paramètres environnementaux cités ci-dessus et l'effet combiné de la température, de l'humidité ambiante ainsi que des faibles fréquences sur la tenue en fatigue de l'alliage 7175 T7351**, alliage de la série 7XXX le plus utilisé par l'industrie aéronautique.

Cette étude est aussi l'opportunité d'**éprouver un paramètre d'équivalence** qui permettrait de relier le comportement à basse fréquences à des données obtenues à plus haute fréquences. Si l'on associe la durée d'un vol à un temps d'un cycle de sollicitation, l'utilisation d'un tel paramètre

pourrait surtout permettre de simuler des temps d'exposition importants à l'aide d'un taux d'exposition aussi important mais beaucoup moins coûteux en temps d'essai.

C'est pour tenter d'apporter des éléments de réponses à ces différentes questions que les travaux présentés dans ce manuscrit ont été entrepris en partenariat entre l'institut Pprime de l'ISAE-ENSMA de Poitiers et Airbus Operations (groupe Airbus).

Ce manuscrit est structuré en cinq chapitres.

Le premier chapitre s'attache à établir un état de l'art qui décrit successivement la microstructure et les principales propriétés des alliages 7XXX, ainsi que des généralités sur la fatigue assistée par l'environnement sous atmosphère gazeuse. La suite du chapitre met l'accent sur l'effet phénoménologique de chaque paramètre environnemental sur la tenue en fatigue des alliages 7XXX. Par la suite les principaux mécanismes mis en jeu par chacun de ces paramètres environnementaux sont brièvement décrits. Enfin, ce chapitre permet de mettre en avant le rôle des composants présents sous air, notamment l'effet sur l'humidité contenue dans l'air, et s'attache à évaluer l'effet du taux d'exposition à travers diverses études.

Le deuxième chapitre expose la **stratégie adoptée** pour évaluer l'effet de l'humidité sous air, de la température et de la fréquence sur le comportement en propagation de l'alliage de l'étude. Pour cela, la matrice des essais à réaliser, les équipements utilisés pour conduire ces essais sous environnements ainsi que les outils techniques pour les analyses seront présentés. Pour terminer, une caractérisation du matériau de l'étude sera présentée.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus, en se focalisant sur la mise en évidence des phénomènes observés pour les **différents paramètres environnementaux et leurs effets sur la durée de vie et sur la cinétique de propagation des fissures**. Les résultats présentés dans cette partie reprendront les essais réalisés pour une plage de fréquence de 10^{-2} Hz à 10Hz.

Le quatrième chapitre illustre et discute l'ensemble des analyses complémentaires réalisées sur les éprouvettes pour tenter d'associer aux phénomènes observés au chapitre 3 un mécanisme. Pour cela, les faciès de rupture font l'objet d'analyses fines, notamment pour évaluer l'effet de l'environnement sur la rugosité des surfaces et sur les modes et mécanismes impliqués dans la propagation. L'effet du taux d'humidité sous air sur la concentration d'hydrogène piégé est aussi traité. Cette partie reprendra l'ensemble des **résultats des analyses** réalisées dans le but d'avoir un maximum d'éléments qui permettront de proposer les premières pistes de **mécanismes induits par l'environnement** sur l'amorçage mais surtout sur la propagation des fissures dans l'alliage étudié.

Enfin, le cinquième chapitre vise à vérifier si une très faible fréquence de sollicitation (typiquement 10^{-4} Hz) n'entraîne pas de dégradation additionnelle de la résistance de la fissuration de l'alliage 7175 T7351. Il vise aussi à évaluer la robustesse d'un paramètre représentatif du taux d'exposition comme paramètre fiable d'évaluation de sensibilité à l'environnement. L'évaluation de l'effet combiné de la fatigue et du taux d'exposition à l'environnement sur l'activité plastique en pointe de fissure permettra de proposer un mécanisme responsable de l'évolution de la résistance à la prorogation de fissure. Les essais étant réalisés sous air, l'effet d'atténuation de l'effet de la vapeur d'eau par l'oxygène sera testé. Enfin, un bilan permettra de reprendre tous les éléments utiles à la proposition d'un mécanisme responsable de la diminution de la résistance à la fissuration constaté avec l'augmentation du taux d'exposition.

Le manuscrit se termine par un bilan dans lequel les principaux résultats sont rappelés et mis en lumière dans le but de conclure quant au rôle de l'effet combiné de l'humidité dans l'air, la température et des très basses fréquences et de la viabilité d'un paramètre représentatif d'un taux d'exposition à très basses fréquences qui permettront de proposer les mécanismes mis en jeux dans ces conditions. Des perspectives seront également données.

Chapitre I : Etat de l'art

I.1 Microstructures et propriétés mécaniques des alliages d'aluminium 7XXX

I.1.1 Principales propriétés microstructurales

Les alliages d'aluminium sont très présents dans l'industrie spatiale et aéronautique. L'avion A320, le plus commercialisé d'Airbus, est ainsi composé de 60% d'alliages d'aluminium des séries 2XXX, 6XXX et 7XXX. Le choix de l'aluminium (avec une densité=2,7g/cm³) se justifie par une garantie de réduction de poids et une bonne conductivité thermique et électrique. Néanmoins des éléments chimiques doivent être ajoutés à l'aluminium afin d'améliorer les propriétés mécaniques encore trop faibles pour avoir une bonne résistance mécanique. En effet, les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont bien plus faibles que celles de l'acier avec une limite d'élasticité de l'ordre de 600 MPa pour l'acier contre environ 7 à 11 MPa pour un aluminium pur.

Les alliages d'aluminium de la série 7000 (Al-Zn-Mg(-Cu)) présentent une limite d'élasticité presque deux fois plus élevée que la série 2000 (Al-Cu) au prix d'une résistance à la corrosion bien moins bonne, notamment pour les alliages Al-Zn-Cu-Mg. L'ajout d'éléments tels que le zinc, le magnésium et le cuivre à l'aluminium permet la précipitation de phases durcissantes par traitements thermiques et entraîne ainsi une amélioration sensible des propriétés mécaniques de l'alliage [6] au détriment de la résistance à la corrosion.

En effet, l'aluminium pur présente une structure cristallographique cubique face centrée (CFC) qui permet une activation de nombreux systèmes de glissement à l'origine de l'écoulement plastique et se traduisant par une ductilité élevée. L'ajout d'autres éléments chimiques permet d'augmenter le nombre d'obstacles à la mobilité des dislocations et ainsi améliorer la résistance mécanique au détriment de la ductilité. Néanmoins, ces éléments d'addition affectent aussi le comportement électrochimique de l'alliage ainsi que sa sensibilité à la corrosion [7],[8]. Les autres éléments mineurs ajoutés à l'élaboration de l'alliage (teneur <1%), tels que le chrome, le zirconium ou encore le manganèse, permettent d'obtenir des bonnes propriétés de mise en forme telles que la coulabilité ainsi que la recristallisation, ce qui impacte fortement les propriétés mécaniques finales de l'alliage. On retrouve aussi en quantité infime du fer et du silicium. En effet, l'aluminium est obtenu à partir de la bauxite d'où est extrait l'oxyde d'aluminium, l'alumine Al₂O₃. Cet oxyde subit alors une réduction électrolytique en sel fondu qui donne le métal pur d'aluminium. Le fer et le silicium proviennent de cette bauxite qui contient aussi environ 10% d'oxyde de fer et 5% de silice. Aussi les outils des procédés de mise en forme peuvent grandement modifier la composition locale de l'alliage à travers des effets de ségrégation sous l'effet des grandes déformations plastiques et des traitements thermiques.

Plus spécifiquement, les alliages 7XXX utilisés en aéronautique sont corroyés et subissent de ce fait de nombreuses étapes de traitements thermomécaniques complexes illustrés en Figure I. 1. On peut regrouper chacune de ces étapes en deux phases importantes. Une phase de mise en forme souhaitée de la tôle et une autre dédiée au traitement de durcissement structural qui aura pour but de donner les propriétés mécaniques souhaitées au matériau [9].

Suite à la coulée de l'alliage, une étape d'homogénéisation est appliquée, qui consiste à maintenir ce dernier à une température assez élevée (entre 460°C et 475°C) pendant un temps assez important de manière à dissoudre un maximum de phases solubles. Suite à cela, le matériau va être mis en forme, ici sous forme de tôle par des opérations successives de laminage. Celle-ci est laminée entre deux rouleaux de manière à obtenir une épaisseur souhaitée. C'est le sens de laminage de cette étape qui va déterminer la texture morphologique et cristallographique de la tôle. En effet, avant laminage, les grains ont une forme équiaxée comme l'illustre la Figure I. 2(b) puis s'allongent sous l'effet du laminage dans une direction privilégiée (sens du laminage) pour avoir une forme dite de «pancakes» illustrée sur la Figure I. 2(a).

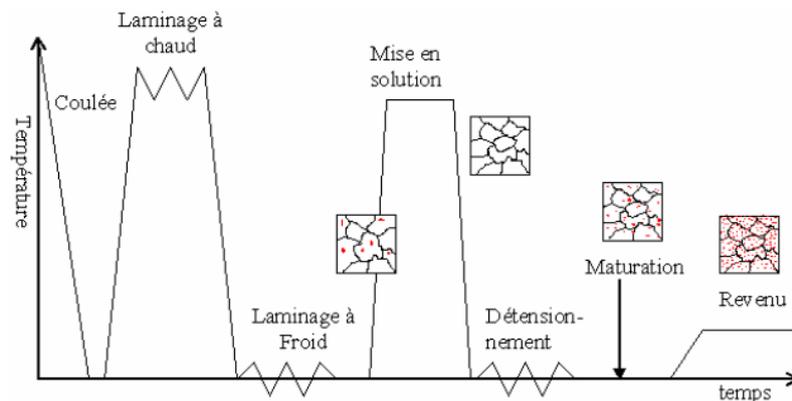


Figure I. 1: Chronologie des traitements thermiques à durcissement structural des alliages 7XXX [10]

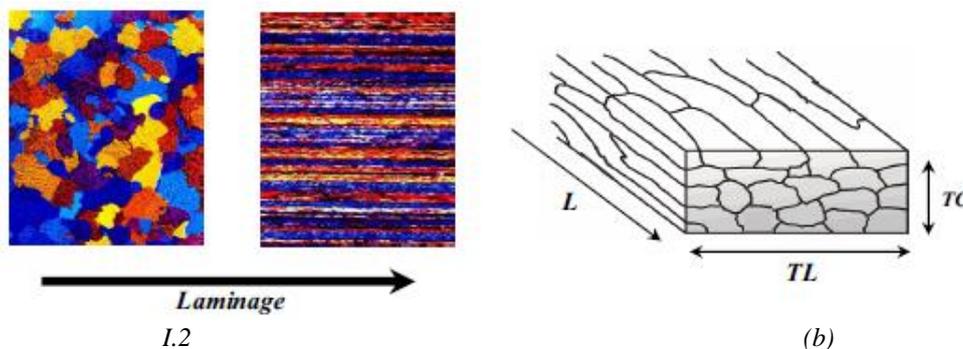


Figure I. 2: Schéma représentant l'effet du laminage sur la microstructure des grains (a), et (b) schéma de la microstructure d'une tôle laminée dans le sens de laminage L , dans le sens transverse-long (TL) et dans le sens transverse-court (TC).

Une fois la mise en forme réalisée, vient le traitement thermique afin d'améliorer considérablement les propriétés mécaniques du matériau. Les dénominations des traitements thermiques à durcissement structural sont normalisées. Le premier chiffre après le T correspond aux traitements thermiques listés ci-dessous.

- T3 correspond à mise en solution suivi d'une trempe, d'une déformation à froid et d'une maturation. La déformation à froid conditionne les propriétés finales obtenues ;
- T4 correspond à une mise en solution suivi d'une trempe, d'un planage ou détensionnement et d'une maturation. La déformation à froid étant généralement faible et ne conditionne pas les propriétés finales obtenues ;

- T6 correspond à une mise en solution suivi d'une trempe, d'un planage ou détensionnement et d'un revenu au pic. La déformation à froid étant généralement faible et ne conditionne pas les propriétés finales obtenues ;
- T7 correspond à une mise en solution suivi d'une trempe, d'un planage ou détensionnement et d'un sur-revenu au-delà du pic de dureté. La déformation à froid étant généralement faible et ne conditionne pas les propriétés finales obtenues ;
- T8 correspond à une mise en solution suivi d'une trempe et d'une déformation à froid et se termine par un revenu. La déformation à froid conditionne les propriétés finales obtenues ;

Les chiffres suivants eux correspondent à l'état du produit. L'état T79 est le moins sur revenu et T73 très sur-revenu. Au fur et à mesure du sur-revenu, la résistance à la corrosion des 7000 s'améliore. Pour les tôles épaisses, la trempe peut être moins efficace car la vitesse de refroidissement est plus lente à cœur, mais cela peut être rattrapé en optimisant la nature et la température du liquide de trempe.

Nous allons maintenant nous attacher à décrire brièvement comment le traitement thermique influe sur la microstructure.

Après la coulée, il se forme des dendrites de la phase α (riche en aluminium) lors de la solidification, tandis que les autres éléments ségrégent dans les zones interdendritiques. A la fin de cette étape, le matériau est encore bien trop hétérogène [11].

Comme dit précédemment, la tôle est mise en solution entre 450°C et 475°C dans le but d'homogénéiser la distribution des éléments. La Figure I. 3 présente un diagramme d'équilibre de phases schématisé qui illustre l'intérêt de l'étape d'homogénéisation.

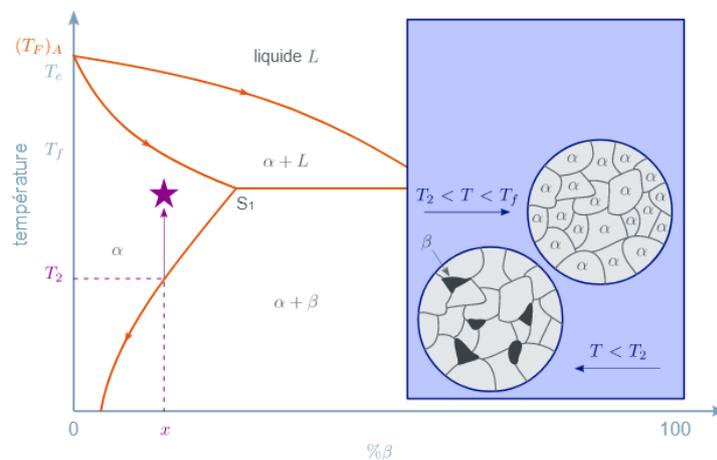


Figure I. 3: Schéma du diagramme d'équilibre générique pour le durcissement [12]

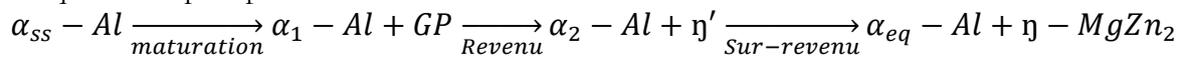
Durant la mise en solution, l'alliage est porté à une température au-dessus du solvus (T_2), au-delà de laquelle les précipités grossiers se dissolvent dans la matrice grâce à la diffusion. On obtient alors une solution solide monophasée α . Cette étape du traitement permet aussi d'augmenter la concentration de lacunes favorables à une précipitation ultérieure [13].

Suite à l'homogénéisation, l'alliage subit un refroidissement rapide (trempe) jusqu'à température ambiante pour assurer la formation d'un état monophasé métastable composé d'éléments d'addition en solution solide et d'importantes quantités de lacunes. L'étape de dimensionnement qui consiste en une faible déformation par traction dans le sens du laminage de la tôle, permet de diminuer les contraintes résiduelles.

Cette phase du matériau jusqu'alors métastable va ensuite évoluer : c'est la phase de maturation. Elle se caractérise par la décomposition de la solution solide sous forme d'amas au niveau des nœuds du réseau, les zones de Guinier-Preston (GP). Issues de la décomposition de la solide α_{ss} -Al, elles sont saturées en Zn et Mg, sphériques avec un rayon compris entre 1 et 2 nm (Figure I. 4), une fraction volumique de l'ordre de 1% ([14],[11],[15]). Elles ont la particularité d'être cohérentes avec la matrice et cisillables par les dislocations [16].

Une autre étape de revenu, après maturation, permet de modifier la taille, la nature ainsi que la fraction volumique des précipités. Cette étape participe surtout à la décomposition de la solution solide sursaturée par dissolution des zones GP et la précipitation des phases stables et métastables. En effet, développer la précipitation améliore non seulement les propriétés mécaniques du matériau mais améliore également la ténacité et la tenue en corrosion dans le cas d'un sur-revenu (au-delà du pic de dureté T6).

La séquence de précipitation est décrite comme suit :



où α_{ss} est une solution solide sursaturée, α_1 et α_2 des solutions solides à l'état intermédiaire et enfin α_{eq} est la solution solide à l'équilibre. La phase η' métastable (qui apparaît entre 120°C et 190 °C) est la phase principale de durcissement où l'on a le pic de dureté. Cette phase peut être cohérente ou semi-cohérente avec la matrice selon sa taille et se caractérise par une forme en plaquette selon les plan (111) [14]. Certaines études ont déterminé la nature de cette phase η' durcissante comme étant composée de 20%Al-55%Zn-25%Mg [17] mais la composition exacte semble tout de même très difficile à déterminer. En effet, les travaux de Ringer et al. ont montré que la chimie des précipités varie tout au long du revenu [18].

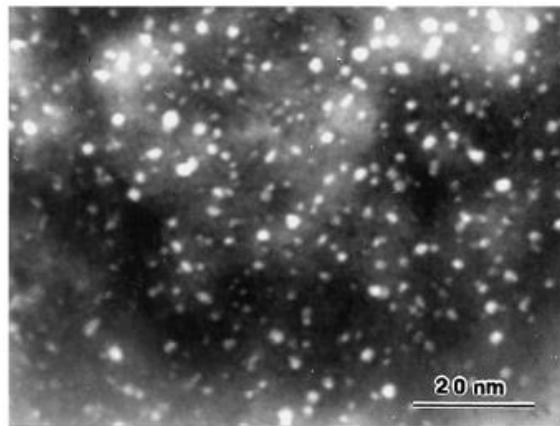


Figure I. 4: Image en champ clair des zones GP selon l'axe [001] d'un alliage Al-Zn-Mg [16]

Au cours du revenu, la phase η' se transforme en une phase stable η de composition proche de $MgZn_2$ et de $MgZnCu$ [19]. La taille de ces précipités croît et ainsi la phase η perd sa cohérence avec la matrice d'aluminium ce qui induit une sorte « d'adoucissement » du matériau.

La microstructure des alliages 7XXX présente aussi des particules appelés dispersoïdes. Ces derniers sont issus de la précipitation dispersée d'éléments à faible solubilité lors de l'homogénéisation tels que Mn, Cr ou encore Zr. L'ajout de ces éléments dans l'alliage permet de réduire le taux de recristallisation durant les étapes de traitement thermomécaniques qui vont suivre [20].

Enfin on retrouve aussi dans la microstructure des alliages 7XXX de grossières particules d'intermétalliques composés de fer et de silicium, en très faible quantité. Ces particules se forment lors de la coulée et sont brisées lors de l'étape de laminage. Leur présence influence fortement la tenue en fatigue et en fatigue-corrosion en facilitant la phase d'amorçage [21]. En effet, elle peut dégrader la résistance à la corrosion en modifiant les propriétés électrochimiques et générant donc des sites préférentiels d'amorçage de corrosion et de microfissures en surface.

Concernant la microstructure au niveau des joints de grains, des travaux ([22],[23]) ont montré que si la vitesse de trempe est suffisamment faible, des précipités intergranulaires peuvent coalescer et appauvrir localement la matrice au voisinage des joints de grains comme l'illustre la Figure I. 5. On appelle ces zones de PFZ (Precipitate Free Zone). L'origine de ces PFZ est associée à deux phénomènes qui sont :

- L'appauvrissement en lacunes au niveau des joints de grains, qui empêcherait la germination homogène d'avoir lieu ;
- L'appauvrissement en soluté. En effet, si un gradient de concentration en soluté est provoqué par une précipitation hétérogène de phases d'équilibre au niveau de joints de grains, alors les zones appauvries ne pourront pas donner lieu à une germination homogène des précipités.

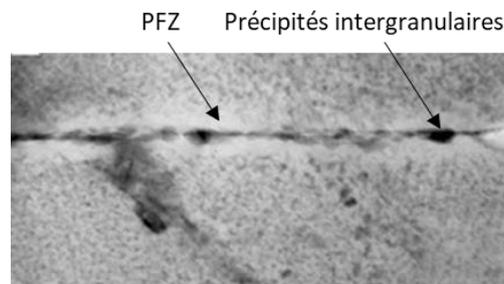


Figure I. 5: Image MET de la microstructure au niveau d'un joint de grain d'un alliage Al-Zn-Mg-Cu à l'état T651 [23]

En outre le traitement thermique influence beaucoup de paramètres microstructuraux comme la taille des grains (recristallisation), la morphologie des grains, la fraction volumique des précipités ainsi que leurs distributions. Dans le cas d'un alliage 7046 par exemple, il semblerait que l'état T4 présente des précipités intergranulaire ($MgZn_2$) et des zones GP dans la matrice tandis que dans le cas d'un sur revenu d'une durée de 20h (T7), la microstructure se compose des mêmes précipités intergranulaires mais plus gros et présente des PFZ.

I.1.2 Effet de la microstructure sur les propriétés mécaniques

Le durcissement structural a pour but de limiter le mouvement des dislocations responsables de la déformation plastique des matériaux. En effet, les précipités forment des obstacles aux mouvements des dislocations qui bloquent l'activation des bandes de glissement, rendant ainsi difficile le mouvement des dislocations, et donc améliorent la résistance mécanique de l'alliage d'aluminium.

Dans le cas où une dislocation en mouvement est bloquée par un obstacle (un précipité), deux scénarii sont possibles comme montré sur le schéma de la Figure I. 6. Le cisaillement d'un précipité par une dislocation ne survient que si la taille du précipité n'est pas suffisamment importante et si ce dernier n'est pas cohérent avec la matrice (précipités faibles). Quand les précipités atteignent

une taille suffisante pour résister aux dislocations, on parle de précipités « forts » et le mécanisme de contournement par boucle d'Orowan devient alors prédominant ([24],[25]). Après franchissement d'un précipité, la dislocation laisse une boucle qui sépare la partie non cisailée du précipité et la partie cisailée de la matrice.

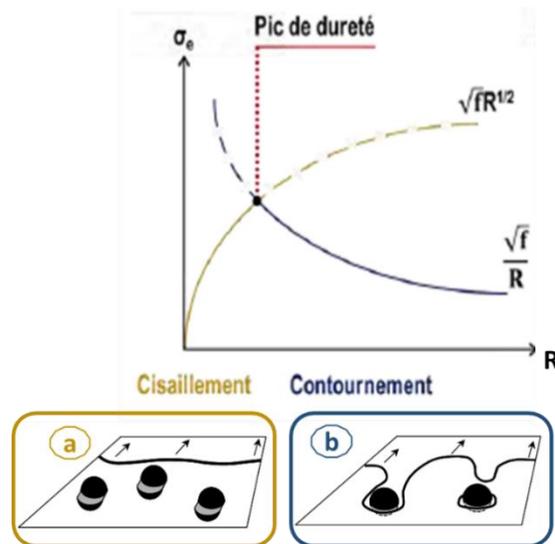


Figure I. 6: Graphique représentant l'évolution de la contrainte limite d'élasticité en fonction du rayon des précipités pour a) Cisaillement des précipités par les dislocations, b) Contournement des précipités par mécanisme de boucle d'Orowan [25]

La courbe de la Figure I. 6 illustre la variation de la limite d'élasticité en fonction du rayon des précipités en lien avec le changement de mécanisme de franchissement des dislocations. Il semble que plus le rayon est faible, plus les dislocations sont en capacité de cisailer les précipités. Jusqu'à une taille de précipité spécifique, l'augmentation du rayon des précipités s'accompagne d'une augmentation de la limite élastique du matériau. A partir d'une certaine taille, correspondant au pic de dureté, les dislocations ne sont plus en mesure de cisailer les précipités et contournent ces derniers. Une augmentation de la taille des précipités s'accompagne d'une diminution de la limite d'élasticité.

Comme pour tout mécanisme physique, le mécanisme opérant sera toujours celui qui nécessite le moins d'énergie, donc qui nécessitera une moindre contrainte à exercer sur les dislocations. Il est classiquement considéré que le pic de dureté correspond à la transition de ces mécanismes, les propriétés mécaniques du matériau sont optimales.

Il existe d'autres mécanismes pouvant permettre le durcissement d'un alliage d'aluminium comme la présence d'atomes en solution solide, l'écroutissage suite à des sollicitations mécaniques ou encore le durcissement dû aux joints de grains.

Enfin, il est important de préciser que les tôles laminées présentent généralement de fortes hétérogénéités de propriétés mécaniques mais aussi de corrosion dans l'épaisseur de celle-ci. En effet, en fonction de l'épaisseur de la tôle, un gradient de taille de grains, plus au moins important, peut être causé par un gradient thermique présent pour les différentes étapes des traitements thermomécaniques. Ce gradient thermique impacte aussi la précipitation de phases durcissantes. Par exemple durant la trempe, si cette dernière est trop lente au cœur de l'épaisseur de la tôle, les éléments tels que le zinc et le magnésium ont plus de temps pour diffuser et ainsi précipiter aux joints de grains. Ce phénomène diminue donc la précipitation durcissante intragranulaire et sensibilise les joints de grains à la corrosion notamment.

Pour en revenir à l'effet du laminage sur les propriétés mécaniques du matériau et comme l'illustre la Figure I. 7, selon le sens de prélèvement des éprouvettes dans une tôle laminée, ces dernières présentent une microstructure spécifique et ont donc propriétés mécaniques sensiblement différentes.

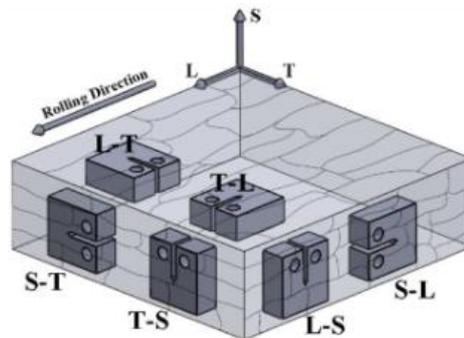


Figure I. 7: Schéma de prélèvement des éprouvettes dans les différentes directions d'une tôle laminée : sens de laminage L, sens transverse long T et sens transverse court S [26]

Les différences de propriétés mécaniques sont toutefois relativement limitées. Par exemple, la dureté d'un alliage 7075 varie à peine entre 150 et 160 HBS pour les directions respectives L-T et S-T [27]. Il en est de même pour la ténacité à la rupture en déformation plane, dans le cas d'un alliage 7075 T735 qui vaut $33.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ dans la direction L-T contre $31.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ dans la direction T-L et $22.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ dans la direction S-L [28].

Pour résumer, les phases de durcissement (η' et $\eta\text{-MgZn}_2$) contribuent fortement à l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage. Néanmoins, l'évolution microstructurale avec la présence de plus au moins grosses particules (Fe, Si, Cu) peuvent dégrader la résistance à la corrosion puisque ces dernières modifient les propriétés électrochimiques de l'alliage. En effet, les impuretés telles que le fer, le silicium ou le cuivre peuvent constituer des sites préférentiels d'amorçage de corrosion.

I.2 Fatigue assistée par l'environnement

Depuis les années 1910, des études ont été menées sur l'effet néfaste de la combinaison d'un chargement mécanique cyclique et d'une exposition à un environnement actif sur la durée de vie en fatigue d'alliages métalliques. Ce type d'interaction s'inscrit dans le cadre plus généralement de la fatigue-corrosion, notamment de ce qui est parfois appelé « fatigue-corrosion pure » [29].

Afin d'appréhender au mieux le sujet, il semble nécessaire de rappeler brièvement les fondamentaux de la fatigue. Par la suite nous nous focaliserons sur le cas particulier de la Fatigue Assistée par l'Environnement sous environnement gazeux en passant en revue les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure.

I.2.1 La fatigue

I.2.1.1 Généralités sur la durée de vie en fatigue

L'endommagement par fatigue engendré par des sollicitations mécaniques cycliques représente une réelle menace pour l'intégrité des pièces de structures. Un grand nombre de défaillances mécaniques

proviennent de la fatigue, responsable d'amorçage et de propagation de fissures qui finissent par provoquer la ruine totale du composant. La rupture par fatigue d'une pièce est un mode de rupture par fissuration progressive cycle après cycle où l'on peut distinguer l'amorçage de la fissure de sa propagation et enfin de sa rupture finale. En examinant un faciès de rupture par fatigue à l'échelle macroscopique on distingue généralement trois zones distinctes :

- Une zone d'amorçage qui se produit généralement surface ;
- Une zone « lisse » qui correspond à la région de propagation de la fissure sous l'action de la sollicitation cyclique (i.e. propagation stable) ;
- Une zone plus rugueuse caractéristique d'une rupture ductile qui correspond à la rupture instantanée par arrachement (i.e. propagation instable).

La durée de vie d'une pièce en fatigue est définie par le nombre de cycles à rupture N_r . Il est très souvent admis qu'en endurance, la durée de vie totale est très souvent dominée par la phase d'amorçage.

En 1870, les travaux de Wöhler ont mis en évidence le rôle prédominant du caractère cyclique du chargement sur la résistance à la fatigue. Cette relation est traduite par une courbe d'endurance ou courbe de Wöhler (voir Figure I. 8). La tendance vers une asymptote horizontale de cette courbe d'endurance aux faibles amplitudes de chargements indique l'existence d'une contrainte limite d'endurance σ_D en dessous de laquelle la durée de vie est, sinon illimitée, du moins très grande par rapport aux durées de vie visées.

Sur cette courbe de Wöhler on distingue alors

- (i) Le domaine de fatigue oligocyclique : ($N_r < 10^5$ cycles) : il correspond à des sollicitations de fortes amplitudes provoquant des déformations irréversibles (plastiques ou viscoplastiques) non négligeables qui se cumulent durant un nombre fini de cycles ($< 10^5$) de charge provoquant la rupture ; Mendez et al. [30], [31], montrent que dans ce domaine, l'amorçage se fait en surface au niveau des joints de grains et s'expliquerait par un processus de bandes persistantes de glissement par le mécanisme dit d'extrusion-intrusion.
- (ii) Le domaine d'endurance pour des durées de vie intermédiaires ;
- (iii) Le domaine de fatigue illimitée ($N_r > 10^6$ cycles) sous sollicitations de faibles amplitudes ne donnant pas lieu à des déformations irréversibles macroscopiques significatives et pouvant conduire à une rupture dépassant largement les 10^6 cycles et pouvant aller au-delà de 10^{10} cycles.

En plus de l'amplitude de la contrainte appliquée, plusieurs paramètres influencent le comportement en fatigue du matériau comme le rapport R entre la valeur minimale et maximale de la charge appliquée au cours d'un cycle, le chargement moyen, la nature de l'amplitude (constante ou variable), la fréquence de sollicitation, la multiaxialité du chargement, l'environnement, l'état de surface et les variabilités métallurgique des matériaux.

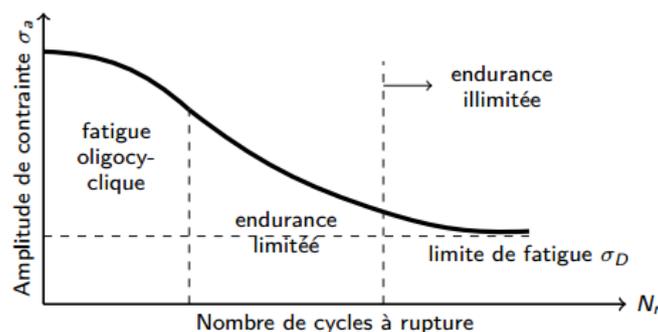


Figure I. 8: Représentation schématique d'une courbe d'endurance ou de Wöhler

Dans les métaux, l'amorçage d'une fissure de fatigue est généralement issu de la plasticité qui localise sur des grains localisés en surface (fatigue oligocyclique) au niveau de concentrations locales type joints de grains, à proximité d'un précipité « dur » ou encore à proximité d'un oxyde (fatigue à grand nombre de cycles). En effet, les travaux de Gupta et al. [21] ou encore de Patton et al. [32] sur un alliage de la série 7XXX dans des états T6 et T7 révèlent un amorçage préférentiel sur les particules débouchant en surface de type Al_7Cu_2Fe dans le cas d'un 7010 T6. L'amorçage de fissure est aussi particulièrement dépendant de l'état de surface du matériau. En effet les défauts de surface peuvent devenir des concentrateurs de contraintes qui peuvent conduire à l'amorçage et du multi amorçage. Les alliages de la série 7XXX anodisé, qui subissent donc en amont une étape de décapage, sollicité en fatigue voit l'amorçage de fissure se faire sur les zones de dissolution de particules d'intermétalliques ou alors les zones de dissolution de la matrice autour des particules [33] [34]. Ces phénomènes sont les résultats de la présence de piqures de corrosion induites par la phase de décapage.

Une fois une microfissure formée, elle se propage d'abord à 45°C environ, par rapport à la direction de la sollicitation puis finit par s'orienter perpendiculairement à la direction principale de la sollicitation.

I.2.1.2 Propagation de fissure

Les essais de propagation de fissures de fatigue ont pour objet de déterminer la variation de la vitesse de fissuration da/dN (en m/cycle), que l'on trace sur un diagramme bi logarithmique en fonction de l'étendue de variation du FIC (Facteur d'Intensité de Contrainte) noté ΔK en $MPa \times \sqrt{m}$ en mode I suivant la proposition originale de Paris et al. [35] moyennant l'hypothèse de plasticité « confinée ».

Il existe pléthore de modèles de propagation de fissures pour divers matériaux sous diverses sollicitations mais le premier modèle empirique de propagation de fissure de fatigue est le modèle de Paris [35] représenté en Figure I. 9, et qui s'écrit sous la forme:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (1)$$

Où C et m sont deux paramètres caractéristiques du matériau. Le tracé de cette équation puissance dans un diagramme Log-Log est une droite comme l'indique la région B de la Figure I. 9. Par conséquent, ce modèle ne permet pas de décrire les parties non linéaires (régions A et C de la Figure I. 9). La région A est connue pour être particulièrement dépendante de la microstructure, du chargement moyen et de l'environnement. Cette dernière est plus sujet à débat scientifique à cause de la faible zone de propagation par rapport aux échelles des constituants microstructuraux. La Région C correspond à l'instabilité finale de la fissure traduisant une croissance rapide de la vitesse de propagation entraînant la rupture finale (en général dynamique) de l'éprouvette pour une valeur critique du FIC liée à la ténacité du matériau.

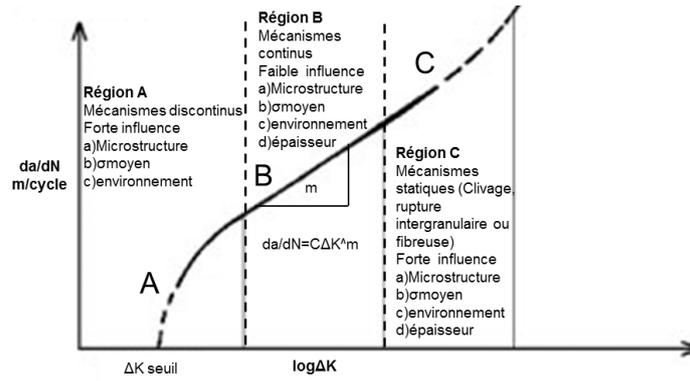


Figure I. 9: Représentation schématique des trois régions de la courbe da/dN en fonction de ΔK et principaux facteurs d'influence

Un autre aspect doit être pris en compte en propagation de fissures sous sollicitations cycliques : c'est l'effet du rapport de charge. En effet, plus le rapport de charge $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$ est faible et plus les cinétiques de propagation mesurées sont importantes. Cela a permis de mettre en évidence l'existence de phénomènes de fermeture de fissures pour des faibles valeurs de R .

Elber [36], dans les années 1970, a démontré l'existence du phénomène de fermeture partielle en pointe de fissure durant une partie d'un cycle appliqué en traction et a proposé un modèle de correction de l'étendue de variation du FIC. Les contraintes internes dans la petite zone plastique en pointe de fissure peuvent perturber l'ouverture totale de la fissure dès le début du cycle de charge. Dans ce cas, la fissure est fermée ($\dot{a} K_{\text{clos}}$) et il n'y a plus de singularité en pointe pour permettre l'avance de fissure. La fissure ne pouvant de propager lorsque cette dernière est ouverte, il est donc nécessaire de réajuster le calcul du FIC à la contrainte où la fissure est ouverte. Comme le montre la Figure I. 10, on peut donc corriger $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ qui surestime la force motrice nécessaire à l'avancée de fissure par ΔK_{eff} . Cette dernière correspond à la force motrice réelle et suffisante permettant l'avancée de fissure. Son amplitude est donc moins importante et définie par $\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} - K_{\text{op}}$ où K_{op} est la valeur du FIC à appliquer pour ouvrir totalement la fissure.

Dans le cas de d'un alliage 7175 T651, Clerivet et al. [37] ont proposé une relation pour rendre compte de la variation de la fermeture avec le rapport de charge et en fonction de l'environnement. La fermeture de fissure peut être induite par la plasticité, oxydation ou encore par rugosité.

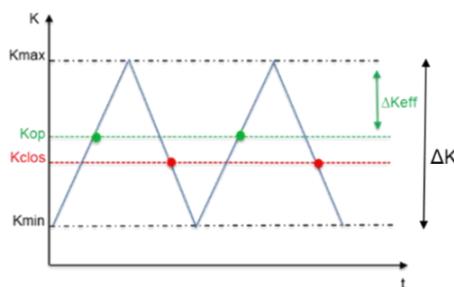


Figure I. 10: Schéma représentant la correction de la fermeture de fissure

Aussi, afin de se rapprocher au mieux de la courbe expérimentale de propagation de la fissure, de nombreuses propositions de modèles existent dans le but d'étendre le modèle empirique de Paris. Le modèle de Walker [38] par exemple, introduit l'effet du rapport R afin de décaler la droite de Paris en fonction de la valeur du rapport R .

$$\frac{da}{dN} = \begin{cases} C [\Delta K (1 - R)^{m-1}]^n & \text{pour } R > 0 \text{ et } m > 1 \\ C [\Delta K (1 - R)^{1-m}]^n & \text{pour } R \leq 0 \text{ et } 0 < m < 1 \end{cases} \quad (2)$$

D'autres modèles tentent de décrire la vitesse de fissuration dans les trois Régions A, B et C.

○ Modèle de Forman [39] :
$$\frac{da}{dN} = \frac{C(\Delta K)^m}{(1-R)K_c - \Delta K}$$
 (3)

○ Modèle de MacEvily :
$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K^2 - \Delta K_s^2) \frac{(1 + \Delta K)}{K_c - K_{max}}$$
 (4)

avec K_c , la ténacité du matériau.

Le modèle NASGRO, en plus de décrire la courbe de fissuration dans les trois régions, s'attache à tenir compte du rapport de charge par [40], [41]:

$$\frac{da}{dN} = C_1 (\Delta K_{eff})^{C_2} \frac{(1 - \Delta K_{th} / \Delta K)^p}{(1 - K_{max} / K_c)^q} \quad (5)$$

où C_1 , C_2 , p et q sont trois constantes du matériau. ΔK_{th} correspond au FIC du seuil, ΔK correspond au FIC, K_{max} au FIC max, K_c au FIC critique et enfin ΔK_{eff} correspond FIC effectif qui tient compte de l'effet de fermeture et qui se définit par $\Delta K_{eff} = U \Delta K$.

où U est une fonction dépendant du R et d'une fonction de fermeture de fissure de Newman. On a

$$U = \frac{1-f}{1-R}$$

Pour $R \geq 0$, $f = A_0 + R.A_1 + R^2.A_2 + R^3.A_3$

Pour $-2 \leq R < 0$, $f = A_0 + R.A_1$

Et $A_0 = (0,825 - 0,34 \alpha + 0,05 \alpha^2) \left[\cos \left(\frac{(\pi/2)S_{max}}{\sigma_0} \right) \right]$

$A_1 = (0,415 - 0,071 \alpha) \frac{S_{max}}{\sigma_0}$

$A_2 = 1 - A_0 - A_1 - A_3$

$A_3 = 2A_0 + A_1 - 1$

De nombreux facteurs influencent les mécanismes de propagation des fissures longues dans les métaux et alliages et en particulier :

- Le chargement appliqué (rapport R, amplitude, charge moyenne, multiaxialité du chargement...)
- Influence de la microstructure
- Influence de l'environnement : température, espèces chimiques...

Forsyth et al. [42] ont proposé deux stades élémentaires de propagation appelés « stade I » et « stade II » qui sont illustrés en Figure I. 11. Le stade I de propagation est basé sur une propagation cristallographique où le plan de fissuration est lié à une localisation de la déformation plastique en pointe de fissure selon un seul système de glissements dans chaque grain : la fissure se propage le long des bandes de glissement comme on peut le voir sur la Figure I. 12 [38].

Pour d'autres alliages, on peut le retrouver pour les microstructures favorisant une propagation cristallographique et une déformation hétérogène selon les bandes primaires de glissement dans les plans $\{111\}$. Une propagation en mode I est le mode le plus rapide. Le stade II, ou régime intermédiaire, n'est quant à lui pas sensible à la cristallographie mais suit un plan de rupture généralement contrôlé par la direction du chargement. Ce dernier correspond au stade le plus couramment observé. Il est favorisé par les microstructures altérant le développement des bandes de glissement (précipités grossier ou incohérent, faible taille de grain). Par exemple, dans le cas

d'une propagation en stade II d'un 7075 T7351, c'est la présence de gros précipités plus ou moins cohérents avec la matrice qui favorise du glissement dévié et l'activation de différents systèmes de glissements.

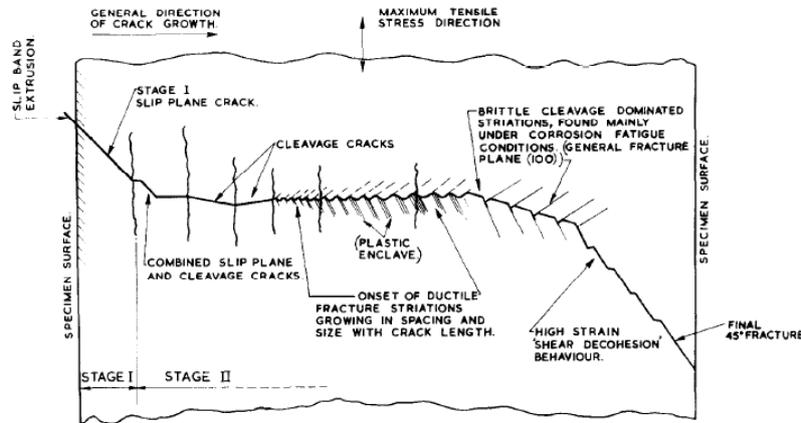


Figure I. 11: Schéma explicatif des mécanismes de propagation par Forsyth et Al. [42]

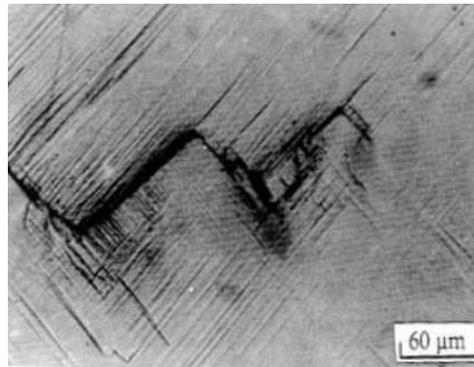


Figure I. 12: Exemple d'une propagation cristallographique [43]

Petit et al. [44] ont proposé un autre régime de propagation plus lent que le stade II : Le Pseudo-Stade I. Petit et al. [44] décrivent ce mode particulier similaire au mode de rupture du mode I avec une propagation au sein de bandes de glissement à l'intérieur d'un grain (« Slip Band Cracking ») tout au long du chemin de fissuration. C'est donc un mode particulièrement sensible à la microstructure du matériau et dépendant de la localisation des bandes de glissement activées. Il n'en reste pas moins qu'à l'échelle macroscopique, ce régime s'apparente au stade II de la propagation, avec un plan de fissuration perpendiculaire à la direction principale en mode I. Les obstacles à l'avancée d'une fissure, tels que la déviation ou encore la ramification de cette dernière qui peut d'ailleurs être induit par un effet barrière des joints de grains, rendent sa vitesse de propagation moins rapide qu'une fissure en Stade II [43].

Sur le faciès de rupture, ce mode de propagation en Pseudo-Stade I se caractérise par la présence de nombreuses facettes qui correspondent à une rupture selon un plan cristallographique comme l'illustre la Figure I. 13. D'un point de vue phénoménologique, cette propagation se caractérise par une vitesse fortement réduite par l'effet barrière des joints de grains. En effet, plus la désorientation entre deux grains est importante et plus l'effet barrière est marqué.

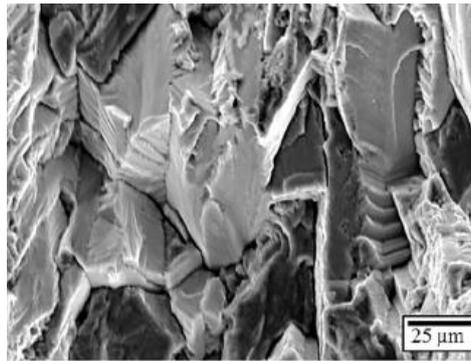


Figure I. 13: Fractographie d'un alliage 7075-T651 sollicité sous vide à $f=20\text{Hz}$ à un FIC de $4.3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

Ces modes de propagations peuvent être liés à des facteurs extérieurs comme l'environnement qui seront discutés par la suite.

Les surfaces de rupture de pièces rompues permettent de trouver des indices révélateurs du rôle prépondérant de la fatigue dans le processus de ruine. En effet, une pièce fissurée en fatigue présente souvent des stries plus ou moins régulièrement espacées. Ce phénomène de striation peut provenir d'un phénomène d'émoussement/repointage en fond de fissure comme proposé par Laird [45]. Selon Laird et al. [45] (voir Figure I. 14(1)), la fissure s'ouvre sous l'effet de la contrainte (1a) et au fur et à mesure que le niveau de contrainte augmente, la fissure s'émousse par activation de systèmes de glissement (1d). Après inversion du sens de sollicitation, la fissure se referme (1e) et l'extrémité de la fissure subit donc une déformation plastique en retour. Cette dernière se produisant quand la fissure est presque refermée, la déformation ne « compense » pas exactement la déformation subie lors de la dernière montée en charge (quand la fissure était largement ouverte). La fissure fait alors une avancée correspondant au rayon de l'émoussement. Ce mécanisme se traduit par la formation de stries de fatigue visibles sur le faciès de rupture.

Toutefois d'autres mécanismes que l'émoussement peuvent être responsables de formation de stries. Les travaux de Pelloux et al. [46] ont ainsi démontré que la propagation des fissures par fatigue du 2024 résulte d'un avancement cyclique répété de la fissure par cisaillement alterné. Comme l'illustre la Figure I. 14 (2), l'éprouvette sur le croquis (2a) est considérée comme un matériau plastique parfaitement rigide où la déformation ne peut avoir lieu que par cisaillement sur les deux plans AB et AC. La déformation peut se faire de façon alternative ou de façon simultanée. Dans le cas du cisaillement alterné, les croquis (2b) et (2c) montrent que si le cisaillement commence sur le plan AB, s'il y a un certain écrouissage sur ce plan, il sera plus facile pour le cisaillement de se produire sur un deuxième plan A'B' qui n'a pas été déformé, et par conséquent le cisaillement aurait tendance à alterner.

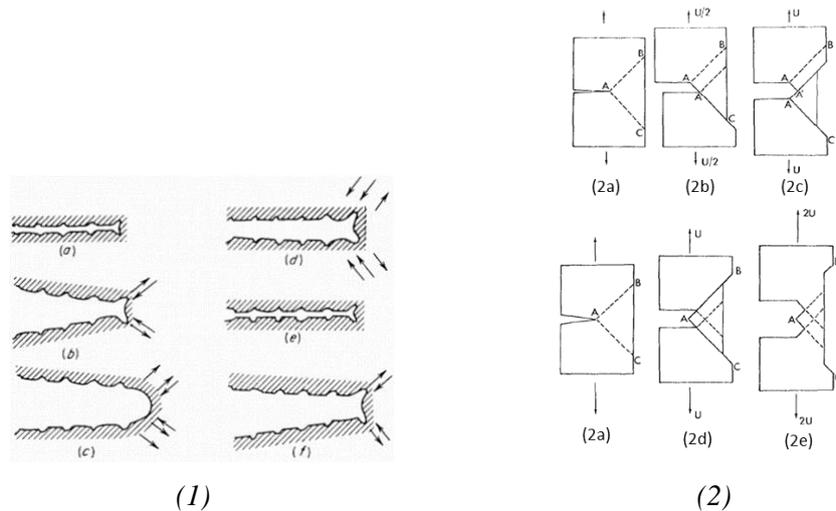


Figure I. 14: (1) Schéma de formation de stries de fatigue par processus d'érouissage plastique par Laird [45] et (2) Schéma de formation de stries de fatigue par cisaillement alterné par Pelloux [46]

La formation d'une strie est donc due à l'érouissage en fond de fissure et ou au cisaillement alterné. Il est possible de relier l'incrément d'avancée de la fissure à l'ouverture de la fissure mesurée au voisinage immédiat du fond de la fissure communément appelée CTOD (Crack Tip Opening Displacement). En 1958, Forsyth et al. affirment que chaque strie formée sur le faciès de rupture correspondrait à l'avancée de la fissure au cours d'un cycle de chargement [47]. Quelques années plus tard, les observations de Mc Millan et al. ont confirmé ces résultats en révélant une augmentation des inter-stries qui va de pair avec l'augmentation du facteur d'intensité des contraintes [48]. Cela fournit donc un moyen expérimental pour remonter à une estimation de la vitesse de fissuration.

I.2.2 Fatigue assistée par l'environnement sous atmosphère gazeuse et sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène des alliages 7XXX

Nous venons de voir qu'en mécanique de la rupture, la vitesse de fissuration est exprimée en fonction du FIC. Dans le cas général d'une fissuration assistée par la corrosion, appelé aussi CSC (Corrosion Sous Contrainte), nous allons voir que le FIC n'est pas toujours le paramètre le plus pertinent. Dans le cas d'un alliage d'aluminium, la corrosion se manifeste par une perturbation générale ou localisée de la couche d'oxyde du matériau. Un matériau corrodé est un matériau en contact avec des substances avides d'électrons (comme un milieu riche en oxygène ou en H^+ par exemple). Le matériau cède alors certains électrons de ses atomes et se retrouve donc en « déficit » d'électrons qui favorise la perte de structure du réseau du matériau.

La Figure I. 15 schématise les différentes interactions mises en jeu et rend de la plus haute importance la compréhension de ces phénomènes et de leurs divers couplages (ou interactions).

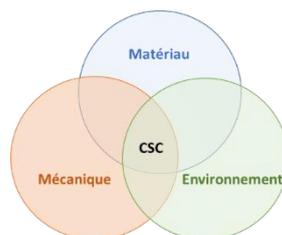


Figure I. 15: Schéma illustrant la problématique de la CSC

En effet, les contraintes mécaniques peuvent impacter directement les propriétés électrochimiques d'un matériau, notamment en surface ; où des phénomènes de corrosion entrent en jeu. Lorsqu'un matériau est soumis à une sollicitation mécanique dans un environnement corrosif, on parle donc de CSC. Cette dernière peut être gouvernée par deux types de processus :

- Un processus mécanique, indépendant de la corrosion, qui impacte localement la microstructure du matériau. Aussi, la déformation induite par la sollicitation mécanique peut avoir un rôle important dans l'incubation où on observe une modification du système métal/environnement.
- Un processus causé par la corrosion qui engendre une réaction chimique du matériau tels que la dissolution, une fragilisation de phases spécifiques ou encore l'apparition de défauts de corrosion (piqûres...).

Dans le cadre de notre étude, on peut s'attendre à avoir d'une part la sollicitation en fatigue qui va engendrer une modification locale de la microstructure autour de la pointe de fissure et d'autre part une probabilité, selon le taux d'exposition à l'environnement, d'avoir une modification très localisée du matériau causée par un environnement spécifique sans oublier les interactions de ces processus (ou leurs divers couplages) qui va provoquer une fragilisation du matériau et donc exacerber l'effet du chargement sur la tenue en fatigue. Pour mettre en évidence les effets de la corrosion sur le comportement en fatigue, l'enjeu principal est de décorréler l'effet de l'environnement sur les processus d'endommagement en pointe de fissure des autres effets issus de la mécanique [1].

La Figure I. 16 illustre les différentes étapes d'endommagement en fatigue corrosion. Les deux premières étapes sont dépendantes du temps alors que les suivantes dépendent principalement des paramètres mécaniques de chargement cyclique. On retrouve :

- Rupture du film de surface ;
- Formation et croissance des défauts de corrosion (dans le cas de piqures de corrosion par exemple) ;
- Transition défaut/ fissure ;
- Propagation de fissure.

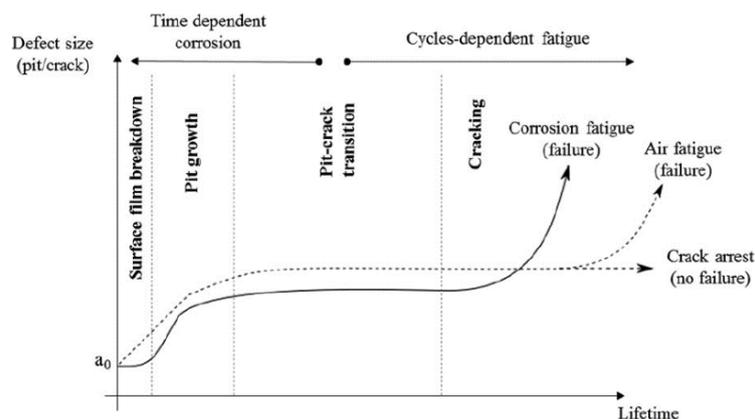


Figure I. 16: Schéma de l'évolution des étapes d'amorçage et de propagation en Fatigue Corrosion [29]

I.2.2.1 Phase d'amorçage

Les alliages d'aluminium 7XXX sont connus pour être extrêmement sensibles à la CSC, notamment sous exposition à la vapeur d'eau. La résistance à la corrosion de ces alliages dépend grandement du comportement électrochimique. En effet, l'addition d'éléments d'alliage conduit à la formation de différentes phases qui impactent le comportement en corrosion du matériau. Dans le cas d'une exposition à un milieu corrosif, cela peut générer une modification très localisée du matériau à l'origine de certains phénomènes tels que la dissolution, la fragilisation due à des phases spécifiques ou encore la modification de la rugosité de surface [49]. La courbe de polarisation d'un alliage Al-Zn-Mg établie par Rout et al. [50] suggère que l'augmentation du temps de revenu augmente le potentiel de corrosion. Il semblerait que la deuxième séquence de précipitation η' et η -MgZn₂ conduise à une augmentation du potentiel électrochimique. En superposant une sollicitation mécanique à une exposition à un milieu corrosif, l'amorçage peut être de nature purement électrochimique, ou bien assisté par une déformation plastique [51]. L'amorçage recouvre une phase d'incubation pendant laquelle va se produire une rupture locale du film passif ou d'oxyde ou encore la déstabilisation de ce dernier, qui agit comme une protection face aux phénomènes d'oxydation et de corrosion. Cette dernière se décompose en deux couches. La première est compacte et constituée d'un oxyde amorphe, alors que la seconde au contact de l'environnement est poreuse [52]. Dans le cas où le film passif est non homogène ou localement endommagé, le matériau exposé à l'environnement est alors fragilisé.

L'amorçage peut par conséquent être contrôlé par des processus indépendants de la corrosion (présence de rayure, plasticité) ou induits par les réactions de corrosion. Parmi ces derniers processus, on peut mentionner la modification de la chimie de surface ainsi que la dissolution qui peut causer la fragilisation d'une phase [51]. D'autres cas sont illustrés sur la Figure I. 17.

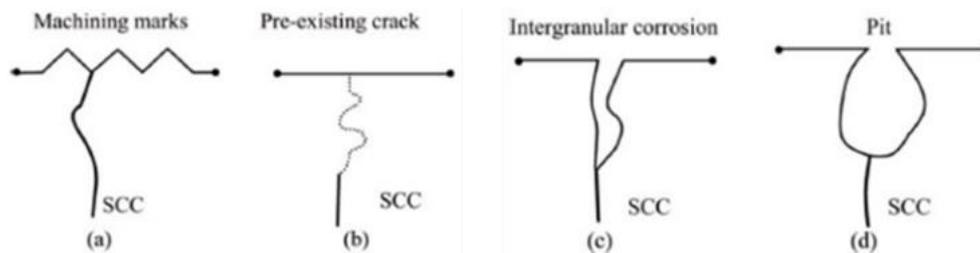


Figure I. 17: Différents scénarios d'amorçage de fissures en CSC, (a) marque d'usinage, (b) fissure pré existante, (c) corrosion intergranulaire, (d) piqûre de corrosion [8]

I.2.2.2 Phase de propagation de fissure

La littérature indique que la propagation de fissure en FC peut se traduire par trois types de comportement illustrés en Figure I. 18. On compte ainsi la FC dite pure, illustré en Figure I. 18 (a), qui illustre le cas où l'effet de la corrosion seul n'a pas lieu sans sollicitations cycliques. Néanmoins la corrosion accélérerait la cinétique de propagation sous chargement via des phénomènes de fragilisation qui dépendent du temps, de la température et de l'électrochimie. De façon globale, la FC vraie se produit lorsque la valeur de K_{max} est inférieure à la valeur seuil K_{ICSC} .

Un autre type de propagation de fissure en FC, qu'on appelle FC par CSC est illustré en Figure I. 18(b). Il s'explique par la superposition de la propagation par corrosion sur la fatigue mécanique pure. Enfin, il est possible aussi de retrouver un comportement en FC qui se caractérise par un comportement mixte des deux derniers comportements évoqués (Figure I. 18(c)). Néanmoins il faut garder en tête que ces comportements ne tiennent pas compte de l'augmentation de fermeture

de fissure, au niveau du seuil, qui peut être induite par le dépôt de produits de corrosion dans la fissure et donc induire un effet « coin », notamment près du seuil.

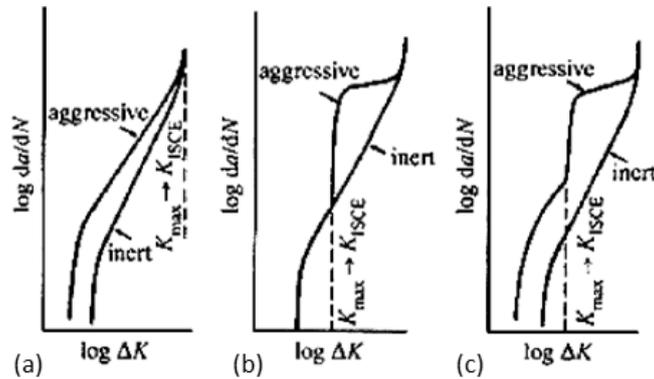
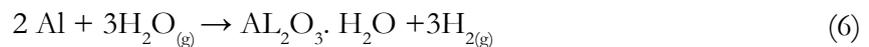


Figure I. 18: Schéma de différents types de FC : (a) FC pure (b) FC par CSC et (c) FC mixte

Une fois un embryon de fissure formé, la littérature met en avant pour les alliages 7XXX deux mécanismes de propagation qui coexistent : La dissolution anodique [53] et la fragilisation par hydrogène (FPH) [54],[55],[53]. Najjar et al. ont montré, dans le cas de l'alliage 7050, que c'est la dissolution qui contribue à l'amorçage et à la production d'hydrogène [56].

En présence de vapeur d'eau, l'hydrogène atomique proviendrait de la dissociation des molécules d'eau adsorbées en pointe de fissure. Les réactions permettant cette réaction sont décrites par les équations ci-dessous [53]:



L'équation (6) décrit la réaction nécessaire à la production de gaz d'hydrogène. Néanmoins, une autre étape décrite par l'équation (7) est requise. Elle permet la formation d'atomes d'hydrogène qui peuvent être adsorbés ou sinon se recombiner sous forme gazeuse H_2 [53], [57]. Wei et al. [58], [59] proposent la description d'une succession d'étapes pour arriver à la présence/diffusion de l'hydrogène dans le volume (Figure I. 19). Elles peuvent être décrites comme suit :

- Transport des molécules de vapeur d'eau actives jusqu'à la pointe de fissure ;
- Adsorption physique : réaction des molécules de vapeur d'eau avec la surface fraîchement créée qui peut contribuer à diminuer l'énergie de surface ;
- Adsorption chimique qui consiste en la dissociation de l'hydrogène résultant de la dissolution des molécules d'eau suivant l'équation (6) ;
- Transport de l'hydrogène dans la zone plastifiée par diffusion ou par drainage par les dislocations mobiles ;
- Réaction de fragilisation proprement dite.

Une fois que les atomes d'hydrogène ont pénétré dans le réseau, ils peuvent diffuser à travers les sites interstitiels du réseau ou bien se retrouver piégés sur des sites où l'énergie est plus faible. Au-delà du fait que ces pièges peuvent venir du processus de fabrication comme la fusion, la coulée ou en raison du processus de finition comme la galvanoplastie, le décapage... on recense d'autres types pièges comme les joints de grains, la porosité, les zones à forte concentration de contrainte (autour des précipités), les interfaces inclusions-matrice ou encore les fissures secondaires dans le volume, comme étant des sites de piègeages [60]. On peut distinguer ces pièges par leurs énergies. Les pièges

réversibles, caractérisés par une énergie de liaison avec l'hydrogène faible incluant les dislocations, les lacunes ou encore les joints de grains faiblement désorientés.

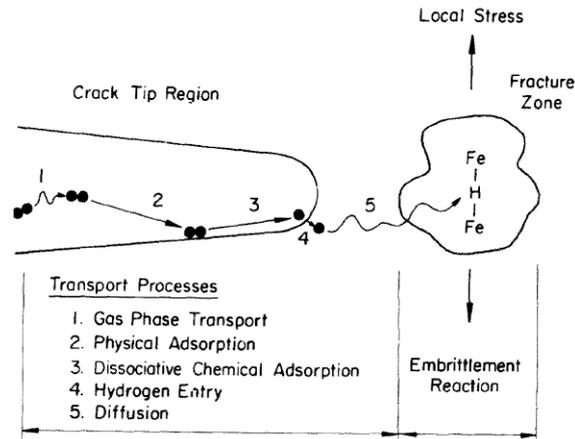


Figure I. 19: Schémas des processus séquentiels impliqués dans la fragilisation dans un environnement gazeux. La réaction de fragilisation est représentée schématiquement par la liaison fer-hydrogène-fer [58]

Les pièges considérés comme irréversibles sont constitués par les joints de grains fortement désorientés. En effet, le potentiel chimique de l'hydrogène se situant dans ces zones diminue et l'énergie nécessaire pour passer à un autre site devient trop importante. Ce serait donc l'énergie de liaison piège-hydrogène et l'énergie de désorption qui déterminerait le caractère irréversible ou non d'un piège.

Dans le cas d'un alliage Al-Zn exposé à la vapeur d'eau et à température élevée, Christodoulou & al. [54] ont montré que ce sont les précipités aux joints de grains qui piègent les atomes d'hydrogène, responsables d'une rupture intergranulaire. Les travaux plus récents de Oger et al. montrent que ce sont plutôt les dislocations qui piègent les atomes d'hydrogène en limitant ainsi le taux d'hydrogène piégés dans les joints de grain [61].

La description de la FPH ne tient pas compte de l'adsorption du gaz environnant sur la surface de la fissure mais uniquement de la diffusion d'atomes d'hydrogène jusqu'à la pointe de fissure. Ces derniers, de par leur volume molaire élevé, tendent à se concentrer en amont de la fissure en raison de la forte contrainte hydrostatique en pointe de fissure qui engendre une expansion du réseau cristallin. Tous les mécanismes de FPH suivant l'étape de pénétration des atomes d'hydrogène dans le volume sont basés sur une perte d'énergie de cohésion et de surface, sur la formation et émissions de dislocations ainsi que des lacunes et défauts.

On recense de nombreux mécanismes détaillés ci-dessous :

- La formation et la fracture d'hydrures (Figure I. 20(a)). Elle peut apparaître dans des conditions sévères en hydrogénation ou en pointe de fissure chargée mécaniquement pour certains alliages à base de nickel, titane ou zirconium. Il peut engendrer la nucléation et la croissance d'hydrures jusqu'à une taille critique. La rupture fragile de l'hydrure en pointe de fissure intervient et finalement, la fissure propage mais peut être bloquée et émoussée à l'interface hydrure-matrice [62]. Néanmoins, ce mécanisme reste très peu observé pour les alliages CFC.
- Le mécanisme HEDE (Hydrogen Enhanced Decohesion) illustré sur la Figure I. 20(b) [60],[63]. Ce mécanisme repose sur un affaiblissement des liaisons interatomiques du

matériau permettant la séparation ou la décohésion des atomes. Il a tendance à se localiser au niveau des bandes de glissement, lorsqu'une ouverture critique de fissure a lieu. L'hydrogène va alors ségréger sur des interfaces (particule-matrice, joints de grains, interphases) devant la pointe de fissure et ainsi diminuer l'énergie de cohésion. En effet des analyses MET sur un facies de rupture fragile ont mis en évidence la ségrégation d'éléments au niveau des joints de grains et des calculs atomistiques ont montré que des impuretés comme l'hydrogène peuvent affaiblir les liaisons interatomiques et entraîner une décohésion [64], [65].

- Le mécanisme HELP (Hydrogen-Enhanced Localized Plasticity). Ce principe repose sur la présence d'atomes d'hydrogène concentrés autour de dislocations qui faciliterait le mouvement de ces dernières et aurait donc pour conséquence un adoucissement local du matériau (Figure I. 20(c)). Le piégeage d'atomes d'hydrogènes sur les dislocations et leur transport via les dislocations, peuvent limiter la capacité des dislocations à s'enchevêtrer et augmente le glissement planaire dans les matériaux. Il peut causer la nucléation, la croissance et la coalescence de ces cavités qui caractérisent une rupture de type ductile. La mise en évidence de ce mécanisme a déjà été directement observé via des essais in-situ en MET (Microscopie Electronique à Transmission). En effet, après introduction d'hydrogène dans la chambre du MET, des dislocations immobiles se déplacent et les dislocations mobiles ont une vitesse plus élevée [66].
- Le mécanisme AIDE (Adsorption Induced Dislocation Emission) est illustré en Figure I. 20(d). Ici, l'hydrogène adsorbé facilite l'émission de dislocations à partir de l'extrême pointe de fissure, favorisant la progression de la fissure au dépend de son émoussement tel qu'il serait observé en milieu inerte. Le même processus intervient en outre au niveau de la nucléation et la croissance de micro pores en aval de la pointe de fissure. La vitesse de propagation de fissure augmente donc suite à la coalescence des fissures avec les micropores. On retrouve ce mécanisme dans les matériaux qui ont un faible taux de diffusion de l'hydrogène et des vitesses de propagation plutôt faibles [60].
- Le mécanisme HESIV (Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancies) illustré en Figure I. 20(e). Il repose sur l'interaction lacunes-hydrogène et suppose que la déformation augmente la capacité d'absorption de l'hydrogène qui accélère la formation de lacunes. Les amas de lacunes vont faciliter l'initiation et la coalescence de ces derniers et vont réduire la résistance à la croissance de fissure. En réalité dans ce cas, la fragilisation est plus directement liée à une surconcentration de lacunes qu'à la présence d'hydrogène [67].

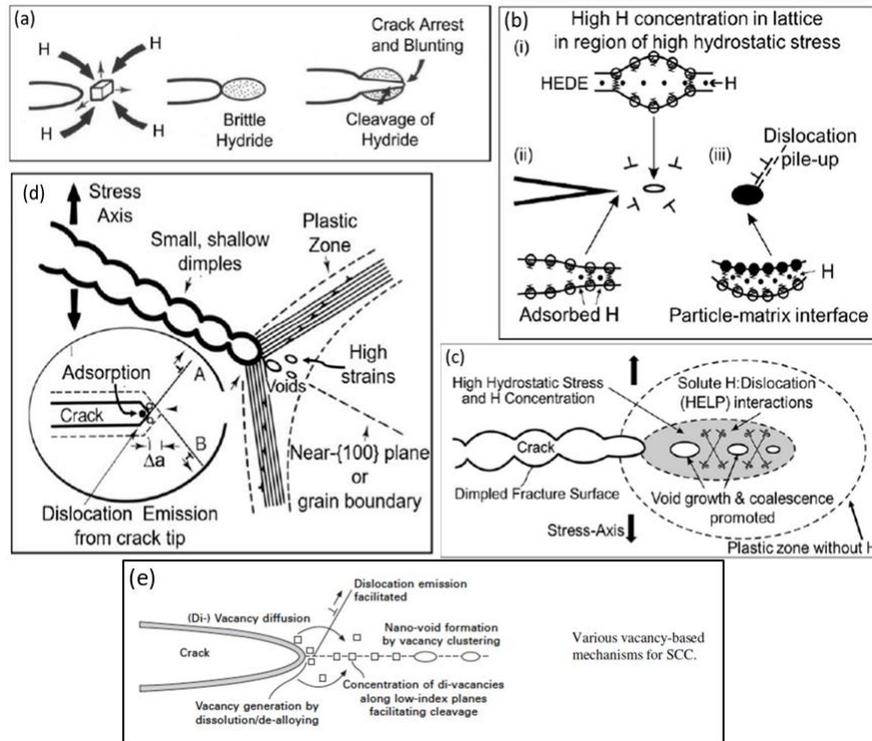


Figure I. 20: Schémas des mécanismes de FPH [60], (a) Fragilisation par la formation d'hydrures (b) HEDE (c) HELP (d) AIDE (e) HESIV [68]

Identifier les mécanismes de FPH à l'œuvre dans une condition de sollicitation donnée reste une tâche très complexe. En effet, à la vue de l'échelle d'analyse très fine, ces derniers ne sont pas tous directement observables. En FC, les processus de HEDE et/ou HELP induits par l'hydrogène dissous sont souvent reportés pour les alliages 7XXX sollicités en présence de vapeur d'eau. Néanmoins, Lynch et al. [63], [69] associent la propagation transgranulaire en corrosion sous contrainte, observée dans le cas d'alliage 7XXX, à un processus de plasticité localisée par l'hydrogène adsorbé qui favorise l'émission des dislocations en pointe suivant le mécanisme AIDE.

Comme le montre la Figure I. 21, le comportement en fissuration du 7075-T651 en FC est particulièrement dépendant de l'humidité relative dans l'air puisque le passage de 2,3% RH à 17%RH suffit à augmenter la vitesse de propagation de presque une décade. Les travaux de Speidel et al. [53] sur l'influence de l'environnement gazeux sur les alliages Al-Zn-Mg(-Cu) en CSC ont montré qu'ils sont très souvent sujet à une propagation intergranulaire, mais selon l'état de précipitation, on peut aussi retrouver de la propagation transgranulaire [70]. De plus le chemin de fissure se caractérise par la présence de fissures secondaires ou encore un front de propagation hétérogène avec des zones exemptes de propagation.

Dans le cas de la propagation en FC, les vitesses de propagation peuvent présenter une forte dispersion en relation avec les écarts de propriétés des matériaux causés par la texture cristallographique, la morphologie des grains ou encore la précipitation. Selon Vasudevan et al. [71], les cinétiques en FC des alliages d'aluminium 7XXX durcis par précipitation sont aussi régies par la proportion de certains précipités. En effet, les cinétiques de fissuration semblent diminuer avec l'augmentation de la taille de la fraction surfacique des précipités intergranulaires, suggérant que ces derniers ne jouent aucun rôle dans la réaction électrochimique d'oxydation.

Un endommagement attribué à la CSC est effectif lorsque la fréquence de sollicitation est inférieure à un niveau dépendant du couple matériau/milieu. Effectivement, l'effet de l'environnement risque de ne plus être observé si la fréquence est trop élevée et l'endommagement se fera uniquement par fatigue mécanique. Dicus [72] prône une contribution de type FC sous vapeur d'eau dans le cas d'un alliage 7475-T651 résultant d'une superposition de l'effet de la contrainte mécanique et de l'effet de l'environnement.

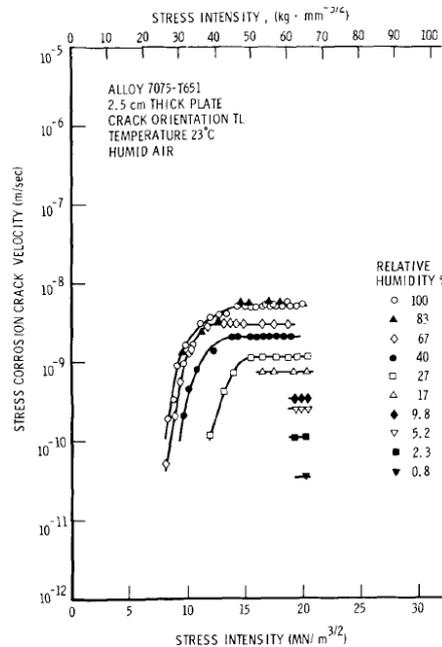


Figure I. 21: Effet de l'humidité et de l'intensité de contrainte sur la vitesse de fissuration de CSC du 7075-T651 orienté selon T-L à 23°C sous air [53]

I.3 Effets de l'environnement sur le comportement en fatigue des alliages 7XXX

Cette partie a pour objectif de passer en revue les aspects phénoménologiques des effets sur la durée de vie en fatigue de paramètres environnementaux tels que la température, l'humidité de l'air ainsi que la fréquence de sollicitation qui contrôle le temps d'exposition à l'environnement. Il s'agira pour chaque paramètre environnemental, de dissocier le comportement intrinsèque du matériau avec son comportement en environnement actif.

I.3.1 Mise en évidence de l'effet d'environnement

Aujourd'hui, il est largement acquis que pour évaluer la sévérité d'un environnement gazeux sur la tenue en fatigue et la résistance à la fissuration, il convient de comparer son comportement sous environnement avec son comportement en environnement inerte comme le vide. De nombreux travaux ont montré que l'air ambiant peut être un environnement potentiellement corrosif en comparaison avec un environnement sous vide ([44], [73], [74], [75]).

Dans le cas de sollicitations statiques tout d'abord, les travaux de Scammans et al. [76] établissent la « sévérité » du milieu ambiant par rapport à un milieu inerte, le vide, en révélant un meilleur allongement à rupture pour ce dernier (Figure I. 22). De plus, l'augmentation du temps de préexposition à l'air saturé en vapeur d'eau contribue à une perte de ductilité croissante et ce pour

toutes les températures testées. Néanmoins, l'augmentation de la température semble « neutraliser » l'effet néfaste de l'air sur la résistance à la rupture du matériau.

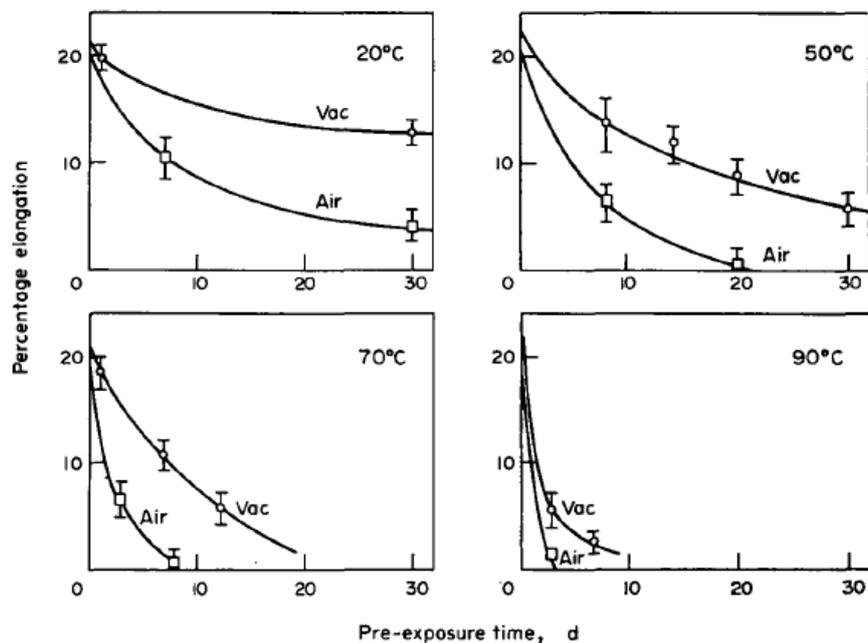


Figure I. 22: Pourcentage d'allongement à rupture en fonction du temps d'exposition à l'air saturé en vapeur d'eau, d'un alliage d'aluminium Al-Zn-Mg exposé à différentes températures (20°C, 50°C, 70°C et 90°C) sous vide et sous air [76]

C'est dans les années 60 que les travaux de recherche de la NASA s'intéressent aux effets des espèces chimiques présents dans l'atmosphère et à la pression résiduelle de l'environnement sur la durée de vie en fatigue. Les travaux de Hordon et al. notamment ont permis d'apporter des réponses sur le sujet [77]. La Figure I. 23 illustre l'effet du niveau de vide sur les durées de vie de l'aluminium pour différentes natures de gaz résiduels tel que la vapeur d'eau, l'air ambiant, le dioxygène et le dihydrogène. De façon générale on observe un comportement caractérisé par deux plateaux correspondant à des niveaux de pression faible et élevé séparés par un transitoire. De plus, quelle que soit la nature de pression résiduelle, on note que plus la pression augmente, plus la durée de vie diminue. Ainsi, sous air ambiant et pour une amplitude de 78 MPa, passer d'une pression de 1 torr (133 Pa) à une pression de 1×10^{-6} torr ($1,3 \times 10^{-4}$ Pa) permet de multiplier par 4 la durée de vie. Cependant, même si les auteurs plaident pour une relation entre ce gain de durée de vie dans ces conditions et une phase de propagation plus lente, aucune mise en évidence directe n'est fournie. Un peu plus tard, les premiers travaux de fatigue sous environnement de Dicus et al. [72] ou encore Petit et al. ([44], [75], [78]) confirmeront ces tendances et assimile à l'air à un environnement gazeux agressif.

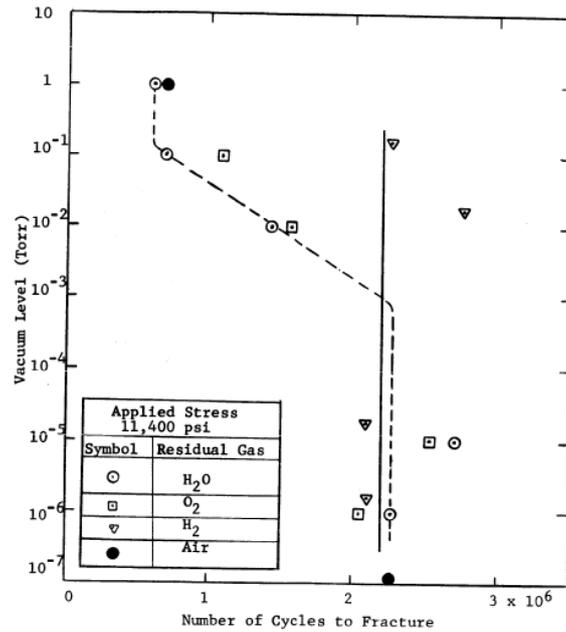


Figure I. 23: Effet de la pression résiduelle en air, en eau, en dioxygène et en dihydrogène sur la durée de vie de l'aluminium [77]

Concernant plus spécifiquement l'effet de l'air ambiant sur le comportement en propagation, la Figure I. 24 illustre les tendances observées sur un alliage 7475 T651, confirmant l'effet néfaste de l'air ambiant. En effet on obtient, pour des valeurs de ΔK intermédiaires (domaine de Paris), des vitesses de propagation sous air plus importantes que les vitesses de propagation de fissure sous vide. Les travaux de Gudladt et al. [78], ont étendu cette étude à des valeurs de ΔK plus faibles (seuil). On remarque que l'effet délétère de l'air, par rapport au vide, s'atténue avec une augmentation de la valeur de ΔK (Figure I. 25).

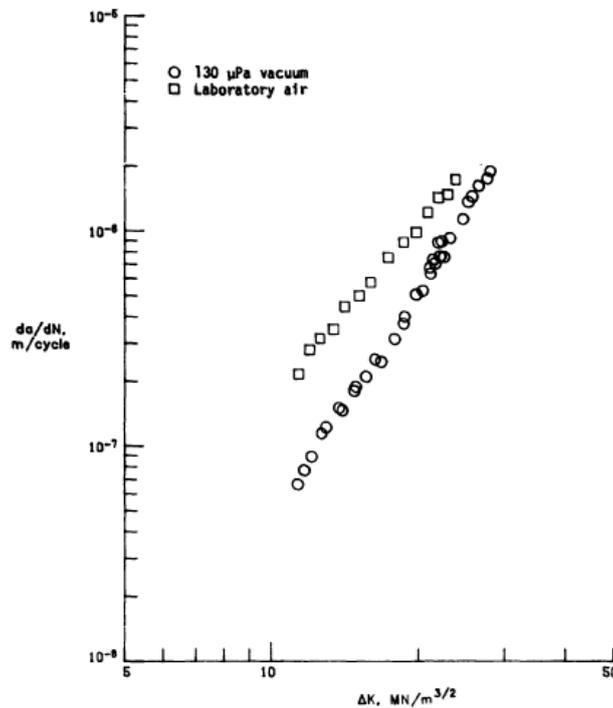


Figure I. 24: Vitesses de propagations d'un alliage 7475 T651 (L-T) sollicité sous vide et sous air avec une fréquence de 10Hz et un rapport de charge $R=0,2$ [72]

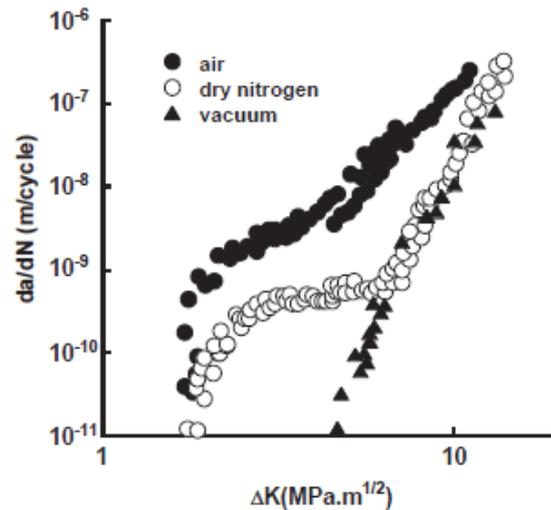


Figure I. 25: Courbes de propagation de fissure d'un alliage Al-Zn-Mg sollicité à l'air ambiant, sous vide et sous azote avec 15 ppm de vapeur d'eau, à $R=0,1$ et à une fréquence de 35 Hz [78]

Saxena et al. [79] ont montré que sous vide, la répartition des déformations plastiques au voisinage de la fissure diffère de celle des conditions atmosphériques. En effet, à même valeur du FIC, la densité des dislocations est plus importante sous vide que sous air ambiant. On note par ailleurs que, dans le cas des alliages 7XXX, la taille de la zone plastifiée dans le cas d'une sollicitation à l'air ambiante est bien inférieure à celle d'une sollicitation sous vide [80] [81] [82].

Sous vide, la rugosité du faciès de rupture semble être plus importante sur les bords qu'à mi-épaisseur de la surface (Figure I. 26). Pour une pression de vapeur d'eau de 3600 Pa par contre, la surface reste relativement lisse et uniforme sur tout le faciès. Dicus [72] attribue une différence de rugosité à un changement de mode de rupture entre la mi-épaisseur de l'éprouvette et les bords. A mi-épaisseur, la surface lisse correspondrait à une ouverture en mode I (traction) alors que sur les côtés l'ouverture se ferait majoritairement en mode II.

Dans l'ensemble on note, de façon qualitative, que la rugosité est plus importante dans le cas d'une sollicitation sous vide et diminuerait avec une augmentation du taux d'humidité. La forme du front de la fissure semble aussi être influencée par la pression $P(H_2O)$. En effet, plus la pression $P(H_2O)$ est importante, plus le front de fissure est incurvé.

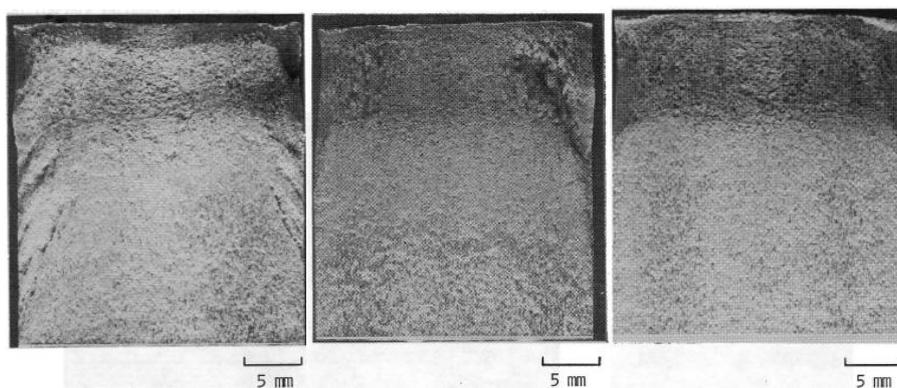


Figure I. 26: Images optiques des faciès de rupture de CT en 7475-T651 sollicitée à vide (à gauche) à pression de vapeur d'eau faible de 150 Pa (au milieu) et à haute pression de vapeur d'eau 3,6 KPa (à droite) [72]

Dès les années 1960, certains auteurs ont souligné l'effet de l'environnement sur les faciès en comparaison du cas sous vide [46], [83]. La Figure I. 27 illustre une transition d'environnement sur un faciès de rupture d'une éprouvette d'un alliage 2024 suggérant un effet important de l'environnement sur le comportement cyclique de l'alliage dans la zone de processus en amont de la pointe de fissure. On constate très clairement que les stries de fatigue clairement observées en air ne sont pas marquées voire inexistantes lors la propagation sous vide. Selon Lynch [84], l'apparence tourmentée du faciès de rupture sous vide, sans stries en sollicitation serait due à un émoussement plus important que dans le cas d'un chargement sous air.

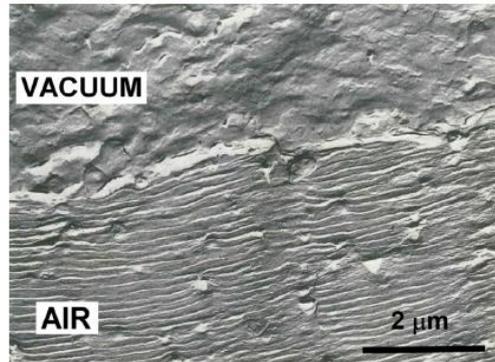


Figure I. 27: *Faciès de rupture d'un alliage 2024-T3 sollicité sous vide puis à l'air ambiant [83]*

Un peu plus tard dans les années 1980, Lankford et al. ont travaillé sur les micro mécanismes de fissuration sur les alliages 7XXX sous vide et sous air [85]. Pour le cas de l'alliage 7075 T651, les vitesses d'avancée de fissure sont confrontées aux stries ainsi qu'à l'espacement entre les bandes de glissement observées sur des lames au MET. Après avoir constaté qu'un cycle puisse correspondre à plusieurs stries lors de propagation de fissure sous air, il semble que les stries sous vide ne soient pas de nature cristallographique, contrairement aux stries formées sous air [85], [86]. Selon Nix et al. [86] la formation de stries dans un environnement humide est contrôlé par les orientations relatives du plan de clivage $\{110\}$ et des systèmes de glissement par rapport à l'axe de contrainte appliqué.

La Figure I. 28 présente les mesures d'interstries et d'espacement des bandes de glissement en fonction de ΔK d'un essai de fissuration sous air et sous vide d'un alliage 7075. A l'aide d'observation MET sur des lames fines afin de mettre en évidence les bandes de dislocation juste sous la surface, une bonne concordance est notée sous vide entre les mesures d'interstries et l'espacement des bandes de glissement sous-jacents. Sous air, on retrouve une bonne correspondance entre les interstries et l'espacement des bandes de glissement mais les auteurs soulignent qu'ils ne sont pas en accord avec les vitesses de propagation macroscopiques. De plus la densité des bandes de glissement est souvent moins élevée sous vide que sous air [79], [80]. En effet, selon Grosskreutz et al. [87], cela serait dû aux effets combinés d'un module croissant et d'une résistance plus importante du film d'oxyde. L'augmentation du module de l'oxyde aurait comme effet de piéger les dislocations sur les bandes de glissement juste sous la surface de rupture (profondeur $< 400\text{\AA}$).

Petit et al. [88] avancent que la microstructure influence l'écart globalement observé entre l'environnement inerte et l'air ambiant (Figure I. 29). En effet, l'effet de l'air ambiant semble plus délétère dans le cas du traitement T651 que dans le cas T7351. Selon les auteurs, une telle différence de sensibilité s'expliquerait par le fait que les précipités sont plus gros et moins cohérents avec la matrice dans le cas du T7351, ce qui favoriserait un mécanisme de glissement ondulé et non planaire qui conduit à une propagation classique de stade II. Néanmoins, le vieillissement T651 favoriserait

une propagation cristallographique retardée sous vide [89]. De même, Lafarie-Frénot et al. [90] sur un alliage 7175 T7351 ont montré le rôle du rapport R sur le mode de propagation puisque l'on retrouve un mode en pseudo-stade I au voisinage du seuil avec $R=0,5$, mais pas avec $R=0,1$.

Concernant les mécanismes associés à cet environnement inerte pour les alliages 7XXX, on retiendra que le vide accentue la tendance au glissement planaire conduisant à un seuil plus élevé et à une cinétique de propagation de fissure plus élevée sous air ambiant.

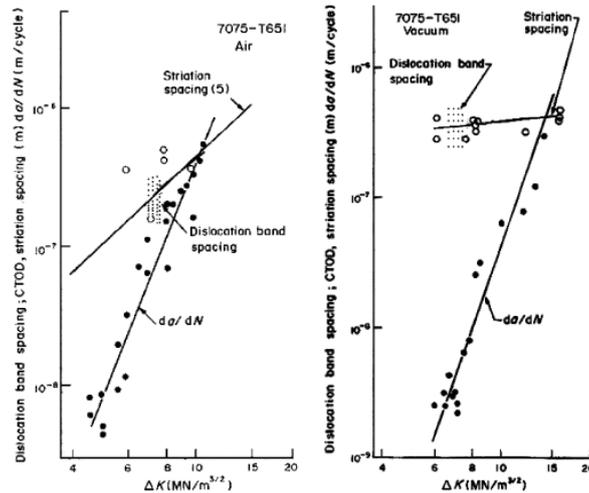


Figure I. 28: Interstries, espacement des bandes de glissement et vitesses de propagation en fonction de ΔK d'un alliage 7075 à l'air ambiant et sous vide [85]

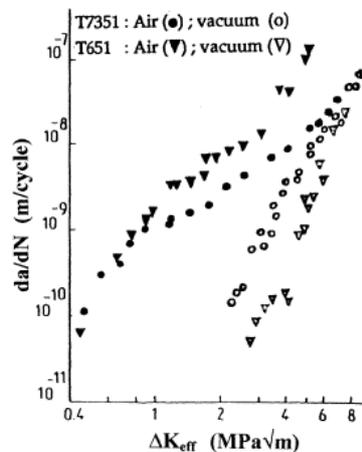


Figure I. 29: Influence de la microstructure et de l'environnement sur un 7075 vieilli dans deux conditions (T7351 et T651) et testés sous vide et à l'air ambiant avec $R=0,1$ à une fréquence de 35 Hz [88]

I.3.2 Effet de la vapeur d'eau

Nous venons de voir l'effet néfaste de la présence de l'air lors d'une sollicitation en confrontant les tendances à un environnement inerte qui permet de caractériser le comportement intrinsèque d'un matériau. Cette partie va s'attacher à se concentrer sur l'effet de la teneur en vapeur d'eau sous air

ou vapeur d'eau pure, qui est souvent associé à un environnement corrosif sur le comportement des alliages 7XXX.

Concernant les effets phénoménologiques de la vapeur d'eau sur le comportement monotone des alliages d'aluminium, Scamans et al. [76] révèlent une perte de ductilité après pré exposition d'un alliage Al-Zn-Mg à 50°C et à l'air avec différents taux d'humidité relative. Le graphique de la Figure I. 30 met en évidence la diminution de la ductilité avec l'augmentation de l'humidité relative dans l'air pour une même durée d'exposition. Ces résultats suggèrent en outre que le temps d'exposition participe à l'effet de la vapeur d'eau dans l'air.

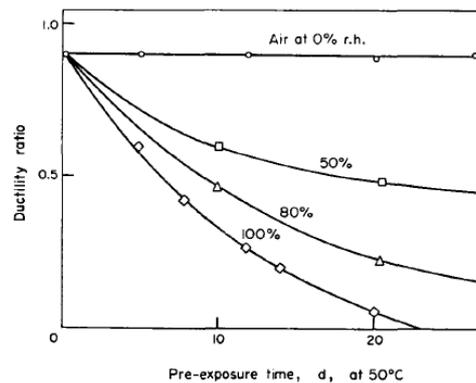


Figure I. 30: Effet de la pré exposition à différents pourcentage d'humidité relative sur la ductilité d'un alliage d'aluminium Al-6%Zn-3%Mg ayant subi une trempe à 465°C [76]

Peu d'études ont caractérisé l'effet de la vapeur d'eau sur l'amorçage des fissures en fatigue sur les alliages d'aluminium. On trouve, tout de même, les travaux de Bennett et al. [91] ou encore Bouchet et al. [92] qui attestent de l'effet délétère de la vapeur d'eau sur la durée de vie en fatigue (Figure I. 31). En réalisant des essais de fatigue avec un changement d'environnement (air humide à air sec (5% d'humidité relative) et vice-versa) à différents stades de la durée de vie, ils montrent que la durée de vie en fonction du nombre de cycles normé (par rapport à nombre de cycles à rupture) n'est pas linéaire. Les auteurs auraient aussi démontré que l'effet de l'humidité sur le nombre de cycle à rupture est bien plus prononcé à la fin de l'essai qu'au début, suggérant donc un effet de l'humidité plus important en propagation qu'en amorçage.

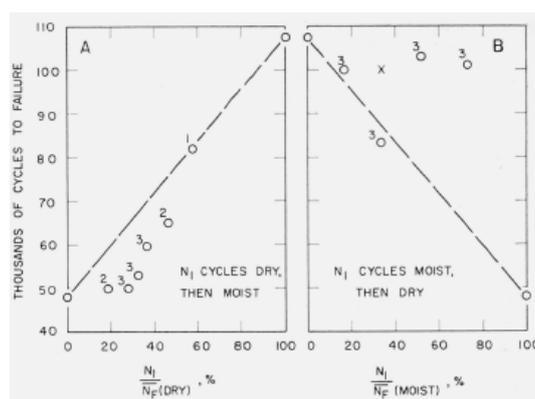


Figure I. 31: Influence de l'humidité sur le nombre de cycle à rupture d'un alliage 6061 T6 pour une contrainte de contrainte de 183 MPa avec N_1 le premier environnement et N_f le nombre de cycle à rupture [91]

Cet effet délétère de la vapeur d'eau sur la durée de vie en fatigue se retrouve aussi à des fréquences de sollicitation ultrasonores [93]. Sur la Figure I. 32, pour une amplitude de contrainte de 120 MPa,

la durée de vie sous air sec est cent fois plus importante que sous air saturé en humidité (RH> 99%).

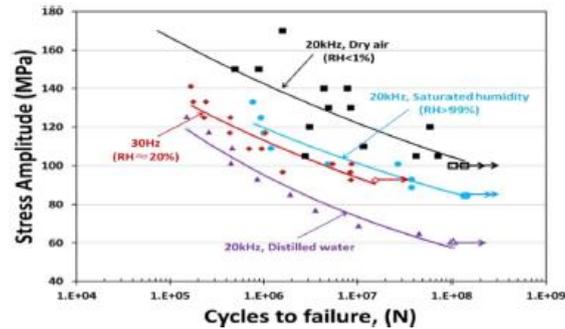


Figure I. 32: Durée de vie d'un alliage d'aluminium de fonderie AS7GU sous air sec, humidité saturante et en eau distillée [93]

Nous allons maintenant passer en revue les aspects phénoménologiques de la vapeur d'eau sur le comportement en fissuration d'alliages 7XXX.

Les travaux de Dicus [72] ont montré que dans le domaine de Paris, les vitesses de propagation des fissures pour une pression de vapeur d'eau de 3.8 kPa, sont presque trois fois plus élevées que les vitesses de propagation dans un environnement avec une pression P_{H_2O} de 94 Pa (Figure I. 33). En outre, on note l'existence d'une valeur critique de la pression P_{H_2O} critique (2.61 kPa) au-delà de laquelle l'effet de l'humidité sur les vitesses de propagation sature.

Cette notion de pression de vapeur d'eau critique peut être mise en évidence en réalisant des essais à ΔK fixé. L'intérêt de réaliser ces essais à ΔK constant est de s'affranchir de l'histoire du chargement. La Figure I. 34 présente des vitesses de propagation de fissures réalisés à ΔK constant de $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ à $24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, en fonction de la pression de la vapeur d'eau ($10^{-4} \text{ Pa} < P_{H_2O} < 4 \times 10^3 \text{ Pa}$). Ces essais ont été conduits à fréquence constante (1Hz et 10Hz). Cela révèle l'existence de deux paliers de vitesses constants ainsi que deux phases de croissance des vitesses de fissuration pour des valeurs de pression de vapeur respectives de 10^{-3} Pa à 10 Pa et à partir de $2 \times 10^3 \text{ Pa}$.

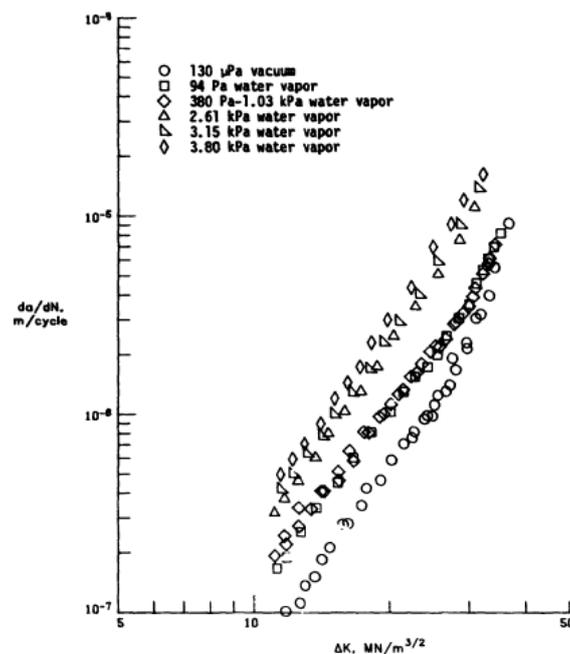


Figure I. 33: Vitesses de propagation de fissure sur un alliage 7475-T651 prélevé dans la direction LT sous différentes pressions de vapeur d'eau et sous vide, à une fréquence de 1Hz et $R=0,2$ [72]

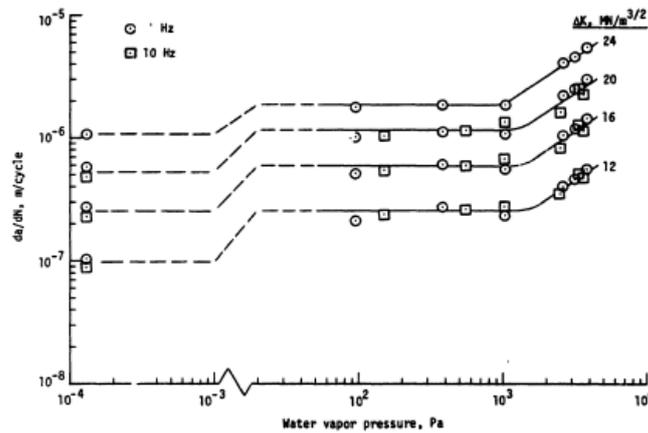


Figure I. 34: Vitesses de propagation de fissure en fonction de la pression de vapeur d'eau à différentes valeurs de ΔK d'un alliage 7475-T651, L-T, R=0,2 et à des fréquences de 1 Hz et 10 Hz [72]

Les travaux de Gudladt et al. [78] ont concentré l'analyse au seuil de fissuration et pour des valeurs de fréquence particulièrement élevées (100Hz). Ainsi la Figure I. 35 illustre l'effet de la vapeur d'eau, durant un temps d'exposition de la fissure à l'environnement très court, et révèle qu'il faut tout de même passer de 35 Pa à 32 kPa pour augmenter la vitesse autour du seuil de propagation de plus de deux décades contre moins d'une décade pour les plus fortes valeurs de ΔK . Cependant, la transition entre le voisinage du seuil et le domaine de Paris semble bien plus importante lorsque la pression de vapeur d'eau diminue.

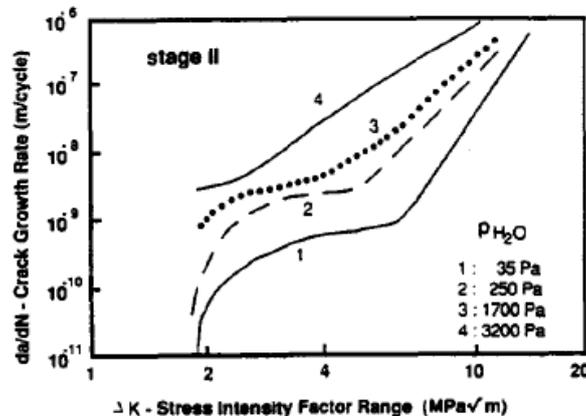


Figure I. 35: Vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité de contrainte d'un alliage 7075 pour différentes de pression de vapeur d'eau à une fréquence de 100Hz et R=-1 [78]

L'effet de la vapeur d'eau sur le comportement en fatigue en présence d'autres éléments (comme le cas de l'air) peut être différent de celui observé avec de la vapeur d'eau seule. Même s'il serait idéal d'obtenir une comparaison des vitesses de propagation d'une sollicitation sous vapeur d'eau et sous air avec la même pression partielle de vapeur d'eau, les travaux de Bradshaw et Wheeler [81] montrent tout de même que les éléments présents dans l'air peuvent inhiber, de façon légère, l'effet délétère de la vapeur d'eau. Effectivement, en se basant sur les vitesses de la Figure I. 36, on note que la vitesse de fissuration sous air ambiant ($P_{H_2O} = 1$ kPa) est très proche de celui sous vapeur d'eau ($P_{H_2O} = 2$ kPa) au voisinage du seuil, mais semble plus critique pour la fissuration à partir $\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

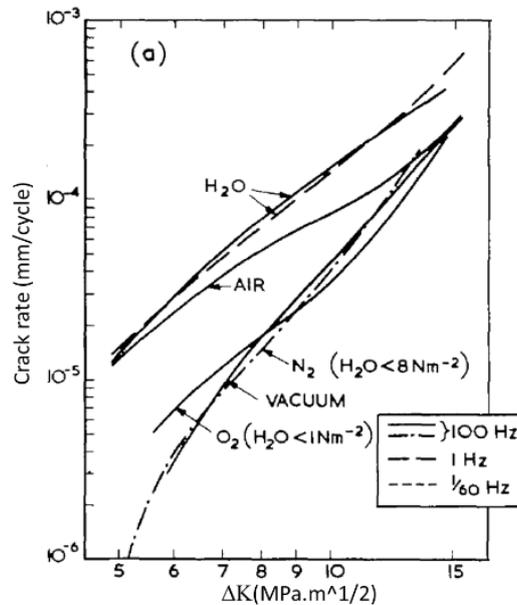


Figure I. 36: Courbes de propagation d'un 5070 sollicité en air ambiant, sous vapeur d'eau (2kPa), sous oxygène, sous azote et sous vide à une fréquence de 100 Hz [81]

En réalisant des essais à ΔK constant à une fréquence de 1Hz et 100Hz, les auteurs établissent le même constat en observant que l'air humide est plus néfaste que la vapeur d'eau pour la plus faible valeur de $\Delta K = 5.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Pour des valeurs de ΔK plus élevées, c'est l'effet de la vapeur d'eau qui semble plus nocive pour la résistance à la propagation que l'air humide.

A travers cette brève revue de la phénoménologie de l'effet de la vapeur d'eau, il apparaît que si peu de données sont disponibles sur l'effet de la vapeur d'eau ou de l'humidité partielle sous air sur l'amorçage de fissure, l'effet délétère de ces environnements sur la résistance à la fissuration est quant à lui clairement établi particulièrement au voisinage du seuil, même si les processus impliqués restent à préciser.

I.3.3 Effet des basses fréquences

La revue bibliographique révèle que très peu d'études traitent de l'effet spécifique des (très) basses fréquences sur la durée de vie des alliages d'aluminium de la série 7XXX. On relèvera tout de même les travaux de Gingell et al. [94] qui ont montré dans le cas d'un alliage 7150 sollicité en fatigue en milieu corrosif (solution NaCl), les plus faibles fréquences affectent nettement la durée de vie. Un tel résultat peut s'expliquer par une exposition prolongée à l'environnement qui permet aux différents processus contrôlés par le temps (réactions de surface, diffusion,) de se développer.

Les études concernant l'effet de la fréquence sur la résistance à la fissuration sont plus répandues. On retrouve l'étude de Bradshaw & Wheeler pour les alliages 683 et 7070 dans un environnement ambiant et sous vide [81] (Figure I. 37).

Dans le cas de l'alliage 5070 (Al-Cu-Mg) sollicité à l'air ambiant, augmenter la fréquence entraîne une diminution de la vitesse de fissuration pour $\Delta K > 6.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Pour $\Delta K > 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et pour les fréquences les plus faibles par contre, on constate que l'effet de la fréquence sature en dessous de 1Hz. Il s'avère donc qu'il existe une fréquence critique en-dessous de laquelle il n'y a plus d'influence sur la vitesse de propagation. Sous vide, on ne relève aucun effet de la fréquence, ce qui confirme que l'effet de la fréquence sur la propagation en air est lié à l'action de l'environnement humide.

Pour des valeurs de $\Delta K > 10 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, l'influence de l'environnement s'estompe fortement, notamment pour une fréquence de 100Hz où la vitesse de propagation de la fissure dans un matériau sollicité à l'air ambiant rejoint les vitesses de propagation sous vide. Pour des fréquences aussi élevées, le temps d'exposition à un environnement agressif est extrêmement réduit alors même que la fissure propage assez rapidement. De plus, le faible effet de la fréquence sous vide sur ce matériau semble peu surprenant du point de vue des auteurs qui font un parallèle avec une très bonne tenue du matériau au fluage due à une phase durcissante Al_2CuMg stable.

Néanmoins, dans le cas de l'alliage 683 (Al-Zn-Mg), l'effet de la fréquence semble plus important pour les deux environnements. En effet, sous air, on note une augmentation de la vitesse de propagation de fissure allant de pair avec une diminution de la fréquence. Les auteurs relient cette tendance à la nature du matériau et au type de durcissement par dispersion. Néanmoins, sous vide, on distingue clairement un effet de la fréquence qui s'estompe avec l'augmentation du FIC.

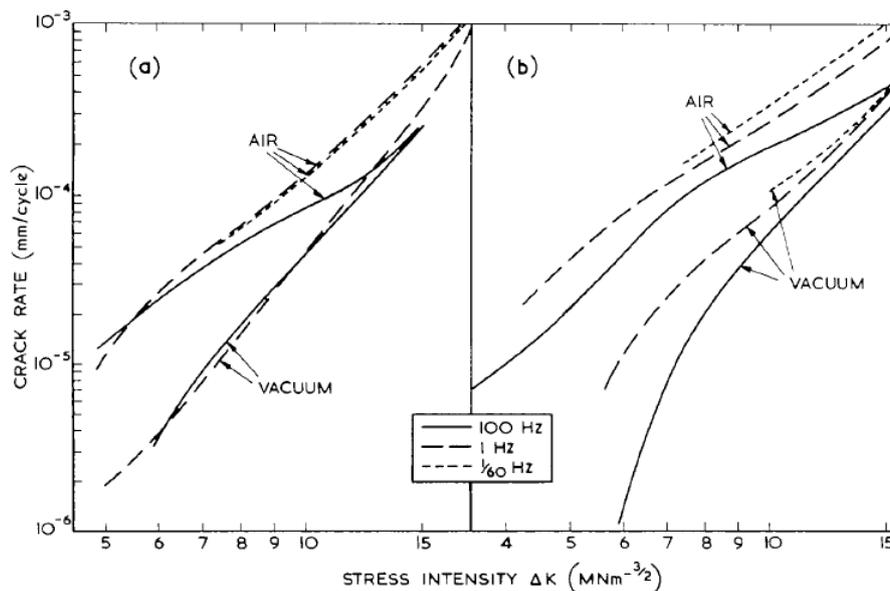


Figure I. 37: Courbes des vitesses de propagation en air ambiante et sous vide à différentes fréquences a) sur un alliage 5070, b) sur un alliage 683 [81]

L'effet de la fréquence sur les vitesses de propagation n'est pas proportionnel [95], [96]. En effet, l'étude de Zhu & al sur le comportement des fissures courtes d'un alliage d'aluminium de fonderie E319 (Al-Si-Cu) présente les vitesses de fissuration du matériau sollicité sous air et à une fréquence très élevée (20 kHz), une fréquence de 20 Hz et une fréquence faible de 1 Hz à $R=-1$ (Figure I. 38). L'effet néfaste des plus basses fréquences sur la propagation des fissures est encore illustré mais on distingue tout de même des vitesses de propagation à 1 Hz qui sont légèrement plus faibles que les vitesses de propagation à 30 Hz. Cette non linéarité de l'effet fréquence, ou encore l'effet « inverse » se retrouve dans des environnements corrosifs type solution saline, comme le montre la Figure I. 39. Dans le cadre des travaux de Kotsikos et al. [96] sur un alliage 7017-T651, des vitesses de propagation bien plus importantes sont observées à une fréquence de 2 Hz qu'à $5 \cdot 10^{-2}$ Hz.

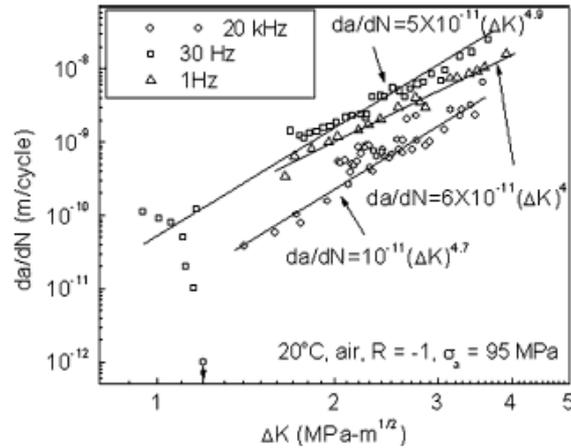


Figure I. 38 : Propagation dans un alliage de fonderie E319 sous air à 20 kHz, 30 Hz et 1 Hz [95]

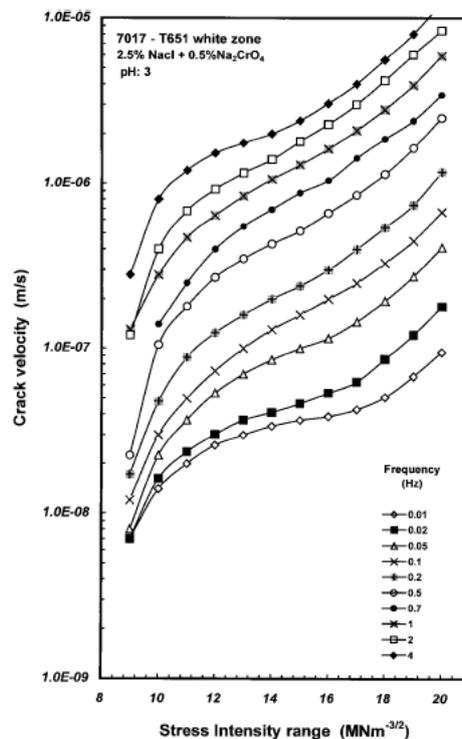


Figure I. 39: Vitesses de propagation en fonction du facteur d'intensité de contrainte d'un 7017 T-651 dans une solution de 2.5% NaCl 0.5% Na₂CrO₄, à un pH=3 aux fréquences allant de 0,01 Hz à 2 Hz et dans un environnement sec à 4 Hz ($R=0,1$) [96]

Des essais de propagation conduits à ΔK fixé et à fréquences fixées en variant la pression partielle de vapeur d'eau ont mis en lumière l'importance du temps d'exposition sur la propagation.

Cet effet « inverse » de la fréquence a aussi été constaté sur un alliage 2034-T351 sollicité dans une solution NaCl par Menan et al. [97] qui associent un tel effet à une balance entre différentes cinétiques de production d'hydrogène et de repassivation de la surface en pointe de fissure.

Les deux figures (Figure I. 40(a) et (b)) mettent en relation les vitesses de propagation des fissures et la pression de vapeur d'eau à des FIC constants dans le cas d'essais à 1 Hz et 100 Hz respectivement [81].

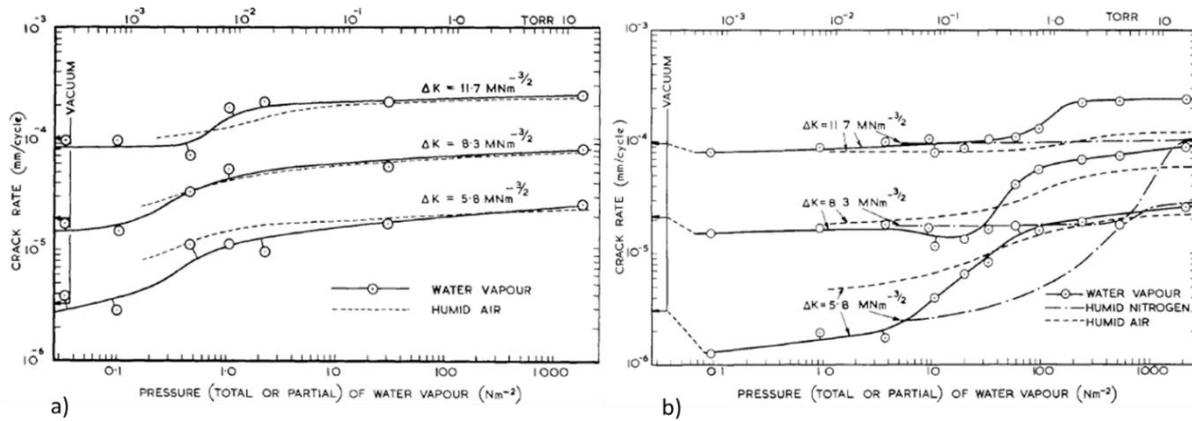


Figure I. 40: Vitesses de propagation en fonction de la pression de vapeur d'eau à ΔK constant d'un alliage 5070 (a) à 1 Hz and (b) à 100 Hz [81]

Pour une sollicitation à faible fréquence, la valeur critique de la pression partielle associée à l'augmentation brutale de la vitesse de propagation est plus faible que pour des fréquences de sollicitation élevées. Le rapport des fréquences de sollicitation et celui des pressions de vapeur d'eau critiques associées suggèrent donc qu'une notion de temps d'exposition peut être majeure dans le contrôle des effets d'environnements sur la propagation assistée par l'environnement.

La brève revue de l'effet des fréquences de chargement faibles indique que l'effet de fréquence est lié à l'interaction matériau-environnement mais dépend également du niveau de chargement cyclique.

I.3.4 Effet des basses températures

Afin de rester dans le cadre de notre étude, nous nous limiterons ici à discuter de l'effet des températures négatives.

Avant d'aborder l'effet de la température sur le comportement en fatigue, il semble nécessaire de prendre connaissance des effets de la température sur le comportement monotone du matériau. Les énoncés fondamentaux de la thermodynamique établissent clairement l'effet de la température sur le comportement d'un matériau. La viscosité augmentant avec la température, on pourrait s'attendre, à froid, à diminuer cette viscosité et donc à avoir un matériau plus fragile sans sensibilité à la vitesse de sollicitation.

Quelques travaux ont mis en évidence l'effet de la température sur la résistance en traction de différents alliages de la série 7XXX. Christian et al. [98] révèlent une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte à la rupture pour les basses températures. Cette augmentation, environ de 35% en passant de 26°C à -240°C, est accompagnée d'une diminution de l'allongement à rupture. L'effet de la vitesse de déformation d'un alliage 7075 T6 à froid réalisée par Lee et al. [99] (Figure I. 41) montre que l'effet de la vitesse de déformation est similaire à 0°C, -100°C et à -196°C.

Albrecht et al. [100] ont évalué la réduction d'aire en fonction de la température dans un alliage 7075 T73 chargé et non chargé en hydrogène. Les résultats de la Figure I. 42 montrent que si la réduction d'aire relative augmente continuellement avec la température pour l'état non chargé, l'évolution est plus complexe pour l'état chargé avec un minimum autour de -100°C.

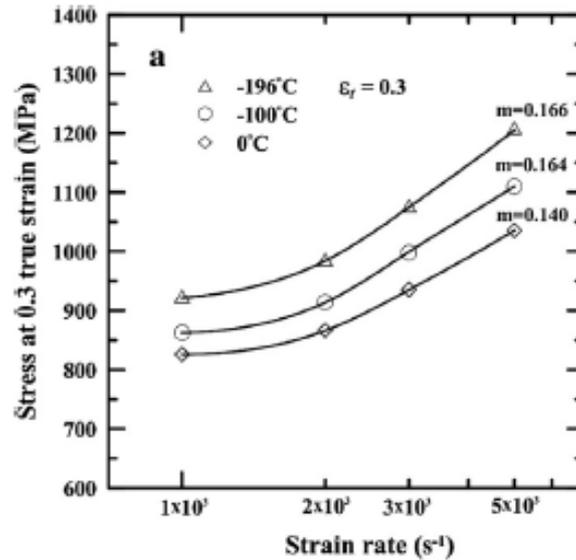


Figure I. 41: Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte vraie pour une déformation vraie de 0,3 à différentes température sur un alliage 7075 T6 [99]

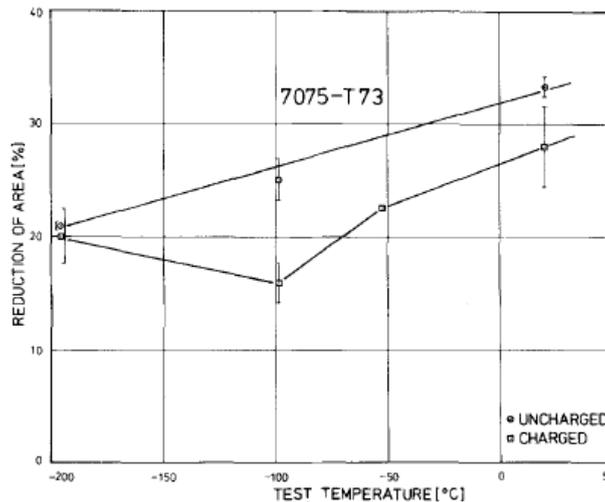


Figure I. 42: Réduction relative de l'aire de la section de la zone utile en fonction de la température après essais de traction d'un alliage 7075 T73 pré-chargé ou non chargé en hydrogène [100]

Nous retiendrons que les basses températures sur le comportement monotone d'alliages 7XXX s'explique par une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte à la rupture. Le reste de cette partie va se focaliser sur l'effet des basses températures sur la durée de vie en amorçage du matériau, ainsi que sur les vitesses de propagation des fissures.

McCammon & Rosenberg [101] ont été des précurseurs dans l'investigation de l'effet des basses températures sur la durée de vie. La Figure I. 43 met en évidence l'effet bénéfique des basses températures sur la durée de vie de l'aluminium pur en lien avec le durcissement. Ces résultats sont cohérents avec les travaux de Manson-Coffin qui mettent en relation la durée de vie avec l'amplitude de la déformation plastique $\Delta\varepsilon_p$ par :

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f(N)^C, \quad (8)$$

où les paramètres c and ϵ_f' sont des constantes du matériau dépendantes de la température. En effet, à faible température et sous déformation totale imposée, du fait du durcissement, la déformation plastique diminue en faveur d'une augmentation de la déformation élastique qui mène donc à une diminution de l'endommagement du matériau conduisant ainsi à une augmentation de la durée de vie.

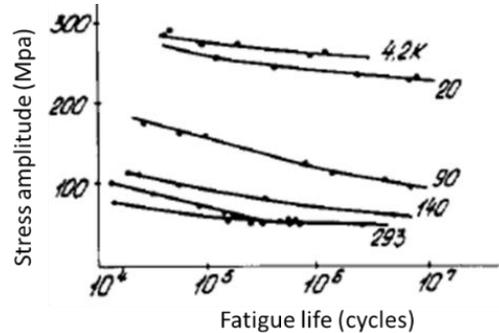


Figure I. 43: Durée de vie de l'aluminium pur à 4.2, 20, 90, 140 et 293° K [101]

Plus récemment, Burns et al. [2], [4] ont étudié l'effet de la température sur les vitesses de propagation de l'alliage 7075 T651, en essayant de s'approcher au mieux des conditions environnementales vues par un avion en altitude. La Figure I. 44 présente les vitesses de propagation à température ambiante et à froid à des pressions de vapeur d'eau P_{H_2O} différentes et à une fréquence fixée de manière résultant en valeurs déterminées du taux d'exposition, exprimé en $Pa \times s$, similaire. De cette façon, les auteurs n'évaluent que l'effet de la température pour une valeur de taux d'exposition donnée. Pour chaque graphique et pour un même taux d'exposition, on constate que les vitesses de propagation sont plus faibles à froid qu'à température ambiante. Aussi, on remarque que plus le taux d'exposition est faible, plus l'effet de la température est exacerbé. Enfin, l'effet de la température est plus marqué au voisinage du seuil.

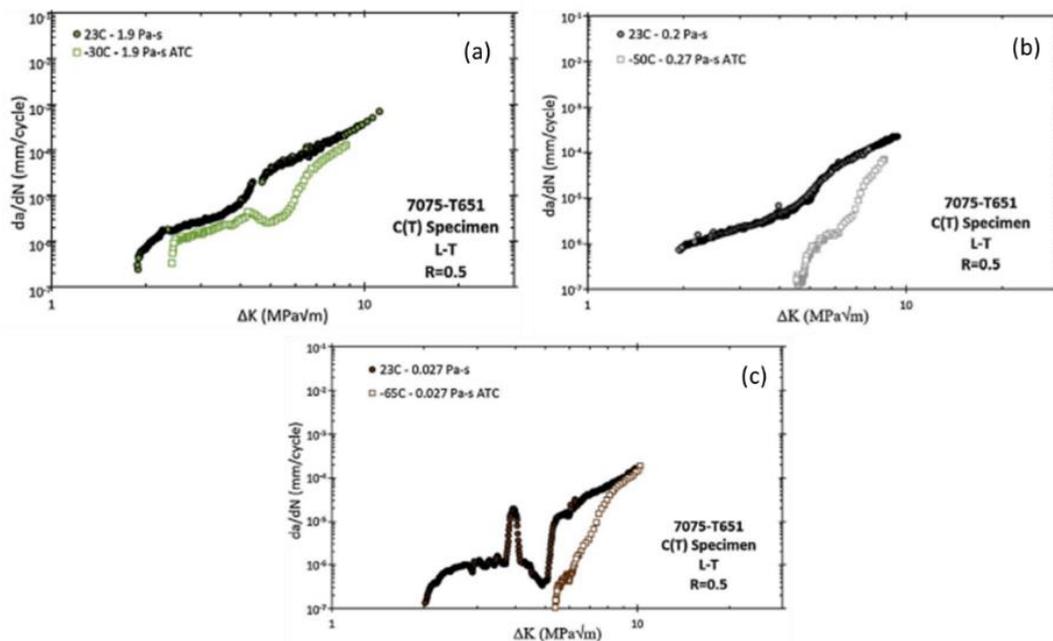


Figure I. 44: Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK , à $R=0.5$, $f=20\text{Hz}$ et à différentes températures et $(P_{H_2O})/f$ fixée (a) $1.9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, (b) $0.2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, (c) $0.027 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ pour un 7075 T651 (L-T). Les essais annotés avec ATC ont été réalisés au Centre Technologique Arconic [4]

Brown et al. [102] ont également mis en lumière l'effet de la température sur les cinétiques de propagation, mais cette fois à différentes valeurs de la pression partielle P_{H_2O} (Figure I. 45). Il semble qu'il faut atteindre une température de -30°C pour discerner un effet bénéfique des basses températures sur la résistance à la fissuration à différents P_{H_2O} . En effet, pour une température de -15°C et au-dessus, il n'y a aucun effet notable de la température. Etonnemment, on constate qu'il n'y a pas d'effet de la température non plus entre 23°C et -65°C avec des niveaux de $P(H_2O) = 0.54$ Pa. Cela suppose qu'il n'y a pas d'effet de l'environnement pour des pressions de vapeur d'eau très faible.

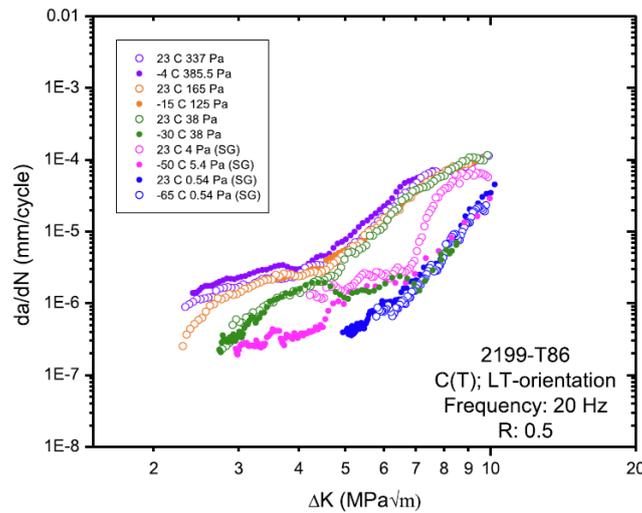


Figure I. 45: Courbes de propagation d'un alliage 2199 à $R=0.5$ et $f=20\text{Hz}$ sollicitées à des températures entre 23°C et -65°C [102]

I.4 Mécanismes de fatigue assistée par l'environnement

I.4.1 Mécanismes associés à la vapeur d'eau

Sur la base d'une revue bibliographique sur le sujet, l'action de l'air ambiant ou de la vapeur d'eau sur le comportement en fissuration est décrit suivant deux processus distincts qui feront chacun l'objet d'une sous-partie [44], [58]. On distinguera :

- Les mécanismes mis en jeu dans un régime de propagation assisté par l'adsorption
- Les mécanismes mis en jeu dans un régime de propagation assisté par l'hydrogène

I.4.1.1 Du transport jusqu'à la réaction de surface

Précédemment, nous avons établi l'effet néfaste de l'humidité sur le comportement en propagation de fissure des alliages d'aluminium. Cela a notamment été mis en lumière par comparaison des vitesses de propagation produites sous vide et sous différentes pressions partielles en vapeur d'eau et des surfaces de rupture associées [69], [103].

Néanmoins les molécules de vapeur d'eau adsorbées impactent directement les propriétés de la couche passive de l'aluminium. Grosskreutz et al. [87] associent l'effet délétère de l'air ambiant à une réduction de la résistance à la rupture de la couche d'oxyde par rapport à un environnement inerte. De plus, le phénomène de fermeture de fissure peut mener à la ruine localisée de la couche d'oxyde et ainsi réactiver la surface en faveur de l'hydrogène. Il peut arriver que des phénomènes

antagonistes coexistent. Par exemple, dans le cas du fer, la couche d'oxyde native à la surface ralentit la cinétique de réaction de surface alors qu'à contrario la déformation plastique augmente la cinétique de pénétration de l'hydrogène au sein du matériau [104].

Dans le cas de notre alliage, la dégradation de la résistance à la fissuration en présence de vapeur d'eau pourrait tout à fait être basée sur une compétition entre les cinétiques de réaction de surface et la diffusion d'atomes d'hydrogène en pointe. La phase de transport serait alors inexistante.

La très grande majorité des auteurs converge pour interpréter la dégradation des propriétés en fatigue en environnement humide suivant le processus séquentiel décrit Wei et al. (page 28 en Figure I. 19)[58], [59] qui prône un effet de la vapeur d'eau sur le comportement en propagation de fissure uniquement lié à un mécanisme de fragilisation par l'hydrogène dans le volume en pointe de fissure. Petit et al. [105] quant à eux suggèrent que la FPH n'est pas le seul processus responsable de cette dégradation mais que les phénomènes de surface y contribuent également de façon significative. Ainsi le comportement en fissuration au voisinage du seuil des alliages métalliques en atmosphère humide est analysé (air ambiant) via la superposition de deux processus distincts et séquentiels illustrés en Figure I. 46. Ce schéma représente le régime de propagation intrinsèque en stade II (courbe rouge), un autre régime assisté par l'adsorption de molécules de vapeur d'eau (courbe verte) et enfin un régime assisté par l'hydrogène (courbe bleue) activé lorsque certaines conditions critiques sont remplies (pression partielle suffisamment élevée, localisation dans un petit volume en pointe, avance intermittente de la fissure, ...). Pour rappel, le stade II est le régime qui prédomine notamment dans le domaine de Paris. Ce régime rend compte des comportements intrinsèques de nombreux alliages d'aluminium.

Deux points majeurs sont suggérés par l'auteur et illustrés via le schéma :

- Au-delà d'une valeur bien spécifique de la vitesse de fissuration contrôlée par l'hydrogène, la fissuration serait uniquement assistée par l'adsorption de molécules de vapeur d'eau sur les surfaces fraîches en pointe de fissure.
- En dessous de cette vitesse de propagation spécifique, la propagation est assistée par l'hydrogène [58], [59] issu de la dissociation des molécules préalablement adsorbées. Le comportement en propagation de fissure serait uniquement lié à la diffusion d'hydrogène dans le volume en pointe de fissure. Si la pression partielle est trop faible, il est fort probable qu'on ne déclenche jamais ce régime car il n'y aura pas assez d'hydrogène produit en surface.

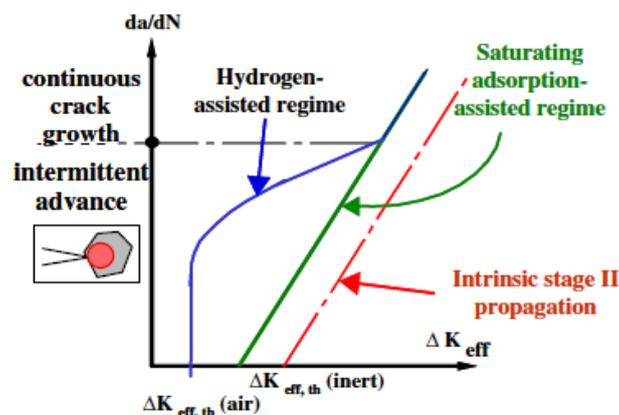


Figure I. 46: Représentation schématique des vitesses de propagation caractéristiques d'un régime assisté par l'adsorption de vapeur d'eau et d'un régime assisté par l'hydrogène en fonction de ΔK_{eff} [105]

Selon cette approche, pour des vitesses de propagation moyenne ($>10^{-8}$ m/cycle), l'adsorption des molécules de vapeur d'eau sur les surface fraîchement rompues en pointe de fissure, diminue l'énergie de création de surface (effet Rehbindler [106]) et ainsi réduire la résistance de l'alliage [44], [107]. En effet, la création de surface au cours la progression de la fissure est liée au taux de couverture Θ introduit par Langmuir et représente le rapport entre le nombre de sites occupés par une molécule adsorbée et le nombre total de sites disponibles sur la surface [108]. Cela suppose que Θ soit directement proportionnel à la pression partielle de vapeur d'eau et au nombre de sites non occupés.

Pour des vitesses de propagation plus lentes, au voisinage du seuil, l'effet de l'environnement est plus marqué et s'explique par un processus de type FPH dans la zone plastifiée. En effet, Tien et al. [109] supportent l'idée que les atomes d'hydrogènes proviennent de la dissociation des molécules de vapeur d'eau adsorbées puis drainés dans la zone plastifiée par les dislocations qui se déplacent sous le chargement cyclique.

Petit et al. [88] pour leur part, ont constaté qu'il y a aucune influence de la microstructure, pour une propagation en stade II pour un alliage 7075 T7351 à l'air et sous vide. En effet, la propagation sous vide est qualitativement comparable à celle sous air mais quantitativement, la propagation sous vide serait bien plus lente que sous air. De plus, les fractographies ont montré que quel que soit l'environnement, l'amorçage s'effectue au niveau des précipités intermétalliques et que la propagation en stade II est très peu affectée par les joints de grains.

A température ambiante, les récents travaux de Burns et al., ont permis de proposer des scénarii de propagation de fissure à ΔK constant en fonction du taux d'exposition appelé ici ERP (Exposure Rate Parameter). Les 3 domaines caractéristiques (2 plateaux séparés par un transitoire) présentés en Figure I. 47, sont associées à des processus bien spécifiques [110].

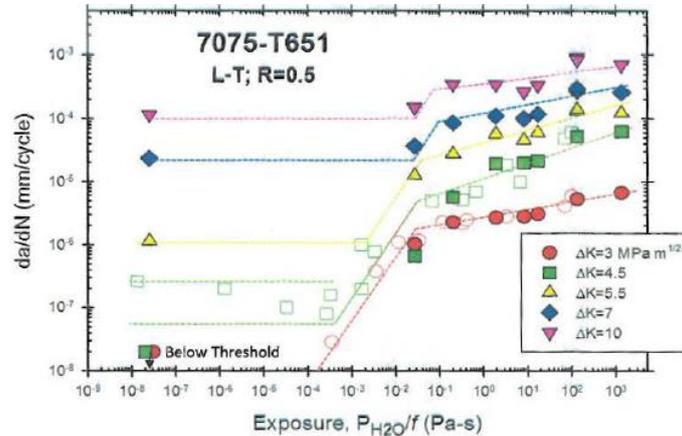


Figure I. 47: Vitesses de propagation en fonction de l'ERP pour différents valeurs de ΔK à $R=0.5$, $f=20\text{Hz}$ [110]

Selon les auteurs, dans le cas de l'essai mené à $\Delta K = 3 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$ et pour les ERP les plus faibles (jusqu'à $10^{-4} \text{ Pa} \times \text{s}$) correspondant à un environnement inerte, le transport de molécules de vapeur d'eau dans la fissure est tellement faible que le taux de couverture en pointe est quasi nul. L'avancée de fissure serait contrôlée uniquement par l'activité plastique en pointe de fissure (régime intrinsèque).

A des niveaux d'ERP intermédiaires ($2 \times 10^{-4} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 2 \times 10^{-2} \text{ Pa} \times \text{s}$), la cinétique de propagation serait limitée par l'écoulement des molécules de la vapeur d'eau dans la fissure, qui est directement proportionnel à l'ERP jusqu'à arriver à un rapport critique (ici $P(\text{H}_2\text{O})_{\text{critique}}/f = 2 \times 10^{-2} \text{ Pa} \times \text{s}$). En effet l'adsorption des molécules de vapeur d'eau à la surface de la pointe de fissure est limitée par l'écoulement moléculaire qui peut être géométriquement gêné par les collisions des molécules

de vapeur d'eau sur les surfaces de la fissure à faible pression [34, 51]. L'accès des molécules d'eau à la pointe peut aussi être freiné par des collisions entre molécules de vapeur d'eau elles-mêmes pour des pressions plus élevées.

Au-delà de cette valeur d'ERP critique, les vitesses de propagation semblent se stabiliser et l'augmentation de l'ERP n'a plus d'effet supplémentaire sur les vitesses de propagation. Dans ce régime, les réactions de surface seraient à saturation et la vitesse de diffusion constante atteinte.

Selon Bradshaw et Wheeler [81], la pression de vapeur d'eau critique à une fréquence donnée correspond à la pression suffisante pour former une monocouche adsorbée sur la surface fraîchement créée par le pas d'avancée de fissure préalable. Le phénomène qui accélère la propagation de fissure étant lié à la réaction de la vapeur d'eau avec les liaisons interatomiques en pointe de fissure, la pression critique correspondrait donc à la pression de gaz qui délivre le plus de molécules de gaz pour chaque liaison intermétallique à une vitesse deux fois plus rapide que la vitesse de rupture des liaisons causée par l'avancée de fissure (dans l'hypothèse où l'on a deux molécules par liaisons atomiques). Néanmoins, cette description implique deux hypothèses :

- C'est la réaction de surface, et non la diffusion en volume, qui joue un rôle prédominant dans la dégradation du comportement en propagation ;
- La réaction de surface qui contrôle la cinétique globale du processus de fragilisation.

Dans cette condition, la quantité de molécules de vapeur d'eau adsorbée en pointe de fissure dépendra de la fréquence de sollicitation. En effet, la cinétique d'adsorption de la monocouche créée doit être au moins aussi rapide que la période d'un cycle.

Certains travaux attribuent à l'adsorption une propagation en stade II par une homogénéisation des déformations [111],[112].

I.4.1.2 Propagation assistée par l'hydrogène en pointe de fissure

Si l'entrée en action du régime assisté par l'hydrogène requiert un temps d'exposition de la pointe de fissure à l'environnement suffisamment long selon le matériau [(49],[107)], les atomes produits en surface peuvent diffuser rapidement selon le réseau cristallin et la microstructure. Effectivement, cette cinétique dépend de la concentration en hydrogène, de la température, du champ de contrainte en pointe de fissure, du champ électrique et bien évidemment contrôlée d'un point de vue cinétique par le coefficient de diffusion.

Néanmoins, de nombreuses études ont avancé que les dislocations mobiles sont des moyens de transport encore plus rapide pour les atomes d'hydrogène comparé à la diffusion dans le réseau [114], [61], [109], [115]. On a donc une compétition entre la cinétique d'avance de la fissure et l'arrivée d'hydrogène en pointe de fissure par les dislocations. Dans ce scénario, deux limites à la propagation assistée par l'hydrogène se dessinent. Une première limite correspondrait au fait que la vitesse d'avance de fissure à fort ΔK est tellement importante qu'il devient impossible d'atteindre une concentration critique en hydrogène en pointe de fissure. A l'opposé, à faible ΔK les dislocations mobiles sont trop peu nombreuses pour drainer suffisamment d'hydrogène en pointe de fissure avant le prochain incrément d'avancée de fissure.

Concernant le cas des alliages Al-Zn-Mg, Oger et al. [116] ont mis en lumière le rôle des précipités durcissants dans le piégeage et la diffusion de l'hydrogène. Ainsi la baisse des propriétés mécaniques de l'alliage 7046 chargé en hydrogène semble être la conséquence du piégeage de l'hydrogène aux joints de grain menant à un mode de rupture intergranulaire fragile. A contrario, lorsque l'hydrogène est piégé près des précipités, comme la cohésion des joints de grains est moins affectée par l'hydrogène, la résistance de l'alliage est plus importante. Bien que les dislocations soient des

vecteurs de diffusion très rapides pour l'hydrogène, les auteurs soulignent néanmoins qu'une trop forte densité de dislocations enchevêtrées peut induire un effet barrière contre la diffusion [116]. Il y aurait donc une compétition de deux mécanismes qui ont en plus des effets antagonistes.

Une fois que l'hydrogène pénètre dans le volume en pointe de fissure, les mécanismes de FPH précédemment présentés peuvent alors entrer en jeu. Scamans et al. [76] attribuent l'effet de l'air humide à une modification de la chimie locale du matériau. En effet, la Figure I. 48 illustre un joint de grain après exposition de trois jours à 70°C et à une pression de vapeur d'eau importante. On y voit au bout des flèches une dissolution des précipités aux joints de grains ainsi que la formation d'oxydes. Ces phénomènes seraient la cause du mécanisme HEDE qui participe à la décohésion des grains et à un endommagement prématuré.

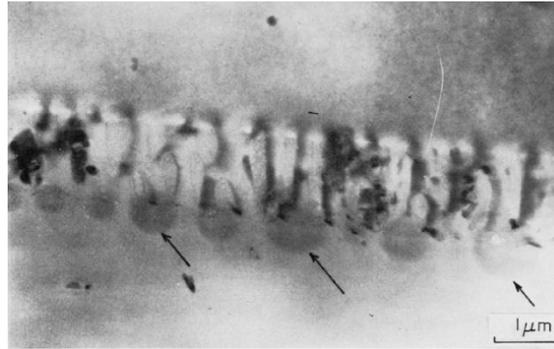


Figure I. 48: Image MET d'un alliage Al-6Zn-3Mg exposé à 70 °C à de l'air saturé en vapeur d'eau durant trois jours [76].

Dans le cas de l'alliage 7046 T7-20 en FC dans un milieu corrosif et qui subit une rupture par traction à l'air, Oger et al. [117] plaident plutôt pour une prédominance d'un mécanisme de type HELP qui favorise la localisation de la plasticité selon des plans préférentiels et menant à une rupture transgranulaire fragile. A l'état T4 et au plus proche de la zone exposée, la présence d'hydrogène sur les joints de grains suggère plutôt une FPH de type HEDE expliquant la rupture intergranulaire fragile. Plus loin de la zone en contact avec l'environnement, la quantité moindre d'hydrogène ne permettrait pas la décohésion mais l'auteur suggère que la présence d'hydrogène intergranulaire ainsi que l'augmentation de la plasticité locale lors de la propagation de fissure intergranulaire favoriserait la rupture transgranulaire selon des plans préférentiels.

L'analyse des faciès de rupture dans le but de déceler les mécanismes mis en jeu dans la rupture par traction à l'air, révèlent une rupture fragile ainsi qu'une diminution de l'allongement à rupture qui va de pair avec une diminution de la vitesse de déformation. Oger propose donc un mécanisme de type AIDE. Après un traitement de revenu sur cet alliage, il semble que les précipités diminuent la sensibilité à la FPH lors des deux étapes en piégeant l'hydrogène lors de l'adsorption de l'hydrogène et en limitant leur diffusion lors de la deuxième étape.

Il se trouve que la fréquence peut aussi affecter l'absorption d'hydrogène via l'effet de la vitesse de déformation en pointe de fissure ou encore via des effets de repassivation et dépassivation (si le film d'oxyde est stable) [118]. Pour le cas des alliages d'aluminium 7XXX sollicités à basse fréquence, la prédominance de propagation intergranulaire semble être typique d'un comportement de FC.

Les travaux de Gingell et al. [119] sur la propagation de fissure d'un alliage 7150 sous air ambiant et dans une solution aqueuse saline montrent l'effet que la transition de propagation de type intergranulaire pour les plus faibles valeurs de FIC à de la propagation transgranulaire est dépendante de la fréquence. Si un mécanisme de fragilisation par hydrogène est actif, cela suppose qu'une concentration critique en atomes d'hydrogène est atteinte aux joints de grains pour induire

la propagation intergranulaire. En effet, il ressort que la propagation de type intergranulaire et fragile est souvent issue d'une concentration critique en hydrogène plus importante que celle menant à une propagation fragile transgranulaire.

En bref, dans le cas d'alliage 7XXX sollicité en fatigue en présence de vapeur d'eau, il existe encore des controverses concernant l'importance relative de (i) l'adsorption en pointe des fissures par rapport à l'hydrogène dissous dans la zone plastifiée cyclique et (ii) concernant la propension des mécanismes de glissement localisé par rapport aux mécanismes de décohésion. Il est néanmoins clairement établi que les joints de grains, les précipités, et les dislocations sont du premier ordre quant à la diffusion de l'hydrogène dans les alliages 7XXX.

Enfin, il est légitime de se questionner sur l'existence d'un lien entre l'abatement des propriétés en propagation et l'oxydation de la surface de fissure. On estime le module élastique du film d'oxyde en surface d'un alliage d'aluminium sous air inférieur au module élastique de la surface du matériau [87]. A contrario, le module élastique du cœur du film d'oxyde est supérieur à celui de la surface de l'aluminium. De part cette différence de module, le film d'oxyde devrait augmenter la mobilité des dislocations en « attirant » ces dernières à la surface du matériau et donc rendre le niveau de contrainte plus important pour propager [87]. Or les vitesses de fissuration sont plus importantes sous air que sous oxygène alors que c'est dans ce dernier environnement que la production d'oxyde est la plus importante. L'effet de l'oxydation a donc vite été écarté comme cause de la réduction de la durée de vie en air humide même si, Shen et al. [82] décrivent la dégradation de la durée de vie en amorçage sous air comme le résultat du piégeage des dislocations sous le film d'oxyde.

I.4.2 Effet de la vapeur d'eau sous air

La problématique du rôle de la vapeur d'eau dans la fatigue assistée par l'environnement est souvent abordée en contrôlant la pression partielle en vapeur d'eau. Or, en pratique les composants sont exposés à de l'air plus ou moins humide. Se pose donc la question de potentielles interactions entre espèces présentes au sein du milieu « air », et notamment entre vapeur d'eau et oxygène. Ainsi les travaux de Bradshaw et al. [81], examinent spécifiquement les cinétiques de propagation en présence de vapeur d'eau, de gaz inertes avec une pression résiduelle en vapeur d'eau, en air humide et enfin sous oxygène sec. Dans un gaz inerte avec traces de vapeur d'eau, la nature de l'écoulement passe d'un écoulement moléculaire à un écoulement de type Poiseuille où ce sont les collisions entre molécules elles-mêmes qui limitent l'accès. Cela se traduit par une augmentation de la pression critique requise pour accélérer la propagation d'un ordre de grandeur environ. Il semble toutefois que la nature du gaz inerte joue également un rôle.

L'air, l'oxygène et la vapeur d'eau inhibe la propension à propager suivant un mode SBC observé à faible vitesse de fissuration sous vide dans le cas d'un alliage Al-Zn-Mg-Mn à gros grain et favorisent une propagation en stade II. A des vitesses intermédiaires, les vitesses sous oxygène sont plus faibles et les stries moins marquées et définies.

Broom et al. [120] attribuent l'effet de la vapeur d'eau sur la durée de vie en fatigue à la pénétration d'ions hydrogène qui favoriserait l'amorçage. Dans le cas d'un alliage 2024, Hartman et al. [121] concluent que le rôle de la vapeur d'eau sur l'amorçage et la propagation des fissures de fatigue est prédominante notamment vis-à-vis de l'oxygène, en accord avec les résultats de Bouchet et al [92]. Selon ce dernier en outre, plus que la pression partielle en vapeur d'eau dans l'atmosphère, c'est la concentration en eau au niveau de la couche adsorbée (ou de la couche d'oxyde) qui serait à

considérer. En particulier, sur la base d'isotherme d'adsorption, il semble que, dans un domaine intermédiaire, les deux quantités n'évoluent pas de la même manière.

Selon Hartman et al. [121], si l'on fait l'hypothèse que l'effet de la vapeur d'eau sur la fatigue la propagation des fissures dans l'aluminium et ses alliages n'est pas couplée à la teneur moyenne de vapeur d'eau dans l'air mais bien à la concentration d'eau réellement absorbé par la surface de l'oxyde du métal, cela pourrait avoir les conséquences suivantes ; la couche d'oxyde d'aluminium va adsorber les molécules avec un grand moment dipolaire, comme l'eau, beaucoup plus fort que les molécules avec un très faible moment dipolaire, comme l'oxygène, l'azote et l'argon. Ce dernier, s'il est déjà adsorbé, sera remplacé totalement ou en partie par l'eau. Puisque l'adsorption de l'eau sur l'oxyde est une adsorption physique, les molécules d'eau adsorbées conservent une mobilité de surface. Lorsque les déformations plastiques du métal sous la couche d'oxyde conduisent à l'amorçage de fissures dans la couche d'oxyde, les molécules d'eau diffusent plus facilement dans ces fissures que les molécules d'oxygène en raison de leur concentration relativement élevée par adsorption sur l'oxyde, leur mobilité et leur petite taille. Ainsi, la forte adsorption et une concentration élevée de molécules d'eau sur l'oxyde métallique pourrait fournir une explication du fait que dans l'air, malgré la pression partielle beaucoup plus élevée de l'oxygène, l'eau peut être plus active que l'oxygène et être le facteur dominant.

L'hypothèse précédente suggère que la cinétique de réaction chimique entre l'aluminium et l'eau serait liée à la forme de l'isotherme d'adsorption. Cela implique qu'à faible amplitude de la contrainte et/ou lorsque la vitesse de propagation intrinsèque est lente, la vitesse de fissuration en fonction de la teneur en vapeur d'eau sera également liée à la forme de l'adsorption isotherme, ce qui est vérifié expérimentalement (Figure I. 49). Cela permet les auteurs de conclure que la propagation à l'air n'est pas contrôlée par le teneur en vapeur d'eau mais bien par la quantité de vapeur d'eau adsorbée par la couche d'oxyde en pointe.

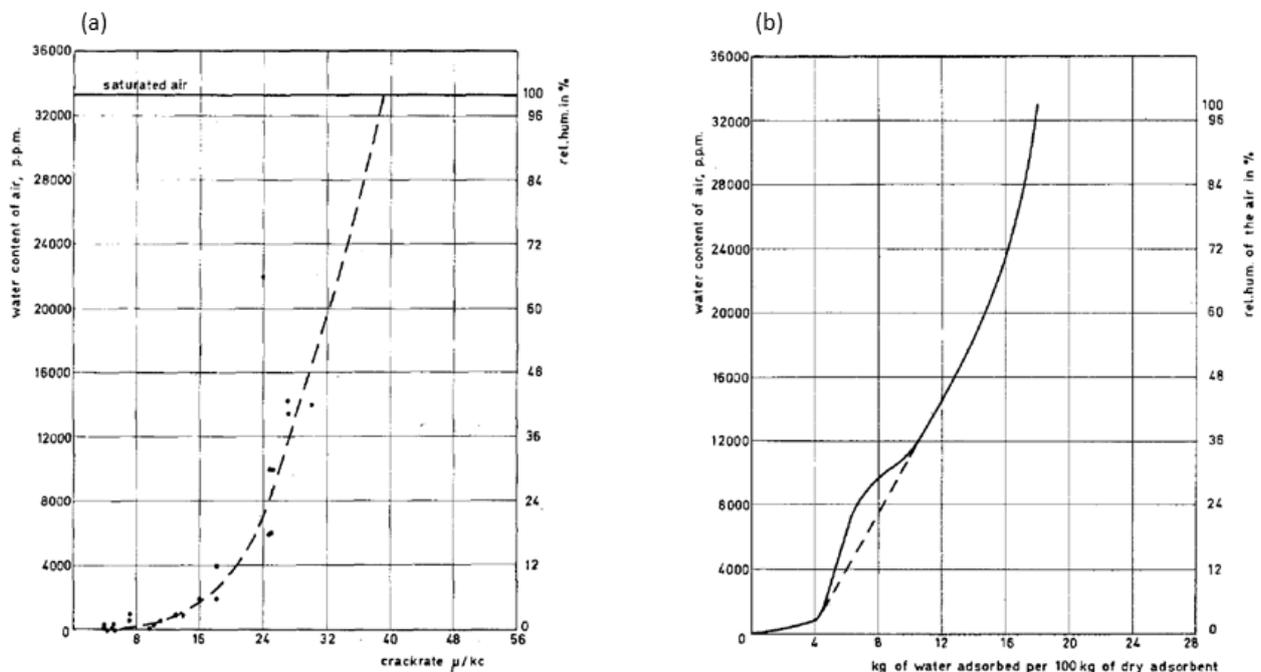


Figure I. 49: (a) Effet de la teneur en vapeur d'eau sur la vitesse de propagation de fissure et (b) Isotherme d'absorption de l'alliage à 25°C

La question de mélange de gaz où l'un des composants peut inhiber l'action d'un autre a été abordée par Wei et al. [113], notamment dans le cas de l'oxygène par rapport à la vapeur d'eau dans l'air humide. Pour rappel, dans cette approche, l'accélération de la propagation en atmosphère humide est supposée être uniquement liée à un mécanisme type FPH en pointe induit par l'hydrogène issu de la réaction de surface en quantité proportionnelle à l'aire de la surface fraîche créée mais les phases de diffusion et fragilisation sont beaucoup plus rapides que le transport et la réaction de surface. Les hypothèses de base pour modéliser ces effets sont :

- Il n'y a pas de condensation au sein du capillaire constitué par la fissure ;
- Les 2 espèces gazeuses sont fortement adsorbées (effet de désorption négligeable) ;
- L'adsorption sur un site empêche une toute adsorption supplémentaire ;
- Le rapport des pressions partielles des deux espèces en pointe est le même que dans l'environnement de l'enceinte d'expérimentation ;
- La vitesse de propagation assistée par l'environnement est proportionnelle au taux de couverture par l'espèce agressive θ_a .

L'évolution des taux de couvertures par l'espèce agressive et l'espèce inhibitrice est donnée respectivement par :

$$\frac{d\theta_a}{dt} = k_a \times p_a \times (1-\theta) \quad (8)$$

$$\frac{d\theta_i}{dt} = k_i \times p_i \times (1-\theta) \quad (9)$$

Où k_a et k_i sont les constantes de la cinétique de réaction et p_a et p_i les pressions partielles en pointe.

A partir des deux équations (8) et (9) et après intégration (développée dans le Chapitre V), il en découle que pour des conditions saturantes ($\theta \sim 1$), le rapport de la vitesse de propagation dans le mélange $\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,m}$ sur la vitesse obtenue à la même pression de vapeur d'eau $\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,s}$ est donné par :

$$\frac{\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,m}}{\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,s}} = \left[1 + \frac{k_i \times p_i}{k_a \times p_a}\right]^{-1} \quad (10)$$

Un exemple de confrontation à des données expérimentales sur un alliage 7075-T6 est présenté sur la Figure I. 50, en considérant $\frac{k_i}{k_a} = 0.14$, valeur identifiée sur un alliage 2XXX [122]. La confrontation aux données de Bradshaw et Wheeler suggère par ailleurs un possible effet de condensation à faible valeur de ΔK .

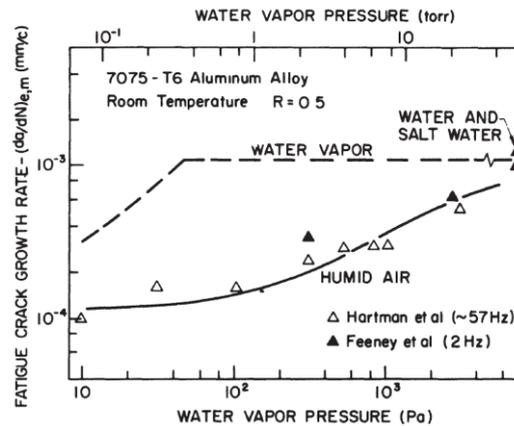


Figure I. 50: Influence de la vapeur d'eau sur les vitesses de propagation dans les alliages 7075-T6 et comparaison des données expérimentales de Hartmann [121] et Feeney et al. [123] avec les modèles de Wei et al. (Pointillé : modèle de base ; continu : modèle prenant en compte la présence d'un composant inhibiteur)

I.4.3 Influence de la température sur les mécanismes

L'effet des basses températures, précédemment évoqué, semble aussi impacter certains mécanismes de FC mis en jeu en présence de vapeur d'eau.

Comme vu précédemment, les propriétés intrinsèques des alliages d'aluminium sont dépendantes de la température puisque cette dernière impacte la mobilité des dislocations [124] et les forces interatomiques. Ces effets impliquent une diminution de la déformation plastique. Néanmoins, la prise en compte de l'effet de la température sur le module E et sur la limite d'élasticité σ_y ne suffit pas à expliquer une telle diminution sur l'avancée de fissure au cours d'un cycle [97].

La température peut influencer le phénomène de fermeture de fissure à de faibles rapports de charge. Effectivement, la réduction de plasticité, la faible quantité d'oxygène ainsi qu'une possible réduction de cinétique d'oxydation à froid ne favorise pas le développement d'une épaisse couche d'oxyde. En étudiant l'influence du rapport de charge sur le comportement en propagation de différents matériaux à faibles températures, Yu et al. [125] révèlent que l'effet de la température peut être rationalisé par la fermeture de fissures induite par la rugosité associée au mode de propagation par clivage. En effet, la rupture par clivage se caractérise par une surface de rupture relativement plane, correspondant à divers grains et des réseaux de « rivières » qui viennent suite à la propagation de clivage aux grains voisins, au prix d'une certaine désorientation [126].

Albretch et al. [100] ont étudié l'effet du chargement en hydrogène avec l'effet de la température sur la striction d'un alliage 7075-T73. Ils constatent qu'en présence d'hydrogène, la perte de ductilité varie avec la température, avec un minimum de ductilité autour de -100°C . Pour des températures inférieures à -100°C , il n'y aurait pas d'effet notable d'hydrogène. L'analyse des surfaces de rupture révèle que la température n'a pas d'effet sur le mode de rupture qui demeure transgranulaire avec présence de cupules quel que soit le traitement thermique et la température. Selon les auteurs, ce mode de rupture est avant tout lié à la morphologie en disque des grains puisque l'axe de traction est parallèle aux joints des grains.

D'après Liaw et al. [127],[128] la diminution des cinétiques de propagation à froid sont issus d'un changement dans la configuration de la structure des dislocations à 0,4% de déformation. En effet, la structure des dislocations à -196°C est un peu plus désorganisée mais présente un début de structure en murs-canaux (Figure I. 51 (b)) alors qu'à température ambiante on retrouve une structure en cellules bien mieux organisée (Figure I. 51 (a)).

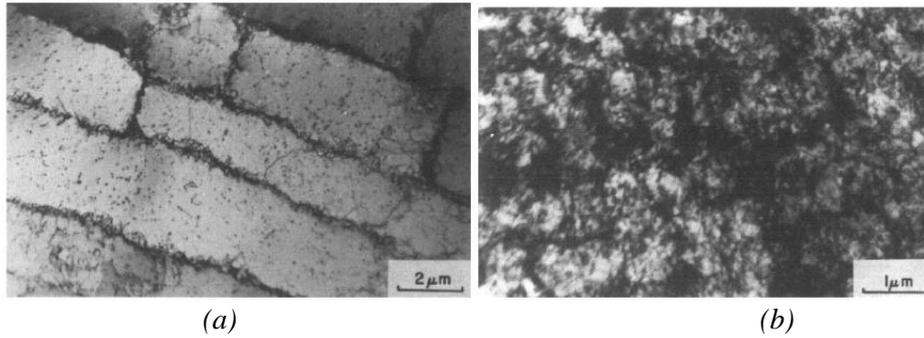


Figure I. 51: Micrographie MET d'un aluminium pur déformé cycliquement (0,4%) (a) à température ambiante, (b) à 77K [127].

Pour rappel les travaux de Burns et al. [2], [4], dans le cas de la propagation de fissure dans les alliages 7XXX, c'est au voisinage du seuil que l'effet bénéfique des basses températures est le plus marqué. De plus, l'effet bénéfique des basses températures a été associé à un processus activé thermiquement via un modèle de dynamique des dislocations [125]. En effet, une diminution de la température engendre une réduction de l'énergie disponible en pointe de fissure pour permettre aux dislocations de se mouvoir. Il en résulte donc une augmentation de la résistance à l'avancée de fissure. A ce propos, Fine et al. [129] ont proposé un modèle reliant indirectement la température au facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure au niveau du seuil.

$$\Delta K_{th} \propto \sigma_s (2\pi s)^{1/2} \quad (11)$$

Avec σ_s la contrainte requise pour mettre en mouvement les dislocations en pointe de fissure et s la distance entre la pointe de fissure et la zone où la source de dislocation est activée. Cette équation suggère donc que l'activation des mécanismes activés thermiquement entraîne une augmentation de σ_s et donc de ΔK_{th} . La dynamique des dislocations serait donc la raison majeure d'une meilleure résistance à la fatigue à basses températures autour du seuil. En plus de la structure des dislocations, l'augmentation de la densité des dislocations à froid, s'expliquerait par l'augmentation de la contrainte [99] (Figure I. 52). Cette augmentation agirait comme un obstacle aux déplacements d'autres dislocations.

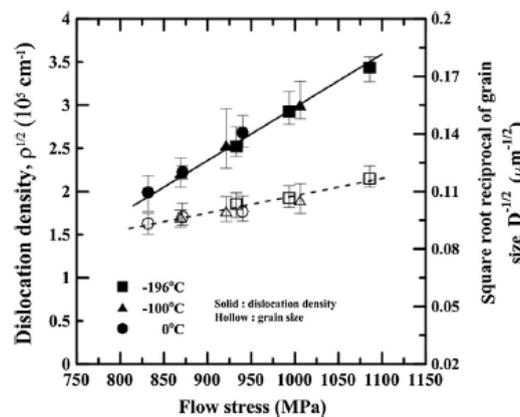


Figure I. 52: Variation de la racine carrée de la densité de dislocation et de la racine carrée de la taille des grains réciproques en fonction de la contrainte d'écoulement de l'alliage 7075-T6 [99]

Les travaux de Burns et al. [94], [95] sur le sujet, ont permis d'apporter des éléments complémentaires sur la compréhension de l'effet des basses températures sur les cinétiques de propagation.

Parmi ces travaux, on compte l'étude sur l'effet des basses températures sur la formation de fissure et micro fissures à partir de dommage de corrosion sur un alliage Al-Zn-Mg-Cu [2]. Au travers de cette étude, les caractéristiques des faciès de rupture se sont révélées cohérents avec une diminution de la température ainsi qu'une FPH réduite (hydrogène issu de la corrosion et hydrogène issu de la dissociation de vapeur d'eau).

En effet, en plus de présenter une diminution de vitesses de propagation par rapport à la température ambiante, les faciès de rupture d'éprouvette sollicitée à froid présentent un mode de propagation type de Slip Band Cracking (SBC) caractéristique d'un environnement inerte [130], [131] comme observé par ailleurs dans l'étude de Gasquères et al. [111] sur un alliage 2024 (Figure I. 53) ou l'on passe ainsi d'une surface caractéristique d'un stade II de la propagation à -50°C à une surface au caractère cristallographique marqué avec la présence de facettes typiques du mode SBC ou pseudo-stade I.

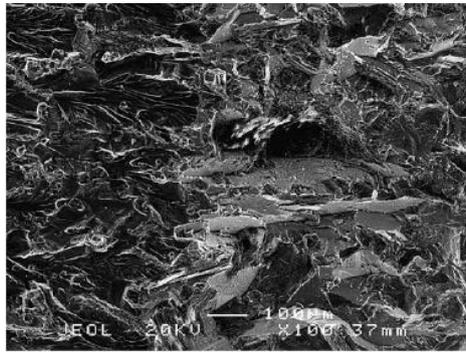


Figure I. 53: Fractographie réalisée au MEB sur un 2024 exposé à un environnement passant de l'air ambiant (à gauche) à -50°C (à droite) avec $\Delta K=12 \text{ MPa.m}^{1/2}$ [111]

La pression de vapeur d'eau serait en équilibre avec l'état solide (glace) et la cinétique de diffusion des atomes d'hydrogène clairement réduite. Cette étude montre aussi que la corrosion localisée avant la sollicitation en fatigue suffit à permettre la formation de microfissures lors d'une sollicitation à froid.

Le mécanisme potentiellement responsable de la diminution des cinétiques de propagation à basse température serait lié à une modification des interactions hydrogènes-dislocations [2], [102]. En effet, les modèles d'interaction hydrogène - dislocations de type HEDE, HELP ou encore AIDE semblent prometteurs pour justifier ces tendances. Bien que cette hypothèse ne soit pas prouvée par les auteurs, certains travaux [132]–[134] en cours s'attachent à appliquer des techniques de caractérisation assez modernes pour évaluer l'effet de la température sur l'évolution de la structure de dislocation dans le but d'obtenir un aperçu de ce phénomène dépendant de la température.

A des températures de l'ordre de -30°C , une rugosité fine est observée sur les facettes. Burns et al. associent cette rugosité à une fissuration certes assistée par hydrogène mais avec une prédominance de l'endommagement mécanique par rapport à la propagation à 23°C [2]. A cette température, l'avancée de fissure se ferait le long des parois des cellules de dislocations formées par l'accumulation plastique cyclique [131]. La fine rugosité se justifierait par la faible concentration d'hydrogène dissous qui nécessiterait plus d'accumulation plastique pour permettre l'avancée de fissure, engendrant un chemin rugueux le long du faciès. Ce constat ne s'applique toutefois pas à tout le faciès puisqu'il y a une proportion significative de propagation SBC qui croit avec la profondeur de fissure est notée.

En comparant les faciès de rupture présentés en Figure I. 54, Burns et al. [4] font le constat que les faciès de rupture d'éprouvettes sollicitées à 23°C et -65°C présentent des morphologies de front

de fissures différentes mais présentent une même rugosité (régions foncées). Cette dernière est associée à l'activation d'un régime de propagation en pseudo stade I ou SBC. Ces résultats montrent donc que ce mode de propagation n'est pas uniquement activé à basses températures, mais qu'il est aussi contrôlé par l'exposition. En effet, ces deux essais ont été réalisés pour une même valeur du paramètre ERP de $0.027 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, avec une très faible quantité de vapeur d'eau.

Les travaux de Gangloff & al. [2] confirment que la température n'est probablement pas l'unique paramètre influençant le comportement des dislocations mais la variation prédominante des bandes de glissements planaires aux basses températures peut influencer le chemin de fissuration ainsi que l'écoulement au sein de la fissure [2].

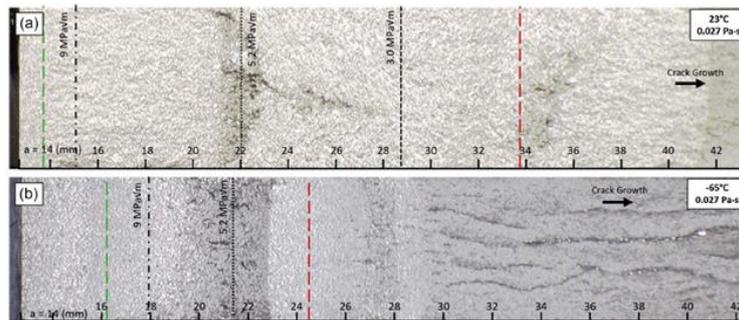


Figure I. 54: Fractographie d'une éprouvette de fissuration en 7075-T651 (L-T) à ΔK décroissant pour $R=0.5$, à une fréquence de 20 Hz et un $ERP= 0,027 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ et $T=23^\circ\text{C}$ (a) $T=-65^\circ\text{C}$ (b) [4]

En effet, des travaux vont même jusqu'à suggérer qu'à basse température, l'écoulement au sein de la fissure pourrait changer de nature [4]. En effet l'analyse de faciès de rupture d'un alliage 7075-T651 fissuré à -30°C à $1.9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ révèle, à une longueur de fissure associée à une valeur $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, un front de fissure en forme de V particulièrement bien marquée. Les auteurs justifient la chute de la vitesse de propagation observée à cette valeur de ΔK spécifique par une modification de chemin d'écoulement comme illustré en Figure I. 55. C'est cette modification de l'écoulement le long de la fissure qui serait responsable de cette formation de front en V où l'accès des molécules en pointe de fissure serait plus aisé sur les bords.

Cette étude a donc établi un lien entre les changements de morphologie de la surface de la fissure, les mécanismes de transport des molécules de vapeur d'eau et les changements brusques de vitesse de propagation qui en découlent. Il est à noter que ce type de corrélation entre forme de front de fissure en V et diminutions de cinétique a été également observé pour un $ERP=1.9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ à -30°C , un $ERP= 0.27 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ à -50°C et $ERP=0.027 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ à 23°C . L'évolution du front de fissure étant régie par le trajet d'écoulement le plus facile, les auteurs supposent donc que la cinétique de propagation dans cette région est contrôlée par cet écoulement moléculaire dans la même zone [59]. Effectivement, sur la base de l'examen de la surface de rupture présentée en Figure I. 55(b), les auteurs suggèrent que la diminution de la vitesse de propagation associée (Figure I. 55(c)) est due à la rugosité plus marquée de la surface de la fissure. Ainsi, la nature de l'écoulement se verrait modifiée par la rugosité qui empêche l'écoulement de se faire [103]. L'écoulement passerait d'un écoulement de type Knudsen à un écoulement de type convectif/turbulent.

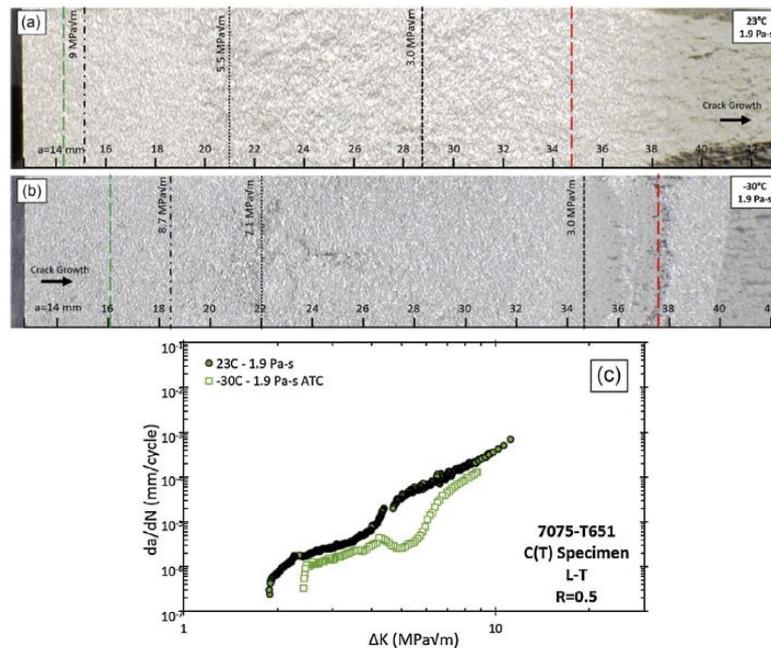


Figure I.55: Fractographies de CT 7075 T651 (L-T) cyclés à ΔK décroissant à $R=0.5$, $f=20$ Hz avec un $ERP=1.9$ Pa.s, (a) à 23°C (b) et -30°C ; courbes da/dN VS ΔK associées (c) [4]

Pour vérifier cette hypothèse, des essais de propagation à ΔK constant ont été réalisés de manière à s'affranchir de l'effet d'histoire de chargement, pour une valeur d'ERP fixée, et une taille de pré fissure similaire de façon à observer uniquement l'effet de l'étendue de la zone particulièrement rugueuse du chemin de fissure. Les résultats associent clairement une rugosité observable croissante à une réduction importante de l'écoulement moléculaire.

Pour résumer cette partie, nombre de d'explication d'effet bénéfique des basses températures sur la propagation de fissure ont pu être retranscrits jusqu'à aujourd'hui. On recense plusieurs effets d'une basse température sur la fatigue assistée par l'environnement [4]:

- Une réduction de la valeur de pression de vapeur d'eau saturante donc moins de molécules de vapeur d'eau impliquées dans le transport ;
- Un abaissement de la cinétique de réaction pour la production et l'absorption d'atomes d'hydrogène ;
- Une réduction de la diffusion de l'hydrogène dans la zone d'intérêt ;
- Une modification de la nature des interactions hydrogène-contrainte-plasticité ;

I.4.4 Rôle du taux d'exposition

Nous venons de voir que la fatigue assistée par l'environnement, qui résulte d'une action conjointe entre la contrainte cyclique et l'exposition à un environnement actif, dépend aussi du temps via la fréquence. Le taux d'exposition, appelé ERP (Exposure Rate Parameter), pour le reste de l'étude, est défini par le rapport de la pression de vapeur d'eau et de la fréquence de sollicitation ([58], [4], [135], [136], [137], [138]). Ce paramètre est utilisé dans de nombreuses études portant sur l'effet de l'environnement en altitude pour être représentatif des conditions environnementales et des durées d'expositions réelles pour des matériaux utilisés dans l'aéronautique. On le retrouve aussi dans le modèle de Wei et al. [113] par exemple, qui prédisent une dépendance de la propagation par rapport à l'ERP dans leur modèle.

$$\text{ERP} [\text{Pa}\times\text{s}] = \frac{P(\text{H}_2\text{O})}{f} \quad (12)$$

Jusqu'à maintenant nous avons établi, à travers différents travaux, l'influence de la vapeur d'eau d'une part et de la fréquence de l'autre sur la fissuration par fatigue. L'intérêt de l'ERP est de rendre compte de cette double influence à l'aide d'un seul paramètre. La validité de paramètre d'équivalence, si avérée, permet d'envisager des conditions d'essais accélérés. En effet, pour être représentatif d'une condition supposée sévère du fait d'une fréquence très basse conduisant à une valeur du taux d'exposition importante, on peut choisir une fréquence d'essai « raisonnable » et adapter la pression de vapeur d'eau de manière à obtenir la valeur souhaitée d'ERP.

Les travaux de Ruiz et al. mettent en évidence l'effet du taux d'exposition de vapeur d'eau sur le taux de propagation d'un alliage 7017-T651 [135]. Chaque courbe de propagation de la Figure I. 56 et de la Figure I. 57 est associée à une combinaison de fréquences et d'hygrométries distinctes, mais avec des valeurs d'ERP similaires. On constate qu'effectivement, indépendamment de la fréquence ou de la pression de vapeur d'eau, les vitesses de propagation sont quasiment similaires pour une valeur donnée d'ERP. Toutefois, si ces résultats plaident pour la validité du paramètre ERP, ils sont valides pour une plage de valeurs d'ERP bien spécifique ($0.1 \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 10 \text{ Pa} \times \text{s}$). On notera tout de même que la dispersion sur les vitesses de propagation, pour une valeur de ERP donnée, diminue avec l'augmentation de ΔK .

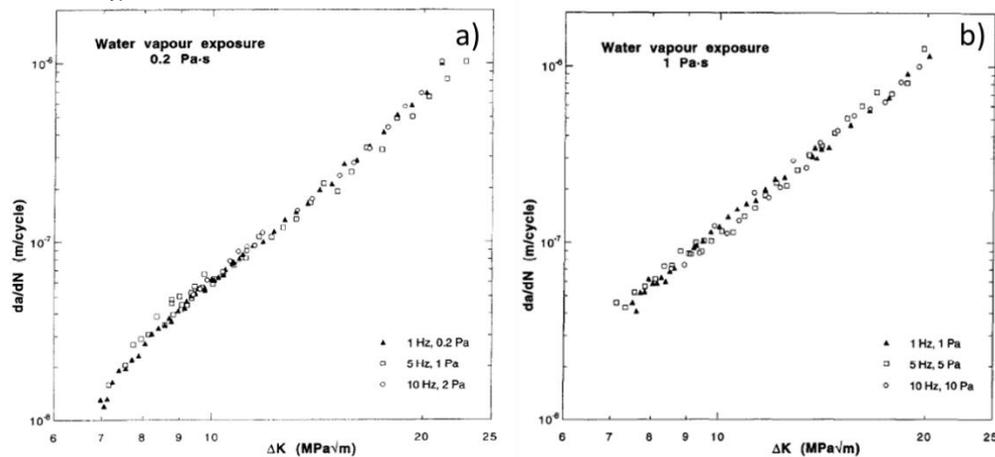


Figure I. 56: Courbes da/dN VS ΔK d'un alliage d'aluminium 7017-T651 (a) exposé sous vapeur d'eau pur à $0.2 \text{ Pa}\times\text{s}$ (b) exposé sous vapeur d'eau à $1.0 \text{ Pa}\times\text{s}$ [135]

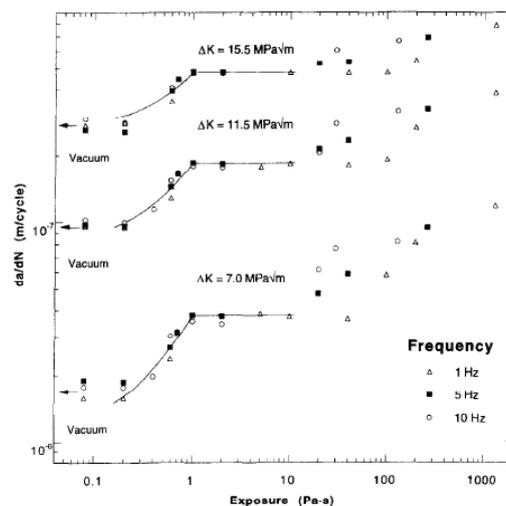


Figure I. 57: Effet de l'ERP sur la vitesse de propagation d'un alliage d'aluminium 7017-T651 L-T (les lignes continues illustrent la réponse du modèle de prédiction) [135]

Les travaux de Burns et al. ce sont précisément attachés à évaluer la capacité de l'ERP à décrire la propagation des fissures en s'approchant des conditions environnementales d'un avion à différentes altitudes, suivant l'hypothèse que la considération de la seule pression partielle suffit à rendre compte de ce qui se passe dans l'air froid et sec [103]. La Figure I. 58 présente les courbes de fissuration d'un alliage d'aluminium 7075-T651 (L-T) à $R=0.5$ sollicité sous différentes pressions P_{H_2O} à 23°C. On constate que, pour les valeurs d'ERP les plus élevées (1334 Pa x s et 134 Pa x s), qui correspondent au taux d'humidité le plus élevé de 2668 Pa (avec une fréquence respective de 2 et 20 Hz), les vitesses de propagation sont similaires pour cette plage d'exposition bien spécifique.

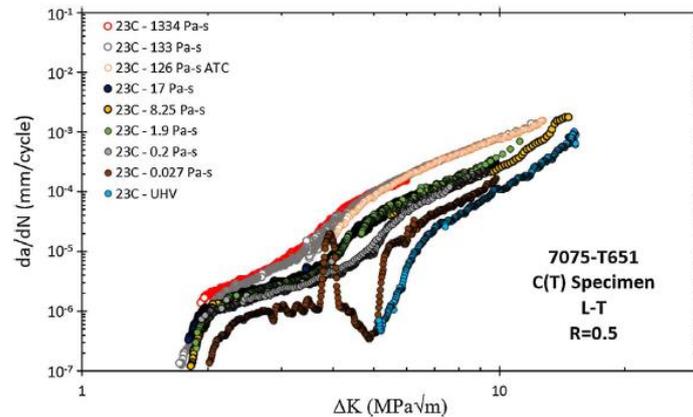


Figure I. 58: Vitesses de propagation en fonction de ΔK décroissant d'un alliage 7075-T651 (L-T) à $R=0,5$ et à des taux d'expositions de vapeurs d'eau différentes (de l'ultra vide jusqu'à 1334 Pa à 23°C) [103]

De façon générale, ces résultats confirment l'effet néfaste des pressions de vapeur d'eau élevées. Les courbes de la Figure I. 59, issus d'essais à froid et à différents ERP, indiquent que l'effet de l'ERP semble plus marqué pour les basses températures qu'à l'ambiante. Autrement dit, la robustesse de l'ERP semble remise en question pour les faibles températures notamment. En effet, on obtient des cinétiques de propagation quasiment similaires à 23°C pour les différents ERP, alors qu'à -30°C les cinétiques sont clairement différentes.

Pour la plage de valeurs d'ERP spécifique $10^{-4} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 10^8 \text{ Pa} \times \text{s}$, Burns et al. [138], proposent une description du comportement observé testé à pour diverses valeurs de ΔK fixé, en quatre étapes.

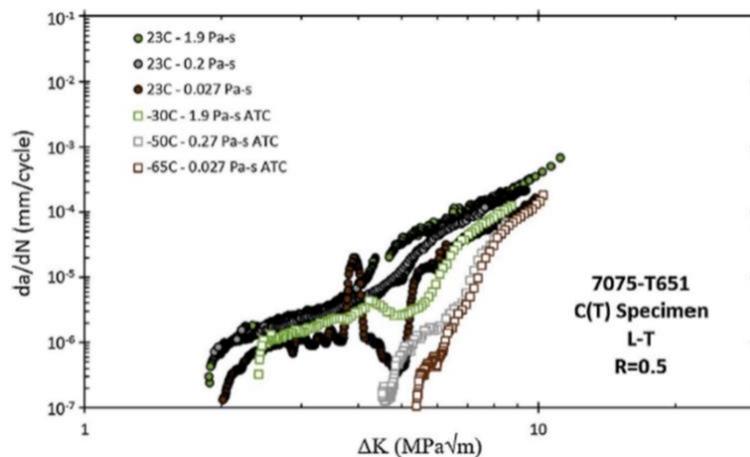


Figure I. 59: Vitesses de propagation en fonction de ΔK décroissant d'un 7075-T651 (L-T) à $R=0,5$ et à des taux d'expositions de vapeurs d'eau différentes à 23°C et à des températures cryogéniques. Les essais annotés avec ATC ont été réalisés dans un Centre Technologique Arconic [138]

- Pour les faibles valeurs d'ERP ($10^{-4} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 7.10^{-2} \text{ Pa} \times \text{s}$ pour $\Delta K = 10 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$), la propagation de fissure serait entièrement contrôlée par l'accumulation de dommage induit en pointe de fissure par la sollicitation cyclique, la quantité de molécules de vapeur d'eau étant trop faible pour influencer la propagation.
- Pour des valeurs d'ERP intermédiaires ($7.10^{-2} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 2.10^{-1} \text{ Pa} \times \text{s}$ pour $\Delta K = 10 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$), c'est l'écoulement de type Knudsen qui contrôlerait la cinétique de propagation qui serait directement proportionnelle à la concentration d'atomes d'hydrogène générée à la surface de la pointe de fissure par la réaction de la surface avec les molécules de vapeur d'eau donc à l'ERP jusqu'à atteindre une valeur critique ERP_{sat} .
- Dans la plage d'ERP supérieure ($2.10^{-1} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 8 \text{ Pa} \times \text{s}$ pour $\Delta K = 10 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$) la vitesse de propagation montre une moindre dépendance par rapport à l'ERP ce qui conduit à l'apparition d'un pseudo-plateau.
- Au-dessus d'une autre valeur critique d'ERP égale $8 \text{ Pa} \times \text{s}$, on retrouve une nouvelle fois, une plus forte dépendance à l'ERP.

Les justifications des mécanismes mis en jeux à des ERP restent aujourd'hui encore très controversées...[58], [132], [136]. En effet, pour l'alliage Al-Cu-Mg/Li sollicité à ΔK fixé à $7 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$, Ro et al. [132] constatent une absence d'effet de l'ERP jusqu'à un $\text{ERP}_{\text{seuil}} < 0.01 \text{ Pa} \times \text{s}$. L'écoulement moléculaire semble gouverner la cinétique de propagation pour $2 \times 10^{-2} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 2 \text{ Pa} \times \text{s}$. Au-delà, la cinétique de diffusion d'hydrogène atteindrait sa valeur maximum et la réaction de surface arriverait à saturation et sont, selon les auteurs, responsables de la diminution de la cinétique de propagation par un plateau pour $1 \times 10^2 \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 1 \times 10^3 \text{ Pa} \times \text{s}$.

Pour des valeurs d'ERP bien plus faibles, il semble que ce soit plutôt la morphologie de glissement qui pilote la cinétique de propagation.

La transition de l'effet d'un ERP intermédiaire à une valeur saturante ERP_{sat} (valeur à partir de laquelle on n'a pas d'augmentation des cinétiques de propagation) reste en particulier jusqu'à aujourd'hui incompris. Toutefois Burns et al., proposent quelques pistes de réflexion comme :

- La multiplication de sites de réaction de surface saturante qui peut être causée par la rugosité et la fermeture de fissure. Ces derniers pourraient agir comme des « puits » de molécules de vapeur d'eau.
- La cinétique de diffusion des atomes d'hydrogène qui atteignent leurs limites
- La condensation de la vapeur d'eau au sein de la fissure du fait d'un chemin de fissure très irrégulier et étroit.

Evaluer la cinétique de propagation en fonction de l'ERP suggère que diminuer la fréquence augmente le temps d'exposition de la fissure à l'environnement humide puis de permettre aux mécanismes contrôlant la FPH en pointe (réaction de surface, diffusion, piégeage, ..) de se développer de ainsi que de se faire [53], [58], [59], [136], [139]–[141].

Enfin, il est important de souligner que jusqu'à aujourd'hui, la validité de l'ERP est principalement évaluée en variant la pression de vapeur d'eau à des fréquences relativement élevées en comparaison des fréquences représentatives d'un vol, si l'on considère qu'un cycle correspond au temps d'un vol d'un avion.

I.5 Bilan de l'état de l'art

Cet état de l'art démontre que les conditions environnementales dans lesquelles les pièces aéronautiques sont sollicitées en fatigue peuvent se révéler plus ou moins délétères vis-à-vis de la tenue en fatigue, notamment en fonction de la pression partielle en vapeur d'eau. Effectivement, les alliages d'aluminium de la série 7XXX, couramment utilisés dans l'aéronautique, sont connus pour être particulièrement sensibles à l'adsorption de vapeur d'eau ainsi qu'à la FPH. Pourtant, aujourd'hui encore, aucun consensus clair n'a pu être établi pour identifier les mécanismes qui contrôlent le processus en fatigue dans les environnements représentatifs des différentes phases de vol. En effet, les travaux sur les alliages d'aluminium restent tout de même peu nombreux notamment en raison des difficultés techniques.

La revue de la littérature présentée ici indique que, si tous les auteurs s'accordent sur le principe de transport de molécules de vapeur d'eau jusqu'à la pointe de fissure où les réactions de surface entre l'aluminium et la vapeur d'eau ont lieu, ils divergent sur le mécanisme contrôlant. Pour certains, c'est la réaction de surface qui permet par la suite l'absorption d'atomes d'hydrogène responsable de l'augmentation des cinétiques d'avancée de fissure par les processus de FPH et pour d'autres la réaction de surface au niveau de la couche d'oxyde suffit à diminuer l'énergie de création de surface et donc altérer la résistance à la fatigue. A cela s'ajoute donc naturellement l'importance des cinétiques de ces phénomènes ; notamment les cinétiques de réaction de surface et de diffusion de l'hydrogène. L'action de l'hydrogène est particulièrement dépendante de la diffusion des atomes d'hydrogène dans le réseau mais les atomes peuvent également interagir avec des hétérogénéités microstructurales qui peuvent accélérer sa diffusion ou l'interrompre.

En plus d'un effet direct sur la structure des dislocations responsable de l'amélioration des propriétés mécaniques intrinsèques des alliages 7XXX à froid, les températures négatives semblent entraver les mécanismes de fragilisation liés à la présence de vapeur d'eau et donc expliquer l'effet bénéfique de l'environnement en altitude ; En effet, un environnement froid et sec aurait tendance à impacter le mode de propagation de ce dernier qui pourrait alors limiter l'écoulement du gaz au sein de la fissure. D'autres pistes sont évoquées comme la réduction de la cinétique de réaction de surface ou encore la réduction de la cinétique de diffusion d'hydrogène.

Toutefois, la diversité des résultats et le nombre de mécanismes proposés suggèrent que les paramètres impliqués sont trop nombreux et variés pour établir un constat général.

En effet, un autre paramètre d'importance concerne la fréquence de sollicitation. Plus précisément, il s'agit de déterminer si certains mécanismes qui ne sont pas ou que faiblement activés à des fréquences élevées, ne seraient pas finalement plus actifs à très basses fréquences, et ce même avec une faible pression partielle P (H_2O). Le paramètre d'équivalence ERP, représentant le taux d'exposition à l'environnement de la fissure, semble être un moyen simple d'évaluer l'effet de l'environnement. Autrement dit, les facteurs influençant le comportement en fatigue du matériau sollicité sous environnement étant nombreux, l'ERP est un moyen d'intégrer la fréquence et l'humidité.

En effet ce chapitre bibliographique a montré que l'ERP a été testé dans des intervalles de valeurs bien spécifiques à température ambiante ($2,5 \times 10^{-8} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 4000 \text{ Pa} \times \text{s}$) et à des températures négatives ($2,7 \times 10^{-2} \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 15,4 \text{ Pa} \times \text{s}$) mais surtout très peu d'études se sont attachées à l'éprouver pour des valeurs de fréquence faibles ou représentatives des conditions réelles d'un vol. En particulier, l'examen de la validité de l'ERP est généralement mené en faisant varier la pression de vapeur d'eau à fréquence fixe. Ainsi un des objectifs de ces travaux sera par conséquent d'évaluer la capacité de l'ERP pour de très basses fréquences.

Plus précisément, nous parlerons « robustesse » du paramètre ERP pour évoquer la similitude des vitesses de propagations et /ou des mécanismes de propagation à iso-valeur de l'ERP. Ainsi notre étude s'attachera à évaluer la robustesse de l'ERP à iso-pression de vapeur d'eau en étendant l'approche aux basses, voire très basses fréquences.

Pour toutes ces raisons, la démarche scientifique adoptée dans cette étude vise dans un premier temps à découpler les paramètres environnementaux sur la durée de vie en fatigue mais surtout en propagation de fissure : la seconde partie du manuscrit sera consacrée à l'analyse de données complémentaires qui nous permettront d'évoquer des pistes de scénario de mécanismes opérant pour les plages de valeurs considérées pour les principaux paramètres de l'étude. Le dernier chapitre du manuscrit s'attachera à évaluer de façon critique la robustesse du taux de l'ERP à d'autres niveau de P (H₂O) mais surtout à de très basses fréquences jusqu'à maintenant très peu étudiées. Avec des analyses à des échelles particulièrement fines, la fin de ce manuscrit s'attachera à proposer les mécanismes mis en jeux de l'alliage 7175 T7351, en fonction de l'ERP.

Chapitre II : Matériau et méthodologie expérimentale

Introduction

Après avoir mis en évidence la nécessité d'affiner la caractérisation de l'effet de l'environnement à basses fréquences pour éprouver la capacité du paramètre ERP à en rendre compte, ce chapitre a pour but de présenter la stratégie expérimentale mise en place pour répondre au mieux à cette question. Dans un premier temps, le choix des paramètres environnementaux de l'étude seront présentés. Dans un deuxième temps, les dispositifs expérimentaux d'essais, les éprouvettes testées et les moyens d'analyse avec les méthodes associées seront présentés. Enfin, la microstructure du matériau ainsi que les principales propriétés mécaniques associées feront l'objet d'une dernière partie. La stratégie expérimentale adoptée pour répondre à cette problématique a pour but d'analyser de façon qualitative l'effet de l'environnement sur la tenue en fatigue de l'alliage 7175 T7351.

II.1 Paramètres environnementaux de l'étude

L'objectif est de reproduire des conditions environnementales proches de celles auxquelles sont confrontés les cadres du fuselage d'un avion de transport civil.

Dans cette optique, nous nous sommes basés sur des mesures effectuées au cours de vols grâce à des capteurs d'humidité et de température placés sur deux zones bien précises de l'avion, à savoir le raidisseur fuselage central (Figure II. 1 (a)) et dans la zone supérieure et inférieure du cockpit (Figure II. 1(b)). Le Tableau II.1 regroupe les données obtenues.

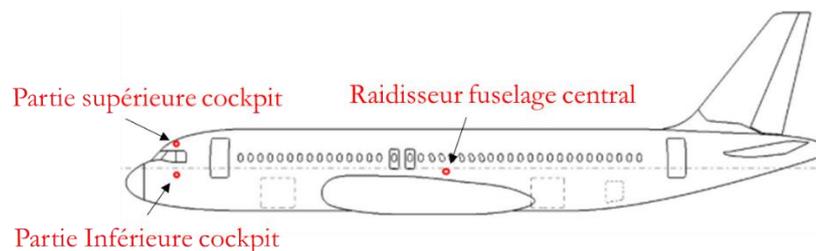


Figure II. 1: Localisation des capteurs au niveau du fuselage.

	Altitude [pied]	Raidisseur fuselage central	Partie supérieure cockpit	Partie inférieure cockpit
Humidité relative [%]	0	26	25,2	25,6
	35000	24	44,5	41,6
Température[°C]	0	21,56	21,10	21,28
	35000	-25,28	-14,48	-22,62

Tableau II.1 : Données d'humidité relative et de température au sol et en altitude

Au niveau du raidisseur fuselage (fuselage central), on constate que la température en altitude est bien inférieure à celle relevée quand l'avion est sur le tarmac. Concernant l'humidité relative, bien que la vapeur d'eau soit faible en altitude, le capteur indique une hygrométrie quasiment sur le

tarmac (26% contre 24%). Néanmoins, le faible écart peut s'expliquer par le fait que le capteur ait été placé entre la structure métallique et le revêtement isolant. Le même constat est fait au niveau du cockpit mais de façon étonnante, les capteurs indiquent une humidité relative plus importante en altitude que sur le tarmac (44% contre 25% sur la partie 1 du cockpit) qui pourrait être causée par une condensation importante dans cette zone.

A partir de ces données et avec les capacités de nos équipements à disposition, nous avons ciblé deux environnements représentatifs des conditions en vol : au sol (air ambiant) et en altitude (air froid). Puis, pour varier ces paramètres de façon à isoler l'effet de chacun, nous avons travaillé avec 4 autres environnements. Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre, la température, l'humidité ainsi que la fréquence peuvent avoir une influence importante sur la propagation des fissures de fatigue. Il faut donc contrôler au mieux et rigoureusement chacun de ces paramètres et surtout être capable de les mesurer tout au long de l'essai.

Pour ce faire, nous avons équipé deux machines d'essais d'enceintes climatiques conçues et réalisées à Pprime. L'une d'elles est présentée en Figure II. 2. En effet, chaque machine d'essai est équipée d'une enceinte qui n'est pas hermétique (hormis l'enceinte pour les essais réalisés sous vide). Pour contrôler les paramètres environnementaux au cours des essais, de l'instrumentation a été installée de façon à réaliser des mélanges d'air pour obtenir la pression partielle en vapeur d'eau $P(H_2O)$ souhaitée et des capteurs ont été installés pour les mesurer. Chaque enceinte comporte :

- Un tuyau d'arrivée d'air mélangé relié à deux autres tuyaux, l'un alimenté par le réseau d'air comprimé et l'autre alimenté par le réseau d'air sec. Ce dernier est obtenu grâce à une partie du réseau d'air comprimé qui passe par un sécheur d'air. Le sécheur d'air par adsorption Prodry (Figure II. 3), permet d'obtenir un point de rosée de $-45^{\circ}C$ sous pression. L'air humide traverse un dessicant qui absorbe l'humidité. Lorsqu'il est saturé d'eau, le dessicant doit être asséché à son tour. Pour ce faire, la tour qui contient le dessicant saturé est dépressurisée et l'eau est évacuée. Pendant qu'une tour est sollicitée l'autre est dépressurisée. L'alimentation d'air sec se fait derrière l'enceinte. Chacun des tuyaux est contrôlé par un robinet de façon à régler le débit de chacun d'entre eux.
- Un capteur d'hygrométrie. Un système de pompage d'air aspire l'air présent dans l'enceinte lors de l'essai lui-même relié à un capteur d'humidité qui fournit un taux d'humidité en fonction d'un point de rosée. Les données théoriques concernant la pression de vapeur d'eau et le point de rosée sont exposés en Annexe A.



Figure II. 2: Enceinte climatique développée et conçue à Pprime



Figure II. 3: Dispositif sécheur d'air comprimé

- Un ventilateur qui a pour fonction de faire circuler le mélange d'air dans l'enceinte afin d'homogénéiser l'atmosphère autour de l'échantillon.
- Un circuit pour le passage d'un liquide cryogénique qui permet de reproduire un air froid à l'aide d'un appareil de thermorégulation, le Lauda, qui contrôle la température d'un bain d'éthanol refroidi et qui est relié au circuit de l'enceinte.
- Des plaques métalliques alvéolées qui servent de piège à froid. En effet, lors d'essai à froid, le peu d'humidité contenue dans l'air forme de la glace. Ce sont sur ces structures alvéolées que la glace va se former, épargnant ainsi l'éprouvette d'être couverte de glace durant l'essai.
- Un thermocouple servant à contrôler la température de l'éprouvette.

Le schéma de fonctionnement du contrôle de l'environnement est résumé sur la Figure II. 4.

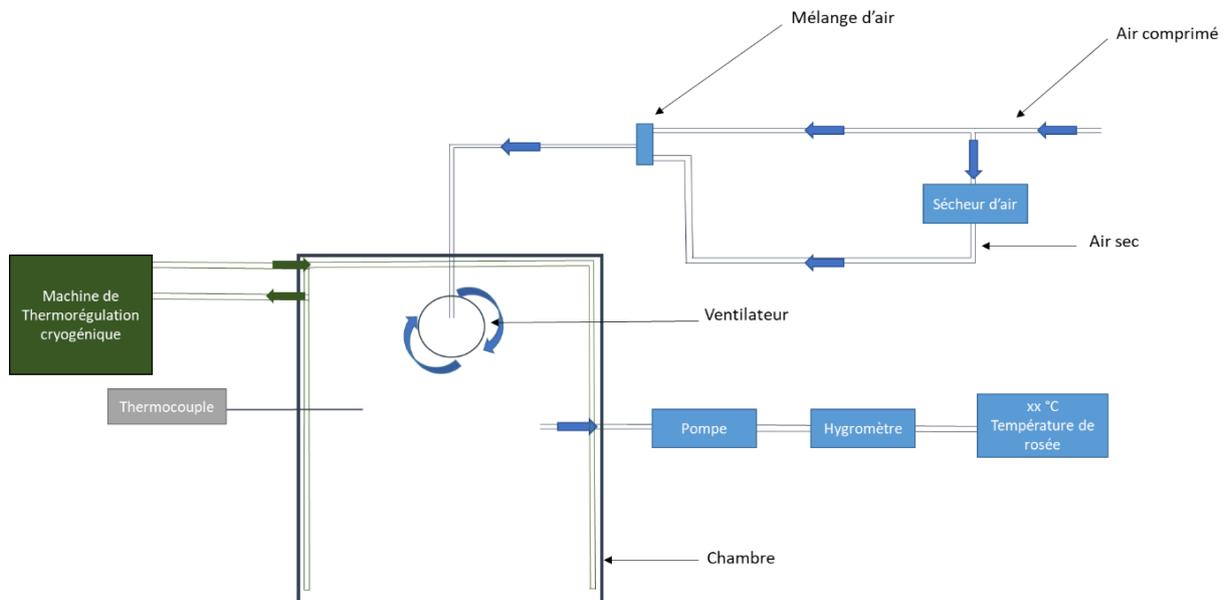


Figure II. 4: Schéma de fonctionnement du contrôle de l'environnement dans les enceintes conçues à P_{prime}

Pour étudier l'effet de l'environnement, la comparaison des différents environnements permet d'isoler l'influence de chaque paramètre. Dans cette optique, les 6 principaux environnements listés ci-dessous sont étudiés et comparés dans cette étude :

- Air très humide :

La température correspond à la température ambiante dans l'enceinte entre 23°C et 25°C et l'humidité relative de l'ordre de 70 % qui correspond à une pression de vapeur d'eau partielle de l'ordre de $P(H_2O) = 1870$ Pa. La conversion entre l'humidité relative et la pression partielle de vapeur d'eau est basé sur la norme anglaise BS1339-1[142].

- Air ambiant :

Cet environnement est le plus représentatif des conditions moyennes sur le tarmac. Ce n'est plus ni moins ni moins que l'air laboratoire avec une température entre 23°C et 25°C et une humidité relative entre 30% et 40%. Une moyenne de pression de vapeur d'eau équivalente $P(\text{H}_2\text{O})$ est estimée à 936 Pa.

- Air sec :

Cet environnement est contrôlé par l'arrivée d'air sec dans l'enceinte en continu durant l'essai. C'est le capteur d'hygrométrie (sonde) qui mesure la pression partielle de vapeur d'eau souhaitée de l'ordre de 43 Pa (2% RH) et de réajuster le débit d'air sec pour atteindre cette valeur.

- Air froid :

Cet environnement tend à s'approcher des conditions réelles observées en altitude grâce aux données des capteurs. Il correspond à une température cible de l'éprouvette de -30°C. L'air environnant est estimé à -30°C aussi. L'air dans l'enceinte doit toujours être le plus sec possible pour former le minimum de glace à l'intérieur de l'enceinte. Cet environnement est particulièrement difficile à contrôler, surtout pour des temps d'essai longs, puisque de la glace finit toujours par se former et « réhumidifie » alors l'air. Dans un air à température négative, l'humidité est régie par la température de l'air et n'est pas contrôlable.

Ainsi l'air froid correspond à un air à -30°C avec une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})=43$ Pa. Nous sommes ici limités par la capacité du sécheur d'air.

- Vide à température ambiante :

La température de l'air ambiant est de l'ordre de 23°C-25°C. C'est l'environnement de référence qui permet de s'affranchir de l'effet de l'environnement. Pour les essais sous vide, la machine d'essai, est équipée d'une enceinte hermétique et d'un système de pompage permettant de réaliser un vide secondaire dans l'enceinte via un premier dispositif comprenant une pompe à pôle qui va permettre d'atteindre une pression de 3 Pa. On bascule ensuite sur le deuxième système de pompage secondaire qui est une pompe à diffusion d'huile qui permet de descendre à une pression de l'ordre de 3×10^{-4} Pa. Cette pression est assimilée à la pression $P(\text{H}_2\text{O})$ résiduelle.

- Vide à basse température

L'objectif en considérant cet environnement est d'évaluer l'effet de la température sur le comportement intrinsèque du matériau. Ceci dit, cet environnement peut aussi être assimilé à l'environnement qui est en contact de la voilure extérieur. En effet, l'altitude se caractérise par des températures très basses ainsi qu'une pression de vapeur d'eau partielle également très basse de l'ordre de 1 Pa. Ces essais sous vide sont conduits en contrôlant la température à -30°C à l'aide d'un système de refroidissement par sabot, mis au point et utilisé dans le cadre de la thèse de Gasquères [143] et dont le principe du système est présenté en Annexe B. Là encore, la pression sous vide est de l'ordre de $6,3 \times 10^{-4}$ Pa et est représentative de la pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})$.

II.1 Dispositifs expérimentaux

II.2.1 Stratégie expérimentale

Dans l'objectif d'évaluer l'effet de l'environnement sur la tenue en fatigue, deux types d'essais ont été réalisés :

- Des essais d'endurance qui permettent d'obtenir le nombre de cycles à rupture pour des conditions spécifiques ;
- Des essais de propagation de fissures qui permettent de caractériser la cinétique de fissuration et rend compte de la résistance à la fissuration.

Les essais de durées de vies ont été fait sur deux géométries d'éprouvette présentant des valeurs de facteur de concentration de contrainte K_t différentes. Pour rappel le facteur K_t est le rapport entre la contrainte principale maximale dans la section minimale de l'éprouvette et la contrainte nominale sur la même section si l'éprouvette aurait été à géométrie homogène. Il caractérise la sévérité du défaut de forme de l'éprouvette.

Les deux géométries considérées, que l'on appellera pour le reste de l'étude respectivement éprouvette Type T et éprouvette TdG (pour Taille de Guêpe), sont présentées en Figure II. 5 et Figure II. 6.

D'après les abaques mis à disposition, l'éprouvette Type T, représentative des cadres de fuselage, présente une valeur de K_t de 2,3 ; alors que la géométrie TdG présente un K_t de 1,032. Estimer la DDV (Durée de Vie) de ces éprouvettes permettra d'évaluer l'influence de l'environnement en fonction du K_t .

Les éprouvettes d'endurance sont prélevées dans la direction de laminage, comme illustré en Figure II. 7. Cette direction, appelé aussi Long indique que le sens de sollicitation correspond au sens de laminage.

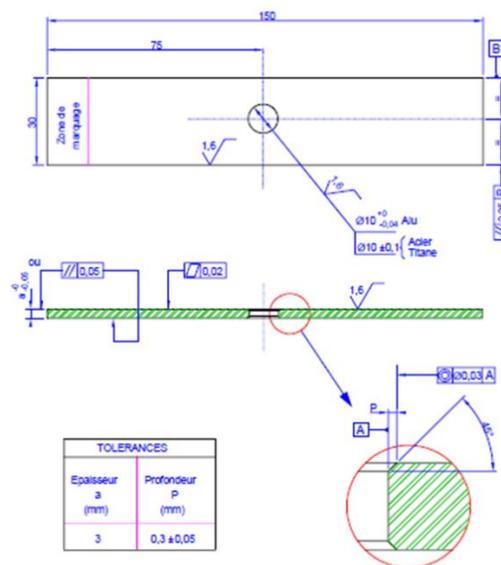


Figure II. 5: Schéma et dimensions des éprouvettes Type-T utilisées pour les essais de durée de vie

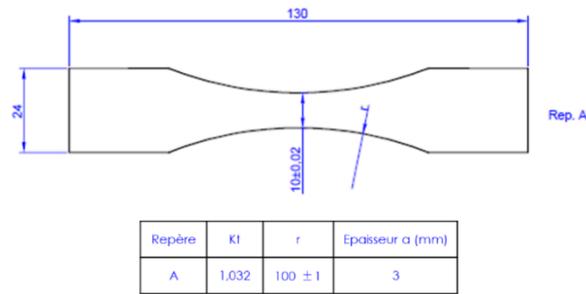


Figure II. 6: Schéma et dimensions des éprouvettes TdG (Taille de Guêpe) utilisées pour les essais de durée de vie

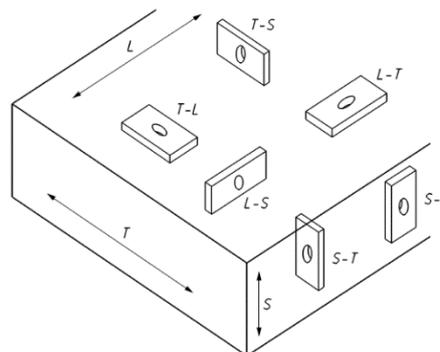


Figure II. 7: Schémas des différentes directions de prélèvement des éprouvettes plates dans une tôle [144]

Les cadres d'avion subissent par ailleurs un traitement de surface pour renforcer la protection contre la corrosion. Pour rappel, l'aluminium exposé à l'atmosphère ambiante est naturellement couvert par une couche d'oxyde, l'alumine. L'opération d'anodisation repose sur un processus électrolytique qui substitue à la couche d'alumine une couche d'oxyde bien plus épaisse. En éliminant la couche d'oxyde, le but est d'obtenir une surface plus conductrice pour faciliter les processus électrochimiques de l'anodisation. Ce procédé est illustré sur la Figure II. 8 : l'alliage d'aluminium est placé à l'anode d'une cuve d'électrolyse contenant de l'acide tartarique et sulfurique dilués. Les éléments acides réagissent avec l'eau pour former une couche d'oxyde importante protectrice sur la surface du métal.

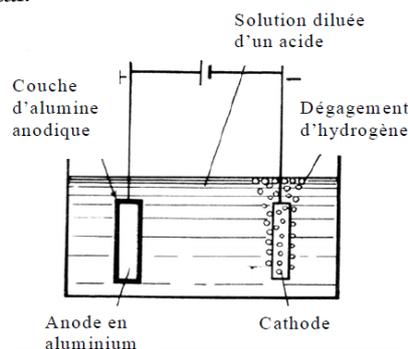


Figure II. 8: Principe d'anodisation d'alliages d'aluminium

Pour ce projet, l'étude de l'effet de l'environnement sur la tenue des éprouvettes anodisées a été menée sur les éprouvettes TdG. Après l'usinage des éprouvettes, celles-ci sont anodisées par procédé TSA (par oxydation Anodique Sulfo-Tartarique).

Les étapes d'anodisation par TSA se composent de :

- Un dégraissage dans un bain alcalin (pH9) durant 15 min ;

- Un rinçage ;
- Un décapage à la soude caustique (4 min) ;
- Un double rinçage ;
- Un décapage ARDROX de 3 min ;
- Un double rinçage ;
- Une anodisation TSA (25 min) réalisée dans un bain contenant de l'acide sulfurique et tartrique à une température de 21°C et avec un voltage de 15V ;
- Double rinçage et séchage.

L'épaisseur de la couche d'anodisation est généralement de l'ordre de 3 à 7 μm (Figure II. 9). En plus de générer une bonne résistance à la corrosion, elle a l'avantage d'améliorer l'adhérence de la peinture. Toutes les anodisations sont suivies par un colmatage (4h après l'anodisation) qui consiste en une imprégnation des éprouvettes anodisées dans une solution de chrome à une température $\geq 96^\circ\text{C}$ durant 55 min.

Une analyse EDS (Energy-dispersive X ray Spectroscopy) montre que la couche TSA est composée d'aluminium Al, d'oxygène O et de soufre S. Cela est cohérent avec le fait que l'anodisation TSA forme une couche d'alumine Al_2O_3 . La présence de l'élément S s'explique par le procédé de dépôt qui implique l'électrolyse de l'aluminium dans un bain d'acide tartarique et sulfurique.

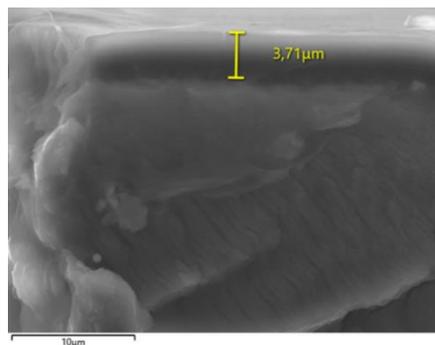


Figure II. 9: Image MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette TdG anodisée où l'on distingue clairement la couche de TSA.

L'objectif de la thèse étant d'évaluer l'effet de facteurs tels que la température, l'humidité, les basses fréquences, et d'évaluer la robustesse du paramètre ERP pour décrire l'effet de l'environnement en fatigue, une matrice d'essai a été définie et suivie pour répondre à ces questions. La matrice a été définie de sorte à couvrir une large diversité de conditions environnementales et de valeurs d'ERP, mais tient aussi compte de contraintes liées à la durée estimée des essais.

Compte-tenu de ces contraintes, cette étude s'est limitée aux fréquences de 10^{-2}Hz , 10^{-1}Hz et 10Hz sous uniquement 4 environnements : air très humide ambiant, air ambiant, air sec et air froid. Les valeurs des paramètres choisies sont résumées dans le Tableau II.2.

De cette façon, l'analyse de l'effet d'un paramètre se fait en faisant varier ce dernier et en fixant les deux autres paramètres. Le choix de ces valeurs permet aussi de tester l'effet de l'environnement avec des valeurs d'ERP très différentes. La fréquence de 2,17Hz dans l'air ambiant permet d'avoir une valeur d'ERP similaire à une fréquence de 10^{-1}Hz sous air sec et sous air froid et donc d'évaluer la robustesse de l'ERP.

En se basant sur l'AIMS (Airbus Material Specification), qui est une spécification d'exigence technique et qui détermine la durée de vie d'un matériau en fonction de la géométrie de l'éprouvette

testée, les valeurs de la contrainte maximale pour les deux géométries ont été choisies de façon à cibler une durée de vie de l'ordre de 10^5 cycles. Cela correspond à une contrainte Max de 300 MPa pour les éprouvettes TdG et 195 MPa pour les éprouvettes Type T. Un compromis a néanmoins été fait de façon à ce que les contraintes appliquées ne soient pas trop importantes et masquent l'effet de l'environnement sur la DDV. Le rapport de charge choisi pour cette étude correspond à $R=0,1$ qui est assez représentatif du rapport de charge de la pressurisation de l'avion.

L'effet de l'environnement est également évalué sur la résistance à la fissuration du matériau. Les éprouvettes utilisées pour les essais de propagation sont des éprouvettes standards de type Compact Tension CT. Les dimensions de ces éprouvettes sont reportées en Figure II. 10. On appellera ces éprouvettes CT 40, en référence à la dimension de 40mm qui est la longueur entre le pont d'application de la charge et l'extrémité de l'éprouvette CT (Figure II. 10).

Température [°C]	P(H ₂ O) [Pa]	Fréquence [Hz]	ERP [Pa x s]
23	1870	10^{-1}	18 700
23	936	10	93,6
		2,17	430
		10^{-1}	9 360
		10^{-2}	93 600
23	43	10	4,3
		10^{-1}	430
-30	43	10	4,3
		10^{-1}	430

Tableau II.2: Matrice d'essais d'endurance sur les éprouvettes Types T et TdG nues et anodisées

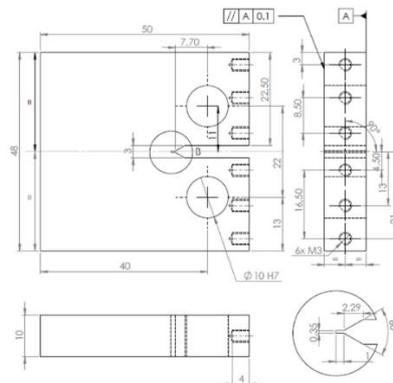


Figure II. 10: Dimensions des éprouvettes CT40 en mm utilisés pour les essais de propagation de fissure

Une matrice d'essais de propagation a aussi été définie pour la même gamme de fréquence mais avec les environnements suivants : air ambiant, air sec, air froid, vide ambiant et vide froid.

Dans le but d'évaluer l'effet de l'environnement par l'ERP à basses fréquences, 4 essais de propagation de fissures, à étendue de variation de FIC constante, ont été réalisés de façon à s'affranchir de l'histoire de chargement et d'étudier uniquement l'effet de l'environnement.

Pour cette étude, 4 environnements ont été sélectionnés : air très humide, air humide, air sec et air froid. Une éprouvette par environnement est testée. Le but étant de travailler avec une valeur d'ERP élevée régie par une très basse fréquence, la fréquence est réduite par paliers jusqu'à une valeur de 10^{-4} Hz. Toujours en tenant compte des temps d'essais contrôlés ici par les vitesses de

propagation, il a été jugé raisonnable de réaliser ces essais avec une valeur $\Delta K=10 \text{ MPa}\times\sqrt{\text{m}}$. Plus qu'un contrôle de temps d'essais raisonnables, il s'agit aussi de trouver un compromis entre une vitesse qui ne soit pas trop lente vis-à-vis de la durée de l'essai mais suffisante pour qu'un effet de l'environnement soit possible.

Température [°C]	P(H ₂ O) [Pa]	Fréquence [Hz]	ERP [Pa.s]
23	936	10	93,6
		2,17	430
		10 ⁻¹	9360
		10 ⁻²	93600
23	43	10	4,3
		10 ⁻¹	430
		10 ⁻²	4300
-30	43	10	4,3
		10 ⁻¹	430
		10 ⁻²	4300
23	2,1x10 ⁻⁴	10	2,1x10 ⁻⁵
-30	6,3x10 ⁻⁴	10	6,3x10 ⁻⁵

Tableau II.3: Matrice d'essais de propagation sur les éprouvettes CT40 à FIC croissant

$\Delta K \text{ [MPa}\times\sqrt{\text{m}}]$	Environnement	Fréquence [Hz]	ERP [Pa x s]	$\Delta a \text{ cible } [\mu\text{m}]$
10	Air très humide 23°C – 1870 Pa	10	187	2000
		1	1870	2000
		10 ⁻¹	1870x10 ¹	1000
		10 ⁻²	1870x10 ²	500
		10 ⁻³	1870x10 ³	200
		10 ⁻⁴	1870x10 ⁴	100
	Air ambiant 23°C – 936 Pa	10	93,6	2000
		1	936	2000
		10 ⁻¹	936x10 ¹	1000
		10 ⁻²	936x10 ²	500
		10 ⁻³	936x10 ³	200
		10 ⁻⁴	936x10 ⁴	100
	Air sec 23°C – 43 Pa	10	4,3	2000
		1	43	2000
		10 ⁻¹	43x10 ¹	1000
		10 ⁻²	43x10 ²	500
		10 ⁻³	43x10 ³	200
		10 ⁻⁴	43x10 ⁴	100
	Air froid -30°C – 43 Pa	10	4,3	2000
		1	43	2000
10 ⁻¹		43x10 ¹	1000	
10 ⁻²		43x10 ²	500	
10 ⁻³		43x10 ³	200	
10 ⁻⁴		43x10 ⁴	100	

Tableau II.4: Matrice d'essais de propagation sur les éprouvettes CT40 à ΔK constant

Cette valeur du FIC a aussi l'avantage de ne pas être beaucoup trop importante pour diminuer la part de l'effet de l'environnement sur la propagation des fissures.

Pour chaque palier de fréquence de sollicitation, une avancée de fissure est ciblée et définie de façon à avoir un temps d'essai raisonnable. A titre d'information, une avancée de fissure sur 200 μm à une fréquence de sollicitation de 10^{-4} Hz peut prendre jusqu'à deux mois.

II.2.2 Essais de fatigue

II.2.2.1 Développement d'un banc d'essai basses fréquences

Au vu des temps d'essais conséquents, il a fallu utiliser plusieurs bancs d'essais en parallèle. Un banc d'essai spécifique a été conçu, développé et fabriqué à Pprime pour avoir la possibilité de mener 3 à 4 essais en parallèle. Un banc de fluage a été modifié et instrumenté de façon à appliquer des sollicitations alternées lentes à R (rapport de charge) positif à une fréquence maximale de 10^{-1} Hz. Ce banc d'essai dit « VLCF » (Very Low Cycle Fatigue) est présenté en Figure II. 11.

Le banc VLCF est composé d'un bâti, d'un vérin électrique de 20 kN, une cellule de charge en traction-compression de 50 kN et d'un onduleur qui permet de prendre le relais de l'alimentation en cas de coupure du réseau électrique. Le pilotage de l'essai ainsi que l'acquisition se fait via un logiciel développé au sein de Pprime par Damien Marchand, ingénieur électronicien. Une console de contrôle est aussi fonctionnelle sur le banc pour le montage de l'éprouvette.

De nombreux réglages sont possibles comme le réglage des PID (correcteur de la Proportionnel, Intégral, Dérivée) permettant d'améliorer les performances de l'asservissement, les déplacements et les fréquences de cyclage.



Figure II. 11: Images du banc d'essai VLCF

II.2.2.2 Machines et procédure d'essais d'endurance

Les essais d'endurance ont été réalisés au laboratoire Pprime mais aussi au CRT (Centre de Recherche et de Technologie) d'AIRBUS de Toulouse et d'Ottobrun. Le nombre d'essais et surtout les temps d'essais associés étant conséquents, une collaboration avec ces deux centres a été initiée après quelques mois de thèse afin d'obtenir une base de données la plus étoffée possible. Les équipements utilisés au CRT pour les essais d'endurance sont présentés en Annexe C.

Les essais d'endurance au sein de Pprime ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique Instron 8802 (Figure II. 12(a)) contrôlée par le logiciel Wave Matrix. Elle est en outre équipée d'une enceinte climatique Weiss Technik permettant de contrôler la température et l'humidité de l'air lors des essais de fatigue. Un système de serrage par plaque a été choisi pour la sollicitation des éprouvettes plates (Figure II. 12(b)). La capacité de la cellule de charge est de $\pm 100\text{kN}$.

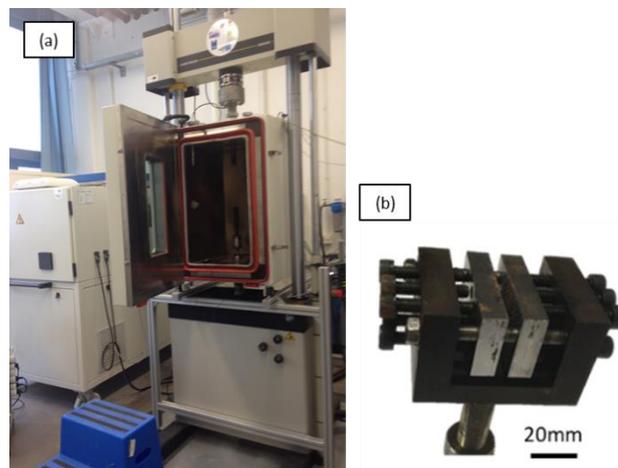


Figure II. 12: (a) Machine servo-hydraulique Instron 8802 avec son enceinte climatique (b) mors de serrage à six vis

Les essais d'endurance à $R=0,1$ (en traction) ont été pilotés en charge avec un signal triangulaire. A chaque crête du signal triangulaire cyclique, une acquisition automatique permet d'avoir un enregistrement de la température, de l'humidité et de la charge. Un critère d'arrêt de l'essai est activé par une limite sur la position du vérin associée à la rupture de l'éprouvette.

II.2.2.3 Machines et procédure d'essai de propagation de fissures

Avant d'effectuer des essais de fissuration, les éprouvettes CT40 doivent être pré-fissurées suivant la norme ASTM E647 [145]. Une longueur de pré-fissure d'au moins 1 mm doit être obtenue de façon à garantir que l'essai de propagation est mené hors de la zone plastifiée en pointe de l'entaille initiale.

La norme stipule un autre critère de niveau de FIC à respecter et essentiel au bon déroulement d'un essai de propagation de fissure. Pour un essai de fissuration à ΔP constant- ΔK croissant, le niveau de K_{\max} en fin de pré-fissurations doit être inférieur ou égal au niveau de K_{\max} initial de l'essai de propagation.

Toutes les pré-fissurations sont réalisées à une valeur initiale de $\Delta K = 9 \text{MPa} \times \sqrt{\text{m}}$ sous air ambiant à une fréquence de sollicitation de 20Hz et un rapport de charge de 0,1. Dans cette phase la valeur de ΔK ne dépasse jamais la valeur de début d'essai de propagation de $10 \text{MPa} \times \sqrt{\text{m}}$. L'avancée de fissure pour chaque sollicitation de N cycles est suivie de manière optique à l'aide d'une binoculaire. La mesure d'avancée de fissure se fait sur chaque face de l'éprouvette de manière à vérifier leur symétrie. Même si la norme [145] indique que la dissymétrie entre les deux faces ne doit pas excéder un écart de $0,25 \times B$, soit 2,5 mm pour la géométrie utilisée, nous n'avons jamais toléré une dissymétrie de plus de 1 mm. .

Les essais de propagation ont tous été réalisés au laboratoire Pprime sur cinq machines différentes. Toutes ces machines utilisent un système de mors à goupilles vissés sur les lignes d'amarrage pour le montage de l'éprouvettes dans les machines.

Plus précisément, pour les fréquences élevées (1Hz et 10Hz), la machine servo-hydraulique Instron 8802, déjà équipée d'une enceinte climatique, a été privilégiée pour les essais réalisés sous les environnements à humidité contrôlée.

Pour les basses fréquences (10^{-4} Hz à 10Hz), la machine VLCF, précédemment présenté a été utilisée préférentiellement pour les essais sous air ambiant et sous air sec.

Une machine électromécanique Instron de type 1362 (Figure II. 13 (a)) d'une capacité de 100kN a été équipée d'une enceinte semblable à celle montée sur le banc VLCF pour les essais sous air ambiant, sous air sec et sous air froid.

La machine servo-hydraulique Instron 1343, elle aussi équipée d'une enceinte climatique, est d'une capacité de 100kN (voir Figure II. 13(b)) et permet de faire les essais à ΔK constant sous air à 80% d'humidité relative.

Concernant les essais de référence (en environnement neutre), une machine servo-hydraulique avec une enceinte hermétique a été utilisée pour réaliser les essais sous vide à température ambiante (un vide assez poussé allant jusqu'à $6,4 \times 10^{-4}$ Pa). Sous air froid de -30°C , une autre machine servo-hydraulique (d'une capacité de 25 kN) avec une enceinte hermétique a permis de réaliser des essais avec un niveau de vide de $2,3 \times 10^{-4}$ Pa.

Concernant les essais de propagation de fissures à valeurs constantes de ΔK , le suivi de fissures a été fait par une lunette optique montée sur un chariot mobile dont le déplacement est contrôlé par une vis micrométrique. Toutefois il a été nécessaire d'interrompre régulièrement l'exposition à l'environnement de l'essai entre deux mesures d'avancée de fissure car le givre formé sur les vitres des enceintes lors des essais sous air froid empêche de faire un bon suivi optique.

Pour les essais à ΔK croissant, le suivi d'avancée de fissure est fait par Différence De Potentiel électrique (DDP). Cette dernière repose sur la variation d'un potentiel en fonction de l'avancée de fissure. Le montage et le principe sont illustrés en Figure II. 14. Un courant électrique est introduit dans l'éprouvette au moyen d'une paire de fils de platines connectés à des associations de vis-écrou. Une autre paire de fils en platine mesure en sortie la différence de potentiel entre les lèvres de fissure. Pour éviter toute forme d'interférence électrique et de minimiser le bruit de mesure, l'éprouvette est toujours isolée du reste de la machine via des bagues en céramique dans les trous des mors à goupille qui permettent de fixer les éprouvettes. Cette technique permet d'avoir une résolution de mesure de potentiel de 1mV (soit $15\mu\text{m}$ de résolution sur la longueur de fissure).

Pour une intensité de courant fixe, l'avancée de fissure entraîne une diminution du ligament conducteur en avant de la fissure et donc l'augmentation de la résistance électrique macroscopique

de l'éprouvette et par conséquent une augmentation de la tension dans le ligament. Pour ne pas échauffer l'éprouvette et perturber la mesure du potentiel, le courant est introduit par créneau et $I_{max}=1$ A.

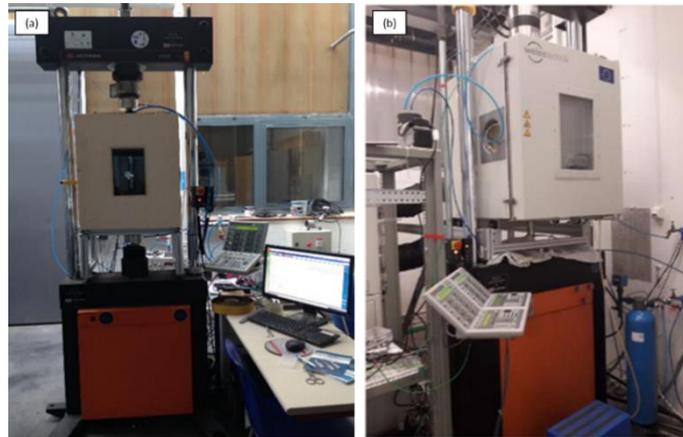


Figure II. 13: Photo (a) de la machine électromécanique Instron 1362 et (b) de la machine servo hydraulique Instron 1343

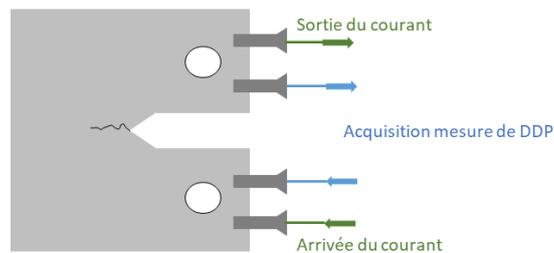


Figure II. 14: Schéma du montage et principe du suivi d'avancée de fissure par DDP

Le suivi d'avancée de fissure par DDP nécessite une calibration préalable d'un polynôme (de degré 5 pour notre cas) reliant la tension mesurée à la longueur de la fissure. La méthode et la calibration sont détaillées en Annexe D.

La mesure de fermeture de fissure est réalisée à l'aide d'une jauge de déformation collée en face arrière de l'éprouvette. Cette méthode permet de mesurer la variation de la complaisance visible via la relation entre la charge appliquée P et la déformation élastique ϵ^e en face arrière. L'apparition de la fermeture de fissure est mise en évidence lorsque le signal n'est plus linéaire [36]. La méthode est détaillée en Annexe E.

L'acquisition des données de propagation, via le logiciel Wavematrix, est essentielle pour un posttraitement optimal. Une synthèse de la stratégie d'acquisition adoptée est présentée en Figure II. 15.

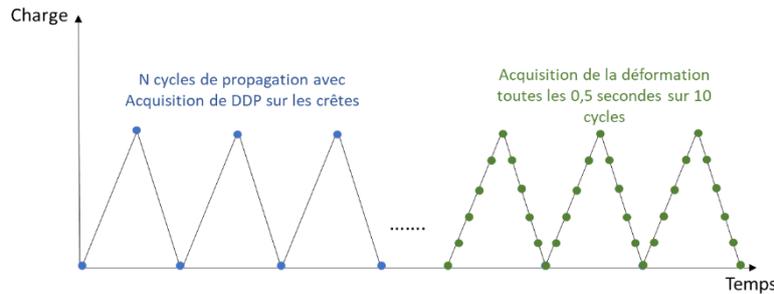


Figure II. 15: Schéma explicatif de l'acquisition des mesures de DDP et de fermeture adoptée pour les essais de propagation

L'analyse d'effet de l'environnement sur la propagation de fissure nécessite d'avoir un regard sur les paramètres environnementaux et donc une acquisition de :

- La température de l'éprouvette donnée par un thermocouple
- L'humidité dans l'air donnée par une sonde d'un hygromètre

Ces valeurs sont relevées de façon automatique par le logiciel Wavematrix au niveau des crêtes de chaque cycle de propagation (comme la mesure de DDP). Le fait que l'enceinte utilisée ne soit pas hermétique nécessite un contrôle régulier de l'évolution de l'humidité dans l'air, surtout lors d'essais particulièrement long. Il faut ainsi réajuster régulièrement le mélange d'air de façon à atteindre la pression de vapeur d'eau souhaitée. Pour information, les essais réalisés à des fréquences entre 10Hz et 10²Hz durent entre 1 jour et plus de 60 jours.

II.2.3 Techniques de microscopie

II.2.3.1 La microscopie à variation focale

Des mesures de rugosité des faciès de rupture des éprouvettes CT ont été réalisées avec un microscope optique Alicona Infinite Focus d'une résolution verticale de 10 nm qui permet de réaliser des analyses topologiques de surface.

Le principe de ce microscope repose sur la combinaison d'un microscope optique avec une faible profondeur de champ et d'un balayage vertical.

Ainsi, pour une hauteur Z donnée, la faible profondeur de champ fait que seule une partie d'une surface est focalisée. Le balayage vertical permet alors de générer une superposition d'images focalisées à différentes hauteurs suivant Z.

La méthode de mesure de rugosité pour une valeur de ΔK donnée, est similaire d'une éprouvette à l'autre.

L'obtention des données de rugosité sur nos surfaces impliquent :

- Une acquisition de la zone d'intérêt avec une résolution verticale et latérale adaptée (selon le constructeur du microscope) et identique pour toutes les éprouvettes.
- Une soustraction de forme de la zone acquise permet de définir un plan de référence. (Figure II. 16)

Enfin, la rugosité a été évaluée via deux paramètres : R_a et S_{dr} .

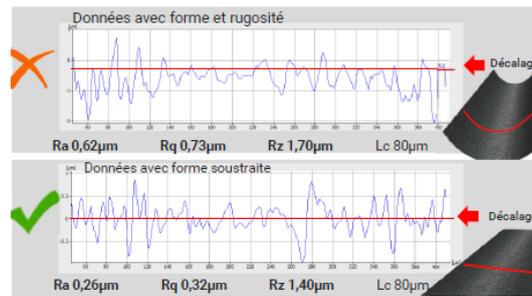


Figure II. 16: Schéma explicatif de l'intérêt de la soustraction de forme sur les valeurs de rugosité

Le paramètre R_a correspond à la moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne qui partage en deux surfaces égales le profil analysé (Figure II. 17(a)). Autrement dit, si l'on se réfère à l'image, ce paramètre correspond à l'aire ombrée divisée par la longueur d'évaluation L . Un autre paramètre de rugosité, appelé S_{dr} , correspond au ratio de la surface projetée sur la surface réelle (Figure II. 17(b)).

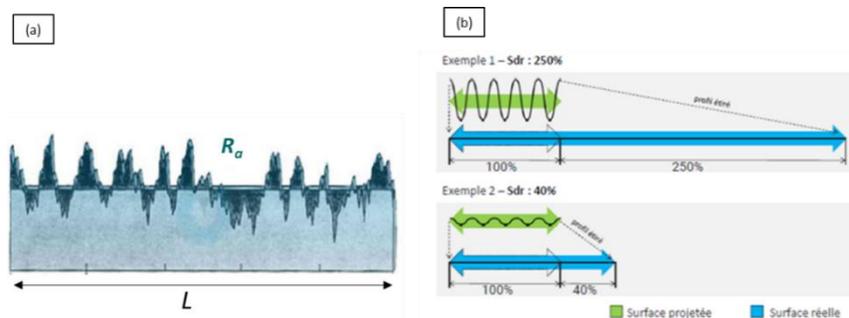


Figure II. 17: Illustration (a) du paramètre de rugosité R_a et (b) du paramètre S_{dr} [146]

La mesure de ces paramètres dépendent de la longueur projetée du profil (L_c) et d'un filtre (λ_c) qui sont régis par la norme ISO 4288.

Le choix de L_c doit respecter la norme ISO 4288 et doit faire l'objet d'une étude itérative ou la valeur de cette dernière doit correspondre une fois, à une gamme de valeurs de R_a et de longueur de profil données par la norme. Une valeur L_c de 2,5 mm a été utilisé pour toutes les mesures.

Le filtre λ_c , également appelé cut-off, dissocie l'ondulation (filtre passe-bas) et la rugosité (filtre passe-haut) du profil primaire. Une valeur de cut-off de 170 μm a été utilisée pour toutes les mesures de rugosité. Cette valeur est bien inférieure à celle préconisée par la norme ISO4288 [147] mais a été jugée adéquate au vu de la similitude qu'elle présente avec la valeur de la taille de grain du matériau dans le sens transverse.

L'analyse qualitative étant prépondérante à une analyse quantitative des mesures de rugosité pour cette étude, nous avons gardé les mêmes valeurs de paramètres d'une éprouvette à l'autre.

II.2.3.2 La microscopie électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champs (MEB-FEG)

Un microscope MEB-FEG JEOL 7000F a été utilisé pour analyser les faciès de rupture des éprouvettes CT et de certaines éprouvettes d'endurance. Ces observations ont pour objectif d'être corrélées aux vitesses de propagation ou aux DDV en endurance. En effet, l'idée est d'analyser l'effet de l'environnement sur la morphologie des faciès de rupture (mode de propagation,

morphologie des stries) et sur la cinétique de fissuration dérivées des mesures inter-stries. Ce MEB-FEG possède des canons à émission de champs avec des tailles de sonde d'une dizaine d'Angström et un diamètre de source émise d'une dizaine de nanomètres. Il permet d'avoir une meilleure résolution à fort grossissement qu'un MEB conventionnel.

Deux types d'images peuvent être faites : en mode SE (Electrons Secondaires) pour mettre en évidence un contraste topographique et avec le mode BSE (Rétrodiffusion d'Electrons) pour mettre en évidence un contraste lié à la chimie. Ce mode a notamment permis d'identifier le type d'éléments où l'amorçage de fissure se produit.

Toutes les observations ont été réalisées avec une tension d'accélération de 20kV, un courant de sonde de 80×10^{-9} A et une distance de travail de 15mm.

II.2.3.3 Microscopie électronique à balayage avec analyse dispersive en énergie (EDS)

La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) permet une analyse d'éléments chimiques d'un échantillon placé dans un MEB.

Dans le cadre de cette thèse, un MEB conventionnel JEOL 6100 a été utilisé pour la caractérisation du matériau et pour l'identification de la nature chimique des sites d'amorçage. Toutes les mesures sont faites avec une tension d'accélération de 20kV ainsi qu'une distance de travail de 15mm.

Ce microscope contient un détecteur de photons et un détecteur Brüker AXS au silicium. Le principe de fonctionnement est basé sur la mesure d'énergie de photons. En effet, lors d'interactions matière-électrons, en plus de différents types d'électrons réémis, des photons X sont générés. L'énergie d'un photon est spécifique à un élément chimique puisque l'énergie dépend de la transition électronique dont ils sont issus. Ainsi, la mesure de l'énergie permet donc de remonter à la nature de l'élément chimique dont il est la source. Concernant les acquisitions et les images, ces dernières sont réalisées avec le logiciel Esprit.

Certaines analyses EDS complémentaires ont aussi été effectuées au CRT de Toulouse avec l'aide de François Bourdin. Le microscope utilisé dans ce cadre possède un détecteur de rayons X d'Oxford Instruments SDD (Silicon Drift Detector) qui les convertit en signaux électroniques. Un processeur d'impulsion mesure alors les signaux électroniques et calcule l'énergie des rayons X détectés. L'acquisition et le post traitement des données se font sur le logiciel Aztec.

II.2.3.4 Microscopie par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

L'analyse EBSD (Electron Backscattered Diffraction) est une méthode d'analyse basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés qui permet d'évaluer une orientation cristallographique locale.

Ces analyses ont été faite pour caractériser la texture du matériau.

L'obtention de l'orientation se fait en plusieurs étapes :

- La diffraction des électrons donne d'abord un diagramme de Kikuchi sur un écran de phosphore de détecteur du système EBSD
- Via une transformée de Hough, le logiciel d'acquisition indexe le diagramme de Kikuchi permettant ainsi d'obtenir l'orientation cristallographique et la phase du point d'analyse

- Le balayage d'une zone d'étude conséquente permet alors d'établir une cartographie d'orientations cristallographiques

Certaines analyses EBSD ont été faites au CRT de Toulouse : il s'agit notamment d'analyses de chemin de fissuration sur les éprouvettes sollicitées à différents environnements à iso ΔK . L'acquisition et le post traitement des données se font sur le logiciel Aztec.

Par ailleurs, des observations sur de très fines lames prélevées par usinage FIB (Focused Ion Beam) ont fait l'objet d'analyses t-EBSD (EBSD en transmission) pour évaluer le gradient et la distribution de la déformation autour de la pointe de fissure en fonction des environnements de sollicitations (section 2.3 du chapitre 4). Ces observations et analyses ont été réalisées à la plateforme de microcaractérisation Raimond Castaing avec l'aide de Arnaud Proietti, ingénieur en microscopie électronique à balayage. L'équipement utilisé est un MEB FEG JEOL 7100F équipé d'un détecteur EBSD CMOS Symétrie S2 d'Oxford Instruments qui permet d'avoir une résolution de 1,2 nm.

La technique EBSD conventionnelle qui associe la diffraction d'électrons rétrodiffusés à la microscopie électronique à balayage ne possède pas de résolution spatiale suffisamment importante en raison d'un grand volume d'interaction entre les électrons du faisceau et les atomes du matériau. La technique t-EBSD ou TKD (Transmission Kikuchi Diffraction) permet d'observer des lames à de meilleures résolutions spatiales grâce à un montage différent. Comme l'illustre la Figure II. 18, avec un mode TKD, les électrons diffractés analysés passent par l'échantillon et ne sont pas éjectés par la surface de l'échantillon.

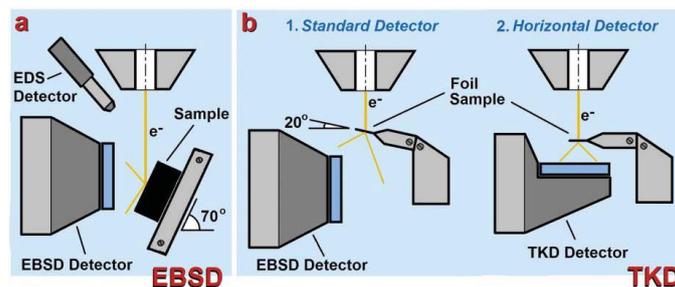


Figure II. 18: Schéma illustrant la différence de montage entre une analyse EBSD et TKD [148]

Les lames ont été observées et analysées sous une tension de 30kV avec une distance de travail de 10 mm à un tilt de -20° et un pas d'acquisition de 10nm.

Chaque cartographie est associée à une valeur de BC (pour Band Contrast) qui correspond à la variation d'intensité de clarté des bandes de Kikuchi et qui est donc un bon indicateur de qualité de la cartographie.

II.2.3.5 Microscopie électronique en transmission MET

La microscopie électronique en transmission (MET) a été utilisée pour caractériser la morphologie et la distribution des dislocations au voisinage de pointe de fissure.

Ces observations ont nécessité en amont la préparation de lames fines (de l'ordre d'une dizaine de nm) qui ont été faite au FIB. En effet, pour des analyses en transmission, les échantillons doivent être transparents aux électrons. Le détail de la préparation des lames est détaillé dans le chapitre 4 section 2.3.

Ces analyses MET ont été réalisés au centre de Micro-Characterisation Raimond Castaing par Armel Descamps-Mandine, responsable MET sur un appareil JEOL 2100F.

Des observations des structures de dislocations ont été directement réalisées sur le microscope Helios NanoLab G3 équipé d'un canon à électrons et un canon à ions gallium Ga [149] utilisé pour l'usinage des lames en mode STEM. Le mode STEM est une technique de microscopie qui permet d'identifier la microstructure avec une très haute résolution en détectant les électrons transmis à travers le matériau. En comparaison d'un MET conventionnel, en mode STEM la sonde électronique est focalisée sur l'échantillon et l'image est formée par balayage.

II.3 Composition chimique et microstructure du matériau

L'alliage de l'étude a été fourni sous forme de tôle d'une épaisseur de 40 mm, avec le traitement thermique déjà effectué.

II.3.1 Composition chimique du 7175 T7351

L'alliage 7175 est composé principalement de zinc et de magnésium. La liste de la composition fournie par Airbus est présentée en Tableau II.5. Des analyses EDS ont tout de même été réalisées sur la tôle fournie et d'où ont été extraites toutes les éprouvettes de l'étude. Les résultats obtenus sur un échantillon prélevé au cœur de la tôle sont présentés en Tableau II.6 et sont issues d'acquisitions de deux spectres EDS obtenues sur deux zones de l'échantillon dont l'un deux est illustré en Figure II. 19.

Composition Chimique	Eléments	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Si	Mn	Ti	Zr
	% mass.	5,8	2,2	1,5	0,19	0,16	0,08	0,03	0,02	0,01

Tableau II.5 : Composition chimique de l'alliage 7175 T7351 fournie par le certificat matériau de la tôle

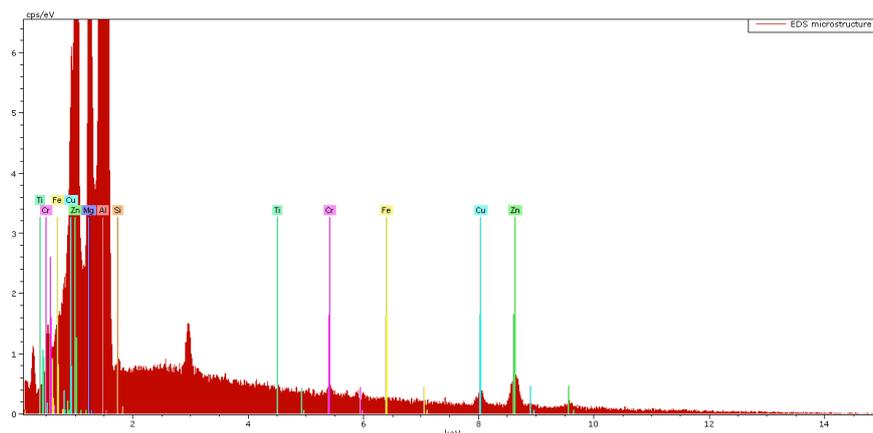


Figure II. 19: Spectre EDS sur un échantillon de 7175 T7351

Composition Chimique	Eléments	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Si	Mn	Ti
	Mesure 1. % mass.	5,4	2,73	1,56	0,21	0,05	0,13	-	0,03
	Mesure 2. % mass.	5,24	2,77	1,6	0,21	0,02	0,08		0,05

Tableau II.6 : Composition chimique de l'alliage 7175 T7351 obtenue par EDS

La comparaison de ces deux tableaux concorde sur la composition de l'alliage.

II.3.2 Microstructure de l'alliage 7175 T7351

Le matériau étant laminé, des échantillons ont fait l'objet d'analyses microscopiques afin de caractériser la microstructure et la texture du matériau.

Avant la caractérisation par microscopie EBSD, les échantillons sont soigneusement préparés. Tout d'abord un polissage mécanique est effectué au moyen de papiers SIC de grade 4000 durant 4 min. Suite à cette étape, un polissage mécanique de finition est nécessaire pendant environ 5 minutes sur un drap de grade de $3\mu\text{m}$ et 10 min sur un drap de grade $1\mu\text{m}$.

Enfin, la dernière étape s'effectue sur un plateau vibrant en utilisant une solution OPS (un mélange de 1 volume de solution H_2O_2 à 30% pour 9 volumes d'une solution contenant des particules nanométriques de silice-colloïdale en suspension). Ce polissage mécano-chimique permet d'obtenir un état de surface dit « miroir ».

La cartographie EBSD présentée en Figure II. 20 a permis de caractériser les dimensions des grains mais également la texture héritée de la phase de laminage. Cette cartographie d'orientation est donnée par rapport à la direction de laminage RD (Rolling Direction) et révèle une distribution cristallographique dans la direction (111). Le maximum de la fonction d'intensité d'orientation cristallographique est de 6,48. Cette valeur plutôt élevée indique que le matériau est fortement texturé. De plus, aux vues des nuances de couleurs des grains, on peut voir que les grains sont fortement déformés.

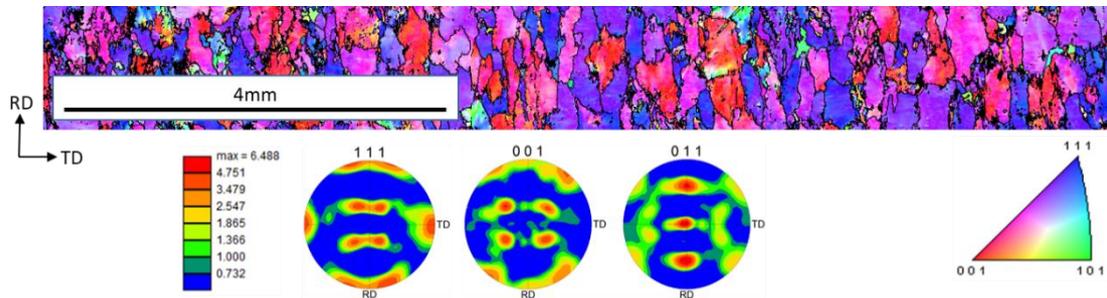


Figure II. 20: Cartographie des orientations cristallographiques avec une distribution cristallographique représentées sur les figures de pôle selon la direction de laminage (RD)

Cette cartographie fournit une première estimation de la taille de grain moyenne en utilisant la méthode des interceptes de l'ordre de $460\mu\text{m}$ dans le sens long et de $158\mu\text{m}$ dans le sens transverse. Les observations au MEB après attaque au réactif de Keller permettent quant à elles d'estimer une taille moyenne de grains dans la direction T de l'ordre de $10,6\mu\text{m}$.

Le réactif de Keller révèle la structure granulaire mais également la précipitation intergranulaire. Cette solution est composée d'eau (95%), d'acide nitrique (2,5%), d'acide chlorhydrique (1,5%) et acide fluorhydrique (1%).

Des observations au microscope MEB-FEG indiquent que la morphologie des précipités est régie par l'étape de laminage puisque ces derniers sont rompus dans le sens de laminage comme le montre la Figure II. 21. La taille moyenne des gros précipités peut varier de 10 à $50\mu\text{m}$. Par ailleurs des observations sur une lame FIB extraite au cœur de la tôle montrent la distribution de précipités dans le matériau. Ces derniers sont distribués de façon homogène dans tout le grain et aussi sur les joints de grain comme le montre la Figure II. 21. On distingue clairement la présence des précipités sur un joint triple, ainsi que des PFZs.

Sur la base de ce qui été observé dans la littérature, les phases noires visibles sur la Figure II. 21 correspondraient aux particules de composition Al-Mg-Si qui se caractérisent par leurs petites tailles circulaires. Les phases blanches (Figure II. 21(a)) quant à elles sont de forme plus irrégulière et possèdent une composition de type Al_7-Cu_2-Fe . Les précipités sur les joints de grains sont plutôt composés de Al-Zn-Mg (Figure II. 22).

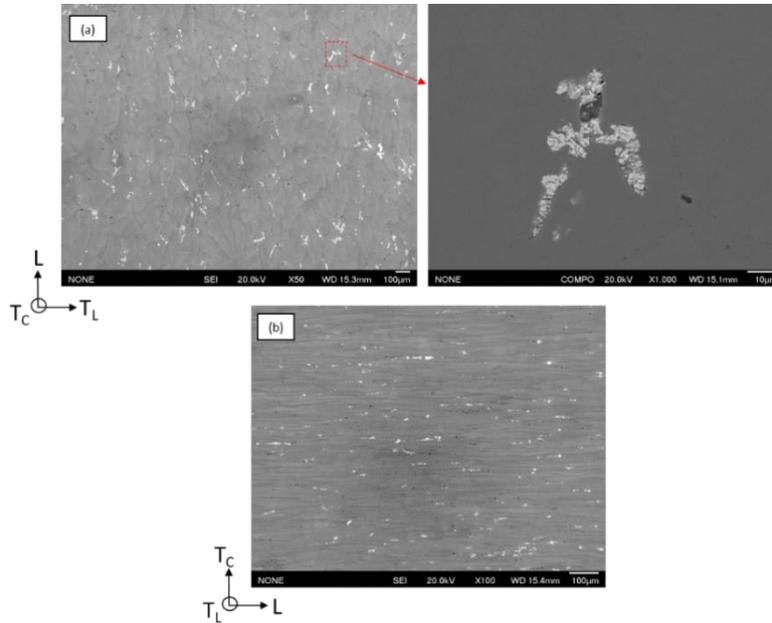


Figure II. 21: Image MEB-FEG d'un échantillon du matériau dans différentes directions, après préparation de l'échantillon et attaque au réactif de Keller.

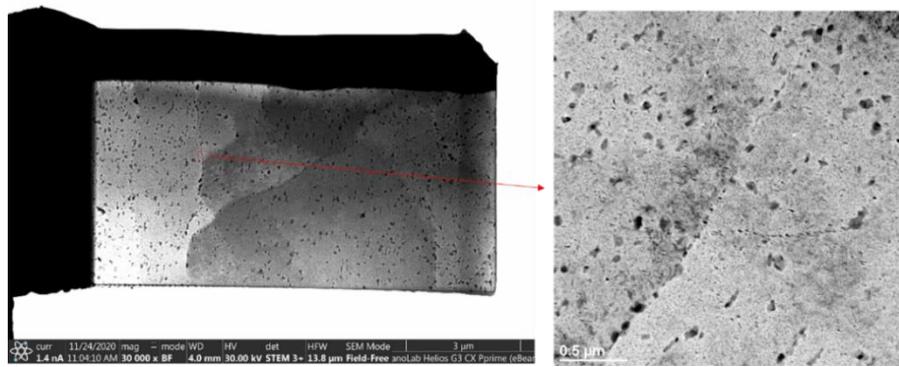


Figure II. 22: Image STEM d'une lame FIB du matériau en champ clair

II.1.1 Propriétés mécaniques de l'alliage 7175 T7351

Même si les propriétés mécaniques du matériau sont déjà établies et fournies par AIRBUS, deux essais de traction à une vitesse de déformation de $10^{-5}s^{-1}$ ont été menés dans deux environnements différents (air ambiant et sous air froid) sur la machine 8802. L'essai à l'air ambiant permettra de vérifier les propriétés du matériau fourni et la comparaison des résultats des deux essais fournira un aperçu d'un potentiel effet de l'air froid et sec (avec une pression partielle de vapeur d'eau $P(H_2O)=43$ Pa) sur les propriétés statiques de l'alliage 7175 T7351.

Les courbes conventionnelles de contrainte en fonction de la déformation sont présentées en Figure II. 23 et les propriétés mécaniques résumées dans le Tableau II.7.

Même si une reproduction par essai ne nous permet pas d'être suffisamment représentatif des propriétés du matériaux en statique, la résistance est légèrement supérieure à -30°C qu'à température ambiante en relation avec une ductilité légèrement réduite.

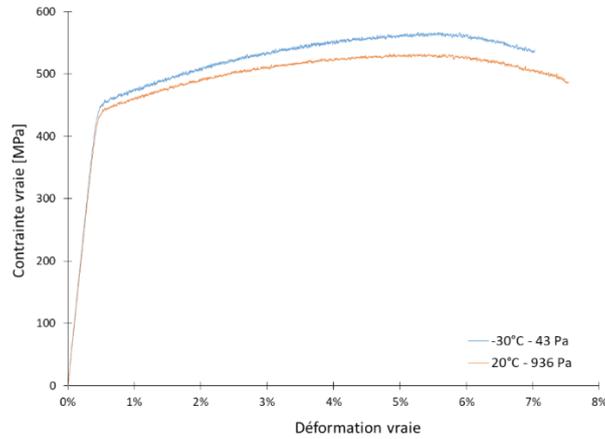


Figure II. 23: Courbes de traction conventionnelles sous différents environnements

Air	$R_p^{0,2\%}$ [MPa]	R_m [MPa]	Allongement [%]
20°C , $P(\text{H}_2\text{O}) = 936\text{Pa}$	425	534	7,5
-30°C , $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$	450	569	7

Tableau II.7: Propriétés mécaniques sous différents environnements

Chapitre III : Résultats expérimentaux sur l'influence de l'environnement

Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'établir une première revue de l'effet de chacun des paramètres de l'étude sur la Durée De Vie (DDV) totale en fatigue du matériau ainsi que sur sa résistance à la propagation de fissures. La dernière partie s'attachera à évaluer l'effet combiné de tous ces paramètres en fonction du paramètre « ingénieur » ERP.

La stratégie adoptée consiste à évaluer l'effet d'un paramètre en le faisant varier tout en maintenant constante la valeur des deux autres.

Les essais réalisés pour cette partie sont résumés dans le Tableau III.1 donnant la matrice d'essais d'endurance sur les deux géométries d'éprouvettes présentées dans le Chapitre II. Le Tableau III.2 donne la matrice des essais de propagation de fissures à ΔK croissant.

Pour cette première revue phénoménologique, l'effet de la fréquence sera évalué uniquement sur une plage allant de 10Hz à 10^{-2} Hz.

Température [°C]	P(H ₂ O) [Pa]	Fréquence [Hz]	ERP [Pa x s]	Reproduction Type T	Reproduction Taille de Guêpe nue	Reproduction Taille de Guêpe anodisées
23	1870	10 ⁻¹	18 700	3		
23	936	10	93,6	2	2	3
		2,17	430	3		3
		10 ⁻¹	9 360	3	2	1
		10 ⁻²	93 600	1		
23	43	10	4,3	3	3	2
		10 ⁻¹	430	2	2	0
-30	43	10	4,3	3	3	3
		10 ⁻¹	430	5	1	2

Tableau III. 1: Matrice des essais d'endurance sur les éprouvettes Types T et en taille de guêpe nues et anodisées pour $\sigma_{max} = 195$ MPa pour les les Type-T et 300 MPa pour les Taille de Guêpe

Pour rappel, les essais d'endurance ont été réalisés dans trois laboratoires différents (PPRIME, CRT Ottobrun et CRT Toulouse). Toutefois, les éprouvettes proviennent des mêmes tôles et ont été usinées au même endroit, de la même façon et dans les mêmes conditions. Afin de rester le plus représentatif possible des pièces en service, aucune éprouvette n'a été polie.

Concernant les essais de propagation présentés ici, les éprouvettes CT40 utilisées ont toutes été usinées au sein de l'atelier d'usinage Pprime, préparées et testées au laboratoire Pprime.

Température [°C]	P(H ₂ O) [Pa]	Fréquence [Hz]	ERP [Pa x s]	Reproduction
23	936	10	93,6	1
		2,17	430	1
		10 ⁻¹	9360	2
		10 ⁻²	93600	1
23	43	10	4,3	1
		10 ⁻¹	430	2
		10 ⁻²	4300	2
-30	43	10	4,3	2
		10 ⁻¹	430	1
		10 ⁻²	4300	1
23	2,1x10 ⁻⁴	10	2,1x10 ⁻⁵	2
-30	6,3x10 ⁻⁴	10	6,3x10 ⁻⁵	1

Tableau III. 2: Matrice des essais de propagation

III.1 Effet de la température

III.1.1 Effet de la température sous air à faible pression de vapeur d'eau sur la durée de vie totale

L'effet de la température sur la durée de vie en fatigue est évalué sur les deux géométries d'éprouvettes plates : les éprouvettes de type « taille de guêpe » nues et anodisées ainsi que les éprouvettes de type T. Ces essais sont réalisés à R=0.1 et à une contrainte maximale de 300 MPa pour les éprouvettes TdG (en Taille de Guêpe) et 195 MPa sur les types T de façon à viser des durées de vie similaires de l'ordre de 10⁵ cycles (issues de la banque de données d'essais Airbus).

La Figure III. 1 illustre l'effet de la température sous air avec une pression P(H₂O)=43 Pa, à des fréquences de 10Hz et 10⁻¹ Hz. Chaque croix noire représente une DDV obtenue pour une éprouvette et les points colorés représentent la moyenne de ces DDV. La DDV est définie sur la base de la définition chez Airbus, c'est-à-dire qu'elle correspond au nombre de cycles à rupture de l'éprouvette, incluant une part de propagation.

Conformément aux durées de vie attendues, on constate que nous sommes relativement en dessous des 10⁵ cycles attendus. De plus, au vue des écarts de DDV obtenues à iso fréquence (16% pour -30°C à 10Hz), il est plutôt clair que sur la plage de température explorée (-30 à +23°C) il n'y a pas d'effet significatif de la température sur la durée de vie en fatigue.

La Figure III. 2 illustre la durée de vie des éprouvettes plates en taille de guêpe (ayant une concentration de contraintes plus faible que les éprouvette type T) nues et anodisées. Les croix rouges représentent les DDV individuelles des éprouvettes anodisées et les croix noires, celles des éprouvettes nues.

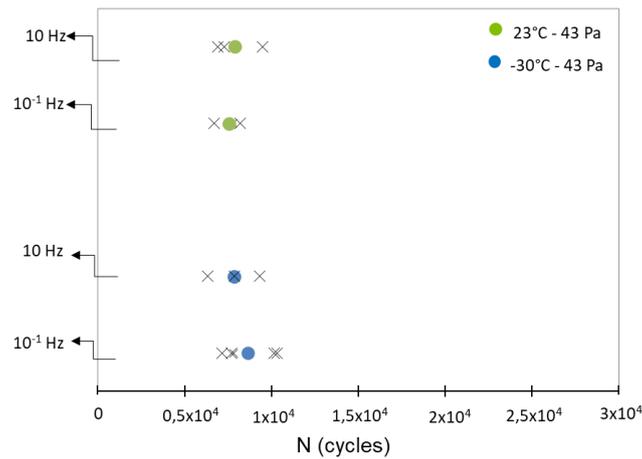


Figure III. 1: Effet de la température sur la durée de vie à 195 MPa, $R=0,1$ à une fréquence de 10 Hz et 10-1 Hz sur éprouvettes type T ($Kt=2,3$) en 7175 T7351

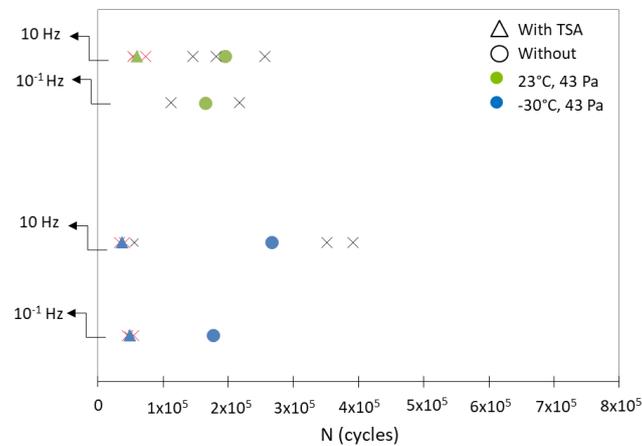


Figure III. 2: Effet de la température sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0,1$ à une fréquence de 10 Hz et 10-1 Hz sur d'éprouvettes TdG ($Kt=1$) 7175 T7351

On constate que les éprouvettes anodisées présentent une DDV qui peut être en moyenne de l'ordre de 3 fois plus faible que les éprouvettes nues. Ces résultats confirment les tendances observées en interne chez Airbus où la contrainte en initiation est de l'ordre de 0,75 soit un facteur proche de 4 en durée de vie sur cet alliage. Sous air froid et à $f=10\text{Hz}$, on atteint même un facteur d'abattement de 7. On remarque en outre, que la dispersion est plus faible que celle notée sur les DDV des éprouvettes nues. En effet, à 23°C on a un coefficient de variation (qui représente l'erreur type) de l'ordre de 15% pour les éprouvettes anodisées contre 23% pour les éprouvettes nues.

Ainsi, compte-tenu de la dispersion importante, aucun effet marqué de la température ne peut être dégagé. Des essais supplémentaires dans les mêmes conditions doivent être menés pour tenter de réduire la dispersion.

Quant aux éprouvettes nues, les DDV de ces dernières présentent des écarts plus importants en fonction de la température, mais la dispersion importante des DDV ne permet pas d'associer cela à ce paramètre.

III.1.2 Effet de la température sous air à faible pression de vapeur d'eau sur la propagation

Nous avons pu, grâce aux essais d'endurance, établir que sur la plage explorée l'effet de la température est quasiment négligeable sur la durée de vie totale du matériau. Dans cette partie, nous allons nous intéresser à l'effet de la température mais plus spécifiquement sur la résistance à la propagation par fatigue via des essais de propagation de fissure à $R=0,1$, à ΔK croissant avec $\Delta K_{ini}=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et à plusieurs fréquences.

Les figures (Figure III. 3, Figure III. 4 et Figure III. 6) présentent l'effet de la température aux fréquences respectives de 10Hz, 10^{-1} Hz et 10^{-2} Hz. Pour chaque essai, la fermeture de la fissure est prise en compte sur les graphiques (b) et elle est négligée sur les graphiques (a).

En première analyse, les tendances des courbes de ces trois figures indiquent que l'effet de la température sur la propagation de fissure est quasiment négligeable hormis peut-être pour les plus faibles valeurs de FIC (de l'ordre de $\Delta K= 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) à la fréquence de 10^{-2} Hz (Figure III. 6).

Sur les Figure III. 3 (a) et Figure III. 4 (a), il apparaît qu'autour de $\Delta K= 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la température n'a aucun effet sur la vitesse de propagation de la fissure. Si l'effet de fermeture de fissure est pris en compte on note que la différence entre les deux températures est encore plus faible sauf aux alentours de $\Delta K= 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ où les vitesses de fissuration à -30°C restent un peu plus importantes qu'à 23°C (voir Figure III. 3 (b) et Figure III. 4 (b) et Figure III. 6 (b)).

Par ailleurs, sur la Figure III. 4 (b) on distingue, pour la propagation à 23°C , une sorte de plateau pour les plus faibles valeurs du FIC. Pour vérifier l'existence de ce plateau, un essai similaire a été réalisé mais en partant d'une valeur initiale $\Delta K_{ini}=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. La comparaison de ces deux essais sont illustrées en Figure III. 5. Cette dernière semble confirmer les tendances observées pour l'essai à $\Delta K_{ini}=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. On constate aussi qu'à partir d'une valeur de $7,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, une baisse de la vitesse de propagation est clairement observable. Ce changement de cinétique de propagation ne semble pas être associé à un changement de mode de propagation observé sur la base d'analyses de faciès de rupture et le plateau précédemment observé semble être un épiphénomène sans signification particulière.

Si on regarde la Figure III. 6 (a), à une fréquence de 10^{-2} Hz et autour de $\Delta K= 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ où l'effet de l'environnement est le plus visible, on note que la sollicitation à -30°C conduit à des vitesses un peu plus importantes qu'à 23°C . Si maintenant on regarde la Figure III. 6 (b), on constate que la prise en compte de la fermeture de fissure exacerbe l'écart des cinétiques de fissurations entre 23°C et -30°C autour de $\Delta K= 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ mais l'estompe pour les fortes valeurs de ΔK . En faisant le parallèle avec l'effet des basses températures abordés dans la revue bibliographique, cette légère tendance néfaste du froid sur la résistance à la propagation de fissure peut paraître surprenante. Néanmoins, les résultats de la littérature [2], [4], [102], [150] sur l'effet bénéfique des basses températures ont été soulignés pour des valeurs proche du seuil ($\Delta K < 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) et sont associés à des pressions partielles de vapeur d'eau bien inférieures à 43 Pa.

On peut donc supposer que cette tendance s'explique par la présence de pression partielle de vapeur d'eau trop importante pour ne pas altérer l'effet bénéfique des basses températures sur la résistance intrinsèque du matériau. L'effet de la température sur le comportement intrinsèque du matériau est traité dans la prochaine section.

D'ailleurs, ceci pourrait aussi s'expliquer par la complexité du contrôle de la pression partielle $P_{\text{H}_2\text{O}}$ sous air froid, surtout sur un temps très long où l'on constate une augmentation progressive de l'humidité au cours du temps. En effet, pour une fréquence de 10^{-2} Hz, les temps d'essais peuvent

aller jusqu'à 7 semaines et la glace se formant sur les pièges à froid entraîne une faible augmentation progressive de l'humidité dans l'enceinte.

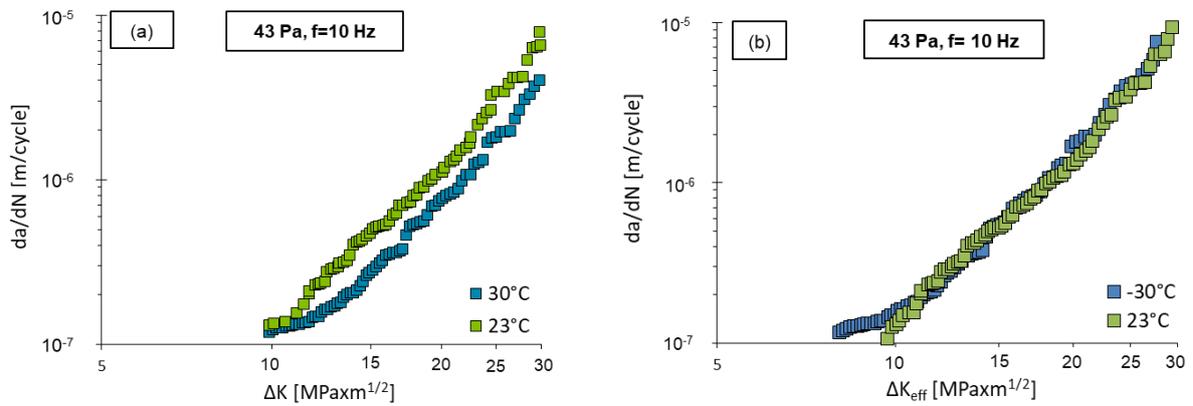


Figure III. 3: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec $PH_2O = 43 Pa$ et $f = 10 Hz$ à $R = 0,1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

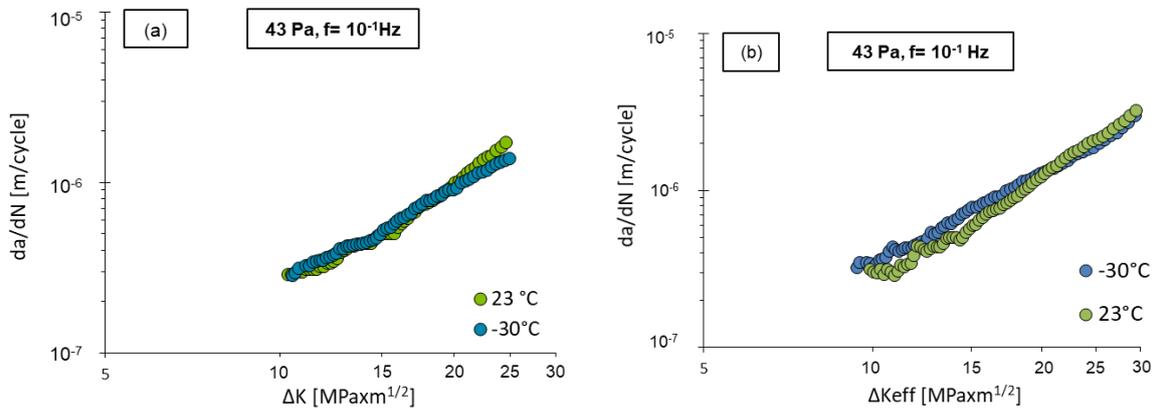


Figure III. 4: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec $PH_2O = 43 Pa$ et $f = 10^{-1} Hz$ à $R = 0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

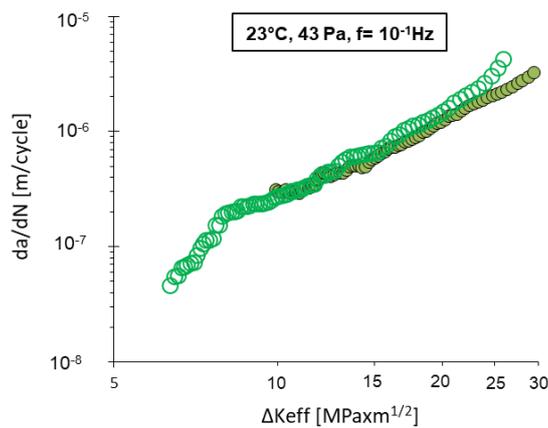


Figure III. 5: Courbes de propagation d'essais réalisés sous air sec ($f = 10^{-1} Hz$, 23°C et 43 Pa) à différents niveaux de ΔK_{ini} à $R = 0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

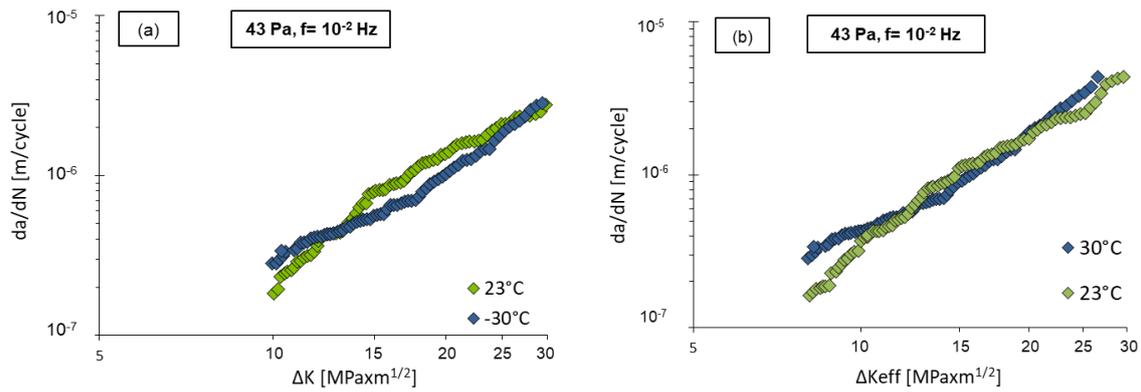


Figure III. 6: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec $P_{H_2O} = 43 \text{ Pa}$ et $f = 10^{-2} \text{ Hz}$ à $R = 0,1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

Enfin, il est aussi possible que cette température ne soit pas suffisamment faible pour voir un effet conséquent sur les cinétiques de propagation. Ce point a déjà été relevé par Burns et al. [4] dans le cas de l'alliage 7075 T651 dans un environnement ne contenant que de la vapeur d'eau où, pour $\Delta K = 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ avec une fréquence de 20Hz et une pression de vapeur d'eau $P(H_2O) = 38 \text{ Pa}$, les vitesses mesurées à 23°C ne sont que 2,5 fois plus importantes que celles obtenues à -30°C. Dans notre cas, sous air et à une fréquence de 10Hz, on a une vitesse de propagation à froid qui est 1,4 fois plus importante qu'à température ambiante.

III.1.3 Effet de la température sur le comportement intrinsèque du matériau

Le seul moyen d'évaluer l'effet de la température sur le comportement intrinsèque du matériau en propagation et donc de lever l'interrogation sur le rôle de la pression partielle de vapeur d'eau, est donc de réaliser ces essais sous vide. Nous estimons que la pression résiduelle sous vide correspond à la pression partielle de vapeur d'eau. La Figure III. 7 (a) illustrant les courbes de fissuration sous vide d'un essai réalisé à 23°C et à -30°C en fonction de ΔK , montre peu de différence entre ces deux températures. La Figure III. 7 (b) illustre les mêmes courbes de fissuration mais en tenant compte de l'effet de fermeture de fissure. On observe, néanmoins, qu'en tenant compte de la fermeture de fissure, un faible effet bénéfique d'une température basse sur la résistance à la propagation obtenue pour les plus faibles valeurs du FIC. Ainsi, on confirme l'hypothèse proposée ci-dessus concernant la présence de l'humidité dans l'air qui altère probablement l'effet (relativement faible) bénéfique des basses températures.

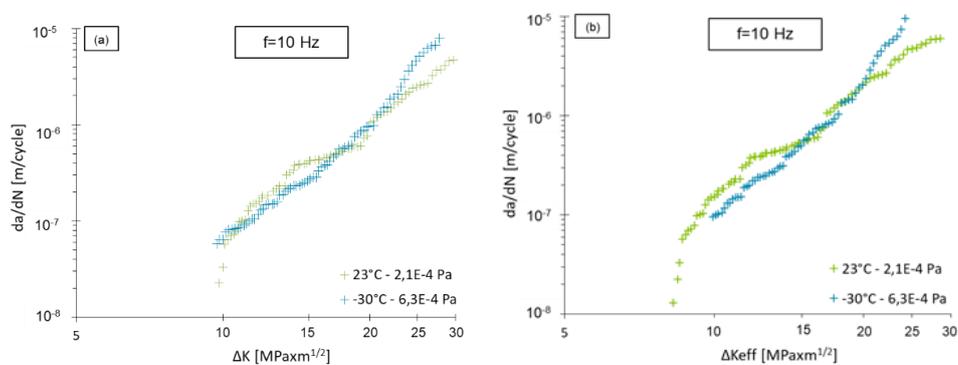


Figure III. 7: Courbes de fissuration da/dN en fonction de ΔK (a) et en fonction de ΔK_{eff} (b), de l'alliage 7175 T7351, L-T, sollicité à une fréquence de 10Hz à $R = 0,1$ sous vide

On retiendra donc :

- Qu'une sollicitation à -30°C n'améliore que légèrement la résistance à la fissuration intrinsèque du matériau,
- Que l'air contenant une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})= 43 \text{ Pa}$ semble annihiler l'effet bénéfique d'une température de -30°C ,
- Et enfin que l'effet de la pression de l'air prédomine sur l'effet de la température à -30°C .

III.2 Effet de l'humidité

III.2.1 Effet de l'humidité à température ambiante sur la durée de vie totale

Ce paragraphe a pour objectif d'évaluer l'effet de l'humidité à température ambiante et à différentes fréquences, sur la DDV du matériau. La Figure III. 8 illustre l'effet de l'humidité sur la DDV des éprouvettes type T. Ces données nous permettent uniquement de comparer l'effet de l'humidité à une fréquence commune de 10^{-1}Hz ainsi que l'effet de l'humidité (pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})$ de 936 Pa et 43 Pa respectivement) à une fréquence de sollicitation de 10Hz.

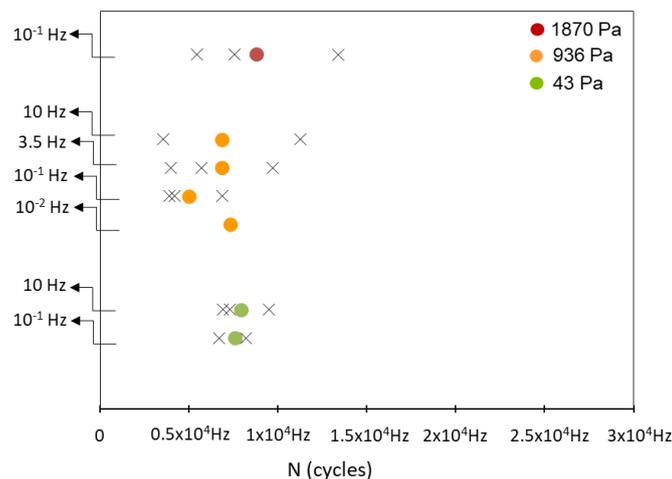


Figure III. 8: Effet de l'humidité sur la durée de vie à 195 MPa, $R=0.1$ à différentes fréquences sur des éprouvettes type T ($Kt=2.3$) 7175 T7351

Pour la fréquence de 10^{-1}Hz , compte-tenu de la dispersion des DDV, et surtout à 1870 Pa, il est difficile d'identifier un quelconque effet de l'humidité présente dans l'air sur la DDV en fatigue. En effet, la plage de dispersion de l'air à $P(\text{H}_2\text{O})=1870 \text{ Pa}$, 936 et 43 Pa sont respectivement de l'ordre de 42%, 27% et 9%. Toutefois, un léger effet bénéfique de l'air sec peut tout de même être souligné (facteur d'accroissement de DDV de 1,5).

A 10Hz, encore une fois, la dispersion importante des résultats sous air ambiant ne nous permet pas de tirer des conclusions. S'il y a un effet de l'humidité sur la DDV, il semble plus faible que la dispersion naturelle.

La Figure III. 9 illustre les résultats obtenus sur les éprouvettes en taille de guêpe anodisées et nues. La dispersion étant moins faible sur les éprouvettes anodisées, cela nous permet d'avancer l'hypothèse que l'effet de l'humidité semble limité sur la DDV du matériau. La DDV des éprouvettes nues est bien plus dispersée à iso-conditions et semble, encore une fois, plaider pour une insensibilité à l'humidité.

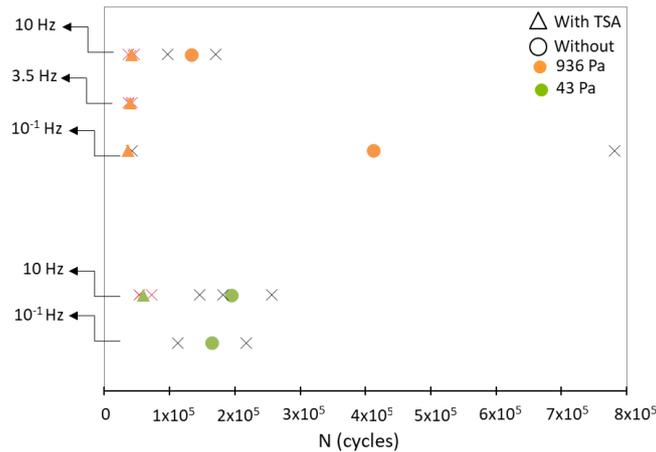


Figure III. 9: Effet de l'humidité sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0,1$ à une $f=10$ Hz et $f=10^{-1}$ Hz sur éprouvettes en taille de guêpe ($K_t=1$) 7175 T7351

III.2.2 Effet de l'humidité sur la propagation de fissures

III.2.2.1 Effet de l'humidité à température ambiante

Pour une fréquence de sollicitation de 10Hz, l'effet de l'humidité sous air a pu être comparé à un environnement inerte ($P(\text{H}_2\text{O})=2,1 \times 10^{-4}$ Pa). Pour les autres fréquences de sollicitation (10^{-1} Hz et 10^{-2} Hz), l'effet de l'humidité sur le comportement en propagation de fissures est testé uniquement sur les deux niveaux d'humidité de l'air de 43 Pa et 936 Pa.

La Figure III. 10 (a) illustre l'effet de l'humidité sous air à 23°C et à une fréquence de sollicitation de 10Hz. Les cinétiques de propagation en fonction de ΔK révèlent une légère dégradation de la résistance à la fissuration visible pour les plus faibles valeurs de ΔK , qui va de pair avec l'augmentation de la pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})$. Si on corrige le ΔK par l'effet de fermeture (Figure III. 10 (b)), on constate que les cinétiques sous air sec à 43 Pa de vapeur d'eau semblent similaires aux cinétiques sous environnement inerte. Finalement, la prise en compte de l'effet de fermeture semble exacerber un peu plus l'effet de l'humidité sur la cinétique de propagation des fissures. En effet, pour des valeurs de $P(\text{H}_2\text{O})$ de 43 Pa et 936 Pa, on obtient un abattement maximal sur les cinétiques de propagation d'un ratio 1,7 pour $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ contre un ratio d'abattement de 2,3 pour une valeur $\Delta K_{\text{eff}}=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Comme l'illustre la Figure III. 11 (a) et (b), en diminuant la fréquence à 10^{-1} Hz (temps d'exposition plus important), on constate qu'il n'y a quasiment aucun effet de l'humidité quand le temps d'exposition de la fissure à l'environnement est 100 fois plus important. On peut imaginer qu'à un taux d'exposition plus élevé, la quantité de vapeur d'eau partielle de 43 Pa soit déjà saturante pour engendrer une dégradation des propriétés sur la résistance à la propagation.

Les résultats d'essais à la fréquence de 10^{-2} Hz sont présentés en Figure III. 12. La prise en compte de la fermeture de fissure indique qu'il n'y a pas plus d'effet délétère de l'humidité par rapport à la fréquence de 10^{-1} Hz et suggère la possible saturation d'effet de l'humidité sur les propriétés en fissuration du matériau (Figure III. 12 (b)).

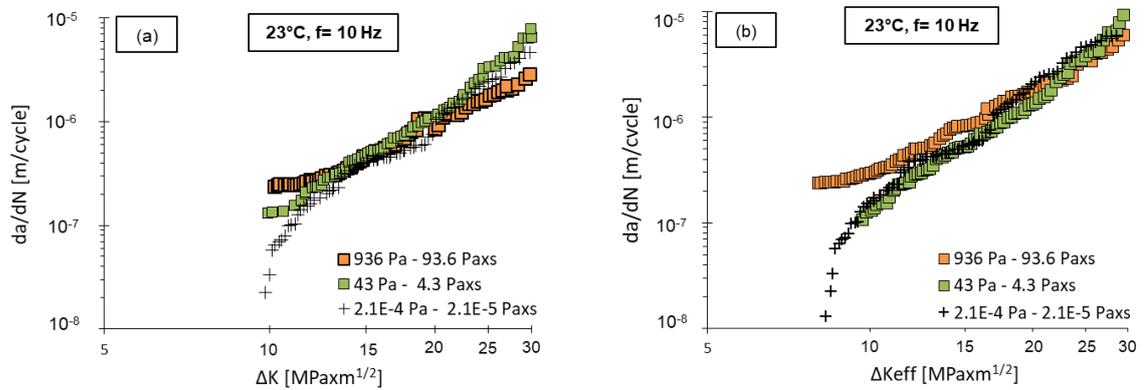


Figure III. 10: Courbes de propagation obtenues sous air avec $PH_2O=43$ Pa et $PH_2O=936$ Pa à 23°C et $f=10$ Hz à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

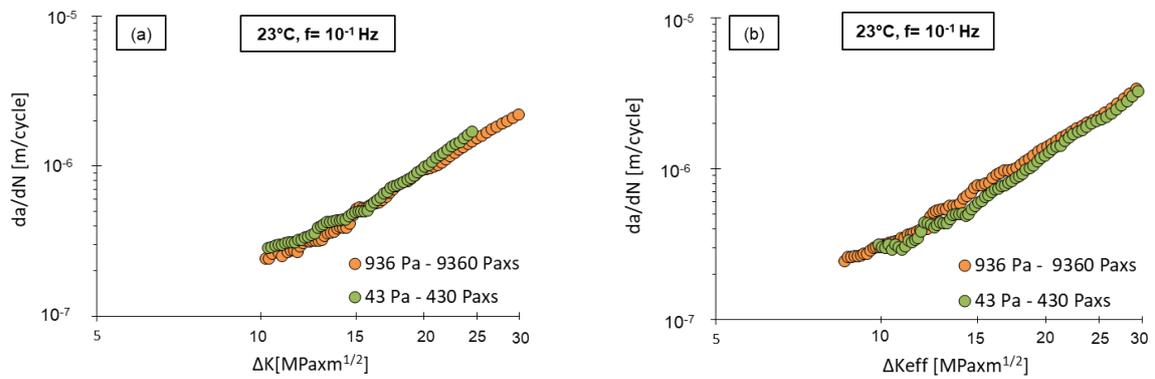


Figure III. 11: Courbes de propagation obtenues sous air avec $PH_2O=43$ Pa et $PH_2O=936$ Pa à 23°C et $f=10^{-1}$ Hz à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

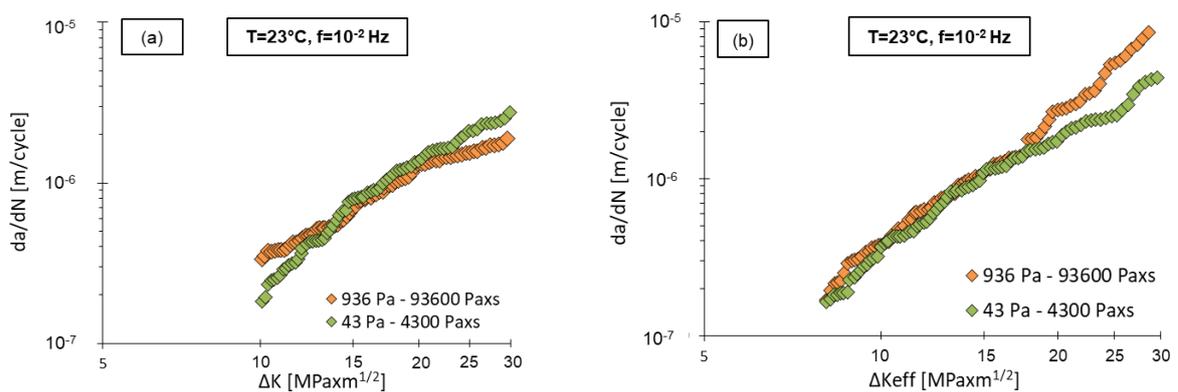


Figure III. 12: Courbes de propagation obtenues sous air avec $PH_2O=43$ Pa et $PH_2O=936$ Pa à 23°C et $f=10^{-2}$ Hz à $R=0,1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

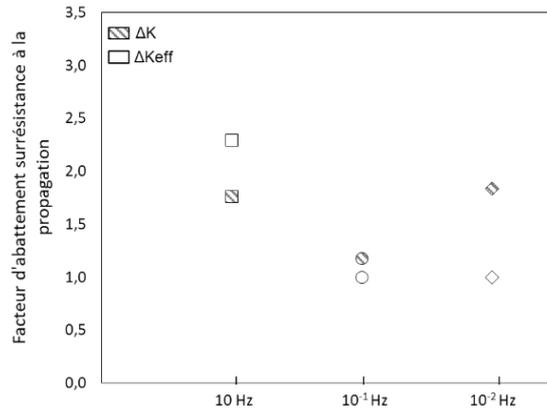


Figure III. 13: Facteur d'abattement à la résistance à la fissuration en fonction de la fréquence de sollicitation (936 Pa et 43 Pa) à différentes fréquences pour $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $\Delta K_{\text{eff}}=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Pour récapituler l'effet de l'humidité sous air, les facteurs d'abattement pour chaque fréquence de sollicitation et pour un ΔK et ΔK_{eff} de $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sont regroupés en Figure III. 13. Même si nous ne nous n'expliquons pas la différence de fermeture plus faible à 10^{-1} Hz que pour les autres fréquences, on peut tout de même établir que l'effet néfaste de l'humidité sous air est relativement faible et présente uniquement pour la plus grande fréquence. Aux vues du plateau obtenu entre la fréquence de 10^{-1} Hz et 10^{-2} Hz, il est fort probable que l'effet de l'humidité a atteint sa limite pour impliquer d'autres mécanismes de dégradation de la résistance à la fissuration.

III.2.2.2 Effet de l'humidité à froid

L'effet de l'humidité ayant été observé à température ambiante, obtenir ces tendances sous air plus froid nous permettrait peut-être d'obtenir des éléments de réponse quant au rôle de la température sur l'effet de la vapeur d'eau. Malheureusement, nous avons pu évaluer l'effet de l'humidité à froid à la seule fréquence de 10 Hz. Les courbes de cinétique de propagation en fonction de ΔK et ΔK_{eff} sont illustrés en Figure III. 14 (a) et (b) respectivement. On observe que la prise en compte de l'effet de fermeture n'a aucun impact sur les tendances des cinétiques de propagation.

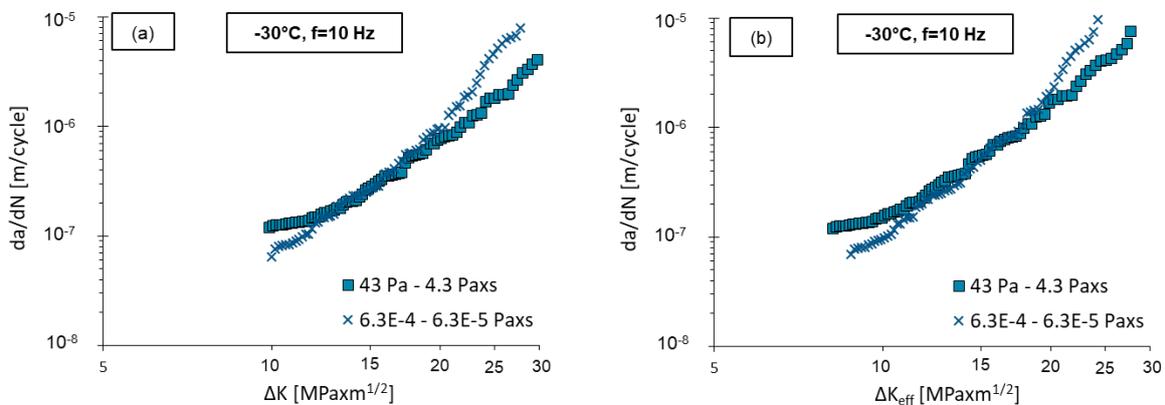


Figure III. 14: Courbes de propagation obtenues sous air froid avec $\text{PH}_2\text{O}=43 \text{ Pa}$ et $\text{PH}_2\text{O}=6,3 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ et $f=10 \text{ Hz}$ à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

Sur la Figure III. 14 (b), si on se concentre sur les plus faibles valeurs du FIC, on distingue qu'il n'y a que très peu d'effet de l'humidité sous air à -30°C . Pour faire le parallèle avec les observations de la Figure III. 10 (b) illustrant l'effet de l'humidité sous air ambiant, on constate que l'effet de l'humidité sur les cinétiques de propagation autour de $10\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, est sensiblement plus important sous air à 23°C qu'à -30°C (abattement de la résistance à la propagation sous humidité de l'ordre de 1.5 pour $\Delta K=10\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Cette observation supporte l'idée que la température puisse impacter certains des mécanismes évoqués dans le premier chapitre comme l'écoulement moléculaire en pointe de la fissure, la réduction de la cinétique de réaction de surface ou encore la réduction de la cinétique de diffusion de l'hydrogène en pointe.

III.3 Effet de la fréquence

III.3.1 Effet de la fréquence sur la durée de vie

La Figure III. 15 reprend l'ensemble des essais d'endurance réalisés sur les éprouvettes plates de type T. Ainsi, pour chaque environnement, il est possible d'évaluer l'effet de la fréquence sur le nombre de cycles à rupture. Cette figure illustre clairement que l'influence de la fréquence sur la DDV est imperceptible.

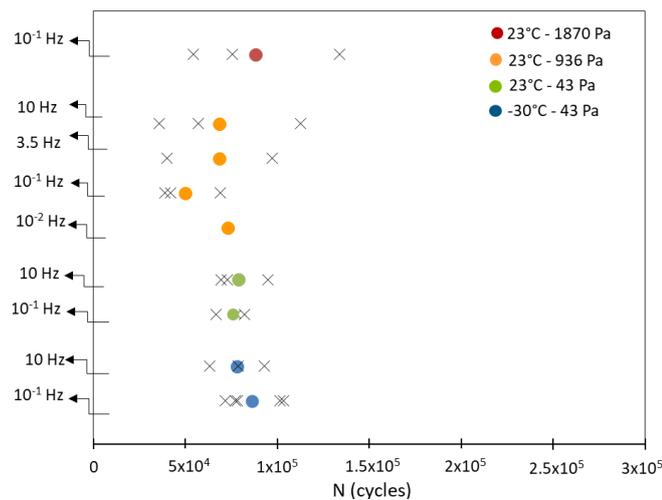


Figure III. 15: Effet de la fréquence sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0.1$ à différentes fréquences et différents environnements sur des éprouvettes Type-T ($Kt=2.3$) 7175 T7351

Le même constat est établi pour les résultats obtenus sur les éprouvettes plates anodisées et nues et présentés en Figure III. 16. Pour ces dernières, même s'il apparaît que les effets semblent plus importants, au vu du niveau de dispersions des DDV, il est encore une fois impossible de justifier un quelconque effet de la fréquence.

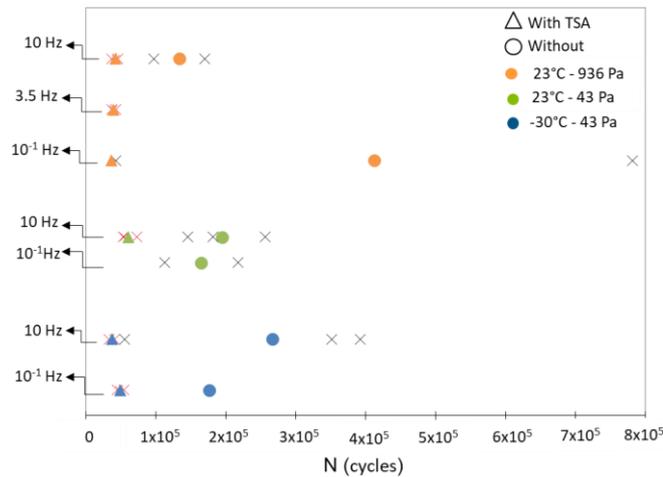


Figure III. 16: Effet de la fréquence sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0.1$ à différentes fréquences et différents environnements sur des éprouvettes taille de guêpe ($Kt=1$) 7175 T7351

III.3.2 Effet de la fréquence sur la propagation

Dans cette partie, tous les essais de propagation pour des fréquences $f < 10^2$ Hz, sous tous les environnements étudiés, sont présentés et discutés.

La Figure III. 17 (a) et la Figure III. 17 (b) illustrent l'effet de la fréquence sous air froid (-30°C) en fonction de ΔK et ΔK_{eff} . En comparant les deux graphiques (a) et (b) de la Figure III. 17, on peut voir que la prise en compte de la fermeture n'influence pas visiblement les tendances observées. Cependant, un effet délétère des basses fréquences est observé. Si on se concentre sur les données de la Figure III. 17 (a), on constate que passer d'une fréquence de sollicitation de 10 Hz à 10^{-1} Hz suffit à multiplier la cinétique de propagation par 2,3 (pour la plus faible valeur du FIC). La cinétique à une fréquence de 10^{-2} Hz étant similaire à celle à 10^{-1} Hz on pense qu'en dessous d'une fréquence de 10^{-1} Hz il n'y a plus d'effet sur la cinétique de fissuration plaçant ainsi pour l'existence d'une fréquence critique ou plancher.

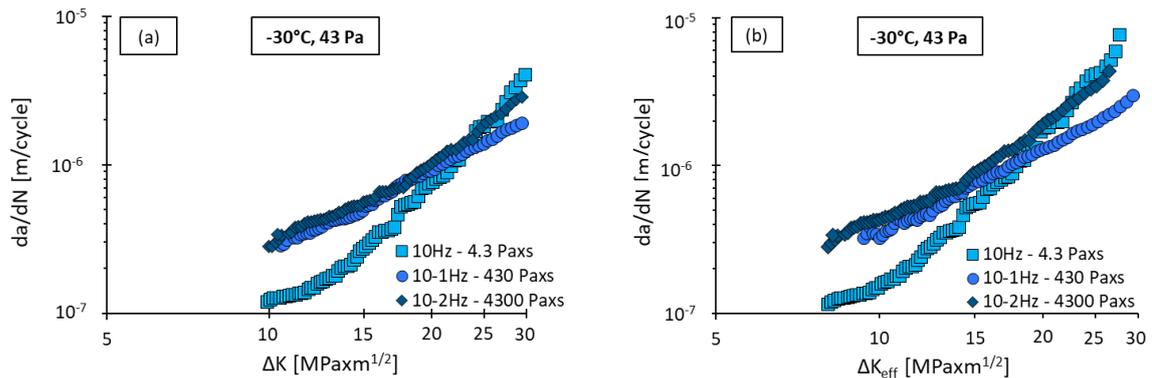


Figure III. 17: Comparaison des courbes de propagation obtenues sous air froid à -30°C avec $\text{PH}_2\text{O}=43$ Pa et à différentes fréquences à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

Cependant, en tenant compte des effets de fermeture (Figure III. 17 (b)), on s'aperçoit que la fréquence à 10^{-2} Hz présente une cinétique de propagation légèrement plus élevée qu'à 10^{-1} Hz et est presque trois fois plus importante que la cinétique à 10 Hz. Ainsi la fréquence de 10^{-1} Hz ne serait pas une fréquence critique pour les propriétés de la résistance à la propagation dans le cas où l'effet de fermeture de fissure est pris en compte.

Dans les conditions d'air sec à 23°C et 43 Pa de pression de vapeur d'eau, l'effet de la fréquence est illustré en Figure III. 18. Sur la Figure III. 18 (a), pour $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la fréquence de sollicitation à 10⁻¹Hz semble être plus critique que la sollicitation à 10⁻² Hz et la cinétique de propagation presque 2 fois plus importante qu'à une fréquence de 10Hz.

Sur la Figure III. 18 (b) et pour la même valeur du FIC, les cinétiques fonction de ΔK_{eff} révèlent que la fréquence de sollicitation de 10⁻² Hz est plus importante que celle de 10⁻¹Hz et 2,8 fois plus importante que celle de 10Hz.

Un plus grand nombre de fréquence de sollicitations a été testé sous air ambiant. Les résultats sont présentés en Figure III. 19 (a) et (b). En tenant compte de l'effet de fermeture, on voit bien sur la Figure III. 19 (b) que pour les plus faibles valeurs de ΔK_{eff} , l'effet de la fréquence est quasiment nul. Si l'effet du temps d'exposition se vérifie, on peut encore une fois imaginer que cette tendance s'explique par la saturation de l'effet de vapeur d'eau pour un temps d'exposition de la fissure correspondant à la une fréquence de 10Hz.

Enfin, la Figure III. 20 récapitule l'effet de la fréquence pour les différents environnements étudiés. Pour chaque environnement, un facteur d'abattement des propriétés en propagation du matériau est associé, avec ou sans effets de fermeture.

Il est clair que c'est dans le cas où l'air contient une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})= 43 \text{ Pa}$ à 23° et - 30°C que les facteurs d'abattement de propriété en résistance à la propagation sont les plus élevés. Ce premier constat nous mène à penser qu'une humidité ambiante suffit à être saturante à une fréquence de sollicitation de 10Hz.

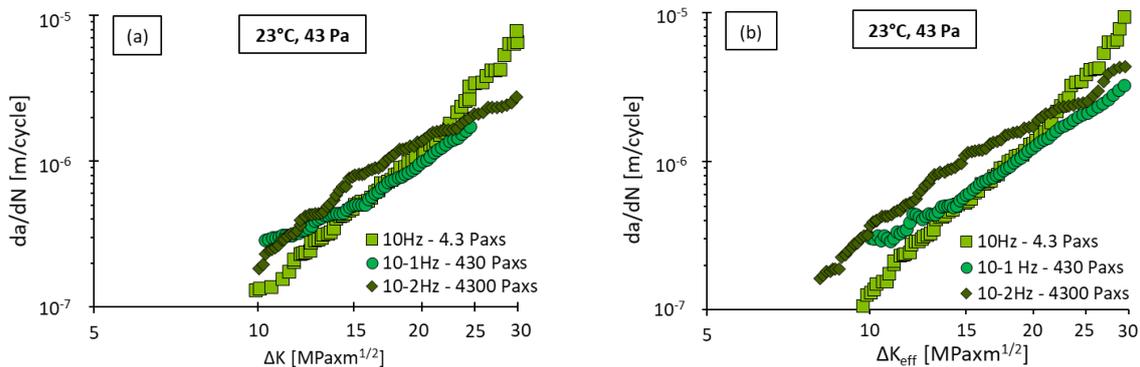


Figure III. 18: Comparaison des courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{\text{H}_2\text{O}}=43 \text{ Pa}$ et à différentes fréquences avec $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

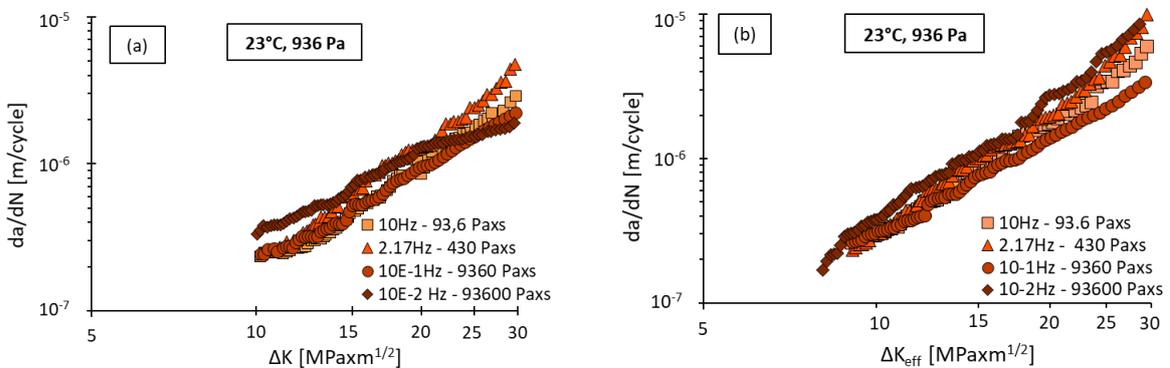


Figure III. 19: Courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{\text{H}_2\text{O}}=936 \text{ Pa}$ et à différentes fréquences avec $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

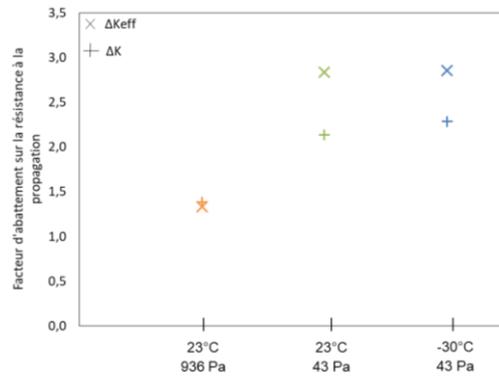


Figure III. 20: Facteur d'augmentation critique des vitesses de propagation entre $f=10$ Hz et $f=10^{-2}$ Hz pour $\Delta K=10$ MPa \sqrt{m} et $\Delta K_{eff}=10$ MPa \sqrt{m} .

III.4 Premières analyses de l'effet combiné de l'environnement par l'ERP

Le paramètre « ingénieur » ERP peut être un moyen d'évaluer l'effet de l'environnement en tenant compte l'effet de P(H₂O) et de la fréquence sans réaliser un nombre fastidieux d'essais.

Maintenant que nous avons un aperçu sur les effets respectifs de chacun des paramètres sur le comportement en propagation du matériau, cette partie s'attache à évaluer l'effet combiné de tous les paramètres environnement en fonction de l'ERP.

III.4.1 Effet de l'environnement par l'ERP sur la DDV

Malgré la difficulté à tirer des conclusions quant à un potentiel effet de l'environnement sur les DDVs des éprouvettes de type T et « taille de guêpe » nues sur la DDV du matériau, nous avons tout de même évalué l'effet de l'environnement en fonction de l'ERP.

La Figure III. 21 illustre la durée de vie en fonction de l'ERP sur les éprouvettes de type T et la Figure III. 22 sur les éprouvettes en taille de guêpe nues.

Dans le cas des éprouvettes type T, on remarque que pour des valeurs d'ERP très proches pour différents environnements, on peut avoir des écarts de durée de vie assez importants (notamment pour le cas des grands ERP). Comme nous l'avons rappelé, les fortes dispersions sont à l'origine de cette tendance.

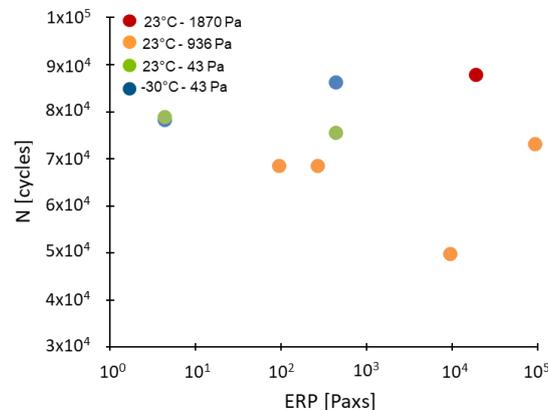


Figure III. 21: DDV en fonction de l'ERP des éprouvettes Type-T à $R=0.1$ et $\sigma_{max}=195$ MPa

De plus, même s'il est difficile de tirer une tendance claire sur les paramètres individuellement analysés, on a toutefois une tendance sous air froid et sous air sec où la DDV est plus importante que sous air humide. Mais en effet, nous avons une durée de vie tout de même importante sous air à forte humidité qui peut être expliquée par un phénomène de saturation de cet effet de l'humidité...

Cependant, malgré l'importante dispersion des DDV des éprouvettes en taille de guêpe, l'évaluation de l'effet de l'environnement par l'ERP (sur les moyennes des DDV pour chaque cas) montre une tendance plutôt claire. En effet, au vu de l'échelle linéaire, on voit qu'il n'y a pas d'effet de l'environnement jusqu'à la valeur de l'ERP de 430 Pa x s puis une légère augmentation de la DDV pour un ERP de 9360 Pa x s. Néanmoins, il faut garder en tête que ces essais présentaient une large dispersion (cf Figure III. 16) qui, si l'on reproduit ces essais, pourraient présenter des tendances différentes.

L'effet de l'environnement, même si on néglige les dispersions, semble plutôt faible pour valider de façon plus au moins certaine la robustesse non discutable. Néanmoins, on peut tout de même constater avec toutes les précautions déjà énoncés, que la robustesse de l'ERP ne semble pas être discriminé.

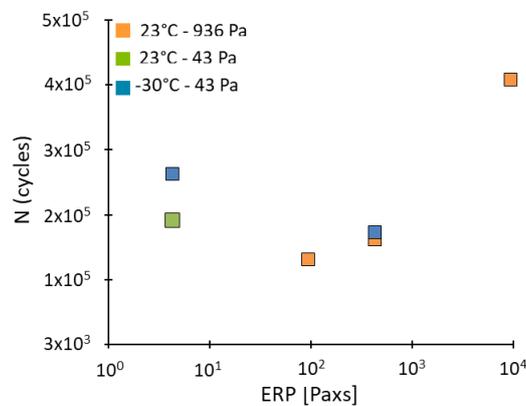


Figure III. 22: DDV en fonction de l'ERP des éprouvettes taille de guêpe à $R=0.1$ et $\sigma_{max}=300$ MPa

III.4.2 Analyse de l'effet de l'environnement sur la propagation de fissures à l'aide du paramètre ERP

IV.4.2

La Figure III. 23 illustre l'effet de l'environnement en fonction de l'ERP. Cette figure nous permet d'évaluer l'effet combiné de l'environnement en fonction de l'ERP.

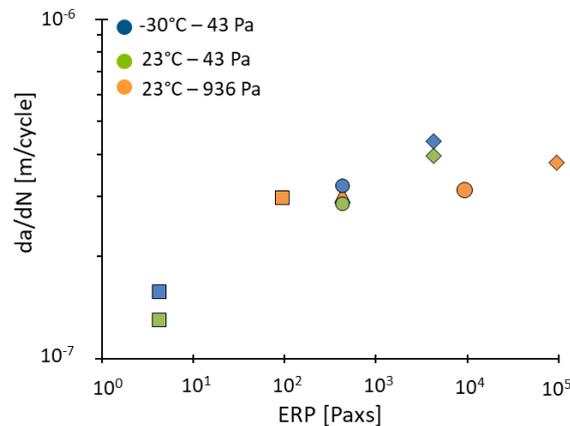


Figure III. 23: Cinétiques de propagation en fonction de l'ERP à $\Delta K_{eff}=10$ MPa \sqrt{m} et $R=0.1$

Même si l'effet semble faible, on constate tout de même un effet de l'environnement qui va de pair avec l'augmentation de la valeur de l'ERP. Effectivement, entre une valeur d'ERP de $4,3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ et de $93600 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, on obtient une augmentation des cinétiques de propagation d'un facteur 4 environ.

Aussi on peut souligner l'apparition d'un plateau à partir d'une valeur $\text{ERP} = 93,6 \text{ Pa} \cdot \text{s}$. Cela illustre de façon claire, l'effet de saturation de l'effet de $\text{P}(\text{H}_2\text{O})$ sur la cinétique de propagation, suggéré et précédemment déjà souligné. Enfin, pour une même valeur d'ERP correspondant à différentes conditions environnementales, on note que les cinétiques de propagation sont presque similaires, ce qui conforte la robustesse du paramètre ERP et donc son utilité sur le plan expérimental.

III.1 Bilan intermédiaire sur les effets phénoménologiques de l'environnement sur le comportement en fatigue

Ce chapitre a permis d'établir un premier constat quant aux effets respectifs de l'humidité, de la fréquence et de la température sur la tenue en fatigue de l'alliage 7075 T7431 et de proposer de premières explications concernant l'effet de chacun des paramètres sur la durée de vie en fatigue et sur la propagation des fissures.

- Même si la reproduction des essais d'endurance n'est pas suffisante et que la dispersion des résultats est trop importante pour en tirer des conclusions sûres, nous pouvons d'ores et déjà établir qu'il n'y a pas d'effet marqué de l'environnement sur la durée de vie totale du matériau tout au moins sur les plages explorées des valeurs des paramètres étudiés. L'effet de l'environnement sur la DDV en amorçage sera traité dans le prochain chapitre (cf Annexe G).

Les réponses à la résistance en fissuration du matériau montrent un effet combiné de l'environnement un peu plus important, mais qui reste somme toute modéré. Nous devons aussi rappeler que la caractérisation en propagation de fissures est faite à partir de valeurs de FIC plutôt élevées (supérieures à $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$), là où l'effet de l'environnement est des plus négligeables.

- Nous avons constaté que la réponse en fissuration du matériau est intrinsèquement très peu sensible à la variation de température entre l'ambiante et -30°C . En effet, nous avons juste relevé un léger effet bénéfique sur la résistance à la propagation de la température de -30°C . Néanmoins, sous air à 43 Pa de vapeur d'eau, aucun effet de la température n'a été remarqué.
- La comparaison des vitesses de propagation mesurées aux différentes fréquences sous air à 43 Pa et 936 Pa de pression de vapeur d'eau, nous indique que l'effet de l'humidité sous air est assez faible dans ces conditions et inexistant pour les fréquences de 10^{-1}Hz et 10^{-2}Hz . Ces résultats suggèrent une possible saturation des effets induits par ces teneurs en vapeur d'eau.
- Le paramètre de l'étude prédominant sur la propagation assistée par l'environnement semble être la fréquence de sollicitation. Evidemment, ce paramètre ne peut être dissocié du rôle de la pression de vapeur d'eau sur la propagation de fissure.

Cette étude étant limitée à une fréquence minimum de 10^{-2}Hz , il s'agira dans le chapitre 5, d'évaluer la robustesse de l'ERP pour des valeurs de fréquence bien plus faible (10^{-4}Hz). Il s'agira alors de vérifier si, pour une fréquence très basse et des temps d'exposition très longs, les effets de propagation assistée par l'environnement sont plus marqués, en relation avec une accentuation des mécanismes déjà à l'œuvre ou avec une activation de mécanismes supplémentaires.

Chapitre IV : Analyses et discussion des effets de l'environnement sur le comportement en fatigue

Introduction

L'objectif de ce chapitre est de mettre en lumière, au travers d'analyses des résultats expérimentaux obtenus sous divers environnements, en termes d'influence des conditions d'exposition sur les modes d'amorçage et de propagation ainsi que sur les mécanismes physiques mis en jeux.

Pour ce faire, des analyses fractographiques de faciès de rupture sont conduites à différentes échelles pour établir un atlas des endommagements caractéristiques liés à chacun de ces environnements en amorçage et en propagation.

En complément de cette analyse des faciès de rupture, quelques analyses des effets de l'humidité sur la structure des dislocations générées au voisinage des pointes de fissures ont été menées. Enfin, le dosage d'hydrogène piégé a été mené pour évaluer une possible implication d'un mécanisme type FPH en présence de vapeur d'eau.

Ces analyses constituent un prérequis nécessaire à la compréhension des phénomènes et mécanismes physiques caractéristiques de la fatigue assistée par l'environnement objet de l'étude. Ainsi, un bilan intermédiaire reprenant les résultats majeurs de ces analyses permettra, in fine, de proposer des mécanismes contrôlant le comportement du matériau sollicité sous différents environnements à des fréquences de 10Hz à 10^{-2} Hz.

IV.1 Analyses des effets de l'environnement sur l'amorçage

Même si, aux effets de la dispersion près, aucun effet notable de l'environnement sur la DDV (durée de vie) n'a été noté, nous nous sommes tout de même attachés à identifier un possible effet de l'environnement sur la nature des sites d'amorçage et leurs morphologies.

IV.1.1 Effets de l'environnement sur le matériau nu

Les sites d'amorçage de fissures macroscopiques sont localisés par observation en microscopie optique des faciès de rupture. A ce niveau d'observation, et comme le montre la Figure IV. 1, on peut déjà distinguer les trois stades classiques de fissuration par fatigue : l'amorçage (indiqué par la flèche), la propagation (jusqu'à la ligne en pointillés) et la rupture finale. Il arrive cependant que certains faciès présentent du multi-amorçage. Uniquement 2 éprouvettes « taille de guêpe » sur 10 examinées présentent un multi-amorçage (pour $f=10\text{Hz}$, $T=23^\circ\text{C}$ et $P(\text{H}_2\text{O})=43$ et 936 Pa). On recense en outre beaucoup moins de multi-amorçage sur les éprouvettes nues que sur les éprouvettes anodisées. Concernant les éprouvettes type T, 6 éprouvettes sur 28 révèlent deux sites d'amorçage de part et d'autre du trou.

La Figure IV. 2 (a) et la Figure IV. 2 (b) illustrent schématiquement les sites d'amorçage relevés sur les faciès de rupture des éprouvettes de type TdG (Taille de Guêpe) et de type T, respectivement.

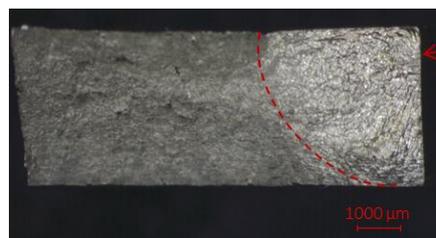


Figure IV. 1: Image optique d'un faciès de rupture d'une éprouvette type TdG sur laquelle la flèche indique le site d'amorçage et la courbe pointillée rouge indique la fin de la zone de propagation avec le début de la zone de rupture

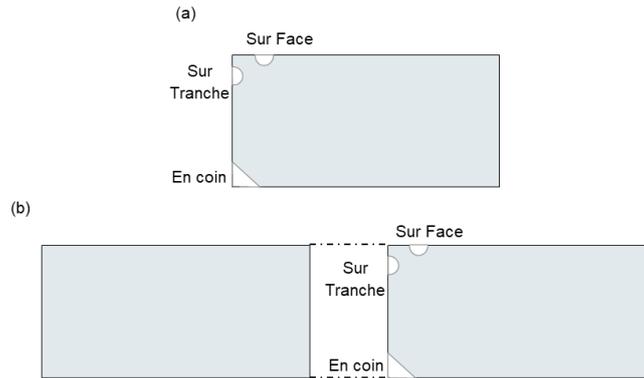


Figure IV. 2: Présentation schématique des sites d'amorçage observés sur (a) des éprouvettes type TdG et (b) des éprouvettes Type T

Le Tableau IV. 1 et le Tableau IV. 2 recensent, pour chaque essai d'endurance sur éprouvettes nues, le site d'amorçage de fissure menant à la rupture.

	23°C 936 Pa	23°C 43 Pa	-30°C 43 Pa
10 Hz	Tranche Face	Tranche Tranche Tranche	Coin Coin Tranche
10 ⁻¹ Hz	Tranche	Face	Tranche

Tableau IV. 1: Récapitulatif des sites d'amorçage menant à rupture des éprouvettes type TdG sollicitées à $R=0,1$ et $\sigma_{max}= 300 \text{ MPa}$

	23°C 1870 Pa	23°C 936 Pa	23°C 43 Pa	-30°C 43 Pa
10 Hz	X	Coin	Coin Coin Coin	Tranche Coin Tranche
3.5 Hz	X	Coin Coin	X	X
10 ⁻¹ Hz	Coin	Coin Tranche Coin	Tranche Coin Coin	Coin Coin Coin Tranche
10 ⁻² Hz	X	Coin	X	X

Tableau IV. 2: Récapitulatif des sites d'amorçage menant à rupture des éprouvettes Type T sollicitées à $R=0,1$ et $\sigma_{max}= 195 \text{ MPa}$

L'examen attentif de ces tableaux ne permet pas de dégager clairement un quelconque effet des conditions d'exposition sur la localisation du point d'amorçage. En effet, aucune relation claire ne peut être établie entre l'exposition à l'environnement et le site d'amorçage, dans les plages de fréquence et d'environnement explorées. Peut-être que ces résultats mériteraient d'être consolidés par des observations complémentaires et/ou par l'augmentation du nombre d'essais par condition de sollicitation ou par l'élargissement des conditions de fréquence et d'environnement explorées. On peut tout de même noter que, dans le cas des éprouvettes type TdG (Tableau IV.1), l'amorçage a tendance à partir du concentrateur de contrainte sous air froid, contrairement à ce qui est observé pour une sollicitation à 23°C même si cela est discutable à la vue du nombre d'éprouvette testées pour chacune des conditions. Enfin, nous ne constatons pas de liens clairement établis entre la localisation du site d'amorçage et la DDV.

On retiendra donc que, sur la base des essais réalisés, aucune corrélation ne peut être établie entre l'environnement, la zone d'amorçage et les DDV associées. En particulier, l'absence d'influence

de l'environnement sur le site d'amorçage semble appuyer le constat initial selon lequel un air « sec » avec une pression d'hydrogène $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$ n'induit pas d'effet bénéfique notable sur la DDV.

Néanmoins, des analyses de faciès de rupture au MEB indiquent que l'amorçage observé sur la tranche ou la face de l'éprouvette se fait sur des amas de particules (Figure IV. 3 et Figure IV. 4). Ceci est en accord avec les travaux de Gupta et al. [21] dans le cas d'un alliage 7050-T7451. Des analyses complémentaires en EDS (Figure IV. 5) confirment l'implication de telles particules dans l'amorçage et révèlent que la majorité des sites d'amorçage se situent sur des particules contenant du cuivre, du silicium ainsi que du fer. Notons qu'aucun amorçage intergranulaire n'a été détecté.

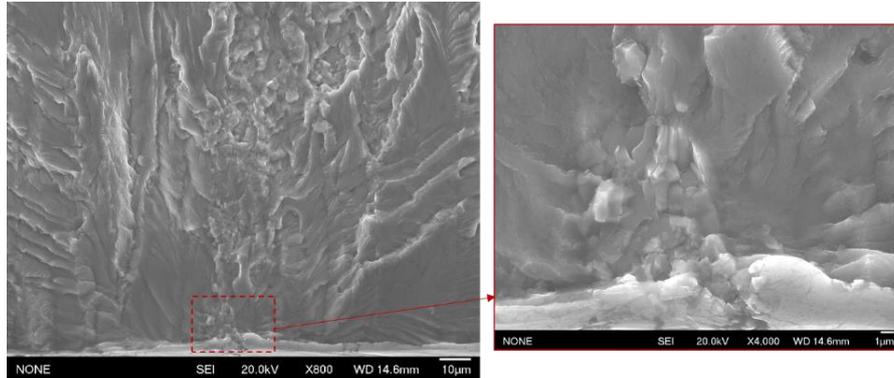


Figure IV. 3: Fractographies MEB d'une éprouvette type TdG sollicitée sous air froid ($T=-30^\circ\text{C}$ et $P(\text{H}_2\text{O})=43\text{Pa}$) avec $f=10\text{Hz}$ et à $\sigma_{\text{max}}=300 \text{ MPa}$ conduisant à un amorçage sur amas de particules

L'analyse des faciès de rupture renseigne également sur l'effet de l'environnement sur la morphologie de la surface de rupture autour des sites d'amorçage. Un premier constat important à souligner est qu'aucune facette, indicative de l'activation d'un mode de propagation cristallographique de type stade I, n'a été détectée.

Par ailleurs, certaines caractéristiques de la surface de rupture dépendent de la température et de l'humidité. Ainsi, comme le montre la Figure IV. 6, nous avons constaté la présence de zones planes de faible étendue autour de la zone d'amorçage pour une sollicitation sous air ambiant et humide, alors que l'on retrouve plutôt des zones planes mais plus étendues sous environnement froid et sec et que nous appellerons facettes pour le reste de l'étude (à ne pas confondre avec les facettes caractéristiques du pseudo-stade I). La présence de ces facettes jusqu'à la zone associée à la rupture de la pièce témoigne d'un mode d'amorçage et de propagation relativement fragile.

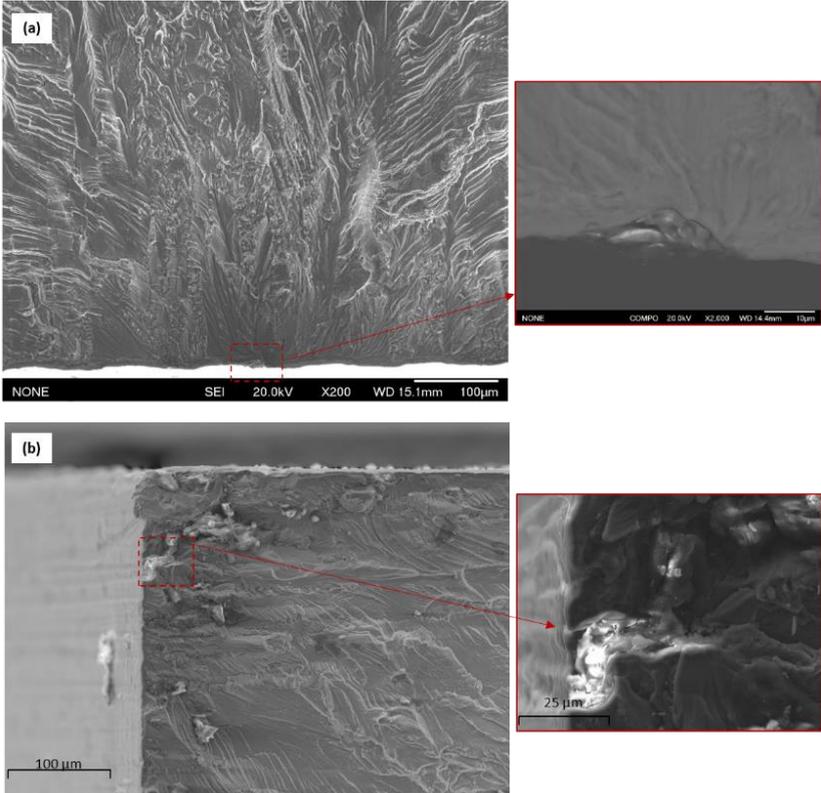
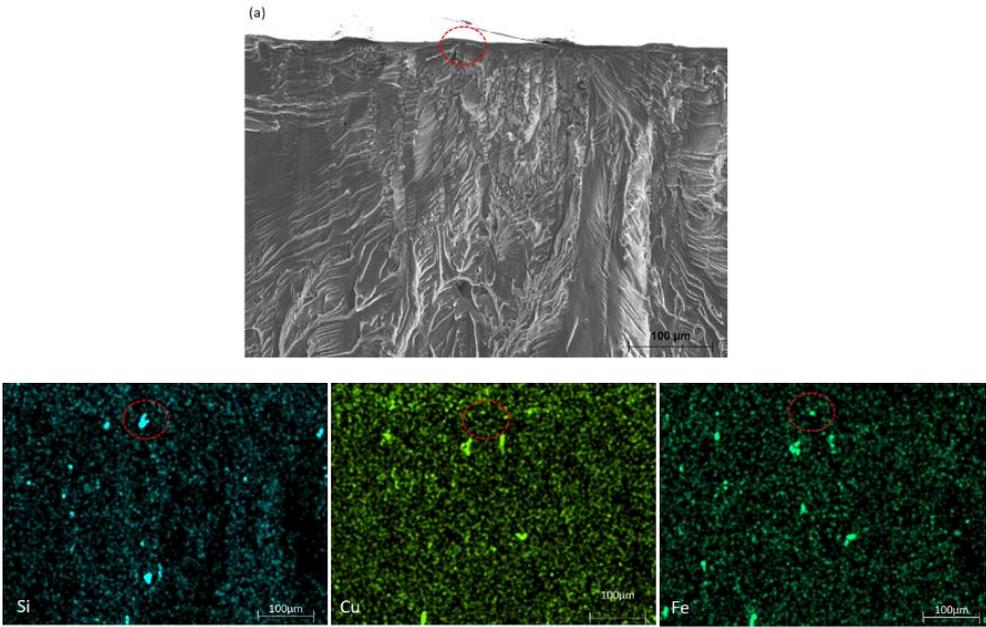


Figure IV. 4: Fractographies MEB (a) d'une éprouvette type T sollicitée à 10Hz à -30°C sous $P(H_2O)=43 Pa$ conduisant à un amorçage sur la tranche de l'éprouvette, (b) d'une éprouvette type TdG sollicitée à 10Hz à 23°C et $P(H_2O)=936Pa$. Les images en BSE montre la morphologie de l'amas de particules



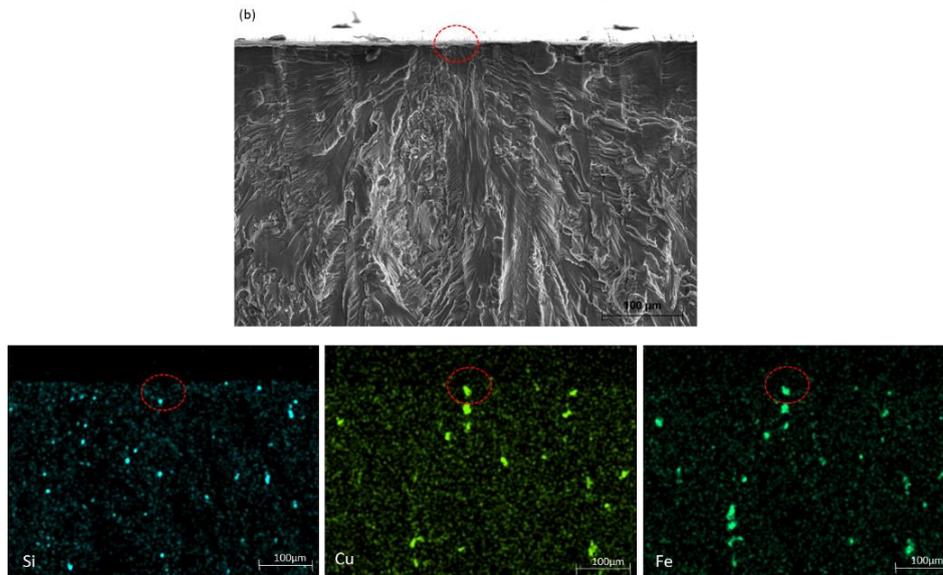


Figure IV. 5: Fractographies MEB et analyses EDX montrant la nature chimique des particules sur le site d'initiation (a) sur une éprouvette Type T (b) sur une éprouvette type TdG

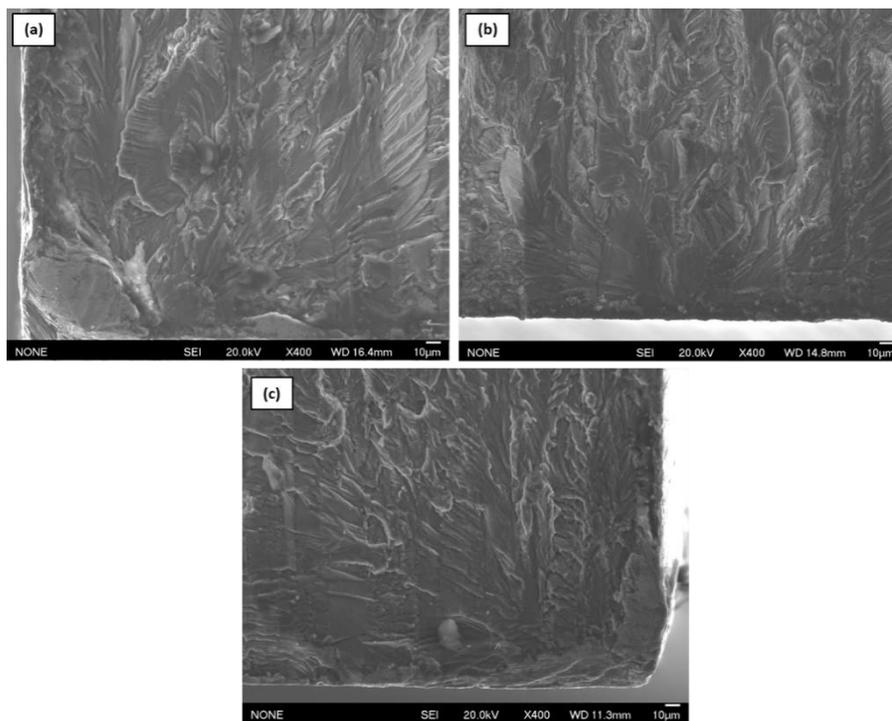


Figure IV. 6: Fractographies MEB des éprouvettes type TdG nues testées (a) sous air froid et $f=10\text{Hz}$, (b) sous air sec et $f=10\text{Hz}$, (c) sous air ambiant et $f=10-1\text{Hz}$.

Gupta et al. [21] ont montré sur un alliage 7075-T651 et T7451, sous air ambiant et sous azote à -50°C , que l'effet de l'environnement sur la distribution et l'apparence des zones planes, similaires à celles observées ici et appelées facettes, est en fait induit par la morphologie des amas de particules responsables de l'amorçage. Par ailleurs, sous azote à -50°C , aucun mode cristallographique de type pseudo stade I n'a été détecté sur les deux alliages. Ceci n'est pas en accord avec les travaux de Burns et al. [103] sur le même alliage 7075-T651. L'absence de facettes cristallographiques de type pseudo-stade I est souvent attribuée à la nature du traitement thermique, notamment pour les états

sur-revenus, et à la taille de grains des alliages d'aluminium [21], [44]. En effet, les travaux de Gupta et al. [21] ainsi que ceux de Petit et al. [44] ont montré que les alliages sur-revenus ne présentent pas de mode cristallographique en stade I ou pseudo-stade I, probablement responsable de la baisse de sensibilité à l'environnement.

On retiendra donc que quels que soient la géométrie de l'éprouvette et l'environnement de l'essai, les points d'amorçage des fissures responsables de la rupture se situent sur des particules. La diminution de l'humidité sous air a tendance à favoriser la présence de faciès de rupture fragile autour du site d'amorçage.

IV.1.2 Le cas particulier du matériau anodisé

Pour rappel, les éprouvettes anodisées présentent une faible dispersion sur les DDVs, ainsi qu'un facteur d'abattement de durée de vie de 3 par rapport aux éprouvettes nues. Ce comportement semble être la conséquence de la rugosité des surfaces. En effet, les échantillons anodisés présentent systématiquement du multi-amorçage facilement observable sur le faciès de rupture. La Figure IV. 7 présente certains de ces sites pour différentes conditions. On retrouve la fissure principale menant à la rupture qui est généralement celle qui a une zone de propagation la plus importante et des fissures secondaires facilement identifiables, illustrées aussi en Figure IV. 8.

Des observations au MEB indiquent que l'amorçage des fissures secondaires et principales sont la conséquence de présence de piqûres de corrosion. La Figure IV. 9 montre bien que la localisation de ces piqûres concorde avec les sites d'amorçage. La profondeur moyenne des piqûres observées varie de 10 μm à 35 μm .

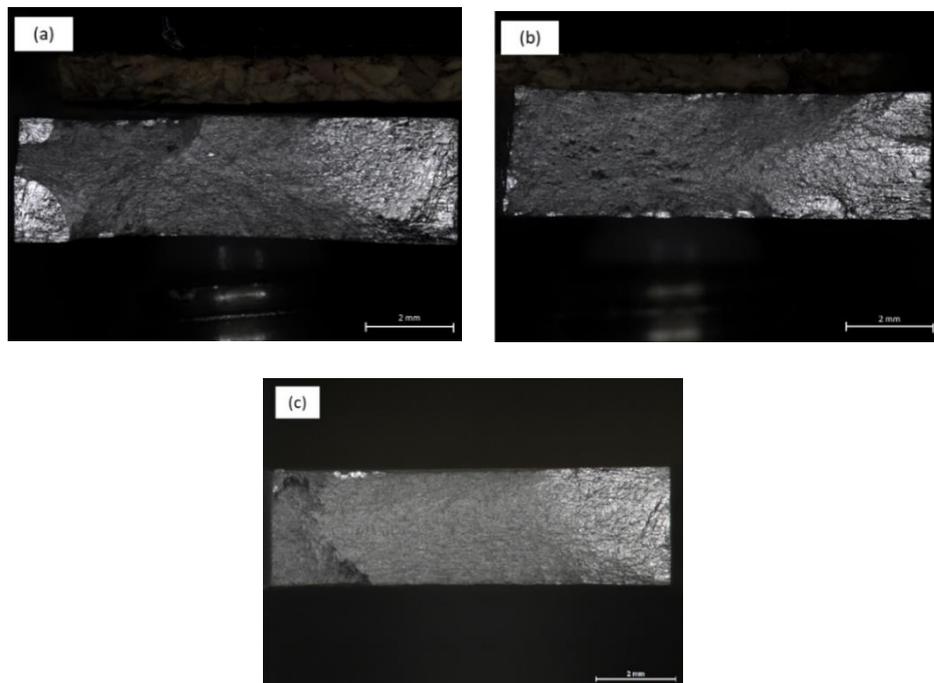


Figure IV. 7: Images de microscopie optique des faciès de rupture des éprouvettes anodisées dans les conditions environnementales spécifiques (a) air ambiant à 10Hz (b) air sec à 10Hz (c) air froid à 10Hz.

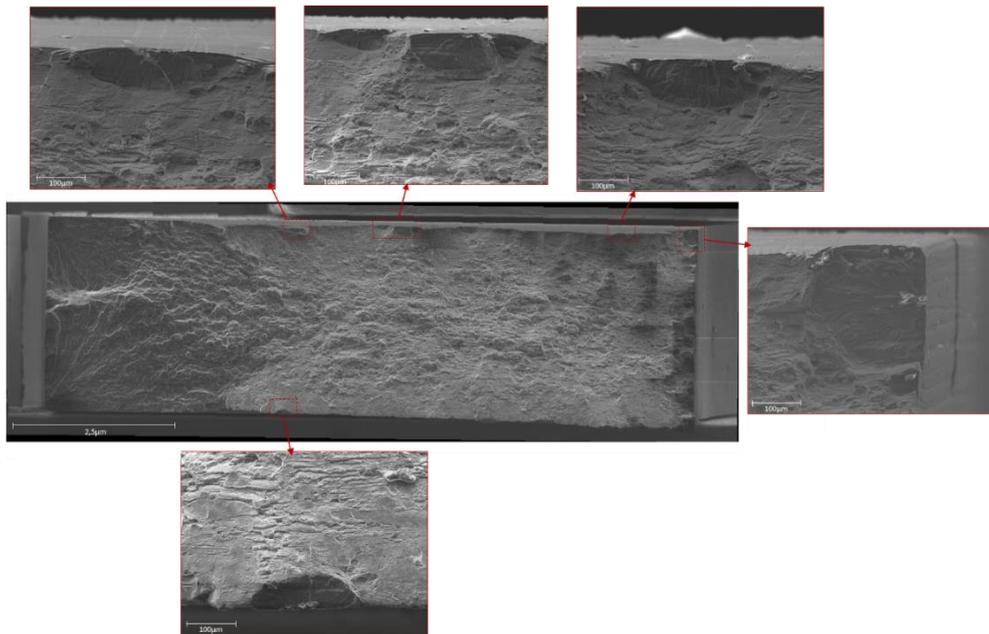


Figure IV. 8: Reconstruction d'images MEB d'une surface de rupture d'une éprouvette type TdG anodisée avec plusieurs amorçages secondaires.

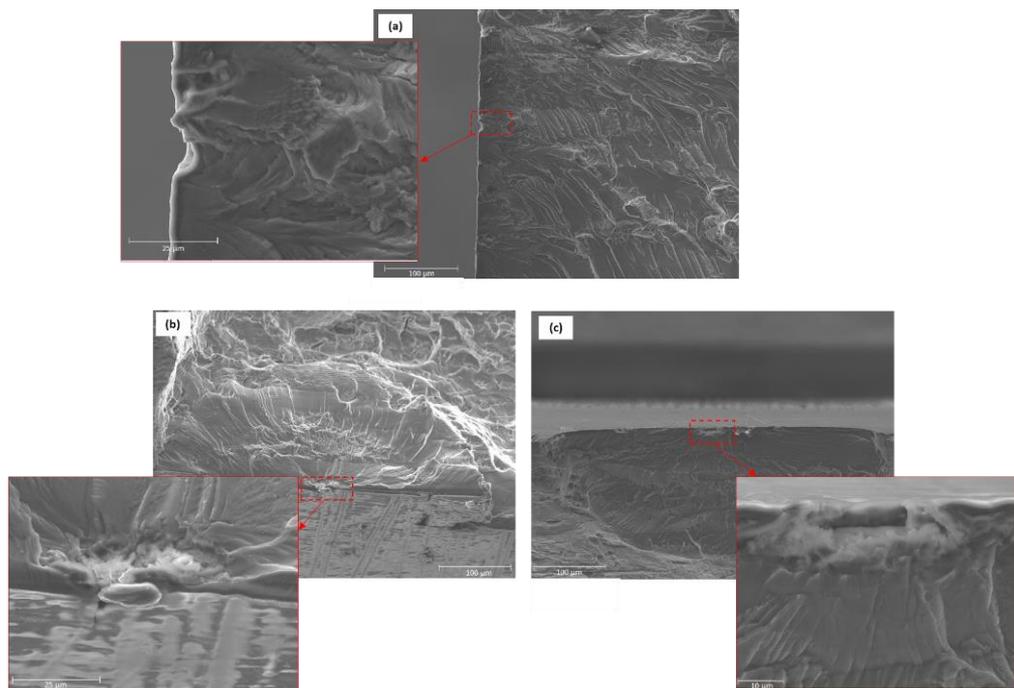


Figure IV. 9: Fractographies MEB de fissures secondaires amorcées sur des piqûres de corrosion.

Pour rappel (voir chapitre II section 2.1), les éprouvettes anodisées subissent une étape de décapage avant l'application du revêtement TSA. Ce décapage est utilisé dans le but d'éliminer les oxydes naturels et autres composants de la surface via une solution chimique adéquate. De nombreuses études ont mis en lumière le rôle du décapage dans l'apparition de piqûres de corrosion [33], [34], [151]. En particulier, les travaux de Shahzad et al. [33], [34] sur des alliages 7010 et 7050 ont montré que la phase de décapage est responsable de la formation de piqûres de corrosion via un processus

de dissolution des particules intermétalliques Al₂-Cu-Mg et Al-Mg-Si [152] ou de la matrice d'aluminium autour de ces intermétalliques. Ces piqûres constituent des concentrateurs de contraintes locaux et sont donc responsables de l'amorçage de microfissures qui ensuite coalescent jusqu'à former une fissure principale responsable de la rupture de la pièce. Par ailleurs, ces concentrateurs de contraintes peuvent être probablement responsables de la faible dispersion des DDV.

Même en présence d'un éventuel effet de l'environnement sur la DDV non mis en évidence dans les conditions examinées ici, il est fort probable que la présence de piqûres de corrosion prédomine sur les effets de l'environnement. En effet, les piqûres de corrosion agissent comme des concentrateurs de contraintes qui facilitent l'amorçage et piloteraient de ce fait la DDV, faisant ainsi passer le rôle de l'environnement au second plan. De plus, nous venons de voir que l'effet de l'environnement modifie uniquement la morphologie des faciès de rupture autour du site d'amorçage, ce qui paraît à ce stade, probablement ne pas être à l'origine de mécanismes sévères pour impacter la DDV.

Si le matériau est réellement sensible à l'environnement, il est fort probable que les conditions environnementales testées jusqu'ici ne seraient pas suffisamment sévères pour influencer la tenue en fatigue du matériau. Cela demanderait d'élargir la plage d'exploration de chaque paramètre pour couvrir afin de pousser la présente étude de consolider ses résultats et conclusions. Si l'on se réfère aux tendances des cinétiques de propagation observées en fonction de l'ERP piloté par la pression P (H₂O) en suivant les travaux de Ruiz et al. [135] ou encore Burns et al. [103], on peut imaginer que les conditions examinées ici correspondent à l'un des deux plateaux mis en évidence dans ces études.

Le dernier chapitre de cette étude s'attache à vérifier si ce plateau correspond à l'absence d'un effet conséquent de l'environnement ou à l'inverse à des conditions où l'effet de l'environnement est saturant même pour de faibles taux d'exposition.

IV.2 Analyse des effets de l'environnement sur la propagation des fissures

IV.2.1 Effets de l'environnement sur la rugosité des faciès de rupture et conséquences

Ce paragraphe a pour objectif de tenter de corréler les évolutions des courbes de propagation, l'intensité des effets de fermeture de fissure et la rugosité des surfaces de rupture. Cette analyse comparée a pour objectif d'évaluer :

- L'implication de l'environnement dans les phénomènes de fermeture ;
- L'influence de l'environnement sur la rugosité des surfaces de rupture ;
- Les relations qui pourraient se dégager entre la rugosité des surfaces de rupture et l'intensité des effets de fermeture des fissures ;

Il sera dès lors possible d'estimer la balance entre les effets d'écrantage induits par la fermeture des fissures et les effets spécifiques de l'environnement sur l'endommagement en pointes de fissures.

Pour améliorer la confiance dans l'analyse, nous avons décidé d'évaluer la rugosité au travers de deux paramètres, à savoir R_a et Sd_r. Pour rappel (voir Chapitre II, Section 2.3.A) R_a correspond à la moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne et Sd_r correspond au ratio de la surface développée à la surface géométrique.

➤ **Effets de la température sur la fermeture des fissures et sur la rugosité des surfaces de rupture sous vide**

Dans le chapitre III en Section 1.3, nous avons constaté, en évaluant l'effet de la température sous vide, que le comportement intrinsèque en fissuration dépend légèrement de la température avec une meilleure résistance à -30°C (Figure IV. 10). La Figure IV. 11 illustre, pour chaque niveau de ΔK de 10, 12, 15 et 20 $\text{MPa} \times \sqrt{\text{m}}$, la mesure de la charge à l'ouverture P_{ouv} en fonction de la mesure de rugosité sur les éprouvettes sollicitées à une fréquence de 10Hz sous vide à 23°C et à -30°C . Au travers des deux paramètres de rugosité considérés, on s'aperçoit que :

- La rugosité augmente en fonction de ΔK sous vide aux deux températures ;
- **La basse température ne semble pas induire une rugosité plus importante** hormis pour les fortes valeurs de ΔK . Au contraire, la rugosité est souvent plus importante sous air à 23°C qu'à -30°C .
- L'effet **de la température sur la fermeture est faible (très légèrement plus marqué à basse température)** (Figure IV. 12).

Au vu des tendances de la rugosité en Figure IV. 11 on constate que la rugosité n'est pas favorisée par les basses températures, **il ne semble pas y avoir de liens entre la rugosité des surfaces et la fermeture des fissures.**

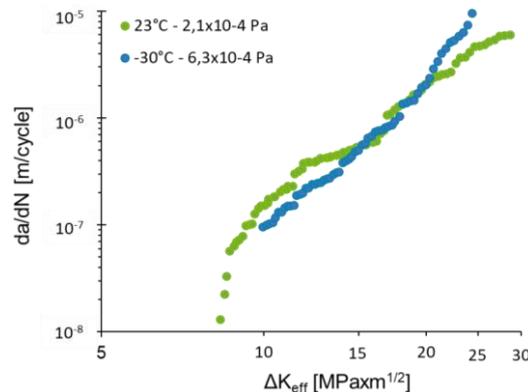


Figure IV. 10: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C , sous vide à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

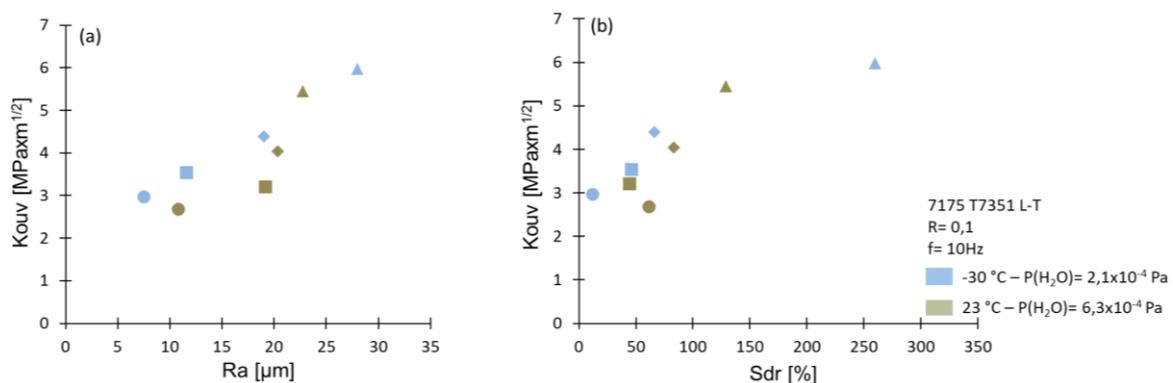


Figure IV. 11: Variation du facteur d'intensité des contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction (a) de R_a (b) de SDr sous vide à 23°C et -30°C à une fréquence de sollicitation de 10Hz. Les points en forme de cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$

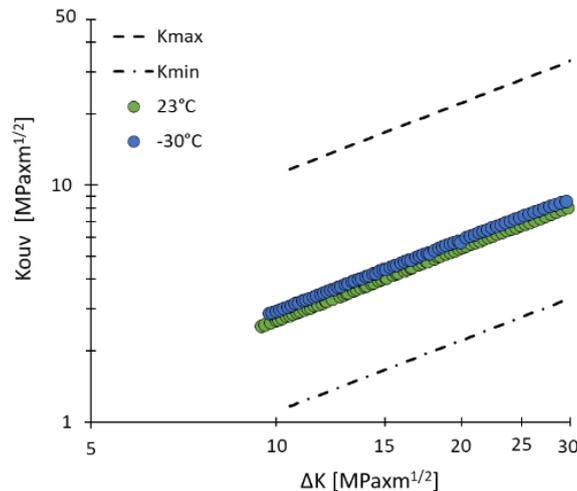


Figure IV. 12: Variation du facteur d'intensité des contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK sous vide à 23°C et -30°C à 10Hz

➤ **Effets de la température sur la fermeture des fissures et sur la rugosité des facies de rupture sous air sec**

La Figure IV. 13 présente la variation du facteur d'intensité des contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK pour les deux environnements (air avec $P(H_2O) = 43$ Pa à 23°C et à -30°C) et aux différentes fréquences (10Hz, 10^{-1} Hz et 10^{-2} Hz). Des comparaisons de l'évolution respective des effets de fermeture et la rugosité pour chacune des fréquences d'essai sont présentées en Figure IV. 14 et Figure IV. 15. De ces figures on constate que :

- L'intensité des effets de **fermeture est plus importante sous air froid que sous air sec** à température ambiante, hormis pour une fréquence de 10^{-2} Hz. En effet, par rapport à la sollicitation sous vide, **l'effet de la température sur la fermeture semble être plus importante sous air sec que sous vide.**
- La température ne semble pas influencer la rugosité lorsqu'elle est décrite par le paramètre R_a . Néanmoins, via la considération du paramètre S_{dr} , on voit clairement qu'à une fréquence de 10^{-2} Hz, les surfaces de rupture sont plus rugueuses pour une sollicitation sous air froid que sous air ambiant.

Néanmoins, il faut garder à l'esprit qu'uniquement une éprouvette par condition a été analysée et que ces observations ne doivent pas être sur-interprétées.

La comparaison des confrontations entre fermeture et rugosité suggère que **la rugosité**, telle qu'elle est évaluée ici, **ne semble pas être exacerbée aux basses températures** (hormis peut-être à basse fréquence) et ne peut donc pas, à elle seule, rendre compte des effets de fermeture plus prononcés à froid qu'à température ambiante.

Pour mémoire, sur la Figure IV. 16, on ne note quasiment pas d'effet de la température sous air sec, sauf peut-être sur les vitesses à froid qui sont un peu plus élevées pour les plus faibles valeurs de ΔK (notamment pour 10^{-2} Hz à $\Delta K = 10 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$ (Figure IV. 16 (c)). La confrontation de ces tendances avec celles présentées en Figure IV. 14 et en Figure IV. 15 indique une absence de lien fort entre l'évolution de la rugosité et la résistance à la fissuration.

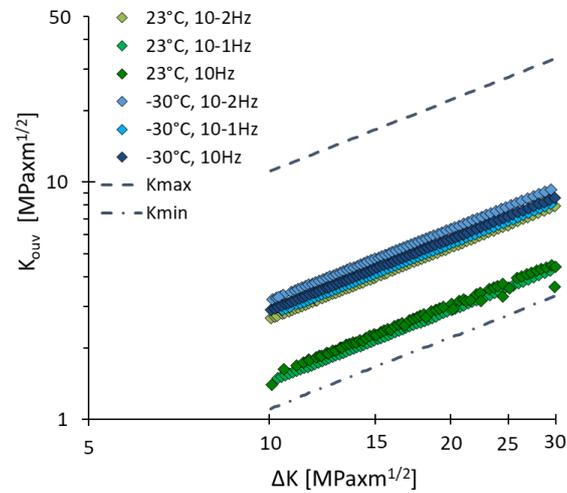


Figure IV. 13: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK sous air sec (23°C et $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$) et sous air froid (-30°C et $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$) aux fréquences de 10Hz , 10.1Hz et 10.2Hz

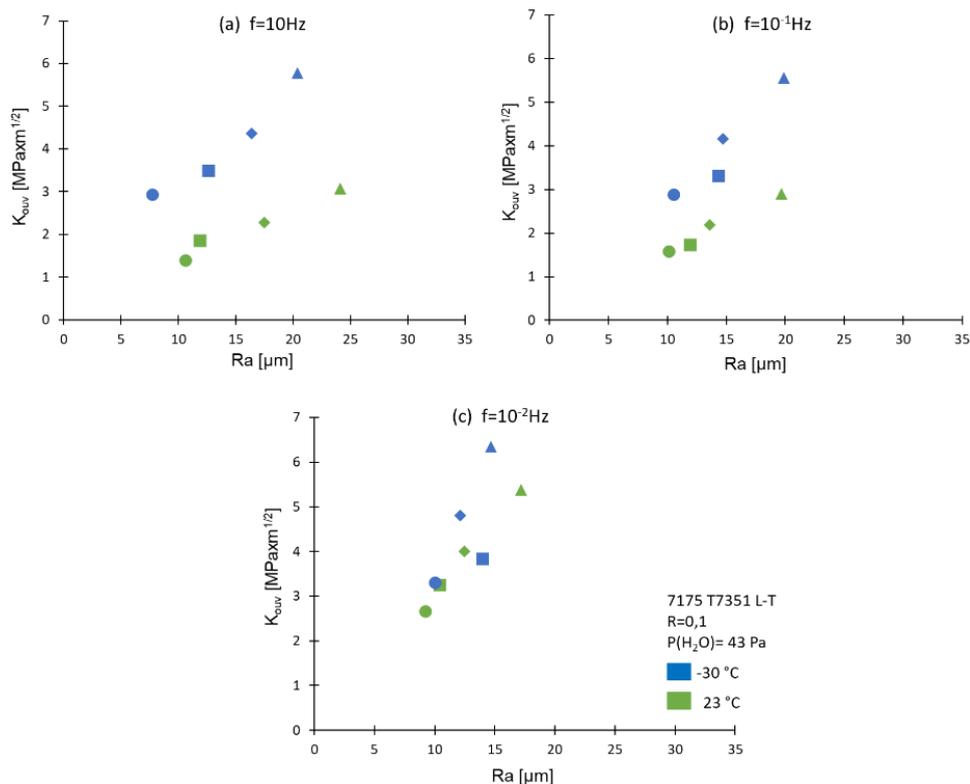


Figure IV. 14: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Ra pour des fréquences de sollicitation de (a) 10Hz (b) 10^{-1}Hz et (c) 10^{-2}Hz sous air sec à 23°C et -30°C . Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K = 10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$

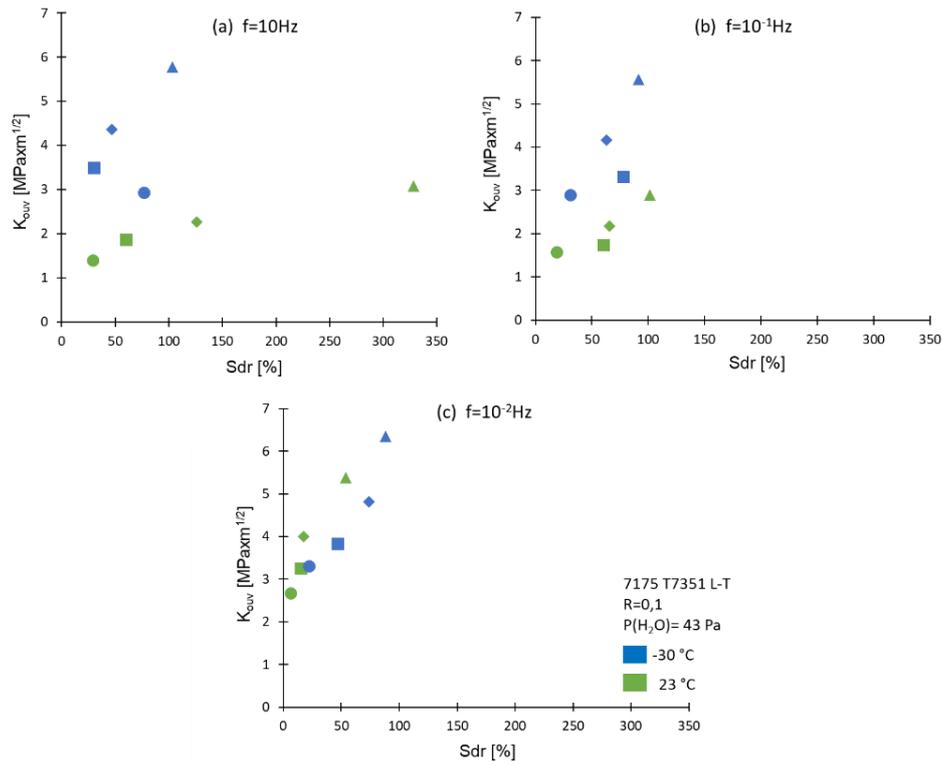


Figure IV. 15: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Sdr pour des fréquences de sollicitation de (a) 10Hz (b) 10^{-1} Hz et (c) 10^{-2} Hz pour les essais réalisés sous air sec à 23°C et -30°C. Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$

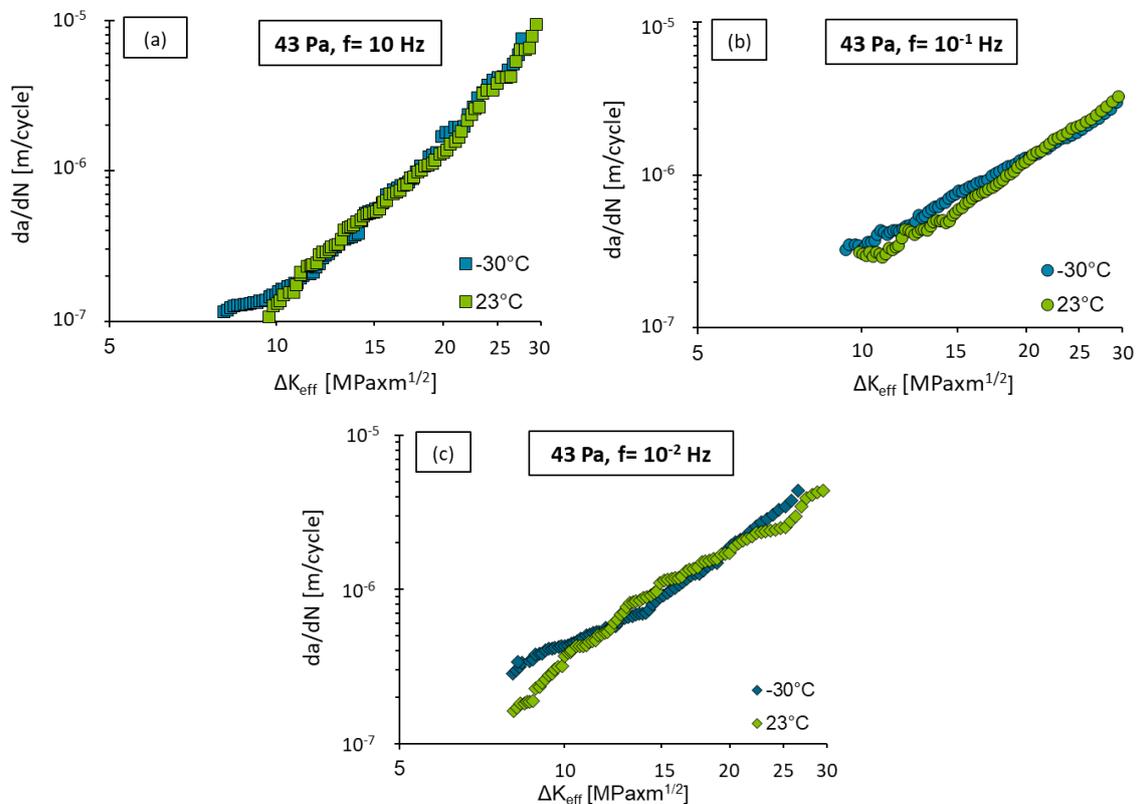


Figure IV. 16: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec $P(H_2O)=43 \text{ Pa}$ à (a) $f=10 \text{ Hz}$ (b) $f=10^{-1} \text{ Hz}$ et (c) $f=10^{-2} \text{ Hz}$ à $R=0,1$

➤ **Effets de la fréquence sur la fermeture des fissures et sur la rugosité des surfaces de rupture sous air sec**

En examinant la Figure IV. 17 et en gardant à l'esprit les résultats présentés en Figure IV. 14 et en Figure IV. 15, on constate que :

- A égale température d'essai, **une diminution de la fréquence s'accompagne toujours d'une augmentation des effets de fermeture**. On remarque tout de même que l'effet de la fréquence sur la fermeture est plus important à 23°C que sous air froid.
- **Plus la fréquence est basse, plus faible est la rugosité des surfaces de rupture**.

La confrontation de ces deux tendances suggère à nouveau que **la fermeture ne semble pas directement impactée par la rugosité des surfaces de rupture**.

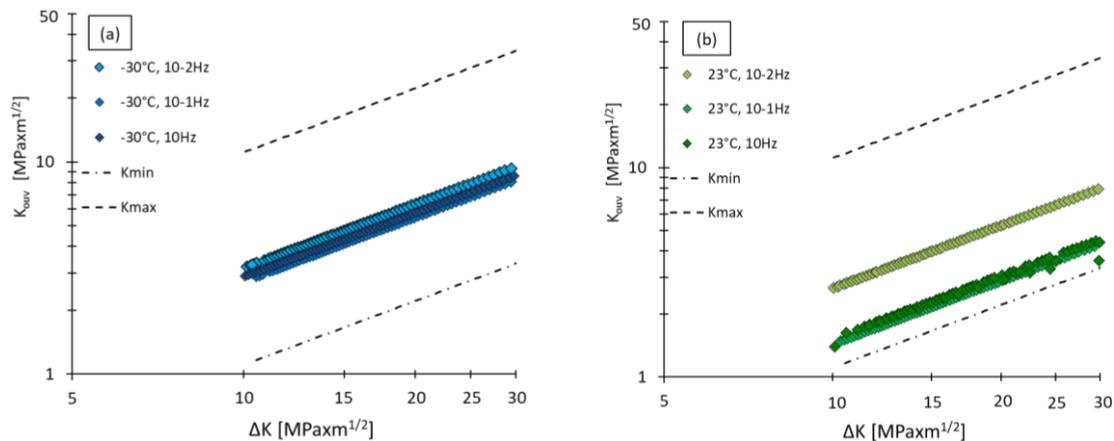


Figure IV. 17: Variation du facteur d'intensité de contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK pour les essais réalisés aux fréquences de 10 Hz, 10⁻¹ Hz et 10⁻² Hz, (a) sous air froid (-30°C, $P(H_2O) = 43$ Pa) (b) sous air sec (23°C et $P(H_2O) = 43$ Pa)

Toujours est-il que l'effet de la fréquence sur les vitesses de propagation (en Figure IV. 18), qui suggèrent une diminution de la résistance à la propagation lorsque la fréquence diminue, peut être associé à la diminution de la rugosité constatée en Figure IV. 14 et en Figure IV. 15. En effet, les cinétiques de propagation en Figure IV. 18 étant exprimées en fonction de ΔK_{eff} , les différences observées résultent des effets « intrinsèques » ou liés à l'environnement.

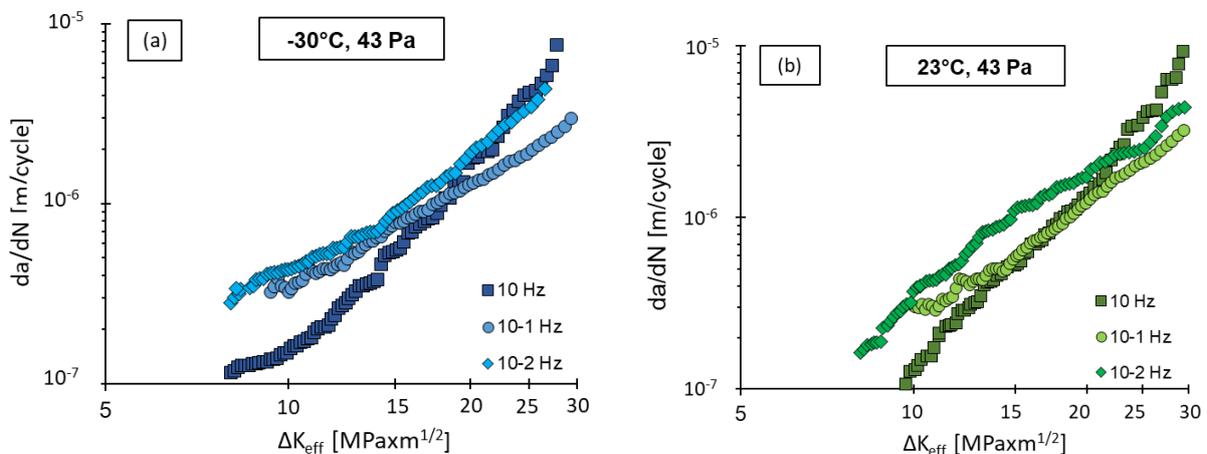


Figure IV. 18: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec $P(H_2O) = 43$ Pa à (a) $f=10$ Hz (b) $f=10^{-1}$ Hz et (c) $f=10^{-2}$ Hz à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T

➤ **Effets de l'humidité à 23°C et -30°C sur la fermeture de fissures et sur la rugosité des surfaces de rupture**

Concernant l'effet de l'humidité, les mesures de fermeture présentées en Figure IV. 19 indiquent que **le niveau d'humidité dans l'air n'a pas d'effets sur la fermeture de fissures à -30°C** alors qu'à 23°C la fermeture est plus importante sous vide qu'en présence de vapeur d'eau.

Ces résultats à température ambiante sont visiblement en contradiction avec ceux de Carter et al. [89] concernant la fermeture de fissures d'un alliage 7475 sous-revenu et sur-revenu recristallisé et avec diverses tailles de grains en fonction de l'environnement. Ils montrent que l'intensité des effets de fermeture de fissure est sensiblement similaire pour une même sollicitation sous vide et sous air ambiant. Selon ces auteurs, la fermeture des fissures sous vide serait induite par une rugosité exacerbée par la formation d'aspérités sur la surface à la suite de formation de facettes (pseudo-stade I) et nombreuses déviations de la trajectoire de la fissure observées plutôt pour un état sous-revenu. En effet, pour le matériau sous-revenu sous vide, la rugosité est bien plus importante que dans le cas de l'alliage sur-revenu.

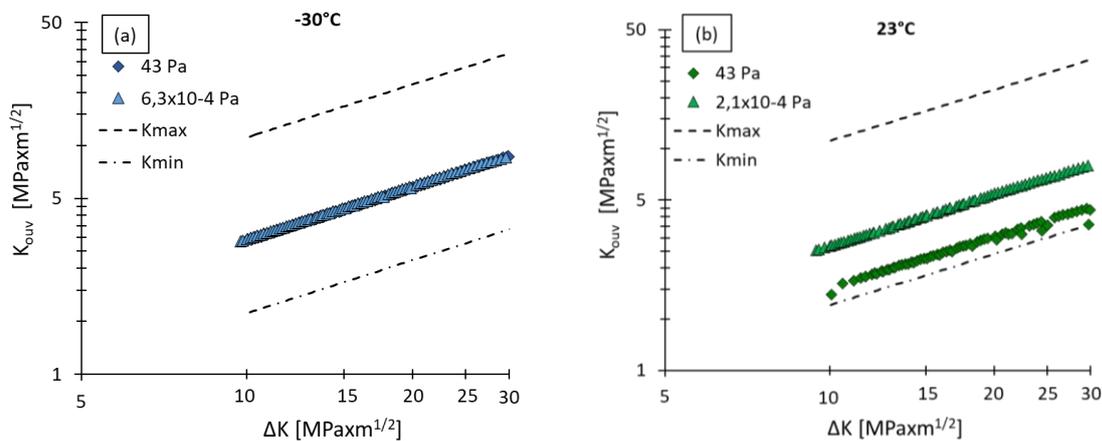


Figure IV. 19: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK à 10Hz sous vide et avec $P(H_2O) = 43 Pa$, (a) à -30°C (b) à 23°C

Sur la base des mesures présentées en **Figure IV. 20** et **Figure IV. 21** qui illustrent respectivement les mesures de fermeture en fonction de R_a et de S_{dr} , on note que :

- A 23°C, la rugosité décrite par le paramètre R_a (Figure IV. 20 (a)) montre trop de variation pour tirer quelconques tendances de l'effet de l'humidité sur la rugosité. L'évaluation de la rugosité par le paramètre S_{dr} (Figure IV. 21 (a)) semble tout de même indiquer que la rugosité est plus importante avec une pression partielle $P(H_2O) = 43 Pa$ que sous vide. On retiendra que les tendances ne sont pas suffisamment établies et fortes pour statuer sur un possible effet de l'humidité sur la rugosité des surfaces fissurées à 23°C.
- A -30°C, néanmoins, **la rugosité sous vide semble être plus élevée**, en particulier en considérant le paramètre S_{dr} (Figure IV. 20 (b) et Figure IV. 21(b)).

Notons que les mesures de rugosité sont réalisées sur des surfaces produites par une fissuration en stade II et non en pseudo stade I. La rugosité n'est donc pas induite par des modes de propagation spécifiques. La piste de la rugosité induite par l'oxyde étant très peu probable, nous ne sommes pas en mesure d'expliquer ce constat en se limitant aux résultats obtenus.

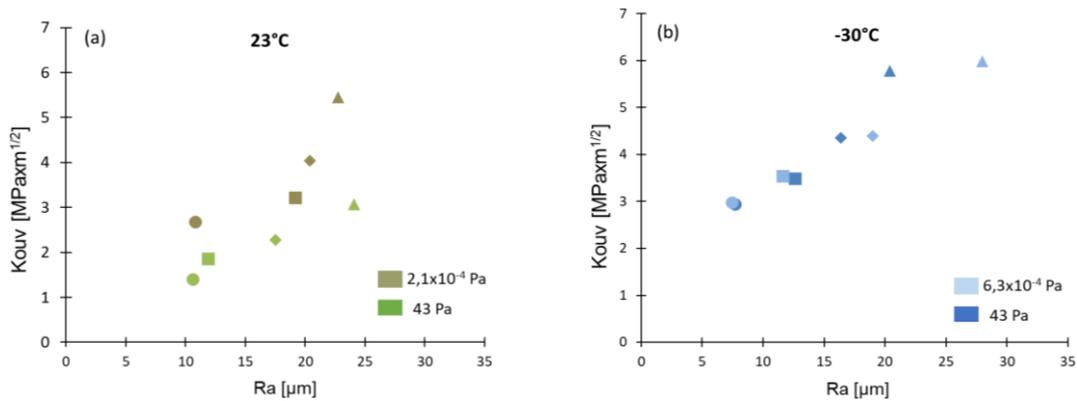


Figure IV. 20: Variation du facteur d'intensité de contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Ra pour des essais réalisés à $f=10\text{Hz}$ sous air sec et sous vide à (a) 23°C et (b) -30°C . Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{MPaxm}^{1/2}$

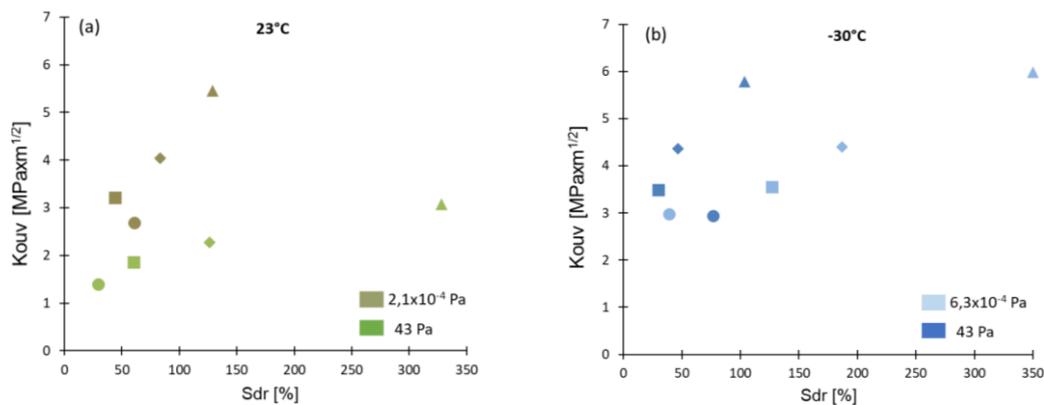


Figure IV. 21: Variation du facteur d'intensité de contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Sdr pour des essais réalisés à $f=10\text{Hz}$ sous air sec et sous vide à (a) 23°C et (b) -30°C . Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{MPaxm}^{1/2}$

➤ Bilan sur les effets de l'environnement sur la fermeture des fissures et sur la rugosité des surfaces de rupture

En tenant compte du nombre limité des données pour juger de la reproductibilité, ces analyses ont surtout permis d'évaluer l'effet de l'environnement sur la fermeture ainsi que sur la rugosité des surfaces créées par la fissuration.

Concernant **les effets de l'environnement sur la fermeture de fissures**, nous avons constaté que :

- Il n'y a pas d'effet de la température sur la fermeture de fissures sous vide. Sous air, l'effet de la température se traduit par des effets de fermeture plus marqués à -30°C qu'à 23°C surtout à 10Hz et 10^{-1}Hz . A 10^{-2}Hz il n'y a quasiment pas d'effet constaté,
- Les phénomènes de fermeture sont plus marqués sous environnement inerte, surtout à 23°C . La fermeture induite par l'oxyde est très peu probable sous vide (car il n'y a pas d'oxydation sous un environnement inerte). De plus, même sous air humide Petit et al. [88] n'ont pas pu obtenir de bonnes corrélations entre les cinétiques de propagation au seuil (faibles ΔK) et la contribution de l'oxyde responsable de la fermeture. Le seul mécanisme

probable reste le niveau de l'activité plastique sous vide pourrait expliquer une telle tendance.

- Enfin, les essais conduits sous un même environnement à différentes fréquences ont montré que les effets de fermeture de fissures sont plus marqués à basse fréquence, tout particulièrement à température ambiante.

Concernant les **effets de l'environnement sur la rugosité des surfaces des fissures**, on retiendra que :

- Sous vide comme sous pression partielle $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$, la température ne semble pas influencer la rugosité,
- La diminution de la fréquence va de pair avec une diminution de la rugosité.

Pour chaque paramètre étudié aucun lien n'est clairement établi entre la rugosité des faciès et la fermeture des fissures. Cela signifie que la fermeture mesurée pour chaque essai n'est pas liée à un changement ou une évolution de la rugosité des faciès de rupture.

L'effet de l'environnement sur la rugosité des faciès pourrait s'expliquer par un mode de propagation spécifique ou encore par un changement d'épaisseur d'oxyde formée à la surface de la fissure sous environnement non inerte. Or les modes de propagation sont similaires pour tous les environnements (stade II transgranulaire), donc l'évolution d'une rugosité liée à l'environnement n'est pas défendable. Les travaux de Petit et al. [44] ont montré que la croissance d'oxydes au voisinage du seuil est plus importante sur l'alliage sur-revenu où l'épaisseur de la couche est du même ordre de grandeur que l'ouverture cyclique ΔCTOD (Figure IV. 22). **Il est donc probable que le développement d'une couche d'oxyde vienne inhiber la rugosité de surface fraîchement créée.**

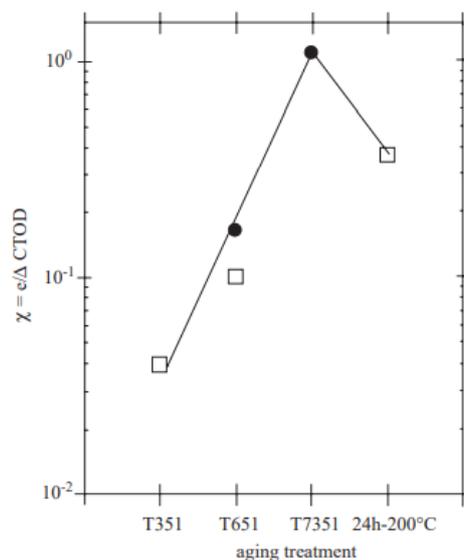


Figure IV. 22: Figure illustrant le ratio d'une couche d'oxyde sur ΔCTOD pour différents types de TT obtenus par analyses SIMS (Spectrométrie de Masse à Ions Secondaires) sur des faciès de rupture au niveau du seuil d'un alliage d'aluminium 7075 testé sous air ambiant avec $R=0,1$ et $f=35 \text{ Hz}$ et reprenant des données de Renaud et Suresh [44]

Si l'oxydation de la surface des fissures a un rôle sur la rugosité de ces surfaces, alors on devrait pouvoir retrouver une rugosité similaire à iso ERP. Ces mesures sont présentées en Figure IV. 23 qui montre des valeurs de R_a relativement proches, confirmant ainsi le rôle de la couche d'oxyde dans l'évolution de la rugosité, hormis pour les fortes valeurs de ΔK . Des mesures de l'épaisseur du film d'oxyde en fonction des conditions d'exposition seraient toutefois nécessaires pour étayer cette assertion (SIMS).

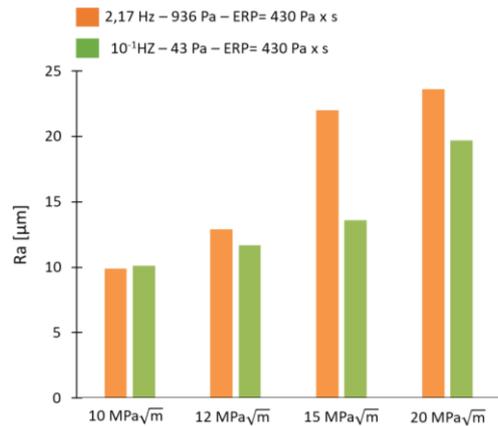


Figure IV. 23: Mesures de la rugosité des faciès de rupture en fonction de ΔK sur deux éprouvettes sollicitées à ISO ERP et à 23°C.

En parallèle, sur la base des essais réalisés sous air sec $P(H_2O) = 43$ Pa à 23°C et à différentes fréquences (voir Figure III. 20 du chapitre 3), il a été constaté que la diminution de la fréquence provoque une augmentation des vitesses de propagation. La confrontation de la diminution de la résistance à la fissuration avec une augmentation de la rugosité rejoint les observations de Burns et al. [110] sur un alliage 7075 T651 sollicité sous une pression totale de vapeur d'eau pure $P(H_2O) = 0,5$ Pa, qui suggèrent que dans ce cas l'augmentation de rugosité explique l'amélioration des propriétés de fissuration sous faible $P(H_2O)$ par la modification du transport des molécules de vapeur d'eau en pointe de la fissure. Dans le cas sous pression partielle $P(H_2O)$ de 43 Pa, le transport des molécules d'eau en pointe de la fissure pourrait avoir joué un rôle délétère sur la résistance à la propagation aux basses fréquences. Néanmoins, on rappelle qu'étant dans le cas d'une pression atmosphérique, cette hypothèse peut s'avérer peu probable.

Ainsi, nous sommes tentés de proposer que l'effet de la fréquence sur la fermeture des fissures sous une pression partielle de 43 Pa (Figure IV. 17) serait induit par la présence d'une couche d'oxyde plus importante, alors que sous vide, l'augmentation de la fermeture de fissures serait probablement le résultat d'une activité plastique en pointe de fissure assez importante.

IV.2.2 Effets de la teneur en vapeur d'eau dans l'air sur les mécanismes de propagation

Dans cette partie, une analyse relativement détaillée des observations faites sur les surfaces de rupture des éprouvettes sollicitées sous air humide et sous air sec est menée. L'objectif étant d'évaluer l'effet de l'humidité observable sur la morphologie globale de la rupture, et plus particulièrement sur la morphologie des stries de fatigue. Chaque fois que nécessaire nous comparons phénoménologiquement nos constatations à celles faites par d'autres auteurs.

De façon générale, les zones planes étendues, appelées facettes, occupent une surface plus importante sous air sec et sous vide que sous air ambiant, comme le montre la Figure IV. 24 (a) en comparant une pré-fissuration sous air ambiant à une fissuration sous vide. On note en effet sur la Figure IV. 24 (a) que, sous vide, la différence entre les faciès de rupture est bien marquée lorsque l'on passe d'une pré-fissuration à l'air ambiant à une fissuration sous vide. Alors que sur la Figure IV. 24 (b) aucune différence de la sorte n'est observée sous les mêmes conditions mais sous air humide.

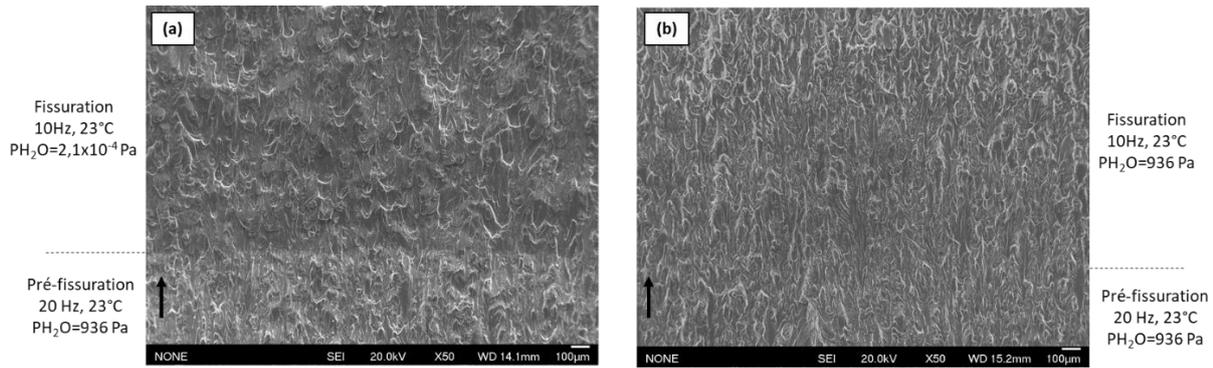


Figure IV. 24: Fractographies MEB (x50) à $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$ à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air humide à 23°C (les flèches noires indiquent le sens de la propagation)

Le même constat est fait sous air froid (-30°C) comme on peut le voir sur les images de la Figure IV. 25. En effet, pour une même valeur de $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, les facettes sont de plus grandes tailles lors d'une sollicitation sous vide (Figure IV. 25 (a)) que sous air sec avec une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$ (Figure IV. 25 (b)).

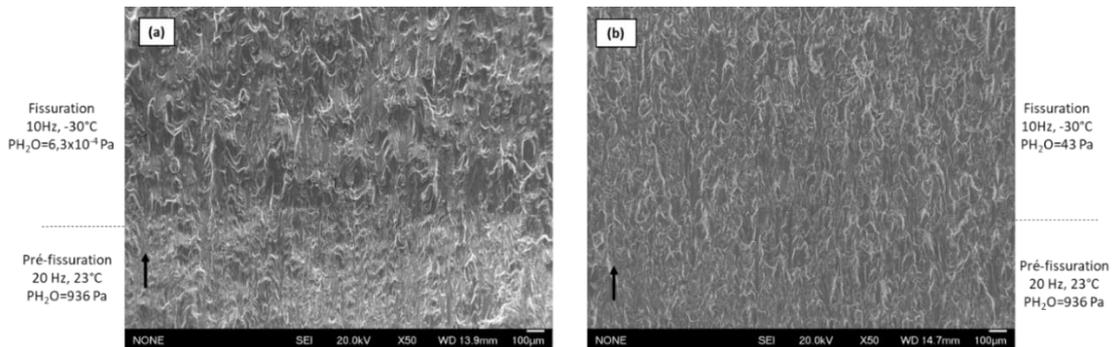


Figure IV. 25: Fractographies MEB (x50) autour de la transition de fin de pré-fissuration à l'air ambiant à la fissuration sous environnement (a) sous vide à -30°C (b) sous air sec à -30°C

De ces deux dernières figures on constate donc qu'aucune facette de type pseudo-stade I ou mode SBC n'a été observée sur les faciès de rupture d'éprouvettes sollicitées sous vide à -30°C et à 23°C. Ceci rejoint le constat de Carter et al. [89].

Il est donc fort probable que le mode de propagation transgranulaire par quasi clivage soit la conséquence de l'état de précipitation (et probablement de la taille des grains) due au traitement thermique appliqué à l'alliage de l'étude. C'est aussi le constat des travaux de Petit et al. [153] qui constate une propagation en stade II sous vide uniquement pour l'état T7 pour un alliage 7175, et cela même au niveau du seuil (Figure IV. 26).

En confrontant les résultats expérimentaux obtenus dans cette étude avec ceux de la littérature concernant les effets du traitement thermique sur la sensibilité à la CSC des alliages 7XXX (voir [21], [44], [80]), il semble que le traitement thermique sur-revenu T7351 semble inhiber l'effet délétère de la vapeur d'eau sur le comportement en fatigue de l'alliage 7175. Cet effet serait dû à la présence importante des précipités qui agissent comme une barrière au mouvement des dislocations qui peuvent faciliter le transport des atomes d'hydrogène, mais aussi par une présence de zones de GP observée à l'état sur-revenu qui semble atténuer l'effet de l'environnement comme indiqué dans [117].

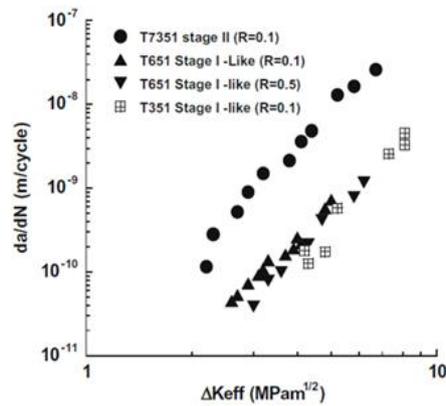


Figure IV. 26: Vitesses de propagation dans un alliage 7175 sous vide en fonction du traitement thermique [153]

De même, la Figure IV. 27 illustre, à une échelle plus importante et à même valeur de ΔK , les différences de morphologie des faciès de rupture entre un environnement humide ($P(H_2O) = 936$ Pa), un air sec ($P(H_2O) = 43$ Pa) à température ambiante et un environnement inerte sous vide ($P(H_2O) = 2,1 \times 10^{-4}$ Pa). En effet, il apparaît que la taille des facettes sous air est quasiment similaire entre les conditions $P(H_2O) = 936$ Pa (Figure IV. 27 (b)) et $P(H_2O) = 43$ Pa (Figure IV. 27 (c)) mais moins importante que sous environnement inerte à température ambiante (Figure IV. 27 (a)). On remarque aussi que ces différences d'aspect de faciès plus ou moins fragile en fonction de l'humidité relative dans l'air n'a toutefois pas d'effet important sur les cinétiques de fissuration (voir Figure III. 10 à 12 en Chapitre III).

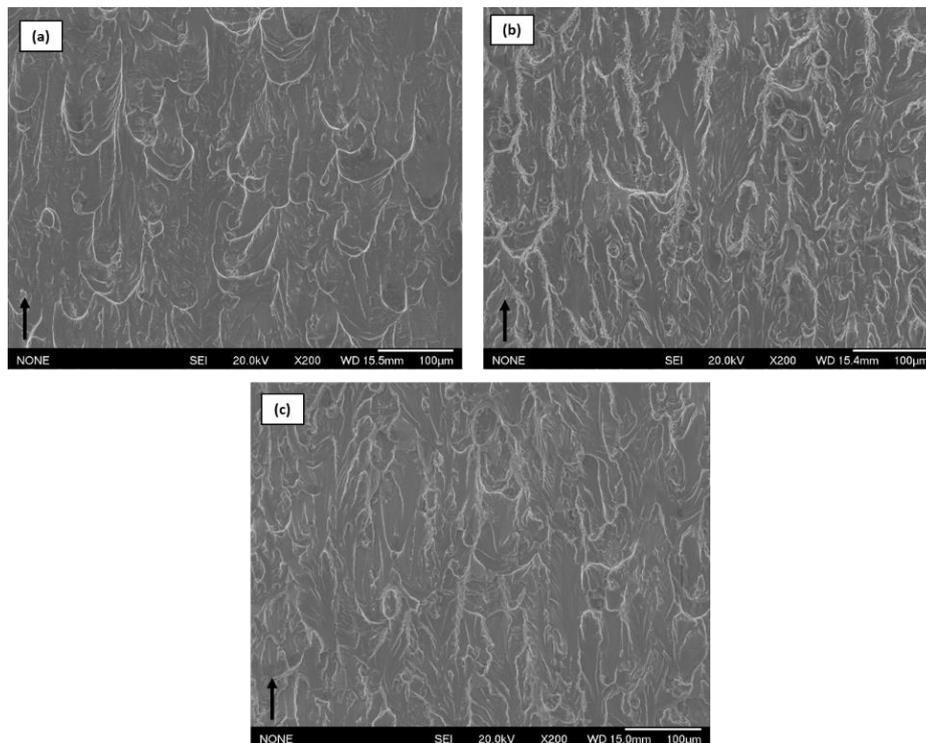


Figure IV. 27: Fractographies MEB ($\times 200$) à $\Delta K = 12 \text{ MPaxm}^{1/2}$ à une fréquence de 10 Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air sec $P(H_2O) = 43 \text{ Pa}$ à 23°C (c) sous air ambiant $P(H_2O) = 936 \text{ Pa}$ à 23°C

De toutes ces observations on remarque que, quels que soient la fréquence de sollicitation, la pression partielle de vapeur d'eau dans l'environnement ou le niveau de ΔK que nous avons explorés, le mode de propagation est toujours de type transgranulaire. En effet, la prévalence d'une

rupture de type quasi-clivage est observée tout au long de la zone de propagation mais tend à disparaître pour les plus fortes valeurs de ΔK , laissant place à un mode de rupture de type plutôt ductile caractérisé par la présence de cupules.

Notons que, de façon générale, la fissuration transgranulaire est induite par des microruptures du métal qui peuvent avoir diverses origines. Parmi celles-ci, on compte la fragilisation locale induite par la présence d'hydrogène, la fragilisation par adsorption d'espèces, le microclivage induit par rupture d'un film superficiel mais aussi par les mécanismes faisant intervenir des lacunes ([29], [68]). Ceci explique pourquoi nous n'observons quasiment pas de rupture intergranulaire sur nos faciès de rupture.

En fait, l'absence d'un mode de propagation intergranulaire est probablement la conséquence de l'état de précipitation du matériau. En effet, des auteurs ont mis en évidence que pour les alliages d'aluminium à durcissement structural sous sollicitations cycliques, l'état T7 revenu présente une rupture transgranulaire, alors que l'on retrouve du mode intergranulaire pour des états sous-revenus ([69], [154]). Par exemple, Oger et al. [117] suggèrent que pour les états sous-revenus, c'est la précipitation aux joints de grains et la localisation de la déformation autour des joints de grains qui sont responsables d'un mode de rupture intergranulaire. Cependant, pour les états sur-revenus, le mode transgranulaire est favorisée par la déformation de précipités plus grossiers. De plus, en fatigue et sous chargements mécaniques identiques, on retrouve beaucoup plus de propagation de type intergranulaire sous environnement agressif (Solution NaCl) [117] ou sous hydrogène ([155], [156]). Sous vapeur d'eau, un mode de propagation transgranulaire est beaucoup plus souvent observé [103], même si Scamans et al. [76] ont relevé, que sous air humide, un mode de propagation intergranulaire peut être activé par la formation d'oxydes sur les joints de grains ainsi qu'une dissolution des précipités qui se passe souvent dans les joints des grains. Lynch et al. [69] signalent également que la CSC des alliages 7XXX à durcissement structural sollicités sous humidité dans l'air ambiante implique généralement un mode de rupture intergranulaire associé à du quasi clivage, mais ils reportent également du mode transgranulaire dans des cas où les faciès de rupture ne rendent pas compte d'une action d'un processus de type corrosion et où la dissolution est souvent écartée, même à très faible vitesse de propagation. Si la présence de vapeur d'eau partielle dans l'air implique une forme de FPH, l'absence d'un mode de propagation intergranulaire, indique déjà que la FPH par décohésion (HEDE) est peu probable. Menan et al. [97] ont montré qu'une fissure amorcée en mode intégralement intergranulaire en CSC, instantanément en mode transgranulaire dès qu'une sollicitation cyclique est appliquée. ICI

Des exemples de zones de quasi-clivage sont présentés en Figure IV. 28 indiqués par les flèches rouges. Le quasi clivage se distingue par la présence de petites facettes sous forme de « marche d'escalier ». Ces zones de quasi-clivage sont présentes en plus plus nombre au début de la propagation, i. e. à faible ΔK , et tendent à diminuer avec l'augmentation de ΔK . L'Annexe F donne l'ensemble des fractographies réalisées dans ce cadre.

En présence de vapeur d'eau dans l'air, une possible assistance par l'hydrogène dans les mécanismes de propagation est à considérer dans le cas d'un tel alliage sensible à l'environnement. De nombreuses études ont révélé que l'augmentation de la concentration d'hydrogène dissous dans le volume modifie la surface de rupture ([134], [155], [157]). Les travaux de Shahnewaz et al. [155] sur un alliage 7175 T7651 sollicité en traction montrent que l'augmentation de la concentration d'hydrogène induit une évolution d'un processus de coalescence de micropores à un mode de propagation par quasi-clivage i.e. une transition d'une rupture plutôt ductile vers une rupture plutôt fragile. Ces auteurs ont également corrélé l'augmentation de la proportion de quasi-clivage avec l'augmentation d'un temps de maintien à charge maximum pendant l'essai. Ainsi un faciès de

rupture de type transgranulaire avec la présence de quasi clivage est un indicateur fort d'une intervention d'un mécanisme type FPH. Lynch et al. [69] rapportent que la présence de quasi clivage sur les alliages 7XXX à durcissement structural, selon les plans $\{100\}$ et $\{110\}$ se retrouve également sous sollicitation sous air humide et serait due à la présence d'hydrogène adsorbé en fond de fissure. Néanmoins, comme le montre la Figure IV. 28 (d), on retrouve tout de même du quasi-clivage lors d'une sollicitation sous environnement inerte. D'après les travaux de Bouchet et al. [80] sur un alliage d'aluminium de la série 2XXX sous-revenu et sur-revenu, l'état de précipitation ne semble pas exacerber la proportion de quasi clivage, qui est toutefois plus élevée sous atmosphère humide. Un état sur-revenu favoriserait l'apparition de composés d'équilibre et seraient responsable d'un mode de propagation transgranulaire et non intergranulaire comme observé à l'état sous-revenu.

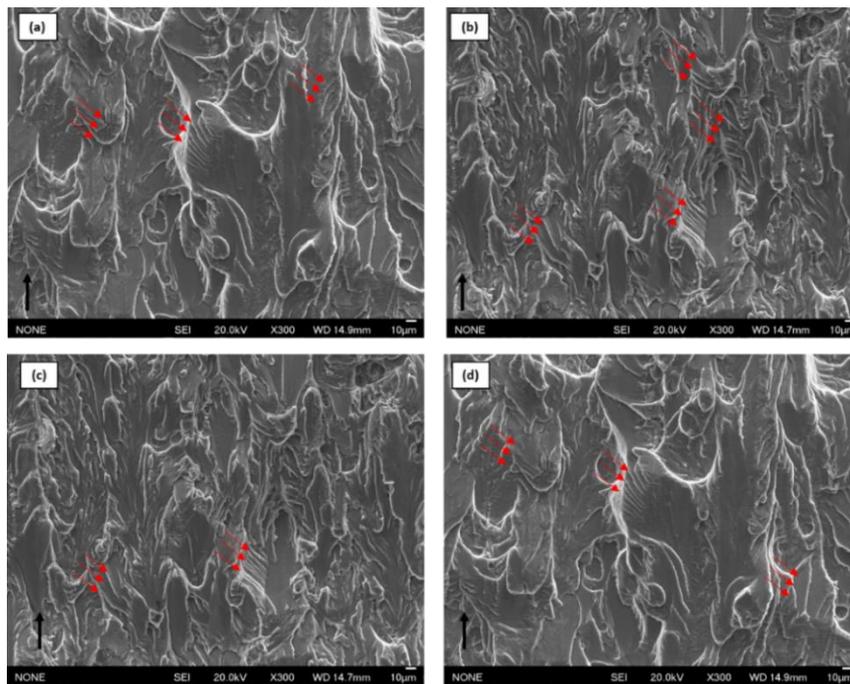


Figure IV. 28: Fractographies MEB (x300) d'éprouvettes CT à $\Delta K=10 \text{ MPaxm}^{1/2}$ sollicitées à une fréquence de 10 Hz (a) sous air ambiant $P(\text{H}_2\text{O})=936\text{Pa}$ à 23°C (b) sous air sec $P(\text{H}_2\text{O})=43\text{Pa}$ à 23°C (c) sous air froid $P(\text{H}_2\text{O})=43\text{Pa}$ à -30°C (d) sous vide $P(\text{H}_2\text{O})=6,3 \times 10^{-4}\text{Pa}$ à -30°C . Les flèches rouges pointent les zones de quasi-clivage.

En résumé, on retiendra que la formation de facettes de quasi-clivage observées ici n'est pas uniquement contrôlée par la présence d'humidité dans l'air environnant, mais résulte également de l'état de précipitation induite par le traitement thermique.

L'humidité relative dans l'air semble par ailleurs modifier l'apparence des stries et l'intensité du marquage généré. En effet, comme le montrent les Figure IV. 29 et Figure IV. 30, les stries sont difficilement discernables sous air sec, alors qu'elles sont bien mieux marquées sous air humide. Sous vide, si on parvient à les discerner, elles semblent irrégulières et « froissées » (Figure IV. 29 (a) et Figure IV. 30 (a)) par rapport aux stries formées sous air ambiant (Figure IV. 29 (b) et Figure IV. 30 (b)).

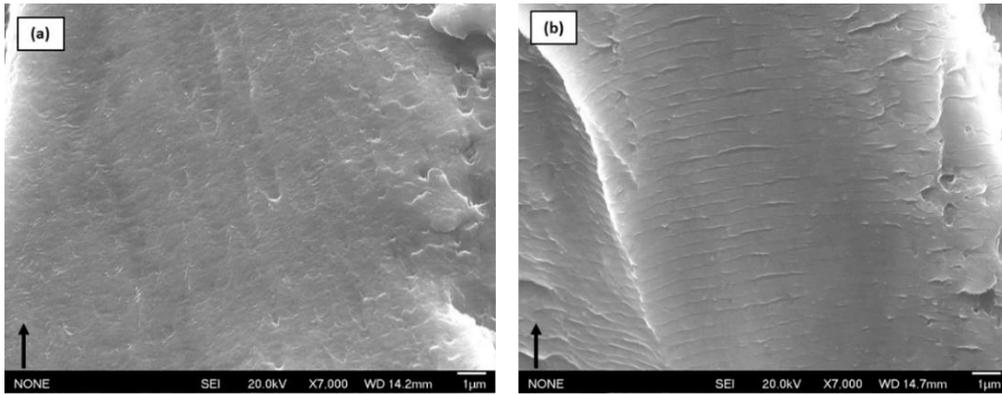


Figure IV. 29: Fractographies MEB (x7K) d'éprouvettes CT à $\Delta K=15 \text{ MPa}\times\text{m}^{1/2}$ sollicitées à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air humide 23°C

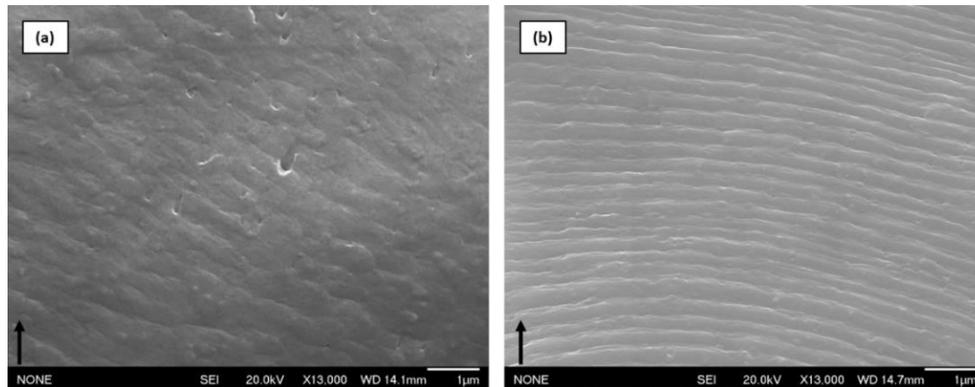


Figure IV. 30: Fractographies MEB (x13K) d'éprouvettes CT à $\Delta K=12 \text{ MPa}\times\text{m}^{1/2}$ sollicitées à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air humide 23°C

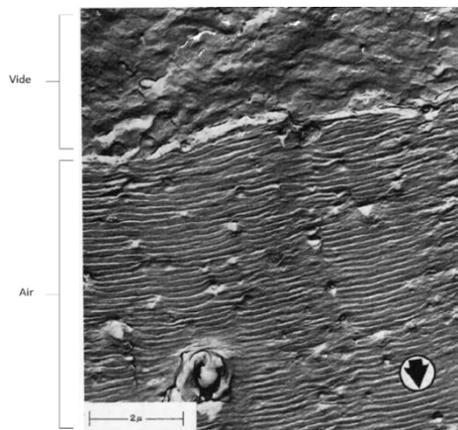


Figure IV. 31: Fractographie d'un alliage 2024 montrant la morphologie du faciès de rupture passant d'une sollicitation sous vide à sous air (la flèche indique le sens de propagation) [83]

Ces observations font écho aux travaux de Meyn [83] qui met aussi en évidence un tel aspect irrégulier et froissé des stries de fatigue sous air sec (Figure IV. 31). Aussi, comme Davidson et al. [158], on constate que les stries sont plus « arrondies » et marquées sous vide que sous air humide (Figure IV. 30 (a) et (b)), ce qui indique une déformation en pointe de fissure plus importante sous vide.

Notons que, selon Tomkins et Biggs [159] (voir Figure IV. 32), sous vide une strie se formerait durant la phase de déchargement par un processus de « repointage » de la pointe de la fissure

fortement émoussée à la mise en charge (Figure IV. 32 (b)) alors que sous air, elle se forme lors de la montée en charge (Figure IV. 32 (a)). Wanhill [160] en reprenant pour son compte ces mécanismes de formation de stries en fatigue, mentionne néanmoins que les espacements des bandes de sous-structures ne peuvent être reliés sans ambiguïté à la croissance de la fissure (stries) que sous air. Il semblerait donc d'après cet auteur, que sous vide une strie correspondrait bien à un cycle de charge, alors que sous air plusieurs stries peuvent être formées lors d'un seul cycle de chargement. Cependant, notre étude ne semble pas valider que sous vide une strie correspond bien à un seul cycle de charge. En effet, comme le montre la Figure IV. 33, la distance interstries n'est pas en accord avec les vitesses de propagation mesurées.

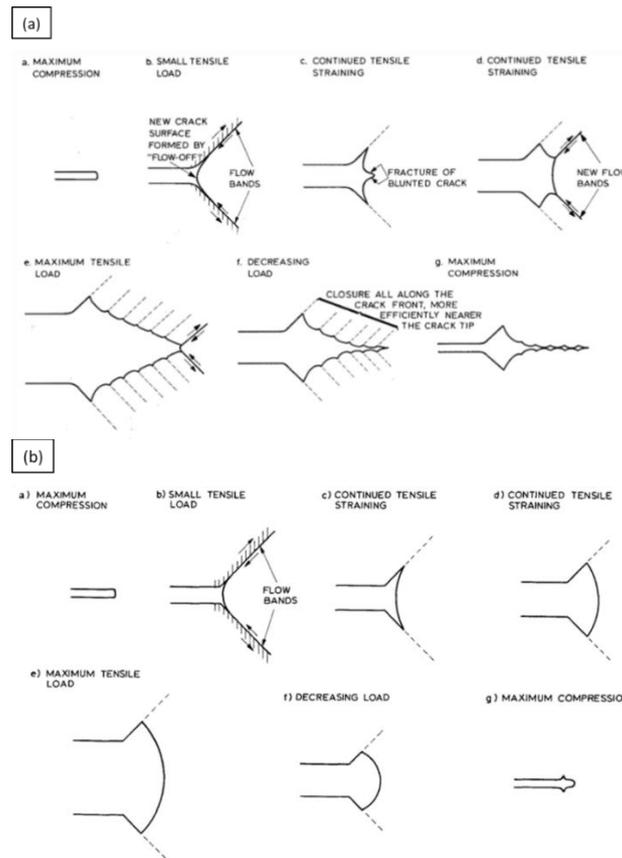


Figure IV. 32: Modèle schématique de formation de stries (a) sous vide et (b) sous air [160]

Notons que Meyn [83] rapporte que sous vide l'estimation des vitesses par les mesures d'interstries ne correspondent pas toujours aux vitesses de propagation extraites du FIC. Les mécanismes sous-jacents à la formation de stries en propagation sous air se ferait par décohésion fragile le long des plans $\{001\}$ et la déformation plastique induite localiserait à chaque fin de cycle. Nix et Flower [86] et Lynch et al [161] s'accordent à attribuer un aspect fragile de la propagation sous air humide avec une rupture par clivage selon un plan de type $\{110\}$ qui s'accompagne d'une déformation plastique due à une augmentation du nombre de systèmes de glissement activés en pointe de fissure, responsable du bon marquage des stries sur le faciès de rupture.

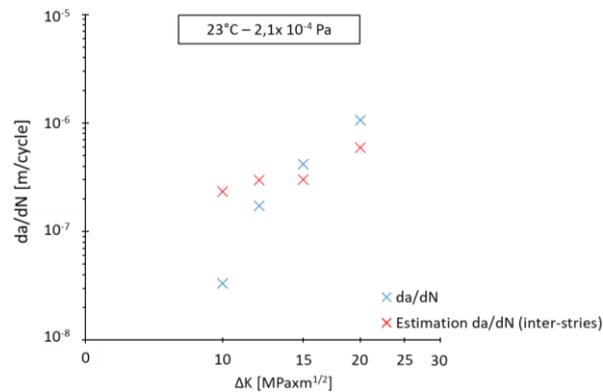


Figure IV. 33: Comparaison entre vitesses de propagation calculées et mesure d'interstries sous vide.

Pour d'autres auteurs, c'est la couche d'oxyde qui constitue le facteur déterminant pour expliquer une telle différence de marquage de stries ([82], [162]). La présence du film d'oxyde, favorisée par l'humidité ambiante, limiterait l'émergence des bandes de glissement, et favoriserait donc la localisation de ces dernières en pointe de la fissure, ce qui expliquerait la netteté et la régularité des traces (stries de fatigue) induites par les déformations plastiques. En environnement inerte, l'absence d'oxyde sur la surface de la fissure rendrait au contraire la déformation plastique due à l'intersection des bandes de glissement avec la surface de la fissure plus diffuse et irrégulière. Enfin, des phénomènes de « soudage par pression » pourraient aussi exister sous vide à différents moments d'un cycle, compliquant l'interprétation des surfaces de rupture [163].

La piste d'une Fissuration Assistée par l'Oxydation (FAO) pourrait être envisageable lors de sollicitation sous air ambiant, particulièrement à de basses fréquences. Toutefois la taille et le temps de formation d'une couche d'oxyde en fonction du temps d'exposition et de l'humidité de l'air n'ont pas pu être caractérisés dans le cadre de cette étude. Notons que, le mécanisme de FAO est généralement avancé pour la fissuration intergranulaire des alliages à base nickel, mais cela n'avait pas été réalisé dans le cadre de notre étude. Cependant, les éléments en notre disposition nous conduisent à écarter une possible contribution d'un mécanisme de type FAO dans la propagation des fissures.

Au final, nous retiendrons de cette partie que l'humidité affecte le marquage des stries ainsi que la morphologie des faciès de rupture, suggérant ainsi une modification des mécanismes opérant en pointe de fissures, sans toutefois les modifier profondément de sorte à induire une variation substantielle des vitesses de propagation. Dans le cinquième et dernier chapitre de ce manuscrit nous tenterons d'expliquer l'origine de ces variations d'aspect des stries de fatigue en nous basant sur l'analyse de l'écoulement plastique en pointe des fissures en fonction des conditions de chargement et d'environnement.

IV.3 Effets de l'environnement sur la concentration d'hydrogène piégé au voisinage des pointes de fissures

Comme évoqué dans le Chapitre I.4.1, l'abaissement des propriétés en fatigue en environnement humide, peut s'expliquer par l'adsorption de vapeur d'eau mais aussi par la fragilisation par hydrogène. Dans l'objectif d'avoir des données qualitatives quant à l'implication de l'hydrogène dans la fissuration en termes de vitesses de propagation comme de déformation en pointe sous air humide, nous avons mené une campagne de dosage d'hydrogène sur une sélection d'échantillons sollicités ou non en fatigue et exposés à différents environnements. Ces travaux ont été conduits

par le biais d'une collaboration avec le LaSIE (Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement à la Rochelle) pour mener divers dosages d'hydrogène. Le Tableau IV. 3 résume les environnements considérés.

Echantillons	Temps exposition [jours]	Ambiant 23°C PH ₂ O=936 Pa	Sec 23°C PH ₂ O=43 Pa	Froid -30°C PH ₂ O=43 Pa	Inerte 23°C PH ₂ O=2,1x10 ⁻⁴ Pa
Tôle	35	✓	✓	✓	✓

Echantillons	Fréquence [Hz]	Ambiant 23°C PH ₂ O=936 Pa	Sec 23°C PH ₂ O=43 Pa	Froid -30°C PH ₂ O=43 Pa
Eprouvette taille de guêpe après rupture	10	✓ (5 heures)	✓ (4 heures)	✓ (10 heures)
	10 ⁻¹	✓ (118 heures)	✓ (600 heures)	

Tableau IV. 3: Tableaux regroupant les environnements et temps d'expositions des échantillons dosés

Parmi les différentes techniques de dosage d'hydrogène existantes, nous avons utilisés la TDS (Thermal Desorption Spectroscopy) pour l'extraction à chaud de l'hydrogène et la quantification par TCD (Thermal Conductivity Detector). Cette technique a l'avantage de quantifier l'hydrogène présent dans le métal, mais aussi de déterminer ses états, c'est-à-dire principalement de quantifier l'hydrogène diffusible ou piégé.

La Figure IV. 34 présente, sous forme de diagramme, les résultats des dosages d'hydrogène des échantillons de référence, non soumis à des sollicitations mécaniques mais uniquement exposés dans des chambres climatiques contrôlées en température et en humidité. Après exposition de 5 semaines les échantillons sont placés dans un Dewar rempli d'azote pour limiter au maximum la désorption d'hydrogène lors du transport des échantillons. On constate que l'exposition en environnement n'a quasiment aucun impact sur les dosages et la concentration d'hydrogène mesurée correspond à la concentration initialement présente dans la tôle (état de référence du matériau).

Maintenant qu'il a été vérifié que l'hydrogène piégé et diffusible dans le matériau sans contrainte ne dépend pas des environnements testés, la suite consiste à évaluer l'effet des sollicitations de fatigue sous environnement sur la concentration d'hydrogène piégé.

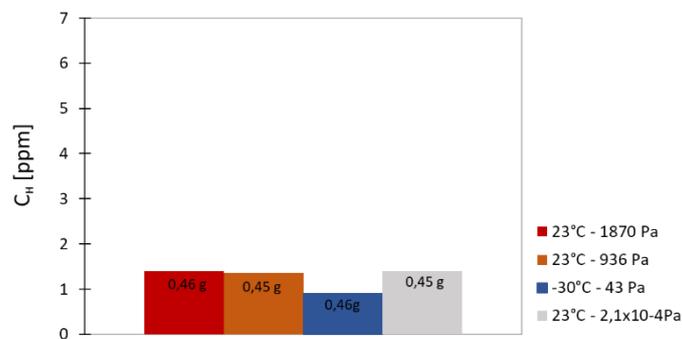


Figure IV. 34: Résultat des dosages de l'hydrogène sur échantillons non fatigués exposés 5 semaines à différents environnements

Les éprouvettes après rupture n'ont pas été conservées dans un Dewar de façon à garder le maximum d'hydrogène dissous dans le matériau. Les dosages d'hydrogène ont été réalisés entre 6 et 18 mois après les essais. Ainsi ces dosages d'hydrogène renseignent avant tout sur la concentration d'hydrogène piégé.

Les premiers dosages effectués sur les demies éprouvettes type TdG sollicitées et rompues à une fréquence de 10Hz et 10^{-1} Hz (Figure IV. 35) ont été effectués à une distance de 1 mm en dessous de la surface de rupture. Si l'on regarde les concentrations d'hydrogène présentées en Figure IV. 35 (a) pour une fréquence de 10 Hz, et celles mesurées à une fréquence de 10^{-1} Hz en Figure IV. 35 (b), il apparaît que quelles que soient la fréquence de sollicitation, la température ou la pression de vapeur d'eau, les concentrations sont assez similaires et varient entre 2 et 2,5 ppm. Néanmoins, dans le cas de la sollicitation à 10 Hz avec une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O}) = 936 \text{ Pa}$ à 23°C , la concentration est quasiment 3 fois plus importante. Toutefois, cette augmentation de la concentration d'hydrogène n'entraîne pas de diminution franche de la durée de vie. En tout cas, les concentrations d'hydrogène obtenues à 1 mm en dessous du faciès ne permettent pas visiblement d'établir un quelconque impact sur les durées de vie.

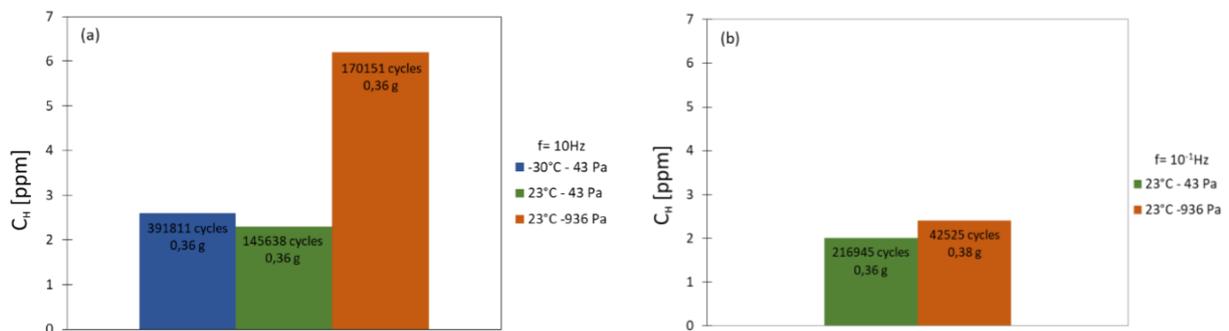


Figure IV. 35: Concentration d'hydrogène piégé d'échantillons de 0,36g d'éprouvettes sollicitées et rompues en fatigue sous divers environnements à $f=10\text{Hz}$ (a) et à $f=10^{-1}\text{Hz}$ (b)

Dans le but de mieux comprendre les mécanismes en jeu et de vérifier quantifier le rôle de l'hydrogène et ses effets sur les surfaces de rupture, des échantillons extraits à partir des surfaces de rupture de ces éprouvettes ont aussi été dosés. Les faciès de rupture ont été coupés en deux zones distinctes matérialisées en Figure IV. 36 par deux cadres : la zone encadrée en bleu comprenant l'amorçage et la propagation stable est orientée perpendiculairement à la direction de la sollicitation ; et la zone encadrée en vert contenant la zone de rupture finale (à environs 45° par rapport à la direction de la sollicitation).



Figure IV. 36: Délimitation des deux zones : zone plane à 90° par rapport à l'axe de sollicitation (encadrée en bleu), zone inclinée d'environ 45° par rapport à la direction de la sollicitation (encadrée en vert)

Les concentrations obtenues sur les surfaces de rupture sont présentées en Figure IV. 37 et Figure IV. 38. En confrontant ces valeurs avec les concentrations obtenues à 1 mm en dessous du faciès de rupture (Figure IV. 35), on en déduit que l'hydrogène piégé est localisé au voisinage immédiat du faciès de rupture.

Comme attendu, les concentrations présentées en Figure IV. 37 indiquent que les éprouvettes sollicitées à une fréquence de 10^{-1} Hz piègent plus d'hydrogène que pour une fréquence de 10 Hz. Avec un temps d'exposition à l'environnement plus important, on s'attend en effet à une quantité d'hydrogène absorbé plus importante à 10^{-1} Hz. Si l'on compare ces données aux DDV sous air ambiant, on constate que la diminution de la durée de vie (facteur d'abattement de 4) se corrèle avec une augmentation d'un facteur 2 de la concentration d'hydrogène piégé. Pour un air plus sec avec une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$, un temps d'exposition prolongé semble également permettre l'introduction d'une quantité d'hydrogène piégé plus élevée d'un facteur 1,5 fois, sans toutefois se traduire par un abattement notable de la DDV.

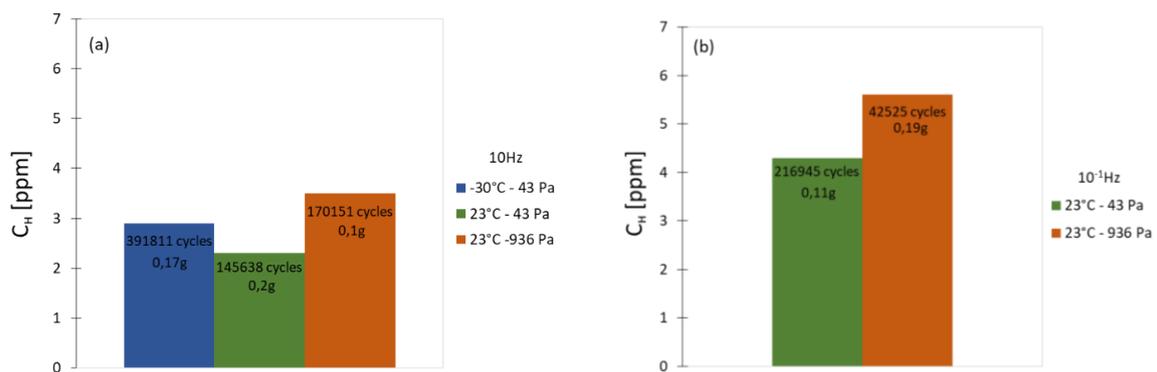


Figure IV. 37: Concentration d'hydrogène piégé sur les faciès de rupture orientés à 45° , à différents environnements et à une fréquence de (a) 10 Hz (b) 10^{-1} Hz.

Les concentrations obtenues pour les différents essais sur la zone d'amorçage et de propagation de la surface de rupture sont illustrées en Figure IV. 38. En comparaison des concentrations présentées en Figure IV. 37, un premier constat, important à souligner, est que le dosage de cette zone d'amorçage et de propagation où l'activité plastique est sûrement importante présente des concentrations d'hydrogène piégé plus élevées que sur la zone de rupture finale (rupture quasi-

fragile sans plasticité notable). Si l'on examine pour une fréquence donnée la relation entre DDV et concentration en hydrogène, on note que l'augmentation de la concentration d'hydrogène piégé s'accompagne d'une diminution de la DDV, surtout à basse fréquence. Enfin, comme précédemment, on constate que sous air ambiant, le taux d'hydrogène piégé est plus élevé à basse fréquence. Cette tendance est tout de même moins exacerbée sous air sec.

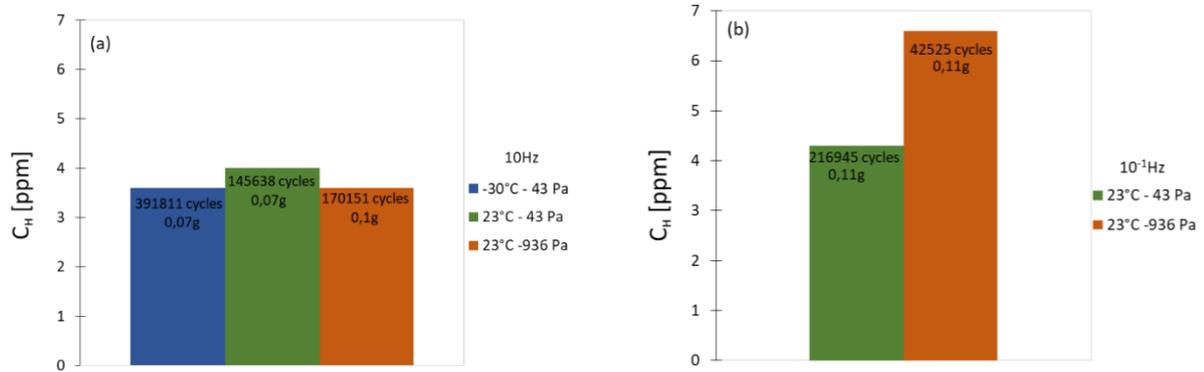


Figure IV. 38: Concentration d'hydrogène piégé sur les faciès de rupture orientés à 90°, à différents environnements et à une fréquence de (a) 10Hz (b) 10⁻¹Hz.

Ces résultats constituent une piste intéressante dans la compréhension du rôle de l'hydrogène dans des sollicitations en fatigue sous air mais mériteraient tout de même d'être consolidés.

IV.4 Bilan intermédiaire : Rôle de l'environnement sur les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures et suggestions de mécanismes de propagation par fatigue assistée par l'air humide

L'objectif de cette partie est d'établir une corrélation entre les données de propagation par fatigue assistée par l'environnement établies au chapitre III et les constatations observées et identifiées à l'aide des diverses techniques d'analyse fine décrites ci-dessus.

Concernant la durée de vie totale du matériau, les analyses des faciès de rupture des éprouvettes d'endurance n'ont révélé aucun effet conséquent de l'environnement sur la DDV du matériau. En effet, quel que soit l'environnement, l'amorçage intervient préférentiellement au niveau des particules (inclusions...). L'annexe G présente une brève étude d'évaluation de la part de DDV en amorçage sur la durée de vie totale déduite des essais d'endurance qui ne nous a malheureusement pas permis de prouver que la DDV en amorçage est prépondérante à la DDV en propagation sur la DDV totale. L'effet de l'environnement étudié sur la durée de vie totale du matériau ne permet donc pas de conclure sur la durée de vie en amorçage.

Néanmoins, nous avons tout de même relevé deux faits qui pourraient jouer un rôle important sur la cinétique de propagation :

- On retiendra que les analyses des faciès de rupture montrent qu'indépendamment des conditions d'exposition, le mode de propagation est majoritairement transgranulaire par quasi-clivage en stade II. La seule différence notée touche au marquage des stries et à la présence de facettes. Ces éléments sont des caractéristiques qui permettent de confirmer un mode de rupture plus fragile sous environnement inerte et froid alors que sous

environnement ambiant, les analyse des faciès suggère un endommagement plus ductile. Aussi, la similarité des morphologies des surfaces de rupture entre une sollicitation à une pression partielle de vapeur d'eau de 43 Pa et celle de 936 Pa, suggère que l'effet visible de l'environnement sur les modes de rupture est déjà à saturation pour une pression partielle de vapeur d'eau de 43 Pa. Une telle saturation serait en accord avec les cinétiques de propagation quasiment similaire à même fréquence entre ces deux pressions partielles de vapeur d'eau. Enfin l'effet de l'environnement est aussi visible sur la morphologie des stries. En effet en environnement inerte comme sous air froid et sec, les stries sont très irrégulières et « froissées » alors qu'en environnement humide ambiant les stries sont bien mieux formées et facilement discernables.

- Nous pensons que la diminution de la fréquence peut favoriser la formation d'une couche d'oxyde qui pourrait expliquer l'augmentation de la fermeture de fissure observée à basse fréquence. Sous vide, l'augmentation de fermeture de fissure serait probablement le résultat d'une activité plastique plus conséquente en pointe de fissure.
- L'augmentation constatée des concentrations d'hydrogène sur la zone d'amorçage et de propagation des fissures avec un ERP croissant, signe l'activation de FPH dans l'abattement des propriétés en propagation. En outre, il apparaît que l'hydrogène est principalement piégé au voisinage de la zone plastifiée, avec une concentration plus élevée sous air humide. Ces éléments renforcent l'hypothèse d'une contribution d'un mécanisme assisté par l'hydrogène dans les phénomènes observés. Ces mesures restent tout de même très locales et trop peu représentatives au vu du nombre limité de dosages réalisés. Il demeure également que cette variation de concentration d'hydrogène contrôlée par l'exposition à l'atmosphère humide est associée à une variation modérée des vitesses de propagation des fissures, même à de forts taux d'exposition.

En recoupant les différentes observations rapportées précédemment, l'objectif est de proposer un mécanisme de fissuration par fatigue assistée par l'environnement en considérant un mode de propagation en stade II transgranulaire.

Quelques pistes de mécanismes

Comme déjà évoqué dans la bibliographie, il est communément admis que la fatigue au voisinage du seuil sous air humide est contrôlée par un processus influencé par l'hydrogène en pointe de fissures [58]. Il s'agit donc de savoir si on peut cumuler suffisamment d'hydrogène compte tenu des vitesses assez rapides.

Sur la base des analyses présentées dans ce chapitre, deux mécanismes peuvent expliquer les observations ; il s'agit du mécanisme HELP et AIDE.

- Le mécanisme HELP repose sur la localisation de la plasticité en tête de fissure engendrée par l'hydrogène. L'évaluation de l'activité plastique en pointe de fissure fera l'objet d'une étude dans le prochain Chapitre V.

Plusieurs auteurs s'accordent à proposer le mécanisme HELP comme étant le plus à même de rendre compte de la sensibilité des alliages 7XXX sous revenu ([117], [155]). Il est aujourd'hui établi que l'hydrogène facilite la mobilité des dislocations [116], mais aussi les dislocations émises à la pointe de fissures (Bond et al. [164]). Cependant, l'hydrogène peut également être transporté par les dislocations mobiles (Albrecht et al. [100]) puisque la diffusivité de l'hydrogène dans l'aluminium est faible.

L'intervention d'un mécanisme de type AIDE n'est pas à exclure non plus. Pour rappel, ce mécanisme repose sur le principe que l'hydrogène adsorbé facilite l'émission de dislocations à partir de la pointe de fissure. La progression de la fissure intervient au dépend d'un moindre écoulement par rapport à un milieu inerte. Il est souvent considéré pour les matériaux présentant un faible taux de diffusion de l'hydrogène et des vitesses de propagation plutôt faibles.

Chapitre V : Extension de l'ERP au domaine des très basses fréquences et mécanismes associés

Introduction

Jusqu'ici, les effets de l'environnement ambiant, sec et froid sur la tenue en fatigue a été caractérisé pour des fréquences variant de 10Hz à 10^{-2} Hz. Pour compléter cette nous avons choisis d'explorer des fréquences (donc des vitesses de déformation) encore plus basses.

Ce dernier chapitre s'attache donc à vérifier si une sollicitation cyclique à des fréquences faibles typiquement de 10^{-3} Hz et 10^{-4} Hz, ne serait pas susceptible d'exacerber les mécanismes responsables de la dégradation de la résistance à la fissuration notée aux fréquences plus élevées, voire même d'activer des mécanismes physiques supplémentaires. Sur la base des analyses menées dans le Chapitre IV, l'objectif est également de proposer un scénario de mécanismes responsables de la fatigue environnementale dans ce type d'alliage, y compris à très basse fréquence.

A cet effet, de façon à évaluer l'effet de la fréquence et la capacité du facteur ERP à en rendre compte, des essais spécifiques sont réalisés à ΔK constant pour chaque environnement en diminuant la fréquence par paliers successifs au cours de l'essai.

V.1 Evaluation de la validité du taux d'exposition ERP à très basse fréquence

La revue de la littérature donnée au Chapitre I (page 62) suggère que le taux d'exposition ERP représente un paramètre ingénieur à même de rendre compte de l'effet de l'environnement sur la tenue en fatigue, notamment en fissuration sans réaliser des essais à très basses fréquences qui sont coûteux en temps.

La Figure V. 1 regroupe l'ensemble des données de vitesses de propagation obtenues dans les environnements considérés à ΔK constant et en diminuant par palier la fréquence de façon à augmenter le taux d'exposition ERP. Ainsi, la fréquence initiale de 10Hz est diminuée après N cycles à une fréquence de 1Hz, puis 10^{-1} Hz, 10^{-2} Hz, 10^{-3} Hz et 10^{-4} Hz.

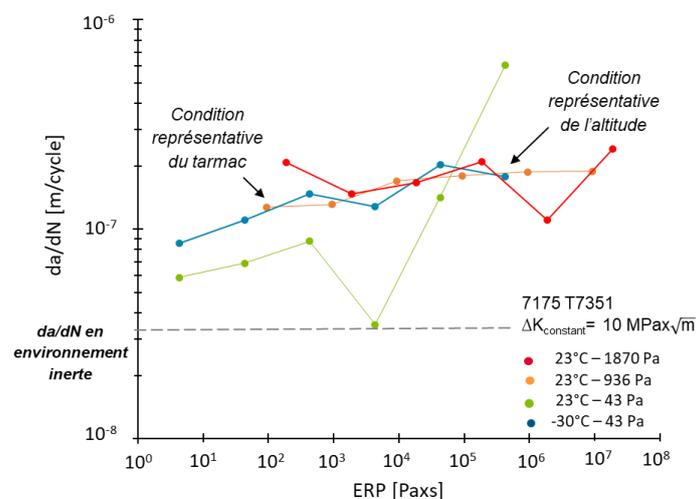


Figure V. 1: Cinétiques de propagation des fissures en fonction de l'ERP (pilote par la fréquence) à $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sous différents environnements

Les vitesses obtenues aux fréquences de 10Hz, 10^{-1} Hz et 10^{-2} Hz ont été comparées avec celles obtenues lors d'essais conduits à ΔK croissant et sont présentées en Annexe H. On constate que sous air ambiant, sous air très humide et sous air froid, les cinétiques de propagation de fissures sont quasiment similaires. En effet, pour une valeur d'ERP variant de $43 \times 10^{-1} \text{ Pa} \times \text{s}$ à $1870 \times 10^4 \text{ Pa} \times \text{s}$, elles sont comprises entre $8 \times 10^{-8} \text{ m/cycle}$ et $3 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$, suggérant une absence de variation significative de l'effet d'environnement quelle que soit l'ERP, et que cette plage de valeurs d'ERP fournit des conditions saturantes en termes d'effet de l'humidité sur la résistance à la fissuration.

Par contre, le comportement en fissuration sous air sec avec une pression partielle de vapeur d'eau $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$ semble se distinguer des trois autres en présentant une meilleure résistance à la fissuration. En effet, pour une fréquence de 10^{-2} Hz, les vitesses de propagation rejoignent celles obtenues sous environnement inerte. Néanmoins, la résistance à la fissuration diminue pour des valeurs d'ERP supérieures. Ainsi, lorsque la valeur d'ERP varie de $4,3 \times 10^3 \text{ Pa} \times \text{s}$ à $4,3 \times 10^5 \text{ Pa} \times \text{s}$, la vitesse de propagation augmente de bien plus d'une décade, passant d'une vitesse similaire à celle obtenue en environnement inerte autour de $3 \times 10^{-8} \text{ m/cycle}$ à une vitesse de $7 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$.

Il est important de rappeler ici que le contrôle de l'humidité en air froid se révèle extrêmement délicat à assurer. Cela pourrait expliquer cette différence marquée entre les cinétiques obtenues sous air à 23°C et $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$ et sous air froid de -30°C et $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$. En effet, plus l'essai dure longtemps, plus l'humidité s'accumule dans l'enceinte sous forme solide difficile à évacuer. Autrement dit, pour des valeurs d'ERP élevées, il est impossible de maintenir un air aussi sec à -30°C qu'à 23°C . Ainsi, à 23°C et avec une pression $P(\text{H}_2\text{O}) = 43 \text{ Pa}$, l'air est plus sec que tous les autres environnements testés et expliquerait que l'on soit déjà peut-être à saturation de l'effet de l'humidité sur la propagation pour les autres environnements de l'étude (1870 Pa, 936 Pa et 43Pa à -30°C), même pour les fréquences les plus rapides.

On note en outre sur la que les cinétiques de fissuration obtenues pour les conditions représentatives du tarmac et des conditions en altitude sont quasiment similaires de l'ordre de $1,7 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$. Ce résultat est majeur car il montre que la valeur élevée du taux d'exposition ERP vu par les cadres des fuselages ne semble pas activer un mode de propagation plus délétère se traduisant par une augmentation de la vitesse de propagation des fissures.

La Figure V. 2 reprend les résultats présentés en Figure V. 1 auxquels sont rajoutés certains résultats de la littérature obtenus sous des conditions environnementales proches de celles considérées ici, notamment en termes de pression partielle. Même si la nuance de l'alliage, le traitement thermique et certains paramètres de chargement comme le rapport de charge R et le niveau de ΔK ne sont pas rigoureusement identiques à ceux de notre étude, cette confrontation offre tout de même une base pour l'évaluation de l'effet de l'environnement par l'ERP. En particulier, cette représentation donne une idée vis-à-vis de l'extension de la plage de valeurs d'ERP étudiées, et permet de positionner ces données par rapport aux deux plateaux observés par Burns et al. [138] ou encore Ruiz et al. [3]. Enfin pour rappel, c'est généralement par souci de gain de temps d'essais que le taux d'exposition ERP dans la littérature est piloté par la variation de pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})$ et non par la fréquence. Or l'objectif ici est d'éprouver le concept d'ERP mais piloté par de basses fréquences. De plus, par rapport à la littérature, la gamme d'ERP est étudiée sur une fenêtre de valeurs plus large en considérant des fréquences très basses, mais aussi à des valeurs d'ERP représentatives des conditions en altitude.

Pour la nouvelle gamme de valeurs d'ERP ($4,3 \cdot 10^3 \text{ Pa} \times \text{s}$ à $1,87 \cdot 10^7 \text{ Pa} \times \text{s}$) pilotée par les très basses fréquences, on constate que les vitesses de propagation sont globalement plus faibles que celles reportées dans la littérature pour des valeurs d'ERP plus faibles.

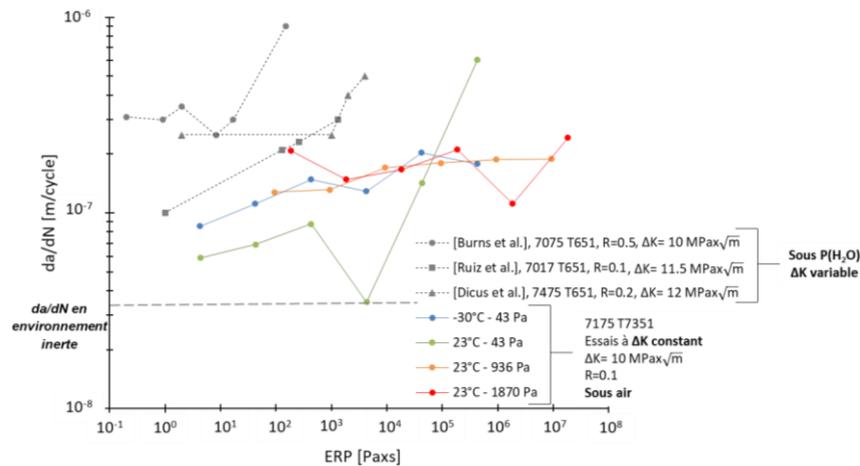


Figure V. 2: Comparaisons des vitesses de fissuration à ΔK constant issues d'essais réalisés pression partielle de vapeur d'eau avec des résultats de la littérature réalisés sous pression totale de vapeur d'eau

Pour des valeurs d'ERP similaires, mais contrôlées ici par la diminution de la fréquence, on constate que l'alliage de l'étude présente une meilleure résistance à la fissuration. Si l'on considère les tendances des cinétiques de propagation tirées de la littérature de l'alliage 7075 T651 à R=0.5 et de l'alliage 7475 T651 à R=0.2, on note une augmentation brutale des vitesses de propagation à partir de valeurs d'ERP de $10 \text{ Pa} \times \text{s}$ et $2000 \text{ Pa} \times \text{s}$ respectivement. Les rapports de charge étant plus élevés, on peut associer les vitesses de propagation plus faibles pour l'alliage de l'étude à R=0,1 à des effets de fermeture de fissures plus marqués.

De même, l'état de précipitation résultant du traitement thermique représente un point supplémentaire pouvant expliquer la moins bonne résistance à propagation dans un état T6 comparé à un état T7. Comme évoqué dans le Chapitre IV en Figure IV. 26, l'effet du traitement thermique est en accord avec la littérature. L'alliage sur-revenu présente de plus gros précipités moins cohérents avec la matrice par rapport à un état sous-revenu, favorisant le glissement dévié et l'activation de divers systèmes de glissement [165] responsable de fort écoulement plastique favorable à une propagation en stade II.

Toutefois, un autre élément capital lié cette fois à l'environnement peut également en être la cause. En effet, les essais de l'étude sont menés sous air, alors que les données issues de la littérature ont été obtenues sous vapeur d'eau pure. De fait, certains auteurs ont mis en évidence un effet inhibiteur de certains composants de l'air sur l'action de la vapeur d'eau impactant la résistance à la fissuration par fatigue ([5], [113]). Ce point spécifique fait l'objet d'une discussion plus poussée un peu plus loin dans ce chapitre. Les travaux de Ruiz et al. [3] ou encore de Dicus [72] ne révèlent pas non plus de différence dans les modes de propagation prédominants entre des valeurs d'ERP faibles et importantes pour des valeurs de ΔK situées au-dessus du seuil. Les faciès de rupture correspondant à des valeurs d'ERP inférieures à ERP_{crit} présentent des éléments typiques d'une sollicitation en environnement inerte. Alors que pour des valeurs d'ERP supérieures à ERP_{crit} , l'aspect plus fragile des stries est associé par ces auteurs à la nature de l'environnement « agressif ». Pour rappel, Burns et al. [103] associent la notion d' ERP_{crit} (de $8 \text{ Pa} \times \text{s}$ sous pression de vapeur d'eau) la valeur d'EPR ou l'on a une saturation de l'effet de la pression de vapeur d'eau, se traduisant par un mode de propagation transgranulaire.

Pour l'alliage de l'étude, et sous air sec, la valeur du taux d'exposition ERP qui déclenche un effet délétère sur la résistance à la propagation est plus importante que celle obtenue par Burns ($ERP_{crit} = 4300 \text{ Pa} \times \text{s}$ pour notre cas contre $ERP_{crit} = 8 \text{ Pa} \times \text{s}$ pour le 7075 T651). Pour un $ERP > 93,6 \text{ Pa} \times \text{s}$ il semble qu'un effet saturant de l'humidité soit observable sous air humide et froid et ce quelle que soit la fréquence considérée. Ces deux constats, illustrés en Figure IV. 3, suggèrent dès à présent que le paramètre ERP ne serait pas suffisamment robuste pour décrire l'effet de l'environnement sur la propagation de fissures sous diverses conditions d'exposition. En effet, selon le niveau d'humidité dans l'air, une valeur donnée d'ERP ne semble pas induire une même résistance à la fissuration.

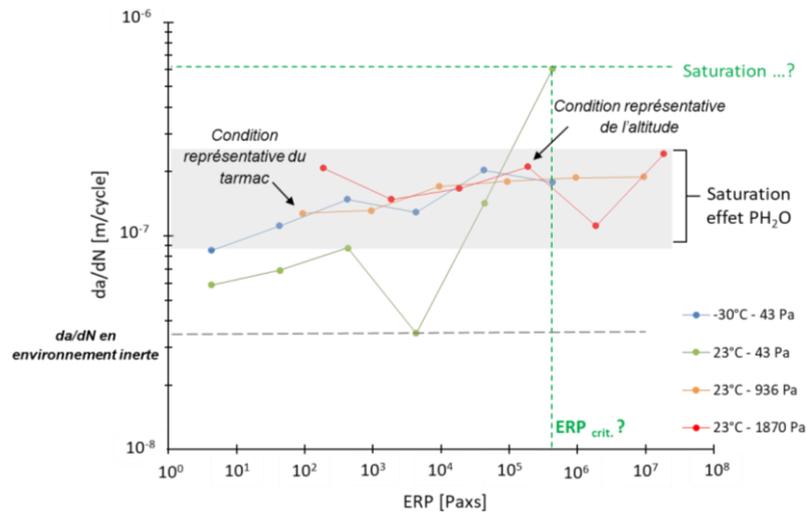


Figure V. 3 : Vitesses de propagation en fonction de l'ERP, piloté par la fréquence, à $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sous différents environnements avec indication de l' ERP_{crit} selon les environnements

La Figure V. 4 a pour but d'évaluer un ordre de prédominance, entre l'humidité et la fréquence sur l'effet délétère de ces paramètres sur la propagation de fissures. La Figure V. 4 (a) et la Figure V. 4 (b) illustrent, respectivement, l'évolution du coefficient d'abattement induit par l'augmentation de $P(H_2O)$ sous air en fonction de la fréquence, et induit par la diminution de la fréquence (10Hz à 10^{-4} Hz) pour une $P(H_2O)$ donnée.

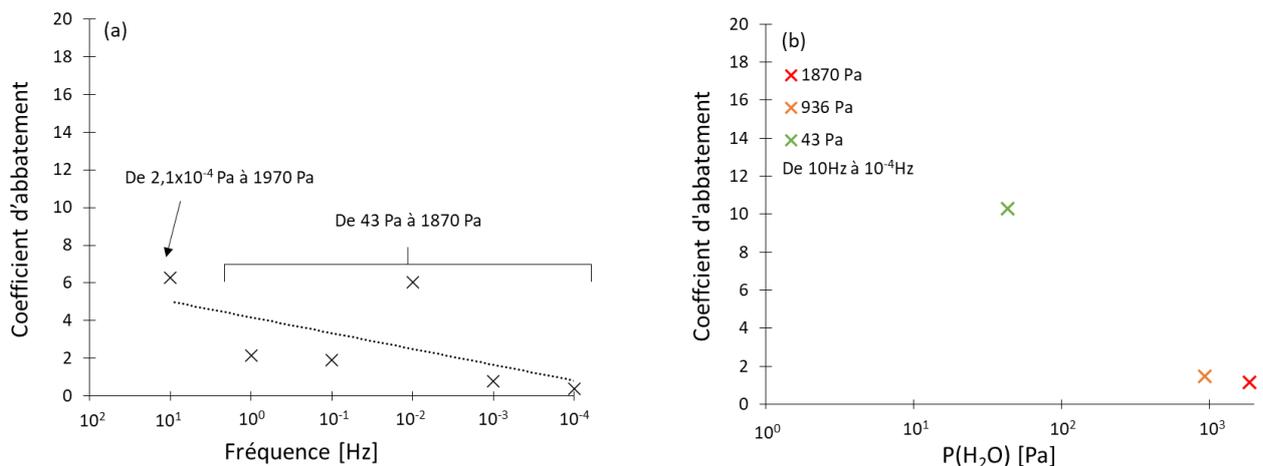


Figure V. 4: Schéma récapitulatif illustrant la variation du coefficient d'abattement sur la résistance à la propagation de fissures (a) induit par l'augmentation de $P(H_2O)$ dans l'air en fonction de la fréquence et (b) induit par le passage d'une fréquence de 10Hz à 10^{-4} Hz pour une $P(H_2O)$ donnée

On constate que c'est bien sous air sec que le coefficient d'abattement est le plus important, mais surtout que l'effet de la fréquence pourrait prédominer sur l'effet de l'humidité même si les écarts ne sont pas si sévères.

Dans la suite nous allons tenter de trouver des indices sur les modes de rupture confirmant ou infirmant le contrôle de la propagation assistée par l'environnement humide par un même mécanisme agissant de façon plus ou moins intense, y compris pour les fortes valeurs de l'ERP.

V.2 Analyses de la morphologie des faciès de rupture et du chemin de fissuration à très basses fréquences

V.2.1 Morphologie des surfaces de rupture à très basses fréquences

Les observations des faciès de rupture pour chaque niveau de fréquence et chaque environnement montrent, là encore, un mode de propagation en stade II transgranulaire avec la présence de quasi clivage. La Figure V. 5 illustre des morphologies de faciès de rupture caractéristiques pour chaque fréquence sous air à 23°C et $P(H_2O) = 43$ Pa, tandis que la

Figure V. 6 reprend le même type d'observation de faciès de rupture à différentes fréquences mais pour une sollicitation sous air à -30°C et $P(H_2O) = 43$ Pa. La comparaison des données des figures Figure V. 5 et

Figure V. 6 établies à même fréquence de de 10^4 Hz ne révèle aucune différence majeure à même d'expliquer les différences de vitesses de propagation. Ces résultats font, par ailleurs, écho aux observations présentées dans le chapitre IV pour les fréquences de 10 Hz à 10^2 Hz et confortent le fait que les cinétiques présentées en Figure V. 1 soient relativement proches. Néanmoins, une différence des vitesses de propagation pour des fréquences inférieures à 10^2 Hz est bel et bien présente ; le mode de propagation de fissures similaire et visible sur les faciès de rupture n'explique pas un tel écart des vitesses de propagation.

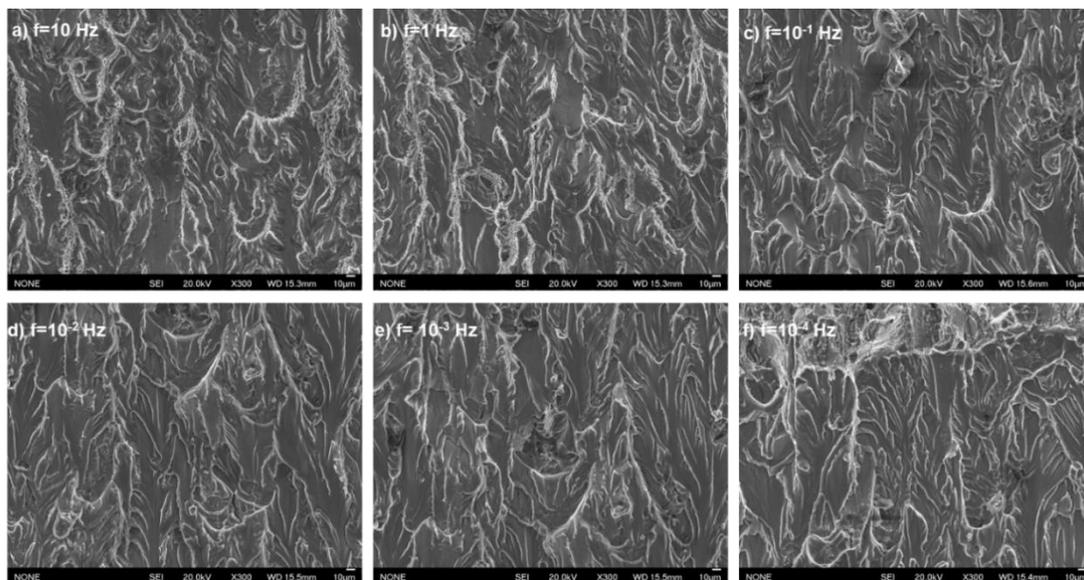


Figure V. 5: *Faciès de rupture à 23°C et $P(H_2O) = 43$ Pa à diverses fréquences, pour $\Delta K=10$ MPa \sqrt{m} et $R=0.1$*

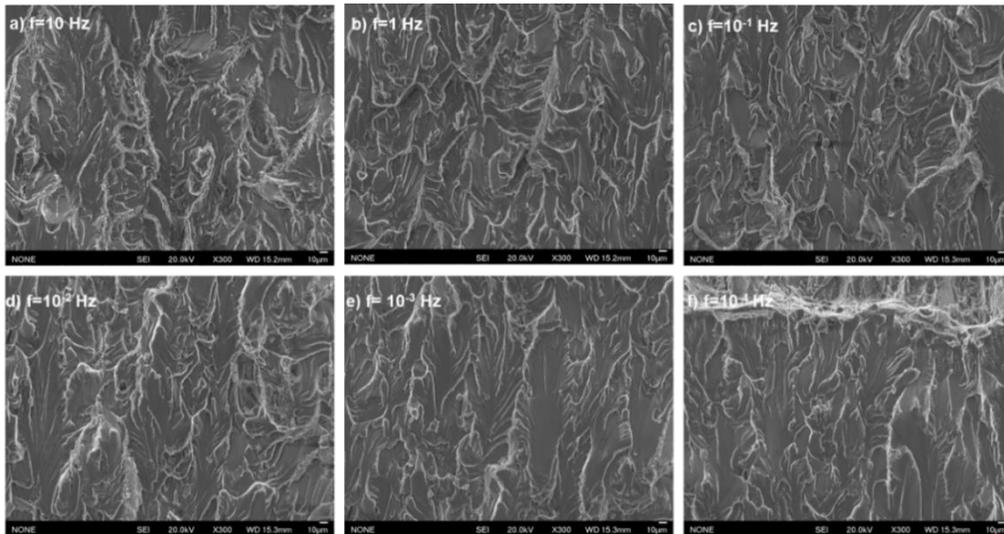


Figure V. 6: Faciès de rupture à -30°C et $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$ à diverses fréquences, pour $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $R = 0.1$

Cependant, encore une fois, si l'on examine attentivement le marquage des stries pour la plupart des environnements considérés, on constate que les stries sont peu marquées sous air sec (Figure V. 8 (a), (b) et c)) comparativement aux autres environnements (

Figure V. 7 et Figure V. 9), rendant la distinction de ces dernières difficile, particulièrement pour les fréquences élevées (1Hz et 10Hz). On sait que l'environnement inerte est associé à des vitesses de fissuration lentes et une présence de stries floutées et déformées. Sous air sec et à une fréquence de 10Hz et 1Hz, le très faible marquage des stries serait certainement à mettre en lien avec une propagation relativement lente. Comme évoqué dans le Chapitre IV (Section 2.2), cette morphologie de strie sous air sec pourrait être induite par une oxydation moins importante de la surface. La barrière d'oxyde étant probablement sinon inexistante du moins peu opérante sous air sec, cette dernière ne perturberait donc pas la vitesse d'accumulation des dislocations. Sous air humide, la reformation de l'oxyde étant plus rapide, l'effet de cette couche en surface peut bloquer la « fuite » des dislocations à travers la surface et être responsable d'un marquage bien net des stries.

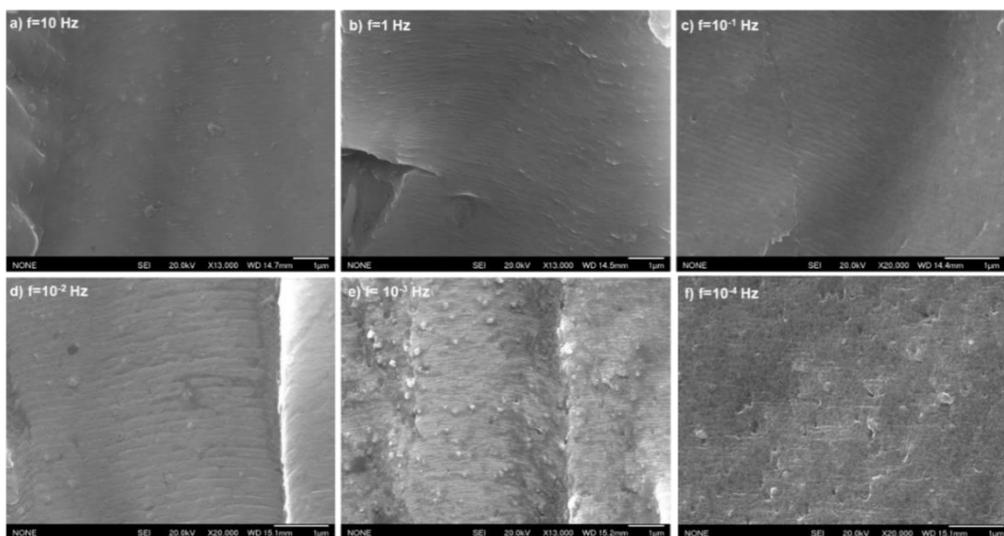


Figure V. 7: Faciès de rupture à 23°C et $P(\text{H}_2\text{O}) = 936\text{Pa}$ à diverses fréquences, pour $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $R = 0.1$

Néanmoins, nous ne sommes pas en mesure de quantifier l'effet de ces éléments sur une dégradation réduite de la résistance à la propagation. A ce stade, on imagine que l'effet bénéfique de l'air sec, par rapport à l'air humide et froid, visible sur les courbes de fissuration, est le résultat d'une contribution plus faible de l'hydrogène, comme suggéré par les concentrations d'hydrogène plus faibles que sous air ambiant (Section 3 du Chapitre IV).

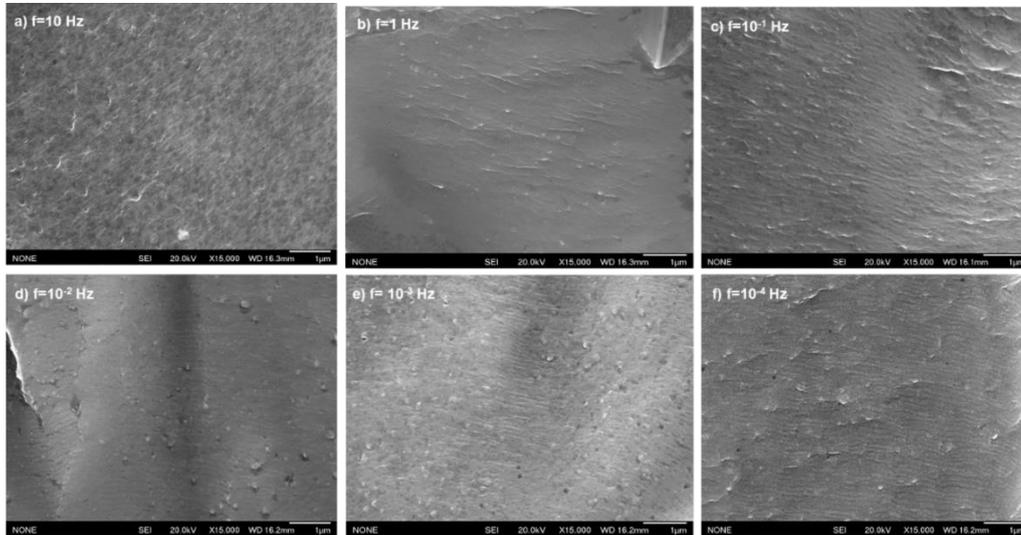


Figure V. 8: Faciès de rupture à 23°C et $P(H_2O) = 43\text{Pa}$ à diverses fréquences, pour $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $R = 0.1$

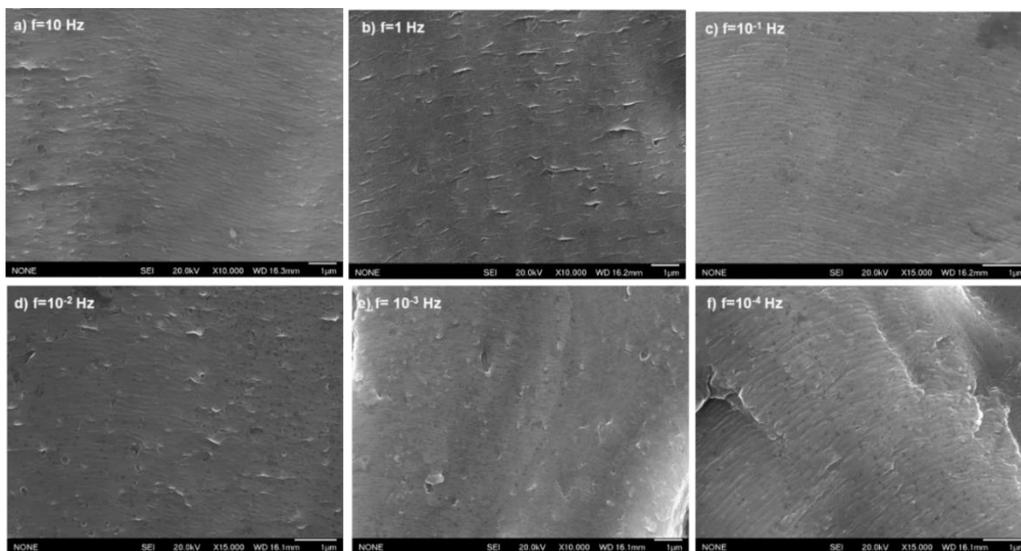


Figure V. 9: Faciès de rupture à -30°C et $P(H_2O) = 43\text{Pa}$ à diverses fréquences, pour $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $R = 0.1$

Les mesures d'interstries représentent un bon moyen de remonter aux cinétiques de propagation pour comparer ces dernières avec celles obtenues par suivi optique. En effet, la comparaison de ces données permettrait de s'assurer des vitesses obtenues présentées en Figure V. 1. La Figure V. 10 (a) présente les mesures d'interstries effectuées sur les éprouvettes sollicitées sous air ambiant, sous air sec et sous air froid. On constate que les mesures sont similaires, indépendamment de l'environnement, et que par conséquent les cinétiques sous air sec ne semblent pas si différentes de celles obtenues sous d'autres environnements.

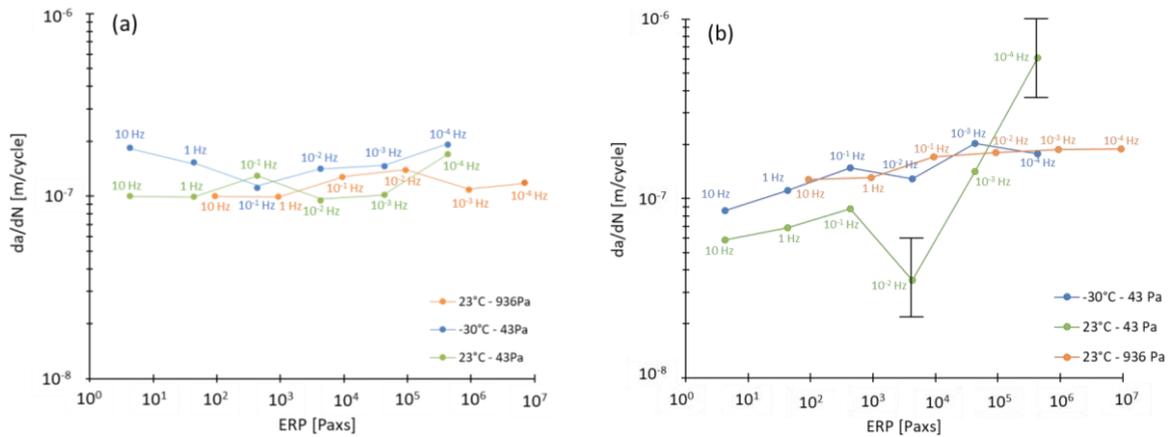


Figure V. 10: Cinétiques de propagation obtenues (a) à partir des mesures d'interstries sur les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées à différents environnement et (b) à partir du suivi optique. La barre d'erreur pessimiste est représentée pour le cas de l'air sec à 10^{-4} Hz et 10^{-2} Hz

La Figure V. 10 (a) reprend les vitesses de propagation obtenues à partir du suivi optique de l'avancée de fissure en fonction du nombre de cycles. Les vitesses moyennes des essais réalisés sous air ambiant et sous froid, courbes oranges et bleues des Figure V. 10 (a) et Figure V. 10 (b), sont similaires quelle que soit la valeur d'ERP, donc quelle que soit la fréquence pour une pression partielle P (H_2O) donnée. Néanmoins, les vitesses obtenues sous air sec via le suivi optique sont bien inférieures à celle obtenues via les estimations d'interstries (pour $f < 10^{-1}$ Hz). Cette différence d'estimation des vitesses de propagation pourrait être induite par une résolution de la binoculaire pour le suivi d'avancée de fissures mais la résolution la plus pessimiste, de l'ordre de $\pm 25 \mu m$, est bien inférieure à l'avancée de fissures de minimum $100 \mu m$ pour la fréquence de 10^{-4} Hz. Pour rappel, la résolution de la binoculaire utilisée pour mesurer l'avancée des fissures est de $\pm 10 \mu m$. Même en tenant compte de la barre d'erreur volontairement exagérée, la vitesse de propagation des fissures est plus importante sous air sec à $f = 10^{-4}$ Hz que sous air froid et air ambiant.

Cette différence de vitesses obtenue entre un suivi optique et par mesure d'interstries suggère que les écarts obtenus entre les vitesses sous air sec et le reste des environnements aux fréquences de 10^{-2} Hz et 10^{-4} Hz ne sont peut-être pas si importantes que ce qui est observable par le suivi optique.

V.2.2 Effets de l'environnement sur le chemin de fissuration

[Des analyses EBSD sur les éprouvettes CT, sollicitées à ΔK constant, fournissent des données sur l'effet de l'orientation cristallographique des grains et de l'environnement sur le chemin de fissuration.

Tout d'abord, une reconstruction des chemins de fissures par images MEB, présentée en Figure V. 11, offre une vision plus détaillée du chemin de fissuration. On constate l'absence de déviations importantes qui pourraient constituer la signature d'un mode type pseudo-stade I. De façon générale, on note un chemin de fissuration « lisse », particulièrement sous air froid. On note tout de même une ondulation plus marquée sous air humide (936 Pa et 1870 Pa), avec des angles de déviation plus marqués et très localisés.

Des observations au MEB, en mode BSE avec contraste des composants chimiques, ont permis d'obtenir une première visualisation de l'impact des précipités sur le chemin de fissuration. On constate que la fissure peut être déviée par les précipités (Al-Cu-Mg-Zn) les plus importants en taille, comme l'illustre la Figure V. 12 (a) et (c), contrairement aux précipités de plus petite taille observés en Figure V. 12 (b).

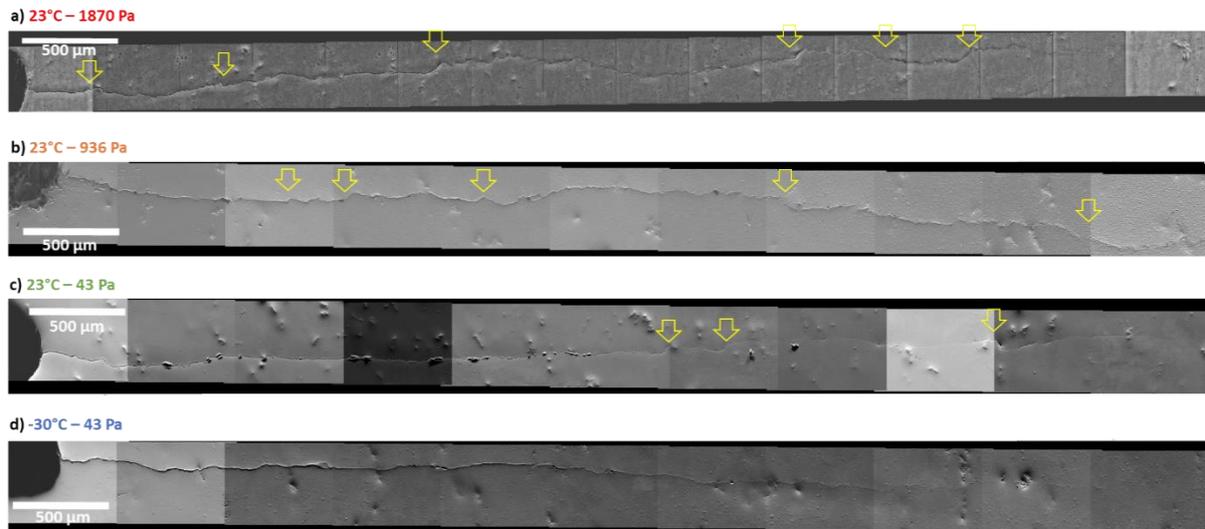


Figure V. 11: *Chemin de fissures a) sous air très humide, b) sous air ambiant, c) sous air sec et d) sous air froid. Les flèches jaunes indiquent les déviations importantes des fissures.*

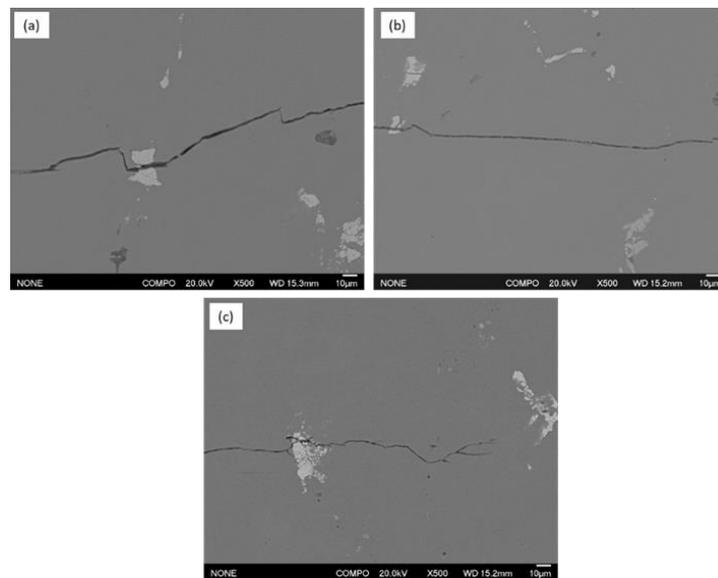


Figure V. 12: *Chemin de fissuration au MEB en BSE sous air humide traversant des précipités.*

Des analyses EBSD sur ces échantillons permettent de mesurer quantitativement les orientations locales et de vérifier si des orientations spécifiques influencent le chemin de fissuration. On retrouve sur la Figure V. 13, les cartographies d'orientations cristallographiques codées suivant l'axe de sollicitation et accompagnées des figures de pôle associées aux familles de plans $\{001\}$, $\{101\}$ et $\{111\}$. Les figures de pôles font clairement apparaître les composantes de laminage mais on note malgré tous des différences entre les figures de pôle des différents échantillons qui pourraient être causées par une légère erreur d'orientation au moment de l'extraction des éprouvettes de la tôle. Le code couleur correspond à l'IPF suivant l'axe Y (axe de sollicitation σ également). Comme évoqué précédemment, la fissuration est plutôt régulière pour tous les environnements sans changement important. Si maintenant on regarde l'effet des joints de grains sur le chemin de la fissure, on constate qu'il n'y a que très peu de changements de chemin qui soient cohérents avec le franchissement d'un joint de grain. Ce constat est cohérent avec les observations de Petit et al. [88] qui ont montré que la propagation de fissures sous vide et sous air dans un alliage 7075 T7351 est très peu affecté par les joints de grains.

En effet, un grand nombre de déviations de fissures sont observables à l'intérieur des grains. Des sous-structures de dislocations intragranulaires visibles au travers d'intenses gradients de couleurs peuvent être à l'origine de ces déviations.

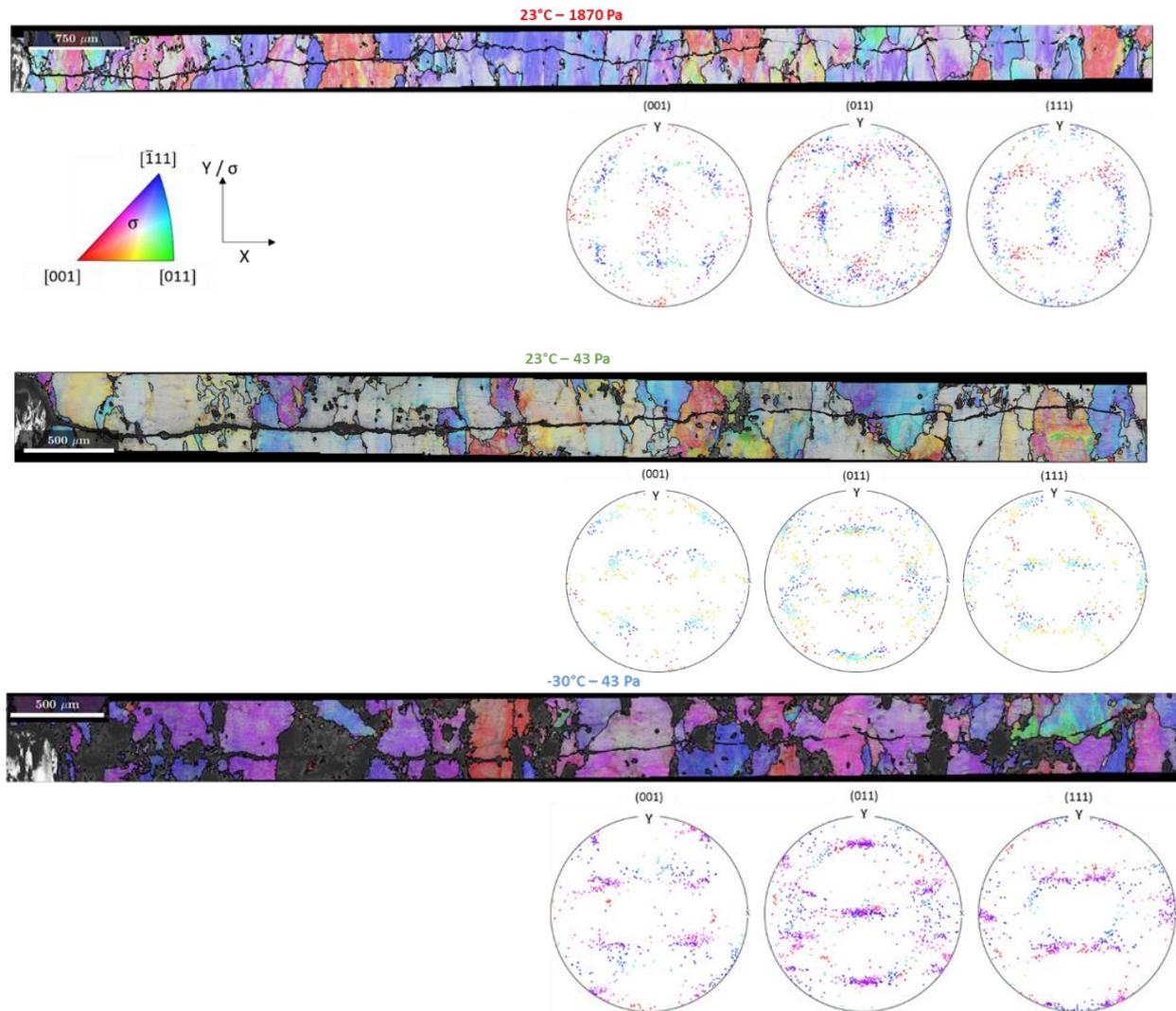


Figure V. 13: Cartographies d'orientations suivant l'axe de sollicitation obtenue sur une fissure se propageant sous air ambiant, sous air sec et sous air froid. Figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101} et {111}.

Ces cartographies combinées aux chemins de fissuration présentés en Figure V. 14 montrent que, en général, le mode de propagation de fissures est assez similaire d'un grain à l'autre. Néanmoins, dans le cas de la sollicitation sous air très humide ($P(\text{H}_2\text{O}) = 1870 \text{ Pa}$), on retrouve des grains dont l'orientation est similaire et où la fissuration procède en zigzag (Figure V. 11). Au premier abord, le mode de propagation pour ces quatre environnements semble similaire. En particulier, la meilleure résistance à la propagation de fissures notée sous air sec sur la Figure V. 1 n'est visiblement pas justifiée par une contribution significative d'un mode de propagation lent (stade I ou pseudo stade I).

Les cartographies EBSD en Figure V. 14 présentent des chemins de fissures avec les traces des plans de glissement (système de glissement octaédrique $\{111\} \langle 110 \rangle$) pour tous les environnements. Toutes les cartographies ont été post-traitées avec la même procédure et les mêmes paramètres dans l'outil MTEX V5.7 sous Matlab. En se rapprochant de la norme ASTM

2627 [166] qui s'applique uniquement aux matériaux poli cristallins recristallisés, un angle de seuil à 10° entre deux points de mesure a été défini pour considérer un grain.

Ces analyses EBSD présentent toutefois certaines limites. La limitation de premier ordre est de faire une analyse des traces des plans de glissements à partir des orientation moyennes des grains (groupe de points dont l'orientation est inférieur à 10°). Ainsi les traces des plans $\{111\}$ sur chaque grain sont déterminées à partir de cette orientation moyenne. Ensuite, une quantification du ligament de fissure qui suit les traces des plans de glissement est réalisée. Néanmoins, compte tenu de la forte désorientation intragranulaire (Chapitre II, Section 3.2) et de la déformation plastique induite par le passage de la fissure, que les traces des plans de glissement obtenus ne sont pas complètement représentatives du voisinage du chemin de la fissure. Ainsi, l'évaluation de l'influence de l'environnement sur les modes de propagation est faite au travers d'une analyse moyennée des traces des plans de glissement.

Concernant la sollicitation sous air ambiant, l'analyse des traces des plans de glissement révèle une fissuration qui est plutôt indépendante de ces plans cristallographiques même si, parfois, elle suit les traces des plans $(\bar{1}\bar{1}1)$ et $(\bar{1}1\bar{1})$. Les autres traces des plans (111) et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ sont aussi occasionnellement observées. Sous air sec et sous air froid avec une pression partielle $P(\text{H}_2\text{O}) = 43$ Pa, le même constat est établi : la fissure ne suit qu'occasionnellement les traces des plans $(\bar{1}\bar{1}1)$ et (111) .

Même si les chemins de fissure présentés en Figure V. 11 révèlent un chemin de fissuration plus tortueux sous air humide, nous avons tout de même constaté que les fissures ont tendance à suivre les traces des plans $\{111\}$ sous environnement sec ($P\text{H}_2\text{O}=43\text{Pa}$).

En conclusion de ces analyses, on retiendra qu'elles indiquent bien que les plus grandes valeurs d'ERP testées (donc les plus faibles fréquences) n'activent pas de modes de propagation différents. Quelles que soient la valeur d'ERP et la température, à $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, le mode de propagation est toujours transgranulaire et ne suit pas des traces de plans bien spécifiques. On retiendra aussi que la vitesse de propagation sous air sec qui se distingue des autres vitesses sous les environnements humides et froid ne semble pas provenir d'un chemin de fissuration différent de ce qui a été constaté sur les autres environnements.

Les deux paragraphes suivants s'attachent à explorer d'autres causes qui pourraient expliquer les vitesses de propagation obtenues sous air sec.

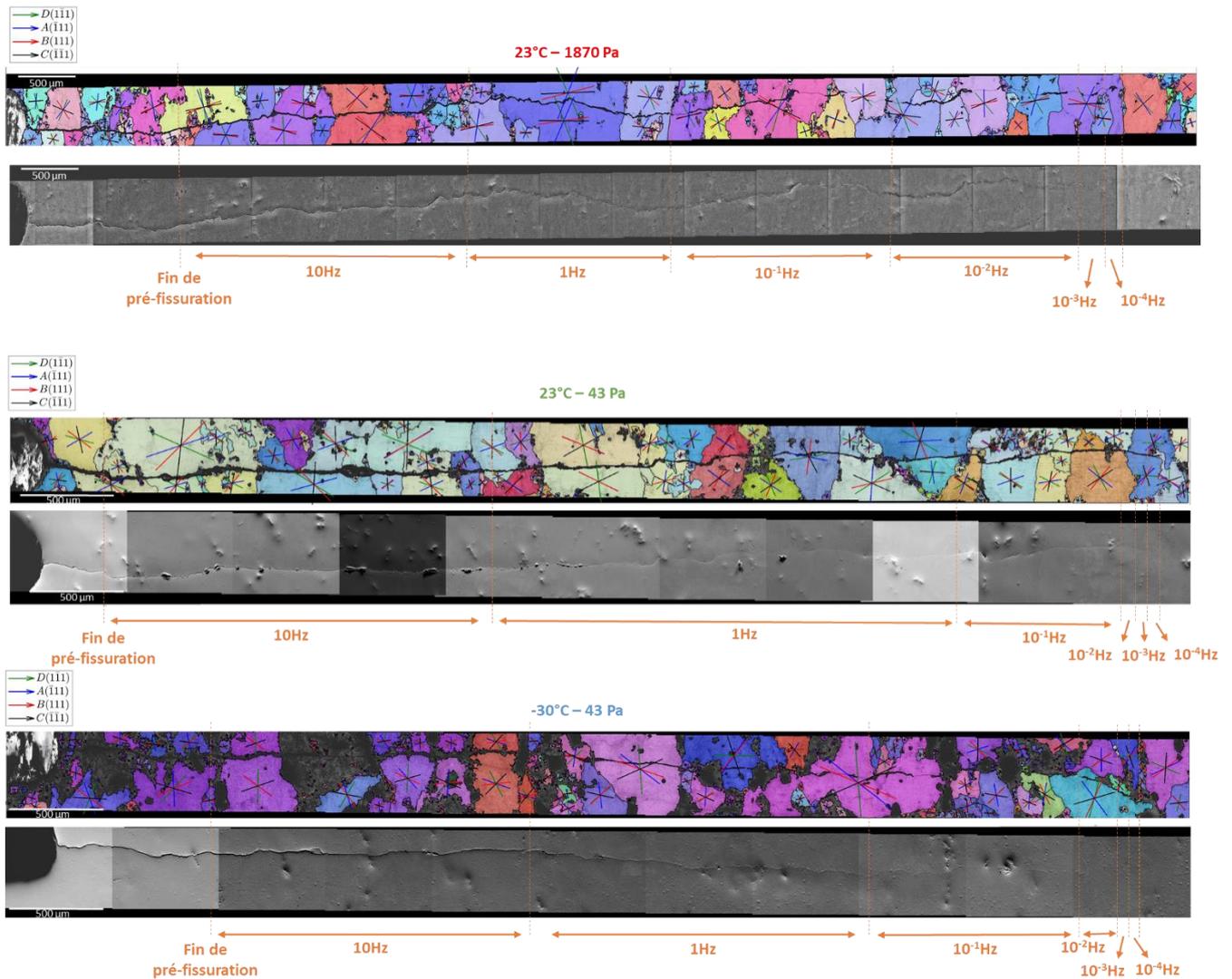


Figure V. 14: Traces des plans $\{111\}$ sur les cartographies EBSD obtenues sur des fissures se propageant sous différents environnements avec un ERP croissant lié à la décroissance de la fréquence

V.3 Effets de l'exposition à l'environnement sur l'activité plastique en pointe de fissures

Il est en effet désormais bien établi que l'hydrogène dissous peut modifier la déformation plastique autour de la pointe des fissures. Pour évaluer l'effet de l'humidité, et donc potentiellement de l'hydrogène issu de la dissociation, sur l'activité de la plasticité en pointe de fissures, nous nous sommes attachés à caractériser l'activité plastique en pointe de fissures en fonction de l'ERP (donc en fonction de l'humidité dans l'air et de la fréquence). Pour ce faire, nous avons fait le choix de mener cette caractérisation sur deux éprouvettes CT sollicitées sous des taux d'exposition très différents : l'une sollicitée sous environnement inerte avec $ERP=2,1 \times 10^{-5}$ Paxis ($P(H_2O)=2,1 \times 10^{-4}$ Pa à une fréquence de 10Hz) et l'autre sous air ambiant avec $ERP=93600$ Paxis ($P(H_2O)=936$ Pa à une fréquence de 10^{-2} Hz).

La Figure V. 15 illustre les principales étapes d'extraction des lames par usinage FIB (Focus Ion Beam) à partir de zones sélectionnées du faciès de rupture à une longueur de fissure correspondant à $\Delta K=10 \text{ MPa} \times \sqrt{\text{m}}$. On privilégie en outre une zone « plane » pour faciliter l'usinage de la lame.

Les lames sont enfin prélevées de façon à ce qu'elles soient globalement parallèles au sens de propagation macroscopique de la fissure tout en considérant que l'orientation locale des stries soient perpendiculaire aux lignes de stries de façon à ce que les profils des stries soient visibles.

Une fois la zone d'intérêt choisie, on applique une couche d'environ $1,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur de platine dans le but de protéger la surface de la lame du faisceau d'ions gallium (Ga). En effet, des études ont mis en lumière l'effet néfaste des faisceau d'ions Ga pour la préparation de lames d'aluminium ([167]–[170]). Il semble que ces ions Ga aient tendance à endommager la couche supérieure de la lame puisque que ces derniers se concentreraient sous forme de cluster sur la surface ou encore suivant les joints de grains. De plus, le gallium qui pénètre peut former une sorte de ligne de front de Ga visible sur les lames [170]. Les travaux de Hugo et al. [170] montrent que le front de pénétration peut interagir avec les dislocations aux joints de grains, altérant ainsi la vitesse de pénétration du Ga et son profil. Cependant, il s'avère que le dépôt de platine n'est pas sans risque non plus pour la qualité de la lame. En effet, la profondeur et l'endommagement induit par le dépôt d'ions (I beam) de platine dépend des paramètres d'intensité et de courant [171]. Pour endommager le moins possible le matériau en sous couche, nous nous sommes appuyés sur les paramètres recommandés par Thompson et al. [171]. Ainsi le dépôt de platine a été réalisé avec les paramètres suivants :

- E beam (Faisceau d'électrons Ga) : dépôt d'une couche de Pt de 300 nm à 3KV et 1,4 nA
- I beam (Faisceau d'ions Ga) : dépôt d'une couche de Pt de 2,5nm à 30KV et 2,5 μm

Après protection de la lame, l'étape de découpe autour de cette dernière peut commencer. Cette étape est illustrée en Figure V. 15 (b). L'idée est de faire une découpe en biais qui soit plus profonde près de la position de la lame. Une fois les coupes effectuées de part et d'autre de la lame, la pointe du micromanipulateur est fixée sur le haut de la lame et une dernière découpe permet de séparer la lame du faciès de rupture. Enfin, comme illustré en Figure V. 15 (c), la lame est fixée sur un support en cuivre en forme de demi-cercle. La lame peut alors subir un amincissement par FIB de façon à obtenir une épaisseur inférieure à 100 nm pour réaliser des observations au STEM et au MET.

Dans un premier temps, ces lames ont été observées en STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) dans le but premier de visualiser la structure des dislocations sous la surface de rupture. Avant d'aborder l'analyse des dislocations, un premier constat à faible grossissement a été réalisé. La Figure V. 16 rassemble les images STEM des lames issues d'éprouvettes sollicitées sous environnement inerte (23°C , $P(\text{H}_2\text{O}) = 2,1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ et $f = 10 \text{ Hz}$), sous air ambiant (23°C , $P(\text{H}_2\text{O}) = 936 \text{ Pa}$, $f = 10^2 \text{ Hz}$) et enfin une lame issue de la tôle qui constitue l'état de référence. Si l'on regarde la lame correspondant à l'environnement inerte (Figure V. 16 (a)), on constate la présence de zones contrastées au bout des flèches rouges, très marquées sous forme d'anneaux concentriques au niveau du passage de la fissure. Sous air ambiant (Figure V. 16 (b)), cette zone est plus uniforme et sous forme de liseré sous la surface de rupture.

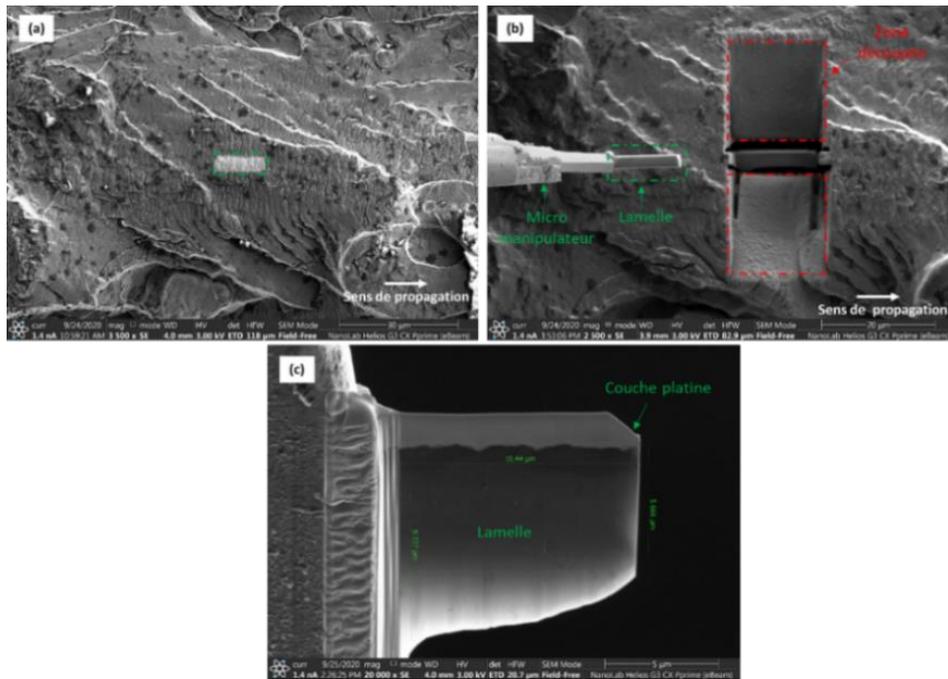


Figure V. 15: Préparation des lames FIB (a) début de dépôt protecteur de platine ; (b) usinage et extraction de la lame par un micro manipulateur ; (c) Fixation de la lame sur un support en cuivre et amincissement de la lame

Ces contrastes, également observés au MET (Figure V. 17), peuvent être induits par une variation d'épaisseur, ou alors être un contraste d'orientation cristalline lié à une déformation elle-même induite par des contraintes stockées qui déforme l'échantillon lors de l'amincissement de la lame. La première option paraît très peu probable au vu du soin particulier apporté à l'étape d'amincissement. Il est plus probable que ces contrastes soient le résultat du niveau intense de déformation induit par le passage de la fissure qui aurait fortement impacté l'orientation cristalline.

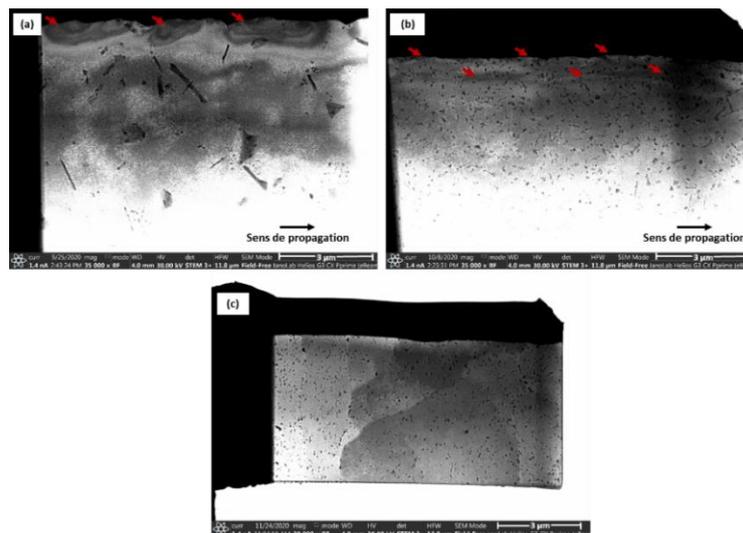


Figure V. 16: Image STEM en champ clair (a) d'une lame d'une éprouvette sollicitée à 10Hz sous vide x35K à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (b) d'une lame d'une éprouvette sollicitée à 10^{-2}Hz sous air ambiant x35K à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (c) d'une lame d'un échantillon sain sans sollicitation mécanique x30K.

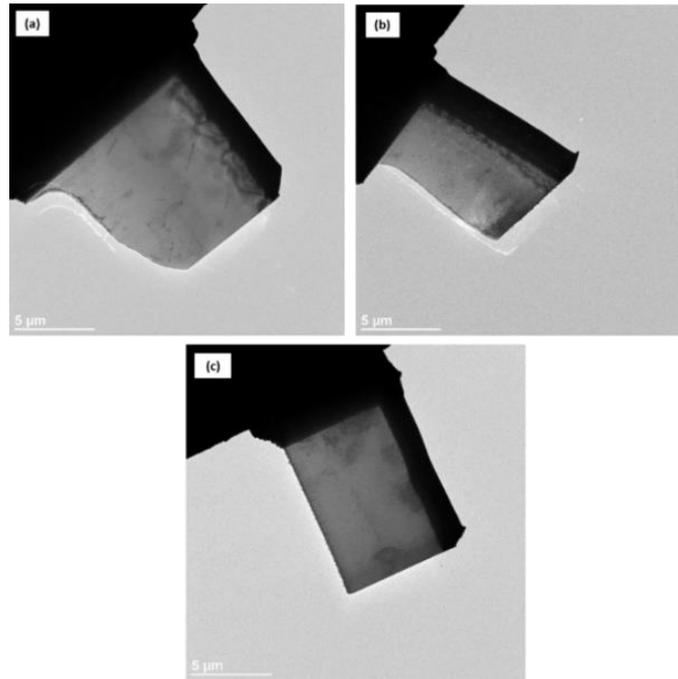


Figure V. 17: Image MET en champ clair $\times 1K$ (a) d'une lame de CT sollicitée à 10Hz sous vide $\times 35K$ à $\Delta K = MPa \times m^{1/2}$ (b) d'une lame de CT sollicitée à $10^{-2}Hz$ sous air ambiant $\times 35K$ à $\Delta K = 10MPa \times m^{1/2}$ (c) d'une lame d'un échantillon sains sans sollicitation mécanique $\times 30K$

Suite aux difficultés rencontrées pour détecter des dislocations sur ces lames en mode STEM, il a été décidé d'effectuer des observations en MET conventionnel sur ces mêmes lames. Pour les deux lames, la présence des différents types de précipités ainsi que l'écroutissage induit par le laminage rend la structure des dislocations après déformation particulièrement difficile à imager. En se basant sur les observations présentées ci-dessous (Figure V. 18), on constate que sous environnement inerte, les dislocations ne sont pas évidentes à distinguer. Certaines semblent tout de même se présenter sous forme de petites lignes qui forment une structure en cellules mais sont très compliquées à détecter.

Sous air ambiant, on distingue sur la Figure V. 19 que les dislocations sont bien mieux visibles. Elles ne sont pas sous forme de cellules mais sous forme de « lignes de couture » discontinues que l'on retrouve sur des précipités et/ou des joints de grains. Cette observation va dans le sens des observations de Goswami et al. [172] sur un alliage 7075 T7 sollicité sous air ambiant. En effet ces auteurs constatent que les dislocations sont épinglées par les précipités de part et d'autre de joints de grains. Cela confirme donc le rôle des joints de grains et précipités des alliages d'aluminium à durcissement structural comme étant des pièges ou des sources de dislocations lors de déformations.

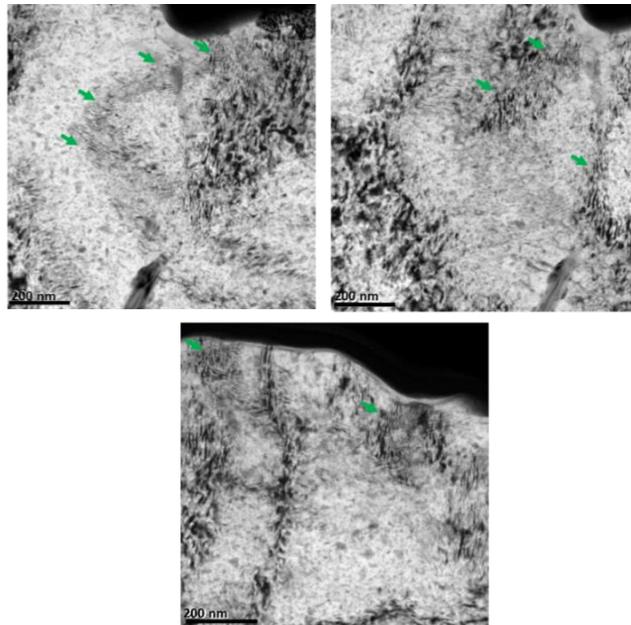


Figure V. 18: Image MET de la lame issue d'une éprouvette sollicitée sous environnement inertes à $\Delta K=10 \text{ MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (23°C , $P(\text{H}_2\text{O})=2,1\times 10^{-4} \text{ Pa}$ et $f=10\text{Hz}$). Les flèches vertes indiquent les dislocations.

En s'appuyant sur les observations de la Figure V. 20, on retiendra que sous air humide et à très faibles fréquences, i. e. à fort ERP, les lignes de dislocations sont plus facilement visibles et semblent moins enchevêtrées que pour une sollicitation sous vide à fortes fréquences (faible ERP).

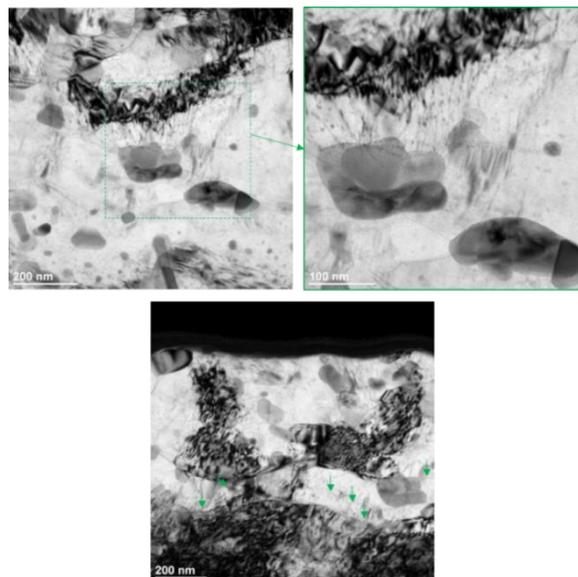


Figure V. 19: Image MET de la lame issue d'une éprouvette sollicitée sous air ambiant à $\Delta K=10 \text{ MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (23°C , $P_{\text{H}_2\text{O}}=936 \text{ Pa}$ et $f=10^{-2} \text{ Hz}$). Les flèches vertes indiquent les dislocations.

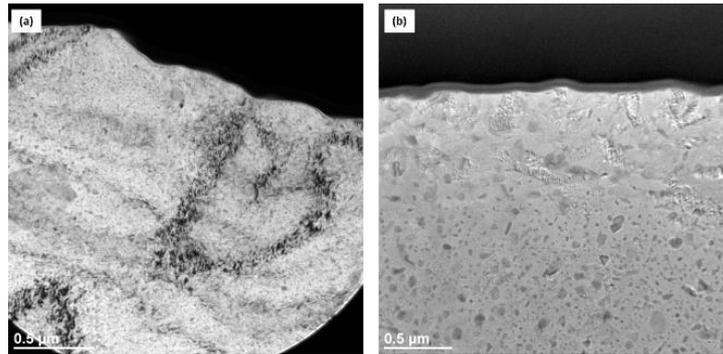


Figure V. 20: Image MET en champ clair $\times 1K$ (a) d'une lame de CT sollicitée à 10Hz sous vide $\times 12K$ à $\Delta K = MPa \times m^{1/2}$ (b) d'une lame de CT sollicitée à $10^{-2}Hz$ sous air ambiant $\times 12K$ à $\Delta K = 10MPa \times m^{1/2}$

Les études portant sur le rôle spécifique de l'humidité sur la structure des dislocations dans les alliages à durcissement structural sont peu nombreuses. Toutefois Ro et al. [132] ont montré que la différence importante de la valeur de l'ERP ($50 Pa \times s$ et $10^{-8} Pa \times s$) sur un alliage d'aluminium Al-4Cu-1,4Mg sollicité à même ΔK , n'influence pas le type de structure de dislocations formée en pointe de fissure qui se présente toujours sous forme de cellules. Néanmoins, il semble que l'augmentation de l'ERP induit une diminution de l'épaisseur des parois des cellules de dislocations ainsi qu'une diminution de l'épaisseur des bandes de glissement. Ceci suggère une plus faible accumulation des déformations plastiques en pointe de fissure. On peut également mentionner les travaux de Thomson et al. [25] et Harris et al. [26] portant sur les facteurs microstructuraux responsables de l'abatement de propriétés en fatigue d'un alliage 7075-T651 sollicité sous environnement inerte avec un ERP de $0,027 Pa \times s$ à $23^\circ C$ et à $-65^\circ C$ à deux niveaux de ΔK . Ces auteurs n'observent que peu d'effet de la température sur les structures des dislocations formées. En effet, les dislocations ne présentent pas de structures organisées mais sont dispersées pour le cas d'une sollicitation à $-65^\circ C$ pour $\Delta K = 6MPa \times \sqrt{m}$, alors qu'elles semblent bien plus structurées pour les 3 autres conditions (Figure V. 21). Ils constatent aussi la présence d'une couche superficielle qu'ils attribuent à une recristallisation localisée. De façon similaire aux observations reportées ici (Figure V. 16 et Figure V. 17), cette couche semble être uniforme en termes d'épaisseur sous exposition à l'ambiante, alors qu'elle est plutôt irrégulière et décrite comme « globulaire » à $-65^\circ C$.

L'analyse réalisée dans le cadre de l'évaluation de l'effet de l'ERP sur l'activité plastique en pointe de fissure présentée ici est principalement qualitative et très localisée. Néanmoins, les observations que nous tirerons de ces analyses sont utilisés comme des indicateurs permettant de proposer une explication des principaux mécanismes mis en jeu pour un ERP donné. En particulier, une étude quantitative de la densité des dislocations aurait mérité d'être conduite. Toutefois, en s'appuyant sur la littérature [161], on s'attend à retrouver une densité de dislocations plus importante sous environnement inerte que sous environnement ambiant. Néanmoins, Shen et al. [82] avancent l'idée que la présence d'un film d'oxyde (qui pourrait largement se former sous air ambiant pour une valeur d'ERP de $93\ 600 Pa \times s$) favoriserait l'irréversibilité des glissements et l'accumulation des dislocations près de la surface ayant pour conséquence une augmentation de la densité des dislocations.

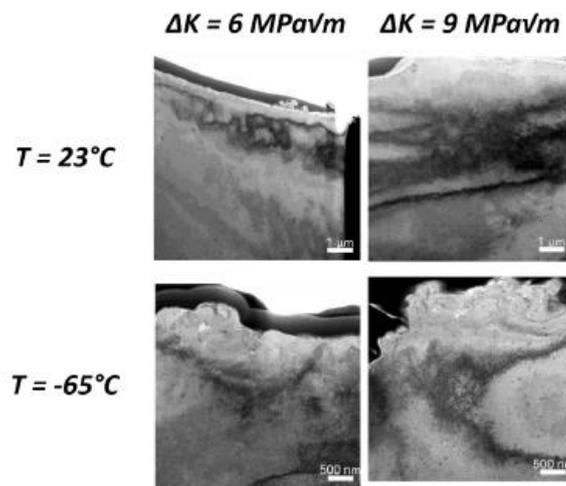


Figure V. 21: Images STEM en champ clair pour l'observation des structures de dislocations d'un alliage 7075-T651 sollicité sous environnement inerte avec un ERP de 0,027 Pa.s à 23°C et à -65°C [174].

L'identification par DRX (Diffraction des Rayons X) de la structure cristalline au sein de la couche contrastée n'a pu hélas être menée. Idéalement, une caractérisation de l'orientation cristalline initiale avant déformation aurait été utile. Aussi, comme nous l'avons vu dans le Chapitre II, les grains sont relativement déformés, ce qui rend difficile toute affirmation précise quant à l'orientation moyenne sans caractérisation précise dans la zone d'intérêt avant essai. Néanmoins des clichés de diffraction ont mis en lumière un changement d'orientation du réseau entre la zone contrastée et une zone située à plus de 1,2 μm du faciès de rupture. La Figure V. 22 présente une image MET de la lame prélevée sur le faciès de rupture d'une éprouvette CT sollicitée sous air ambiant avec deux autres clichés de diffraction effectués à deux endroits distincts. On constate clairement une désorientation de l'ordre de 40° entre les deux zones, indiquant une potentielle rotation locale du réseau cristallin à l'origine de cette couche contrastée.

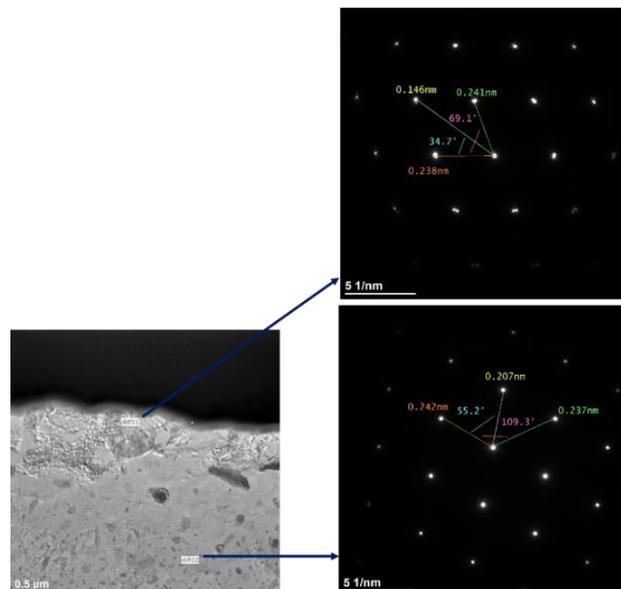


Figure V. 22: Image MET d'une lame de CT sollicitée avec $f=10^2$ Hz sous air ambiant $\times 35K$ à $\Delta K=10 \text{ MPa} \times \text{m}^{1/2}$ avec les clichés de diffraction

Néanmoins, l'hypothèse d'une importante densité de dislocations à l'origine d'une importante désorientation concorde avec les résultats de Goswami et al. [172] sur l'alliage 7075 T7 sollicité à

température ambiante. En s'appuyant sur des analyses de DRX, ces auteurs ont mis en évidence des variations d'intensité des pics 111 et 200 : ainsi l'intensité du pic 111 augmenterait à mesure que l'on s'approche de la fissure à l'inverse de l'intensité du pic 200, suggérant une rotation du réseau. A cela s'ajoute le constat d'un changement de texture, avec une texture cubique loin de la fissure alors que proche de la fissure, l'orientation serait aléatoire. Les auteurs attribuent cette différence à l'augmentation de la densité des dislocations dans la zone plastifiée, c'est-à-dire proche de la fissure. D'ailleurs, la taille de la zone plastifiée caractérisée par la rotation du réseau (estimée à 11°) est supérieure d'un ordre de grandeur à celle théoriquement prédite.

L'observation de cette même lame est illustrée en Figure V. 23. On y distingue très clairement la présence de sous-joints témoins d'une probable recristallisation sur une profondeur moyenne estimée à $1\ \mu\text{m}$.

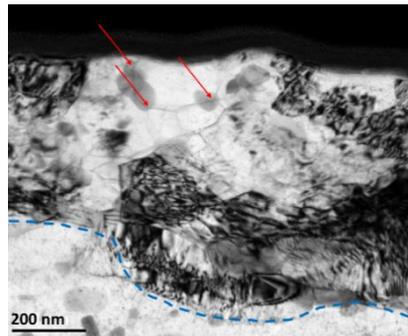


Figure V. 23: Image MET sous la surface de rupture d'une lame FIB extraite d'une éprouvette CT sollicitée sous air ambiant à une fréquence de 10^{-2} Hz pour un $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$. Les flèches rouges indiquent des sous joints et le trait discontinu bleu délimite la couche contenant des sous joints.

Pour confirmer la présence de sous-joints, des observations complémentaires en EBSD réalisées au sein du centre de micro-caractérisation Raimond Castaing et analysés à Pprime ont été réalisées. Les Figure V. 24 et Figure V. 25 correspondent à des cartographies EBSD mettant en évidence l'orientation du cœur de grain de chaque lame selon la direction macroscopique de propagation et selon la direction macroscopique perpendiculaire au faciès de rupture respectivement. On constate que la sollicitation sous air ambiant avec un ERP de $93600\ \text{Pa}\times\text{s}$ (Figure V. 24 (b) et Figure V. 25 (b)), engendre une couche de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$ où une désorientation cristallographique localisée est bien plus importante que sous vide (Figure V. 24 (a) et Figure V. 25(b)).

Sur la Figure V. 24, on constate que l'orientation au cœur des deux grains, i. e. loin de la surface de rupture, est légèrement différente mais correspond malgré tout à des directions favorisant le glissement simple. L'orientation de chaque cœur de grain est représentée sur la figure de pôle inversée avec la représentation des iso-courbes de facteurs de Schmid. Ces deux orientations correspondent à des modes de « glissement simple » caractérisés par un facteur de Schmid supérieur à 0,42 (délimitée sur la figure de pôle par les flèches rouges). En effet, ces directions sont loin des pôles et correspondent aux deux directions qui, selon la littérature, favorise le glissement simple. Le comportement des CFC est relativement similaire lorsqu'uniquement un seul système est activé [175], [176].

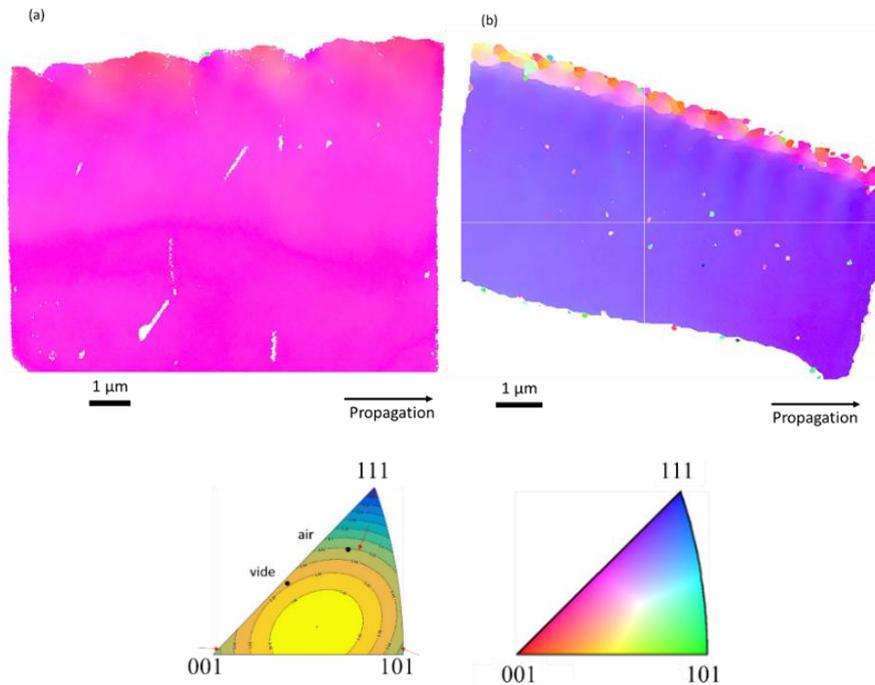


Figure V. 24: Cartographie EBSD représentant l'orientation du grain analysé tracé selon la direction macroscopique de propagation de la lame issue d'une sollicitation avec (a) $ERP= 2,1 \times 10^{-5} \text{ Pa} \times \text{s}$ et (b) $ERP= 93600 \text{ Pa} \times \text{s}$

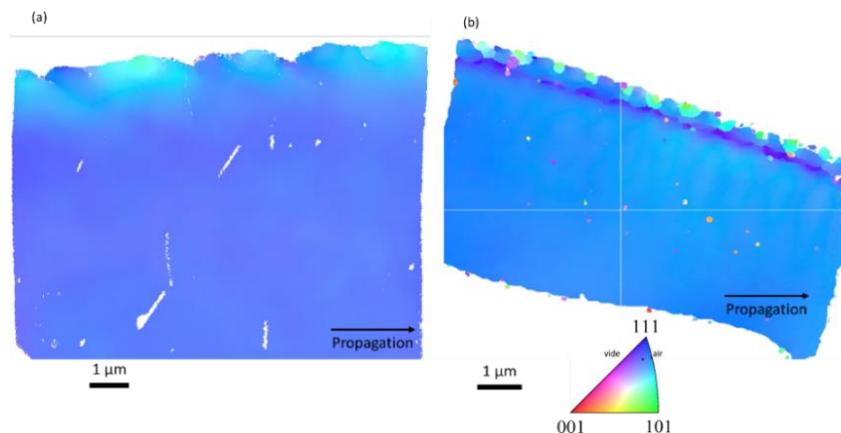


Figure V. 25: Cartographie EBSD représentant l'orientation du grain analysé tracé selon la direction macroscopique perpendiculaire au faciès de rupture de la lame issue d'une sollicitation avec (a) un ERP de $2,1 \times 10^{-5} \text{ Pa} \times \text{s}$ et (b) un ERP de $93600 \text{ Pa} \times \text{s}$

Les analyses qui suivent ont été réalisées selon la direction macroscopique de propagation, c'est-à-dire correspondant à un axe horizontal. La Figure V. 26 illustre l'angle de désorientation identifié sur les deux lames. Pour une sollicitation avec un ERP de $93600 \text{ Pa} \times \text{s}$ présenté en Figure V. 26 (b), il apparaît clairement que la rotation du réseau induite par la déformation plastique fortement localisée en pointe de fissure provoque la formation de sous-joints dont la désorientation peut largement dépasser 10° et 15° , alors que l'on ne distingue que de très faibles désorientations dans le cas d'une valeur d' ERP très faible (Figure V. 26 (a)). En effet sous vide, la Figure V. 26 (a) confirme une déformation irrégulière qui explique les zones contrastées observées en STEM et en MET sur la Figure V. 16 (a) et la Figure V. 17 (a). Autrement dit, on discerne bien sur la Figure V. 26 (b) une frontière qui délimite une série d'orientations variables de grains alors que la Figure V. 26 (a) met en évidence un gradient d'orientations.

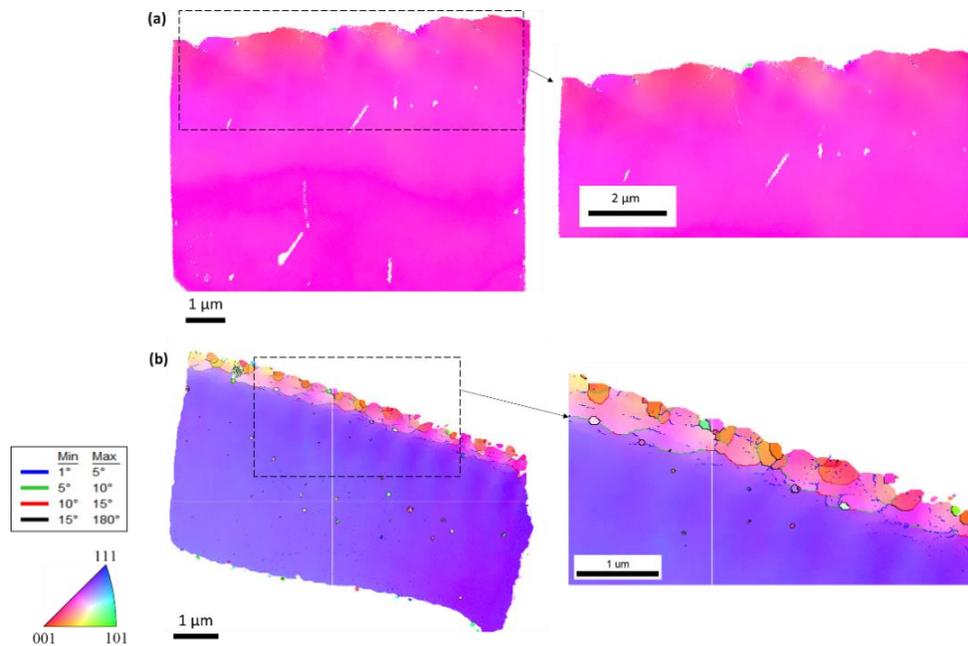


Figure V. 26: Cartographies de la texture EBSD-TC (Texture Component) (a) de la lame sollicitée avec un ERP de $2,1 \times 10^{-5}$ Pa.s et (b) une lame avec un ERP de 93600 Pa.s

Harris et al. [173] ont aussi souligné, via des analyses KAM, que la déformation est très localisée dans le cas où l'hydrogène assiste la propagation de fissures dans un alliage 7075-T651, ce qui plaide, là encore, en faveur d'un processus de type FPH pour un ERP de 93600 Pa x s. Ces observations soulèvent la question des rôles respectifs de la plasticité et de l'environnement, voire plus probablement dans leur interaction, dans la différence avérée de rotation du réseau, voire d'une recristallisation en pointe de fissure pour ces deux conditions d'ERP très élevé et très faible.

En confrontant les mesures d'interstries avec les analyses de texture menées sur ces lames, comme illustré en Figure V. 27, on constate dans le cas d'un ERP de 93600 Pa x s une rotation du réseau très importante qui se produit systématiquement au niveau de la pointe de strie et dont la périodicité coïncide de ce fait avec l'interstrie (Figure V. 27(b)). A l'inverse, un tel niveau de désorientation du réseau cristallin n'est pas observé dans le cas d'une sollicitation avec ERP = $2,1 \cdot 10^{-5}$ Pa x s (Figure V. 27 (a)). D'après l'examen de la Figure V. 27 (b), il semble que lorsque le cycle de sollicitation atteint la charge maximale, cela entraîne une tortuosité des plans de grains (donc une rotation du réseau) bien plus importante et localisée que dans le cas d'une sollicitation sous vide à une fréquence bien plus élevée (ERP de $2,1 \cdot 10^{-5}$ Pa x s).

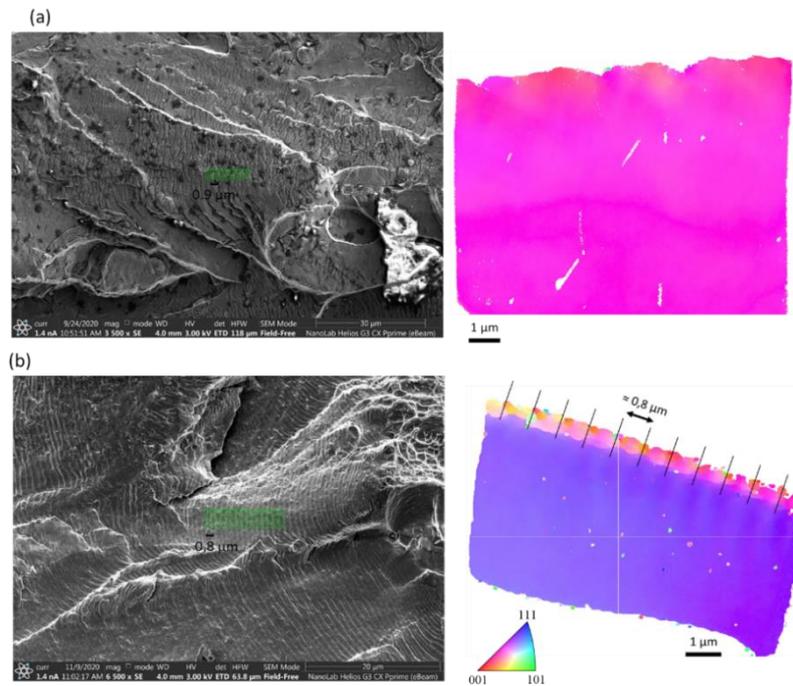


Figure V. 27: Confrontation des distances interstries sur le faciès de rupture avec les mesures de pas de rotation maximale du réseau sur la lame avec (a) un ERP de $2,1 \cdot 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ et (b) un ERP de $93600 \text{ Pa} \cdot \text{s}$

Pour quantifier, de manière plus précise, le niveau et l'évolution de la désorientation tout au long du sillage de la fissure ainsi que dans l'épaisseur de la couche impactée par l'activité plastique en pointe de fissure, des mesures de désorientation ont été effectuées à partir d'un chemin bien spécifique illustré sur les deux lames en Figure V. 28. Avec une valeur ERP = $2,1 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ représenté en Figure V. 28 (a), on obtient une désorientation maximale de 15° . On vérifie à nouveau la présence d'un gradient continu de désorientations en avant de la pointe de la fissure (sur $1 \mu\text{m}$) mais aussi en profondeur.

Avec un ERP bien plus important, on mesure (voir Figure V. 28 (b)) des désorientations maximales de l'ordre de 50° . De plus, de façon périodique, on constate que le franchissement de sous-joints correspond à chaque fois à un pic de désorientation de 15° comme indiqué par les flèches sur ladite figure. Cette concentration d'activation des systèmes de glissements est suffisamment élevée en pointe de fissure pour induire de telles rotations du réseau cristallin. Si on considère la recristallisation comme étant simplement la création de grains indépendamment du mécanisme métallurgique contrôlant ce processus, il est possible que l'on soit en présence d'une recristallisation marquée et confinée en pointe de fissure.

La sollicitation en fatigue avec un tel niveau d'intensité de contrainte sous air humide, accompagnée d'un temps d'exposition plutôt long (période de 100s) pourrait induire l'adoucissement du matériau permettant le développement de densité de dislocations sur une zone très faible (correspondant à la taille de grains fortement tordus de l'ordre de $0,25 \mu\text{m}$) suffisamment importante pour conduire à la formation d'un sous domaine d'orientation, voire à une recristallisation. Sous vide avec une fréquence plus élevée, il est fort probable que le matériau ne soit pas adouci pour permettre une accumulation d'autant de dislocations responsables d'une importante rotation du réseau voire d'une recristallisation.

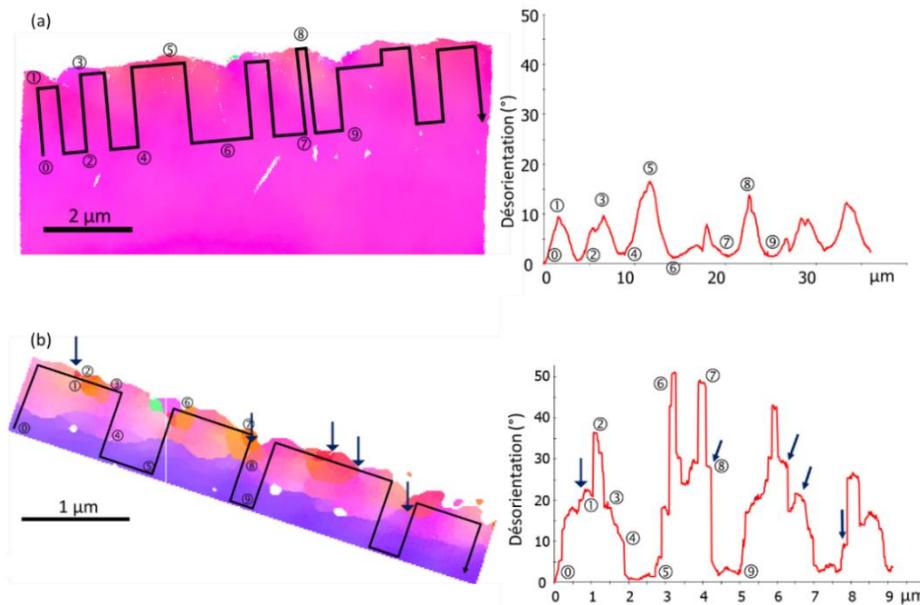


Figure V. 28: Mesure de l'orientation des plans le long du sillage de la fissure pour la condition (a) avec un ERP de $2,1 \times 10^{-5}$ Paxs et (b) un ERP = 93600 Paxs

De plus, si l'on reprend la Figure V. 20 (b), on constate que la couche « recristallisée » est dépourvue "déplétée" des plus petits précipités. Cette rotation du réseau très localisée semble bien responsable de cette déplétion. Cette conséquence de la rotation du réseau n'est, à ce stade, pas explicable même si un échauffement local pourrait expliquer un tel phénomène. Néanmoins, une telle diminution du nombre de précipités contribue à faciliter localement la mobilité des dislocations. Par ailleurs, cette diminution de précipités fins pourrait également influencer la diffusion et le piégeage de l'hydrogène. Selon les travaux de Oger et al. [117], les précipités fins, en introduisant une distorsion du réseau, piègent l'hydrogène et limitent donc sa diffusion effective.

Les dislocations sont aussi susceptibles de transporter l'hydrogène. Oger et al. [117] ont notamment mis en lien une diminution du coefficient de diffusion de l'hydrogène avec l'augmentation de densité de dislocations dans le cas d'un matériau pré écrouis.

La profondeur de pénétration de l'hydrogène en fonction de la fréquence peut être estimée à partir du modèle de diffusion aléatoire repris par Tien et al. [177] et défini par $\bar{X}_D = 4 \sqrt{\frac{D}{2f}}$, avec D le coefficient de diffusion [m^2/s] et f la fréquence [Hz]. En l'absence de données sur le coefficient de diffusion pour le matériau de l'étude, nous avons considéré les valeurs du coefficient de diffusion fournies par Oger et al. [117] et Shimizu et al. [178]. Comme le montre la Figure V. 29, la profondeur de pénétration obtenue à partir du coefficient de diffusion de l'ordre de $6 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$, estimé par Oger sur un alliage 7046 à l'état T7, est quasiment similaire à la profondeur de la couche à fortes désorientations du réseau.

La concentration d'atomes d'hydrogène dans cette zone pourrait s'expliquer par une densité de dislocations plus importante associée à des sites de piégeage d'hydrogène [117].

La mise en évidence d'une zone de $1 \mu\text{m}$ de profondeur particulièrement distordue, et correspondant à la profondeur de l'hydrogène sur cet alliage sur-revenu, montre très clairement que les interactions de la plasticité et du taux d'exposition peuvent mener à une importante rotation du réseau très localisée en lien avec l'augmentation de la concentration d'hydrogène en pointe de fissures conduisant ainsi à l'exacerbation du phénomène de rotation et la formation de sous-domaines d'orientation.

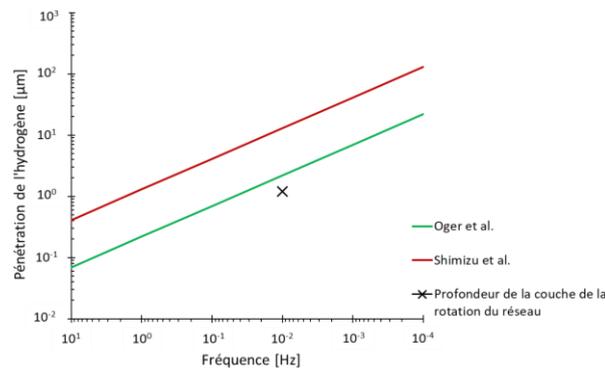


Figure V. 29: Comparaison de la profondeur de la couche distordue observable à un ERP de 93600 Pa x s avec les données de pénétration de l'hydrogène en fonction de la fréquence de sollicitation à partir des travaux de Oger et al. [117] et Shimizu et al. [178]

On retiendra donc que ces résultats ne permettent pas d'attribuer de façon certaine un rôle uniquement lié à la fréquence ou à la pression partielle en vapeur d'eau. Néanmoins, ils montrent très clairement que les interactions de la plasticité en pointe et du taux d'exposition peuvent mener à une augmentation de densité dislocation en lien avec l'augmentation de la concentration d'hydrogène en pointe de fissure, conduisant à une rotation localisée et très importante du réseau.

Sur la base de ces observations et les résultats de dosage d'hydrogène (Section 3 du chapitre IV) établissant, sur la zone d'amorçage et de propagation, une relation entre une augmentation de la concentration en hydrogène et une diminution de la fréquence en air humide, l'action de l'hydrogène via les mécanismes AIDE et ou HELP semble être le mécanisme prépondérant pour une sollicitation avec un ERP de 936×10^2 Pa x s. Ces analyses nous montrent à quel point les mécanismes induits par les interactions fatigue-environnement sont particulièrement localisés. Le taux d'exposition semble bien influencer l'activité plastique en pointe de fissures et pourrait expliquer le fait que la vitesse obtenue sous air sec à une fréquence de 10^{-4} Hz (ERP = 43×10^4 Pa x s) puisse être plus élevée qu'à haute fréquence.

Concernant les vitesses obtenues à cette fréquence de 10^{-4} Hz pour une humidité plus importante, soit pour une valeur d'ERP supérieure à 43×10^4 Pa x s, cette interaction plasticité-environnement peut ne pas induire le même effet fragilisant pour la résistance à la propagation. Il est probable que l'on passe progressivement d'un mécanisme qui promeut la cinétique des mouvements de dislocations par l'hydrogène, responsable d'une activité plastique croissante, à un mécanisme qui diminuerait la fragilisation du réseau. En effet, il est possible que pour de tels niveaux d'ERP plus grands que 43×10^4 Pa x s, la densité des dislocations devienne trop importante causant un enchevêtrement des dislocations qui vont finir par bloquer la diffusion de l'hydrogène. Elles se trouveraient donc bloquées au voisinage de la pointe de la fissure empêchant l'hydrogène de diffuser et favorisant la fragilisation du matériau.

Par ailleurs, d'autres espèces chimiques que la vapeur d'eau présentes dans l'air peuvent entraver le rôle de la vapeur d'eau, et par voie de conséquence réduire la quantité d'hydrogène produit en surface limitant ainsi l'impact sur les vitesses de propagation des fissures. La prochaine section va s'attacher, en se basant sur des données de la littérature, à étudier cette question.

V.4 Compétition oxygène/vapeur d'eau sous air

Une première explication à la similitude des vitesses de propagation sous divers environnements sur une large gamme d'ERP ($4,3 \text{ Pa} \times \text{s} < \text{ERP} < 1870 \times 10^4 \text{ Pa} \times \text{s}$) serait que des conditions saturantes de l'action de la vapeur d'eau seraient atteintes dès un ERP de $4,3 \text{ Pa} \times \text{s}$. Sous de telles conditions, il ne peut plus avoir de réactions de surface ou de mécanismes type FPH supplémentaires et une exposition prolongée n'influence plus la propagation en stade II. C'est l'explication de la notion de saturation que nous avançons dans cette étude.

A ce stade, une activité plastique assistée par les mécanismes AIDE et/ou HELP pourraient permettre d'appuyer l'argument de la probable saturation observée sur toute la plage de valeurs d'ERP étudiées sous air humide et froid (Section 1 du présent chapitre). Une deuxième explication à cette tendance concerne la présence dans l'air d'espèces chimiques potentiellement capables d'atténuer l'effet néfaste de la vapeur d'eau sur la propagation des fissures par l'adsorption d'oxygène. En effet, les essais étant réalisés sous air, l'effet de l'humidité dans l'air ne peut simplement se résumer à un effet de la pression partielle $P(\text{H}_2\text{O})$ sans tenir compte de l'effet des autres espèces chimiques présentes dans l'air tels que l'oxygène, l'azote ou encore du dioxyde de carbone. Wei et al. [113] suggèrent que, sous air humide, l'oxygène inhiberait partiellement l'effet de la vapeur d'eau par adsorption compétitive. Ils proposent alors un modèle pour décrire la propagation des fissures assistée par ce type d'environnement à deux constituants ou plus. Cette approche reprend les principes de l'approche séquentielle présentée en page 49 du Chapitre I, supposant notamment que les phases de diffusion et fragilisation sont beaucoup plus rapides que le transport et la réaction de surface. Les hypothèses propres au modèle concernant un environnement composé d'un mélange de deux espèces, ici l'oxygène et la vapeur d'eau, sont :

- Il n'y a pas de condensation au sein du capillaire constitué par la fissure ;
- L'eau et l'oxygène sont fortement adsorbées (effet de désorption négligeable) ;
- L'adsorption d'une molécule sur un site empêche toute adsorption supplémentaire ;
- Le rapport des pressions partielles des deux espèces en pointe de fissure est le même que dans l'environnement de l'enceinte d'expérimentation ;
- La vitesse de propagation assistée par l'environnement est proportionnelle au taux de couverture par l'espèce agressive noté θ_a .

L'évolution des taux de couverture par l'espèce agressive et l'espèce inhibitrice est donnée respectivement par :

$$\frac{d\theta_a}{dt} = k_a \times p_a \times (1-\theta) \quad (1)$$

$$\frac{d\theta_i}{dt} = k_i \times p_i \times (1-\theta) \quad (2)$$

où k_a et k_i sont les constantes de la cinétique de réaction et p_a et p_i les pressions partielles en pointe de fissure.

En sommant les deux équations (1) et (2), on obtient :

$$\frac{d\theta_a}{dt} + \frac{d\theta_i}{dt} = \frac{d\theta}{dt} = (k_a \times p_a + k_i \times p_i) \times (1-\theta) \quad (3)$$

d'où:

$$\int_0^\theta \frac{-1}{1-\theta} d\theta = -(k_a \times p_a + k_i \times p_i) \times \int_0^t dt \quad (4)$$

$$\ln(1-\theta) = -(k_a \times p_a + k_i \times p_i) \times t \quad (5)$$

$$1-\theta = \exp[-(k_a \times p_a + k_i \times p_i) \times t] \quad (6)$$

On obtient finalement:

$$\theta_a = \frac{k_a \times p_a}{k_a \times p_a + k_i \times p_i} \times [1 - \exp(-(k_a \times p_a + k_i \times p_i)t)] \quad (7)$$

et

$$\theta_i = \frac{k_i \times p_i}{k_a \times p_a + k_i \times p_i} \times [1 - \exp(-(k_a \times p_a + k_i \times p_i)t)] \quad (8)$$

d'où l'expression du taux de couverture d'espèce active décrite ci-dessous :

$$\frac{\theta_a}{\theta} = \left[1 + \frac{k_i \times p_i}{k_a \times p_a} \right]^{-1} \quad (9)$$

Il en découle que, pour des conditions saturantes ($\theta \sim 1$), le rapport de la vitesse de propagation dans le mélange $\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,m}$ sur la vitesse obtenue à la même pression de vapeur d'eau $\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,s}$ est donné par :

$$\frac{\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,m}}{\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,s}} = \left[1 + \frac{k_i \times p_i}{k_a \times p_a} \right]^{-1} \quad (10)$$

Une hypothèse forte est donc formulée ici, à savoir que le taux de couverture est supposé être à saturation ($\theta=1$). En outre, le modèle ne tient pas compte de la cinétique de couverture du fond de fissures par les molécules adsorbées. Toutefois, de telles conditions saturantes peuvent être atteintes à pression atmosphérique même aux fréquences élevées. L'équation (10) prédit au final un facteur d'atténuation de l'action de la vapeur d'eau dans le mélange, d'où la valeur maximale de la vitesse de propagation assistée par l'environnement que l'on peut atteindre à saturation pour une composition de mélange donnée.

Nous allons d'abord nous attacher à comparer les vitesses de propagation mesurées sous air à différents taux d'humidité à ΔK constant avec les cinétiques de propagation dans le mélange oxygène et vapeur d'eau $\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf,m}$ obtenues à partir de l'équation (10) du modèle de Wei équation :

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf,m} = \left[\left(\frac{da}{dN}\right)_c - \left(\frac{da}{dN}\right)_r \right] \times \left(1 + \frac{k_i p_i}{k_a p_a} \right)^{-1}$$

La vitesse $\left(\frac{da}{dN}\right)_r$ correspond à la vitesse de référence, typiquement déterminée dans un environnement inerte comme un vide poussé. Les pressions P_a et P_i correspondent respectivement à la pression partielle de l'espèce agressive, en l'occurrence la vapeur d'eau et à la pression de l'espèce « inhibitrice », ici l'oxygène.

Dans l'application du modèle, la pression de l'espèce agressive est considérée égale aux pressions de vapeur d'eau partielle sous air de 43 Pa, 936 Pa et 1870 Pa. La pression de l'espèce inhibitrice correspond à $P(O_2) = 20000$ Pa qui correspond à la pression moyenne d'oxygène sous pression atmosphérique. Le rapport des constantes $k = k_i/k_a$ a été estimé ici en ajustant cette valeur de façon à s'approcher au mieux des données expérimentales.

La Figure V. 30 illustre la variation de la vitesse de propagation $\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf,m}$ obtenue sous mélange O_2 et vapeur d'eau en fonction du rapport des constantes. Dans ce cas, la vitesse $\left(\frac{da}{dN}\right)_c$ est supposée

correspondre à la vitesse obtenue expérimentalement sous air très humide avec une pression partielle de 1870 Pa à une fréquence de 10^{-4} Hz. On constate que plus le rapport k est élevé, et plus les vitesses de propagation sont faibles. En effet, en augmentant la valeur de k , on favorise l'adsorption d'oxygène au détriment de celle de la vapeur d'eau. Il apparaît que la valeur $k=0,01$ permet de s'approcher au mieux des vitesses de propagation obtenues à une fréquence de 10^{-4} Hz pour les différentes pressions partielles. En effet, le choix de k a été porté sur celle qui permet d'obtenir une vitesse de propagation qui s'approche de la vitesse où l'on devrait avoir une saturation de l'effet de la vapeur d'eau, c'est-à-dire à une fréquence de 10^{-4} Hz pour chaque environnement où l'on peut supposer que la condition de saturation $\theta=1$ est normalement satisfaite.

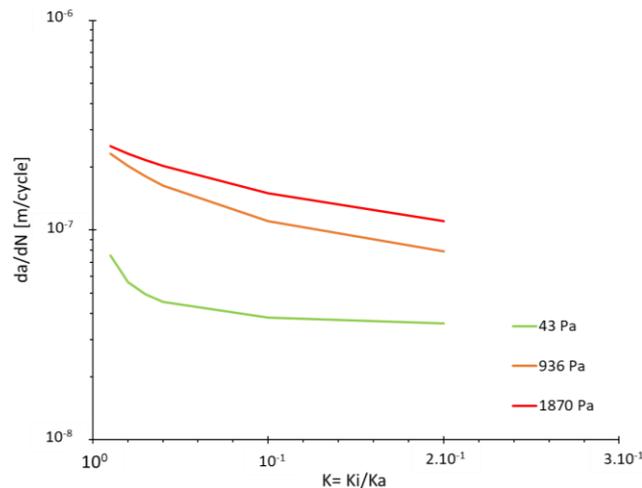


Figure V. 30: Vitesses de propagation obtenues sous mélange oxygène et vapeur d'eau à partir du modèle des mélanges en fonction du rapport des constantes K

La vitesse obtenue sous mélange ne dépend pas que de k mais aussi de la vitesse $\left(\frac{da}{dN}\right)_c$ qui correspond à la vitesse de propagation en condition saturante sous environnement agressif. Dans notre cas, nous avons fait le choix de tester le modèle pour deux conditions agressives :

- Sous air avec $P(\text{H}_2\text{O}) = 1870$ Pa à une fréquence de 10^{-4} Hz et $k=0,01$;
- Sous environnement NaCl considéré comme un environnement plus agressif que la vapeur d'eau. Ces données sont tirées des travaux de Cavalcante et al. [179] sur un alliage sur-revenu. Le choix de cette vitesse nous a poussé à ajuster la valeur de k à $k=0,15$ pour s'approcher au mieux de la vitesse maximale obtenue à ΔK constant.

La Figure V. 31 illustre la comparaison des vitesses obtenues à partir des essais réalisés à ΔK constant avec celles prédites par le modèle de mélange oxygène et vapeur d'eau en tenant compte des deux vitesses obtenues sous environnements agressifs et qui sont représentées par les droites discontinues.

Les courbes continues illustrent les vitesses obtenues à l'aide du modèle du mélange oxygène / vapeur d'eau de Wei en prenant comme vitesse associée à l'environnement agressif la vitesse obtenue en milieu NaCl et en présence de $P(\text{H}_2\text{O}) = 1870$ Pa à une fréquence de 10^{-4} Hz comme illustré par la courbe continue violette et noire respectivement.

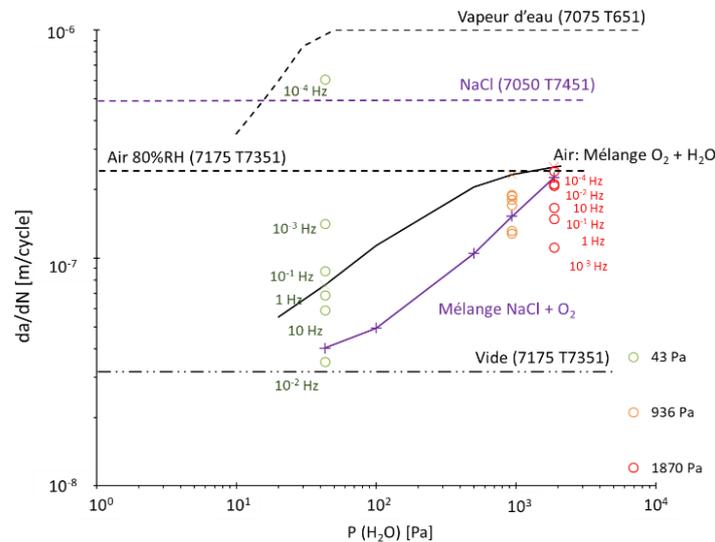


Figure V. 31: Comparaisons de données de vitesses de fissuration à ΔK constant sous air avec les résultats du modèle de Wei et al. [113] sous mélange d'air et sous NaCl

On observe en moyenne un bon accord entre les vitesses obtenues à partir du modèle des mélanges avec celles obtenues à partir des essais à FIC constant. D'après la courbe de mélange O_2 et H_2O , le modèle suggère que plus la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air est faible, plus la vitesse de fissuration est faible du fait de l'atténuation. En effet, les vitesses sont relativement similaires, même en supposant que le taux de couverture soit maximum, c'est à dire à saturation.

De la même façon, la comparaison des vitesses obtenues à partir des essais réalisés à ΔK constant avec celles prédites par le modèle de mélange, montre également que plus la pression partielle $P(H_2O)$ est faible plus la vitesse de fissuration est faible du fait de l'atténuation.

Les données de Hartman et Feeney [121], repris par Wei et al. [113] et présentés sur la Figure I. 50 du premier chapitre, ont aussi été reportées sur la Figure V. 31. En tenant compte du fait que le traitement thermique sur-revenu (T7) présente une moindre sensibilité à la vapeur d'eau et à l'environnement en général, par rapport à un état sous-revenu de type T6, on constate que la vitesse obtenue sous air sec à 10^{-4} Hz s'approche beaucoup des vitesses de propagation obtenues sous vapeur d'eau pure. En effet, le modèle de mélange de Wei et al. [113] suggère en fait que plus la pression partielle $P(H_2O)$ est faible, plus l'écart entre les vitesses de propagation sous air et sous $P(H_2O)$ est important. Ceci n'est clairement pas le cas de l'environnement sec ($23^\circ C$ et $P(H_2O) = 43$ Pa) pour une fréquence de sollicitation de 10^{-4} Hz.

Sous air avec $P(H_2O) = 43$ Pa, il est possible qu'à très basses fréquences, on active un mécanisme responsable d'un effet de l'hydrogène plus important et fragilisant. Pour rappel, dans cette approche de Wei et al. [113], l'accélération de la propagation en atmosphère humide est supposée être uniquement liée à un mécanisme type FPH en pointe de fissure induit par l'hydrogène issu de la réaction de surface en quantité proportionnelle à l'aire de la surface fraîchement créée. De cette façon on peut imaginer qu'un effet de l'hydrogène à une fréquence de 10^{-4} Hz serait exacerbé grâce à une assistance de la sollicitation elle-même induite par une augmentation d'apport d'atomes d'hydrogène.

On retiendra donc que les vitesses de propagation sous air humide n'augmentent pas à basse fréquence mais les vitesses de propagation de fissures mesurées expérimentalement sous air sec à très basse fréquence ($f=10^{-4}$ Hz), ne semblent pas en accord avec l'effet d'atténuation prédit par le modèle de Wei sous air par la présence d'oxygène.

V.5 Bilan sur les mécanismes activés par le couplage environnement-fatigue à basse fréquence

Les résultats des essais réalisés sous environnement à ΔK fixé, en diminuant la fréquence jusqu'à une valeur de 10^{-4} Hz, ont permis d'évaluer l'effet de la fréquence pour une humidité sous air donnée. Ces essais étant menés sous divers environnements, ils ont également pour objectif d'évaluer la robustesse de l'ERP en comparant les vitesses de propagation obtenues pour chaque environnement à même ERP.

Ces résultats indiquent que **les très basses fréquences et/ou les fortes valeurs d'ERP sous air humide et froid, n'induisent pas de dégradation supplémentaire de la résistance à la propagation assistée par l'environnement**. Sous air sec cependant, la vitesse de propagation élevée mesurée à 10^{-4} Hz peut alerter sur une possible modification ou amplification des mécanismes et/ou une absence d'effet d'atténuation par adsorption compétitive de l'oxygène. Les premières analyses sur les faciès de rupture ainsi que les chemins de fissuration associés, n'ont pas mis en évidence des modes de propagation différents qui justifieraient la vitesse de propagation obtenue sous air sec à une fréquence de 10^{-4} Hz. En effet, les analyses des faciès de rupture ainsi que les analyses des chemins, de fissuration à l'EBSA montrent, encore une fois, qu'**indépendamment de l'environnement et de la fréquence, le mode de propagation est toujours transgranulaire de type stade II par quasi clivage**. Aucun environnement ne semble en outre privilégier une propagation selon des plans cristallographiques spécifiques.

Néanmoins, nous avons tout de même constaté une morphologie et un marquage des surfaces par les stries moins prononcées sous air sec à fréquences élevées (1 Hz et 10 Hz) similaires à celles observées sous vide, alors qu'elles se rapprochent de celles observées sous air humide pour les plus basses fréquences (10^{-1} Hz à 10^{-4} Hz). La confrontation des vitesses de propagation avec des résultats de la littérature sous vapeur d'eau pure ou en solution NaCl, tend à soutenir le fait que la vitesse obtenue sous air sec à 10^{-4} Hz pourrait être la conséquence d'une exacerbation d'un mécanisme « fragilisant » en termes de résistance à la propagation de fissures. Enfin, des analyses EBSA qui ont pour but d'évaluer l'implication de l'interaction de l'environnement avec l'activité plastique en pointe de fissures nous ont, en parti, permis d'évaluer la prépondérance de l'activité plastique et l'assistance par l'environnement en fonction de l'ERP. **Il semble que l'augmentation de l'ERP soit responsable du développement d'une couche en surface caractérisée par la formation de sous-domaines d'orientation séparés par des sous-joints**. Ce processus indique très clairement une modification de la répartition de la plasticité en pointe de fissures dans une condition d'exposition donnée. En effet, avec un ERP particulièrement important, les distances interstries correspondent exactement à la taille des sous-grains créés présentant une très forte rotation du réseau (désorientation $> 30^\circ$). En revanche, dans le cas d'un ERP très faible, une telle transition marquée d'orientations (joints de grains) n'est pas observée mais on constate plutôt un gradient de désorientation.

Les constats décrits ci-dessus sur le marquage des stries convergent vers les mécanismes proposés par Lynch et al. [161] qui associent **l'avancée des fissures plus importante et la formation de stries bien visibles en environnement humide avec une forte localisation de plans de glissement en pointe de fissure**.

La présence de films d'oxyde, favorisée par l'humidité ambiante, limiterait l'émergence des bandes de glissement, et favoriserait donc la localisation de ces dernières sur les surfaces de rupture. Ceci qui expliquerait la netteté et la régularité des traces induites par les déformations que sont les stries de fatigue. En environnement inerte, l'absence d'oxyde sur les surfaces des fissures rendrait, au contraire, la déformation due à l'intersection des bandes de glissement avec la surface de fissure plus diffuse et irrégulière.

Au regard cette fois des vitesses de propagation expérimentales, des analyses de faciès de rupture, de chemin de fissuration ainsi que des analyses EBSD sur les lames FIB associées, la Figure bilan. 1 illustre des scénarios de mécanismes mis en jeu en fonction de l'ERP.

La condition de sollicitation avec un ERP de $2,1 \times 10^{-5}$ Pa x s sous une fréquence élevée de 10Hz et un environnement inerte, exclue donc le développement d'une couche d'oxyde et donc toute action de l'hydrogène en pointe de fissures. Pour le cas d'une sollicitation avec un ERP de 93600 Pa x s, le temps d'exposition est bien plus important, permettant très probablement aux réactions de surface de se développer et à l'hydrogène de diffuser au sein du volume en pointe de fissures. L'examen de la plasticité en pointe de fissures pour ces deux cas, suggérerait que l'exposition associée à une fréquence de 10^{-2} Hz induit probablement un adoucissement localisé en pointe de fissure impliquant une augmentation de la densité des dislocations provoquant une rotation du réseau cristallin particulièrement importante et localisée sur une épaisseur correspondant à la profondeur de pénétration de l'hydrogène. Tous ces éléments suggèrent que l'hydrogène a bien un rôle de déclencheur et/ou de catalyseur de la localisation en pointe des fissures à l'origine de la réduction de la résistance à la propagation observée pour un ERP de 93600 Pa x s.

Pour un très faible ERP = $2,1 \times 10^{-5}$ Pa x s, l'environnement et la forte fréquence ne permettrait pas un adoucissement local du matériau et donc ne permettrait pas l'accumulation de suffisamment de dislocations comme avec un ERP plus fort. A cela s'ajoute le fait que l'environnement est exempt de vapeur d'eau et donc d'action de l'hydrogène. Ces observations sont cohérentes avec les observations de Lynch [161] qui justifie des avances de fissures plus importantes sous air en raison d'une augmentation de densité de bandes de glissement.

Dans le cas où la vitesse obtenue à 10^{-4} Hz sous air sec (430 000 Pa x s) serait induite par un mécanisme fragilisant pour la résistance à la propagation de fissure, il est très probable que ce dernier soit similaire à ce qui est proposé à un ERP de 93 600 Pa x s mais exacerbé par une augmentation des densités de dislocation (et de concentration d'hydrogène).

Il est fort probable qu'augmenter la valeur d'ERP fini par induire l'effet inverse sur la résistance à la propagation des fissures. On peut imaginer que l'accumulation de densité de dislocation soit bien plus importante et l'hydrogène diffusible suffisamment important pour augmenter la mobilité des dislocations. Ainsi les dislocations finiraient par s'enchevêtrer jouant un rôle de barrière contre la diffusion d'hydrogène et donc contre la dégradation des propriétés de résistance à la fissuration.

La robustesse de l'ERP n'étant pas validée, la Figure bilan. 2 montre l'évolution des vitesses de propagation de fissures en fonction de la fréquence sous air avec des pressions partielles de vapeur d'eau différentes.

Finalement on retiendra que sous air sec Figure bilan. 2 (a)), la présence « néfaste » de l'humidité dans l'air induite par l'hydrogène intervient pour des fréquences plutôt élevées (10Hz) alors que sous air humide (Figure bilan. 2 (b)), la vitesse maximum induite par l'effet de l'environnement est déjà atteinte pour une fréquence de 10Hz.

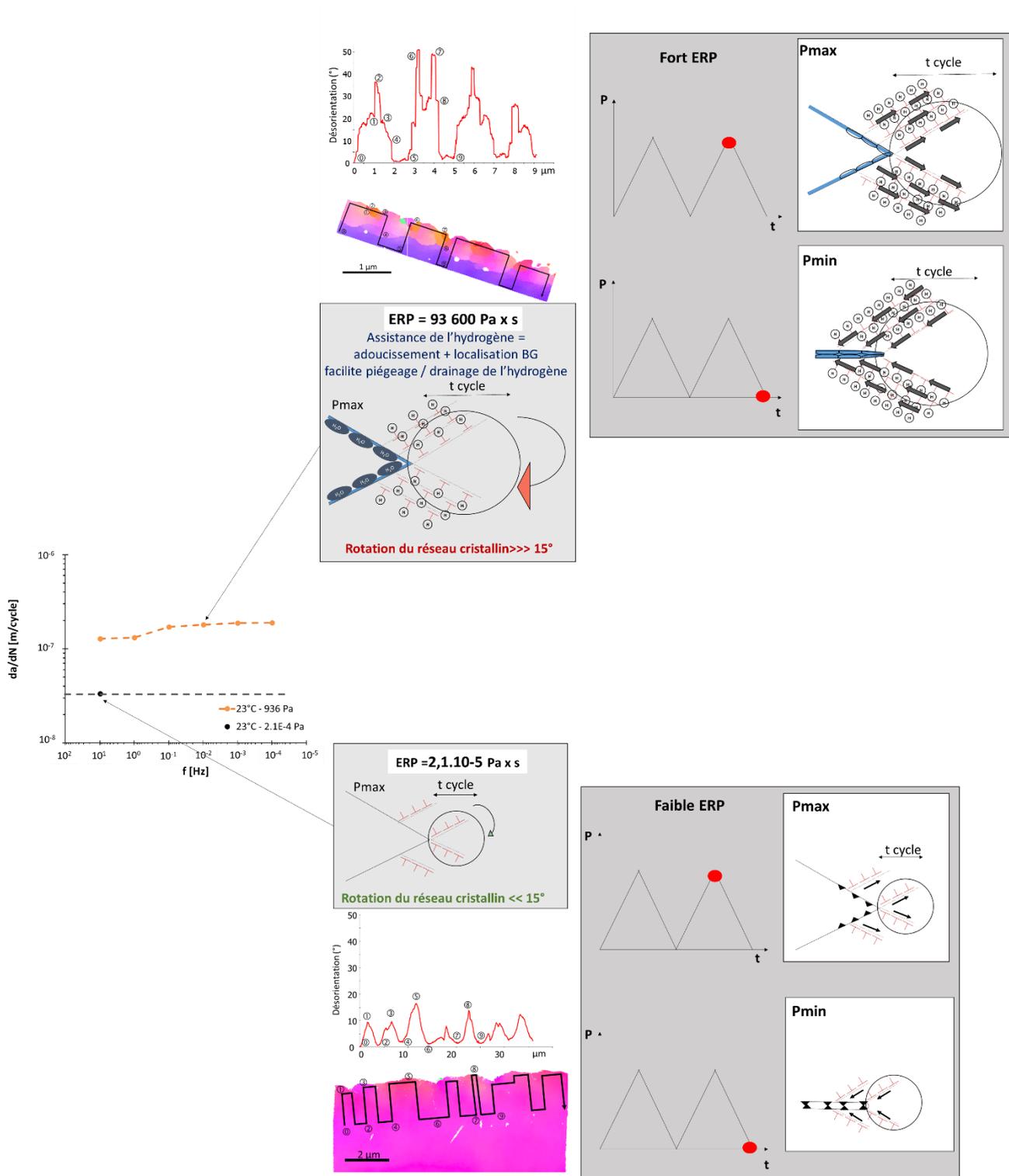


Figure bilan. 1: Représentation schématique des mécanismes de plasticité et d'assistance par l'environnement mis en jeu à basses fréquences pour $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sur un alliage 7175 T7351

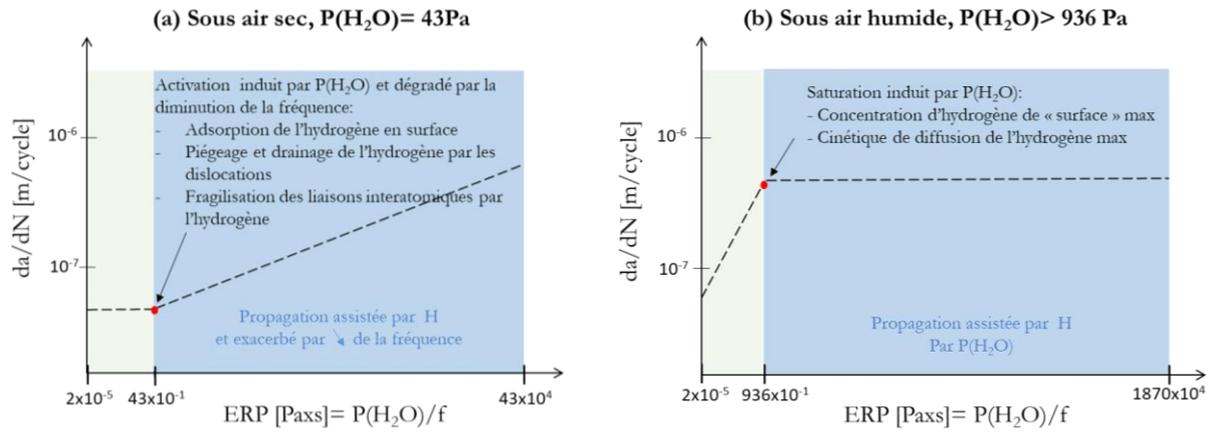


Figure bilan. 2: Représentation graphique des mécanismes mis en jeu en fonction de l'ERP.

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales et perspectives

Ce projet doctoral vise à améliorer l'état des connaissances sur la tenue en fatigue des éléments structuraux des avions de ligne en lien avec les conditions environnementales. Plus précisément, les effets de trois paramètres caractéristiques des conditions de vol que sont la température, qui varie entre l'ambiante au niveau du tarmac et -30°C à haute altitude, la fréquence de sollicitation et le taux d'humidité dans l'atmosphère sont étudiés expérimentalement. Une des aspects originaux réside dans l'examen de la tenue en fatigue à très basses fréquences représentatives d'un vol, domaine peu exploré dans les études antérieures. En complément des analyses fines sont conduites pour progresser dans la compréhension **des mécanismes de fatigue assistée par l'environnement mis en jeu** dans les conditions examinées et élever le niveau de confiance dans les données.

En première analyse un paramètre "ingénieur" représentatif du taux d'exposition à une atmosphère humide et appelé ERP est considéré afin de tenir compte de l'action conjointe de la pression partielle de vapeur d'eau $P(\text{H}_2\text{O})$ et de la fréquence. L'intérêt d'un tel paramètre dans l'industrie est double : (i) il rend compte de l'effet des deux paramètres pour évaluer l'effet de l'environnement, (ii) il permet a priori de décrire des conditions représentatives de vol en termes de taux d'exposition à l'environnement en évitant de conduire des essais à très basse fréquence, prohibitifs en termes de durée. Néanmoins, le taux ERP a jusqu'à présent généralement été utilisé à des fréquences relativement élevées, typiquement supérieures à 1 Hz, pour établir des équivalences entre des atmosphères plus ou moins humides. Ainsi, ces travaux ont permis de décrire l'effet de l'environnement sur la tenue en fatigue via l'utilisation de l'ERP utilisé avec de très basses fréquences.

Les résultats des essais d'endurance n'ont pas mis en évidence d'effet clair et marqué de l'un ou l'autre des paramètres investigués. En particulier, dans des conditions de sollicitation sur matériau nu où la phase d'amorçage paraît prédominante, aucune modification du site d'amorçage n'a été notée. Dans le cas de surface anodisée, il apparaît que la rugosité induite par la phase de décapage reste le paramètre contrôlant la durée de vie.

En ce qui concerne plus spécifiquement la propagation, ces divers environnements ont tout d'abord montré que l'alliage 7175 T7351 présente une faible sensibilité à l'environnement. En effet, pour une valeur de $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la vitesse de propagation sous air très humide ($P(\text{H}_2\text{O}) = 1870 \text{ Pa}$) est supérieure d'à peine décade à celle mesurée sous environnement inerte ($P(\text{H}_2\text{O}) = 2,1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$). En ce qui concerne l'effet spécifique de la température, l'alliage étudié n'est intrinsèquement que très peu sensible à la température dans l'intervalle -30°C - 20°C , avec une résistance à la fissuration légèrement plus élevée à basse température sous vide. Sous air sec, correspondant à l'environnement ambiant en altitude, aucune sensibilité à la température n'a toutefois été observée. Ces variations somme toute modérées s'expliquent en partie par les analyses de faciès de rupture indiquent que, quels que soient l'environnement et le niveau de fréquence testés, le mode de propagation est transgranulaire de type stade II. Cette prévalence du stade II, y compris dans les atmosphères à faible taux d'humidité, est à relier à l'état de précipitation, la propagation en pseudo-stade I étant généralement observée dans des alliages aluminium sous revenu. Par ailleurs été constaté que l'augmentation de l'humidité exacerbe le marquage des stries qui serait induit par une intersection des bandes de glissement bien marquée par la présence d'une couche d'oxyde ainsi que par l'augmentation d'activation de système de glissement au cours d'une montée en charge jusqu'à la charge maximale. Sous vide, l'émoussement des fissures serait moins

important et semble traduire un manque de localisation induite par un durcissement en pointe de fissure.

L'effet de la fréquence et de l'humidité sur la propagation semble similaire et de prédominant par rapport à celui de la température. Les essais réalisés à une valeur constante $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ soulignent, tout de même, que l'effet de la fréquence peut être prédominant particulièrement à faible pression partielle de vapeur d'eau. La confrontation des données expérimentales à des prédictions fournies par le modèle de Wei en présence de mélange suggère qu'à basse fréquence l'effet potentiel de la vapeur d'eau ne serait pas atténué par l'adsorption compétitive d'oxygène.

Des analyses EBSD réalisées sur des lames FIB ont permis d'évaluer l'effet du taux d'exposition ERP associée à une sollicitation, avec un environnement inerte ($2,1 \times 10^{-5} \text{ Pa} \times \text{s}$) et humide ($93\,600 \text{ Pa} \times \text{s}$), sur l'activité plastique en pointe de fissure. Ces travaux ont mis en lumière une rotation importante du réseau cristallin sur une épaisseur de $1\mu\text{m}$ témoin d'activation très localisée de systèmes de glissement à fort taux d'exposition. A l'opposé une faible désorientation du réseau est mesurée pour ERP = $2,1 \times 10^{-5} \text{ Pa} \times \text{s}$, suggérant une plasticité plus diffuse autour de la pointe. L'épaisseur de sous-couche affectée est en outre du même ordre que l'estimation de la profondeur de pénétration de l'hydrogène dans un alliage sur-revenu et des données de la littérature indiquant un fort enrichissement en hydrogène sur de telles distances. De plus, une correspondance entre la pointe de strie et le volume de la plus forte rotation a été notée. Ce constat laisse penser donc que le marquage de strie sous air pourrait être à relier avec une rotation du réseau plus au moins importante mais cela doit être vérifié par des observations complémentaires.

Sur la base de ces observations, nous proposons qu'un fort taux d'exposition engendre une assistance de l'hydrogène sur la propagation de fissure à l'origine de la déformation fortement localisée. Une contribution de l'hydrogène résultant de la dissociation des molécules de vapeur d'eau est en outre confortée par des dosages d'hydrogène ont permis d'établir une relation entre une diminution de la fréquence sous air avec une augmentation de concentration d'hydrogène piégé. Ces éléments, couplés aux travaux de la littérature, suggère que, à basses fréquences sous air humide, l'hydrogène en surface et /ou en forte concentration dans un faible volume en pointe engendre un adoucissement localisé favorisant une forte localisation de la déformation à l'origine la rotation de réseau et aurait aussi un rôle néfaste sur les liaisons interatomiques. Cette interprétation est donc proche de mécanismes de mécanismes de type HELP et ou AIDE.

Toutefois ces interactions environnement-déformation en pointe mises en évidence par les analyses EBSD ne se traduisent pas par une dégradation importante de la résistance à la fissuration. Des travaux complémentaires sont toutefois nécessaires pour consolider ces conclusions et pour identifier les conditions critiques en termes de pression partielle et/ou fréquence contrôlant la transition entre plasticité diffuse et forte localisation conduisant à la création de sous-domaine d'orientation en sous-couche.

Les conclusions présentées ci-dessus sont à tempérer car les temps d'essais particulièrement longs n'ont pas permis de reproduire certains résultats. En outre, certains points n'ont pu être analysés en profondeur et mériteraient des investigations supplémentaires :

- L'étape de transport des molécules de vapeur d'eau au sein de la fissure avec de tels niveaux de pression totale doit être caractérisée au travers de simulation d'écoulement par la mécanique des fluides. L'interaction d'un certain nombre de molécules entre elles dans le canal formé par le sillage de la fissure et l'écoulement de ces molécules avec une tortuosité

plus au moins importante de la fissure doit probablement impacter l'accès des molécules de vapeur d'eau à la pointe de la fissure.

- Les cinétiques de réaction de surface nécessitent aussi d'être scrupuleusement étudiées afin de comprendre l'implication de la réaction de surface pour une période de cycle de chargement donnée. Pour cela on pourrait envisager, dans un premier temps déjà, d'évaluer la quantité d'oxyde formé sur un échantillon après différents temps d'exposition aux différents environnements étudiés via le SIMS par exemple.
- Pour clarifier certains points, il serait également pertinent de conduire le même type d'expérimentations mais sous pression de vapeur d'eau uniquement afin de s'affranchir d'un possible rôle de l'oxygène dans certaines étapes de processus d'action de la vapeur d'eau.
- De même, la compréhension des mécanismes mis en jeu pourrait être améliorée en faisant varier le traitement thermique de façon à mettre en lumière le rôle des différents précipités et des zones PFZ dans la diffusion de l'hydrogène en pointe. Un prélèvement des éprouvettes dans une direction différente (T-L) par exemple permettrait aussi de mettre en lumière le rôle des joints de grains sur la diffusion de l'hydrogène.
- Enfin, l'évaluation de l'effet de l'environnement au seuil de propagation (faibles ΔK), constitue un point supplémentaire à explorer. Effectivement, cette étude s'est concentrée pour des niveaux de ΔK spécifiques permettant d'avoir des vitesses de propagation raisonnables aux vues des fréquences testées. Toutefois une valeur $\Delta K=10 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ est probablement trop élevée pour avoir un effet de l'environnement prépondérant sur la propagation.

Références bibliographiques

- [1] G. Henaff, G. Odemer, et A. Tonneaumorel, « Environmentally-assisted fatigue crack growth mechanisms in advanced materials for aerospace applications », *Int. J. Fatigue*, vol. 29, n° 9-11, p. 1927-1940, sept. 2007, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2007.03.014.
- [2] J. T. Burns et R. P. Gangloff, « Effect of Low Temperature on Fatigue Crack Formation and Microstructure-Scale Growth from Corrosion Damage in Al-Zn-Mg-Cu », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 44, n° 5, p. 2083-2105, mai 2013, doi: 10.1007/s11661-012-1374-3.
- [3] J. Ruiz et M. Elices, « Effect of water vapour pressure and frequency on fatigue behaviour in 7017-T651 aluminium alloy plate », *Acta Mater.*, vol. 45, n° 1, p. 281-293, janv. 1997, doi: 10.1016/S1359-6454(96)00147-4.
- [4] J. T. Burns, J. J. Jones, A. D. Thompson, et J. S. (Warner) Locke, « Fatigue crack propagation of aerospace aluminum alloy 7075-T651 in high altitude environments », *Int. J. Fatigue*, vol. 106, p. 196-207, janv. 2018, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.09.017.
- [5] F. J. Bradshaw et C. Wheeler, « The influence of gaseous environment and fatigue frequency on the growth of fatigue cracks in some aluminum alloys », *Int. J. Fract. Mech.*, vol. 5, n° 4, déc. 1969, doi: 10.1007/BF00190956.
- [6] I. Polmear, « The ageing characteristics of ternary aluminum-zinc-magnesium alloys », *Journal of the Institute of Metals*, p. 113-120, 1958 1957.
- [7] C. Vargel, « Métallurgie de l'aluminium », p. 27, 2010.
- [8] A.C. Umamahshwer Rao, V. Vasu, M. Govindaraju, et K. V. Sai srinadh, « Stress corrosion cracking behaviour of 7xxx aluminum alloys: A literature review », 2016, doi: 10.1016/S1003-6326(16)6422-6.
- [9] B. Dubost et P. Sainfort, « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », *Editions T.I.*, 1991.
- [10] B. Dubost et P. Sainfort, *Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium*, Techniques de l'ingénieur. 1991.
- [11] R. Develay, *Traitements thermiques des alliages d'aluminium*. 1986.
- [12] P. Lours et F. Baillon, « Au coeur des matériaux cristallins ». Cours métallurgie, Ecoles des Mines d'Albi-Carmaux, mai 04, 2020.
- [13] J. D. Embury et R. B. Nicholson, « The nucleation of precipitates : The system Al-Zn-Mg », *Acta Metall.*, vol. 13, n° 4, p. 403-417, avr. 1965, doi: 10.1016/0001-6160(65)90067-2.
- [14] J. K. Park et A. J. Ardell, « Microstructures of the commercial 7075 Al alloy in the T651 and T7 tempers », *Metall. Trans. A*, vol. 14, n° 10, p. 1957-1965, oct. 1983, doi: 10.1007/BF02662363.
- [15] C. E. Lyman et J. B. V. Sande, « A transmission electron microscopy investigation of the early stages of precipitation in an Al-Zn-Mg alloy », *Metall. Trans. A*, vol. 7, n° 8, p. 1211-1216, août 1976, doi: 10.1007/BF02656605.
- [16] L. K. Berg *et al.*, « GP-zones in Al-Zn-Mg alloys and their role in artificial aging », *Acta Mater.*, vol. 49, n° 17, p. 3443-3451, oct. 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00251-8.
- [17] M. Dumont, W. Lefebvre, B. Doisneau-Cottignies, et A. Deschamps, « Characterisation of the composition and volume fraction of η' and η precipitates in an Al-Zn-Mg alloy by a combination of atom probe, small-angle X-ray scattering and transmission electron microscopy », *Acta Mater.*, vol. 53, n° 10, p. 2881-2892, juin 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2005.03.004.
- [18] S. P. Ringer et K. Hono, « Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies », p. 31.

- [19] M. Dumont, W. Lefebvre, B. Doisneau-Cottignies, et A. Deschamps, « Characterisation of the composition and volume fraction of g_0 and g precipitates in an Al–Zn–Mg alloy by a combination of atom probe, small-angle X-ray scattering and transmission electron microscopy », *Acta Mater.*, p. 12, 2005.
- [20] R. Mächler, P. J. Uggowitzer, et C. Sloenthaler, « Structure, mechanical properties, and stress corrosion behaviour of high strength spray deposited 7000 series aluminum alloy », *Materials Science and Technology*, p. 447-451.
- [21] V. K. Gupta et S. R. Agnew, « Fatigue crack surface crystallography near crack initiating particle clusters in precipitation hardened legacy and modern Al–Zn–Mg–Cu alloys », *Int. J. Fatigue*, vol. 33, n° 9, p. 1159-1174, sept. 2011, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2011.01.018.
- [22] S. Chang et J. E. Morral, « The influence of quenching rate on precipitates free zones in an Al-Zn-Mg alloy », *ACTA METALLURGICA*, p. 685-689, 1975.
- [23] P. A. Rometsch, Y. Zhang, et S. Knight, « Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys—Some recent developments », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 24, n° 7, p. 2003-2017, juill. 2014, doi: 10.1016/S1003-6326(14)63306-9.
- [24] A. Pineau et M. Clavel, « Materials Science & Engineering », n° 55, p. 157-171, 1982.
- [25] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, et P. Combrade, « Partie 4: Métallurgie mécanique in Métallurgie - Du Minerai Au Matériau », 2013.
- [26] S. İriç et A. O. Ayhan, « Dependence of Fracture Toughness on Rolling Direction in Aluminium 7075 Alloys », p. 4.
- [27] P. Abachi et P. S. Z. Naseri, « Fracture Behavior Evaluation of High-Strength 7050 and 7075 Aluminum Alloys Using V-notched Specimen », p. 25.
- [28] « Properties of Wrought Aluminum and Aluminum Alloys ». ASM Handbook, Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 1990.
- [29] N. Saintier *et al.*, « Fatigue Corrosion / fatigue hydrogène à différentes échelles », in *Couplage « mécanique -microstructure - corrosion » concepts, essais, modélisations et cas concrets*, ISTE., 2018, p. 423-445.
- [30] J. Mendez, P. Violan, et M. F. Denanot, « Influence of nitrogen implantation on the fatigue properties of metals related to the nature of crack initiation mechanisms », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At.*, vol. 19-20, p. 232-235, janv. 1987, doi: 10.1016/S0168-583X(87)80049-6.
- [31] R. Alain, P. Violan, et J. Mendez, « Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600°C Part I: Fatigue resistance and cyclic behavior », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 229, n° 1-2, p. 87-94, juin 1997, doi: 10.1016/S0921-5093(96)10558-X.
- [32] G. Patton, C. Rinaldi, Y. Bréchet, G. Lormand, et R. Fougères, « Study of fatigue damage in 7010 aluminum alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 254, n° 1-2, p. 207-218, oct. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00762-X.
- [33] M. Chaussumier, C. Mabru, M. Shahzad, R. Chieragatti, et Farhad. Rezai-Aria, « A predictive fatigue life model for anodized 7050 aluminium alloy », *Int. J. Fatigue*, vol. 48, p. 205-213, mars 2013, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2012.11.002.
- [34] M. Shahzad, M. Chaussumier, R. Chieragatti, C. Mabru, et F. Rezai Aria, « Influence of surface treatments on fatigue life of Al 7010 alloy », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 210, n° 13, p. 1821-1826, oct. 2010, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.06.019.
- [35] P. C. Paris et F. Erdogan, « J. Basic ENg., Trans. ASME 85 », p. 528, 1963.
- [36] W. Elber, « ASTM STP 486 p. 230 ». 1971.
- [37] A. Clerivet et C. Bathias, « Study of crack tip opening under cyclic loading into account the environment and R ratio », *Engineering Fracture Mechanics*, Compiègne, p. 599-611, 1979.
- [38] K. Walker, « The effect of stress ratio during crack propagation and fatigue for 2024-T3 and 7075-T6 aluminum ». ASTM STP 462, pp. -14 1970.

- [39] R. G. Forman, E. Kearney, et R. M. Engle, « Numerical analysis of crack propagation in cycled loaded structures », *J. of Bas. Eng.*, p. 459-464, 1967.
- [40] R. Jones, « Fatigue crack growth and damage tolerance : fatigue crack growth and damage tolerance », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 37, n° 5, p. 463-483, mai 2014, doi: 10.1111/ffe.12155.
- [41] N. Consortium, « Fatigue crack growth computer program NASGRO », NASA Technical Report JSC-22267B, 2001.
- [42] P. J. E. Forsyth, « Fatigue damage and crack growth in aluminium alloys », *Acta Metallurgica*, 1963.
- [43] S. Suresh, « Fatigue crack deflection and fracture surface contact : Micromechanical models », *Metall. Trans. A*, p. 12.
- [44] J. Petit, G. Hénaff, et C. Sarrazin-Baudoux, « Environmentally Assisted Fatigue in the Gaseous Atmosphere », in *Comprehensive Structural Integrity*, Elsevier, 2003, p. 211-280. doi: 10.1016/B0-08-043749-4/06130-9.
- [45] C. Laird et G. C. Smith, « Initial stages of damage in high stress fatigue in some pure metals », *Philos. Mag.*, vol. 8, n° 95, p. 1945-1963, nov. 1963, doi: 10.1080/14786436308209084.
- [46] R. M. N. Pelloux, « Crack extension by alternating shear », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 1, n° 4, p. 697-704, avr. 1970, doi : 10.1016/0013-7944(70)90008-1.
- [47] P. J. E. Forsyth, « Fatigue Fracture », *Airer. Eng.*, p. 4, 1960.
- [48] J. Corey Mc Millan « fatigue crack propagation under programmed and random loads », Boeing Scientific Research laboratories, July 1966, p. 86.
- [49] A. T. Cole, R. C. Newman, et K. Sieradzki, « A comparison and evaluation of 'bare surface' electrochemical techniques for the investigation of stress corrosion cracking in alpha brass », *Corros. Sci.*, vol. 28, n° 1, p. 109-118, janv. 1988, doi: 10.1016/0010-938X(88)90012-1.
- [50] P. K. Rout, M. M. Ghosh, et K. S. Ghosh, « Microstructural, mechanical and electrochemical behaviour of a 7017 Al-Zn-Mg alloy of different tempers », *Mater. Charact.*, vol. 104, p. 49-60, juin 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2015.03.025.
- [51] R. W. Revie, « Effects of dissolution on plastic deformation and cracking of metals », *Prog. Surf. Sci.*, vol. 14, n° 1, p. 53-111, janv. 1983, doi: 10.1016/0079-6816(83)90014-X.
- [52] P. Marcus, V. Maurice, et H.-H. Strehblow, « Localized corrosion (pitting): A model of passivity breakdown including the role of the oxide layer nanostructure », *Corros. Sci.*, vol. 50, n° 9, p. 2698-2704, sept. 2008, doi: 10.1016/j.corsci.2008.06.047.
- [53] O. Speidel, « Stress corrosion cracking of aluminum alloys », *Metall. Trans. A*, p. 21.
- [54] L. Christodoulou et H. M. Flower, « Hydrogen embrittlement and trapping in Al-6%-Zn-3%-Mg », p. 481 to 487, 1980.
- [55] S. P. Knight *et al.*, « Some effects of alloy composition on stress corrosion cracking in Al-Zn-Mg-Cu alloys », *Corros. Sci.*, vol. 98, p. 50-62, sept. 2015, doi: 10.1016/j.corsci.2015.05.016.
- [56] D. Najjar, T. Magnin, et T. J. Warner, « Influence of critical surface defects and localized competition between anodic dissolution and hydrogen effects during stress corrosion cracking of a 7050 aluminium alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 238, n° 2, p. 293-302, nov. 1997, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00369-9.
- [57] G. A. Y. Jr et J. R. Scully, « The effects of test temperature, temper, and alloyed copper on the hydrogen-controlled crack growth rate of an Al-Zn-Mg-(Cu) alloy », *Metall. Mater. Trans. A*, p. 15.
- [58] R. P. Wei et G. W. Simmons, « Recent progress in understanding environment assisted fatigue crack growth », p. 13.
- [59] R. P. Wei, G. W. Simmons, R. G. Hart, et R. P. Wei, « A model for surface reaction and transport controlled fatigue crack growth », *Scr. Metall.*, vol. 14, n° 3, p. 357-364, mars 1980, doi: 10.1016/0036-9748(80)90359-2.

- [60] S.P. Lynch, « Hydrogen Embrittlement Phenomena and Mechanisms », *Corros. Rev.*, Cambridge, UK 2011.
- [61] L. Oger, M. C. Lafouresse, G. Odemer, L. Peguet, et C. Blanc, « Hydrogen diffusion and trapping in a low copper 7xxx aluminium alloy investigated by Scanning Kelvin Probe Force Microscopy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 706, p. 126-135, oct. 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.08.119.
- [62] A.-M. Brass, J. Chêne, et L. Coudreuse, *Fragilisation des aciers par l'hydrogène : mécanismes*, Tech. L'Ingénieur. 2000.
- [63] Satn Lynch, « Discussion of Some Recent Literature on Hydrogen-Embrittlement Mechanisms : Adressing Common Misunderstandings ».
- [64] A. R. Troiano, « The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behaviour of metals », *Trans ASM*, n° 52, p. 54-80, 1960.
- [65] X. Li, X. Ma, et J. Zhang, « Review of Hydrogen Embrittlement in Metals: Hydrogen Diffusion, Hydrogen Characterization, Hydrogen Embrittlement Mechanism and Prevention », *Acta Metall. Sin.*, vol. 33, p. 759-773, 2020.
- [66] P. Sofronis et I. M. Robertson, « Transmission electron microscopy observations and micromechanical/continuum models for the effect of hydrogen on the mechanical behaviour of metals », p. 3405-3413, 2002.
- [67] K. Takai, H. Shoda, H. Suzuki, et M. Nagumo, « Lattice defects dominating hydrogen-related failure of metals », *Acta Mater.*, vol. 56, n° 18, p. 5158-5167, oct. 2008, doi: 10.1016/j.actamat.2008.06.031.
- [68] X. Feaugas et D. Delafosse, « Interactions hydrogène /défauts cristallins : effets sur la plasticité et la rupture », in *Couplage " mécanique - microstructure - corrosion " concepts, essais, modélisation et cas concrets*, ISTE., 2018, p. 219-232.
- [69] S. Lynch, « Mechanistic and fractographic aspects of stress corrosion cracking », *Corros. Rev.*, vol. 30, n° 3-4, janv. 2012, doi : 10.1515/correv-2012-0501.
- [70] R. P. Gangloff, *Corrosion Fatigue Crack Propagation in Metals*. University of Virginia Charlottesville, Virginia : NASA Contractor Report 4301, 1990.
- [71] A. K. Vasudevan et K. Sadananda, « Role of Slip Mode on Stress Corrosion Cracking Behavior », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 42, n° 2, p. 405-414, févr. 2011, doi: 10.1007/s11661-010-0471-4.
- [72] Dennis L. Dicus, « The effect of water vapor on fatigue crack growth in 7475-T651 aluminum alloy plate NASA Technocal Memorandum », NASA-TM-84477 19820017494, mai 1982.
- [73] S. Dushman et J. R. Pierce, « *Scientific Foundations of Vacuum Technique* », *Phys. Today*, vol. 2, n° 7, p. 27-27, juill. 1949, doi: 10.1063/1.3066573.
- [74] M. J. Hordon, « Fatigue behavior of aluminum in vacuum », *Acta Metall.*, vol. 14, n° 10, p. 1173-1178, oct. 1966, doi: 10.1016/0001-6160(66)90234-3.
- [75] J. Petit et G. Hénaff, « 6.05 Environmentally Assisted Fatigue in the Gaseous Atmosphere », p. 70.
- [76] G. M. Scamans, R. Alani, et P. R. Swann, « Pre-exposure embrittlement and stress corrosion failure in Al-Zn-Mg alloys », p. 22.
- [77] M. J. Hordon et M. A. Wright, « Mechanism of the atmospheric interaction with the fatigue of metals », p. 56.
- [78] H.-J. Gudladt et J. Petit, « Stage II crack propagation of Al- Zn-Mg single crystals in dry and wet atmospheres », *Scr. Metall. Mater.*, vol. 25, p. 2507-2512, 1991.
- [79] A. Saxena et S. D. Antolovich, « Low cycle fatigue, fatigue crack propagation and substructures in a series of polycrystalline Cu-Al alloys », *Metall. Trans. A*, vol. 6, n° 9, p. 1809-1828, sept. 1975, doi: 10.1007/BF02642311.
- [80] B. Bouchet et J. De Fouquet, « Influence de l'environnement sur les facies de rupture par fatigue d'éprouvettes monocristallines et polycristallines d'alliages Al-Cu 4% », nov. 1975.

- [81] F. J. Bradshaw et C. Wheeler, « The influence of gaseous environment and fatigue frequency on the growth of fatigue cracks in some aluminum alloys », *Int. J. Fract. Mech.*, vol. 5, n° 4, déc. 1969, doi : 10.1007/BF00190956.
- [82] H. Shen, S. E. Podlaseck, et I. R. Kramer, « Effect of vacuum on the fatigue life of aluminum », *Acta Metall.*, vol. 14, n° 3, p. 341-346, mars 1966, doi : 10.1016/0001-6160(66)90093-9.
- [83] D. A. Meyn, « The nature of fatigue crack propagation in air and vacuum for 2024 aluminum », *TRANS ASM*, vol. 61, p. 52-61, 1988.
- [84] S. Lynch, « Some fractographic contributions to understanding fatigue crack growth », *Int. J. Fatigue*, vol. 104, p. 12-26, nov. 2017, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.06.036.
- [85] J. Lankford et D. L. Davidson, « Fatigue crack micromechanisms in ingot and powder metallurgy 7xxx aluminum alloys in air and vacuum », *Acta Metall.*, vol. 31, n° 8, p. 1273-1284, août 1983, doi: 10.1016/0001-6160(83)90189-X.
- [86] K. J. Nix et H. M. Flower, « The micromechanisms of fatigue crack growth in a commercial Al-Zn-Mg-Cu alloy », *Acta Metall.*, vol. 30, n° 8, p. 1549-1559, août 1982, doi: 10.1016/0001-6160(82)90175-4.
- [87] J. C. Grosskreutz, « The effect of oxide films on dislocation-surface interactions in aluminum », *Surf. Sci.*, vol. 8, n° 1-2, p. 173-190, juill. 1967, doi: 10.1016/0039-6028(67)90080-5.
- [88] J. Petit et A. Zeghloul, « Influence de l'environnement et de la microstructure sur la propagation en fatigue des fissures courtes tridimensionnelles », *Rev. Phys. Appliquée*, vol. 24, n° 9, p. 905-913, 1989, doi : 10.1051/rphysap :01989002409090500.
- [89] R. D. Carter, E. W. Lee, E. A. Starke, et C. J. Beevers, « The effect of microstructure and environment on fatigue crack closure of 7475 aluminum alloy », *Metall. Trans. A*, vol. 15, n° 3, p. 555-563, mars 1984, doi : 10.1007/BF02644980.
- [90] M. C. Lafarie-Frenot et C. Gasc, « Fermeture d'une fissure de fatigue, dans le vide : influence de la rugosité des surfaces rompues », *Rev. Phys. Appliquée*, vol. 22, n° 6, p. 375-388, 1987, doi : 10.1051/rphysap :01987002206037500.
- [91] J. A. Bennett, « Changes in the influence of atmospheric humidity during fatigue of an aluminum alloy », *J. Res. Natl. Bur. Stand. Sect. C Eng. Instrum.*, vol. 68C, n° 2, p. 91, avr. 1964, doi : 10.6028/jres.068C.010.
- [92] B. Bouchet, J. DE Fouquet, et M. Aguilon, « Influence de l'environnement sur les facies de rupture par fatigue d'éprouvettes monocristallines et polycristallines d'alliage Al-Cu4% », *ACTA Metall.*, vol. 23, 1975.
- [93] W. Li, C. Engler-Pinto, H. Cui, W. Wen, et X. Su, « Effect of Humidity on the Very High Cycle Fatigue Behavior of a Cast Aluminum Alloy », vol. 9, n° 3, p. 8, 2016.
- [94] A. D. B. Gingell et J. E. King, « The effect of frequency and microstructure on corrosion fatigue crack propagation in high strength aluminium alloys », *Acta Mater.*, vol. 45, n° 9, p. 3855-3870, sept. 1997, doi : 10.1016/S1359-6454(97)00033-5.
- [95] X. Zhu, J. W. Jones, et J. E. Allison, « Effect of Frequency, Environment, and Temperature on Fatigue Behavior of E319 Cast-Aluminum Alloy: Small-Crack Propagation », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39, n° 11, p. 2666-2680, nov. 2008, doi: 10.1007/s11661-008-9630-2.
- [96] G. Kotsikos et J. M. Sutcli, « Hydrogen effects in the corrosion fatigue behaviour of the white zone of 7xxx series aluminium alloy welds », *Corros. Sci.*, p. 17, 2000.
- [97] G. Hénaff et F. Menan, « Influence de l'environnement sur la propagation des fissures de fatigue », in *PlastOx 2007 - Mécanismes et Mécanique des Interactions Plasticité - Environnement*, Argelès-sur-Mer, France, 2009, p. 237-254. doi: 10.1051/ptox/2009017.
- [98] J. L. Christian et J. F. Watson, « Properties of 7000 Series Aluminum Alloys at Cryogenic Temperatures », in *Advances in Cryogenic Engineering*, K. D. Timmerhaus, Éd. Boston, MA: Springer US, 1961, p. 604-621. doi: 10.1007/978-1-4757-0534-8_64.

- [99] W.-S. Lee et C.-R. Lin, « Deformation behavior and microstructural evolution of 7075-T6 aluminum alloy at cryogenic temperatures », *Cryogenics*, vol. 79, p. 26-34, oct. 2016, doi: 10.1016/j.cryogenics.2016.07.007.
- [100] J. Albrecht, A. W. Thompson, et I. M. Bernstein, « The role of microstructure in hydrogen-assisted fracture of 7075 aluminum », *Metall. Trans. A*, vol. 10, n° 11, p. 1759-1766, nov. 1979, doi: 10.1007/BF02811712.
- [101] R. D. Mc Cammon et H. M. Rosenberg, « The fatigue and ultimate tensile strengths of metals between 4·2 and 293° K », *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Math. Phys. Sci.*, vol. 242, n° 1229, p. 203-211, oct. 1957, doi: 10.1098/rspa.1957.0169.
- [102] L. B. Brown, J. L. Jones, J. S. (Warner) Locke, et J. T. Burns, « Effect of low temperature, low water vapor pressure environments on the fatigue behavior of an Al-Li aerospace alloy », *Int. J. Fatigue*, vol. 148, p. 106215, juill. 2021, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2021.106215.
- [103] J. T. Burns, R. W. Bush, J. H. Ai, J. L. Jones, Y. Lee, et R. P. Gangloff, « Effect of water vapor pressure on fatigue crack growth in Al-Zn-Cu-Mg over wide-range stress intensity factor loading », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 137, p. 34-55, mars 2015, doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.11.009.
- [104] N. C. Debnath et B. Anderson, « Water adsorption on an iron oxide surface », *Surface Science* 128, Ohio, 1983.
- [105] J. Petit et C. Sarrazin boudoux, « An overview on the influence of the atmosphere environment on ultra-high-cycle fatigue and ultra-slow fatigue crack propagation », *Int. J. Fatigue*, vol. 28, n° 11, p. 1471-1478, nov. 2006, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2005.06.057.
- [106] E. D. Shchukin, « Physical-chemical mechanics in the studies of Peter A. Rehbinder and his school », *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 149, n° 1-3, p. 529-537, avr. 1999, doi: 10.1016/S0927-7757(98)00607-4.
- [107] A. R. C. Westwood et J. S. Ahearn, « Adsorption sensitive flow and fracture of solids, Physical Chemistry of the Solid State : Applications to Metals and Compunds », *Elsevier*, Amsterdam, p. 65-85, 1984.
- [108] C. Mabru, G. Hénaff, et J. Petit, « Environmental influence on fatigue crack propagation in TiAl alloys », *Intermetallics*, vol. 5, n° 5, p. 355-360, janv. 1997, doi: 10.1016/S0966-9795(97)00003-4.
- [109] J. Tien, A. W. Thompson, I. M. Bernstein, et R. J. Richards, « Hydrogen transport by dislocations », *Metall. Trans. A*, vol. 7, n° 6, p. 821-829, juin 1976, doi: 10.1007/BF02644079.
- [110] J. T. Burns, « Effect of Water Vapor Pressure on the Fatigue Crack Propagation of Aerospace Aluminum Alloys 7075-T651 and 2199-T86 », p. 15.
- [111] C. Gasqueres, C. Sarrazin-Baudoux, J. Petit, et D. Dumont, « Fatigue crack propagation in an aluminium alloy at 223 K », *Scr. Mater.*, p. 5, 2005.
- [112] G. Henaff, K. Marchal, et J. Petit, « On fatigue crack propagation enhancement by a gaseous atmosphere: Experimental and theoretical aspects », *Acta Metall. Mater.*, vol. 43, n° 8, p. 2931-2942, août 1995, doi: 10.1016/0956-7151(95)00002-D.
- [113] R. P. Wei et G. W. Simmons, « Surface Reactions and Fatigue Crack Growth », in *Fatigue*, J. J. Burke et V. Weiss, Éd. Boston, MA: Springer US, 1983, p. 59-70. doi: 10.1007/978-1-4899-1736-2_3.
- [114] J. A. Donovan, « Accelerated evolution of hydrogen from metals during plastic deformation », *Metall. Trans. A*, p. 7.
- [115] E. Martínez-Pañeda, C. F. Niordson, et R. P. Gangloff, « Strain gradient plasticity-based modeling of hydrogen environment assisted cracking », *Acta Mater.*, vol. 117, p. 321-332, sept. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.07.022.
- [116] L. Oger, B. Malard, G. Odemer, L. Peguet, et C. Blanc, « Influence of dislocations on hydrogen diffusion and trapping in an Al-Zn-Mg aluminium alloy », *Mater. Des.*, vol. 180, p. 107901, oct. 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2019.107901.

- [117] L. Oger, « Corrosion sous contrainte et fragilisation par l'hydrogène d'alliages d'aluminium de la série 7XXX (Al-Zn-Mg) : Identification des paramètres microstructuraux critiques pilotant l'endommagement à l'échelle locale », Université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 2017.
- [118] T. Magnin et P. Rieux, « The relation between corrosion fatigue and stress corrosion cracking in Al-Zn-MG alloys », *Scr. Metall.*, vol. 21, n° 7, p. 907-911, juill. 1987, doi: 10.1016/0036-9748(87)90124-4.
- [119] A. D. B. Gigell et J. E. King, « The effect of frequency and microstructure on corrosion fatigue crack propagation in high strength aluminum alloys », *Acta metallurgica*, University of Cambridge, nov. 1996.
- [120] Broom, « Atmospheric Corrosion-Fatigue of Age-Hardened Aluminum alloys », vol. Vol 89.
- [121] A. Hartman, « On the effect of oxygen and water vapor on the propagation of fatigue cracks in 2024-T3 alclad sheet », *Int. J. Fract. Mech.*, vol. 1, n° 3, p. 167-188, sept. 1965, doi: 10.1007/BF00186853.
- [122] R. P. Wei, P. S. Pao, R. G. Hart, T. W. Weir, et G. W. Simmons, « Fracture mechanics and surface chemistry studies of fatigue crack growth in an aluminum alloy », *Metall. Trans. A*, vol. 11, n° 1, p. 151-158, déc. 1980, doi: 10.1007/BF02700451.
- [123] J. A. Feeney, J. C. Mcmillan, et R. P. Wei, « Environmental fatigue crack propagation of aluminum alloys at low stress intensity levels », *Metall. Trans.*, vol. 1, n° 6, p. 1741-1757, juin 1970, doi : 10.1007/BF02642025.
- [124] K. V. Jata et E. A. Starke, « FRACTURE TOUGHNESS OF Al-Li-X ALLOYS AT AMBIENT AND CRYOGENIC TEMPERATURES », p. 4.
- [125] W. Yu, K. Esaklul, et W. W. Gerberich, « Fatigue threshold studies in Fe, Fe-Si, and HSLA steel: Part II. thermally activated behavior of the effective stress intensity at threshold », *Metall. Trans. A*, vol. 15, n° 5, p. 889-900, mai 1984, doi : 10.1007/BF02644563.
- [126] D. François, *Endommagements et rupture de matériaux*. Les Ulis, France : EDP Sciences, 2004.
- [127] P. K. Liaw, M. E. Fine, M. Kiritani, et S. Ono, « The effect of temperature on the fatigue crack propagation rate in aluminum », *Scr. Metall.*, vol. 11, n° 12, p. 1151-1155, déc. 1977, doi : 10.1016/0036-9748(77)90325-8.
- [128] P. K. Liaw et W. A. Logsdon, « Fatigue crack growth threshold at cryogenic temperatures: A review », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 22, n° 4, p. 585-594, janv. 1985, doi: 10.1016/0013-7944(85)90122-5.
- [129] J. McKittrick, P. K. Liaw, S. I. Kwun, et M. E. Fine, « Threshold for fatigue macrocrack propagation in some aluminum alloys », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 12, n° 8, p. 1535-1539, août 1981, doi: 10.1007/BF02643701.
- [130] D. C. Slavik, J. A. Wert, et R. P. Gangloff, « Determining fracture facet crystallography using electron backscatter patterns and quantitative tilt fractography », *J. Mater. Res.*, vol. 8, n° 10, p. 2482-2491, oct. 1993, doi: 10.1557/JMR.1993.2482.
- [131] Y. Ro, S. R. Agnew, G. H. Bray, et R. P. Gangloff, « Environment-exposure-dependent fatigue crack growth kinetics for Al-Cu-Mg/Li », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 468-470, p. 88-97, nov. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2007.01.155.
- [132] Y. Ro, S. R. Agnew, et R. P. Gangloff, « Effect of Environment on Fatigue Crack Wake Dislocation Structure in Al-Cu-Mg », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 43, n° 7, p. 2275-2292, juill. 2012, doi: 10.1007/s11661-012-1089-5.
- [133] A. Nagao, M. L. Martin, M. Dadfarnia, P. Sofronis, et I. M. Robertson, « The effect of nanosized (Ti,Mo)C precipitates on hydrogen embrittlement of tempered lath martensitic steel », *Acta Mater.*, vol. 74, p. 244-254, août 2014, doi: 10.1016/j.actamat.2014.04.051.
- [134] M. L. Martin, P. Sofronis, I. M. Robertson, T. Awane, et Y. Murakami, « A microstructural based understanding of hydrogen-enhanced fatigue of stainless steels », *Int. J. Fatigue*, vol. 57, p. 28-36, déc. 2013, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2012.08.009.

- [135] J. Ruiz et M. Elices, « The role of environmental exposure in the fatigue behaviour of an aluminium alloy », *Corros. Sci.*, vol. 39, n° 12, p. 2117-2141, déc. 1997, doi: 10.1016/S0010-938X(97)00095-4.
- [136] M. Gao, R. P. Wei, et P. S. Pao, « Chemical and metallurgical aspects of environmentally assisted fatigue crack growth in 7075-T651 aluminum alloy », *Metall. Trans. A*, vol. 19, n° 7, p. 1739-1750, juill. 1988, doi: 10.1007/BF02645142.
- [137] J. T. Burns et J. Boselli, « Effect of plate thickness on the environmental fatigue crack growth behavior of AA7085-T7451 », *Int. J. Fatigue*, vol. 83, p. 253-268, févr. 2016, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2015.10.020.
- [138] J. T. Burns, R. W. Bush, J. H. Ai, J. L. Jones, Y. Lee, et R. P. Gangloff, « Effect of water vapor pressure on fatigue crack growth in Al-Zn-Cu-Mg over wide-range stress intensity factor loading », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 137, p. 34-55, mars 2015, doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.11.009.
- [139] N. J. H. Holroyd, A. K. Vasudevan, et L. Christodoulou, « Stress Corrosion of High-Strength Aluminum Alloys », in *Treatise on Materials Science & Technology*, vol. 31, Elsevier, 1989, p. 463-483. doi: 10.1016/B978-0-12-341831-9.50021-8.
- [140] R. P. Gangloff, M. B. Ives, et National Association of Corrosion Engineers, *Environment-induced cracking of metals, proc. conf., bel Kohler, October 2-7, 1988*. Houston: NACE, 1990.
- [141] P. S. Pao, M. Gao, et R. P. Wei, « Environmentally assisted fatigue-crack growth in 7075 and 7050 aluminum alloys », *Scr. Metall.*, vol. 19, n° 3, p. 265-270, mars 1985, doi: 10.1016/0036-9748(85)90310-2.
- [142] « Humidity BS 1339-1:2002 ». BSI British Standard, oct. 24, 2022.
- [143] C. Gasquères, « Fissuration par fatigue et tenacité d'alliages d'aluminium 2XXX à 223K », Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Chasseneuil du Poitou, 2006.
- [144] « Série aérospatiale Matériaux métalliques Méthode d'essai-Essai de fatigue à amplitude constante », Norme Européenne NF EN6072.
- [145] « Norme ASTM E647-05 Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates ».
- [146] Blatti, « Mesure optique de rugosité Alicona ». oct. 08, 2016.
- [147] « ISO 4288 Spécification géométrique des produits- Etats de surface: Méthode du profil - Règles et procédures pour l'évaluation de l'état de surface ». août 1996.
- [148] R. Borrajo-Pelaez et P. Hedström, « Recent Developments of Crystallographic Analysis Methods in the Scanning Electron Microscope for Applications in Metallurgy », *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, vol. 43, n° 6, p. 455-474, nov. 2018, doi: 10.1080/10408436.2017.1370576.
- [149] « Helios NanoLab G3 - Electron Microscopy Center [online]. Available: http://mtrmika.technion.ac.il/wp-content/uploads/2016/07/Helios_NanoLab_G3_Datasheet.pdf. »
- [150] A. W. Thompson, « The effect of high-altitude environments on the damage structure evolution during fatigue fracture of the legacy aluminum alloy 7075-T651 », The Faculty of the school of engineering and Applied Science, University of Virginia, 2020.
- [151] T. Billaudeau, « Influence of the Surface Treatment of Aluminium alloys ». Airbus Technical Report, avr. 18, 2008. [En ligne]. Disponible sur: RP0809987
- [152] A. Pernot-Gehin, « Etude des procédés de colmatage d'alliages d'aluminium anodisé », Université de Lorraine, oct. 30, 2007.
- [153] J. Petit et C. Sarrazin-Baudoux, « Some critical aspects of low rate fatigue crack propagation in metallic materials », *Int. J. Fatigue*, vol. 32, n° 6, p. 962-970, juin 2010, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2009.10.013.
- [154] N. Ryum, « The influence of a precipitate-free zone on the mechanical properties of an Al-Mg-Zn alloy », *Acta Metall.*, vol. 16, n° 3, p. 327-332, mars 1968, doi: 10.1016/0001-6160(68)90018-7.

- [155] Md. S. Bhuiyan *et al.*, « Influences of hydrogen on deformation and fracture behaviors of high Zn 7XXX aluminum alloys », *Int. J. Fract.*, vol. 200, n° 1-2, p. 13-29, juill. 2016, doi: 10.1007/s10704-016-0092-z.
- [156] M. Bobby Kannan, P. Bala Srinivasan, et V. S. Raja, « Stress corrosion cracking (SCC) of aluminium alloys », in *Stress Corrosion Cracking*, Elsevier, 2011, p. 307-340. doi: 10.1533/9780857093769.3.307.
- [157] N. Takano, « Hydrogen diffusion and embrittlement in 7075 aluminum alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 483-484, p. 336-339, juin 2008, doi: 10.1016/j.msea.2006.08.144.
- [158] J. Lankford et D. L. Davidson, « Fatigue crack tip plastic zone sizes in aluminum alloys », p. 4, 1978.
- [159] B. Tomkins et W. D. Biggs, « *J. Mater. Sci.* », p. 544, 1969.
- [160] R. J. H. Wanhill, « Fractography of fatigue crack propagation in 2024-T3 and 7075-16 aluminum alloys in air and vacuum », *Metall. Trans. A*, vol. 6, n° 8, p. 1587-1596, août 1975, doi: 10.1007/BF02641972.
- [161] S. P. Lynch, M. Knop, et R. T. Byrnes, « Transgranular corrosion fatigue crack growth in age-hardened Al-Zn-Mg (-Cu) alloys », *Corros. Rev.*, vol. 33, n° 6, janv. 2015, doi: 10.1515/correv-2015-0043.
- [162] N. J. Wadsworth et J. Hutchings, « The effect of atmospheric corrosion on metal fatigue », *Philos. Mag.*, vol. 3, n° 34, p. 1154-1166, oct. 1958, doi: 10.1080/14786435808237045.
- [163] D. E. Martin, « Plastic strain fatigue in air and vacuum », *Trans ASME*, déc. 1965.
- [164] G. M. Bond et I. M. Robertson, « EFFECTS OF HYDROGEN ON DEFORMATION AND FRACTURE PROCESSES IN HIGH-PURITY ALUMINUM », p. 5.
- [165] R. J. Selines, « The fatigue behavior of high strength aluminum alloys », Thesis, M.I.T., 1971.
- [166] ASTM, « Standard Practice for Determining Average Grain Size Using Electron Backscatter Diffraction (EBSD) in Fully Recrystallized Polycrystalline Materials ».
- [167] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino, et J. Michael, « TEM Sample Preparation and FIB-Induced Damage », *MRS Bull.*, vol. 32, n° 5, p. 400-407, mai 2007, doi: 10.1557/mrs2007.63.
- [168] K. A. Unocic, M. J. Mills, et G. S. Daehn, « Effect of gallium focused ion beam milling on preparation of aluminium thin foils: EFFECT OF GALLIUM FIB MILLING ON PREPARATION OF ALUMINIUM THIN FOILS », *J. Microsc.*, vol. 240, n° 3, p. 227-238, déc. 2010, doi: 10.1111/j.1365-2818.2010.03401.x.
- [169] T. Kamino, « Evaluation of TEM samples of an Mg-Al alloy prepared using FIB milling at the operating voltages of 10 kV and 40 kV », *J. Electron Microsc. (Tokyo)*, vol. 53, n° 5, p. 459-463, oct. 2004, doi: 10.1093/jmicro/dfh058.
- [170] R. C. Hugo et R. G. Hoagland, « Gallium penetration of aluminum: in-situ TEM observations at the penetration front », *Scr. Mater.*, vol. 41, n° 12, p. 1341-1346, nov. 1999, doi: 10.1016/S1359-6462(99)00293-6.
- [171] A. W. Thompson, Z. D. Harris, et J. T. Burns, « Examination of focused ion beam-induced damage during platinum deposition in the near-surface region of an aerospace aluminum alloy », *Micron*, vol. 118, p. 43-49, mars 2019, doi: 10.1016/j.micron.2018.12.004.
- [172] R. Goswami, S. B. Qadri, et C. S. Pande, « Fatigue mediated lattice rotation in Al alloys », *Acta Mater.*, vol. 129, p. 33-40, mai 2017, doi: 10.1016/j.actamat.2017.02.061.
- [173] Z. D. Harris, A. W. Thompson, et J. T. Burns, « Multiscale Assessment of Deformation Induced by Hydrogen Environment-Assisted Cracking in a Peak-Aged Ni-Cu Superalloy », *JOM*, vol. 72, n° 5, p. 1993-2002, mai 2020, doi: 10.1007/s11837-020-04107-6.
- [174] A. W. Thompson, « The effect of high-altitude environments on the damage structure evolution during fatigue fracture of the legacy aluminum alloy 7075-T651 ». In Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Doctor of Philosophy in Materials Science and Engineering, oct. 2020.
- [175] P. Villechaise, L. Sabatier, et J. C. Girard, « On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction

- and atomic force microscopy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, n° 1-2, p. 377-385, janv. 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01381-8.
- [176] M. Mineur, P. Villechaise, et J. Mendez, « Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 286, n° 2, p. 257-268, juill. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00804-2.
- [177] J. K. Tien, R. J. Richards, O. Buck, et H. L. Marcus, « Model of dislocation sweep-in of hydrogen during fatigue crack growth », *Scr. Metall.*, vol. 9, n° 10, p. 1097-1101, oct. 1975, doi: 10.1016/0036-9748(75)90287-2.
- [178] K. Shimizu, H. Toda, K. Uesugi, et A. Takeuchi, « Local Deformation and Fracture Behavior of High-Strength Aluminum Alloys Under Hydrogen Influence », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 51, n° 1, p. 1-19, janv. 2020, doi: 10.1007/s11661-019-05304-y.
- [179] T. R. F. Cavalcante, G. S. Pereira, G. Y. Koga, C. Bolfarini, W. W. Bose Filho, et J. A. Avila, « Fatigue crack propagation of aeronautic AA7050-T7451 and AA2050-T84 aluminum alloys in air and saline environments », *Int. J. Fatigue*, p. 106519, sept. 2021, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2021.106519.
- [180] J. C. Newman et I. S. Raju, « Stress-intensity factor equations for cracks in three-dimensional finite bodies subjected to tension and bending loads ». NASA Technical Memorandum, avr. 1984.

Annexes

Annexe A : Outils théoriques de l'humidité

L'air est constitué d'un mélange de bon nombre de gaz comme l'azote, l'oxygène et la vapeur d'eau. Chacun peut être quantifié par une pression partielle. Cette dernière correspond à la quantité d'un gaz contenu dans un volume contenant l'ensemble des gaz. Pour cette étude, la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air est appelée $P(\text{H}_2\text{O})$. La mesure et le contrôle de l'air ambiant par hygrométrie se fait sur la base du point de rosée de l'air. A pression et humidité absolue fixées, le point de rosée correspond à la température à laquelle la vapeur d'eau se condense. Autrement dit, il correspond à la saturation l'air où on est à l'équilibre entre phase gazeuse et condensation (phase liquide). D'une certaine façon, le point de rosée de l'air caractérise son degré de séchage puisque si on descend en dessous de cette température on provoque la condensation de l'eau contenue dans l'air. La pression de vapeur d'eau contenue dans l'environnement correspond à la pression de vapeur saturante au point de rosée, on peut dire que :

$$P(\text{H}_2\text{O}) = P_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{sat}} \quad (1.1)$$

En effet, la pression de vapeur d'eau saturante, correspond à la pression de vapeur d'eau à partir de laquelle la phase gazeuse est en équilibre avec la phase liquide. A partir des équations de Clapeyron (1.2) et (1.3) et en supposant que :

- La vapeur d'eau se comporte comme un gaz parfait ;
- L'enthalpie de vaporisation est stable pour les températures de l'étude ;

On a :

$$\ln\left(\frac{P_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{sat}}}{P_0}\right) = \frac{M \times L_v}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right) \quad (1.2)$$

$$\ln\left(\frac{P_{\text{H}_2\text{O}}}{P_0}\right) = \frac{M \times L_v}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T_r}\right) \quad (1.3)$$

Avec :

T : Température de la vapeur (K)

T_r : Température de point de rosée (K)

T_0 : Température de référence, soit 273 K (K)

P_0 : Pression de vapeur d'eau saturante de référence soit 611 Pa de référence pour 273 K.

M : Masse molaire de l'élément (0,018 kg×mol⁻¹ pour l'eau)

L_v : Chaleur latente de vaporisation de l'élément (2,5 J×kg⁻¹ pour l'eau)

R : Constante des gaz parfait de 8,31451 J×K⁻¹.mol⁻¹

La résolution des équations (1.2) et (1.3) donne

$$\ln(P_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{sat}}) = 9,4041 - 2354/T \quad (1.4)$$

Concernant la température de rosée, c'est la formule de Magnus qui permet de lier la température de rosée à l'humidité relative. Elle est décrite par l'équation (1.5), ci-dessous.

$$T_r = \frac{b \alpha(T, \text{HR})}{a - \alpha(T, \text{HR})} \quad (1.5)$$

avec a et b [°C], deux constantes respectivement égale à : a= 17,27 et b=237,7 et

$$\alpha(T ; \text{HR}) = \frac{aT}{b+T} + \ln(\text{HR})$$

L'humidité relative de l'air correspond au rapport entre la quantité de vapeur d'eau que contient l'air humide et la quantité d'eau qu'il contiendrait s'il était saturé (dans les mêmes conditions de température et de pression). Elle se définit donc par :

$$HR = \frac{P_{H_2O}}{P_{H_2O}^{sat}} \quad (1.5)$$

Les équations (1.1) et (1.5) permettent d'établir la relation suivante pour l'humidité relative :

$$HR = \frac{P_{H_2O}^{sat}(T=T_{rosée})}{P_{H_2O}^{sat}} \quad (1.6)$$

L'ensemble de ces équations servent à passer facilement pour une valeur de température, de l'humidité relative au point de rosée correspondant et inversement. Le diagramme de la Figure annexe 1, fondé sur la théorie de Gustav Magnus-Tetens, permet d'établir la dépendance du point de rosée par rapport à la température pour des valeurs d'humidités relatives données.

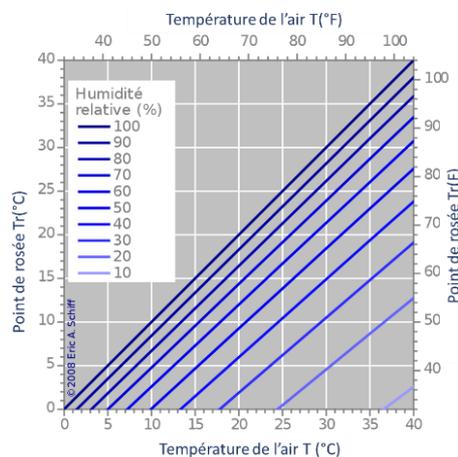


Figure annexe 1: Graphique donnant la relation entre la température de l'air et de le point de rosée

Pour des températures de l'air négatives, des lois exponentielles de type $F=a \times e^{bx}$ ont déjà été déterminées dans les travaux de Oger et al. [143], en interpolant des données expérimentales fournies par des tables d'humidités. On obtient l'équation illustrée ci-dessous (Figure annexe 2).

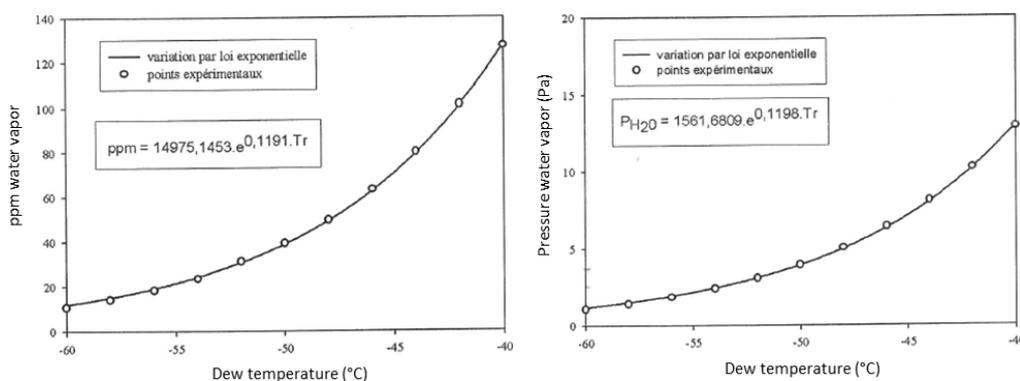


Figure annexe 2: $P_{H_2O}^{sat}$ et ppm d'eau en volume en fonction de la température de point de rosée de l'air [143]

Annexe B : Système de refroidissement de l'éprouvette CT

L'éprouvette est maintenue par des sabots, comme illustré ci-dessous, dans lequel circule un liquide cryogénique (de l'éthanol). C'est un appareil de thermorégulation de type Lauda, qui contrôle la température du bain d'éthanol. Les sabots sont refroidis par le Lauda. L'éprouvette est donc refroidie par conduction thermique.

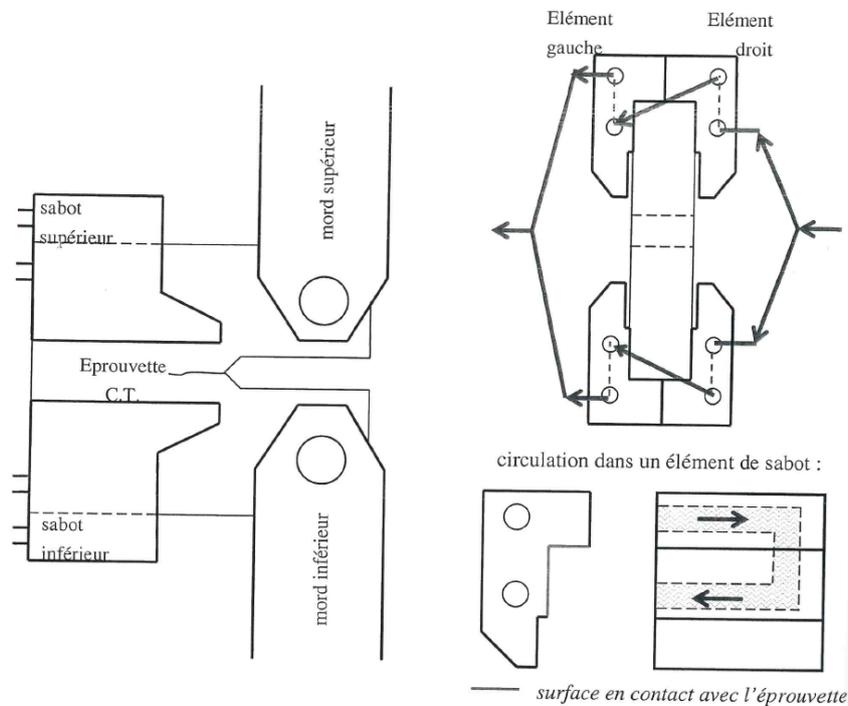


Figure annexe 3: Illustration du dispositif de refroidissement de l'éprouvette [111]

Le schéma de la Figure annexe 3, illustre de façon simplifiée la circulation du liquide dans le système. Gasquères [143] a optimisé le système de façon à ce que la zone d'attache des sabots sur l'éprouvette soit la plus restreinte possible afin de ne pas entraver le comportement mécanique global de l'éprouvette. Pour vérifier que le montage ne modifie pas la sollicitation mécanique appliquée, deux essais de propagation de fissure ont été réalisés à l'ambiante un avec le système de sabot et un sans. La comparaison des vitesses de propagation mesurée a montré que le système n'induit aucune modification de sollicitation. De plus, chacun des sabots se divise en deux parties (élément gauche et élément droit), ce qui permet d'homogénéiser le refroidissement et d'améliorer les échanges thermiques.

Annexe C : Moyens expérimentaux mis en œuvre au CRT pour les essais d'endurance sous environnement

Le laboratoire du CRT Toulouse a participé à la réalisation d'essais d'endurances sur les éprouvettes plates (Type T et TdG) sous environnement. Pour cela, une machine servo-hydraulique Instron d'une capacité de 20KN a été utilisée. Cette dernière, illustrée ci-dessous en Figure annexe 4, est équipée d'une chambre climatique qui permet de contrôler l'environnement en température mais a aussi été équipée d'un sécheur d'air qui permet de changer le taux d'humidité dans l'air. Enfin une sonde hygrométrique a aussi été installée dans l'enceinte de façon à mesurer le taux d'humidité.

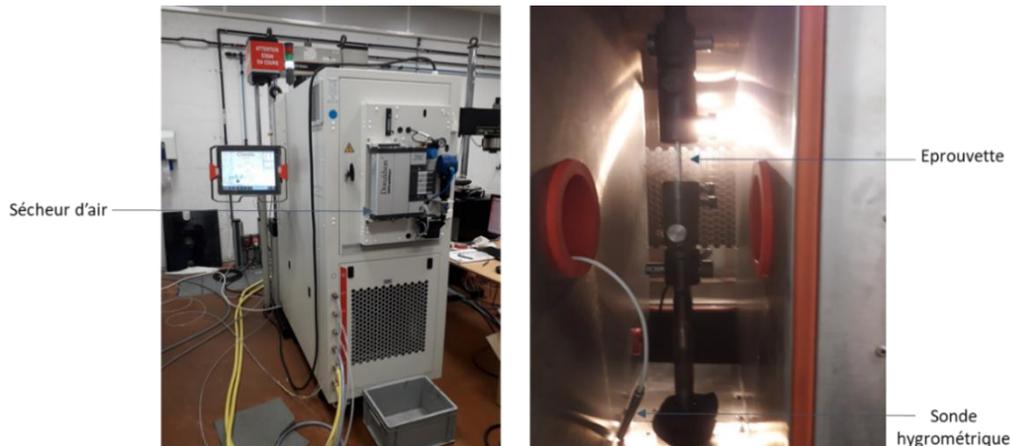


Figure annexe 4: Machine servo-hydraulique avec sa chambre climatique et système de serrage d'éprouvettes plates

Le laboratoire du CRT en Allemagne à Ottobrunn a aussi participé à cette collaboration en réalisant des essais d'endurance sous environnement. Le banc d'essai, en Figure annexe 5, étant déjà équipé d'une enceinte climatique en température et en humidité, une grande partie des essais sous environnement froid et très humide ont été prises en charge par ce CRT.

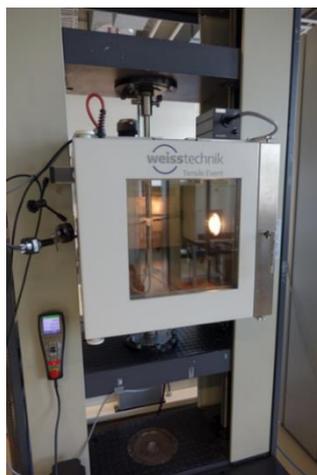


Figure annexe 5: Machine d'essai avec sa chambre climatique utilisée pour les essais d'endurance au CRT Ottobrunn

Annexe D : Calibration du polynôme de suivi d'avancée de fissure par DDP

La mesure de suivi de potentiel se fait via un circuit électrique monté sur l'éprouvette et un boîtier de mesure qui enregistre la valeur du potentiel.

La calibration consiste à établir la relation entre le polynôme qui décrit la longueur de fissure par DDP déterminée au moyen d'un suivi optique et la valeur du potentiel.

Cette relation est ajustée à l'aide d'un polynôme de degré 5 qui décrit $a/W = f(V/V_0)$. La tension V correspond à la DDP à l'instant t mesurée et V_0 la tension normée. Le ratio V/V_0 va donc permettre de s'affranchir de l'influence de paramètres extérieurs qui peuvent modifier les caractéristiques électriques du matériau et donc la valeur de potentiel. V_0 est obtenue par la valeur de tension avec la longueur de fissure connue.

La procédure consiste à :

- Mesurer optiquement la longueur de fissure initiale ;
- Mesurer la valeur de potentiel initial que l'on prend comme potentiel de référence (V_0) ;
- Propager la fissure sur une distance Δa durant N cycles de sollicitation ;
- Relever la valeur de potentiel V et la longueur de fissure à associée ;
- Ajuster la relation a/W en fonction de V/V_0 à l'aide d'un polynôme d'ordre 5 (préconisé par la norme ASTM [145]). Cela est présenté en Figure annexe 6.

L'étalonnage a été réalisé à l'air à une fréquence de 10Hz et un rapport de charge $R=0,1$. La courbe de calibration ajustée par le polynôme est présentée ci-dessous.

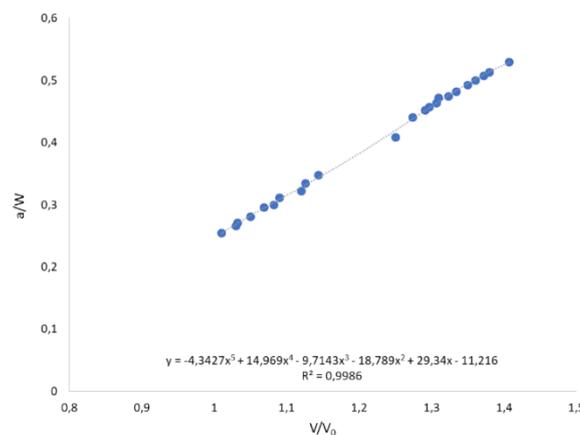


Figure annexe 6: Courbe de calibration illustrant a/W en fonction de V/V_0

Maintenant que les valeurs de $\alpha = a/W$ peuvent être déterminées à partir de la DDP, il est possible de déterminer la valeur de FIC (norme ASTM E647) en fonction de $a/W = \alpha$:

$$\Delta K = \frac{\Delta P (2 + \alpha)}{3 B \sqrt{W} (1 - \alpha)^2} (0,886 + 4,64\alpha - 13,32\alpha^2 + 14,72\alpha^3 - 5,6\alpha^4)$$

Avec B l'épaisseur de l'éprouvette, W , la longueur du ligament initiale, et ΔP l'amplitude de charge appliquée. Cette équation est valable pour $a/W > 0,2$.

Annexe E : Mesure de fermeture de fissure

Cette mesure est réalisée ici au moyen d'une jauge collée en face arrière de l'éprouvette qui est schématisée en Figure annexe 7.

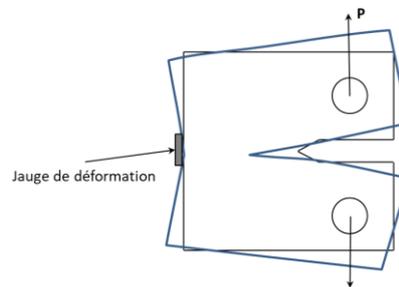


Figure annexe 7: Schéma du montage de la jauge de déformation

Cette méthode permet de mesurer la déformation au cours de l'essai en associant à la déformation une valeur donnée. Lorsqu'il y a fermeture de fissure, la variation de la longueur de fissure au cours du cycle induit une variation de la complaisance α qui représente le rapport entre l'étendue de la variation de déformation qu'on appellera $\Delta\epsilon$ et l'amplitude de la charge appliquée ΔP .

Le post traitement consiste donc à tracer la déformation en fonction du chargement et à en dériver la complaisance qui correspond en fait à la pente de la partie linéaire de cette courbe d'où $\alpha = \Delta\epsilon / \Delta P$ suivant la norme ASTM E647. La norme préconise notamment que ces mesures doivent être effectuées sur la partie de la décharge du cycle et que la mesure de la complaisance se fasse pour chaque tranche représentant 10% de la décharge du cycle. Une illustration est présentée en Figure annexe 8.

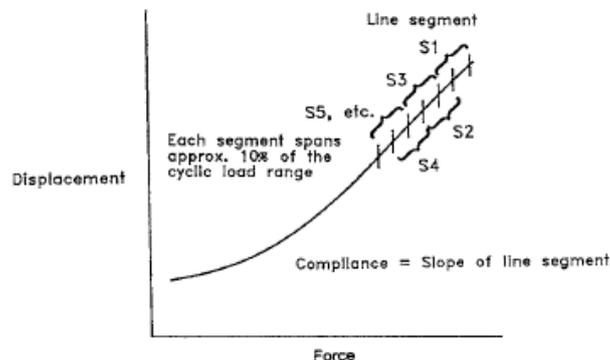


Figure annexe 8: Evaluation de la variation de la complaisance en fonction du chargement pour la détermination de P_{ouv} [145]

Enfin le principe repose sur la recherche d'un offset par rapport à la partie linéaire du tracé du chargement en fonction de la complaisance. Cette localisation de l'offset permet de déterminer la charge P_{ouv} en dessous de laquelle il y a un changement de coefficient de linéarité du fait de la variation de la complaisance. Pour rappel P_{ouv} correspond à la charge minimale à appliquer pour que la fissure soit complètement ouverte. Un exemple de post traitement est présenté ci-dessous, en Figure annexe 9.

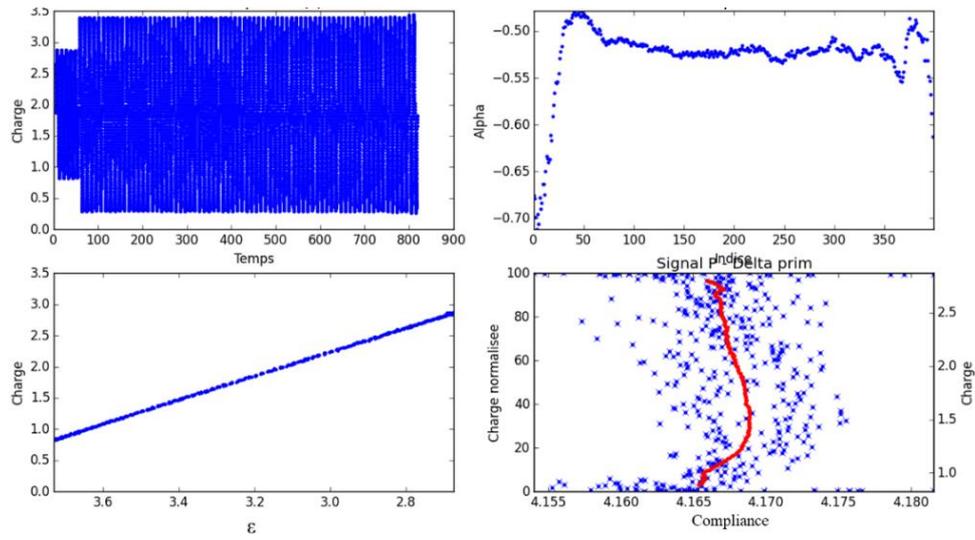


Figure annexe 9: Exemple de post traitement pour la détermination d'un Pouv correspondant à la perte de linéarité de la courbe rouge.

Annexe F : Faciès de rupture en fonction de l'environnement et de la fréquence

Les différentes figures ci-dessous illustrent le mode de propagation observé pour différentes fréquences à différents environnements qui semble similaire c'est-à-dire transgranulaire. Il en ressort néanmoins, que les facettes (qui ne sont pas celle observée en pseudo stade I) qui désignent les zones planes et étendues sont plus importantes sous air sec que sous air humide.

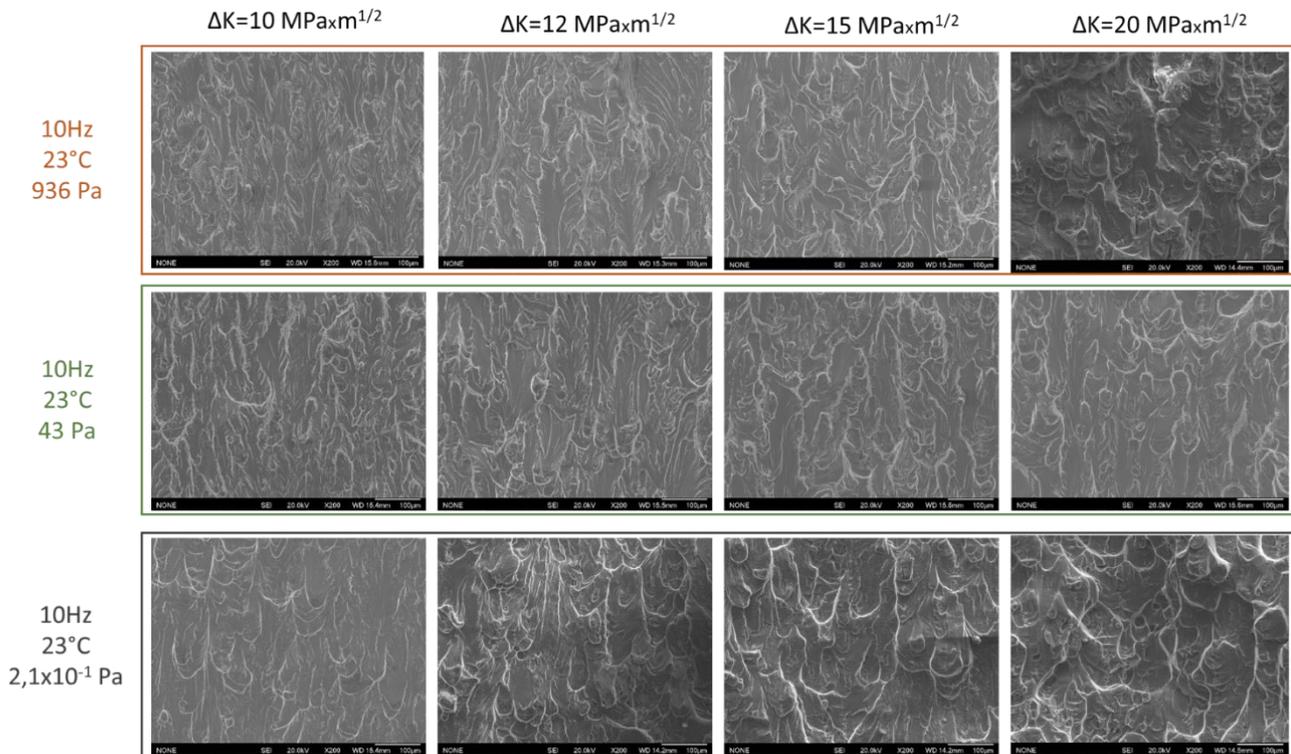


Figure annexe 10 : Faciès de rupture illustrant la morphologie de la surface de fissure pour les essais de propagation réalisés à 10Hz et à différents environnements et niveau de ΔK .

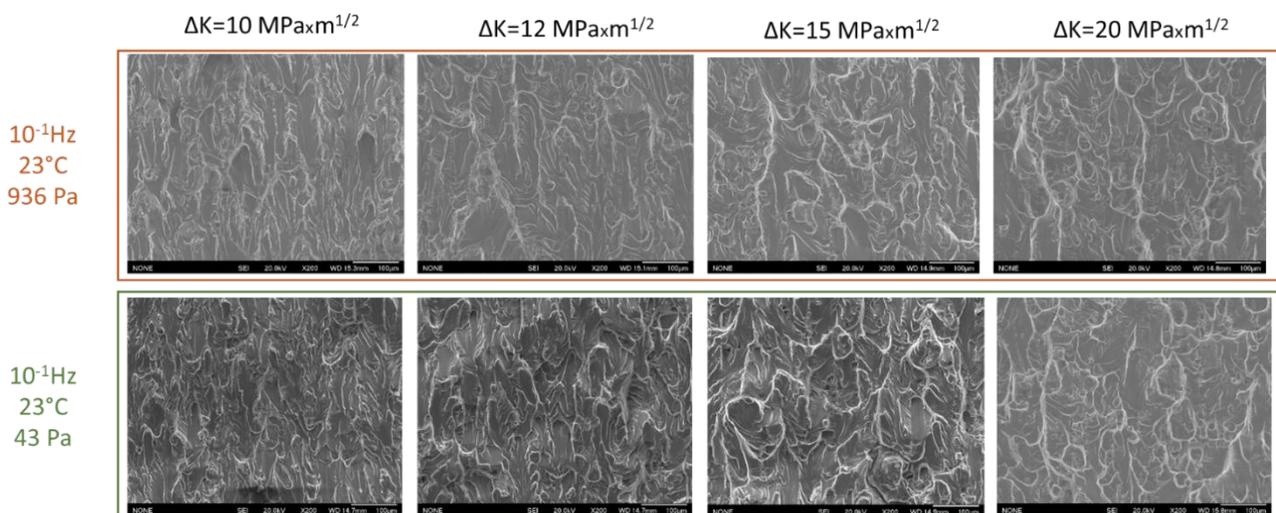


Figure annexe 11 : Faciès de rupture illustrant la morphologie de la surface de fissure pour les essais de propagation réalisés à 10^{-1} Hz et à différents environnements et niveau de ΔK .

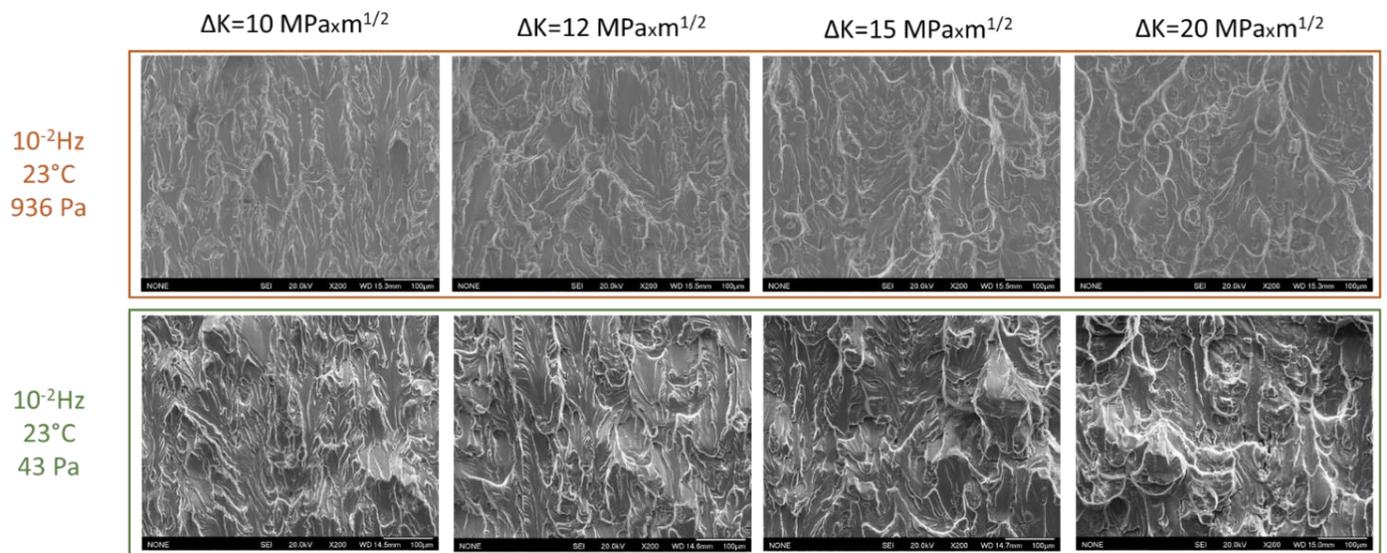


Figure annexe 12 : *Faciès de rupture illustrant la morphologie de la surface de fissure pour les essais de propagation réalisés à 1021Hz et à différents environnements et niveau de ΔK*

Annexe G : analyse de la part d'amorçage dans la durée de vie totale

La durée de vie du matériau qui correspond au nombre de cycle à rupture de la pièce (N) peut être décomposée comme la somme du nombre de cycle à amorçage (N_a) et le nombre de cycle en propagation (N_p) : $N=N_a+N_p$

Un suivi d'avancée de fissure au cours de l'essai n'étant pas réalisé pour la campagne d'essais d'endurance et surtout complexe car on ne peut pas prévoir la localisation du site d'amorçage, la quantification de la part d'amorçage et de propagation est basée sur l'extrapolation des courbes de propagation. Pour cela, des mesures d'interstrie réalisées sur les éprouvettes d'endurances TG nues et sollicitées sous divers environnements ont permis de remonter aux vitesses de propagation associées en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK .

Pour remonter à la valeur de ΔK associé à la profondeur de fissure associée à la zone où la mesure d'interstrie est effectuée, une simulation par AFGROW a été utilisée. Ce logiciel permet à partir de bases de données importantes sur divers matériaux, d'implémenter différents modèles de propagation de fissure pour déterminer les différents paramètres caractéristiques de la fatigue. Un défaut initial quart-circulaire de 50 μm est en outre considéré.

La valeur de ΔK est estimée à différentes profondeurs de fissure à partir du formulaire de Newman et Raju [180]. Une comparaison des données interstrie fonction de ΔK ainsi établies aux vitesses de propagation mesurées sur éprouvettes CT avec celles observées sur les éprouvette TG nues à partir des mesures d'interstries est présentée sur la Figure annexe 13 : *Comparaison des vitesses de propagation obtenues sur éprouvettes CT avec les mesures d'interstrie sur les éprouvettes d'endurance TG en fonction de l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte ΔK* . Compte tenu du relativement bon accord entre les différents jeux de données pour une condition fixée, l'analyse sera conduite en utilisant les données des essais de propagation.

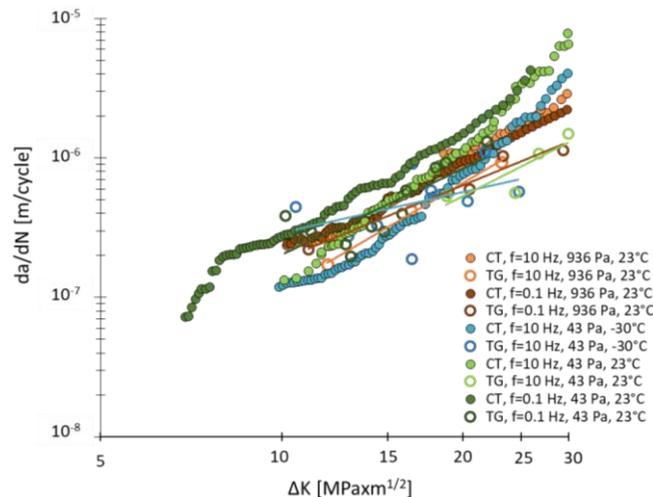


Figure annexe 13 : *Comparaison des vitesses de propagation obtenues sur éprouvettes CT avec les mesures d'interstrie sur les éprouvettes d'endurance TG en fonction de l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte ΔK*

Ainsi la Figure annexe 14: *Comparaison des cinétiques de propagation obtenues à partir des essais d'endurance à partir des mesures d'interstrie sur éprouvettes TG nues avec l'estimation Afgrow des vitesses mesurées sur éprouvettes CT sous environnement sec et humide à 23°C* reprend, dans le cas d'une sollicitation sous 23°C sous air sec et ambiant, les données de propagation à partir des mesures d'interstrie sur les éprouvettes TG nues ainsi que l'extrapolation à partir du logiciel Afgrow via les données issues des essais sur éprouvettes CT.

On retrouve le léger écart de vitesse à iso ΔK entre la simulation par AFGROW et celles estimées des mesures d'interstrie.

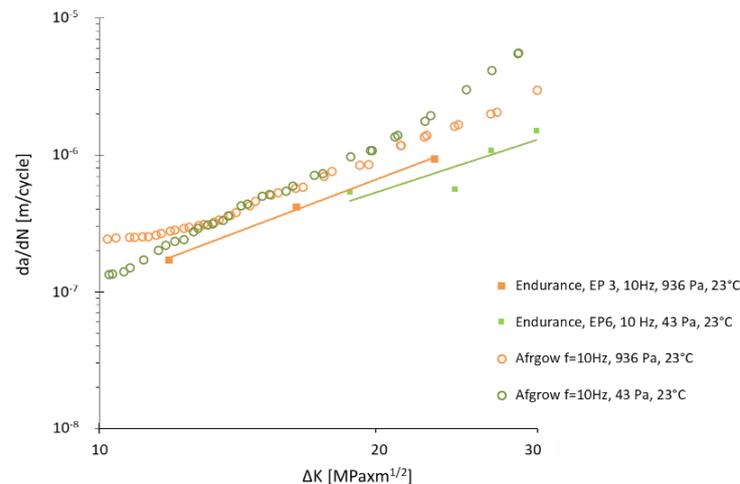


Figure annexe 14: Comparaison des cinétiques de propagation obtenues à partir des essais d'endurance à partir des mesures d'interstrie sur éprouvettes TG nues avec l'estimation AFGROW des vitesses mesurées sur éprouvettes CT sous environnement sec et humide à 23°C

Toutefois, afin de simuler la phase de propagation, et plus précisément les premiers stades, dans les éprouvettes d'endurance, il convient de considérer des tailles de défauts initiales très faibles, et de ce fait des données de propagation situées au niveau du seuil. En première analyse, une extrapolation des données établies ici ou sur la base des travaux de Dicus a été considérée en utilisant la fonction « Tabular Lookup » d'AFGROW.

Avec ces hypothèses, il apparaît que les DDV en propagation calculées de 50 μm à rupture restent de l'ordre de 4% à 6% des DDV totales expérimentales quelle que soient les conditions d'exposition considérées, suggérant une prédominance de la phase

Annexe H : Comparaison des essais de propagation à ΔK croissant (suivi par potentiel) et ΔK constant (suivi optique) pour une valeur de $\Delta K=10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

Les données illustrées en Figure annexe 15 soulignent l'écart obtenu entre l'avancée de fissure par suivi optique et par mesure de potentiel. Le but de cette comparaison est de vérifier que la condition de ΔK soit respectée en obtenant un peu près les mêmes valeurs de vitesses pour les essais réalisés à ΔK croissant. Même si cet écart est relativement faible, il existe tout de même mais est probablement induit par la résolution de ces deux moyens de suivi.

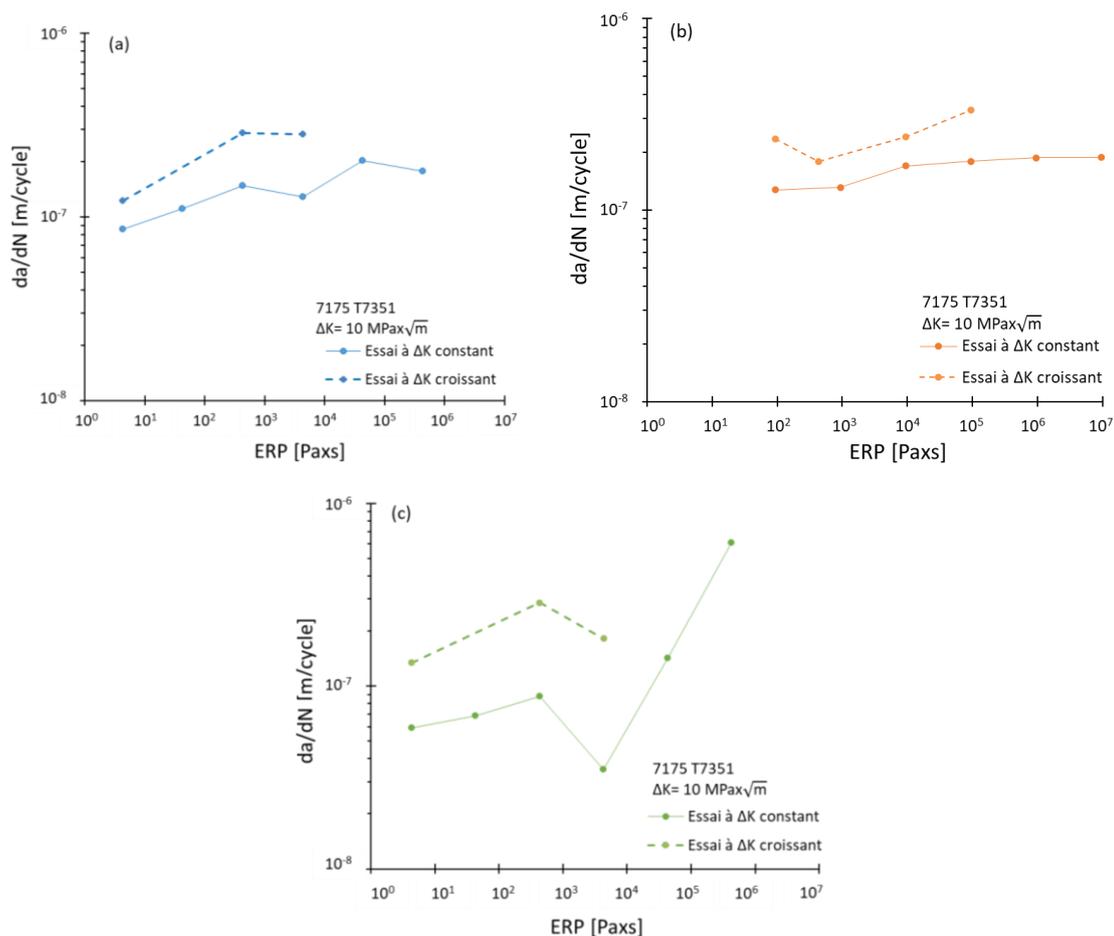


Figure annexe 15: Graphiques comparaison da/dN obtenue à ΔK croissant (suivi potentiel) et à $\Delta K=10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (suivi optique) en fonction de l'ERP, sous air (a) froid, (b) ambiant et (c) sous air sec.

Liste des figures

Figure 1: Pyramide des essais de fatigue à mener dans un processus de certification.....	9
Figure 2: Enregistrement de l'humidité relative, de l'humidité absolue, de la température ambiante et de l'altitude à différentes phases d'un vol de 4 heures à quatre endroits spécifiques d'un A320 : en haut et en bas du cockpit, sur le raidisseur fuselage avant et sur le raidisseur fuselage central. 10	

Chapitre I

Figure I. 1: Chronologie des traitements thermiques à durcissement structural des alliages 7XXX [10].....	16
Figure I. 2: Schéma représentant l'effet du laminage sur la microstructure des grains (a), et (b) schéma de la microstructure d'une tôle laminée dans le sens de laminage L, dans le sens transverse-long (TL) et dans le sens transverse-court (TC).	16
Figure I. 3: Schéma du diagramme d'équilibre générique pour le durcissement [12].....	17
Figure I. 4: Image en champ clair des zones GP selon l'axe [001] d'un alliage Al-Zn-Mg [16].....	18
Figure I. 5: Image MET de la microstructure un niveau d'un joint de grain d'un alliage Al-Zn-Mg-Cu à l'état T651 [23].....	19
Figure I. 6: Graphique représentant l'évolution de la contrainte limite d'élasticité en fonction du rayon des précipités pour a) Cisaillement des précipités par les dislocations, b) Contournement des précipités par mécanisme de boucle d'Orowan [25]	20
Figure I. 7: Schéma de prélèvement des éprouvettes dans les différentes directions d'une tôle laminée : sens de laminage L, sens transverse long T et sens transverse court S [26].....	21
Figure I. 8: Représentation schématique d'une courbe d'endurance ou de Wöhler.....	23
Figure I. 9: Représentation schématique des trois régions de la courbe da/dN en fonction de ΔK et principaux facteurs d'influence	24
Figure I. 10: Schéma représentant la correction de la fermeture de fissure.....	24
Figure I. 11: Schéma explicatif des mécanismes de propagation par Forsyth et Al. [42].....	26
Figure I. 12: Exemple d'une propagation cristallographique [43]	26
Figure I. 13: Fractographie d'un alliage 7075-T651 sollicité sous vide à $f=20\text{Hz}$ à un FIC de 4.3MPam	27
Figure I. 14: (1) Schéma de formation de stries de fatigue par processus d'émoussement plastique par Laird [45] et (2) Schéma de formation de stries de fatigue par cisaillement alterné par Pelloux [46].....	28
Figure I. 15: Schéma illustrant la problématique de la CSC.....	28
Figure I. 16: Schéma de l'évolution des étapes d'amorçage et de propagation en Fatigue Corrosion [29].....	29
Figure I. 17: Différents scenario d'amorçage de fissures en CSC, (a) marque d'usinage, (b) fissure pré existante, (c) corrosion intergranulaire, (d) piqûre de corrosion [8].....	30
Figure I. 18: Schéma de différents types de FC : (a) FC pure (b) FC par CSC et (c) FC mixte	31
Figure I. 19: Schémas des processus séquentiels impliqués dans la fragilisation dans un environnement gazeux. La réaction de fragilisation est représentée schématiquement par la liaison fer-hydrogène-fer [58].....	32
Figure I. 20: Schémas des mécanismes de FPH [60], (a) Fragilisation par la formation d'hydrures (b) HEDE (c) HELP (d) AIDE (e) HESIV [68].....	34
Figure I. 21: Effet de l'humidité et de l'intensité de contrainte sur la vitesse de fissuration de CSC du 7075-T651 orienté selon T-L à 23°C sous air [53].....	35

Figure I. 22: Pourcentage d'allongement à rupture en fonction du temps d'exposition à l'air saturé en vapeur d'eau, d'un alliage d'aluminium Al-Zn-Mg exposé à différentes températures (20°C, 50°C, 70°C et 90°C) sous vide et sous air [76].....	36
Figure I. 23: Effet de la pression résiduelle en air, en eau, en dioxygène et en dihydrogène sur la durée de vie de l'aluminium [77]	37
Figure I. 24: Vitesses de propagations d'un alliage 7475 T651 (L-T) sollicité sous vide et sous air avec une fréquence de 10Hz et un rapport de charge R=0,2 [72]	37
Figure I. 25: Courbes de propagation de fissure d'un alliage Al-Zn-Mg sollicité à l'air ambiant, sous vide et sous azote avec 15 ppm de vapeur d'eau, à R=0,1 et à une fréquence de 35 Hz [78]	38
Figure I. 26: Images optiques des faciès de rupture de CT en 7475-T651 sollicitée à vide (à gauche) à pression de vapeur d'eau faible de 150 Pa (au milieu) et à haute pression de vapeur d'eau 3,6 KPa (à droite) [72].....	38
Figure I. 27: Faciès de rupture d'un alliage 2024-T3 sollicité sous vide puis à l'air ambiant [83]...39	39
Figure I. 28: Interstries, espacement des bandes de glissement et vitesses de propagation en fonction de ΔK d'un alliage 7075 à l'air ambiant et sous vide [85].....	40
Figure I. 29: Influence de la microstructure et de l'environnement sur un 7075 vieilli dans deux conditions (T7351 et T651) et testés sous vide et à l'air ambiant avec R=0.1 à une fréquence de 35 Hz [88]	40
Figure I. 30: Effet de la pré exposition à différents pourcentage d'humidité relative sur la ductilité d'un alliage d'aluminium Al-6%Zn-3%Mg ayant subi une trempe à 465°C [76].....	41
Figure I. 31: Influence de l'humidité sur le nombre de cycle à rupture d'un alliage 6061 T6 pour une contrainte de contrainte de 183 MPa avec N1 le premier environnement et Nf le nombre de cycle à rupture [91].....	41
Figure I. 32: Durée de vie d'un alliage d'aluminium de fonderie AS7GU sous air sec, humidité saturante et en eau distillée [93].....	42
Figure I. 33: Vitesses de propagation de fissure sur un alliage 7475-T651 prélevé dans la direction LT sous différentes pressions de vapeur d'eau et sous vide, à une fréquence de 1Hz et R=0,2 [72]	42
Figure I. 34: Vitesses de propagation de fissure en fonction de la pression de vapeur d'eau à différentes valeurs de ΔK d'un alliage 7475-T651, L-T, R=0,2 et à des fréquences de 1 Hz et 10 Hz [72].....	43
Figure I. 35: Vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité de contrainte d'un alliage 7075 pour différentes de pression de vapeur d'eau à une fréquence de 100Hz et R=-1 [78].....	43
Figure I. 36: Courbes de propagation d'un 5070 sollicité en air ambiant, sous vapeur d'eau (2kPa), sous oxygène, sous azote et sous vide à une fréquence de 100 Hz [81].....	44
Figure I. 37: Courbes des vitesses de propagation en air ambiante et sous vide à différentes fréquences a) sur un alliage 5070, b) sur un alliage 683 [81]	45
Figure I. 38 : Propagation dans un alliage de fonderie E319 sous air à 20 kHz, 30 Hz et 1 Hz [95]	46
Figure I. 39: Vitesses de propagation en fonction du facteur d'intensité de contrainte d'un 7017 T-651 dans une solution de 2.5% NaCl/20.5% Na ₂ CrO ₄ , à un pH=3 aux fréquences allant de 0,01 Hz à 2 Hz et dans un environnement sec à 4 Hz (R=0,1) [96]	46
Figure I. 40: Vitesses de propagation en fonction de la pression de vapeur d'eau à ΔK constant d'un alliage 5070 (a) à 1 Hz and (b) à 100 Hz [81]	47
Figure I. 41: Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte vraie pour une déformation vraie de 0,3 à différentes température sur un alliage 7075 T6 [99]	48
Figure I. 42: Réduction relative de l'aire de la section de la zone utile en fonction de la température après essais de traction d'un alliage 7075 T73 pré-chargé ou non chargé en hydrogène [100].....	48

Figure I. 43: Durée de vie de l'aluminium pur à 4,2, 20, 90, 140 et 293° K [101]	49
Figure I. 44: Vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte ΔK , à R=0,5, f=20Hz et à différentes températures et (PH ₂ O)/f fixée (a) 1.9 Pa×s, (b) 0.2 Pa×s, (c) 0.027 Pa×s pour un 7075 T651 (L-T). Les essais annotés avec ATC ont été réalisés au Centre Technologique Arconic [4]	49
Figure I. 45: Courbes de propagation d'un alliage 2199 à R=0,5 et f=20Hz sollicitées à des températures entre 23°C et -65°C [102].....	50
Figure I. 46: Représentation schématique des vitesses de propagation caractéristiques d'un régime assisté par l'adsorption de vapeur d'eau et d'un régime assisté par l'hydrogène en fonction de ΔK_{eff} [105].....	51
Figure I. 47: Vitesses de propagation en fonction de l'ERP pour différents valeurs de ΔK à R=0,5, f=20Hz [110].....	52
Figure I. 48: Image MET d'un alliage Al-6Zn-3Mg exposé à 70 ° C à de l'air saturé en vapeur d'eau durant trois jours [76].	54
Figure I. 49: (a) Effet de la teneur en vapeur d'eau sur la vitesse de propagation de fissure et (b) Isotherme d'absorption de l'alliage à 25°C	56
Figure I. 50: Influence de la vapeur d'eau sur les vitesses de propagation dans les alliages 7075-T6 et comparaison des données expérimentales de Hartmann [121] et Feeney et al. [123] avec les modèles de Wei et al. (Pointillé : modèle de base ; continu : modèle prenant en compte la présence d'un composant inhibiteur).....	58
Figure I. 51: Micrographie MET d'un aluminium pur déformé cycliquement (0,4%) (a) à température ambiante, (b) à 77K [127].	59
Figure I. 52: Variation de la racine carrée de la densité de dislocation et de la racine carrée de la taille des grains réciproques en fonction de la contrainte d'écoulement de l'alliage 7075-T6 [99].	59
Figure I. 53: Fractographie réalisée au MEB sur un 2024 exposé à un environnement passant de l'air ambiant (à gauche) à -50°C (à droite) avec $\Delta K=12 \text{ MPa.m}^{1/2}$ [111]	60
Figure I. 54: Fractographie d'une éprouvette de fissuration en 7075-T651 (L-T) à ΔK décroissant pour R=0,5, à une fréquence de 20 Hz et un ERP= 0,027 Pa×s et T=23°C (a) T=-65°C (b) [4].	61
Figure I. 55: Fractographies de CT 7075 T651 (L-T) cyclés à ΔK décroissant à R=0,5, f=20 Hz avec un ERP=1.9 Pa×s, (a) à 23°C (b) et -30°C ; courbes da/dN VS ΔK associées (c) [4].....	62
Figure I. 56: Courbes da/dN VS ΔK d'un alliage d'aluminium 7017-T651 (a) exposé sous vapeur d'eau pur à 0.2 Pa×s (b) exposé sous vapeur d'eau à 1.0 Pa×s [135]	63
Figure I. 57: Effet de l'ERP sur la vitesse de propagation d'un alliage d'aluminium 7017-T651 L-T (les lignes continues illustrent la réponse du modèle de prédiction) [135].....	63
Figure I. 58: Vitesses de propagation en fonction de ΔK décroissant d'un alliage 7075-T651 (L-T) à R=0,5 et à des taux d'expositions de vapeurs d'eau différentes (de l'ultra vide jusqu'à 1334 Pa à 23°C) [103]	64
Figure I. 59: Vitesses de propagation en fonction de ΔK décroissant d'un 7075-T651 (L-T) à R=0,5 et à des taux d'expositions de vapeurs d'eau différentes à 23°C et à des températures cryogéniques. Les essais annotés avec ATC ont été réalisés dans un Centre Technologique Arconic [138]	64

Chapitre II

Figure II. 1: Localisation des capteurs au niveau du fuselage.....	71
Figure II. 2: Enceinte climatique développée et conçue à Pprime.....	72
Figure II. 3: Dispositif sécheur d'air comprimé.....	73

Figure II. 4: Schéma de fonctionnement du contrôle de l'environnement dans les enceintes conçues à Pprime.....	73
Figure II. 5: Schéma et dimensions des éprouvettes Type-T utilisées pour les essais de durée de vie	75
Figure II. 6: Schéma et dimensions des éprouvettes TdG (Taille de Guêpe) utilisées pour les essais de durée de vie	76
Figure II. 7: Schémas des différentes directions de prélèvement des éprouvettes plates dans une tôle [144]	76
Figure II. 8: Principe d'anodisation d'alliages d'aluminium	76
Figure II. 9: Image MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette TdG anodisée où l'on distingue clairement la couche de TSA.	77
Figure II. 10: Dimensions des éprouvettes CT40 en mm utilisés pour les essais de propagation de fissure	78
Figure II. 11: Images du banc d'essai VLCF	80
Figure II. 12: (a) Machine servo-hydraulique Instron 8802 avec son enceinte climatique (b) mors de serrage à six vis	81
Figure II. 13: Photo (a) de la machine électromécanique Instron 1362 et (b) de la machine servo hydraulique Instron 1343	83
Figure II. 14: Schéma du montage et principe du suivi d'avancée de fissure par DDP.....	83
Figure II. 15: Schéma explicatif de l'acquisition des mesures de DDP et de fermeture adoptée pour les essais de propagation.....	84
Figure II. 16: Schéma explicatif de l'intérêt de la soustraction de forme sur les valeurs de rugosité	85
Figure II. 17: Illustration (a) du paramètre de rugosité Ra et (b) du paramètre Sdr [146]	85
Figure II. 18: Schéma illustrant la différence de montage entre une analyse EBSD et TKD [148]	87
Figure II. 19: Spectre EDS sur un échantillon de 7175 T7351.....	88
Figure II. 20: Cartographie des orientations cristallographique avec une distribution cristallographiques représentées sur les figures de pôle selon la direction de laminage (RD).....	89
Figure II. 21: Image MEB-FEG d'un échantillon du matériau dans différentes directions, après préparation de l'échantillon et attaque au réactif de Keller.....	90
Figure II. 22: Image STEM d'une lame FIB du matériau en champ clair.....	90
Figure II. 23: Courbes de traction conventionnelles sous différents environnements	91

Chapitre III

Figure III. 1: Effet de la température sur la durée de vie à 195 MPa, R=0,1 à une fréquence de 10 Hz et 10-1 Hz sur éprouvettes type T (Kt=2,3) en 7175 T7351.....	97
Figure III. 2: Effet de la température sur la durée de vie à 300 MPa, R=0,1 à une fréquence de 10 Hz et 10-1 Hz sur d'éprouvettes TdG (Kt=1) 7175 T7351.....	97
Figure III. 3: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec PH ₂ O= 43 Pa et f= 10Hz à R=0,1 pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	99
Figure III. 4: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec PH ₂ O= 43 Pa et f= 10-1 Hz à R=0.1 pour un alliage 7175 T7351 L-T	99
Figure III. 5: Courbes de propagation d'essais réalisés sous air sec (f=10-1 Hz, 23°C et 43 Pa) à différents niveaux de ΔK_{ini} à R=0.1 pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	99
Figure III. 6: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec PH ₂ O= 43 Pa et f=10 ⁻² Hz à R=0,1 pour un alliage 7175 T7351 L-T	100

Figure III. 7: Courbes de fissuration da/dN en fonction de ΔK (a) et en fonction de ΔK_{eff} (b), de l'alliage 7175 T7351, L-T, sollicité à une fréquence de 10Hz à $R=0,1$ sous vide.....	100
Figure III. 8: Effet de l'humidité sur la durée de vie à 195 MPa, $R=0.1$ à différentes fréquences sur des éprouvettes type T ($K_t=2.3$) 7175 T7351	101
Figure III. 9: Effet de l'humidité sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0,1$ à une $f=10$ Hz et $f=10^{-1}$ Hz sur éprouvettes en taille de guêpe ($K_t=1$) 7175 T7351	102
Figure III. 10: Courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{H_2O}=43$ Pa et $P_{H_2O}=936$ Pa à $23^\circ C$ et $f=10$ Hz à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	103
Figure III. 11: Courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{H_2O}=43$ Pa et $P_{H_2O}=936$ Pa à $23^\circ C$ et $f=10^{-1}$ Hz à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T	103
Figure III. 12: Courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{H_2O}=43$ Pa et $P_{H_2O}=936$ Pa à $23^\circ C$ et $f=10^{-2}$ Hz à $R=0,1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T	103
Figure III. 13: Facteur d'abattement à la résistance à la fissuration en fonction de la fréquence de sollicitation (936 Pa et 43 Pa) à différentes fréquences pour $\Delta K=10$ MPam et $\Delta K_{eff}=10$ MPam.	104
Figure III. 14: Courbes de propagation obtenues sous air froid avec $P_{H_2O}=43$ Pa et $P_{H_2O}=6,3 \times 10^{-4}$ Pa et $f=10$ Hz à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	104
Figure III. 15: Effet de la fréquence sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0.1$ à différentes fréquences et différents environnements sur des éprouvettes Type-T ($K_t=2.3$) 7175 T7351.....	105
Figure III. 16: Effet de la fréquence sur la durée de vie à 300 MPa, $R=0.1$ à différentes fréquences et différents environnements sur des éprouvettes taille de guêpe ($K_t=1$) 7175 T7351	106
Figure III. 17: Comparaison des courbes de propagation obtenues sous air froid à $-30^\circ C$ avec $P_{H_2O}=43$ Pa et à différentes fréquences à $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T	106
Figure III. 18: Comparaison des courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{H_2O}=43$ Pa et à différentes fréquences avec $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	107
Figure III. 19: Courbes de propagation obtenues sous air avec $P_{H_2O}=936$ Pa et à différentes fréquences avec $R=0.1$ pour un alliage 7175 T7351 L-T	107
Figure III. 20: Facteur d'augmentation critique des vitesses de propagation entre $f=10$ Hz et $f=10^{-2}$ Hz pour $\Delta K=10$ MPam et $\Delta K_{eff}=10$ MPam.....	108
Figure III. 21: DDV en fonction de l'ERP des éprouvettes Type-T à $R=0.1$ et $\sigma_{max}=195$ MPa	108
Figure III. 22: DDV en fonction de l'ERP des éprouvettes taille de guêpe à $R=0.1$ et $\sigma_{max}=300$ MPa.....	109
Figure III. 23: Cinétiques de propagation en fonction de l'ERP à $\Delta K_{eff}=10$ MPam et $R=0.1$	109

Chapitre IV

Figure IV. 1: Image optique d'un faciès de rupture d'une éprouvette type TdG sur laquelle la flèche indique le site d'amorçage et la courbe pointillée rouge indique la fin de la zone de propagation avec le début de la zone de rupture	113
Figure IV. 2: Présentation schématique des sites d'amorçage observés sur (a) des éprouvettes type TdG et (b) des éprouvettes Type T	114
Figure IV. 3: Fractographies MEB d'une éprouvette type TdG sollicitée sous air froid ($T=-30^\circ C$ et $P(H_2O)=43$ Pa) avec $f=10$ Hz et à $\sigma_{max}=300$ MPa conduisant à un amorçage sur amas de particules	115
Figure IV. 4: Fractographies MEB (a) d'une éprouvette type T sollicitée à 10Hz à $-30^\circ C$ sous $P(H_2O)=43$ Pa conduisant à un amorçage sur la tranche de l'éprouvette, (b) d'une éprouvette type	

TdG sollicitée à 10Hz à 23°C et P(H ₂ O)=936Pa. Les images en BSE montre la morphologie de l'amas de particules.....	116
Figure IV. 5: Fractographies MEB et analyses EDX montrant la nature chimique des particules sur le site d'initiation (a) sur une éprouvette Type T (b) sur une éprouvette type TdG.....	117
Figure IV. 6: Fractographies MEB des éprouvettes type TdG nues testées (a) sous air froid et f=10Hz, (b) sous air sec et f=10Hz, (c) sous air ambient et f=10-1Hz.....	117
Figure IV. 7: Images de microscopie optique des faciès de rupture des éprouvettes anodisées dans les conditions environnementales spécifiques (a)air ambient à 10Hz (b) air sec à 10Hz (c) air froid à 10Hz.....	118
Figure IV. 8: Reconstruction d'images MEB d'une surface de rupture d'une éprouvette type TdG anodisée avec plusieurs amorçages secondaires.....	119
Figure IV. 9: Fractographies MEB de fissures secondaires amorcées sur des piqûres de corrosion.....	119
Figure IV. 10: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous vide à R=0.1 pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	121
Figure IV. 11: Variation du facteur d'intensité des contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction (a) de Ra (b) de SDR sous vide à 23°C et -30°C à une fréquence de sollicitation de 10Hz. Les points en forme de cercle, carré, losange et triangle correspondes respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$	121
Figure IV. 12: Variation du facteur d'intensité des contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK sous vide à 23°C et -30°C à 10Hz.....	122
Figure IV. 13: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK sous air sec (23°C et P (H ₂ O) =43 Pa) et sous air froid (-30°C et P (H ₂ O) =43 Pa) aux fréquences de 10Hz, 10 ₁ Hz et 10 ₂ Hz.....	123
Figure IV. 14: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Ra pour des fréquences de sollicitation de (a) 10Hz (b) 10 ⁻¹ Hz et (c)10 ⁻² Hz sous air sec à 23°C et -30°C. Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$	123
Figure IV. 15: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Sdr pour des fréquences de sollicitation de (a) 10Hz (b) 10 ⁻¹ Hz et (c)10 ⁻² Hz pour les essais réalisés sous air sec à 23°C et -30°C. Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondent respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$	124
Figure IV. 16: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec P(H ₂ O)= 43 Pa à (a) f=10Hz (b) f=10 ⁻¹ Hz et (c) f=10 ⁻² Hz à R=0.1.....	124
Figure IV. 17: Variation du facteur d'intensité de contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK pour les essais réalisés aux fréquences de 10 Hz, 10 ⁻¹ HZ et 10 ⁻² Hz, (a) sous air froid (-30°C, P (H ₂ O) =43 Pa) (b) sous air sec (23°C et P (H ₂ O) =43 Pa).....	125
Figure IV. 18: Courbes de propagation obtenues à 23°C et à -30°C, sous air avec P(H ₂ O)= 43 Pa à (a) f=10Hz (b) f=10 ⁻¹ Hz et (c) f=10 ⁻² Hz à R=0.1 pour un alliage 7175 T7351 L-T.....	125
Figure IV. 19: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'ouverture K_{ouv} en fonction de ΔK à 10Hz sous vide et avec P (H ₂ O) = 43 Pa, (a) à -30°C (b) à 23°C.....	126
Figure IV. 20: Variation du facteur d'intensité de contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Ra pour des essais réalisés à f=10Hz sous air sec et sous vide à (a) 23°C et (b) -30°C. Les points en cercle, carré, losange et triangle correspondes respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPaxm}^{1/2}$	127
Figure IV. 21: Variation du facteur d'intensité de contraintes à l'ouverture K_{ouv} en fonction de Sdr pour des essais réalisés à f=10Hz sous air sec et sous vide à (a) 23°C et (b) -30°C. Les points en	

cercle, carré, losange et triangle correspondes respectivement à une mesure de K_{ouv} et de rugosité à une valeur de $\Delta K=10, 12, 15$ et $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	127
Figure IV. 22: Figure illustrant le ratio d'une couche d'oxyde sur ΔCTOD pour différents types de TT obtenus par analyses SIMS (Spectrométrie de Masse à Ions Secondaires) sur des faciès de rupture au niveau du seuil d'un alliage d'aluminium 7075 testé sous air ambiant avec $R=0,1$ et $f=35$ Hz et reprenant des données de Renaud et Suresh [44]	128
Figure IV. 23: Mesures de la rugosité des faciès de rupture en fonction de ΔK sur deux éprouvettes sollicitées à ISO ERP et à 23°C	129
Figure IV. 24: Fractographies MEB (x50) à $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air humide à 23°C (les flèches noires indiquent le sens de la propagation)	130
Figure IV. 25: Fractographies MEB (x50) autour de la transition de fin de pré-fissuration à l'air ambiant à la fissuration sous environnement (a) sous vide à -30°C (b) sous air sec à -30°C	130
Figure IV. 26: Vitesses de propagation dans un alliage 7175 sous vide en fonction du traitement thermique [153].....	131
Figure IV. 27: Fractographies MEB (x200) à $\Delta K=12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air sec $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$ à 23°C (c) sous air ambiant $P(\text{H}_2\text{O}) = 936\text{Pa}$ à 23°C	131
Figure IV. 28: Fractographies MEB (x300) d'éprouvettes CT à $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sollicitées à une fréquence de 10 Hz (a) sous air ambiant $P(\text{H}_2\text{O}) = 936\text{Pa}$ à 23°C (b) sous air sec $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$ à 23°C (c) sous air froid $P(\text{H}_2\text{O}) = 43\text{Pa}$ à -30°C (d) sous vide $P(\text{H}_2\text{O}) = 6,3 \times 10^{-4}\text{Pa}$ à -30°C . Les flèches rouges pointent les zones de quasi-clivage.	133
Figure IV. 29: Fractographies MEB (x7K) d'éprouvettes CT à $\Delta K=15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sollicitées à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air humide 23°C	134
Figure IV. 30: Fractographies MEB (x13K) d'éprouvettes CT à $\Delta K=12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sollicitées à une fréquence de 10Hz (a) sous vide à 23°C (b) sous air humide 23°C	134
Figure IV. 31: Fractographie d'un alliage 2024 montrant la morphologie du faciès de rupture passant d'une sollicitation sous vide à sous air (la flèche indique le sens de propagation) [83]	134
Figure IV. 32: Modèle schématique de formation de stries (a) sous vide et (b) sous air [160]	135
Figure IV. 33: Comparaison entre vitesses de propagation calculées et mesure d'interstries sous vide.	136
Figure IV. 34: Résultat des dosages de l'hydrogène sur échantillons non fatigués exposés 5 semaines à différents environnements	137
Figure IV. 35: Concentration d'hydrogène piégé d'échantillons de 0,36g d'éprouvettes sollicitées et rompues en fatigue sous divers environnements à $f=10\text{Hz}$ (a) et à $f=10^{-1}\text{Hz}$ (b).....	138
Figure IV. 36: Délimitation des deux zones : zone plane à 90° par rapport à l'axe de sollicitation (encadrée en bleu), zone inclinée d'environ 45° par rapport à la direction de la sollicitation (encadrée en vert)	139
Figure IV. 37: Concentration d'hydrogène piégé sur les faciès de rupture orientés à 45° , à différents environnements et à une fréquence de (a) 10Hz (b) 10^{-1}Hz	139
Figure IV. 38: Concentration d'hydrogène piégé sur les faciès de rupture orientés à 90° , à différents environnements et à une fréquence de (a) 10Hz (b) 10^{-1}Hz	140

Chapitre V

Figure V. 1: Cinétiques de propagation des fissures en fonction de l'ERP (pilote par la fréquence) à $\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sous différents environnements	145
--	-----

Figure V. 2: Comparaisons des vitesses de fissuration à ΔK constant issues d'essais réalisés pression partielle de vapeur d'eau avec des résultats de la littérature réalisés sous pression totale de vapeur d'eau	147
Figure V. 3 : Vitesses de propagation en fonction de l'ERP, piloté par la fréquence, à $\Delta K=10$ MPam sous différents environnements avec indication de l'ERP _{crit} selon les environnements.....	148
Figure V. 4: Schéma récapitulatif illustrant la variation du coefficient d'abattement sur la résistance à la propagation de fissures (a) induit par l'augmentation de P (H ₂ O) dans l'air en fonction de la fréquence et (b) induit par le passage d'une fréquence de 10Hz à 10 ⁻⁴ Hz pour une P (H ₂ O) donnée	148
Figure V. 5: Faciès de rupture à 23°C et P (H ₂ O) = 43Pa à diverses fréquences, pour $\Delta K=10$ MPam et R=0.1	149
Figure V. 6: Faciès de rupture à -30°C et P (H ₂ O) =43Pa à diverses fréquences, pour $\Delta K=10$ MPam et R=0.1	150
Figure V. 7: Faciès de rupture à 23°C et P (H ₂ O) =936Pa à diverses fréquences, pour $\Delta K=10$ MPam et R=0.1	150
Figure V. 8: Faciès de rupture à 23°C et P (H ₂ O) =43Pa à diverses fréquences, pour $\Delta K=10$ MPam et R=0.1	151
Figure V. 9: Faciès de rupture à -30°C et P (H ₂ O) =43Pa à diverses fréquences, pour $\Delta K=10$ MPam et R=0.1	151
Figure V. 10: Cinétiques de propagation obtenues (a) à partir des mesures d'interstries sur les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées à différents environnement et (b) à partir du suivi optique. La barre d'erreur pessimiste est représentée pour le cas de l'air sec à 10 ⁻⁴ Hz et 10 ⁻² Hz.....	152
Figure V. 11: Chemin de fissures a) sous air très humide, b) sous air ambiant, c) sous air sec et d) sous air froid. Les flèches jaunes indiquent les déviations importantes des fissures.....	153
Figure V. 12: Chemin de fissuration au MEB en BSE sous air humide traversant des précipités.	153
Figure V. 13: Cartographies d'orientations suivant l'axe de sollicitation obtenue sur une fissure se propageant sous air ambiant, sous air sec et sous air froid. Figures de pôles associées aux familles de plans {001}, {101} et {111}.	154
Figure V. 14: Traces des plans {111} sur les cartographies EBSD obtenues sur des fissures se propageant sous différents environnements avec un ERP croissant lié à la décroissance de la fréquence	156
Figure V. 15: Préparation des lames FIB (a) début de dépôt protecteur de platine ; (b) usinage et extraction de la lame par un micro manipulateur ; (c) Fixation de la lame sur un support en cuivre et amincissement de la lame.....	158
Figure V. 16: Image STEM en champ clair (a) d'une lame d'une éprouvette sollicitée à 10Hz sous vide x35K à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (b) d'une lame d'une éprouvette sollicitée à 10 ⁻² Hz sous air ambiant x35K à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (c) d'une lame d'un échantillon sain sans sollicitation mécanique x30K.	158
Figure V. 17: Image MET en champ clair x1K (a) d'une lame de CT sollicitée à 10Hz sous vide x35K à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (b) d'une lame de CT sollicitée à 10 ⁻² Hz sous air ambiant x35K à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (c) d'une lame d'un échantillon sains sans sollicitation mécanique x30K.....	159
Figure V. 18: Image MET de la lame issue d'une éprouvette sollicitée sous environnement inerte à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (23°C, P (H ₂ O) =2,1x10 ⁻⁴ Pa et f=10Hz). Les flèches vertes indiquent les dislocations.	160
Figure V. 19: Image MET de la lame issue d'une éprouvette sollicitée sous air ambiant à $\Delta K=10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (23°C, PH20=936 Pa et f=10 ⁻² Hz). Les flèches vertes indiquent les dislocations.....	160

Figure V. 20: Image MET en champ clair x1K (a) d'une lame de CT sollicitée à 10Hz sous vide x12K à $\Delta K = \text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ (b) d'une lame de CT sollicitée à 10^{-2}Hz sous air ambiant x12K à $\Delta K = 10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$	161
Figure V. 21: Images STEM en champ clair pour l'observation des structures de dislocations d'un alliage 7075-T651 sollicité sous environnement inerte avec un ERP de 0,027Pa _s à 23°C et à -65°C [174].....	162
Figure V. 22: Image MET d'une lame de CT sollicitée avec $f = 10^{-2}\text{Hz}$ sous air ambiant x35K à $\Delta K = 10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ avec les clichés de diffraction.....	162
Figure V. 23: Image MET sous la surface de rupture d'une lame FIB extraite d'une éprouvette CT sollicitée sous air ambiant à une fréquence de 10^{-2}Hz pour un $\Delta K = 10\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$. Les flèches rouges indiquent des sous joints et le trait discontinu bleu délimite la couche contenant des sous joints.	163
Figure V. 24: Cartographie EBSD représentant l'orientation du grain analysé tracé selon la direction macroscopique de propagation de la lame issue d'une sollicitation avec (a) ERP= $2,1\times 10^{-5}\text{ Pa x s}$ et (b) ERP= 93600 Pa x s.....	164
Figure V. 25: Cartographie EBSD représentant l'orientation du grain analysé tracé selon la direction macroscopique perpendiculaire au faciès de rupture de la lame issue d'une sollicitation avec (a) un ERP de $2,1\times 10^{-5}\text{ Pa x s}$ et (b) un ERP de 93600 Pa x s.....	164
Figure V. 26: Cartographies de la texture EBSD-TC (Texture Component) (a) de la lame sollicitée avec un ERP de $2,1\times 10^{-5}\text{ Pa x s}$ et (b) une lame avec un ERP de 93600 Pa _s	165
Figure V. 27: Confrontation des distances interstries sur le faciès de rupture avec les mesures de pas de rotation maximale du réseau sur la lame avec (a) un ERP de $2,1.10^{-5}\text{ Pa x s}$ et (b) un ERP de 93600 Pa _s	166
Figure V. 28: Mesure de l'orientation des plans le long du sillage de la fissure pour la condition (a) avec un ERP de $2,1\times 10^{-5}\text{ Pa x s}$ et (b) un ERP= 93600 Pa _s	167
Figure V. 29: Comparaison de la profondeur de la couche distordue observable à un ERP de 93600 Pa x s avec les données de pénétration de l'hydrogène en fonction de la fréquence de sollicitation à partir des travaux de Oger et al.[117] et Shimizu et al.[178]	168
Figure V. 30: Vitesses de propagation obtenues sous mélange oxygène et vapeur d'eau à partir du modèle des mélanges en fonction du rapport des constantes K.....	171
Figure V. 31: Comparaisons de données de vitesses de fissuration à ΔK constant sous air avec les résultats du modèle de Wei et al. [113] sous mélange d'air et sous NaCl.....	172

Annexes

Figure annexe 1: Graphique donnant la relation entre la température de l'air et de le point de rosée	193
Figure annexe 2: PH ₂ O _{sat} et ppm d'eau en volume en fonction de la température de point de rosée de l'air [143].....	193
Figure annexe 3: Illustration du dispositif de refroidissement de l'éprouvette [111].....	194
Figure annexe 4: Machine servo-hydraulique avec sa chambre climatique et système de serrage d'éprouvettes plates.....	195
Figure annexe 5: Machine d'essai avec sa chambre climatique utilisé pour les essais d'endurance au CRT Ottobrunn.....	195
Figure annexe 6: Courbe de calibration illustrant a/W en fonction de V/V ₀	196
Figure annexe 7: Schéma du montage de la jauge de déformation	197
Figure annexe 8: Evaluation de la variation de la compliance en fonction du chargement pour la détermination de Pouv [145]	197

Figure annexe 9: Exemple de post traitement pour la détermination d'un P_{ouv} correspondant à la perte de linéarité de la courbe rouge.....	198
Figure annexe 10 : Faciès de rupture illustrant la morphologie de la surface de fissure pour les essais de propagation réalisé à 10Hz et à différents environnements et niveau de ΔK	199
Figure annexe 11 : Faciès de rupture illustrant la morphologie de la surface de fissure pour les essais de propagation réalisé à 10^{-1} Hz et à différents environnements et niveau de ΔK	199
Figure annexe 12 : Faciès de rupture illustrant la morphologie de la surface de fissure pour les essais de propagation réalisé à 1021Hz et à différents environnements et niveau de ΔK	200
Figure annexe 13 : Comparaison des vitesses de propagation obtenues sur éprouvettes CT avec les mesures d'interstrie sur les éprouvettes d'endurance TG en fonction de l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte ΔK	201
Figure annexe 14: Comparaison des cinétiques de propagation obtenues à partir des essais d'endurance à partir des mesures d'interstrie sur éprouvettes TG nues avec l'estimation AFGROW des vitesses mesurées sur éprouvettes CT sous environnement sec et humide à 23°C.....	202
Figure annexe 15: Graphiques comparaison da/dN obtenue à ΔK croissant (suivi potentiel) et à $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (suivi optique) en fonction de l'ERP, sous air (a) froid, (b) ambiant et (c) sous air sec.....	203

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Données d'humidité relative et de température au sol et en altitude	71
Tableau II.2: Matrice d'essais d'endurance sur les éprouvettes Types T et TdG nues et anodisées	78
Tableau II.3: Matrice d'essais de propagation sur les éprouvettes CT40 à FIC croissant	79
Tableau II.4: Matrice d'essais de propagation sur les éprouvettes CT40 à ΔK constant.....	79
Tableau II.5 : Composition chimique de l'alliage 7175 T7351 fournie par le certificat matériau de la tôle	88
Tableau II.6 : Composition chimique de l'alliage 7175 T7351 obtenue par EDS	88
Tableau II.7: Propriétés mécaniques sous différents environnements	91
Tableau III. 1: Matrice des essais d'endurance sur les éprouvettes Types T et en taille de guêpe nues et anodisées pour σ_{max} = 195 MPa pour les les Type-T et 300 MPa pour les Taille de Guêpe....	95
Tableau III. 2: Matrice des essais de propagation.....	96
Tableau IV. 1: Récapitulatif des sites d'amorçage menant à rupture des éprouvettes type TdG sollicitées à R=0,1 et σ_{max} = 300 MPa.....	114
Tableau IV. 2: Récapitulatif des sites d'amorçage menant à rupture des éprouvettes Type T sollicitées à R=0,1 et σ_{max} = 195 MPa.....	114
Tableau IV. 3: Tableaux regroupant les environnements et temps d'expositions des échantillons dosés.....	137

Effet de l'humidité de la température et de la fréquence sur la tenue en fatigue de l'alliage d'aluminium 7175 T7351

Résumé : Dans une quête de recherche d'amélioration du niveau de confiance dans la prédiction des durées de vie de pièces d'aéronefs sujettes à la fatigue, la compréhension des mécanismes induits par les interactions environnement-fatigue est fondamentale. Ce projet de thèse cible l'étude des effets des environnements représentatifs des conditions de vols en altitude et au sol sur la tenue en fatigue d'un alliage d'aluminium particulièrement utilisé pour les pièces de renforts du fuselage. La compréhension de l'effet de la température, de l'humidité et des basses fréquences sur la durée de vie en fatigue mais surtout sur la propagation de fissures d'un alliage 7175 T7351 est donc indispensable pour améliorer la prédictibilité de pièces soumises à des sollicitations de fatigue sous divers environnements et temps d'exposition. La première partie de ces travaux consiste, à partir de résultats macroscopiques d'endurance et de propagation de fissure, d'établir un ordre de prédominance de chacun des paramètres sur la durée de vie totale ainsi que sur la résistance à la propagation. Il s'avère que ce matériau à l'état sur-revenu ne présente pas de sensibilité significative de la durée de vie totale du matériau aux divers environnements explorés. En outre la diminution de la fréquence entraîne une augmentation des cinétiques de propagation, alors que la diminution importante de l'humidité entraîne une augmentation de la résistance à la propagation. Quel que soit l'environnement considéré, d'inerte à air très humide, le mode de propagation correspond systématiquement au stade II avec un mode de rupture de type quasi clivage. Les analyses de faciès de rupture révèlent néanmoins un effet de l'environnement sur le marquage des stries, clairement visibles sous air humide alors qu'elles présentent un aspect « froissé » et sont difficilement détectables sous environnement inertes. Par ailleurs, une augmentation de l'humidité dans l'air et l'abaissement de la fréquence jusqu'à 10-4Hz conduisent à des cinétiques de fissuration globalement similaires. Néanmoins, cette même diminution de fréquence sous air sec serait probablement responsable d'une diminution importante de la résistance à la propagation par rapport à ce qui est observé sous air humide. Des analyses complémentaires ont été menées notamment pour évaluer l'effet de l'exposition à l'environnement sur l'activité plastique en pointe de fissure et estimer la quantité d'hydrogène piégé. La confrontation de ces résultats met en relation une augmentation d'hydrogène piégé avec importante rotation du réseau et particulièrement localisée en pointe de fissure dans un cas de taux d'exposition élevé à l'air humide. Cette analyse plaide en faveur d'une action de l'hydrogène lors du couplage environnement fatigue du matériau sous air humide de type HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) et/ou AIDE (Adsorption Induced Dislocations Emissions).

Mots clés : Alliages d'aluminium – Effets de l'environnement – Humidité de l'air – Fatigue – Fissuration – Durée de vie – Industrie aéronautique

Effect of humidity, temperature and frequency on fatigue behavior of the aluminum alloy 7175 T7351

Abstract: In order to improve the degree of confidence in the fatigue-life prediction methods of aircraft parts, the understanding of the main physical mechanisms induced by environment-fatigue interactions is crucial. This PhD project targets the study of the environmental effects representative of flight conditions at altitude and on the ground on the fatigue strength of an aluminum alloy particularly used for fuselage reinforcement parts. The comprehension of the respective role of temperature, humidity and low frequencies on fatigue life and especially on the propagation of cracks in a 7175 T7351 alloy is therefore essential to improve the predictability of parts subjected to fatigue loading under various exposure conditions. The first part of this work consists, based on macroscopic results from high cycle fatigue and fatigue crack propagation tests, to establish the order of predominance of each individual studied parameter on the total fatigue life as well as on the resistance to fatigue cracks propagation. As it turns out, the over-tempered material does not show a significant sensitivity of the material's total life to the various environments explored. It has been observed that the decrease in frequency leads to an increase in the kinetics of cracks propagation, while the significant decrease in humidity leads to an increase in the resistance to cracks propagation. Whatever the considered environment, from inert to very humid air, the propagation mode corresponds to stage II with cleavage-like fracture. The fracture surfaces analysis reveals an effect of the environment on the marking of the striations, clearly visible in humid air, whereas they are difficult to detect under inert environment. In addition, a higher exposure rate to the environment achieved with a frequency of 10-4Hz has shown that in humid or very humid ambient air, the fatigue crack growth rates are generally similar. Nevertheless, the decrease in frequency in dry air would probably be responsible for a significant decrease in the resistance to fatigue crack propagation. Additional analyses were carried out in order to assess the effect of environmental exposure on crack tip plastic activity or the amount of trapped hydrogen. The comparison of these results made it possible to relate an increase in trapped hydrogen with a significant lattice rotation, particularly localized at the crack-tip, in a case of long exposure times to humid air. Results seems to plead for an action of hydrogen during the environmental fatigue coupling of the material in humid air of the HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) and / or AIDE (Adsorption Induced Dislocations Emissions) types.

Key words: Aluminum alloys – Effect of environment – Humidity - Fatigue – Cracking – Service life – Aircraft industry