

# PRISE EN COMPTE DES HETEROGENEITES MICROSTRUCTURALES EN SITUATION DE COUPLAGE

I.Aubert<sup>1</sup>, N.Saintier<sup>2</sup>, M.Dhondt<sup>1</sup>, JM.Olive<sup>1</sup>,

<sup>1</sup> I2M, UMR 5295, Université de Bordeaux, CNRS

351 Cours de la Libération, Talence, 33405 France

Téléphone : 05 40 00 22 97, Télécopie : 05 40 00 64 69

[i.aubert@i2m.u-bordeaux1.fr](mailto:i.aubert@i2m.u-bordeaux1.fr), [matthieu.dhondt@ensta-bretagne.fr](mailto:matthieu.dhondt@ensta-bretagne.fr), [jean-marc.olive@u-bordeaux1.fr](mailto:jean-marc.olive@u-bordeaux1.fr)

<sup>2</sup> I2M, UMR 5295, Arts et Métiers ParisTech (Centre de Bordeaux-Talence),

Esplanade des Arts et Métiers, Talence 33405 France

Téléphone : 05 56 84 53 61, Télécopie : 05 56 84 53 66

[Nicolas.saintier@ensam.eu](mailto:Nicolas.saintier@ensam.eu)

**Mots clés : Hydrogène, corrosion sous contrainte, hétérogénéités microstructurales, champs mécaniques locaux, calculs couplés ,**

## 1. INTRODUCTION

Les premiers stades de l'endommagement des structures en environnement sévère (Corrosion Sous Contraintes (CSC), Fatigue Corrosion (FC), Fragilisation Par l'Hydrogène (FPH)) sont étroitement liés aux hétérogénéités de contraintes et de déformation à l'échelle de la microstructure. L'étude de ces hétérogénéités, tant sur le plan expérimental que numérique, doit permettre d'apporter des éléments de réponse sur l'origine des mécanismes d'endommagement en situation de couplage.

Deux situations de couplage mécanique/environnement seront abordées ici. La première concerne les interactions hydrogène/plasticité dans le cas des alliages cubiques faces centrées. Nous présenterons dans un premier temps, des résultats expérimentaux permettant de mettre en évidence l'effet de l'hydrogène sur le glissement plastique. Les effets couplés de l'hydrogène et des champs mécaniques seront ensuite pris en compte pour établir un modèle numérique de diffusion de l'hydrogène à l'échelle de la microstructure polycristalline d'un acier inoxydable sous chargement mécanique en présence d'hydrogène gazeux. La deuxième situation de couplage mécanique/environnement concerne la corrosion sous contrainte intergranulaire des microstructures de noyau des joints soudés FSW pour des alliages d'aluminium. Une démarche couplant l'utilisation conjointe de techniques expérimentales locales et d'une modélisation par éléments finis de la microstructure polycristalline, permettra de proposer un modèle de propagation de fissures de CSC-IG.

## 2. INTERACTIONS HYDROGENE/PLASTICITE DANS LE CADRE DES METAUX CFC

### 2.1 Effet de l'hydrogène sur la localisation de la déformation plastique d'un acier inoxydable AISI 316L

De manière générale l'hydrogène est reconnu pour modifier significativement le comportement mécanique au sens large des matériaux de structures : fragilisation par l'hydrogène, modification du comportement en plasticité, effet sur les cinétiques de propagation de fissure, etc. Les travaux entrepris dans ce domaine au laboratoire concernent principalement les effets d'interaction entre hydrogène et plasticité à l'échelle du polycristal. L'objectif des travaux présentés ici est de permettre une relecture des phénomènes de localisation de la plasticité à l'échelle des grains en présence d'hydrogène en analysant ces phénomènes de localisation en fonction des champs mécaniques locaux. Dans la littérature, l'effet de l'hydrogène sur le développement de la plasticité est généralement traité à l'échelle macroscopique (effet de la teneur en hydrogène sur comportement cyclique par exemple) ou microscopique (effet sur la mobilité des dislocations) sans réellement proposer d'analyse quantitative plasticité/hydrogène à l'échelle méso/micro. On pourra citer par exemple les travaux de Robertson et al (2009) qui, à travers des observations au microscope électronique à transmission mettent en évidence, à l'échelle microscopique, les effets de l'hydrogène sur les dislocations, tels que l'augmentation de leur mobilité, ou l'augmentation de leur densité dans les empilements. A l'échelle mésoscopique, des corrélations entre les cellules de dislocations et l'émergence des bandes de glissement ont été établies par Huvier et al. (2009). Cependant l'effet de l'anisotropie élastique, des effets de voisinages sur les champs mécaniques et leur impact sur les effets de localisation sont encore peu abordés.

Une étude sur micro-éprouvette de traction a été menée sur matériau chargé et non chargé en hydrogène afin d'analyser les phénomènes de localisation à l'échelle du polycristal. L'étude concerne un acier inoxydable AISI 316L traité thermiquement pour obtenir deux tailles de grains (140µm et 300µm). Les essais de traction ont été menés sur micro-éprouvettes de faible épaisseur chargées en hydrogène suivant deux conditions de chargement cathodique menant à des teneurs en hydrogène globale de 28±5wt.ppm et 95±6wt.ppm pour les grains de 140µm, 40±9wt.ppm et 135±5wt.ppm pour les grains de 300µm. Dans chaque cas, 12 éprouvettes ont été testées et analysées, chacune d'elle contenant une dizaine de grains dans la zone utile. Les conditions de chargement induisent un fort gradient de la concentration en hydrogène dans les grains en surface. Les valeurs moyennes des teneurs en hydrogène et des indices d'écrantage, calculés sur la base d'un modèle de diffusion, ont

permis de mettre en évidence la sensibilité plus grande des grains en surface à la présence d'hydrogène, bien que les gradients de ces deux quantités soient non négligeables sur les grains de surface. Les analyses AFM de la morphologie du glissement, à la surface des éprouvettes et au coeur des grains, ont été réalisées pour deux niveaux de déformation plastique macroscopique (3% et 10%) ainsi que sur matériau non chargé (référence pour l'analyse comparative des résultats). Les deux paramètres caractérisant le glissement retenus dans le cadre de cette étude sont l'espace (s) et les hauteurs (h) inter-bandes les distributions de chacun de ces deux paramètres ayant été statistiquement analysées. La Figure 1 synthétise les résultats obtenus en analysant globalement, pour chaque polycristal, les résultats obtenus sur tous les grains de surface, en fonction de la déformation macroscopique.

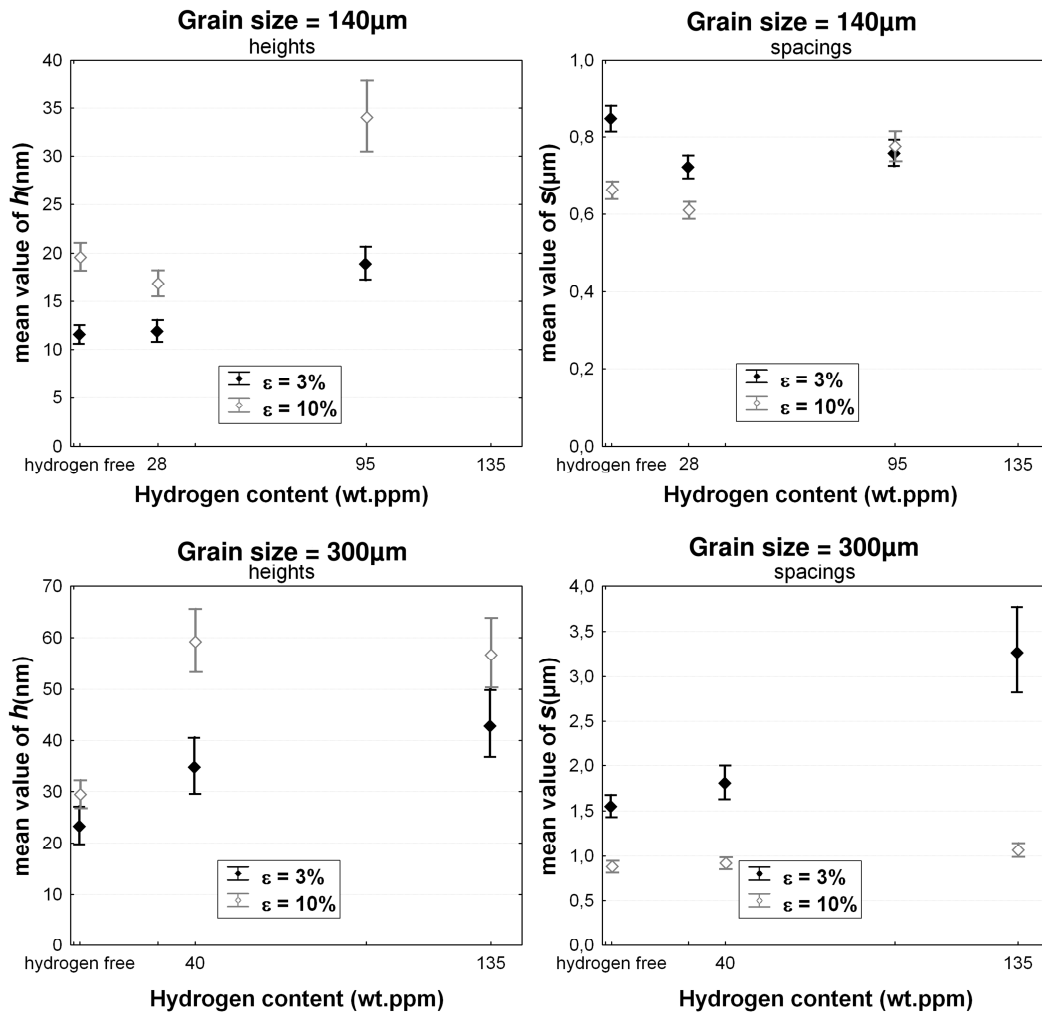


Figure 1 : Effet de l'hydrogène sur la hauteur et l'espace inter-marche de glissement (valeurs moyennes et intervalles de confiance à 95%) (Aubert et al., 2010)

Outre une diminution forte du glissement dévié dans le cas des échantillons chargés, l'analyse statistique des distributions des hauteurs des marches (h) et espace inter-marches de glissement (s) pour les différentes conditions d'essai indique :

- une évolution significative des distributions de h et s en fonction de la déformation plastique indépendamment de la teneur en hydrogène,
- les effets de l'hydrogène sur les distributions observées dépendent à la fois de la taille de grain et du niveau de déformation plastique,
- pour les polycristaux à faible taille de grain (140µm), seules les distributions des hauteurs de marches sont affectées pour les niveaux de chargements les plus élevés uniquement (95±6 wt.ppm). Les distributions d'espace inter-bande de glissement restent inchangées quel que soit le niveau de chargement en hydrogène (dans les conditions étudiées).
- les distributions de h et s, obtenues sur les polycristaux à taille de grain élevé (300µm), sont sensibles à la présence d'hydrogène dès 3% de déformation plastique et 40 wt.ppm

Cependant cette analyse effectuée à l'échelle macroscopique reste limitée car les hétérogénéités de déformation présentes à l'échelle des grains n'ont pas été prises en compte. Une analyse numérique locale de la déformation à l'échelle des grains (plasticité polycristalline) a été couplée à une analyse quantitative de la localisation de la plasticité (analyse du glissement par

AFM) aux mêmes échelles. La Figure 2 illustre la démarche adoptée. Après identification de la loi de comportement (modèle de plasticité cristalline (Méric et Cailletaud, 1991)) et analyse de la morphologie des grains par EBSD, le calcul de microstructure a été réalisé de sorte à déterminer les champs de contrainte et de déformation à l'échelle locale. Dans l'analyse, la déformation plastique macroscopique est remplacée, pour chaque grain, par la déformation plastique cumulée sur le plan correspondant au système le plus activé (somme des déformations plastiques cumulées sur les 3 systèmes associés à ce plan). Étant donné les hétérogénéités de déformation à l'échelle du polycristal, il existe une différence majeure entre les quantités de déformation plastique macroscopique et mésoscopique. On notera par exemple que les distributions de  $h$  et  $s$  observées à l'échelle du polycristal peuvent en partie être liées aux hétérogénéités de déformation à ces échelles.

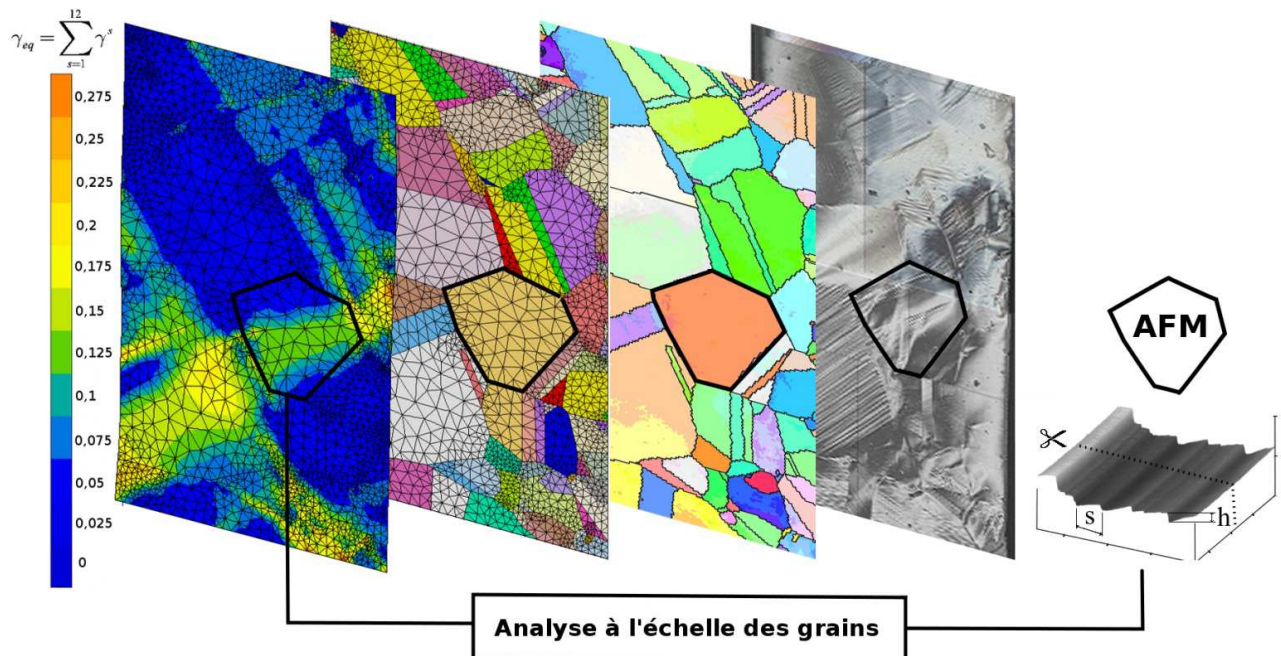


Figure 2 : Illustration de la démarche adoptée pour l'analyse locale de la déformation et de la localisation dans les grains.

Bien qu'il n'ait pas été possible de refaire une analyse complète de ces distributions en fonction des déformations locales grain par grain pour la totalité des échantillons testés, l'analyse a pu être réalisée pour deux cas : éprouvettes à gros grains (300 $\mu$ m), non-chargée (hors hydrogène naturellement présent dans l'éprouvette, estimé à 3.5wt.ppm) et chargée à 135wt.ppm. Des calculs 2D et 3D ont été réalisés, seuls les résultats 2D sont présentés ici. La Figure 3a) indique l'évolution de l'indice de localisation sur un polycristal chargé à 135wt.ppm comparé à un polycristal non chargé. Chaque point correspond à un grain du polycristal en fonction de la déformation plastique cumulée sur le plan de glissement associé au système de glissement le plus activé (déterminé numériquement). L'indice de localisation est défini par l'équation suivante :

$$I_{loc}^i = \frac{h_i s_i}{(h_i s_i)_{\min}} \quad (1)$$

où  $h_i$  et  $s_i$  représentent la hauteur et l'espace inter marche de glissement moyen et  $(h_i s_i)_{\min}$  la valeur minimale de ce produit sur l'ensemble des valeurs mesurées.

Cette analyse à l'échelle du grain permet de mieux quantifier les effets de localisation qui apparaissent nettement ici, par rapport à l'analyse moyenne par polycristal, et de montrer que cette localisation s'étend sur une large gamme de déformation. D'autre part, l'analyse de la position individuelle des grains dans le triangle standard indique que les grains présentant un indice de localisation élevé sont plus favorablement orientés pour du glissement multiple (voir Figure 3b)).

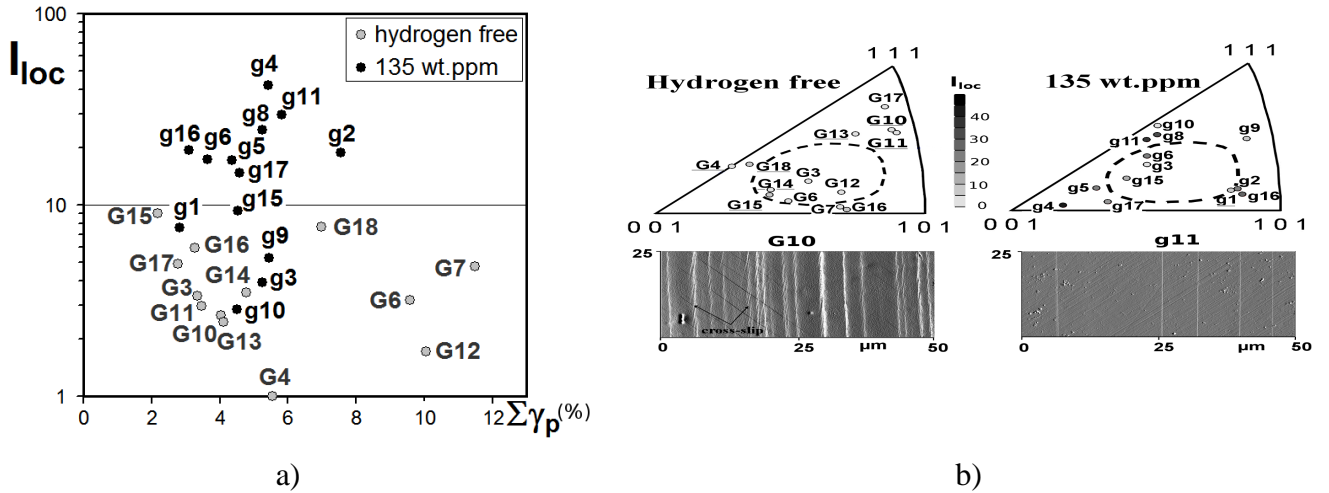


Figure 3: a) Indice de localisation en fonction de la déformation plastique cumulée sur le plan associé au système le plus activé, b) Évolution de l'indice de location représenté, pour chaque grain étudié, dans les deux conditions de chargement, dans le triangle standard (Aubert et al., 2012)

## 2.2 Effet des champs mécaniques locaux sur la distribution d'hydrogène dans les agrégats polycristallins

Les effets de la microstructure sur la sensibilité à l'hydrogène des matériaux métalliques vont au delà d'une modification de la localisation de la plasticité intragranulaire en fonction de l'orientation cristalline comme abordés au précédent paragraphe. Sans pour autant proposer ici une présentation exhaustive des effets hydrogène/plasticité, les effets macroscopiques de l'hydrogène sur les mécanismes de déformation et d'endommagement sont liés à une forte interaction entre la microstructure (morphologie des grains, phases, texture, joints de grains), la micro-plasticité se développant à ces échelles et les gradients de contrainte et de déformation qui en résultent, et les processus de diffusion-transport associés. La démarche développée a pour objectif le couplage des équations de diffusion couplées avec les calculs de plasticité cristalline en vue de réaliser un couplage entre les processus diffusionnels purs, processus diffusionnels assistés par la contrainte, et transport par la déformation plastique. Le couplage réalisé est un couplage faible dans le sens où les quantités mécaniques sont injectées à chaque pas de calcul dans le code de diffusion mais qu'à l'inverse, le calcul par éléments finis n'est pas modifié par la concentration en hydrogène. Sur la base des travaux de Sofronis et McMeeking (1989), Krom et al. (1999), Frankel et Latanision (1986), Ladna et Birnbaum (1987), la formulation de couplage choisie est, dans sa forme finale, la suivante :

$$\left(1 + \frac{N_L K_T N_T(\epsilon_p)}{(K_T C_L + N_L)^2}\right) \frac{\partial C_L}{\partial t} - \nabla \cdot (D_L \nabla C_L) + \nabla \cdot \left( \frac{C_L D_L \bar{V}_H}{RT} \nabla \sigma_h \right) + \theta_r \frac{dN_r}{d\epsilon_p} \frac{\partial \epsilon_p}{\partial t} = 0 \quad (2)$$

Les différentes constantes pouvant être obtenues de la littérature, le calcul couplé diffusion/mécanique est effectué comme l'indique la Figure 4 de sorte à pouvoir réaliser des calculs plasticité/diffusion à l'échelle de la microstructure. Des calculs couplés sur agrégats 2D ont été réalisés en considérant les paramètres mécaniques et de diffusion de l'acier inoxydable AISI 316L. Les conditions mécaniques correspondent à un essai de traction à 2.75% de déformation totale maximale atteint en 13230 secondes. Les conditions de chargement en hydrogène correspondent à une température de  $T=300\text{K}$  et 20 MPa de pression. Les résultats des calculs indiquent que l'hétérogénéité de la déformation qui se développe au sein de la microstructure du fait de la sensibilité de la loi de comportement à l'orientation cristalline, induit de forts gradients de la déformation et de la contrainte au sein des grains. Les forts gradients de contrainte hydrostatique à l'approche des joints de grains impactent directement la distribution de la concentration en hydrogène au sein de la microstructure. On remarque également que les joints triples sont des lieux privilégiés de sur-concentration en hydrogène. Ces résultats sont encourageant par rapport aux résultats de la littérature (phénomènes de ségrégation aux joints de grains mis en évidence par Fukushima et Birnbaum (1984) par exemple) mais aussi si l'on pense aux potentialités de cette approche pour la modélisation des phénomènes de transition de modes d'endommagement en présence d'hydrogène (cas du nickel par exemple (Lassila et Birnbaum, 1986)). Enfin, comme il fait appel à la notion de gradient, le calcul couplé permet également de faire apparaître un effet de taille de grain sur les résultats obtenus comme le montre la Figure 5 dans le cas de trois tailles de grains. La diminution de la taille de grain induit une augmentation locale de la teneur en hydrogène du fait de la modification des gradients de contrainte locaux. Couplée à un modèle d'endommagement, cette approche devrait permettre de rendre compte d'une sensibilité à la taille de grain des transitions de modes de rupture trans/inter. L'objectif est maintenant d'aller plus loin, d'une part vers un couplage fort mécanique/diffusion, vers le calcul 3D et l'introduction de modèles d'endommagement.

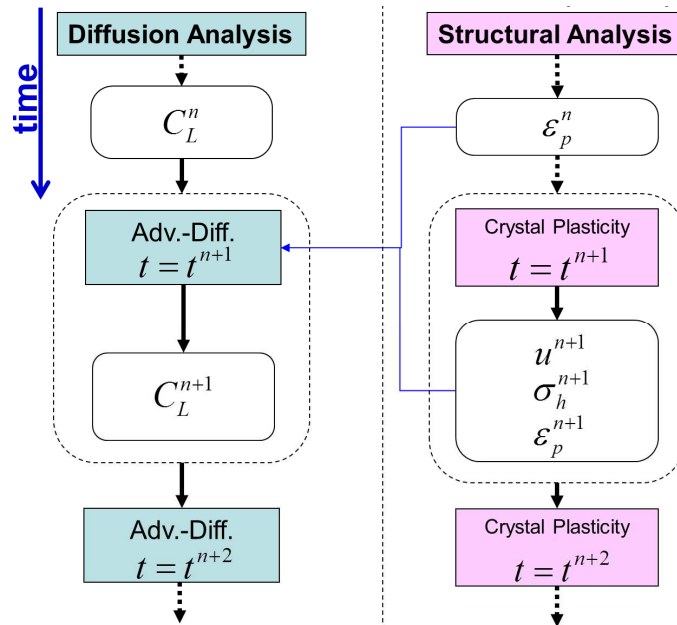


Figure 4 : Couplage faible mécanique/diffusion, d'après Miresmaelli et al. (2010)

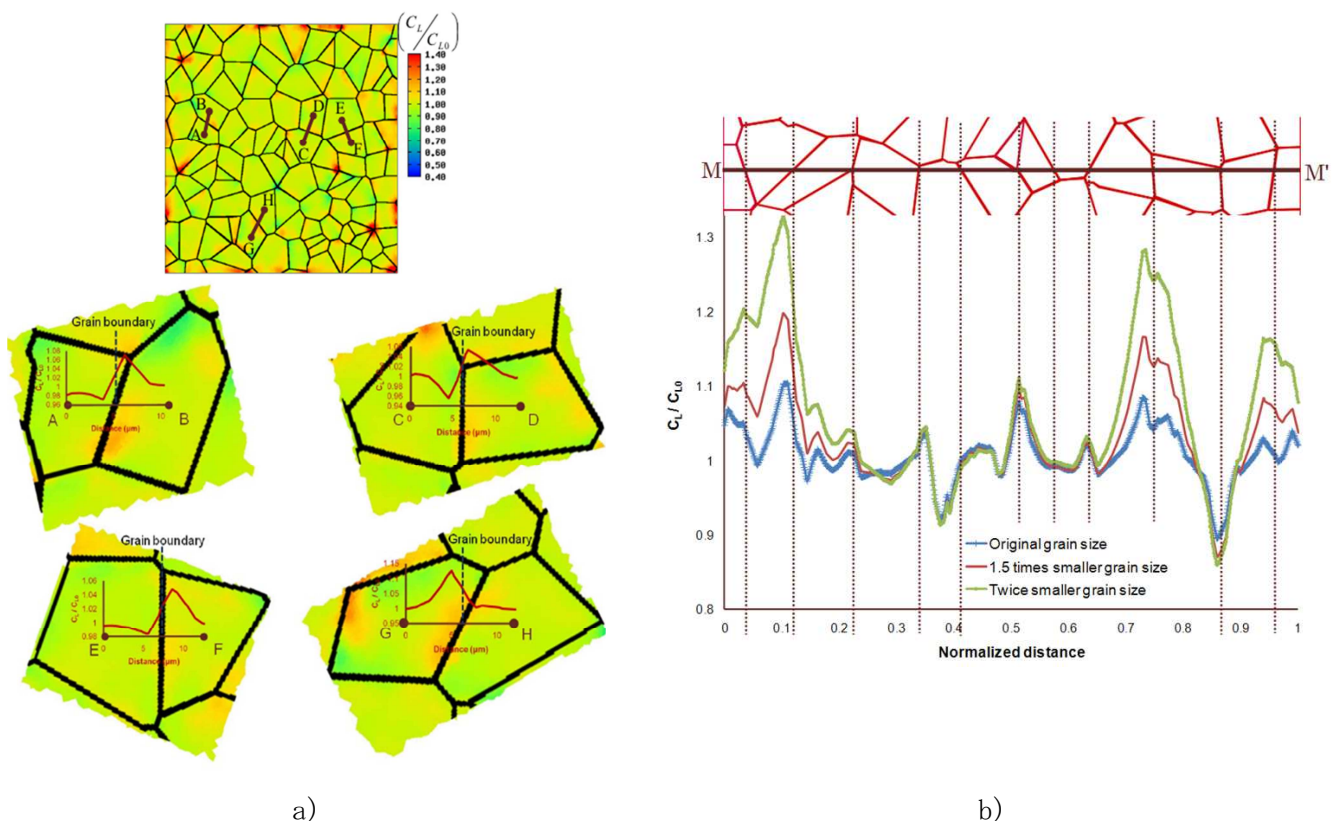


Figure 5 : a) Résultats du calcul de la distribution en hydrogène au sein d'un agrégat par le couplage mécanique/diffusion ( $\Delta t = 2.75\%$ ;  $\sigma = 20\text{MPa}$ ;  $T = 300\text{K}$ ), b) Effet de la taille de grain sur la distribution en hydrogène d'après Miresmaelli et al. (2010)

### 3. CORROSION SOUS CONTRAINTE INTERGRANULAIRE DU NOYAU DE JOINT DE SOUDURE FSW EN ALLIAGE D'ALUMINIUM

Dans cette partie, la situation de couplage mécanique/environnement concerne la corrosion sous contrainte intergranulaire (CSC-IG) des microstructures de noyau de joint de soudure FSW en alliage d'aluminium lithium 2050. Le lien entre les

hétérogénéités de microstructure, de champs mécaniques locaux et le développement de la CSC-IG du noyau de soudure sera mis en évidence expérimentalement. Suite à ces observations, nous présenterons la modélisation permettant de représenter les phénomènes ; celle-ci devra être conduite à l'échelle de la microstructure, tout en conservant l'hypothèse de milieu continu.

### 3.1 Hétérogénéités microstructurales et champs mécaniques.

Le noyau de soudure a été obtenu par friction (FSW) de 2 plaques d'alliage d'aluminium 2050 (3.5% de cuivre et 1% de lithium), soudées à l'état T3 dans la direction de laminage puis post-traitées thermiquement à 155°C. La microstructure du noyau présente plusieurs types d'hétérogénéités : hétérogénéités de taille de grain, hétérogénéité de l'état de précipitation et de la texture cristallographique.

Dans le plan TL-TC, des observations au microscope optique (Figure 6a)) effectuées après polissage et attaque électrolytique, révèlent une microstructure composée de grains équiaxes, dont la taille diminue à mesure que l'on s'éloigne de la surface de soudage. La distribution de précipités durcissants dans le noyau a été estimée par De Geuser et al. (2011) à partir de mesures SAXS (Small Angle X-Ray Scattering) réalisées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility). La cartographie des intensités normées (Figure 6c)) montre clairement une décroissance de la densité des précipités T1 entre le haut et le bas du noyau. Cette évolution de la densité de précipités durcissants a des répercussions directes sur la variation de microdureté Vickers qui diminue avec la profondeur du noyau (Figure 6b)). Sur cette cartographie réalisée avec un pas de 0,5mm, à une charge de 500 g, à l'aide d'indents pyramidaux de 35µm, l'absence de précipités T1 en bas du noyau semble avoir un impact de premier ordre sur la microdureté par rapport à la diminution de la taille de grain.

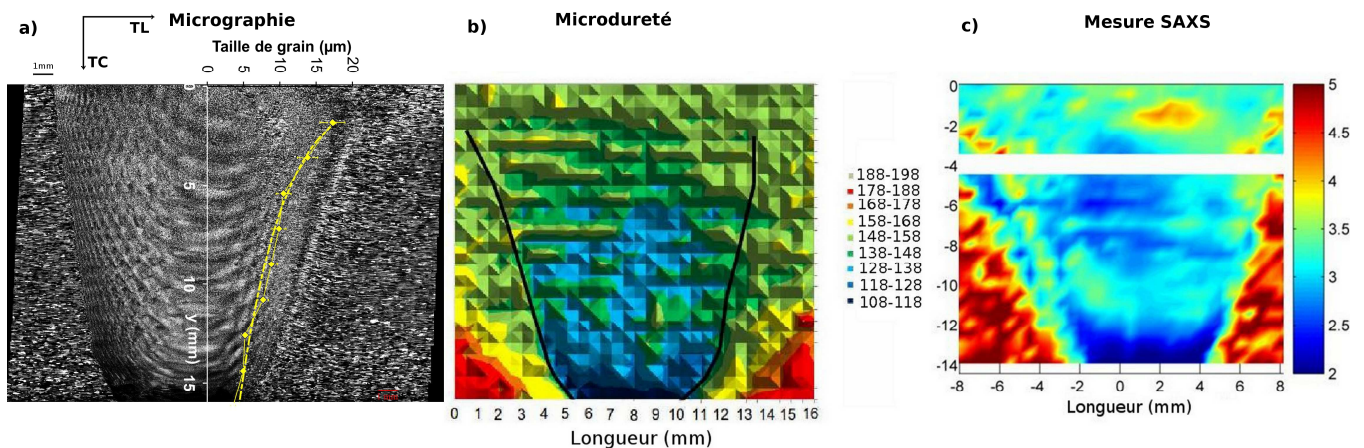


Figure 6: a) Micrographie du noyau de soudure et variations de la taille de grain, b) de la microdureté et (Dhondt, 2011), c) de la densité de précipités T1 selon De Geuser et al. (2011).

Dans le plan L-TL, la cartographie EBSD (Figure 7) réalisée sur un échantillon prélevé au cœur du noyau (à 8mm par rapport à la surface de l'épaulement) met en évidence, la présence d'une texture cristallographique relativement marquée se présentant sous la forme d'onion ring. Le motif élémentaire formé par cette texture présente une longueur caractéristique égale à 500 µm qui correspond à l'avancée du pion sur un tour pour ce matériau.

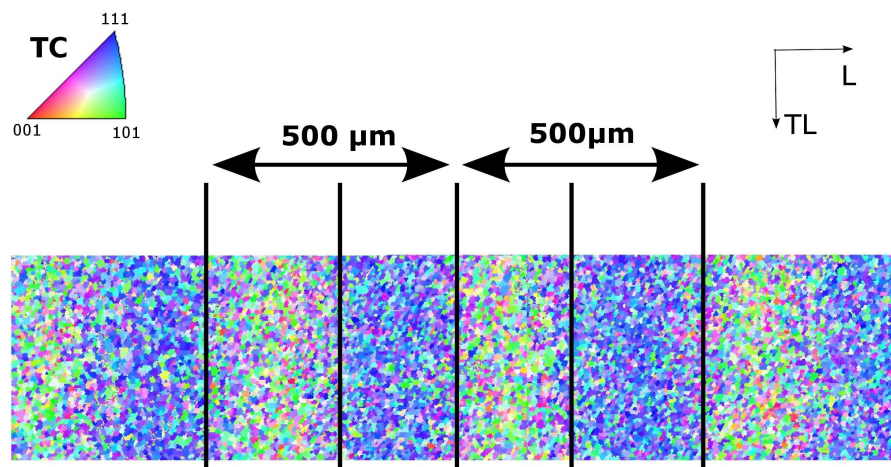


Figure 7: Répartition des tailles de grain et texture cristallographique dans le plan L-TL

Afin de mettre en évidence les effets éventuels des hétérogénéités microstructurales sur les champs mécaniques locaux, des éprouvettes plates de traction ont été prélevées au cœur du noyau de soudure, dans la direction de soudage. Lors des essais de traction réalisés à la vitesse de déformation de  $5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , d'importantes hétérogénéités de déformation se développent le long de la partie utile (Figure 8a)). La concordance entre les hétérogénéités cristallographiques (onion ring) et les hétérogénéités

de déformation a été mis en évidence par la réalisation d'essais de traction avec suivi par corrélation d'image à l'aide du logiciel Correli<sup>Q4</sup> (Figure 8b)). Pour ce faire, les éprouvettes ont été préalablement cartographiées par EBSD avec un pas de 2  $\mu\text{m}$ , puis ont subies une attaque électrolytique afin de créer un moucheti à l'échelle de la microstructure. La déformation de la zone centrale des éprouvettes a été suivie in situ au cours de la déformation, sous microscope numérique. Les résultats indiquent que les variations de texture induisent de fortes hétérogénéités de la déformation (Figure 8b)). Des différences de déformation de l'ordre de 0.5 % apparaissent sur des distances caractéristiques de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$ .

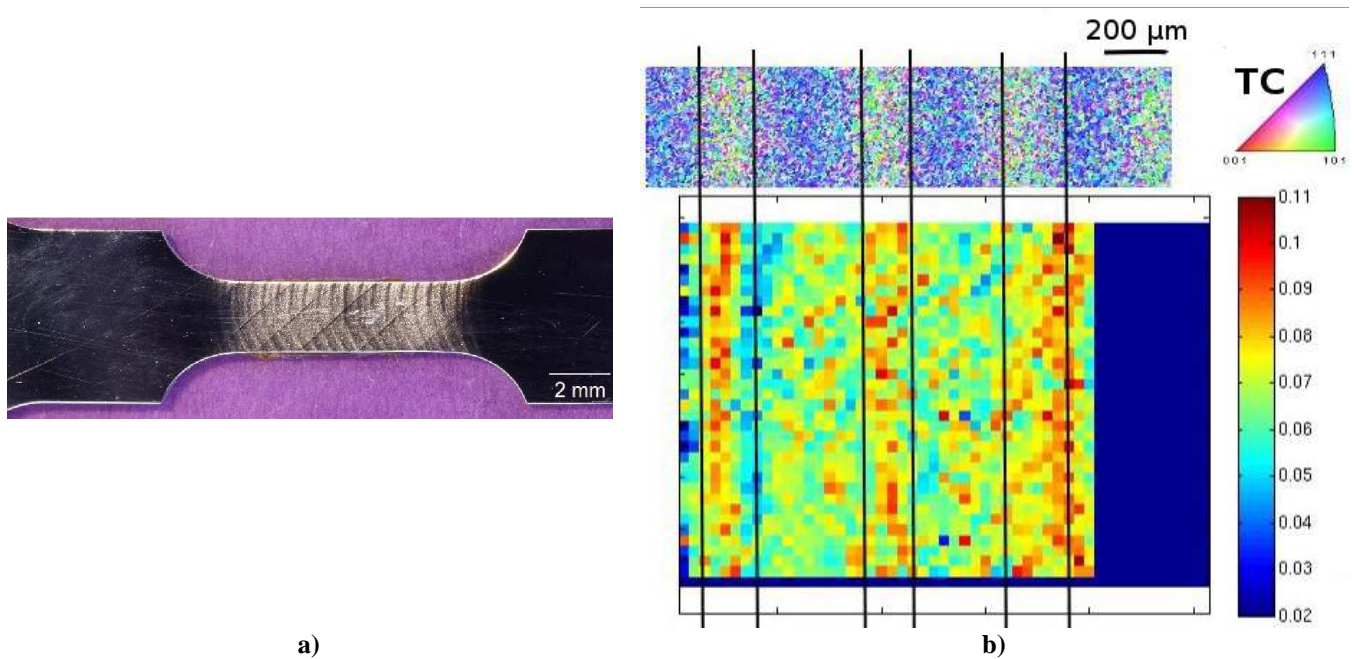


Figure 8: a) Image optique de l'éprouvette après essai de traction, b) Corrélations entre mesures de déformation locale par corrélation d'images et cartographie EBSD

### 3.2 Hétérogénéités microstructurales, champs mécaniques et corrosion sous contrainte.

Afin de mettre en évidence les effets éventuels des hétérogénéités microstructurales et des champs mécaniques locaux sur l'amorçage et la propagation des fissures de corrosion sous contrainte intergranulaire (CSC-IG) du noyau de soudure de l'alliage 2050, des essais de corrosion, de corrosion sous contrainte (CSC) et des essais d'immersion sur des éprouvettes prédéformées à l'air ont été réalisés.

Les éprouvettes ont été prélevées dans le noyau soudé, le long du cordon de soudure, de manière identique à celle des essais mécaniques. Afin d'identifier les mécanismes de corrosion sur matériaux non sollicités, des essais de corrosion en milieu NaCl 1M (immersion 1h30) ont été effectués sur les têtes des éprouvettes (parties non sollicitées mécaniquement ni électrochimiquement lors de l'essai de CSC) après chaque essai de corrosion sous contrainte (CSC). Les essais de corrosion sous contrainte ont été réalisés à la vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Le milieu a été introduit à 1 % de déformation totale et a été laissé 1h30, c'est-à-dire jusqu'à 2.4 % de déformation totale. Des essais d'immersion sur éprouvettes préalablement déformées à 10% à l'air, puis déchargées, ont également été réalisés afin d'estimer l'effet des contraintes internes sur le développement de la CSC-IG. Tous les essais se sont déroulés à l'OCP (Open Current Potential) (OCP = -640mV pour notre matériau), dans une solution de NaCl 1M aérée, à température ambiante, sans agitation pendant 1h30.

Concernant l'essai d'immersion des têtes des éprouvettes libres de contrainte, la Figure 9a) révèle, que le mode de corrosion privilégié du matériau en milieu NaCl 1M pendant 1h30 à l'OCP, est la piqûration. Par contre, lorsqu'une contrainte est appliquée, l'endommagement par fissures de CSC-IG devient prépondérant devant la piqûration comme le montre les Figure 9b) et c). Le même type de phénomène a été observé par Connolly et Scully (2000) pour un alliage d'aluminium-cuivre-lithium 2096. Ces observations montrent clairement qu'une contrainte mécanique, qu'elle soit externe (appliquée) ou interne (résiduelle), est nécessaire à l'amorçage de la CSC-IG pour notre temps d'observation. Néanmoins, la morphologie des fissures est très différente selon le champ de contrainte. Lors de l'essai de CSC, les fissures se sont propagées majoritairement dans la direction perpendiculaire à la direction de traction alors que pour l'essai de corrosion sur éprouvettes prédéformées à l'air, bien qu'aucune contrainte macroscopique n'ait été appliquée, les contraintes locales résiduelles créées par les incompatibilités de déformation intergranulaire induites par la déformation plastique du préchargement mécanique a conduit au développement isotrope des fissures de CSC-IG qui n'ont pas de direction de propagation privilégiée (Figure 9c)).

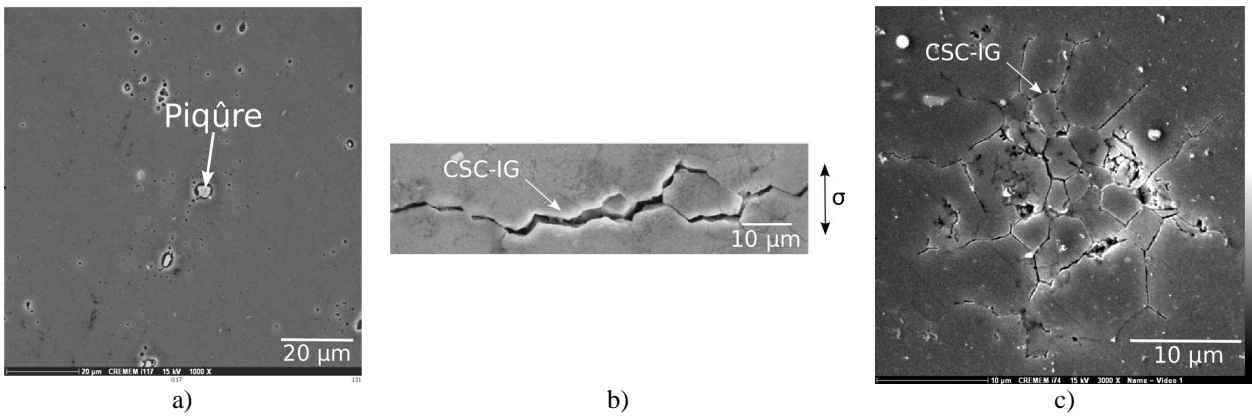


Figure 9: Images MEB prises après essais : a) de corrosion, b) de corrosion sous contrainte, c) de corrosion sur éprouvettes pré-déformées à l'air

Pour la suite, nous nous focaliserons sur l'essai de corrosion sous contrainte qui constitue la situation la plus endommageante pour le matériau. Les fissures créées durant cet essai ont été quantifiées en terme de longueur et de densité (160 fissures par  $\text{mm}^2$ ). La longueur moyenne des fissures est de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ , cependant, plus de 50 % des fissures ont une taille inférieure à 10  $\mu\text{m}$  et une part non négligeable d'entre elles ( $\sim 2\%$ ) ont une taille supérieure à 100  $\mu\text{m}$  (voir Figure 10a). L'image optique de la Figure 10b) montre que les plus grosses fissures intergranulaires observées (ayant une longueur supérieure à 100  $\mu\text{m}$ ) semblent apparaître de manière périodique au sein de l'échantillon.

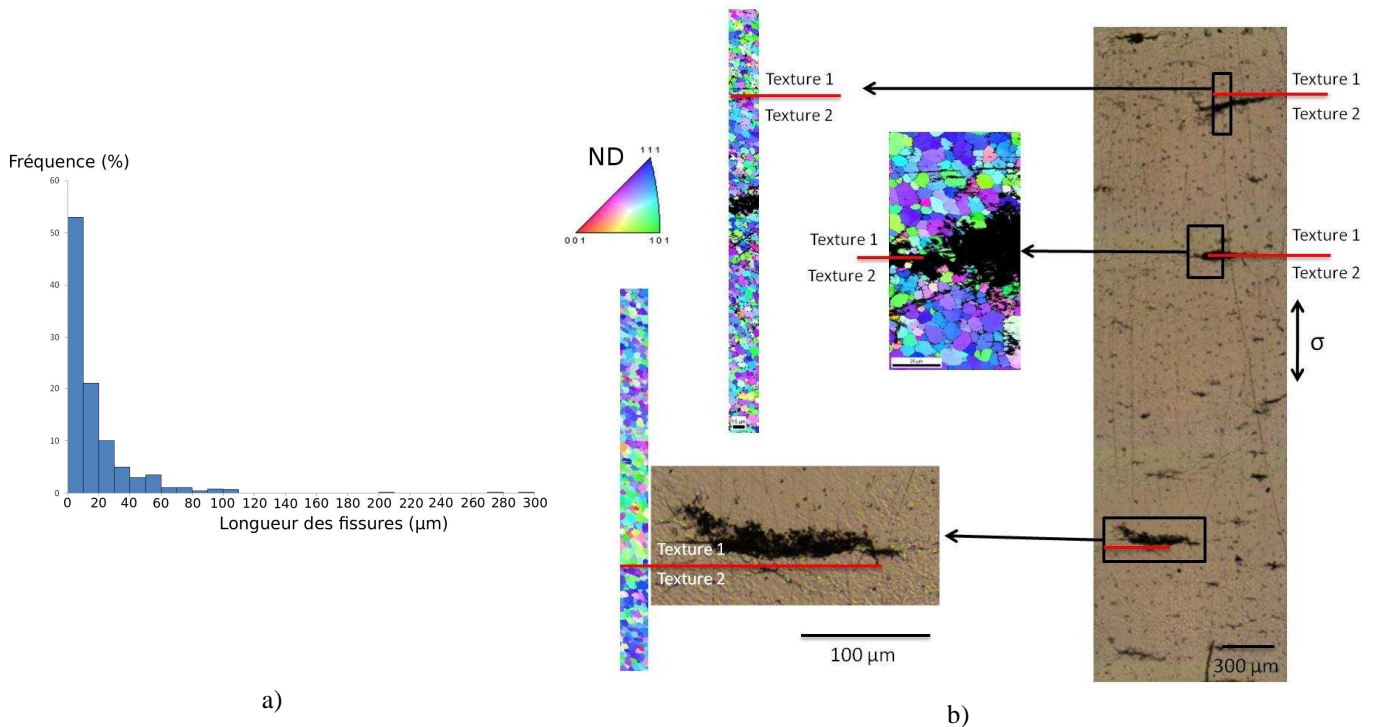


Figure 10 a) Répartition des longueurs des fissures intergranulaires et b) Image optique après essai de CSC et cartographies EBSD réalisées au voisinage des 3 plus grosses fissures

Afin d'établir un lien éventuel avec la microstructure, et notamment la texture cristallographique, des cartographies EBSD ont été réalisées au voisinage des plus grosses fissures. La Figure 10b) montre clairement que ces fissures s'amorcent à la frontière entre deux bandes de texture. Les incompatibilités de déformation qui existent entre ces bandes créent des sites préférentiels pour l'amorçage de la CSC-IG. Ces observations confirment, par les hétérogénéités de déformation qu'elles génèrent, le rôle capital des variations de texture cristallographique, sur la propagation de la CSC-IG. Mais la variation de texture n'est pas le seul paramètre influençant ce phénomène et de nombreuses fissures, plus petites, se sont amorcées uniformément sur la partie utile, et les longues fissures (de taille moyenne 180  $\mu\text{m}$ ) ne sont pas systématiquement observables à la frontière de chaque bande de texture; leur périodicité est en moyenne deux fois supérieure à celle des "onion rings". En effet, les conditions d'amorçage des fissures de CSC-IG sont liées aux champs mécaniques, mais également à la microstructure locale (précipités, desorientations grains à grains ...). Aux frontières des bandes texturées, les fissures se propagent plus rapidement dans ces zones. Lorsqu'une fissure a atteint une taille importante, il s'ensuit une relaxation des



contraintes de part et d'autre du plan de fissure, qui diminue les chances d'amorcer et/ou de propager de manière importante une autre fissure dans la bande de texture voisine. Le développement de la microfissuration à la surface de l'éprouvette induit une modification importante des champs mécaniques locaux dans l'environnement immédiat de la fissure. D'autre part, les conditions électrochimiques locales peuvent également être significativement modifiées par le développement privilégié de certaines fissures.

A une échelle plus locale, afin de comprendre l'effet éventuel des hétérogénéités microscopiques sur l'amorçage et la propagation des fissures de CSC-IG, des cartographies EBSD ont été réalisées au voisinage de 18 fissures intergranulaires d'une taille maximale de 100  $\mu\text{m}$ . En effet, les fissures plus longues présentent généralement des ramifications avec déchaussement des grains de surface qui rendent cette analyse impossible. L'effet de l'angle  $\theta$  du joint de grain par rapport à la direction de traction (Figure 11a)) sur l'amorçage et la propagation des fissures de CSC-IG a été étudié. Néanmoins, il est important de noter que si on connaît l'angle que fait le joint de grain avec la direction de traction en surface, la direction de propagation en profondeur est inconnue. Celle-ci joue évidemment un rôle dans le comportement en CSC-IG. Le résultat de cette analyse est présenté à la Figure 11b). Sur ce graphique, on voit une répartition relativement homogène de  $\theta$  pour les joints de grain non fissurés. En revanche, parmi les joints fissurés la proportion des joints dont la valeur de  $\theta$  est comprise entre 60 et 90° est beaucoup plus importante (~ 70 %) alors que celle pour les joints dont la valeur de  $\theta$  est comprise entre 0 et 30° est très faible (< 10 %). La contrainte normale s'exerçant sur le joint de grain est directement reliée à l'angle  $\theta$  du joint. Les valeurs de la contrainte normale  $\sigma_n$  s'exerçant sur le joint de grain ont également été indiquées sur le graphe, en fonction de la contrainte de traction macroscopique appliquée  $\sigma$ . Nous constatons que les joints de grain les plus sensibles présentent une valeur de contrainte normale élevée telle que  $\sigma_n > 3\sigma/4$ . L'effet de la contrainte normale sur l'amorçage et la propagation de la CSC-IG apparaît donc clairement. Ce paramètre sera pris en compte dans la modélisation du phénomène.

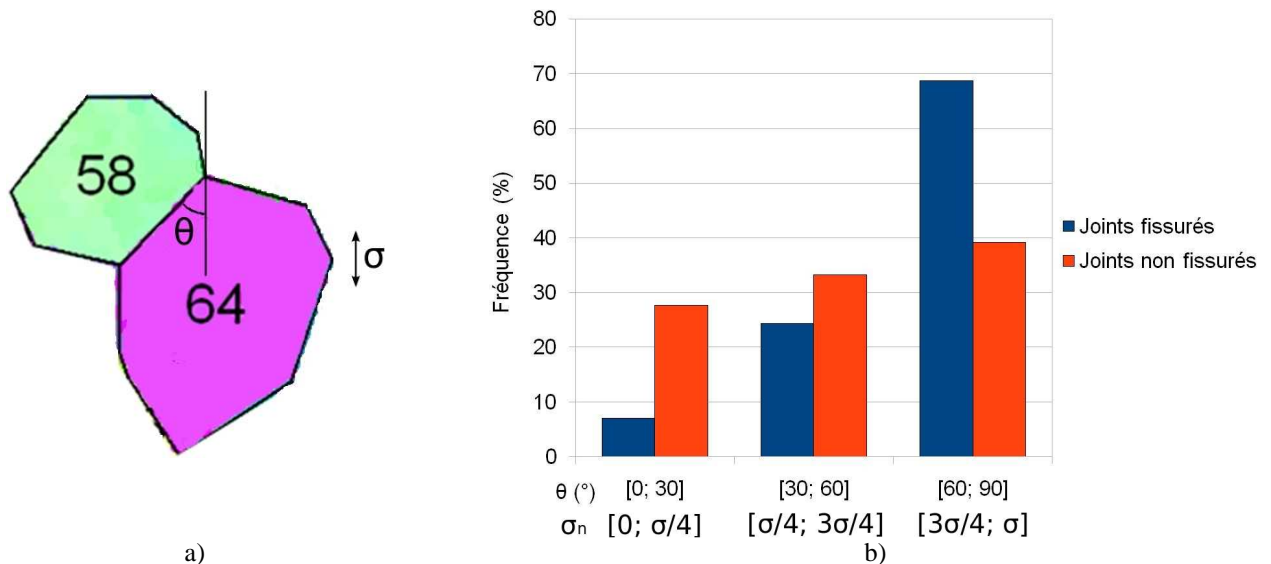


Figure 11: a) Définition de l'orientation du joint de grain. b) Proportion de joints de grain pour 3 gammes de valeurs de  $\theta$  en considérant les joints de grain fissurés et non fissurés. Les valeurs de  $\sigma_n$  pour les différentes valeurs de  $\theta$  sont aussi indiquées

### 3.3 Prises en compte des hétérogénéités microstructurales et mécaniques pour la modélisation de la corrosion sous contraintes.

D'après les résultats expérimentaux présentés précédemment, il est clair que l'échelle de la modélisation permettant de représenter les phénomènes doit être celle de la microstructure, tout en conservant l'hypothèse de milieu continu. Une simulation par éléments finis a été choisie. Tous les calculs par éléments finis présentés dans cette étude ont été réalisés à l'aide du code de calcul ZeBuLoN développé par le Centre des Matériaux de l'école des Mines de Paris-Tech, Northwest Numerics et l'ONERA. Le modèle de plasticité cristalline proposé par Méric et Cailletaud (1987) a été utilisé pour rendre compte du comportement du matériau à l'échelle de la microstructure. Les paramètres matériaux de la loi de plasticité cristalline ont été optimisés à partir de la courbe de traction macroscopique et des données de la cartographie EBSD de la partie utile.

Les conditions d'amorçage et de propagation des fissures de CSC-IG dépendant étroitement de la microstructure du matériau, la géométrie de surface des grains et des joints de grain a été fidèlement représentée à partir des données des cartographies EBSD (Figure 12).

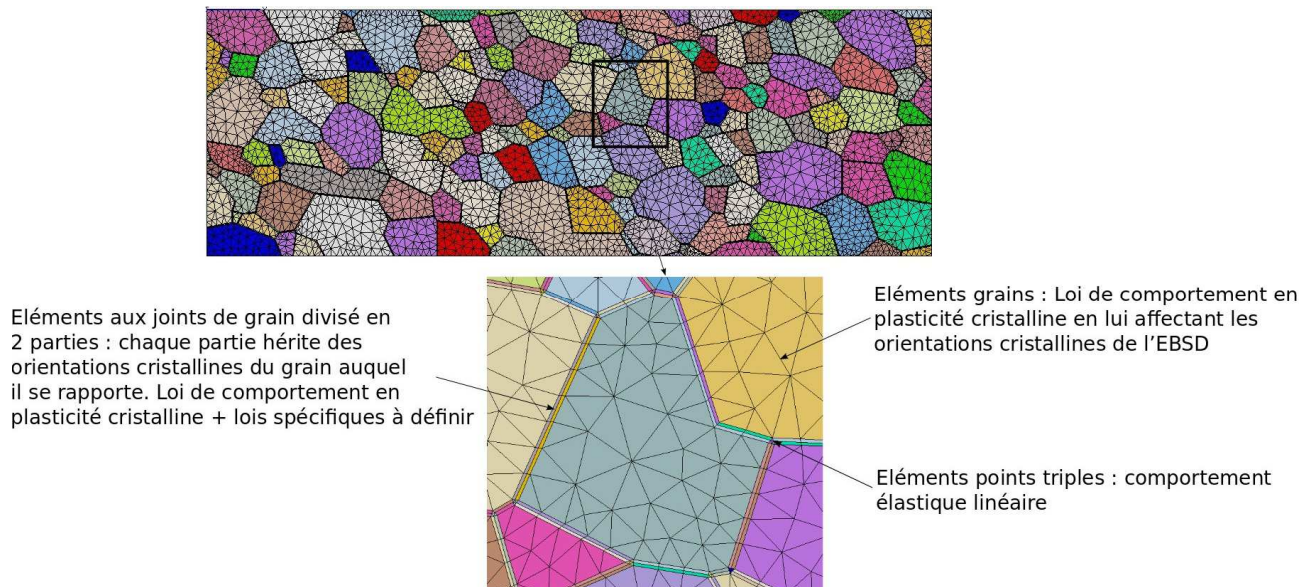


Figure 12: Maillage d'un polycristal et détail de la répartition des différents types de loi de comportement pour chaque type d'éléments

Une formulation de type éléments cohésifs a été choisie afin de prendre en compte le lien étroit entre la microstructure, le comportement mécanique et la propagation des fissures. Les joints de grain ont un comportement endommageable, entraînant une baisse de rigidité par le biais d'une variable d'endommagement  $D$  comprise entre 0 et 1. L'endommagement du joint de grain est induit par la propagation de la corrosion intergranulaire qui peut s'apparenter à la diffusion, dans le matériau, d'un taux de lacune par unité de volume  $Q$ , compris entre 0 (pas de corrosion) et 1 (élément de joint entièrement corrodé). Une loi de forme exponentielle reliant la variable  $Q$  à la variable d'endommagement  $D$  a été choisie afin de tenir compte du fait que, lorsque le taux de lacune augmente, le métal perd sa cohésion et sa rigidité chute rapidement. Le modèle développé ici permet de simuler la propagation de la CSC-IG mais pas l'amorçage. Lorsque la simulation débute, certains joints de grain sont donc considérés comme déjà corrodés, le taux de lacune se propage ensuite selon la loi de Fick. Ayant mis en évidence expérimentalement l'effet marqué de la contrainte normale aux joints de grain, le coefficient de diffusion  $D_{diff}$  intervenant dans la loi de Fick sera considéré, dans cette première approche, comme dépendant linéairement de la contrainte normale.

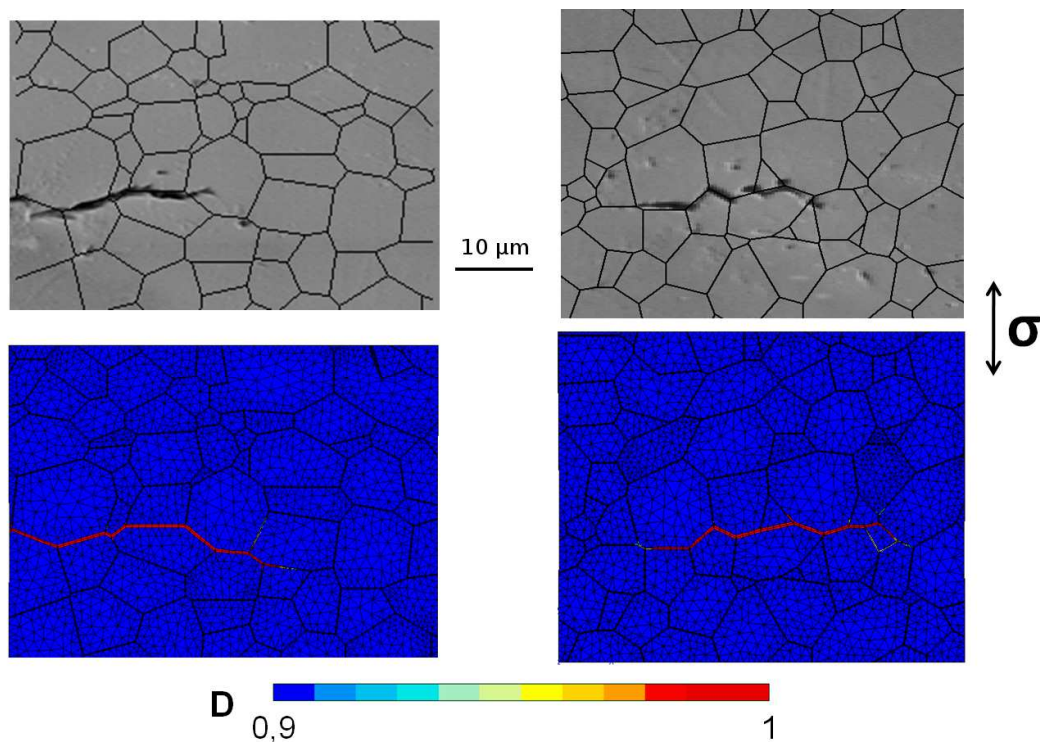


Figure 13: Comparaison des fissures obtenues expérimentalement avec celles obtenues par calcul par éléments finis.

La Figure 13 met en correspondance les fissures expérimentales et les fissures obtenues numériquement (correspondant à un endommagement proche de 1). Le modèle mis en place permet de prévoir la propagation de fissures intergranulaires sur des agrégats réels en surface. L'amorçage est imposé et les paramètres ont été optimisés à partir des cinétiques de propagation expérimentales. La direction de propagation des fissures est pilotée par la contrainte normale aux joints de grain, comme cela semble être le cas pour les fissures expérimentales. Les fissures obtenues par le modèle ont donc globalement la même morphologie que celles observées expérimentalement.

Ce modèle, basé sur une formulation de type éléments cohésifs, permet de prendre en compte le lien étroit entre la microstructure, le comportement mécanique et la propagation des fissures de CSC-IG. D'un point de vue numérique, c'est un modèle faiblement couplé car le grandeur « taux de lacune » (reliée à la CSC-IG) dépend des grandeurs mécaniques, mais que inversement, les lois mécaniques ne dépendent pas du taux de lacune. Les paramètres influents tels que la contrainte normale au joint de grain, le niveau de déformation, la désorientation des grains, ont été pris en compte pour l'élaboration des lois de propagation des fissures de corrosion sous contrainte. Ces lois établies à partir des observations expérimentales conduites à l'échelle locale, et assignées aux joints de grain ont permis de représenter fidèlement les chemins de propagation des fissures pour des fissures relativement courtes.

## REMERCIEMENT

Ce projet a bénéficié d'une aide de l'Agence Nationale de la Recherche portant la référence ANR-08-MAPR-0020-05 (projet Coralis, Corrosion of Aluminium Lithium Structures).

## REFERENCES

- Aubert I., Olive J., et Saintier N. "The effect of internal hydrogen on surface slip localisation on polycrystalline AISI 316L stainless steel", *Material science engineering A* 52, 21-22 (2010), pp. 5858–5866.
- Aubert I., Saintier N., Olive J.M., "Crystal plasticity computation and atomic force microscopy analysis of the internal hydrogen-induced slip localization on polycrystalline stainless steel". *Scripta Materialia*, Volume 66, Issue 9, (2012) pp. 698-701
- Connolly B.J., Scully J.R., "Corrosion cracking susceptibility in al-li-cu alloys 2090 and 2096 as a function of isothermal aging time", *Scripta Materialia*, 42(11) (2000), pp.1039-1045
- De Geuser F., Malard B., et Deschamps A., "SAXS mapping of the microstructure in a friction-stir welded Al-Li-Cu alloy", *In /Thermec/*, 2011
- Dhondt M., Aubert I., Saintier N., Olive J.M., "Corrosion sous contrainte intergranulaire du noyau de soudure par FSW de l'alliage Al-Li 2050", *Hydrogène-matériaux, corrosion sous contrainte, fatigue corrosion*, E. Andrieu, C. Blanc, J. Chêne, M. Fregonese, B. Normand, R. Oltra, Collection science de la matière, Presse des Mines, (2011), pp. 91-95,
- Frankel G. S., et Latanision R. M. "Hydrogen transport during deformation in nickel : Part i. polycrystalline nickel.", *Metallurgical Transactions A* 17 (1986), pp. 861–867.
- Fukushima H., et Birnbaum H.K. "Surface and grain boundary segregation of deuterium in nickel.", *Acta Metallurgica* 32 (1984), pp.851–859
- Huvier C., Conforto E., Alami H. E., Delafosse D., Feaugas X., *in: International Conference on Dislocations*, Vol. 3 of IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering (2009) pp.122 –128 .
- Krom A. H. M., Koers R. W. J., et Bakker A. "Hydrogen transport near a blunting crack tip.", *Journal of the Mechanics and Physics of solids* 47 (1999), pp. 971–992.
- Ladna B., et Birnbaum B. H. "A study of hydrogen transport during plastic deformation.", *Acta Metallurgica* 35 (1987), pp. 1775–1778.
- Lassila D., et Birnbaum B. H. « The effect of diffusive hydrogen segregation on fracture of polycrystalline Nickel », *Acta Metallurgica* 34 (1986), pp.1237–1243.
- Meric L., et Cailletaud G. "Single crystal modeling for structural calculations : Part 2—finite element implementation". *Journal of Engineering Materials and Technology* 113, 1 (1991), pp. 171–182.
- Miresmaelli R., Saintier N., Notsu H., Olive J., et Kanayama H. "One-Way Coupled Crystal Plasticity-Hydrogen Diffusion Simulation on Artificial Microstructure", *Journal of Computational Science and Technology* 4, 2 (2010), pp. 105–120.
- Robertson I.M, Birnbaum H.K. et Sofronis P. , "chapter 91: Hydrogen effects on plasticity", *in: Dislocations in Solids*, North Holland Publishing company, Ch.91, (2009) pp.249-293.